

*Este exemplar  
corresponde à versão  
final da tese de  
Alberto Castro de Almeida  
defendida em 25/7/89  
Campinas em 20/10/89  
Alaide P. Mammanna*

LUIZ ALBERTO CASTRO DE ALMEIDA

## MOSTRADORES DE CRISTAL LIQUIDO

### NEMATICO-TORCIDO ESTATICOS

Dissertação apresentada à Faculdade  
de Engenharia Elétrica da UNICAMP  
como requisito parcial para a  
obtenção do Título de "Mestre em  
Engenharia Elétrica"

#### Orientadora:

Profa. Dra. Alaide Pellegrini Mammanna, DSIF/FEE/UNICAMP

#### Examinadores:

Prof. Dr. Ernst Lueder, Universidade de Stuttgart, Alemanha  
Prof. Dr. Vicente Roberto Dumke, Universidade Federal do Paraná  
Prof. Dr. Carlos Ignácio Zamitti Mammanna, DSIF/FEE/UNICAMP e  
Diretor do IM/CTI

Universidade Estadual de Campinas

Faculdade de Engenharia Elétrica  
Departamento de Semicondutores, Instrumentos e Fotônica

Julho de 1989

A Deus ...

### Agradecimentos:

- . a meus pais, por tudo ...
- . à Profa. Alaide, pela dedicação incansável ...
- . a Juary, pela paciência e compreensão ...
- . à minha família ...
- . aos companheiros do CTI ...
- . aos meus amigos ...
- . ao Prof. Dr. Ernst Lueder e Dr. Traugott Kalfass, pelo apoio em todas as fases do trabalho, inclusive pelos materiais e amostras doados ...
- . ao Dr. Gerard Sprokel, pelas discussões valiosas ...
- . a CAPES, Sociedade Beneficente Guilherme Guinle e a Modatta e Digilab pelas bolsas concedidas ...
- . ao Laboratório de Sistemas Integrados da USP, pelas medidas de espessura por perfilometria ...
- . ao Departamento de Física do Instituto Tecnológico da Aeronáutica, pelas medidas de transmitância ...
- . à Providro e Isolasil, pelas amostras doadas ...

## Resumo

Os mostradores de cristal líquido (LCDs) dependem de processos físico-químicos de alta complexidade e exigência, cujo domínio é estratégico para o País dada a importância desses dispositivos nos sistemas informáticos modernos. Como parte de um programa de capacitação tecnológica nacional no setor, estudamos os processos básicos de confecção de mostradores com materiais disponíveis no mercado local e equipamentos desenvolvidos em nosso laboratório. Estudamos também os métodos de caracterização física e eletroóptica das diversas camadas e das células montadas. As melhores células operam com tensões de limiar de 1,4 V, razão de contraste 30:1, tempos de subida 30 ms e de descida da ordem de 80 ms, e os filmes de SnO<sub>2</sub> têm resistividades de 1 a 10 miliohms.cm e transmitância superior a 90% na faixa de 400 a 800 nm. Algumas aplicações simples de acionamento estático, que atuam sobre cada segmento individualmente, permitiram estudar diferentes aplicações, mostrando que os processos desenvolvidos são repetitivos, permitindo a confecção de células com características similares a dos mostradores do mercado, sendo que presentemente estamos em fase adiantada de implantação de uma Linha Piloto Experimental no Laboratório de Mostradores de Cristal Líquido do Instituto de Microeletrônica do CTI, para estudo dos problemas de produção em grande escala.

## INDICE

CAPITULO 1 - Introdução

CAPITULO 2 - Conceitos Básicos

CAPITULO 3 - Técnicas Experimentais

CAPITULO 4 - Resultados

CAPITULO 5 - Conclusões

APENDICE

## Capítulo 1. Introdução

A popularidade dos mostradores de cristal líquido, assim como de outros mostradores eletroópticos, aumentou consideravelmente nestas últimas décadas, por permitirem eles a exibição de símbolos, letras e números em dispositivos mais portáteis, mais versáteis e mais rápidos em relação ao que era alcançado nos mostradores eletromecânicos utilizados até recentemente. Como grande parte dos dispositivos e equipamentos atuais emprega métodos visuais para a exibição da informação, os mostradores eletroópticos passaram a ter uma importância singular no universo tecnológico atual em especial nos sistemas informáticos em que a comunicação homem-máquina deve se estabelecer num alto nível. O crescimento da indústria de mostradores chega a se equiparar ao da indústria de semicondutores, com a diferença de que esta se baseia principalmente numa única tecnologia, a do silício, enquanto a indústria de mostradores eletroópticos utiliza diferentes tecnologias, estando disponíveis no mercado painéis planos ativos, como os vácuo-fluorescentes (VFDs), os eletroluminescentes (ELDs), e os de plasma (GPDs), os passivos, de cristal líquido, e os discretos, de lâmpadas incandescentes, tubos "nixie" e diodos emissores de luz (LEDs), além dos tubos de raios catódicos (CRTs), de tecnologia já consagrada [1]. Cada um deles apresenta características especiais e a opção adequada para uma determinada aplicação depende de fatores como custo, dimensões, brilho, tempo de vida, consumo de potência, faixa de temperaturas, tensão de operação, circuitos de acionamento, conforto na operação, etc. A importância das diversas tecnologias de mostradores é tão grande que tem levado seus fabricantes a investir intensamente no sentido de aumentar a área dos painéis e a densidade de informação exibida; melhorar o desempenho eletroóptico (maior brilho, maior resolução, melhor contraste, maior ângulo de visada, tanto em ambiente claro como escuro); simplificar os processos de fabricação e melhorar seu controle de forma a elevar

a produtividade, baixar custos e aumentar a confiabilidade dos produtos finais. Além disso são intensamente buscadas soluções para se exibir todo o espectro visível com uma vasta gama de intensidades. Os CRTs preenchem consideravelmente estes requisitos [2], mas têm a enorme desvantagem de possuírem grandes dimensões e consumirem um nível elevado de potência, não sendo por isso aplicáveis em computadores portáteis, nos quais estão sendo substituídos pelos painéis planos ativos ou passivos, graças aos últimos avanços alcançados nessas tecnologias [3].

Os mostradores planos ativos ou emissivos (ELDs, VFDs, GPDs) geram sua própria luz, em geral numa cor que lhes é própria, proporcionando um maior brilho do que os passivos, mas consumindo maior potência e não competindo em preço com os LCDs e com os CRTs. Por outro lado estes mostradores são menos legíveis sob condições de alta luminosidade ambiente, o que não deixa de ser mais uma desvantagem em relação aos mostradores passivos, que acabam sendo os mais confortáveis ou ergonômicos para o observador.

O investimento em P&D que os fabricantes de painéis planos ativos vêm efetuando tem contribuído para viabilizar sua produção em larga escala, a preços cada vez mais reduzidos, e com características de legibilidade, resolução e contraste que melhoram dia a dia, com algumas soluções já propostas para mostradores coloridos [4].

Os painéis eletroluminescentes são dispositivos de estado sólido que emitem luz quando sujeitos a um campo elétrico. Apresentam vantagens como uma elevada resistência a choques e vibrações e operação numa larga faixa de temperaturas. Entre todos os painéis planos, os ELDs são os que possuem o menor peso, dependendo da taxa de multiplexagem e da potência elétrica, além de apresentarem uma alta resolução que pode chegar a superar a dos CRTs. Ainda em 1988 foi possível se elevar em 50 % o brilho dos ELDs, ultrapassando-se a casa dos 100 foot-Lambert [3]. Por causa da resposta rápida, a tecnologia de ELDs pode ser amplamente usada em painéis multiplexados, sendo conhecida atualmente como a de melhor desempenho, particularmente nos mostradores construídos com filmes espessos (TFELs). O desenvolvimento destes dispositivos, com padrões RGB (vermelho, verde e azul) de fósforo, ampliou sensivelmente o espectro abrangido, parecendo iminente nos TFELs a emissão em toda a faixa visível, importante para os painéis coloridos. Há inclusive referências a protótipos já construídos. Por outro lado, em relação aos LCDs, os ELDs apresentam, de um modo geral, grande contraste, maior cone de visada (atingindo 160 graus) e melhor reso-

2. T.Manuel, Electronics, May 28, 1987, p. 55.

3. R.Von Stroh, Information Display, 4, 14 (1988).

4. J.D.Mosley, EIM, September 4, 1983, p. 79.

lução, embora sejam mais caros, consomem maior potência e requerem tensões de acionamento muito elevadas (da ordem de 150 V). Suas aplicações tornam-se, pois, menos importantes em produtos portáteis alimentados por baterias. Os painéis ELDs de corrente contínua e com filme espesso prometem custos mais reduzidos em relação aos TFELs, além de operarem em tensões mais baixas e de serem mais isentos de falhas.

Os dispositivos vácuo-fluorescentes (VFDs), por sua vez, utilizam anodos cobertos com fósforo que são bombardeados pelos elétrons do catodo. Esta tecnologia produz painéis planos de razões de contraste atingindo 60:1 e grande brilho (100 fL). Seu consumo de potência é bastante reduzido, podendo chegar a 5 W, o que facilita seu comando por circuitos integrados. Entretanto o seu custo ainda é muito superior ao dos CRTs e dos LCDs [4].

Os mostradores a plasma empregam gás neônio, podendo operar com tensões ac ou dc. Na busca por painéis planos de grande área, a tecnologia de plasma parece tomar a liderança, tendo-se obtido, inclusive, painéis monocromáticos de alta resolução, com até 3m de diagonal. Isto se deve à memória intrínseca do gás, que elimina a necessidade da varredura na tela (refreshing), normalmente a mais séria limitação no comando das telas grandes. Além disso, os mostradores a plasma produzem imagens com alto brilho, alto contraste, operando em velocidades suficientes para exibirem movimentos rápidos ou imagens gráficas animadas, consumindo menor potência que os CRTs de mesmas dimensões (ainda que superior à consumida pelos ELDs). Graças aos investimentos efetuados na área, já se dispõe hoje de "displays" com dimensões de uma folha de papel e que operam sob cones de visada de 100 graus, apesar da razão de contraste não ser muito elevada, devido à iluminação de fundo do painel. Hoje já se busca obter painéis coloridos de grandes dimensões e alta resolução, tendo sido mostrado ainda em 1988 um protótipo de 20 polegadas, com 256 níveis de intensidade de luz e qualidade de imagem comparável à dos CRTs [5].

Os únicos representantes dos mostradores passivos são os mostradores de cristal líquido, que utilizam a própria luz ambiente para proporcionar a exibição da informação, não exigindo o acoplamento de fontes de luz, o que lhes permite operar a um baixo consumo de potência (dezenas de miliwatts). Isto facilita enormemente a construção de mostradores compactos em contrapartida a um menor brilho e contraste. De todos os tipos de painéis, os mostradores de cristal líquido têm se mostrado como os mais promissores, despertando interesse nos diversos segmentos da eletrônica, do profissional ao de consumo, em instrumentação, equipamentos de controle, analisa-



dores para processos "on-line", eletro-domésticos, aparelhos médicos, bombas de combustível, equipamentos de escritório, computadores pessoais, equipamentos para automação bancária e de escritório, e para a indústria automobilística, naval, de aviação e de telecomunicações. Com a síntese do primeiro cristal líquido nemático à temperatura ambiente, o MBBA, por Kelker e Scheurle [6], os primeiros mostradores, operando pelo princípio do espalhamento dinâmico [7][8], começaram a competir com os LEDs e os mostradores vácuo-fluorescentes, mas logo foram abandonados devido aos seus problemas de qualidade, à sua tecnologia deficiente de produção, ao seu consumo relativamente alto de potência e ao seu tempo de vida curto.

Com o advento dos nemático-torcidos atuados por campo, em 1971 [9], muitas empresas, algumas das quais já produzindo leds para relógios, começaram a produção de mostradores, contribuindo para um aumento muito grande da demanda, já em meados da década de 70. Universidades, instituições de pesquisa e empresas nos Estados Unidos, na Europa e na Ásia, em particular no Japão, impulsionaram significativamente o desenvolvimento desta tecnologia no sentido de melhorar o brilho, o contraste, o ângulo de visada, o tempo de chaveamento, e de aumentar a faixa da temperatura de operação para até - 50°C a 100°C.

Já em 1980, excluindo os CRTs, os mostradores de cristal líquido dominavam 30 % do mercado [10]. O consumo extremamente baixo de potência, as baixas tensões de operação (entre 3 e 5 V), a legibilidade mesmo à luz do dia, o baixo custo e a flexibilidade das dimensões dos dispositivos, são apenas alguns dos fatores que fizeram com que os mostradores de cristal líquido fossem preferencialmente usados em relação aos concorrentes. Os mostradores de cristal líquido consomem menos do que qualquer outro mostrador e, portanto, é natural que eles sejam a melhor opção para equipamentos portáteis. Um outro fator que justifica este seu rápido crescimento é a sua compatibilidade com os circuitos integrados, o que acabou revolucionando a indústria eletrônica e reduziu substancialmente o custo e as dimensões dos equipamentos profissionais e de consumo. Esta compatibilidade se acentua com a soldagem dos circuitos integrados diretamente sobre os "displays", na tecnologia "chip on glass" ou mais ainda no caso das matrizes ativas de dispositivos de filmes finos, em que os circuitos de "drivers" são também construídos diretamente sobre o vidro. Por fim, ao contrá-

6. H.Kelker and B. Scheurle, *Angew.Chem.Intern., Ed. Engl. Ed.*, 8,(11) 884 (1969).

7. R.Williams, *J.of Chem.Phys.*, 39, 384 (1963).

8. G.H.Heilmeier et alli, *Appl.Phys.Lett.*, 13, 46 (1968).

9. M.Schadt and W.Helfrich, *Appl.Phys.Lett.*, 18, 127 (1971).

10. B.Bahadur, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.*, 92, 345 (1983).

rio dos CRTs, eles não emitem qualquer radiação prejudicial, podendo ser utilizados com conforto sob iluminação ambiente intensa. Esses mostradores são multiplexáveis e podem proporcionar a modulação da intensidade de luz, permitindo se obter tons intermediários de cinza.

Devido à competição acirrada dos preços dos mostradores de cristal líquido japoneses para aplicações de consumo, principalmente em relógios e calculadoras, empresas americanas e européias se viram obrigadas, no final dos anos 70, a interromperem a sua produção de LCDs ou a se dedicarem a dispositivos para aplicações específicas. Isto porque o Japão, ao investir maciçamente no desenvolvimento de materiais e processos e nas técnicas de produção em larga escala passou a dispor não apenas de melhores produtos, mas também de processos automatizados e mais rentáveis. Por outro lado, a liderança japonesa nesta área é atribuída também ao fato da maioria dos seus fabricantes de MCLs estarem também no negócio de circuitos integrados, o que os favorece no sentido de produzirem módulos melhores (\*), mais complexos e mais baratos. Em 1983, existiam 13 empresas fabricantes de MCLs na América do Norte, 18 no Japão, 21 em outros países da Ásia e apenas 9 na Europa, sendo que 80 % da produção mundial era asiática, 12 % européia, 6 % americana e 2 % dos demais países. Praticamente 99% dos mostradores de cristal líquido que estavam no mercado nesta época eram do tipo nemático-torcido [10].

O interesse em mostradores de cristal líquido é tão antigo quanto a própria tecnologia de mostradores e com o decorrer dos anos as seguintes técnicas vêm sendo basicamente utilizadas para se obter as cores: adição de corantes dicróicos aos nemáticos; uso de polarizadores ou filtros coloridos; uso de nemáticos com altos valores de birrefringência para gerar as cores de interferência; e uso das cores naturais dos colestéricos na faixa do visível [11].

Como os polarizadores absorvem praticamente 50 % da luz e contribuem na limitação do ângulo de visada, o seu uso foi dispensado em alguns dispositivos pela utilização de corantes dicróicos, misturados com o cristal líquido, os quais mostram uma aparência escura num eixo e clara no outro eixo. Com isso, a visibilidade torna-se maior (razão de contraste de cerca de 50:1) e o campo de visada fica completamente hemisférico. Os mostradores dicróicos, descobertos três anos após os nemático-torcidos (1974), operam apenas com imagem negativa, ou seja, caracteres claros em fundo escuro. Embora eles sejam superiores quanto ao ângulo de visada e ao brilho, não conseguiram alterar o mercado já conquistado pelos nemá-

11. W.E.Maas, Mol. Cryst. Liq. Cryst., 94, 1 (1983).

\* Módulos compreendem o LCD mais o circuito eletrônico para seu comando.

tico-torcidos. Isto porque a tecnologia dos nemático-torcidos já havia se consolidado com relação à montagem das células, aos materiais e aos polarizadores. Por outro lado, a taxa de multiplexagem dos dicróicos é relativamente baixa, com uma curva de contraste muito inclinada, embora isto possa ser contornado com o emprego de TFTs. Além disso, a sua tensão de operação é ainda relativamente elevada (entre 15 e 20 V), eles apresentam limitações quanto ao tempo de vida por razões de estabilidade química, a qualidade das cores deixa a desejar, o alinhamento em relação ao cristal líquido hospedeiro é imperfeito devido à agitação térmica (parâmetro de ordem não chega a 1) e nem sempre se consegue solubilidade para as diversas misturas de cristais líquidos. A maioria destes problemas estão sendo solucionados e os mostradores dicróicos vêm sendo considerados como futuros concorrentes dos nemático-torcidos. Atualmente eles já são usados em quadros de sinalização em aeroportos, estações de trem e nas bolsas de valores.

No caso dos mostradores nemático-torcidos, uma restrição importante é imposta pela inclinação da curva de contraste, que limita a taxa de multiplexagem e também o ângulo de visada dos mostradores. Isto porque diversos níveis de tensões intermediárias acabam sendo introduzidos nas diferentes linhas e colunas, levando a condições intermediárias de acionamento. Aumentando-se o ângulo de torção do cristal líquido na célula pode-se tornar a curva de contraste mais abrupta e, portanto, melhorar o ângulo de visada. Para isto vêm sendo desenvolvidas células que operam com torções superiores a 90 graus, no caso dos supertorcidos, ou STNs, ou ainda que associam também o efeito birrefringente do cristal, na tecnologia dos SBE (super birefringent effect).

Apesar de já ter sido observada nas mudanças de fase nemático-colestéricas pelos cientistas da RCA e Xerox no final da década de 1960, a supertorção só foi investigada seriamente para aplicações práticas a partir de 1982, sendo que apenas em 1984 o primeiro trabalho foi publicado [12]. Por possuírem basicamente o mesmo princípio de acionamento dos nemático-torcidos convencionais, os super-torcidos podem facilmente substituí-los. Os mostradores que empregam a super-torção são em geral classificados simplesmente como super-torcidos, ou STN, quando apresentam um ângulo de torção entre 120 graus e 240 graus e um ângulo de ancoragem de 0,5 a 5 graus [13], ou como birrefringente-supertorcidos, ou SBE [14] [15], quando a torção é de 270 graus e o ângulo de ancoragem está entre 20 e 30 graus.

12. C.M. Waters, E.P. Raynes and V. Brimmel, Proc. SID, 25, 261 (1984).
13. A. Kando, T. Makagomi and S. Hasegawa, German Patent DE 3503259 A1 (1985).
14. T. Scheffer and J. Nehring, Appl. Phys. Lett., 45, 1021 (1984).
15. T. Uchida, S. Morozumi and A. Sasaki, Mol. Cryst. Liq. Cryst., 165, 533-571 (1988).

É possível obter altos ângulos de torção dopando-se o cristal líquido com materiais opticamente ativos ou quirais e orientando-se as direções de alinhamento dos dois substratos segundo o ângulo desejado. Como os dispositivos do tipo STN apresentam uma curva abrupta de inclinação das moléculas no interior da célula, em função da tensão aplicada e, portanto, possuem tensões de limiar bem definidas, isto implica alto contraste (até 10:1 para um ângulo de incidência normal) e amplos cones de visada (razão de contraste de 4:1 para um ângulo de 45 graus) ou, em outras palavras, maior legibilidade. A tecnologia SBE, por sua vez, pode envolver técnicas caras de evaporação oblíqua ou processos exigentes de orientação da camada de poliimida (com pressão e velocidade de esfregamento rigorosamente controladas), devido à necessidade de ângulos de ancoragem elevados. Os painéis de SBE são do tipo preto azulado sobre amarelo, com uma razão de contraste de 50:1, ou branco sobre azul-escuro, com razão de contraste de 15:1. Além disso, possuem uma resposta eletroóptica muito lenta, da ordem de 200 ms. Tanto os mostradores STN como os SBE exigem, por outro lado, uma precisão muito grande no espaçamento da célula (variações não superiores a 0,1  $\mu\text{m}$ ) e uma dependência pequena da anisotropia óptica com a temperatura, pois as suas características dependem fortemente da diferença de caminho óptico  $\delta = \Delta n \cdot d$ .

Uma das técnicas utilizadas para se eliminar o fundo colorido dos mostradores SBE é se utilizar a interferência óptica, caso em que o mostrador é denominado de interferência de modo óptico (optical mode interference ou OMI) [16] [17] [18] ou mostrador STN preto e branco (B/W-STN). Podem ainda exibir um amplo espectro de cores pela vantagem de da pequena dependência com o ângulo de visada e de não empregarem elevados ângulos de ancoragem. Nesta tecnologia, como nas tecnologias STN e SBE, é importante o ajuste preciso dos ângulos dos dois polarizadores, em contrapartida, as características eletroópticas são menos sensíveis a variações no espaçamento "d", o que significa menores exigências nos processos de fabricação. Em geral nestes dispositivos são utilizados compostos quirais com atividade óptica anti-horária (levógeros). Espera-se que os mostradores OMI substituam nos próximos anos os painéis de SBE e STN.

Os mostradores duplamente-super-torcidos (D-STN), compostos de duas células complementares com a mesma diferença de caminho óptico  $\delta$  mas com sentidos opostos de torção, estão começando a aparecer no mercado. Empregam ângulos de ancoragem na faixa de 5 graus e ângulos de torção entre 180 graus e 240 graus.

16. N.Schadt and F.Leenhouts, *Appl.Phys.Lett.*, 50, 236 (1987).

17. K.Kawazaki, K.Yanada and K.Mizunoya, *Digest SID (New York)*, 391 (1987).

18. N.Schadt, *Mol.Cryst.Liq.Cryst.*, 165, 405 (1988).

Todos os mostradores super-torcidos podem operar no modo transmissivo, empregando lâmpadas fluorescentes ou sistemas eletroluminescentes para operarem sob baixa iluminação ambiente. Porém, em relação às tecnologias mais recentes de painéis emissivos, esses mostradores ainda estão limitados quanto ao tempo de resposta, à taxa de multiplexagem, ao contraste e ao ângulo de visada. Além disso, não permitem a exibição de tons de cinza pois sua curva de contraste é muito abrupta. Isto faz com que eles não sejam apropriados para televisores. Podem ser aplicados, porém, em computadores portáteis, em projetores de grande área, em instrumentação e em sistemas de informação ao público.

Foi anunciada já em 1988 a produção em larga escala dos painéis flexíveis com a fase nemática alinhada curvilinearmente (NCAF), em substratos plásticos. Quando os segmentos não estão acionados, as paredes internas de plástico causam o alinhamento aleatório das moléculas provocando o espalhamento da luz, o que resulta numa coloração branca opaca. Com o campo aplicado (cerca de 50 V), as moléculas se alinham com ele tornando os segmentos transparentes. Esta tecnologia possibilita a confecção de painéis de grande área flexíveis, leves, de baixo consumo de potência e de resposta rápida. Como as células são extremamente finas (da ordem de 0,5 mm) e flexíveis, o processo de fabricação em larga escala torna-se mais simples, permitindo também o corte em formatos irregulares e a obtenção de painéis curvos [19]. Entretanto, processos especiais são exigidos devido às limitações do plástico em temperaturas superiores a 100 °C. Por essas mesmas razões não é possível acionar estes "displays" por matrizes de dispositivos de filmes finos, ao menos pelas tecnologias de silício amorfo ou CdSe. Assim eles estão limitados a exibir baixas densidades de informação, sendo aplicáveis na indústria, em automóveis, em instrumentação e em teclados, podendo no entanto ser coloridos por meio de filtros.

Outra tecnologia que também tem sido investigada intensamente é a dos cristais líquidos ferroelétricos, com o primeiro trabalho importante publicado em 1975 [20]. A tecnologia se baseia na biestabilidade de alguns cristais líquidos na fase esmética. Os protótipos de mostradores de cristal líquido ferroelétricos de superfície estabilizada (SSFLC) [21] prometem chaveamentos extremamente rápidos (da ordem de ns), alto contraste, baixas tensões de acionamento e consumo reduzido de potência. As moléculas alongadas de cada camada ficam inclinadas em relação às adjacentes de maneira que se obtém uma rotação contínua do eixo diretor, numa formação helicoidal através da célula. Antes de introduzi-los no mercado, ainda

19. Ueda, T. et al., IEEE Trans. Elect. Dev., ED-34, 804 (1987).

20. R.B.Meyer, L.Liebert, L.Strzalecki and P.Keller, J.Physique (Lett.), 36, L-69 (1975).

21. J.A.Castellano, Mol.Cryst.Liq.Cryst., 165, 389 (1988).

há muito que se estudar quanto ao controle do espaçamento da célula (alguns microns) e do alinhamento molecular na superfície dos substratos e quanto aos materiais a serem empregados. Além disso, é importante se otimizar também a sua polarização espontânea, a viscosidade, a anisotropia dielétrica, a birrefringência, o ângulo de inclinação molecular e o período de torção. Suas aplicações mais importantes deverão ser em "shutters" ópticos extremamente rápidos, em fotocopiadoras e inclusive em painéis coloridos pelo emprego de filtros RGB [22].

A busca por dispositivos de alta densidade de informações, coloridos ou não, tem estimulado consideravelmente nos últimos anos a pesquisa em matrizes ativas de dispositivos de filmes finos, as AMTFTs, e de diodos de metal-isolante-metal, os MIMs, utilizadas para contornar as limitações da multiplexagem convencional, especialmente no que se refere ao contraste, ângulo de visada e velocidade de resposta. As matrizes ativas de dispositivos de filmes finos viabilizaram as aplicações dos LCDs em válvulas controladoras de luz para projetores portáteis, monocromáticos e coloridos, as televisões portáteis com LCD, as impressoras eletrofotográficas, e os sistemas para fotografação de placas de circuito impresso [23], prometendo viabilizar também a televisão de alta definição (HDTV), com resolução de 1000 linhas em 40 polegadas de diagonal e operando por projeção [15]. Os desafios são enormes pelas dificuldades em se obter milhões de dispositivos sobre vidro com rendimento de 100% em placas de grandes dimensões. O custo de produção neste caso é extremamente alto face à complexidade dos processos de obtenção, à semelhança dos processos de fabricação dos circuitos integrados, bem como são caros e sofisticados os equipamentos e as instalações exigidas.

Nos painéis de grande área que incorporam matrizes de dispositivos, os TFTs e os MIMs permitem o controle da tensão em cada ponto de imagem (pixel ou pel), individualmente, resultando em razões de contraste bastante superiores à dos mostradores multiplexados, com ângulos de visada bastante elevados (tipicamente de 60 graus para os TFTs e podendo chegar a 45 graus para os MIMs). Os mostradores acionados por TFTs proporcionam uma amostragem rápida da imagem e permitem o controle de tons intermediários de cinza. O padrão RGB pode ser obtido colocando-se filtros exteriormente ou, para eliminar o efeito de paralaxe, pode-se colocá-los no interior da célula, entre o substrato e o eletrodo comum transparente. Conforme já dissemos, a técnica de confecção de matrizes ativas é relativamente cara, sendo bastante mais complexa no caso dos TFTs do que nos MIMs, que, além de serem mais simples de confeccionar, exigem ape-

22. H.Hatoh, A.Murayama, S.Kamagami and S.Matsunoto, Japan Display '86 Digest Papers, 356 (1986).

23. K.Werner, Information Display, 4, 16 (1988).

nas duas ou três máscaras. Usa-se o processo de pulverização catódica para depositar o metal que forma os diodos. Apesar de mais complexos de fabricar, os TFTs proporcionam dispositivos mais compactos e com qualidade da imagem superior a dos MIMs, devido às suas melhores características de chaveamento. Já são disponíveis no mercado matrizes ativas para televisores coloridos de até 5 polegadas, com razões de contraste atingindo 40:1, ângulo de visada vertical de 15 graus e horizontal de 40 graus e com boa qualidade de imagem. Os primeiros protótipos de televisores coloridos de 14 polegadas, portanto os maiores painéis coloridos de cristal líquido do mundo, já foram construídos, apresentando razão de contraste de 100:1, ângulo de visada de 60º e tempo de resposta inferior a 18 ms, graças ao emprego de um novo tipo de cristal líquido [23].

Conforme se depreende do que foi exposto até aqui, a tecnologia de mostradores de cristal líquido já é uma tecnologia estabelecida e confiável, que ocupa uma posição de liderança em relação às demais tecnologias de painel plano (VFD, LED e GPD), logo em seguida aos CRTs, que ainda dominam o mercado. A possibilidade de se obter mostradores a um baixo custo, acionados por pequenas tensões a potências extremamente reduzidas, com boa visibilidade, confiabilidade e compatibilidade com o circuitos integrados estimulou e continua estimulando os fabricantes de sistemas eletrônicos profissionais e de consumo, a incorporarem os LCDs em seus equipamentos.

De história muito recente construída através de esforços ingentes de pesquisas [24], a tecnologia de mostradores continua promovendo um grande desenvolvimento, não apenas em materiais, processos e equipamentos, mas principalmente nos métodos de produção em larga escala. Os mostradores de cristal líquido têm características de produção semelhantes às dos circuitos integrados, tanto pela similaridade dos processos físico-químicos e fotolitográficos, e por exigir condições ambientais e de limpeza altamente controladas, como por permitirem a fabricação em placas de grandes dimensões, contendo dezenas de unidades, e que são posteriormente separadas, a exemplo dos "chips" nas lâminas de silício. Como resultado dos avanços mencionados, encontram-se disponíveis no mercado "displays" construídos segundo as diversas alternativas aqui citadas (TN, Guest-Host, STN, DSTN, SBE, OMI, NCAP e AMTFTs), com os mais diversos atributos, tais como dimensões, cores, configurações exibidas, operação em intervalos de temperatura bastante amplos (até -50 a +100 C), desempenho que atende às exigências de inúmeras aplicações, da eletrônica de consumo à eletrônica profissional, com características adequadas de multiplexagem, tempo de resposta, contraste, brilho e ângulo de visada. O fato de poderem ser fabricados para aplicações específicas, em projetos dedicados, lhes con-

24. A.P.Mazzana, C.A.Pisani, S.Kobayashi e A.Pavani Fo., Rev.Bras.Aplic.Vác., 6, 357 (1986).

tere características semelhantes à dos produtos em OEM ( original equipment manufacturing ).

A consciência de que a ocupação do mercado brasileiro de mostradores de cristal líquido por empresas nacionais depende de pesquisa e desenvolvimento local [25], que possam garantir autonomia e competitividade a essa indústria, motivou a criação de um laboratório no Instituto de Microeletrônica do Centro Tecnológico para Informática, onde estão sendo estudados seus processos básicos de confecção, seus problemas de produção em larga escala, sua caracterização eletro-óptica e as alternativas para seu endereçamento eletrônico, incluindo as matrizes ativas de dispositivos de filmes finos [26]. Tendo em vista as dificuldades de se dispor no País, ou mesmo no mercado internacional, dos equipamentos e instrumentos para a fabricação das células, o laboratório tem também se dedicado ao desenvolvimento de equipamentos e sistemas para a confecção, montagem e caracterização dos mostradores. Este programa tem ligação direta com a indústria de mostradores, já em processo de implantação no País, bem como se ocupa em formar futuros fornecedores de materiais, insumos e equipamentos para essa indústria, incluindo além dos equipamentos, tais como adesivos, produtos para serigrafia, vidros de espessura e qualidade adequadas, polímeros para fotolitografia e para o alinhamento dos cristais e, futuramente, os fabricantes dos próprios cristais líquidos, seus corantes e misturas.

Neste contexto, nossa contribuição, descrita em parte nesta tese, tem sido estabelecer os processos básicos de confecção das células, empregando materiais disponíveis no País; desenvolver equipamentos e instalações simples que possam ser reproduzidos pela indústria local; estabelecer as receitas de processos para que possam ser reproduzidas em escala piloto; estabelecer as técnicas de avaliação de cada etapa de fabricação e das propriedades eletro-ópticas buscando sua dependência com os parâmetros dos processos; e finalmente desenvolver aplicações simples, incluindo os circuitos eletrônicos de endereçamento e controle.

Por ser uma primeira tese em processos de confecção de mostradores de cristal líquido, no País, após situarmos a tecnologia de mostradores de cristal líquido nesta Introdução, achamos de fundamental importância efetuar, no capítulo 2, uma revisão das propriedades mais relevantes dos cristais líquidos; do princípio de operação de uma célula nemático-torcida, bem como das exigências básicas no seu processamento para a obtenção de dispositivos de alta qualidade. No capítulo 3 descrevemos as principais técnicas de

25. A.P.Mammara, C.A.Pisani, S.Kobayashi e A.Pavani Fo., Rev.Bras.Aplic.Vác., 6, 369 (1986).

26. E.Lueder, "Active Matrix Addressing of Flat Panel Displays", Eurodisplay 81.



processamento e de caracterização empregadas neste estudo. Os resultados mais importantes são apresentados e discutidos no capítulo 4, onde são mostradas também algumas células montadas em nosso laboratório. Finalmente são apresentadas nossas conclusões, bem como as perspectivas futuras de continuação deste trabalho.

## Capítulo 2 . Conceitos básicos

A história do cristal líquido pode ser considerada como se iniciando por volta de 1850. Nessa época, Virchow isolou uma substância mole do núcleo do nervo, que ele denominou mielina [1][2]. Em 1857, Mettenheimer [3] descobriu que a mielina, hoje classificada como um cristal líquido liotrópico, era birrefringente. Por sua vez, Heintz [4] detectou, pela primeira vez, a existência de um segundo ponto de fusão na estearina iniciando com isto o estudo dos que viriam a ser os cristais líquidos termotrópicos. Entretanto, o meio científico de hoje aceita que o marco da pesquisa em cristais líquidos remonta apenas ao ano de 1888 quando Reinitzer [5], um botânico austriaco, sintetizou o benzoato de colesteril. Este composto apresentou uma primeira transição de fase a 145 °C, com uma aparência turva, e uma segunda transição a 179 °C, tornando-se incolor. Aconselhado pelo cristalógrafo v. Zepharovich da Universidade de Praga, Reinitzer enviou-o para ser analisado por Lehmann, um especialista em transições de fases. Lehmann atribuiu essa turbidez à anisotropia óptica das várias regiões orientadas aleatoriamente ao longo do material, o que causaria o espalhamento da luz nas interfaces destas regiões [6][7]. Dado que esta anisotropia era até então observada apenas em cristais, denominou o material estudado de "cristal líquido". Desde então, pesquisadores como o próprio Reinitzer, Lehmann, Schenk, Friedel, Mauguin, Miesowicz, Oseen, Zocher, Vorlander, Kast, Ornstein, Foex, e outros,

1. R. Virchow, Virchows Archiv., 6, 571 (1854).
2. H. Helker, Mol. Cryst. Liq. Cryst., 165, 1-43 (1988).
3. C. Mettenheimer, Corr. Blatt d. Vereins gem. Arbeit z. Förderung d. wiss. Heilkunde, 24, 331 (1857).
4. W. Heintz, Jahrsber. Chemie für 1849, p. 342 (Giessen 1850), ibid für 1852, p. 506 (Giessen 1853), ibid für 1854, p. 447 (Giessen 1855).
5. F. Reinitzer, Monatsh. Chem., 9, 421 (1888).
6. O. Lehmann, Z. phys. Chem., 4, 462 (1889).
7. I. G. Chistyakov, Soviet Phys. Uspekhi, 9, 551 (1967).

contribuíram muito na síntese de novos compostos e na compreensão das suas diversas propriedades físicas, como as anisotropias elétrica e magnética. Friedel [8] introduziu os termos "estado nemático" e "estado esmétrico" para as diferentes estruturas observadas e o termo mais geral "estado mesomórfico", de forma ou estrutura intermediária ou, abreviadamente, "mesofase". Apenas a partir de meados da década de 1950, houve um novo impulso na pesquisa em cristais líquidos com a série de artigos publicados por W.Maier e A.Saupe [9][10][11][12] sobre a teoria dos cristais líquidos nemáticos, com a revisão minuciosa sobre cristais líquidos feita por G.H. Brown e W.G.Shaw [13] e com a proposição da teoria contínua de F.C.Frank [14]. Em seguida, foram feitas as propostas de aplicação dos cristais líquidos referentes ao mapeamento térmico por J.L.Ferguson [15] e ao espalhamento dinâmico por Williams [16] [17], as quais podem ser consideradas como marcos no despertar do interesse por futuras aplicações tecnológicas.

Apenas em 1968, foi proposta por G.H.Heilmeier e colaboradores, da RCA, a primeira aplicação de cristais líquidos em mostradores eletrópticos operando por espalhamento dinâmico [18] [19], mas só efetivada com o advento dos cristais nemáticos à temperatura ambiente [20]. As pesquisas em dispositivos de cristal líquido, a partir de então, aumentaram enormemente e um grande número de físicos e químicos passaram a estudar mais intensivamente os fenômenos com eles relacionados, revisando-se e aperfeiçoando-se muitos dos conceitos anteriormente propostos. Logo em seguida, em 1971, vieram os nemático-torcidos, estudados primeiramente no trabalho de M.Schadt e W. Helfrich [21], dando um impulso tão grande à pesquisa em mostradores de cristal líquido e em suas diversas aplicações que se abriu um mercado extremamente competitivo, com uma indústria pujante e inovadora em painéis planos de grande área, alta densidade de informação e alta complexidade tecnológica, conforme já discutimos no capítulo anterior. Hoje já se estudam diversos

8. G.Friedel, *Ann.Physique*, 19, 273 (1922).
9. W.Maier, *Maturforsch.*, 20, 458 (1947).
10. W.Maier and A.Saupe, *Maturforsch.*, 130, 564 (1958); 14a, 235 (1959); 15a, 287 (1960).
11. A.Saupe, *Maturforsch.*, 15a, 815 (1960).
12. B.Bahadur, *Mol.Cryst.Liq.Cryst.*, 92, 345 (1983).
13. G.H.Brown and W.G.Shaw, *Chem.Rev.*, 57, 1049 (1957).
14. F.C.Frank, *Disc.Faraday Soc.*, 25, 1 (1958).
15. J.L.Ferguson, *Sci.Am.*, 211, 77 (1964).
16. R.Williams, U.S.Patent 3,322,485, Issued May 30, 1967, filed November 9, 1962.
17. R.Williams, *J.Chem.Phys.*, 39, 384 (1963).
18. G.H.Heilmeier, L.A.Zanoni and L.A.Barton, *Proc. IEEE*, 56, 1162 (1968).
19. G.H.Heilmeier and L.A.Zanoni, *Appl. Phys. Letters*, 13, 91 (1968).
20. H.Kelker and B.Scheurle, *Angew.Chem.Intern.*, Ed. Engl. Ed., 8, 884 (1969).
21. M.Schadt and W.Helfrich, *Appl. Phys. Lett.*, 18, 127 (1971).

tipos de cristais líquidos, dispositivos de diferentes tecnologias e diferentes técnicas de acionamento para atender às exigências dos painéis de alta densidade de informação, podendo-se citar como as várias modalidades de super-torcidos, os ferroelétricos e as matrizes ativas de TFTs ou de MIMs.

## 2.1 Tipos e propriedades dos cristais líquidos

Hoje em dia são denominados cristais líquidos os compostos orgânicos ou misturas que, entre a fase sólida e a fase líquida isotrópica, mostram-se como fluidos altamente anisotrópicos. Esta fase é o resultado de um ordenamento molecular acentuado, segundo orientações bem determinadas. Este ordenamento é suficiente para conferir ao líquido algumas propriedades físicas de sólidos, como a anisotropia óptica, ao lado de propriedades típicas dos fluidos, como a tensão superficial e a fluidez devida à pequena intensidade das forças de atração entre as moléculas. O dualismo destas propriedades físicas aparece inadequadamente na expressão "cristal líquido", pois os líquidos são amorfos e os cristais têm ordem de longo alcance. A expressão "fase mesomórfica" ou "mesofase", como já vimos, seria mais apropriada para identificar este estado intermediário, considerado muitas vezes como um novo estado da matéria. Apesar disso, o termo "cristal líquido" ainda hoje é mais utilizado para se denominar estas estruturas.

Os cristais líquidos podem ser divididos em duas categorias mais amplas, "liotrópicos" e "termotrópicos", conforme seja o mecanismo necessário para se romper a ordem do estado sólido original de modo a se obter a mesofase. Os liotrópicos resultam da ação de solventes e, portanto, são sistemas com vários componentes. Em temperaturas elevadas, podem ser destruídos ou convertidos em fluidos isotrópicos. Já os termotrópicos, que também podem ser formados de misturas, são mesofases ativadas termicamente. Acima da faixa de temperatura da mesofase, o cristal líquido perde o seu ordenamento original, e abaixo, adquire uma estrutura cristalina. Os termotrópicos geralmente compõem-se de moléculas alongadas, tipicamente com 10 Å de comprimento e poucos ångstrons de largura, podendo em alguns casos apresentar formatos em disco. Daqui para a frente referir-nos-emos apenas aos cristais líquidos termotrópicos, uma vez que eles é que serão empregados na confecção de mostradores.

Há, de uma maneira geral, três fases de cristal líquido termotrópico: esmética, nemática e colestérica, dependendo basicamente do tipo de arranjo molecular, como ilustra a figura 2.1 e diferindo quanto às suas propriedades ópticas. Na fase esmética, cuja estrutura é a mais próxima de um sólido, as moléculas se encontram alinhadas lado a lado, de modo a formarem camadas bem distintas. Há

mais de 10 diferentes fases esmétricas, além da mostrada na figura 2.1. Na fase nemática, por sua vez, embora as moléculas estejam alinhadas praticamente em apenas uma direção, elas mostram-se deslocadas, umas em relação às outras, no sentido longitudinal, devido às forças de interação entre as extremidades das moléculas alongadas. Por fim, a fase colestérica apresenta formações em camadas que proporcionam uma torção progressiva entre planos adjacentes. Em cada plano, as moléculas estão alinhadas numa mesma direção, como na fase nemática. A direção média de orientação de cada camada é denominada "eixo diretor". Devido às vibrações térmicas, as moléculas de cristal líquido não ficam perfeitamente alinhadas, o que é em geral caracterizado por um parâmetro de ordem que define o grau dessa orientação. Os primeiros compostos que mostraram esta fase eram derivados do colesterol ou de outros esteróis, sendo esta a razão de terem sido chamados de colestéricos. Por seu lado, os cristais líquidos nemáticos que não derivam dos esteróis mas apresentam uma fase colestérica, são denominados de "nemático-torcidos" ou "nemático-quirais". Este comportamento é obtido adicionando aos cristais nemáticos os materiais quirais, que são opticamente ativos. Estes dopantes têm também a função de evitar a torção reversa nas células nemático-torcidas ou ainda podem induzir uma torção mais acentuada nos mostradores super-torcidos. Os grupos mais importantes de cristais líquidos termotrópicos pertencem às famílias bifenil, fenilciclohexano, ciclohexilciclohexano, pirimidil e dioxil, entre outras. A Tabela 2.1 [22] mostra os principais radicais cíclicos que compõem as moléculas dos cristais líquidos mais utilizados para se obter as misturas mais comumente utilizadas. A maioria apresenta uma estrutura molecular alongada com cadeias cíclicas "C" conectadas diretamente entre si ou por meio de um grupo central "A". Radicais terminais "X" e "Y" são normalmente conectados às extremidades das cadeias cíclicas. A Tabela 2.2 apresenta os principais radicais utilizados no grupo central A e nos grupos terminais "X" e "Y". A principal função dos grupos centrais é manter a linearidade das moléculas de cristal líquido. Os radicais terminais possuem uma forte influência sobre as propriedades anisotrópicas das moléculas, como a anisotropia dielétrica ( $\Delta E$ ) e óptica ( $\Delta n$ ). As forças de atração e de repulsão de van der Waals que ocorrem entre as moléculas são as principais responsáveis pelas propriedades nemáticas do cristal líquido.

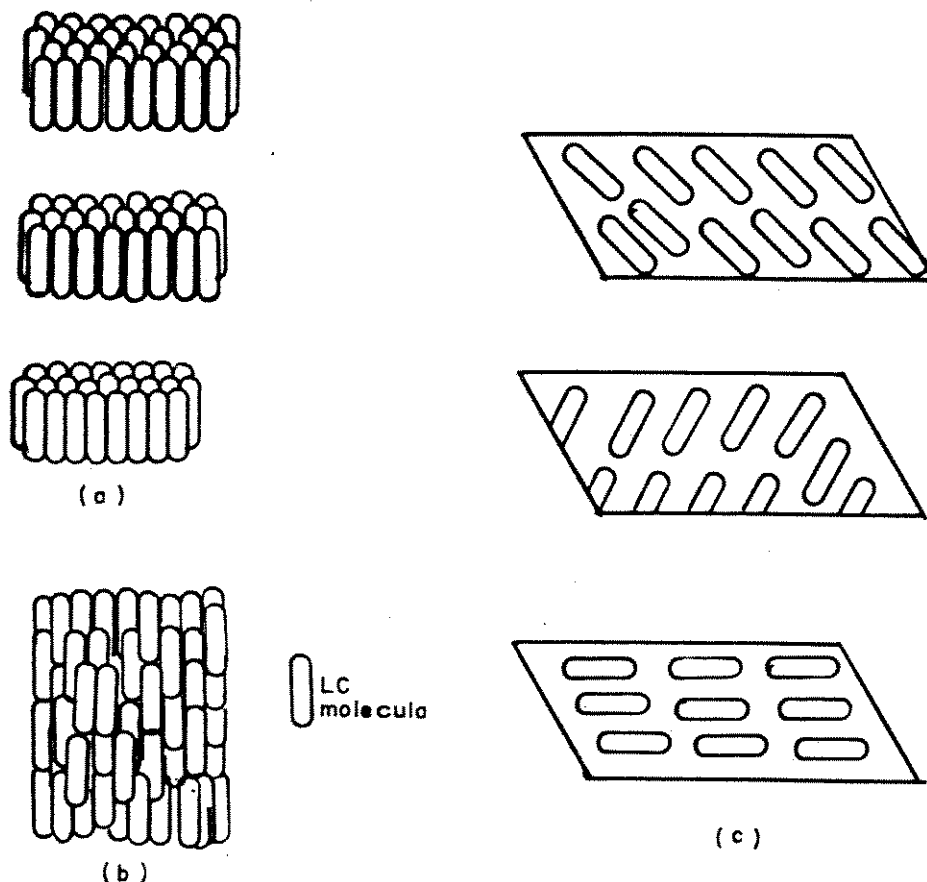


Figura 2.1 - Arranjo molecular dos três tipos de cristal líquido termotrópico: (a) esmétrico; (b) nemático; e (c) colestérico.

A preparação de misturas eutéticas de vários tipos de cristais líquidos permite ajustar o comportamento do cristal líquido com a temperatura, de forma a se obter faixas mesomórficas mais largas, como no caso da mistura de MBBA (p-[N-p-metóxi-benzilideno]-p'-n-butylanilina) com EBBA (p-etóxi-benzilideno-p'-n-butylanilina), cujo diagrama de fase é mostrado na figura 2.2. Porém, a temperaturas muito baixas (cerca de  $-40^{\circ}\text{C}$ ) o tempo de resposta do cristal líquido pode se elevar em muito, chegando até mesmo a alguns segundos, devido ao aumento considerável da viscosidade, é interes-

sante observar também que alguns cristais líquidos apresentam u temperatura de transição da fase mesomórfica para a sólida inferior à de transição da sólida para a mesofase, ou seja, podem sofrer super-resfriamento.

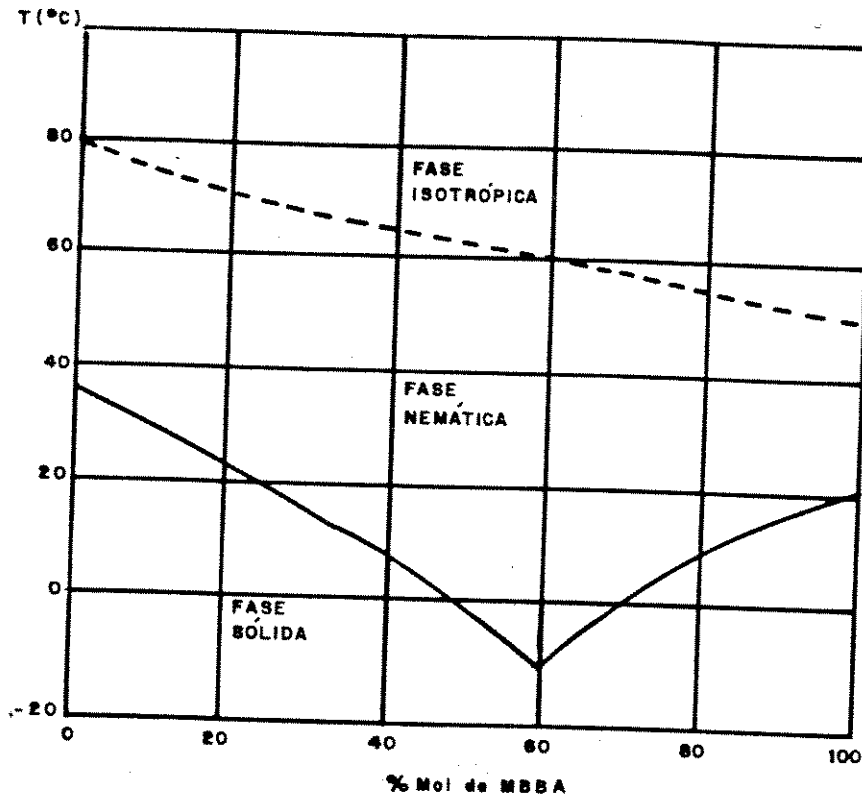


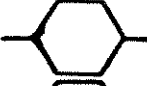

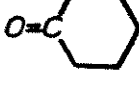




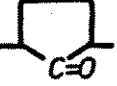
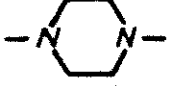

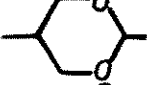

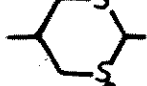

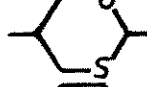

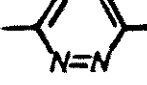



Figura 2.2 - Diagrama de fase da mistura de MBBA e EBA.

Tabela 2.1

Radicais cíclicos mais comuns na composição as moléculas de cristal líquido (\*) [22].

Radicaís com cadeias cíclicas: C			
Fórmula	Nome	Fórmula	Nome
	Penil		Pirimidina
	Ciclohexana		Pirazina
	Ciclohexanona		Triazina
	Piperidina		Tetrazina
	Piridina		Ciclopentanona
	Piperazina		Pirrol
	Dioxano		Furano
	Ditiano		Tiofene
	Oxatiano		Tiazole
	Piridazina		Tiadiazole

(\*) Fórmula geral: X - (C) - A - (C) - Y



Tabela 2.2.

Radicais que constituem o grupo central e os grupos terminais mais comuns das moléculas de cristal líquido e (X) [22].

Radicais centrais: A		Radicais terminais: X, Y	
Fórmula	Nome	Fórmula	Nome
- CH = N -	Azometina	- C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	Alquil
- COO -	éster	- OC <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	Alquilóxi
- COS -	Tioéster	- SC <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	Alquilmercapto
- (CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> -	Etil	- C - C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>    O	Acil
- (CH <sub>2</sub> ) <sub>4</sub> -	Butil	- O - C - C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>    O	Acilóxi
- CH = CH -	Estilbeno	- C - O - C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>    O	Alquiléster
- C ≡ C -	Tolano	- O - C - O - C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>    O	Alquilcarbonato
- N = N -	Azo	-F, -Cl, -Br, -I	Halogénio
- N = N - \    /    O	Azóxi	-CN	Ciano
- C = N - OOC - 	Oxibenzoato	- NO <sub>2</sub>	Nitro
-OOC-(CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> -COO-	Dicarboxilato	- NH - C <sub>n</sub> H <sub>2n+1</sub>	Alquilamino
- CH = N - N = HC -	Azina	- (CH <sub>2</sub> ) <sub>n</sub> - CN	Cianoalquil
- Hg -	Mercúrio	- CH = CH - CN	Cianoetenil
		- CH = C(CN) <sub>2</sub>	Dicianoetenil

Pode-se definir cinco texturas básicas para os diversos tipos de cristais líquidos termotrópicos, diferindo apenas quanto à direção de ordenamento das moléculas conforme ilustrado na figura 2.3. Se as hélices estão relativamente desalinhadas, o resultado é uma textura "focal-cônica" (figura 2.3.a). Esta textura é birrefringente mas opticamente inativa, promovendo um espalhamento difuso da luz com o aparecimento de uma coloração esbranquiçada ou láctea. Já na textura "grandjeana" ou "planar" (figura 2.3.b), os eixos das hélices são praticamente perpendiculares às superfícies. Esta é a textura típica nas células dos mostradores nemático-torcidos. O alinhamento "paralelo" (ou "homogêneo"), mostrado na figura 2.3.c, faz com que as moléculas fiquem orientadas paralelamente às paredes da célula e apenas numa direção, enquanto no alinhamento "perpendicular" (ou "homeotrópico"), elas permanecem ortogonais aos substratos (figura 2.3.d). O termo "homeotrópico" pode ser aplicado também para as camadas em que o eixo molecular é oblíquo em relação ao substrato. Por fim, na textura "híbrida" (figura 2.3.e) o alinhamento das moléculas é paralelo numa das superfícies e perpendicular na outra. Essas texturas são em geral promovidas pelas paredes das células, tratando-se adequadamente suas superfícies internas.

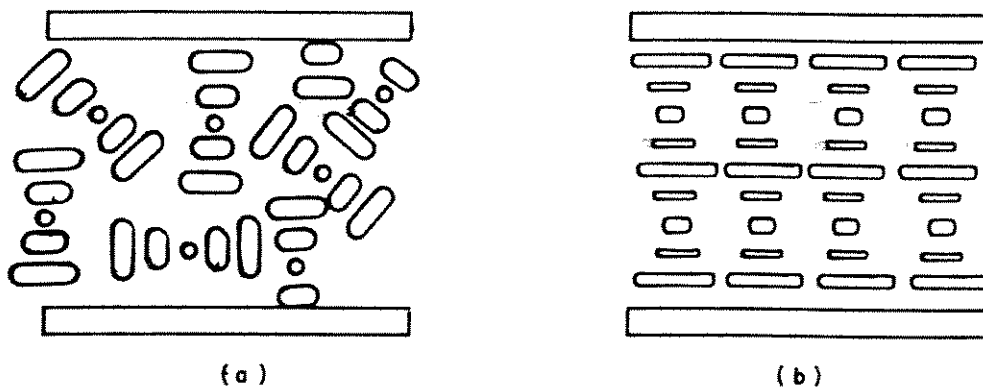


Figura 2.3 - Texturas mais importantes de cristais líquidos:  
(a) focal-cônica; (b) planar ou Grandjeana.

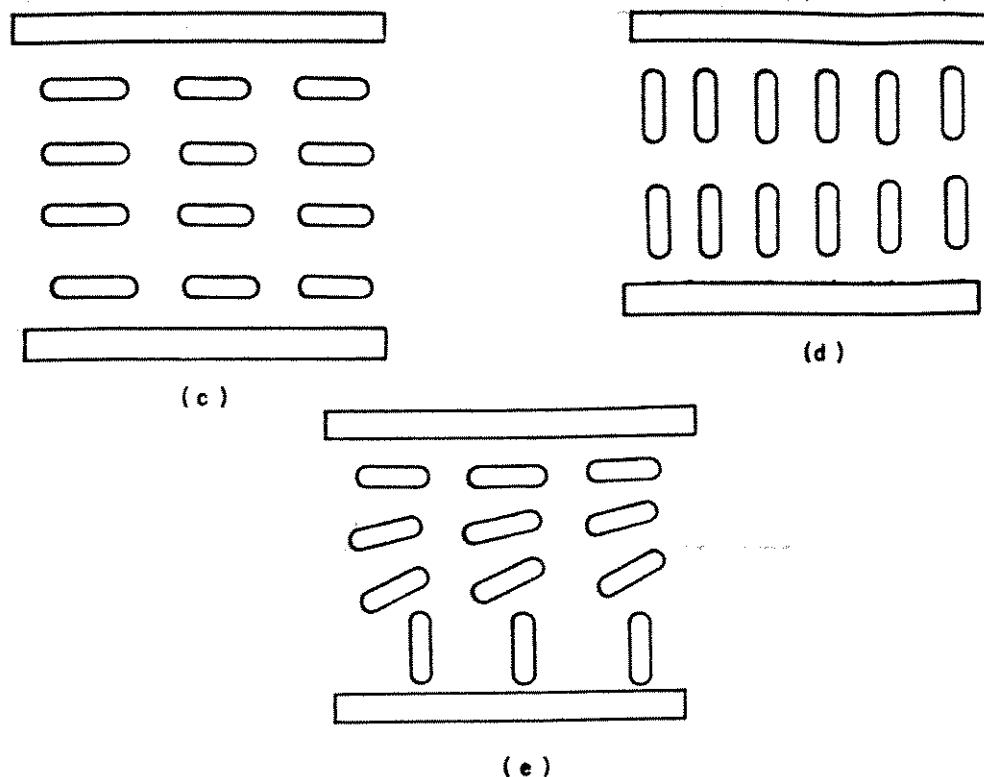


Figura 2.3 - Cont. - Texturas mais importantes de cristais líquidos:  
 (c) paralela ou homogênea,  
 (d) perpendicular ou homeotrópica; e  
 (e) híbrida.

Para se determinar quão intensa é a torção das moléculas através de uma célula nemático-torcida (com um textura Grandjeana), define-se o passo da hélice, ou "pitch", "P" como sendo a distância em que o eixo diretor das camadas de cristal líquido sofre uma torção de 360 graus.

Duas das principais propriedades ópticas dos cristais líquidos nemático-torcidos são a birrefringência e a forte atividade óptica. A birrefringência é uma propriedade básica de todos os cristais líquidos devida à sua anisotropia intrínseca. Num material anisotrópico, há apenas determinadas direções perpendiculares entre si, em que podem ser transmitidas as vibrações do campo elétrico de uma onda luminosa, dando origem aos chamados raios ordinário e extraordinário. Estas vibrações preferenciais têm orientações diferentes em relação ao eixo das moléculas e a luz é transmitida através delas com velocidades diferentes. Como o índice de refração de um material é uma função da velocidade da luz transmitida atra-

vés dele, isto significa que o cristal líquido apresenta um índice de refração diferentes para cada uma dessas direções privilegiadas.

A anisotropia dielétrica  $\Delta E$  é também uma propriedade importante dos cristais líquidos, sendo expressa por  $\Delta E = E_{||} - E_{\perp}$ , onde as constantes dielétricas  $E_{||}$  e  $E_{\perp}$  correspondem às situações em que o eixo diretor das moléculas é, respectivamente, paralelo e perpendicular ao campo elétrico aplicado. Devido à sua anisotropia dielétrica, os cristais líquidos podem se alinhar com a aplicação de campos elétricos suficientemente elevados. Quando a anisotropia dielétrica é positiva, ou  $E_{||} > E_{\perp}$ , as moléculas se alinham paralelamente ao campo elétrico (alinhamento homeotrópico), e o cristal é dito do tipo P. No caso da anisotropia negativa, as moléculas se alinham perpendicularmente ao campo (alinhamento homogêneo), e o cristal é dito do tipo N.

Os cristais líquidos apresentam também uma anisotropia diamagnética, podendo-se obter os alinhamentos homeotrópico e homogêneo pela aplicação de campos magnéticos elevados, respectivamente, perpendicular e paralelo às paredes da célula.

Para se determinar as constantes dielétricas do cristal líquido promove-se o alinhamento molecular pela aplicação de campos magnéticos ou elétricos, paralela e perpendicularmente às paredes da célula, de forma a se obter os alinhamentos homogêneo para a medida de  $E_{\perp}$ , e homeotrópico, para a medida de  $E_{||}$ .

## 2.2 Princípio de operação

Uma célula de cristal líquido nemático-torcido, objeto deste trabalho, é composta basicamente de dois substratos selados sobre os quais são gravados os eletrodos condutores e transparentes e feitos tratamentos que imponham uma determinada disposição helicoidal das moléculas de cristal líquido no seu interior. A estrutura básica das diferentes camadas envolvidas é mostrada na figura 2.4. Campos elétricos e magnéticos atuando sobre a célula destroem a ordem molecular original da camada de cristal líquido localizada de forma a alterar as condições de transmissão da luz incidente, exibindo imagens com bom contraste, rapidez, boa resolução e baixo consumo de corrente.

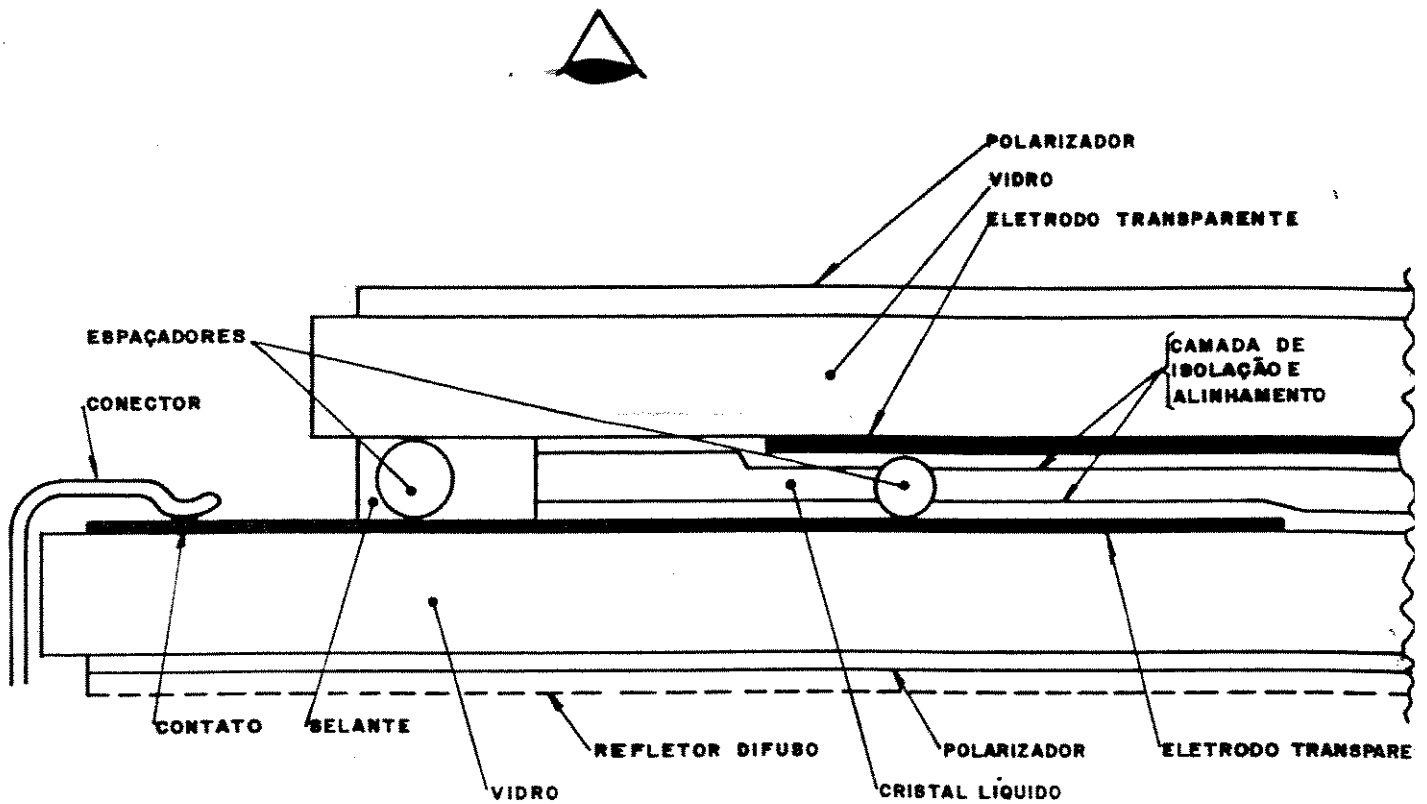


Figura 2.4 - Estrutura de uma célula básica de mostradores de cristal líquido nemático-torcido.

A camada fina de cristal líquido, introduzida entre os dois eletrodos gravados sobre os substratos, deve ser do tipo-p. Espaçadores da ordem de 10  $\mu\text{m}$  determinam, em geral, a distância entre as placas contendo os eletrodos. Antes do preenchimento com cristal líquido, as placas são montadas com as direções de alinhamento defasadas de 90 graus entre si. Isto provoca uma acomodação das moléculas com uma torção de 90 graus gradualmente através da célula, devido a torques dielétricos, resultando numa camada helicoidal de cristal líquido correspondente à formação planar ou grandjeana (figura 2.5.a). Isto equivale a um passo da hélice de quatro vezes a espessura da célula. Em camadas típicas de cristal líquido de 10

um de espessura, o período de torção é de 40  $\mu\text{m}$  e a anisotropia óptica ( $\Delta n$ ) está na faixa de 0,2 a 0,3. Como o produto entre estas duas grandezas é muito superior ao comprimento de onda da luz visível (entre 0,38 e 0,76  $\mu\text{m}$ ), uma torção de 90 graus das moléculas leva a uma rotação de 90 graus no plano de polarização de um feixe de luz linearmente polarizada, que incida normal à célula [23].

A polarização da luz é obtida, por meio de uma película de polarizador fixa na face externa da célula sobre a qual incide o feixe luminoso. Na outra face aplica-se um outro polarizador ou analisador para tornar possível a visualização posterior dos caracteres a serem acionados. Se os polarizadores estiverem com seus eixos de polarização paralelos entre si, a luz será quase totalmente absorvida pelo polarizador posterior, permanecendo escura a região opticamente ativa do dispositivo. Por sua vez, caso os seus eixos de polarização estejam ortogonais entre si, uma parcela considerável do feixe luminoso atravessa a célula, tornando-a clara.

Como o cristal líquido possui anisotropia dielétrica positiva ( $\epsilon_{\parallel} > \epsilon_{\perp}$ ), o arranjo colestérico desaparece em todas as regiões em que for aplicado um campo elétrico suficientemente acima de um limiar. Isto faz com que o alinhamento no interior da célula se torne praticamente homeotrópico, com o eixo diretor das moléculas aproximadamente paralelo ao campo e normal ao substrato (figura 2.5.b). Para a luz que atravessa a célula, há apenas uma pequena anisotropia óptica decorrente das forças residuais de alinhamento pelas paredes da célula.

Isto significa que, neste caso, o cristal líquido atua opticamente como um cristal uniaxial, cuja rotação da luz será pequena ou nenhuma quando se aplica o campo. Com a remoção do campo, as forças intermoleculares fazem as moléculas de cristal líquido retornarem ao seu estado planar inicial com uma constante de tempo que depende da espessura da célula, da viscosidade e das constantes elásticas de espalhamento, ou "splay",  $K_{11}$ , de torção, ou "twist",  $K_{22}$ , e de encurvamento, ou "bend",  $K_{33}$ . Por outro lado, aplicando-se campos elétricos baixos, ocorrem formações mistas e ângulos intermediários de rotação. Na figura 2.6 são mostradas, as curvas do ângulo de torção ( $\beta$ ) e de inclinação ( $\alpha$ ) das moléculas em função da posição entre os eletrodos e da tensão aplicada, onde  $V$  é a tensão aplicada entre os eletrodos,  $V_L$  é a tensão de limiar da célula,  $Z$  é a posição das moléculas através de uma célula de espaçamento  $d$ . Pode-se observar que no centro da célula ( $Z/d = 1/2$ ), o ângulo de inclinação se aproxima de 90 graus a medida que se aumenta a tensão aplicada. Nesta mesma posição, o ângulo de torção não varia com a tensão aplicada, sendo de 45 graus. Por sua vez,

23. H. de Vries, Acta Cryst., 4, 219 (1951).

nas paredes da célula ( $Z = 0$  e  $Z = d$ ), as moléculas estão alinhadas de acordo com o tratamento superficial realizado antes da montagem a célula, ou seja, ângulos de inclinação praticamente zero e de torção 0 e 90 graus, respectivamente.

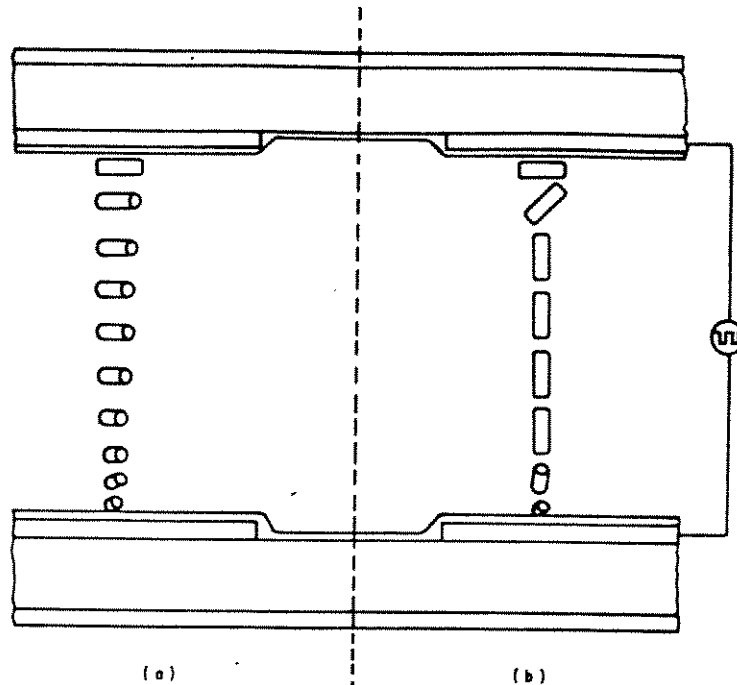


Figura 2.5 - (a) Estrutura nemático-torcida de um mostrador de cristal líquido, com torção de 90 graus; e (b) estrutura nemática devida à aplicação do campo elétrico.

Mostradores nemático-torcidos podem, portanto, operar com os polarizadores cruzados ou paralelos dependendo do tipo de exibição que se pretenda, ou seja, com os caracteres escuros sobre fundo claro ou claros sobre fundo escuro, conforme mostrado na figura 2.7. Em muitas aplicações os mostradores nemático-torcidos operam como dispositivos passivos no modo reflexivo e, neste caso, usa-se um refletor difuso por trás de uma das películas polarizadoras. Porém, pode-se empregá-los também nos modos transmissivo ou transflexivo. Este último é interessante em ambientes de baixa iluminação, pois permite uma iluminação adicional entre o refletor difuso e o polarizador posterior, ou utiliza transfletores (refletores que transmitem parcialmente a luz) entre o polarizador e a lâmpada. Nos mostradores transmissivos a iluminação se faz através dele, podendo inclusive operar com fontes de luz acopladas de forma a terem um maior brilho, sendo particularmente empregados nos painéis com segmentos claros sobre fundo escuro.

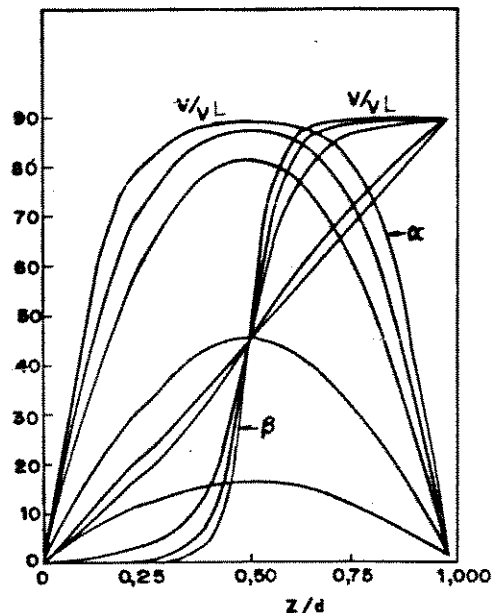


Figura 2.6 - Ângulo de inclinação ( $\alpha$ ) e de torção ( $\beta$ ) das moléculas em função da tensão aplicada e da posição entre os eletrodos de uma célula de cristal líquido nemático-torcido.

Antes de prosseguirmos, é importante definir alguns conceitos importantes para caracterizar o desempenho de painéis eletroópticos em geral. O brilho "B" de um mostrador é expresso como a razão entre a luminância "LR" do feixe refletido ou transmitido pelo mostrador e a luminância "LI" do feixe incidente. A legibilidade do mostrador depende enormemente da razão de contraste  $R_c = B_c/B_e$ , onde  $B_c$  é o brilho da região clara e  $B_e$ , o brilho da região escura. Para os mostradores de cristal líquido nemático-torcido a máxima razão de contraste está tipicamente na faixa de 5:1 a 50:1. Em ambientes bem iluminados, o limite da legibilidade corresponde a uma razão de contraste de cerca de 2:1, enquanto sob condições de baixa iluminação ela deve ser de aproximadamente 3:1. Para se ter uma idéia, a razão de contraste de uma folha de jornal é de cerca de 7:1. A razão  $C = (B_c - B_e)/B_c = 1 - 1/R_c$  é chamada simplesmente de contraste. Por sua vez, o contraste relativo "Cr" é definido como a razão entre o contraste da célula e o máximo contraste obtido sob determinadas condições, expresso em porcentagem (%). Tanto o brilho como o contraste dependem do tipo de polarizador empregado. Os polarizadores com uma elevada eficiência de po-



larização proporcionam um alto contraste, mas um pequeno brilho nas regiões claras. Já os polarizadores com uma baixa eficiência de polarização têm um baixo contraste e um elevado brilho.

Uma curva típica de contraste relativo em função da tensão rms aplicada é mostrada na figura 2.8 para uma célula com os polarizadores paralelos operando no modo transmissivo. Uma propriedade importante das células assim construídas é que a sua transmitância óptica independe da forma de onda empregada [24], mas apenas da tensão rms. Como se pode observar pela figura, para tensões muito baixas, praticamente nenhum efeito é observado. Elevando-se gradualmente a tensão, a intensidade de luz transmitida começa a aumentar consideravelmente a partir de um determinado valor de tensão até atingir uma transmitância máxima. Para valores mais elevados de tensão, as características ópticas do dispositivo não se alteram. Define-se a tensão de limiar  $V_L$  como sendo a tensão aplicada para se obter um contraste relativo de 10 % e a tensão de saturação  $V_S$ , aquela para 90 %.

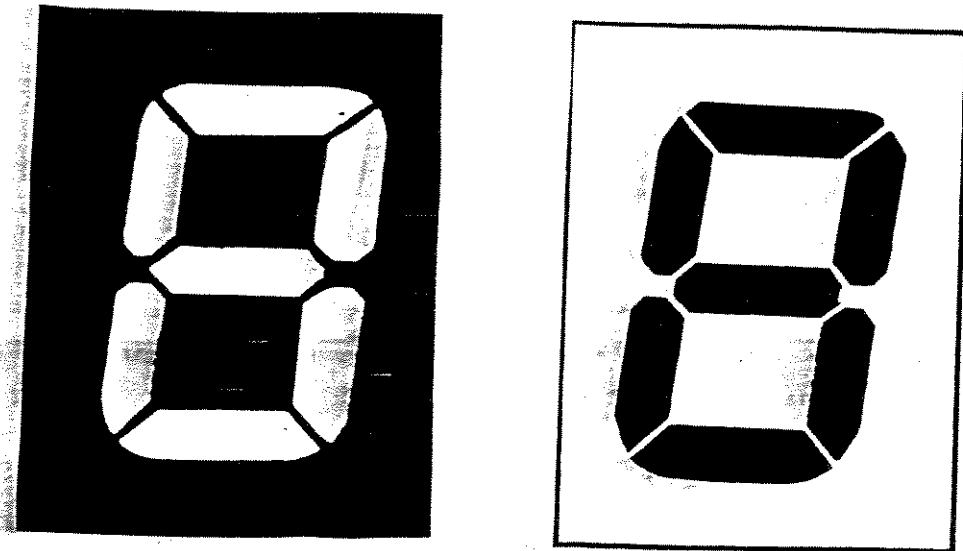


Figura 2.7 - Mostradores de cristal líquido nemático-torcidos com os polarizadores (a) paralelos e (b) perpendiculares entre si.

24. A.R.Kmetz, IEEE Trans. Electron Devices, ED-20, 954 (1973).

Uma equação para a tensão de limiar [21] é:

$$(4\pi)^{-1} (\epsilon_{11} - \epsilon_1) V_L^2 = K_{11} (\pi/2)^2 + (K_{33} - 2K_{22}) \beta_0^2$$

onde  $k_{11}$ ,  $k_{22}$  e  $k_{33}$  são as constantes elásticas de espalhamento, de torção e de encurvamento,  $E_{||}$  e  $E^{\perp}$  são as constantes dielétricas do cristal líquido, já definidas anteriormente, e  $\beta_0$  é o ângulo de torção total.

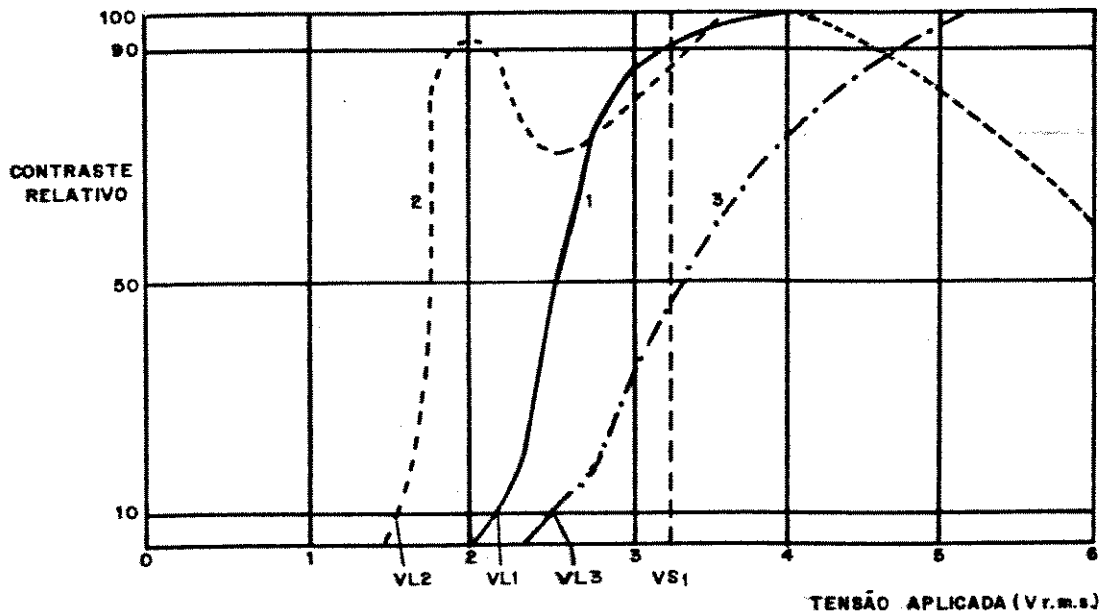


Figura 2.8 - Curvas de contraste para vários ângulos de visada e mostradores operando com polarizadores paralelos. A curva 1 corresponde a um ângulo de visada de zero graus e as curvas 2 e 3 a ângulos diferentes de zero.

Para os mostradores multiplexados, quanto mais abrupta for a curva de contraste, maior o contraste que se pode obter, uma vez que melhor se definem os estados acionado e não acionado. Todavia para a exibição de intensidades intermediárias no caso dos mostradores com tons de cinza, as curvas de contraste devem ter transição suave e linear entre a condição de claro e escuro.

Uma dificuldade adicional decorre da dependência das curvas de contraste com a temperatura, uma vez que quando esta aumenta, as

curvas se deslocam para a esquerda, o que leva um caracter da condição de não-acionado para a de acionado, para uma mesma tensão aplicada. Este deslocamento das curvas se deve principalmente à redução das constantes elásticas do cristal líquido sendo que valores típicos para o coeficiente de variação,  $dVL/dt$ , estão na faixa de -3 a -10 mV/K.

Como se pode observar ainda na figura 2.8, o ângulo de visada afeta sensivelmente as curvas de contraste, alterando inclusive a própria forma da curva [25]. Esta questão se constitui num dos maiores desafios na competitividade tecnológica. Enquanto a dependência angular do contraste é aceitável para os relógios e mostradores simples, ela impõe sérios limites na legibilidade de mostradores com altas taxas de multiplexagem [26] e [27]. Para se analisar melhor este efeito, são em geral determinados diagramas de isocontraste, como o indicado na figura 2.9. Em geral estes diagramas são traçados sob várias condições de acionamento.

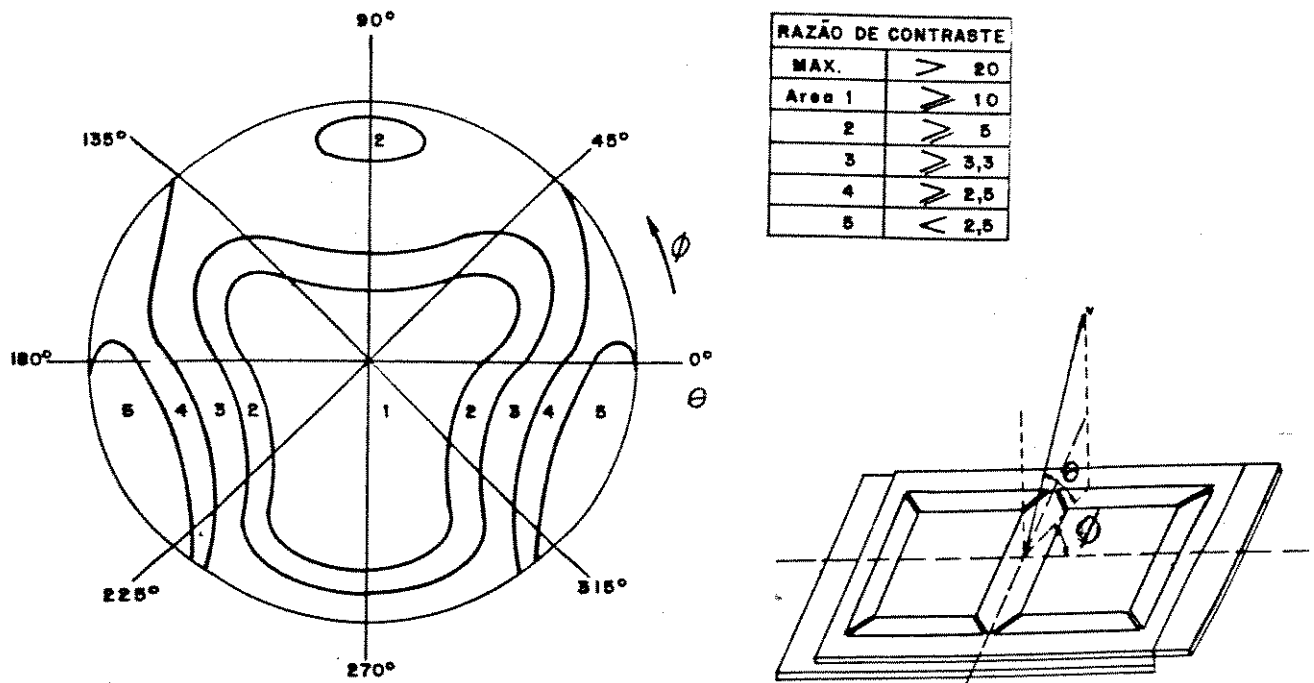


Figura 2.9 - Diagramas de isocontraste, mostrando a razão de contraste em função dos ângulos  $\theta$  e  $\phi$ .

25. E.P.Raynes, IEEE Trans, Electron Devices, ED-26, 116 (1979).  
 26. H.Birecki and F.J.Kahn in: The Physics and Chemistry of Liquid Crystal Devices, p.125, edited by G.J.Sprokel, Plenum Press, New York/London, 1980 Ed.  
 27. F.J.Kahn and H.Birecki in: The Physics and Chemistry of Liquid Crystal Devices, p.79, edited by G.J.Sprokel, Plenum Press, New York/London, 1980 Ed.

As características ópticas das células nemático-torcidas também dependem de outros fatores, como a mistura de cristal líquido empregada, o espaçamento entre as placas, o ângulo da ancoragem e as condições de iluminação.

A curva da figura 2.10 mostra a resposta óptica típica de uma célula nemático-torcida submetida a uma onda quadrada. O comportamento dinâmico do dispositivo é normalmente caracterizado por duas constantes: o tempo de acionamento " $t_{on}$ " e o tempo de desacionamento " $t_{off}$ ". Como se pode ver, é necessário se aplicar um determinado número de pulsos de tensão antes que a célula atinja a condição de máxima transmissão. O tempo de atraso é então definido como sendo o tempo entre o início do trem de pulsos e o instante em que o contraste relativo atinge 10 % do valor máximo. O tempo de acionamento por sua vez, expressa o intervalo de tempo necessário para que o contraste atinja o valor de 90 % do valor final. Já o tempo de desacionamento é o tempo que o dispositivo leva para reduzir o contraste relativo para 10 % do valor máximo. Para mostradores de cristal líquido típicos, à temperatura ambiente,  $t_{on}$  fica entre 10 e 100 ms e  $t_{off}$  entre 20 e 200 ms.

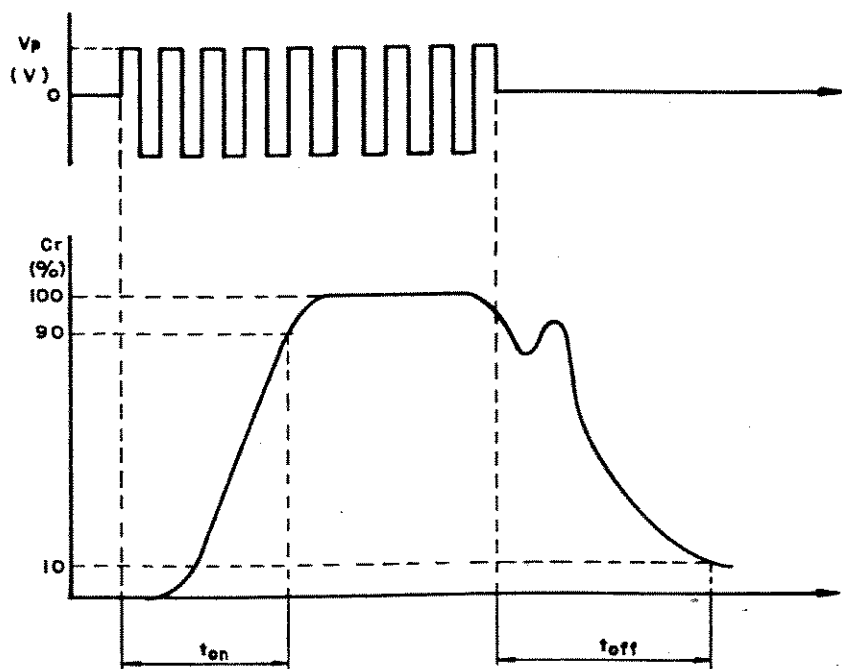


Figura 2.10 - Curva de resposta de um mostrador de cristal líquido.

O tempo de acionamento é inversamente proporcional ao quadrado da tensão aplicada para uma célula de um determinado espaçamento entre placas. O tempo de desacionamento depende do tipo de cristal líquido usado, porém, para um dado material, é diretamente proporcional ao quadrado do espaçamento [28]. Os tempos de acionamento e desacionamento aumentam quando diminui a temperatura, devido ao aumento da viscosidade do cristal líquido, como está ilustrado na figura 2.11. Tempos de desacionamento inferiores à persistência visual humana (30 ms) são desejáveis para se exibir imagens rápidas. Por outro lado, tempos de acionamento curtos são necessários para se evitar o atraso na transição do quadro.

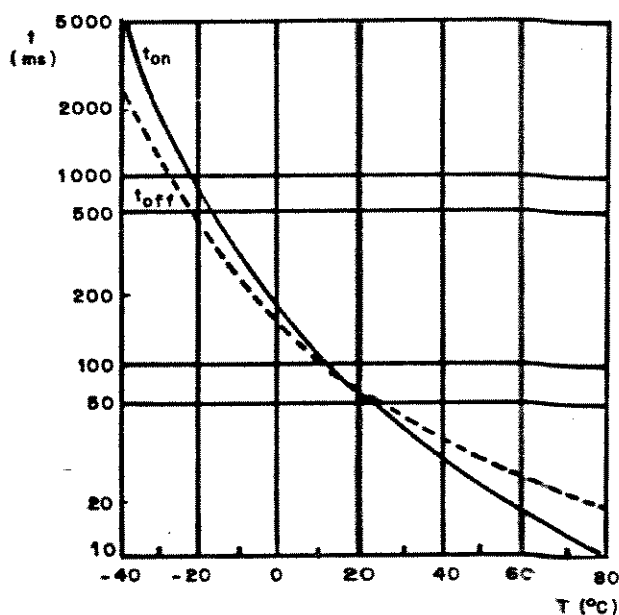


Figura 2.11 - Dependência dos tempos  $t_{on}$  e  $t_{off}$  com a temperatura.

A figura 2.12 mostra o circuito equivalente simplificado de uma célula de cristal líquido.  $R_1$  é a resistência série dos eletrodos,  $R_2$  é a resistência série do cristal líquido e  $C$ , a capacitância entre os eletrodos. Para se evitar reações eletroquímicas que reduzam o tempo de vida do dispositivo, a tensão aplicada deve ser alternada e apenas um pouco superior à tensão de saturação.

28. G. Labrunie and L. Robert, J. Appl. Phys., 44, 4869 (1973).

Em geral, entre 30 Hz e 1 KHz o dispositivo pode ser considerado apenas como uma carga capacitiva. O consumo de corrente no circuito de acionamento aumenta com a frequência do sinal aplicado. Para se obter um consumo de corrente aceitável, pode-se fixar como limite superior a frequência de 200 Hz.

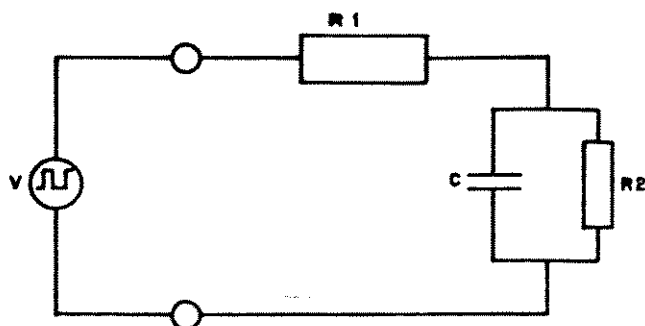


Figura 2.12 - Circuito equivalente de um mostrador de cristal líquido. Valores típicos:  $R1 = 10 \text{ K}\Omega$ ,  $R2 = 1 \text{ M}\Omega/\text{cm}^2$  e  $C = 1,5 \text{ nF}/\text{cm}^2$ .

### Capítulo 3. Técnicas Experimentais

As multicamadas empregadas na confecção de mostradores de alta densidade de informação envolvem processamento físico químico complexo, com muitas etapas de grande exigência, a nível dos parâmetros a serem controlados. O domínio de uma tecnologia de ponta deste tipo depende do conhecimento de materiais, seus modelos físico-químicos, bem como dos processos, seus parâmetros de controle e sua influência nas características finais dos dispositivos. O conhecimento detalhado dos equipamentos também é importante para se adquirir competência para se poder efetuar futuras modificações, visando-se a melhoria do processo. Fica subentendida a necessidade de toda uma estrutura de apoio para um laboratório dedicado à capacitação tecnológica numa área como essa, o que compreende uma metodologia rigorosa de trabalho, documentação precisa e detalhada que permita a análise de cada etapa e o registro da informação para o acompanhamento do aperfeiçoamento do processo. O suporte computacional é interessante para acompanhar, controlar, organizar, tratar e armazenar toda esse complexo de informação, e como meta mais a longo prazo, alcançar a automatização dos processos de fabricação.

Detalhamos a seguir as técnicas desenvolvidas visando a obtenção de mostradores estáticos, que são dispositivos mais simples, mas que nos proporcionarão uma base importante para a pesquisa e desenvolvimento de dispositivos de alta densidade de informação. Nossa descrição é feita na sequência em que as etapas são normalmente realizadas, razão porque aparecem técnicas de obtenção alternando-se com a descrição dos métodos de medida e caracterização.

As etapas de confecção estão esquematizadas na figura 3.1, passando-se a seguir à descrição detalhada de cada uma delas.

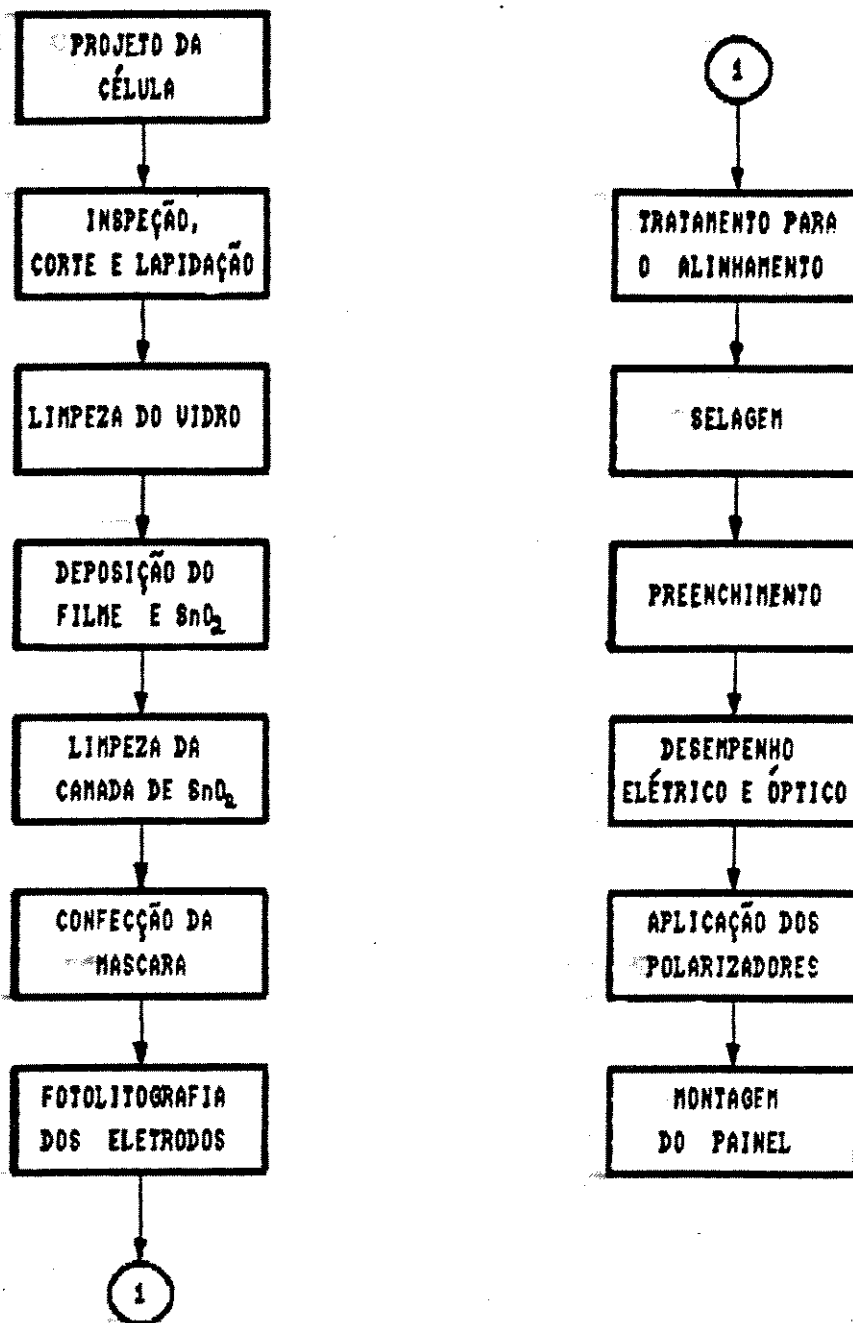


Figura 3.1 - Esquema geral do processo de confecção de mostradores de cristal líquido.



### 3.1 Projeto da Célula

A partir das especificações do mostrador e tendo em mente os materiais, processos e equipamentos a serem utilizados em sua fabricação, projeta-se a célula, definindo-se: suas dimensões externas; as configurações para os eletrodos transparentes; a tolerância para o alinhamento entre eles; o número de contatos externos e o espaçamento entre eles; o tipo de conector a ser utilizado; e os circuitos a serem utilizados para seu acionamento.

Na confecção das células optou-se pela utilização de vidro plano, sódio cálcico, facilmente encontrado no País, a não ser pelas pequenas espessuras utilizadas nos mostradores, entre 0,6 e 1 mm. Neste caso tivemos que nos restringir a um único fabricante local (a Providro) com processo de laminação capaz de atingir essas espessuras. Vidro de 2 mm foi também utilizado para testes dos processos.

Em todos os modelos projetados, destinou-se uma faixa de 5 mm para os contatos externos da célula, sendo que estes eram, em geral, confeccionados em ambas as placas, conforme mostrado na figura 3.2, de forma a se evitar a aplicação de cola condutora para se estabelecer a ligação entre placas. Na figura 3.3 é mostrado um exemplo de ensaio efetuado com contatos em apenas uma das placas. Como regra de projeto, procurou-se sempre distribuir de maneira uniforme os contatos ao longo das bordas, observando-se rigorosamente espaçamentos entre pistas compatíveis com as tolerâncias dos conectores comerciais. Os pistas devem ser gravadas a um 1 mm da borda do vidro, para se evitar a ocorrência de curto-circuitos entre eletrodos adjacentes, o que poderia facilmente ocorrer pela corrosão imperfeita nas bordas.

Como foi visto, as camadas de cristal líquido respondem ao campo elétrico apenas nas regiões delimitadas pelos eletrodos. Assim as pistas de conexão, de ambas as placas, responsáveis por levar a tensão aos eletrodos de comando obrigatoriamente não devem se cruzar, no espaço (figura 3.4). Durante o projeto das máscaras é necessário, portanto, se estudar todas as possibilidades de cruzamentos entre as placas, de modo que eles só ocorram fora da região opticamente ativa do mostrador. Marcas de alinhamento são importantes para que durante o processamento se obtenha um bom alinhamento entre as gravações das duas placas, evitando-se o aparecimento de regiões indesejáveis ou a alteração geométrica dos caracteres que se deseja apresentar.

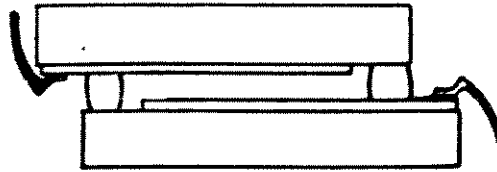


Figura 3.2 - Localização dos contatos da célula em ambos os substratos.

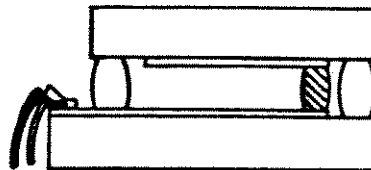


Figura 3.3 - Localização dos contatos da célula em apenas um substrato.

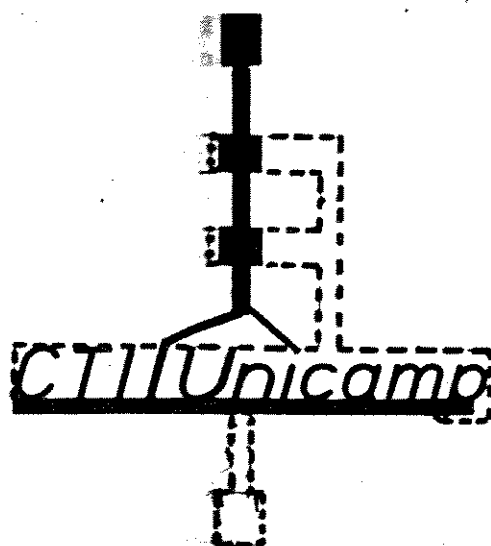


Figura 3.4 - Posicionamento dos eletrodos para evitar o cruzamento entre pistas de conexão na região opticamente ativa do mostrador.

As máscaras para as telas serigráficas foram projetadas de modo que a linha de cola ficasse a 5,5 mm da borda onde são gravados os contatos para os conectores externos e a 0,5 mm das bordas da placa, por causa do alargamento da linha de cola após a selagem. Para a introdução do cristal líquido na célula, são usadas três aberturas nas bordas de menor largura (figura 3.5), uma para a entrada do cristal líquido e duas para a saída do ar. No caso do preenchimento em que a agulha de injeção é recoberta com a aplicação de borracha de silicone para a vedação, é interessante que o orifício de entrada esteja sobre a aba de contatos de forma que esta atue como um apoio para a agulha. No caso em que se utiliza um batente revestido de silicone os orifícios devem estar na face lateral da célula para permitir o encosto do batente. É importante o alinhamento das placas de vidro de forma a não se criar um canal entre elas, por onde escorreria cristal líquido.

### 3.2 Inspeção, Corte e Lapidação do Vidro

Antes de efetuar o corte das placas, é fundamental avaliar a qualidade do lote de vidro adquirido quanto a defeitos em sua superfície, uniformidade, planicidade, rugosidade, coloração e transmissão óptica. As características dos substratos empregados na

confeccção de mostradores de cristal líquido são um fator importante na determinação da qualidade dos dispositivos finais, como o contraste para uma faixa ampla de comprimento de onda, a uniformidade, a legibilidade, o tempo de vida, entre outros, assim sendo, as placas de vidro plano sódio-cálcico de 400 mm x 400 mm, conforme fornecidas pelo fabricante, eram inicialmente inspecionadas visualmente quanto aos defeitos como riscos, manchas e imperfeições, pela observação da luz refletida em sua superfície, empregando-se como fonte uma luminária de lâmpada fluorescente comum de 15 W. As demais caracterizações, ou seja, uniformidade, planicidade, rugosidade, coloração e transmitância óptica, eram efetuadas após o corte, dadas as limitações de dimensões máximas aceitas, pelos sistemas de medidas.



Figura 3.5 - Máscara de linha de cola para a selagem da célula.

A variedade de mostradores de cristal líquido impõe a necessidade de se dominar o processo de corte do vidro para se dispor de flexibilidade quanto às dimensões requeridas para diferentes modelos. Isto possibilita também uma alta versatilidade durante as fases de desenvolvimento de novos protótipos. Além disso, a repetibilidade das dimensões das placas e a definição das bordas são importantes para se implantarem processos que atendam às condições de alta produtividade em uma linha de produção de dispositivos comerciais.

Nesta fase do trabalho, as placas fornecidas pelo fabricante nas dimensões de 400 mm x 400 mm eram cortadas nas medidas de 20 mm x 25 mm, 39 mm x 50 mm, 40 mm x 60 mm, 50 mm x 70 mm e 40 mm x 90 mm

de forma a atender às mais variadas aplicações e não ultrapassando as dimensões máximas admitidas pelo sistema de deposição. O corte era efetuado por um processo manual com ponta de diamante comum, do tipo utilizado por vidraceiro, tendo sido utilizados dois métodos. No primeiro método, as dimensões eram definidas por um papel milimetrado sobre o qual se apoiava o vidro a ser cortado, utilizando-se para apoio da ferramenta de corte uma régua de madeira de aproximadamente 3 mm de altura. A ponta de diamante era então passada sobre o vidro, encostada à régua, num ângulo de inclinação de aproximadamente de 80 graus, produzindo-se um risco raso. Segurando a borda da placa, com o risco entre os polegares, aplicava-se uma força de tração no sentido de separar as duas partes, obtendo-se assim tiras com a menor das larguras desejadas. Desta forma necessita-se de um menor número de cortes para se separar em seguida os substratos. Este segundo corte era realizado de forma idêntica, separando-se então os substratos nos retângulos desejados. No segundo método, utilizamos gabaritos de celeron, de 10 mm de espessura, tendo a largura da tira a ser cortada, os quais eram apoiados sobre o vidro, servindo de régua para o corte, a partir de um apoio de alumínio fixo a mesa. O corte era efetuado do mesmo modo como no primeiro método.

Em seguida, com as placas em bandejas de isopor, efetuava-se uma inspeção visual nas superfícies de corte, rejeitando-se as que apresentavam quebras ou irregularidades. As placas eram então identificadas, gravando-se seu código em uma de suas faces.

A fim de facilitar o manuseio e evitar danos à tela serigráfica utilizada para a aplicação do selante, era necessária a lapidação das bordas das placas, abrandonando-se suas arestas e arredondando-se levemente os cantos. A lapidação era efetuada numa politriz APL-4 da Arotec, utilizando-se uma lixa d'água 320 e rotação de 1700 rpm. Aqui também se efetuava uma inspeção visual de modo a se refugar placas com bordas defeituosas.

A espessura das placas era então determinada para lotes de 10 placas de 40 mm x 90 mm, utilizando-se um paquímetro digital modelo CD 6 da Mitutoyo, a partir de uma mesma placa-mãe de 400 mm x 400 mm, com valor nominal de espessura de 1 mm, dado do fabricante.

A precisão e a repetibilidade do corte era determinada medindo-se a largura e o comprimento de cada placa com o paquímetro digital. Foram feitas medidas em 30 placas de 40 mm x 90 mm, cortadas pelo primeiro método, e em 30 placas de 50 mm x 70 mm, cortadas pelo segundo método. Depois da lapidação, eram também determinadas as dimensões das placas, a fim de se verificar a redução das dimensões pelo desbaste.

A planicidade e a rugosidade eram analisadas num perfilômetro Dektak 3030 da Veeco Inst. no Laboratório de Sistemas Integráveis da EPUSP, determinando-se a diferença de altura ao longo de uma varredura de 45 mm, no centro e nas extremidades das amostras. A rugosidade era avaliada como a variação máxima para uma varredura de 500  $\mu\text{m}$ .

A transmitância óptica era determinada para comprimentos de onda na faixa de 300 a 800 nm, utilizando-se um espectrofotômetro de duplo feixe, Perkin-Elmer, modelo Lambda 3B (UV/VIS), do Departamento de Física do Instituto Tecnológico da Aeronáutica. A transmitância à radiação infra-vermelha era determinada na faixa de 2,5 a 15 microns, num espectrômetro de duplo feixe Perkin-Elmer, também no Departamento de Física do ITA.

### 3.3 Limpeza do Vidro

O processo de limpeza é um dos mais difíceis de se estabelecer uma vez que ele depende de vários fatores, como: a qualidade do ar e da limpeza ambiental; a qualidade da água; a composição e a pureza dos reagentes e compostos empregados; a seqüência de procedimentos dos banhos; os tempos e temperaturas dos banhos; tudo isso devendo ser analisado à luz da viabilidade técnica e econômica, muitas vezes em prejuízo do grau de limpeza resultante.

A limpeza era efetuada numa capela química de madeira, com bancada revestida de polipropileno, provida de água deionizada (DI) com resistividade na faixa de 10 a 14 M $\Omega$ , pistola com jato de nitrogênio gasoso, exaustão e janelas de proteção de madeira e acrílico. Não se dispõe de ar tratado ou fluxo laminar, razão porque não se pode classificar a qualidade do ar da sala. Para o aquecimento das soluções dispunha-se de uma chapa aquecedora de 1500 W modelo Q.313-21 da Quimis e para a agitação em ultra-som era usado um equipamento da Thornton, modelo T-14. Para a secagem das amostras utilizava-se o jato de nitrogênio, dispondo-se também de uma centrífuga com velocidade de rotação de 1800 rpm, que opera com cassetes de teflon ajustáveis, projetada e construída na Escola Suíço-Brasileira de Mecânica Fina do SENAI, em São Paulo.

Procurando-se estabelecer um processo de limpeza que garantisse uma boa qualidade aos dispositivos finais, estudamos diversos procedimentos, consistindo de banhos realizados em seqüência, sempre com o objetivo de se remover gorduras e partículas orgânicas e inorgânicas. Dentre os diversos procedimentos ensaiados, alguns se constituindo pequenas variações dos outros, destacamos os quatro a seguir:

Procedimento nº I - também denominado IEP-LP01 [1], consiste basicamente de quatro etapas, sem contar as inspeções:

1. Limpeza em duas etapas, a primeira com detergente comercial comum, aplicado com esponja plástica, para retirar a sujeira mais grossa; a segunda uma agitação ultrassônica em solução, a 5%, de detergente alcalino a 75 graus C, por 15 minutos;
2. Lavagem em jato de água DI e secagem dos substratos;
3. Banho em solução sulfonítrica (50 %), por trinta minutos;
4. Lavagem em jato de água DI e secagem dos substratos em jato de nitrogênio;
5. Banho em etanol P.A. por 15 minutos;
6. Lavagem em água D.I. e secagem dos substratos em jato de nitrogênio.

No Apêndice transcrevemos a IEP-LP01, não apenas para darmos maiores detalhes sobre os procedimentos realizados, mas também para ilustrarmos o tipo de documentação utilizada no Laboratório.

Procedimento II - consiste basicamente das seguintes etapas:

1. Fricção da superfície do vidro com algodão embebido em éter de petróleo;
2. Lavagem dos substratos em água DI corrente;
3. Banho em solução de detergente neutro Extran MA 02 por dois minutos;
4. Agitação ultrassônica em solução de detergente neutro Extran MA 02 por dois minutos;
5. Agitação ultrassônica em solução de detergente neutro Extran MA 02 a 70 graus C, por dois minutos;
6. Lavagem dos substratos em água DI corrente;
7. Banho em solução sulfocrômica, por quinze minutos, preparada com dicromato de potássio (2,39 %), água (9,57 %) e ácido sulfúrico (88,04 %);
8. Lavagem dos substratos em água DI corrente;
9. Banho em solução fervente de água oxigenada 1:3, por 3 minutos;
10. Banho em água DI fervente por 5 minutos;
11. Secagem com jato de nitrogênio.

1. Instrução para Execução de Processo LP01 - "Limpeza de Substratos de Vidro", Laboratório de Mostradores de Cristal Líquido, IN/CTI, 15/10/87.

Procedimento III- consiste basicamente das seguintes etapas:

1. Lavagem dos substratos com esponja plástica e detergente alcalino comercial (Ajax) a 5 %;
2. Lavagem dos substratos em água DI corrente por 5 min.
3. Banho em etanol comercial 96 GL, por 15 minutos;
4. Repetir item.2;
5. Secagem final com jato de nitrogênio.

Procedimento IV - consiste basicamente das seguintes etapas:

1. Pré-lavagem com detergente comercial e escova;
2. Agitação ultrassônica em solução de detergente alcalino (Ajax), a 70 graus C, por 3 minutos;
3. Lavagem dos substratos em água DI corrente;
4. Banho em solução sulfonitrica (50 %) por 10 minutos;
5. Banho em solução de água oxigenada 1:3 fervente, por 10 minutos;
6. Lavagem dos substratos em água DI corrente;
7. Secagem com jato de nitrogênio.

Foi também efetuado um estudo comparativo da eficiência dos reagentes mais importantes utilizados nos procedimentos acima, tendo sido testados oito processos de limpeza: (A) detergente neutro com escova de cerdas finas de nylon (efetuado também antes de todos os outros, seguido de remoção em água e secagem); (B) algodão e éter de petróleo; (C) detergente alcalino aquecido a 80 C, por 15 min; (D) detergente alcalino aquecido a 80 C em ultra-som, por 5 min; (E) solução sulfonitrica (50%), por 30 min; (F) solução sulfocromica, na concentração descrita no procedimento II, por 30 min; (G) etanol, por 15 min; e (H) água oxigenada (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) diluída em 1:3 e aquecida a 80 C, por 30 min.

Qualquer que fosse o procedimento, as placas eram manuseadas com dedeiras de latex da MUCAMKO e pinças anti-ácidas de pontas curvas, modelos 85cSA e 90SA, da EREM e envolvidas em papel manteiga, que não deixa fibras, e armazenadas em caixas de plástico para transporte.

Para a caracterização de cada processo de limpeza, as amostras eram analisadas por inspeção visual, sob luz refletida, para se verificar a possível ocorrência de manchas na superfície do vidro. A inspeção era feita também por microscopia óptica a fim de se verificar a quantidade, as dimensões e o tipo de partículas que ainda continuavam na superfície. Utilizou-se um microscópio Olympus com aumento de 75 vezes e ocular micrométrica para a contagem e classificação das partículas segundo os seus diâmetros (maiores ou me-



nores do que 15 microns) no estudo dos diversos procedimentos de limpeza enquanto que, no estudo de cada um dos reagentes individualmente, empregou-se um microscópio metalográfico invertido Olympus, modelo PME, com aumento de 100 X, o que permite a observação de um campo de 1,6 mm de diâmetro, e ocular micrométrica para a classificação de diâmetros maiores ou menores do que 10 microns. O número de partículas era analisado por campo, repetindo-se a medida para diferentes regiões. No estudo dos diversos reagentes, após a inspeção era efetuada a deposição de SnO<sub>2</sub> em todas as placas, de forma a se avaliar a influência dos resíduos nas características finais dos filmes depositados.

### 3.4 Deposição do Filme Condutor e Transparente (SnO<sub>2</sub>)

Para que sejam acionadas regiões determinadas do mostrador, é necessário se confeccionar sobre os substratos de vidro eletrodos transparentes a partir de camadas de baixa resistividade baixa, como já foi dito anteriormente. A uniformidade dessas camadas também é fundamental, uma vez que se deseja o mesmo contraste e a mesma resposta no tempo, em regiões diferentes da célula. Além disso, as regiões não-acionadas não devem ser perceptíveis ao observador e, portanto, estes eletrodos devem apresentar uma alta transmitância óptica com um índice de refração o mais próximo possível do índice do substrato de vidro, de forma a que também se tornem imperceptíveis por reflexão.

A deposição de camadas de dióxido de estanho (SnO<sub>2</sub>) sobre os substratos de vidro pela técnica de decomposição química a partir de vapor (CVD) [2], cujo equipamento simples é mostrado na figura 3.6. Foram utilizados como reagentes o tetracloreto de estanho (SnCl<sub>4</sub>), na forma líquida de grau industrial, e o metanol, PA, que são vaporizados borbulhando-se nitrogênio que atua como gás de transporte. Os fluxos para cada reagente eram controlados por dois fluxômetros do tipo esfera da OMEL. Os reagentes misturam-se na câmara de vidro, decompondo-se na presença dos substratos aquecidos na placa rotativa e sofrendo basicamente as reações [3]:



Os procedimentos básicos de deposição do SnO<sub>2</sub> estão descritos a seguir. Primeiramente era acionado o sistema de aquecimento da câmara de deposição, ajustando-se a temperatura desejada. Para evi-

2. S.Kobayashi, F.Z.Matzui e A.P.Mammanna, Anais do X SEMISH, Campinas,S.P., julho de 1983, p.389.

3. S.Kobayashi e A.P.Mammanna, Rev.Bras.Comp., 3, 19 (1983/1984).

tar quebras por choque térmico, cada substrato era então manuseado com uma pinça, sendo aquecido gradativamente à medida que ia sendo introduzido na câmara de deposição, até ser repousado cuidadosamente sobre a placa rotativa. Para esta operação era necessário o uso de luvas de amianto, devido à alta temperatura da câmara de deposição (da ordem de 400 C). Após se introduzirem as placas no sistema de deposição, a campânula era fechada acionando-se o motor para a rotação dos substratos. Este deslocamento tende a proporcionar uma maior uniformidade do filme depositado. Aquecidas as placas durante um certo tempo de forma a atingirem a temperatura de equilíbrio, as válvulas eram abertas para se obterem os respectivos fluxos dos gases reagentes que desta maneira podiam alcançar a câmara de deposição. Terminado o processo de deposição, as placas eram retiradas e resfriadas sobre uma tela de amianto. A temperatura da chapa era monitorada com um termômetro a termopar de cromel-alumel, modelo Minimate, da Thermo Electric posicionado a 1 mm da superfície do prato aquecido e fixo à estrutura da câmara.

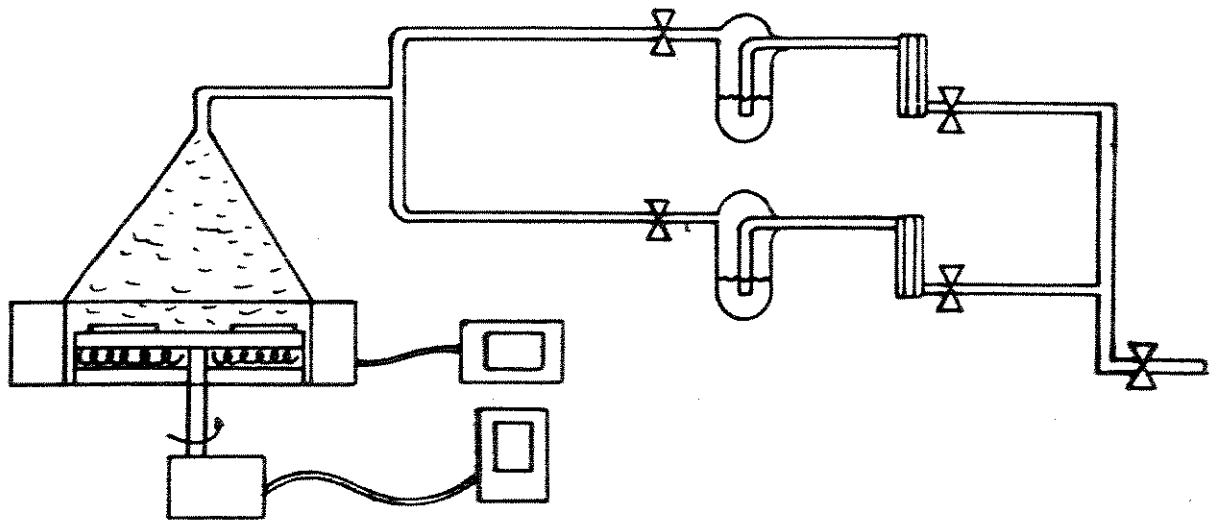


Figura 3.6 - Sistema de deposição da camada de SnO<sub>2</sub> por CVD.

De modo a determinar os parâmetros ótimos do processo, diferentes condições foram estudadas correspondendo a temperaturas entre 350 C e 450 C; fluxos de SnCl<sub>4</sub> entre 100 e 300 cm<sup>3</sup>/min; fluxos de metanol entre 200 e 500 C; tempos de deposição entre 1 e 6 min; e velocidades de rotação entre 3 e 12 rpm. Os filmes depositados eram caracterizados quanto à sua resistência pelicular (RL) em 4 regiões de cada placa por meio de um sistema de quatro pontas acoplado a um milímetro Keithley, modelo 503. Após a obtenção dos degraus por fotolitografia, a medida de espessura era efetuada com o perfilômetro nestas mesmas regiões em cada placa. Isto permitia a avaliar a uniformidade da camada depositada. A partir das medidas de RL e da espessura  $t$ , determinava-se a resistividade  $\rho$  dos filmes lembrando-se que:

$$\rho = RL.t$$

Além disso, era determinada a transmitância óptica do filme em relação ao vidro em função do comprimento de onda, empregando-se o mesmo espectrofotômetro de duplo feixe descrito nas medidas de transmitância do vidro.

### 3.5 Limpeza da Camada de SnO<sub>2</sub>

Ao final do processo de deposição, restam sobre as lâminas resíduos da reação química, os quais precisam ser removidos, pois além de poder contaminar as demais camadas dos dispositivos e comprometer o processo fotolitográfico, prejudicam a transmitância óptica dos filmes depositados. Assim os substratos recobertos com os filmes de SnO<sub>2</sub> eram submetidos a um processo de limpeza com banhos em tricloroetileno, acetona e etanol, com agitação ultrassônica por 5 min cada. Por fim, as placas eram introduzidas em banhos de água DI e, em seguida, secadas na centrifuga. A inspeção visual da camada de SnO<sub>2</sub> era então efetuada também por reflexão, a fim de se identificar manchas, riscos, falhas na camada, coloração e lactescência. A observação da lactescência e dos demais defeitos é facilitada se for feita sobre um fundo escuro fosco com fonte de luz difusa, por exemplo, refletindo-se uma luminária num papel branco. A análise por microscopia óptica era realizada apenas por amostragens em 10 % das amostras de cada lote, observando-se principalmente as densidades e os diâmetro das partículas residuais, como no caso dos substratos de vidro.

### 3.6 Confeção de Máscaras

As artes finais para as máscaras empregadas para a gravação dos eletrodos e na serigrafia eram confeccionadas normalmente desenhando-se com letra sobre papel poliéster. Eram usados modelos de linhas, figuras geométricas e caracteres alfanuméricos de diversas dimensões, dependendo das aplicações a que se destinavam os mostradores. As máscaras foram feitas a partir de folhas de fotolito da Dupont, modelo CUF-4, de 24 x 30 cm. Primeiramente, as folhas de fotolito eram cortadas em dimensões um pouco maiores do que a arte final. Os fotolitos eram sensibilizados num sistema de exposição iluminado com 2 lâmpadas fluorescentes comuns de 20 W e iluminação por baixo. As artes finais eram repousadas sobre a placa de vidro do equipamento e os fotolitos eram então colocados entre elas e uma manta de borracha, garantindo-se um bom contato entre elas, através de um peso de 1 Kg. Era usado um tempo de exposição de cerca de 1 s. A revelação era efetuada com revelador Kodalith (à base de NaOH) da Kodak, e fixador, também da Kodak, à base de tiosulfato de sódio. Os tempos de revelação e de fixação eram, respectivamente, 45 s e 60 s. Em seguida procedia-se a uma lavagem em água num béquer e a secagem era realizada em estufa a 60 C por 30 min. Todo o processo de exposição de revelação do fotolito era realizado numa sala com iluminação vermelha para se evitar a sensibilização indevida do fotolito. As máscaras eram devidamente catalogadas e armazenadas em pastas com proteções de plástico.

Foram utilizadas algumas máscaras de alta resolução (HRF) de 65 mm de lado preparadas num projetor HLC de alta resolução [4]. Foi desenvolvido no laboratório um sistema de software para a preparação automática de artes finais sendo que ele não chegou a ser plenamente utilizado neste trabalho, dada a simplicidade dos dispositivos construídos.

### 3.7 Fotolitografia dos Eletrodos

O processo fotolitográfico empregado inclui as etapas de deposição da fotorresina, pré-cozimento, exposição ao UV, revelação, pós-cozimento, remoção do SnO<sub>2</sub> e remoção da resina. As três primeiras etapas eram realizadas em sala com iluminação amarela. Os processos de aplicação da camada de fotorresista e de revelação eram realizados sob uma coifa de exaustão de PVC. O pré-cozimento, realizado em estufa, tem a função de evaporar os solventes após a deposição

4. L.A.C.Almeida, C.A.R.Primiano, S.Kobayashi e A.F.Mammama, Anais do I Congresso da Sociedade Brasileira de Microeletrônica, julho de 1986, p.535.

da fotorresina. A etapa de exposição permite a sensibilização da resina em regiões selecionadas. A revelação corresponde ao processo de remoção seletiva da fotorresina sensibilizada para a gravação das configurações. O pós-cozimento torna a resina mais resistente ao posterior ataque à camada de SnO<sub>2</sub>, protegendo as regiões do filme que estão por baixo dela. A etapa seguinte promove a remoção do SnO<sub>2</sub> apenas nas regiões em que a fotorresina foi retirada durante a sua revelação. Por fim, a resina é removida e é efetuada a limpeza do substrato. Com a remoção do fotorresiste e a consequente limpeza dos substratos, tem-se já os eletrodos gravados sobre o vidro, o que permitirá o acionamento dos caracteres do mostrador após a sua montagem final.

Embora tenhamos usado outros fotorresistes para testes, restringi-mo-nos aqui apenas ao fotorresiste positivo AZ1514H da Hoescht, cuja exposição ao UV dá os melhores resultados na faixa de comprimento de onda de 350 a 450 nm. Sua aplicação era efetuada manualmente usando-se um rolo de aço inoxidável de 12 mm de diâmetro e 80 mm de comprimento. Com uma pipeta, era depositada uma gota da resina numa das bordas da placa, onde o rolo era em seguida repousado e, a partir daí, passado ao longo de toda a placa, por arrasto, como ilustra a figura 3.7.



Figura 3.7 - Princípio da técnica de aplicação de resinas por rolo manual.

A espessura da camada depende principalmente da viscosidade do fotorresiste, da quantidade colocada sobre a placa e da velocidade de aplicação. O fotorresiste era sempre diluído na proporção de 1 parte para 2 de acetona. A viscosidade não era medida, por não

disponíveis de viscosímetro no laboratório. Era depositada sobre o vidro uma quantidade de aproximadamente 1 ml de fotorresiste. A velocidade de aplicação era, em média, de 5 cm/s, avaliada pela razão entre o comprimento da placa e o tempo de aplicação, medido com um cronômetro.

Antes de se efetuar o pré-cozimento, os substratos eram introduzidas num par de pratos de Petri, previamente limpos, a fim de se proteger a camada de resina contra partículas em suspensão no ambiente. Em seguida, elas eram colocadas em estufa a 80 C por 20 min para o pré-cozimento. Era utilizada uma estufa FANEM, modelo 35 SE. A inspeção da camada era efetuada visualmente de modo a se verificar a presença de partículas que criassem defeitos na camada de fotorresiste e, conseqüentemente, a remoção do SnO<sub>2</sub> naquelas regiões.

Por questão de simplicidade, para a sensibilização da fotorresina optou-se pela técnica de contato 1:1. Era utilizada uma lâmpada HQA de 250 W da General Electric, localizada a uma distância de 60 cm da mesa suporte das placas, por baixo, no mesmo sistema de exposição para a gravação de fotolitos, descrito anteriormente. Como máscaras, eram empregadas as películas de fotolito ou as placas de alta resolução (HRP), dependendo do nível de resolução exigido. As placas de vidro eram colocadas com o resiste em contato com as máscaras, previamente repousadas sobre a mesa de vidro, de modo que os cantos se ajustassem às suas marcas de alinhamento. Cuidadosamente era colocada uma manta de borracha sobre as placas, uma placa de vidro de 3 mm de espessura sobre toda a região das placas e finalmente um peso de 1 Kg sobre todo o conjunto. O peso era importante para se garantir a justaposição da máscara à camada de fotorresiste de forma a se reduzir os efeitos de difração. Eram empregados tempos de exposição da ordem de 3 min.

Para a confecção de mostradores eram utilizadas apenas máscaras de fotolito, como já vimos. Porém, para se determinar qual a resolução de linhas do processo fotolitográfico, era utilizada uma máscara HRP com linhas de até 1,5  $\mu$ m de largura, como mostra a figura 3.8. A máscara foi fotografada no microscópio óptico, com objetiva de 20 X e ocular fotográfica de 7,5 X, colocando-se um espelho por trás do substrato de vidro. As medidas de largura de linha eram feitas por meio de uma escala micrométrica, também mostrada na figura 3.8, fotografada com o mesmo aumento do microscópio. A espessura da camada de fotorresiste foi medida com um microscópio interferométrico Leitz, com comprimento de onda de 546 nm, no Laboratório de Eletrônica e Dispositivos da Unicamp, em nove regiões de uma amostra típica, após a gravação de degraus ao longo da placa.

A revelação do fotorresiste positivo corresponde à remoção das re-

giões sensibilizadas pelas luz (regiões transparentes das máscaras), tendo-se empregado um processo por via úmida com uma solução de soda cáustica (NaOH) 1/7 N que atua como um revelador eficiente e barato. A revelação incluiu um banho em NaOH por 30 s, uma lavagem em água DI e uma secagem com jato de nitrogénio.

Durante o processo de fabricação de dispositivos, a inspeção era efetuada visualmente e com o microscópio óptico para que fossem identificadas possíveis pistas com dimensões reduzidas ou mesmo interrompidas, bem como camadas de fotorresiste remanescente que dificultariam posteriormente a remoção do SnO<sub>2</sub> naquelas regiões.

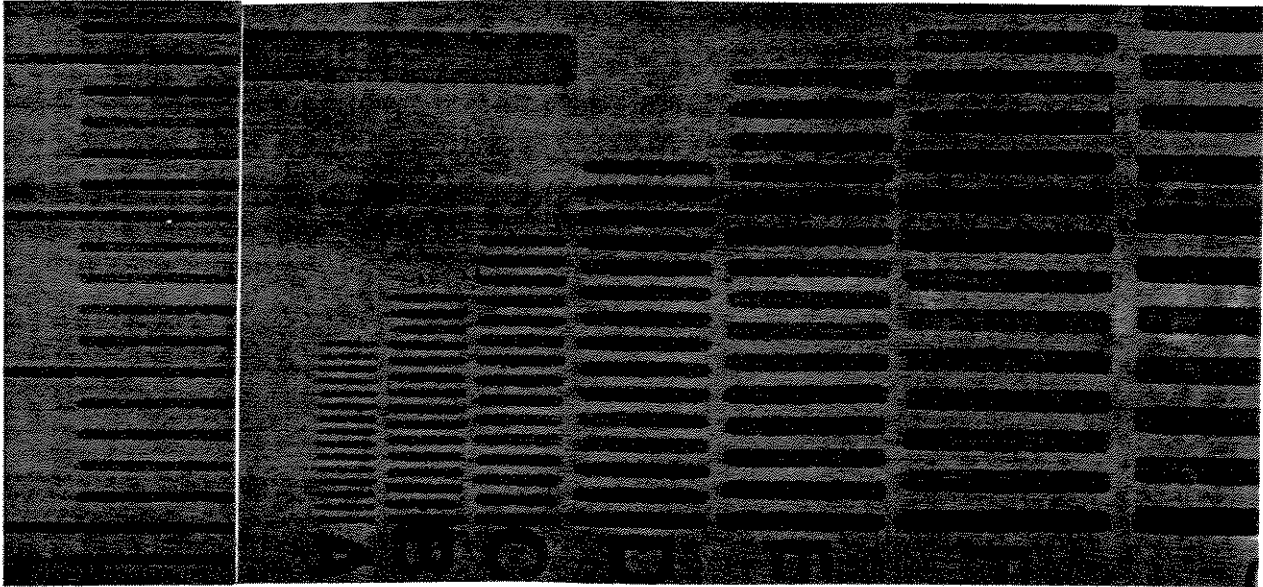
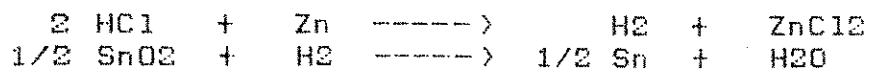


Figura 3.8 - Máscara de resolução de linhas de até 1,5 µm de largura para a caracterização do processo fotolitográfico.

O pós-cozimento da resina era efetuado em estufa a 130 °C por 1 h, com os substratos protegidos em pratos de Petri.

A remoção do SnO<sub>2</sub> era realizada na capela química, com exaustão e janelas de proteção, sem a iluminação amarela da sala de fotolitografia. O SnO<sub>2</sub> é reduzido pelo hidrogénio nascente produzido na reação de ácido clorídrico (HCl) com zinco (Zn) em pó na superfície dos substratos, sendo espessa a reação por:



O HCl, diluído em água DI na proporção de 1:7, era introduzido nos pratos de Petri, já com os substratos, e o pó de Zn era espalhado

com uma pipeta sobre as placas, acelerando-se o processo de remoção, mecanicamente, com um pincel de fibras sintéticas sobre a superfície de cada placa, pois o SnO<sub>2</sub> apresenta uma aderência muito forte sobre o vidro. A reação era instantânea, fazendo-se necessário também espalhar o Zn com o pincel ao longo das placas para se proporcionar uma maior uniformidade ao processo. Este processo durava aproximadamente 5 min para cada placa.

As placas eram então lavadas em água DI, secadas com jatos de nitrogênio e introduzidas em banhos de acetona por 5 min e de água DI, também por 5 min, ambos em ultrassom, para a remoção da resina.

A inspeção visual era realizada em todas as placas gravadas, a fim de verificar possíveis pistas rompidas de SnO<sub>2</sub>, pontos em que os reagentes atravessassem a camada de fotorresiste, formando buracos no filme de SnO<sub>2</sub>, e regiões em que houvesse SnO<sub>2</sub> residual que causasse curto-circuitos. Com um multímetro, era também identificada, em todas as placas, a ocorrência de possíveis curto-circuitos e rompimentos de pistas, suprimindo-se do lote os substratos defeituosos de forma a que não viessem causar problemas no acionamento das células construídas.

### 3.8 Tratamento para o Alinhamento do Cristal Líquido

Para a ancoragem das moléculas de cristal líquido, foram empregadas neste trabalho, como superfícies de alinhamento, o álcool polivinílico (PVA) e a poliimida fotossensível (PI). Para a orientação do polímero, eram utilizadas fibras sintéticas diferentes para cada um dos compostos, procedendo-se ao tratamento superficial de forma que cada placa ficasse orientada ortogonalmente à outra na montagem da célula. A poliimida fotossensível permite que sejam removidas as bordas onde será aplicado posteriormente o selante, uma vez que a maioria dos selantes apresentam maior aderência sobre o vidro do que as resinas sobre as quais estariam aplicados nestas regiões. Ambas as soluções eram aplicadas manualmente com um rolo metálico idêntico ao utilizado para o fotorresiste. Foi também estudado o processo de imersão, utilizando-se o equipamento projetado e construído no laboratório.

A primeira solução era preparada a partir de PVA em pó da Carlo-Erba, para proporções na faixa de 1 a 10 % em massa por diluição em água DI a 80 C, utilizando-se um agitador magnético até a diluição total. A solução era então passada em filtro analítico para a retenção de partículas que pudessem interferir na boa qualidade do filme e de bolhas de ar eventualmente criadas pela agitação da solução. Após a aplicação da camada, era realizada a secagem em es-



tufa, utilizando-se temperaturas na faixa de 50 C a 150 C por 20 min. A orientação era efetuada passando-se um pincel de fibras sintéticas várias vezes sobre a superfície do polímero, com cerca de 10 a 100 movimentos repetitivos em direção e sentido. A balança utilizada para a pesagem era a balança digital da Mettler, modelo PC2200, e o agitador magnético, da Quimis, modelo 261-2.

A camada de poliimida, por sua vez, era obtida a partir da resina ZLI-2500/1 da Merck, diluída no solvente ZLI-2500/2 em concentrações de 50 a 150 g/l. Após a aplicação da camada, efetuada em sala com iluminação amarela, era realizada a secagem em estufa a 65 C por 15 min. A exposição era feita no mesmo sistema de exposição a UV, por contato 1:1, usado para o fotorresista. O tempo de exposição era de 3 min. Os banhos de revelação eram efetuados em tempos de 10 s para o revelador ZLI-2500/3, de 1 s para a mistura 1:1 de ZLI-2500/3 com ZLI-2500/4 e de 10 s para o "rinse" ZLI-2500/4 para a limpeza final, todos em placas de Petri. A polimerização era realizada em estufa a 300 C por 45 min.

Depois de aplicada e secada a camada de polímero, era feita uma inspeção a fim de se identificar possíveis regiões com camadas muito finas ou com partículas aderidas que pudessem prejudicar o processamento seguinte. As placas que apresentassem esses defeitos eram suprimidas do lote ou limpas para reprocessamento. Após a selagem e o preenchimento das células, era efetuada primeiramente uma análise visual, com o auxílio de dois polarizadores cruzados e paralelos, para se verificar a eficiência de alinhamento da camada de cristal líquido. Em várias amostras eram realizadas inspeções ao microscópio óptico, utilizando-se também polarizadores para se observar a ocorrência de "disclinations" e de regiões em que o alinhamento não tivesse sido eficiente. Estas análises eram realizadas antes e após o tratamento térmico da camada de cristal líquido. As "disclinations" correspondem a fronteiras entre regiões com sentidos opostos de orientação das moléculas de cristal líquido, o que compromete as características eletroópticas dos dispositivos finais. A qualidade do alinhamento será analisada posteriormente através dos resultados obtidos nas curvas de contraste em função do ângulo de visada e de medidas de razão de contraste.

### 3.9 Selagem da Célula

Após o tratamento da camada de alinhamento processava-se a montagem da célula, iniciada com a aplicação do selante pela técnica de serigrafia, realizada numa mesa serigráfica plana manual de posicionamento de 50 x 60 cm, da Rufmart (fig. 3.9) na qual se adaptou uma mesa, projetada e construída em nosso laboratório que permitisse uma fixação eficiente das placas e vidro e um alinhamento

preciso de suas bordas em relação à tela.

As telas eram preparadas em nosso laboratório sob iluminação amarela, tendo-se utilizado nylon nacional e importado de várias tramas, e molduras de madeira. A emulsão serigráfica era preparada pela mistura de resina 22614 da Acrilex, e sensibilizante 22732 da Acrilex na proporção de 10%. A emulsão era então aplicada à tela, com um rodo, sobre as duas faces. Para as tramas menores era necessário passar a emulsão mais de uma vez para se evitar falhas na camada aplicada. A secagem da tela era feita em estufa, a 60 C, por 30 minutos. A exposição para a sensibilização da tela era efetuada no mesmo sistema de exposição por contato utilizado para as máscaras, usando-se lâmpadas HQA de 250 W, por 10 minutos. Após a polimerização da emulsão nas regiões expostas, a revelação era efetuada com um jato de água de modo a remover as regiões não expostas. A secagem da tela era finalmente feita em estufa, com um jato de ar comprimido. Com o objetivo de se testar o processo serigráfico, foram empregadas telas de várias tramas, entre 30 e 180 fios/cm, medidas em um projetor de perfil PJ 250 da Mitutoyo, com posicionador micrométrico.

A cola era aplicada em apenas uma das placas, colocando-se uma pequena quantidade de cola na região posterior das linhas gravadas na tela e correndo-se um rodo de borracha sobre a tela, forçando-a a encostar no substrato. Diversas colas epóxis foram testadas, de um ou dois componentes de diferentes procedências, nacionais e importadas.

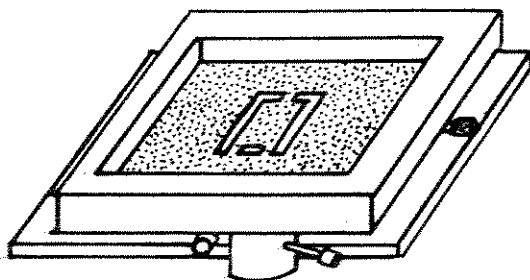


Figura 3.9 - Equipamento serigráfico para a aplicação da linha de cola sobre o vidro.

Aplicada a cola, as placas eram colocadas sobre uma base, e sobre elas eram espalhados os espaçadores de vidro de diâmetro controlado, utilizando para isso uma tela de nylon de 120 fios/cm montada no sistema ilustrado na fig 3.10. A aplicação era efetuada batendo-se levemente na moldura da tela e observando-se as partículas sendo aplicadas com o auxílio de uma lâmpada incandescente de 60 W posicionada atrás do sistema. Corrigia-se o recobrimento não uniforme soprando-se ar com uma pera nas regiões em que ele ocorria.

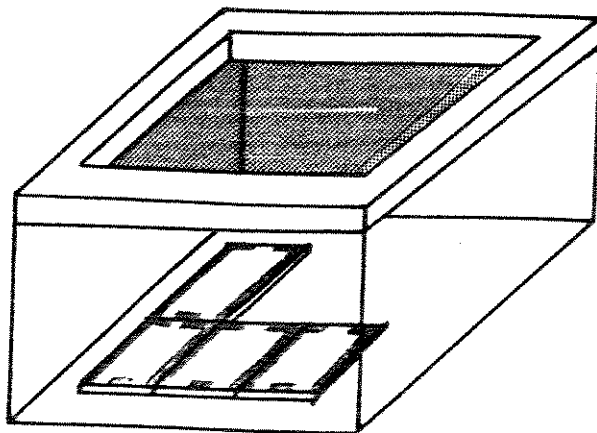


Figura 3.10 - Montagem para a aplicação dos espaçadores.

Foram testados dois tipos de espaçadores: microesferas (figura 3.11) e microbastonetes de vidro (figura 3.12). As microesferas eram obtidas dos abrasivos normalmente empregados em equipamentos convencionais de jateação. Para tanto eram peneiradas num equipamento com agitação de tela metálica, empregando-se peneiras de menor trama encontradas no mercado nacional, obtendo-se assim esferas com diâmetros máximos de 37  $\mu\text{m}$ . Foram também usados microbastonetes da Schott com diâmetros de 7,5  $\mu\text{m}$ .

Devido à alta viscosidade das colas (acima de 5000 CPS) é importante a aplicação de uma pressão elevada sobre as placas durante a cura da cola, para se garantir um espaçamento uniforme, imprescindível para o bom desempenho opto-elétrico das células finais. Por outro lado, é importante que a cola não invada a região opticamente ativa do mostrador, proporcione uma boa aderência ao substrato, não apresente falhas de vedação e nem reduza a dimensão dos orifícios dificultando a entrada do cristal líquido no preenchimento. Para isso utilizava-se um sistema de selagem consistindo de uma

prensa construída com uma membrana de teflon flexível, inflável com ar comprimido, de forma a exercer pressão sobre os pares de placas posicionadas sobre sua base. Na figura 3.13 é mostrado um esquema desta prensa.

A montagem das células é efetuada superpondo-se a placa de vidro superior sobre a inferior, já com a cola e os espaçadores, e iluminando-se por baixo de modo a se ter um bom alinhamento entre os eletrodos gravados. Deve-se ter em mente que durante esta etapa eram formados os orifícios na margem de cola para permitir o posterior preenchimento com o cristal líquido.

Montadas as células e devidamente posicionadas na base da câmara de selagem, esta era fechada passando a exercer pressão sobre as placas, com a aplicação do ar comprimido (foram ensaiadas pressões entre 10 e 30 PSI). A câmara de selagem era então introduzida numa estufa para a cura da cola. Foi empregada a mesma temperatura para todas as colas estudadas, e variando-se, entretanto, os tempos de cura para cada cola.

A cola XE-9021 necessita de uma pré-cura a 75 C por 90 min, antes da montagem das células, para se obter uma viscosidade adequada durante a cura sob pressão.

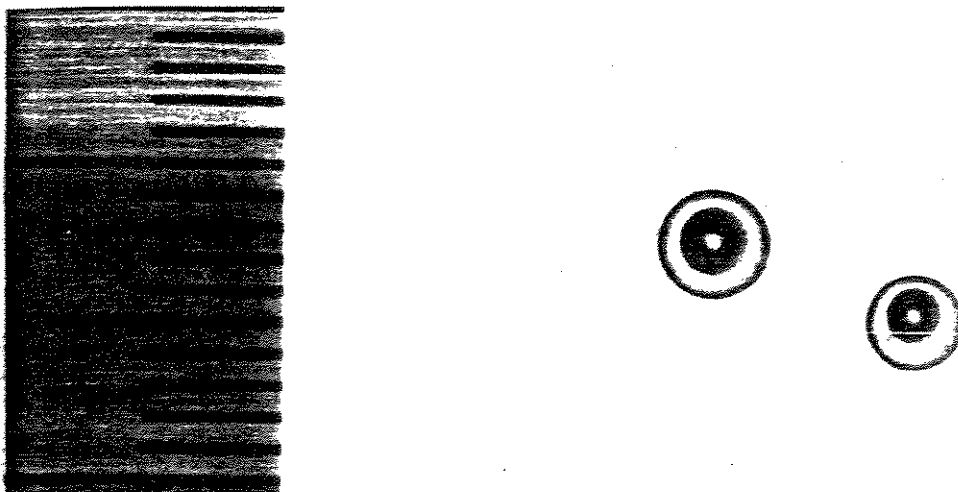


Figura 3.11 - Microesferas de vidro empregadas com espaçadores entre os dois substratos da célula.

Após a montagem das células, a largura da cola aplicada sobre o vidro era medida no projetor de perfil. Além disso era medido o espaçamento final da célula tanto focando-se o microscópio nas duas placas e determinando-se o avanço da objetiva, como observando-se o afastamento entre os máximos da interferência de um feixe de laser que atravessasse a célula.

A avaliação destes parâmetros era também efetuada na caracterização final das curvas de contraste e de resposta dos mostradores finais.

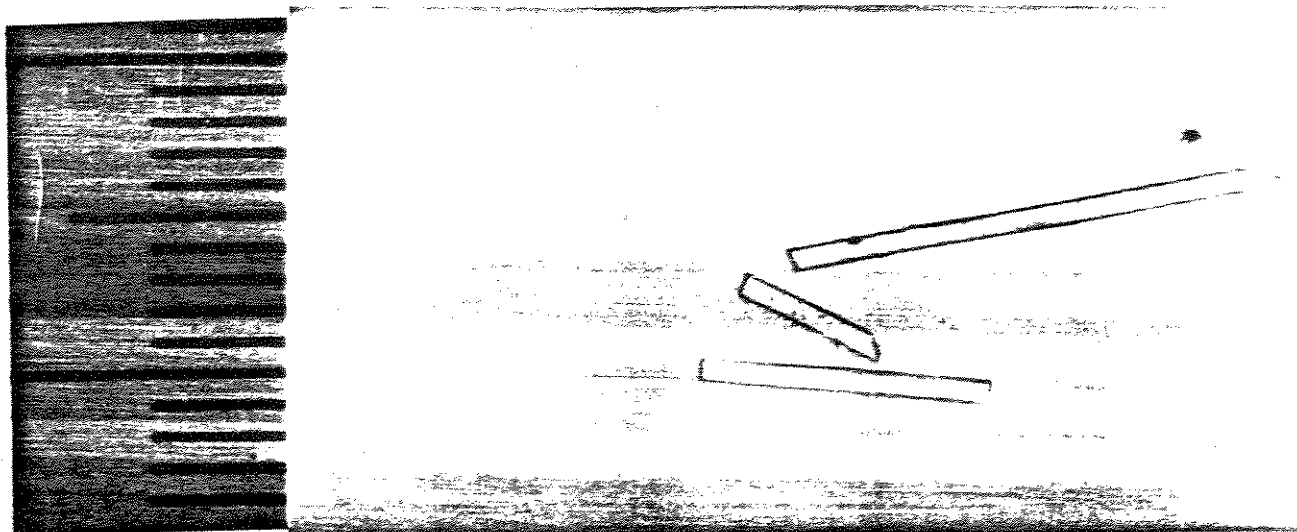


Figura 3.12 - Microbasionetes de vidro empregados como espaçadores entre os dois substratos da célula.

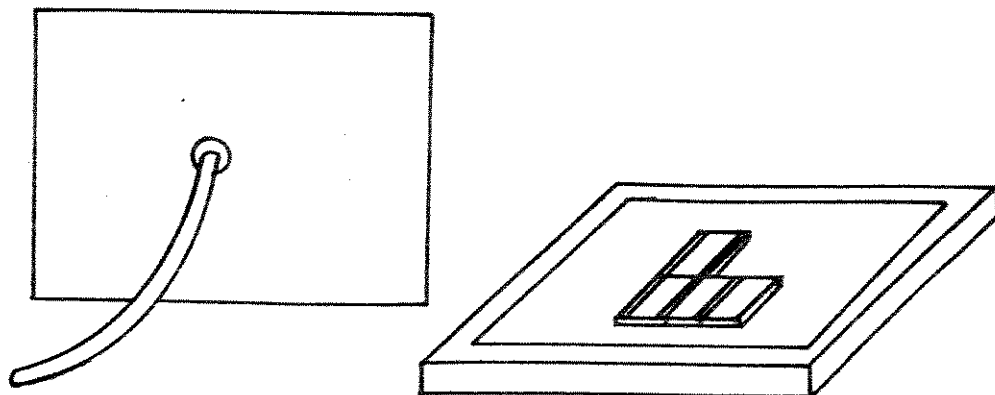


Figura 3.13 - Câmara de selagem para a cura da cola, com ajuste de pressão entre as placas.

### 3.10 Preenchimento com cristal líquido e selagem final

Nesta etapa o cristal líquido é introduzido no interior da célula, entre os dois substratos processados, injetados por um orifício numa das bordas e removendo o ar por outros dois orifícios na borda oposta da célula. As células foram montadas com os cristais líquidos E7 e K15 da BDH, ambos da família dos cianobifenis, comumente empregados em mostradores estáticos. A temperatura de transição da fase nemática para isotrópica do CL K15 é de 35,3 C, e do CL E7 é de 60,5 C, conforme catálogo do fabricante. O cristal líquido E7 apresenta respostas mais rápidas do que o K15.

Foram empregadas 2 técnicas de preenchimento. A primeira (figura 3.14) consiste na introdução do cristal, aplicando-se uma pressão por meio de uma seringa no orifício de entrada, sendo a célula pressionada entre dois batentes com borracha de silicone. Para se evitar a entrada de ar na célula e a perda de cristal líquido durante o preenchimento, era indispensável se garantir uma vedação eficiente entre as regiões de contato da célula com a borracha de silicone. Para cada espessura de vidro, era usado um batente diferente para a vedação do orifício de entrada.

Na segunda técnica, a agulha de injeção era fixa sobre uma das abas da célula, onde deveria estar o orifício de preenchimento (figura 3.15), e a vedação era efetuada cobrindo-se a agulha com borracha de silicone e secando-a em chapa aquecida a 130 C por 4 h, ou em estufa a 120 C. Pressionando-se o êmbolo da seringa o cristal líquido era injetado na célula.

Preenchida a célula, era feita rapidamente uma limpeza das faces externas com papel absorvente embebido em acetona e era aplicada cola epóxi de dois componentes, Araldite ultra-rápida, externamente aos orifícios de preenchimento. A cura da cola era realizada à temperatura ambiente por 15 min.

Para o estudo de ambas as técnicas de preenchimento, foi utilizado, primeiramente água a fim de não se ter um gasto excessivo de cristal líquido devido às perdas antes de se dominar os procedimentos,

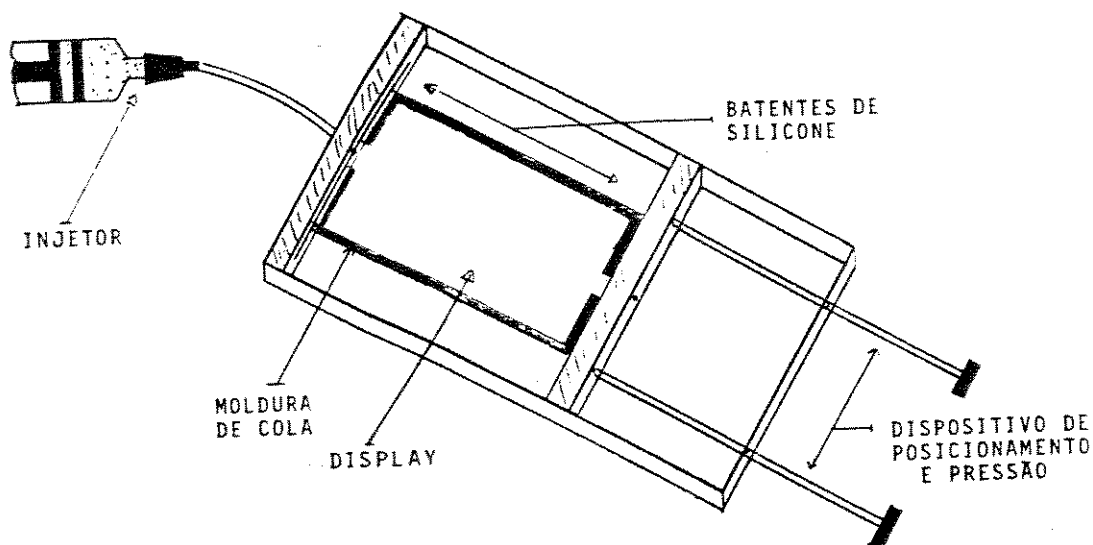


Figura 3.14 - Preenchimento com cristal líquido por injeção, pressionando-se as bordas da célula contra o orifício presente no batente de silicone.

Devido ao fluxo das moléculas de cristal líquido no interior da célula durante o preenchimento, pode-se obter um alinhamento não muito uniforme, pois muitas moléculas podem se acomodar preferencialmente nas direções dos fluxos, ao invés de assumir as que deveriam ser impostas pelas camadas de alinhamento em ambas as placas. Este efeito pode ser consideravelmente reduzido aquecendo-se a célula de modo a se provocar a transição para a fase isotrópica do cristal líquido, de forma que no resfriamento e consequente retorno para a fase nemática, ocorra um rearranjo das molé-

culas de acordo com o tratamento superficial das camadas de alinhamento. Para isso, as células eram repousadas sobre uma chapa aquecida a uma temperatura em torno de 50 C para o K15 e de 90 C para o E7, em ambos os casos por 5 min. A transição da fase isotrópica para a nemática podia ser observada durante o resfriamento utilizando-se apenas dois polarizadores ou um microscópio polarizador com aumento de 75 X e de 150 X.

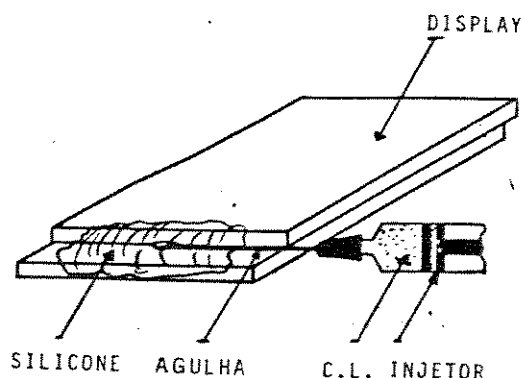


Figura 3.15 - Preenchimento com cristal líquido por injeção, com vedação por uma camada de silicone recobrendo a agulha.

### 3.11 Teste de desempenho elétrico e óptico

A fim de se analisar as características eletroópticas dos mostradores construídos ao longo deste estudo e para futuramente se estabelecer uma metodologia de CQ a serem constituídas na futura linha piloto, foram estabelecidos procedimentos que determinassem basicamente o contraste e a resposta no tempo dos dispositivos finais, antes da aplicação dos polarizadores.

Inicialmente era efetuada uma análise visual, colocando-se simplesmente a célula entre dois polarizadores. As células do lote que apresentassem alinhamentos desuniformes das moléculas de cristal líquido, identificados como manchas escuras ao serem observadas sobre polarizadores cruzados, eram necessariamente rejeitadas.

As medidas eletroópticas eram efetuadas empregando-se o arranjo mostrado de forma esquematizada na fig. 3.16, o qual era montado sobre uma mesa de granito, protegida com um colchão de espuma contra vibrações do ambiente, com buchas espaçadas uniformemente que permitiam a fixação de trilhos e de suportes fixos e móveis. Os suportes, bases e posicionadores utilizados eram em geral da Newport Corp. Suportes mais simples, porém, foram confeccionados na



Oficina Mecânica (UTC) do CTI. Foram empregadas neste trabalho duas fontes luminosas: lâmpada de tungstênio-halogênio EHA de 500 W da Sylvania, que fornece um amplo espectro de comprimento de onda, alimentada com tensões DC reguladas, com uma fonte Tectrol TC 30-05 B, até 60 V e um laser de He-Ne (633 nm e 0,25 mW) da Spectra Physics. Devido ao aquecimento da lâmpada, foi necessário utilizar uma ventoinha para a sua refrigeração e um revestimento interno para a isolação térmica da caixa. Foi empregado um circuito de amplificação de um fotodiodo PIN de silício da EG & G, modelo SGD-100A, alimentado com 7 V por uma fonte DC da SME, modelo 595. O detetor era fixo a um suporte posicionado sobre o trilho e alinhado em relação ao feixe luminoso. A célula, as lentes e os polarizadores eram posicionados convenientemente entre a fonte luminosa e o detetor, presos aos seus respectivos suportes. O suporte da célula permitia uma variação do ângulo de incidência da luz sobre a amostra, com precisão de 1 grau, o que possibilitou-nos efetuar as medidas de ângulos de visada. A rotação da célula era efetuada apenas em relação ao eixo do suporte, por não dispormos de um goniômetro com dois graus de liberdade. Medidas em outros planos de incidência só eram possíveis com posicionamento manual das células. Foram utilizadas objetivas de microscópios Bausch & Lomb de várias distâncias focais, na faixa de 5 a 10 cm. Os polarizadores utilizados eram da Arisawa, modelo LN1205P, de 0,12 mm de espessura, com transmitância de 43 %, especiais para mostradores de cristal líquido. Estes polarizadores eram fixos em suportes, com ajuste em ângulo, que permitissem a rotação do plano de polarização da luz em relação à amostra.

Os mostradores devem ser acionados com tensões alternadas para se evitar a eletrólise entre seus eletrodos. Durante este estudo, foram utilizadas ondas quadradas e senoidais com frequências entre 30 Hz e 3 KHz, e tensões rms entre 0 e 7 V, obtidas com um gerador de funções da Hewlett-Packard, modelo 3312 A. O brilho dos segmentos, acionados ou não, era avaliado a partir da intensidade do sinal de tensão na saída do circuito de detecção.

A razão de contraste era determinada pela razão entre os sinais na saída do detetor, medidos com um voltímetro Fluke, modelo 8505A, para um segmento não acionado e um segmento acionado, usando-se os polarizadores cruzados.

Para se obterem as curvas de contraste, o envelope das amplitudes de tensão aplicadas ao mostrador era controlado através de rampas com frequências da ordem de milihertz. A rampa era aplicada por um gerador de funções da Hewlett-Packard, modelo 8116A. As curvas de contraste eram traçadas num registrador X-Y da Hewlett-Packard, modelo 7035R, com o sinal de tensão do detetor no eixo Y e a rampa moduladora da tensão aplicada à célula, no eixo X.

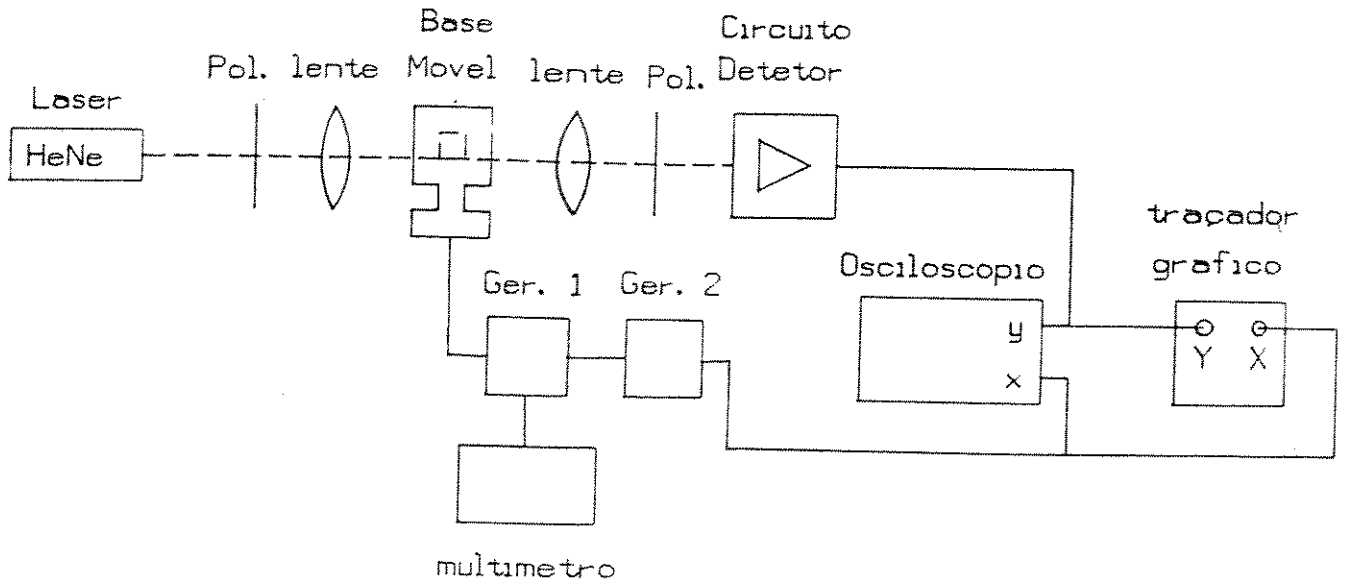


Figura 3.16 - Diagrama esquemático da montagem para a caracterização eletro-óptica dos mostradores.

Já as curvas de resposta no tempo eram traçadas num osciloscópio digital, com memória, da Tektronix, modelo 468, aplicando-se trens de pulso de frequências variadas, com os mesmos geradores já descritos. Como os tempos de desacionamento "toff" são grandes, da ordem de dezenas a algumas centenas de milisegundos, o intervalo entre os trens de pulso deve ser maior do que o tempo toff, ou seja, superiores a 400 ms. Os trens de pulsos eram aplicados em geral por períodos da ordem de 1 s. Enquanto o sinal do detetor era mostrado num canal, o sinal aplicado na célula era monitorado no outro. Com a imagem armazenada na memória do osciloscópio, os tempos eram determinados por meio de dois indicadores pontuais para cada canal que podiam ser deslocados ao longo da forma de onda, por meio de um controle no próprio painel do osciloscópio. Os valores de tensão e tempo eram indicados num mostrador digital do equipamento. Para a medida do tempo de acionamento "ton", um indi-

gador puntiforme era posicionado no início do trem de pulsos, enquanto o outro era posicionado no ponto correspondente a 90 % de contraste, no caso de polarizadores paralelos, e a um contraste de 10 % para os polarizadores cruzados. O tempo "toff" era medido entre o final do trem de pulsos e a posição correspondente a um contraste de 10 %, com polarizadores paralelos, e a 90 % de contraste com os polarizadores cruzados.

### 3.12 Aplicação dos polarizadores

Foram utilizados diversos polarizadores com diversas transmitâncias e eficiências de polarização, da Arisawa e da Sanritsu. Como o polarizador possui uma face auto-adesiva que é fixa externamente às placas de vidro. Para que se obtivesse uma boa aderência, era necessário realizar uma limpeza prévia do vidro com papel absorvente embebido em etanol. Para evitar bolhas de ar entre o polarizador e o vidro que causassem reflexões indesejáveis no dispositivo final, a aplicação era efetuada com o auxílio de um rolo que pressionava o polarizador contra o vidro, enquanto a fita protetora da face auto-adesiva era removida. Os polarizadores eram fixos na célula de modo que o eixo óptico de um ficasse ortogonal ou paralelo ao do outro, dependendo se se deseja o mostrador operando no modo escuro sobre claro ou claro sobre escuro, respectivamente.

Não se conseguindo evitar bolhas de ar entre o polarizador e o vidro, ou ocorrendo a deposição de poeira ambiental durante a aplicação, o polarizador era removido, a face descoberta era novamente limpa e era efetuada uma nova aplicação com um novo polarizador.

## Capítulo 4. Resultados

Apresentamos, aqui, os resultados obtidos na confecção de mostradores de cristal líquido com as técnicas descritas no capítulo anterior. Entenda-se que, mais do que obter os mostradores propriamente ditos, são considerados como resultados deste trabalho a implantação de um laboratório, com capacidade para processar semanalmente dezenas de placas de vidro; a implantação de cada uma das etapas de processo e da metodologia de trabalho, incluindo a definição e a geração da documentação que acompanha cada lote processado; o projeto e a construção de equipamentos simples para o processamento; e o desenvolvimento das técnicas de caracterização e medida das camadas e dos dispositivos finais. Estudamos cada uma das etapas de processo visando conhecer seus parâmetros, sua interdependência e sua influência nas características finais dos mostradores. Foram analisados os resultados da inspeção, corte e lapidação do vidro, da limpeza, da deposição dos filmes transparentes, da fotolitografia, do tratamento superficial para o alinhamento, da selagem, do preenchimento, da aplicação dos polarizadores e da caracterização eletro-óptica dos dispositivos, buscando-se estabelecer processos confiáveis e repetitivos que possam ser utilizados na linha piloto de fabricação já em fase de implantação no Instituto.

### 4.1 Inspeção, corte e lapidação do vidro

Utilizando os processos simples de inspeção, corte e lapidação do vidro descritos no capítulo anterior, bem como as técnicas simples de análise das características físicas e ópticas dos substratos, pudemos investigar a qualidade do vidro plano sódio-cálcico fabricado no País, com espessuras entre 0,6 e 1 mm, e fornecido em placas de 400 mm x 400 mm, para emprego na confecção de mostradores de cristal líquido. Em especial investigamos os defeitos, a uniformidade da espessura, a planicidade, a rugosidade, a coloração e

a transmitância óptica e ao infravermelho. Avaliamos também os processos de corte e lapidação quanto à qualidade da superfície de corte, regularidade, precisão e repetibilidade.

Na inspeção visual do vidro procurou-se identificar quais os defeitos mais frequentes e como poderiam comprometer a confecção dos mostradores, observando-se que trabalhamos especialmente com um fornecedor, a Providro S.A., único fabricante no País com processo de laminação capaz de atingir espessuras de 0,6 mm. Lembramos que as pequenas espessuras são mais adequadas para a confecção das células de mostradores, por conferirem menor peso, maior transmitância e menor paralaxe, comprometendo por outro lado o rendimento na fabricação, em razão das maiores perdas por quebras. Vidro de 2 mm de espessura foi também utilizado no estabelecimento das diversas fases dos processos, apenas por razões de maior facilidade de manuseio e por serem mais facilmente encontráveis no mercado. Apesar de neste caso termos utilizado vidro de outros fornecedores, não foi feita uma análise comparativa entre eles.

De modo geral pôde-se observar visualmente que a superfície do vidro, era lisa, com boa regularidade, a não ser quando os rolos de laminação encontravam-se em fase final de ciclo, imprimindo o que se chama o aspecto de casca de laranja à superfície do vidro. Três tipos de defeitos mais frequentes foram observados: as bolhas e as protuberâncias, atribuídas a falhas na fabricação, e os riscos, atribuídos ao manuseio. Os dois primeiros tinham uma baixa ocorrência, tendo-se observado uma média de 2 defeitos de até 1 mm de diâmetro por placa de vidro, conforme inspeção visual efetuada em dezenas de lotes de 10 placas de 400 mm x 400 mm. Correspondendo a uma densidade de 12 irregularidades por metro quadrado, esses defeitos comprometem o aproveitamento do vidro nas demais etapas de processo, por prejudicarem a qualidade óptica final dos "displays", podendo causar imagens defeituosas, comprometer o espaçamento entre placas, a selagem e o preenchimento e também o processo fotolitográfico. O aproveitamento do vidro na etapa de corte não foi quantificado neste trabalho, devendo ser objeto de avaliação quando da operação da linha piloto, uma vez que estaremos processando maiores quantidades de placas e com maior regularidade. Os outros defeitos observados, os riscos, podem ter sua origem durante o primeiro corte das placas de 400 x 400 pelo fabricante e no manuseio para sua embalagem e transporte, como no próprio laboratório. Sua caracterização quanto à quantidade e dimensões é ainda difícil, parecendo depender do cuidados dos operadores. Na linha piloto essa avaliação deverá ser efetuada em função do tempo, de forma a mostrar a importância do treinamento do pessoal técnico e o tempo necessário para esse aprendizado.

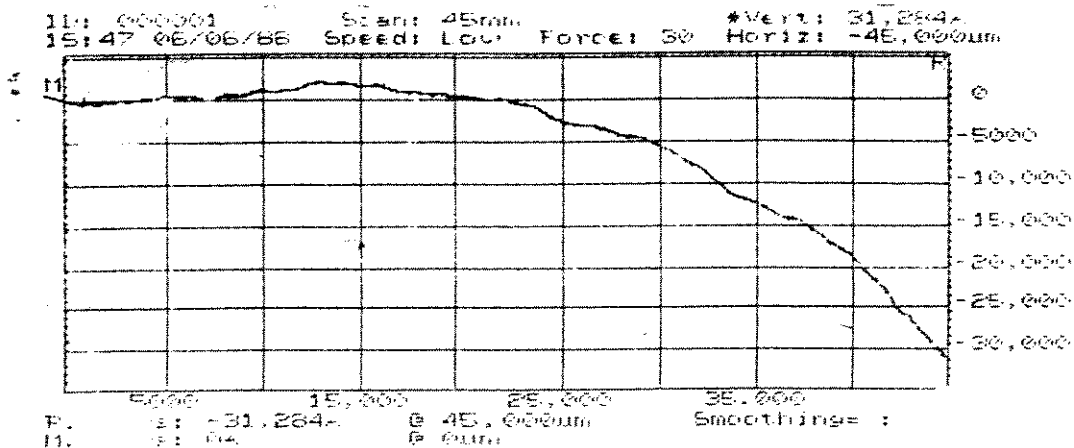
A técnica de inspeção visual parece adequada para a seleção do vi-

dro, exigindo no entanto um treinamento do observador e condições adequadas de iluminação. A qualidade da fonte difusa de iluminação e as condições de observação sob reflexão são muito importantes para facilitar a inspeção dos defeitos. Além disso, um fundo escuro fosco sob a placa parece facilitar a inspeção, por impedir a reflexão indesejável em outras superfícies. Esta inspeção deve ser efetuada placa a placa, uma vez que os defeitos comprometem o produto final. Procuramos alternativas para o método mencionado, como o emprego de um projetor para a projeção ampliada da imagem numa tela. Este método seria muito interessante por permitir a passagem automática das placas, o que facilitaria inclusive a inspeção em contínuo numa linha de produção. As medidas preliminares efetuadas com um retroprojetor de transparências disponível no IM/CTI não levaram a resultados muito satisfatórios, o que foi atribuído à baixa qualidade óptica do sistema utilizado. Devemos retomar o experimento com lentes e tela de melhor qualidade.

Sendo a espessura do vidro um parâmetro importante para a qualidade dos mostradores, fizemos sua medida procurando conhecer a tolerância com que ele é fornecido pelo fabricante. Utilizando o paquímetro digital descrito no capítulo 3, a espessura dos lotes de 10 placas de 40 mm x 90 mm oriundas de uma mesma placa de 400 mm x 400 mm indicou que a espessura média era de 1,0 mm com um desvio quadrático médio de  $\pm 0,1$  mm. Deve-se observar que além de comprometer a qualidade óptica dos mostradores, a uniformidade da espessura é importante por determinar a tolerância de posicionamento durante as etapas de processamento e também de encaixe nos conectores comerciais usados com os mostradores. Observou-se com as séries de medidas efetuadas que a espessura é um parâmetro normalmente controlado pelo fabricante, com um desvio percentual melhor do que 10 %, idêntico ao que é oferecido pelos melhores fabricantes internacionais que trabalham com vidros especiais para a fabricação de "displays". Do ponto de vista do laboratório, o desvio médio quadrático observado parece bastante razoável, uma vez que os equipamentos empregados nas diversas etapas de processo não impõem restrições sérias de posicionamento. Já com referência aos conectores, estes são fornecidos no mercado para faixas de espessuras de vidro bem determinadas, sendo comuns as faixas de 0,81 mm a 1,02 mm, 1,12 mm a 1,32 mm e 1,32 mm a 1,83 mm. Se a opção da montagem final for o conector, observa-se que a espessura passa a ser um parâmetro crítico na produção em larga escala, devendo ser compatível com a padronização dos conectores. Neste caso a não disponibilidade no mercado brasileiro de fabricantes especializados na produção de vidro de pequenas espessuras pode dificultar o encontro de espessuras nas faixas mencionadas. No caso em que o fabricante normalmente pequenas espessuras para outras aplicações (lâminas de laboratório, por exemplo) pode-se efetuar uma seleção de espessuras na faixa desejada, o que deve implicar em custos bas-

tante elevados.

As medidas de planicidade foram efetuadas com o perfilômetro conforme descrito no capítulo 3, ao longo de distâncias de até 45 mm, que é o limite de varredura do equipamento utilizado. As maiores variações observadas estão na faixa de 0,003 %, exemplificada pelo resultado obtido para placas de vidro de 0,7 mm de espessura, nas quais detetamos variações não superiores a 1,5 µm, conforme ilustra a figura 4.1. À guisa de comparação lembramos que as placas de alta resolução (HRP) utilizadas para a confecção de máscaras fotolitográficas de alta precisão para circuitos integrados, devem ter planicidade na faixa de 0,002 % a 0,005 %, o que no caso de placas de 6 cm de comprimento significa variações de 1 a 3 µm. O vidro comum caracterizado por nós parece portanto bastante bom no que se refere à planicidade, estando na faixa exigida para a operação com sistemas fotográficos em que a profundidade de foco deve estar garantida ao longo do campo de exposição. Para o nosso processamento fotográfico a planicidade está certamente acima das limitações impostas por outros fatores, especialmente porque estamos trabalhando com linhas de grandes dimensões. No que se refere às limitações impostas pela planicidade no espaçamento entre placas, na montagem da célula, não parecem importantes, uma vez que se utilizam espaçadores que mantêm o afastamento desejado entre placas, ao menos na faixa ensaiada por nós que esteve entre 7,5 e 37 micra.

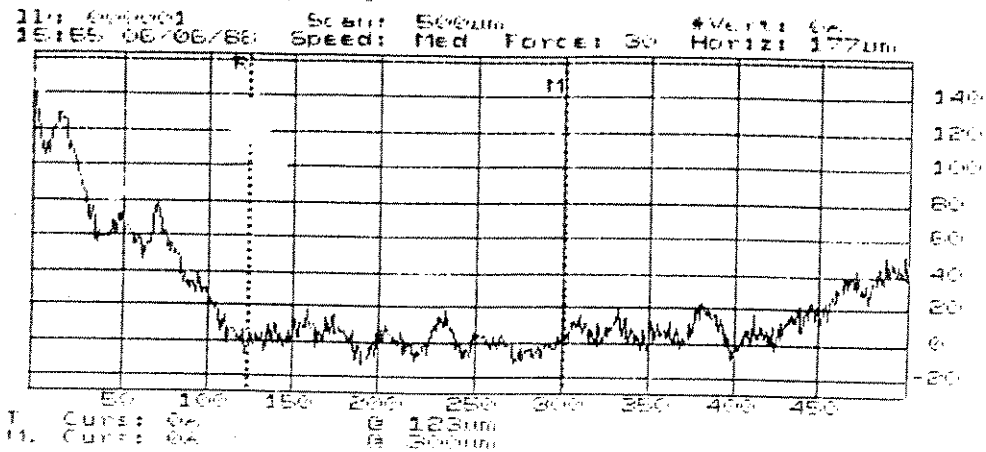


Sloan DEPTA 3030 Rev. 1.4/1.8

Figura 4.1 - Perfil da superfície de vidro sódio-cálcico comum de 0,7 mm de espessura, determinado ao longo de 45 mm de extensão.

Da mesma forma como no caso da planicidade, utilizamos o perfilômetro para determinar a rugosidade na superfície do vidro sódio cálcico objeto deste estudo. A figura 4.2 ilustra um resultado tí-

pico para vidro de 0,7 mm, para uma varredura de 500  $\mu$ m observando-se variações de no máximo 25 A, para um vidro considerado de boa qualidade através da inspeção visual. Rugosidades dessa ordem não afetam a exposição fotolitográfica no caso do nosso equipamento simples de contato; tão pouco afetariam a gravação de linhas de 3 a 4 micra, com os equipamentos ópticos mais sofisticados, como nos utilizados em Microeletrônica, uma vez que sua profundidade de foco é em geral da ordem de 1 a 3 micra. No que se refere às demais etapas de processamento, a rugosidade nesta faixa de modo algum deve impor limitações.



SI DEKTAI 3030 Rev. 1.4/1.6

**Figura 4.2** - Perfil da superfície de vidro sódio-cálcico comum de 0,7 mm de espessura, determinado ao longo de 500  $\mu$ m de extensão.

O vidro sódio-cálcico utilizado neste trabalho apresenta uma cor homogênea levemente esverdeada, a qual tem a ver com sua composição, sendo no caso de 12 % a concentração de sódio, conforme informação do fabricante. Na figura 4.3 é mostrada a curva de transmitância óptica típica para uma amostra de 1 mm de espessura, na faixa do visível e UV próximo (entre 300 e 800 nm), obtida com o espectrômetro de duplo feixe descrito no capítulo 3. Pode-se observar que o vidro absorve completamente a radiação para comprimentos de onda inferiores a 300 nm, apresentando transmitância de aproximadamente 90 % acima de 360 nm, até 700 nm. Os resultados obtidos mostram que o vidro analisado é adequado para a aplicação em mostradores de cristal líquido, os quais operam na faixa do visível. Deve-se observar que a transmitância depende da composição, sendo que no caso do nosso fornecedor essa composição é praticamente constante, uma vez que ela determina o ponto de fusão, e portanto o consumo energético na fabricação do vidro. No que se refere ao processamento, a faixa de passagem determinada não é uma



limitação, uma vez que em nosso processo não utilizamos, por exemplo, a exposição através do vidro, ou mesmo a cura da cola por ultravioleta, casos em que poderia ser necessário estender a faixa de passagem para os comprimentos de ondas mais curtos.

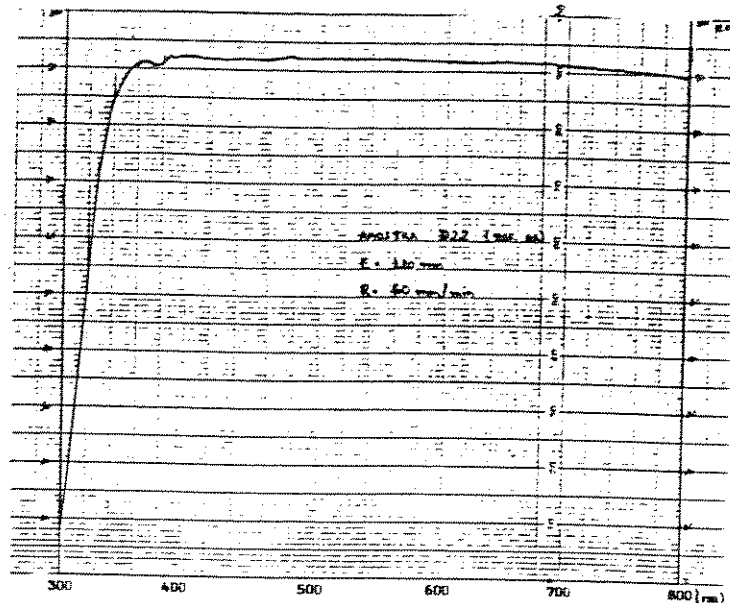


Figura 4.3 - Transmitância na faixa do visível e UV próximo, para uma amostra de vidro sódio-cálcico (12% de Na) de 1 mm de espessura.

Como uma alternativa para o processo de deposição de filmes transparentes e condutores por CVD, pode ser interessante o aquecimento por infra-vermelho, razão por que medimos a transmitância do vidro também na faixa de 2,5 microns a 15 microns. Na figura 4.4 é mostrado um resultado típico obtido com o espectrômetro descrito no capítulo 3. Este resultado mostra que a transmitância supera 85% na faixa de 2,5 a 2,7 micra, caindo rapidamente para 60 % entre 2,8 e 4,0 micra e caindo para zero acima de 4,7 micra, significando uma grande absorção nesta faixa. Isto indica que o aquecimento por infravermelho pode ser eficiente, podendo-se ser facilmente realizado com resistências de cerâmica disponíveis no mercado, as quais podem emitir comprimentos de onda na faixa de 2 a 11 micra, dependendo da faixa de temperaturas desejadas, entre 300 e 650 graus Celsius. Em face a estes resultados, uma preocupação importante tem a ver com a absorção do infravermelho pelo vidro nos "displays" utilizados diretamente sob o sol. Neste caso deve-se buscar alternativas para reduzir a absorção no infraver-

melho.

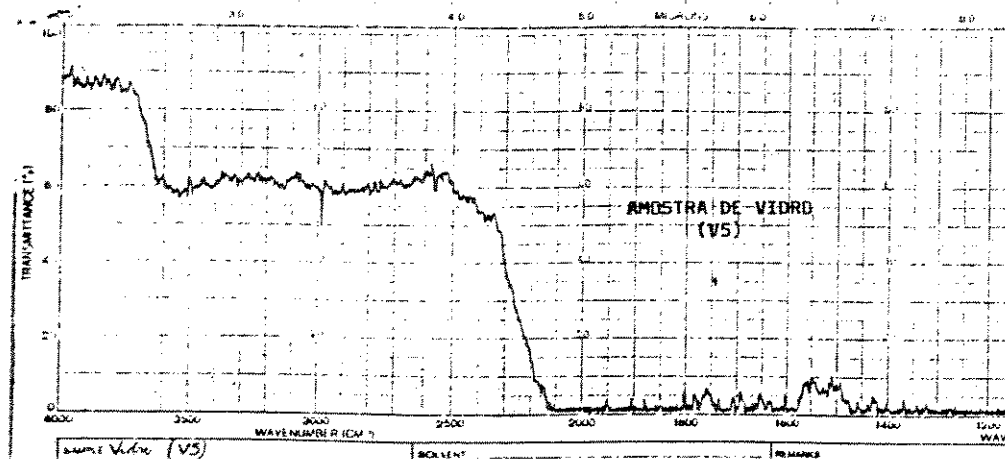


Figura 4.4 - Transmitância na faixa do infravermelho para o vidro sódio-cálcico (12% de Na) de 1 mm de espessura.

A riscagem do vidro com a ponta de diamante, com um gabarito desenhado num papel milimetrado sob o vidro, apesar de manual, tem permitido uma boa definição das bordas cortadas. Após a lapidação, pode-se observar o arredondamento das bordas, sem prejudicar sua definição. O teste da repetibilidade das dimensões do corte antes da lapidação, realizado em 30 placas de 40 mm x 90 mm, resultou, para placas de (40 x 90) mm, numa largura média de  $(40,7 \pm 0,1)$  mm e um comprimento médio de  $(90,7 \pm 0,2)$  mm, enquanto depois da lapidação a largura média foi de  $40,6 \pm 0,1$  mm e o comprimento médio, de  $90,6 \pm 0,2$  mm. Esta variação, de até 0,4 mm entre o valor máximo e o mínimo dificulta a fixação das placas em determinadas etapas do processo, como nos cassetes para os banhos químicos ou na mesa serigráfica para aplicação da cola. O erro de 0,7 mm em relação ao valor nominal especificado é atribuído principalmente à dificuldade de se posicionar visualmente a régua sobre as linhas padrões de medida durante o corte. O emprego de um gabarito de celeron, o qual dispõe de um encosto para o posicionamento do vidro, evitando assim o erro de paralaxe no posicionamento da ferramenta deve permitir aumentar a precisão e a exatidão do corte. Infelizmente não temos ainda resultados para comparação com os an--

teriores. Uma melhoria mais ampla no processo depende da construção de uma mesa de corte, da qual um primeiro protótipo foi desenvolvido, em cooperação, pela Escola Suiço-Brasileira de Mecânica de Precisão do SENAI, mas ainda não estando em plena utilização.

Como um resultado importante até aqui, consideramos a verificação da viabilidade do emprego de substratos de vidro plano nacional para a confecção de mostradores de cristal líquido. Para isso interagimos diretamente com os fabricantes de forma a fazê-los alcançar pequenas espessuras na laminação. O vidro mostrou-se adequado para a confecção de células, observando-se que a uniformidade da espessura, a planicidade e a rugosidade não parecem comprometer o alcançado entre placas, conforme medidas de espaçamento realizadas nas células finais, analisadas mais adiante. Nada gostaríamos de adiantar com relação à adequação desse vidro aos mostradores que exigem espaçamentos muito precisos, como é o caso das tecnologias SBE, ou ainda nas tecnologias que envolvem processos sofisticados de confecção de dispositivos de filmes finos (TFTs e capacitores) diretamente sobre o vidro.

Não tivemos oportunidade de estudar a influência da composição do vidro na estabilidade dos mostradores ao longo do tempo, ou em presença das diversas camadas e processos empregadas na confecção destes dispositivos. Especialmente estaríamos interessados em investigar o papel do sódio por sua grande mobilidade para migrar e sua elevada reatividade química, o que pode afetar as camadas depositadas sobre o vidro, comprometendo a qualidade e a durabilidade dos dispositivos finais. Em geral os fabricantes de mostradores utilizam vidros de composição especial, livres de sódio, em geral boro-silicatos, de forma a garantir maior durabilidade aos "displays". Pode-se também utilizar processos de passivação da superfície do vidro, sendo os mais comuns o tratamento com sulfato de cobre ou com gás sulfídrico, em que o papel do enxofre e do cobre parece ser o de substituir o sódio nas camadas superficiais, sendo por sua vez fixos na estrutura. O gás sulfídrico é muitas vezes empregado pelos fabricantes para lubrificar os rolos de laminação, encontrando-se por isso em altas concentrações nas galerias de vidro, e conferindo assim, indiretamente, uma melhor qualidade ao produto, outras alternativas para a passivação do vidro são a deposição, sobre ele de uma camada de dióxido de silício ou de óxido de tântalo, ambas com transmitância elevada ao visível.

#### 4.2 Limpeza do vidro

O processo de limpeza é um dos mais difíceis de se estabelecer uma vez que ele depende de vários fatores, como a qualidade do ar e da

limpeza ambiental, a qualidade da água, a composição e a pureza dos reagentes e compostos empregados, a ordem de procedimentos dos banhos, as condições de tempos e temperaturas dos banhos, tudo isso devendo ser analisado à luz da sua viabilidade técnica e econômica. Considerando as condições ambientais deficientes do Laboratório de Mostradores de Cristal Líquido do IM/CTI, esse trabalho fica ainda mais dificultado.

Visando-se estabelecer um procedimento de limpeza para o Laboratório vários processos foram estudados, todos eles consistindo numa sequência de banhos para a remoção de gorduras e de partículas orgânicas e inorgânicas, em que diferentes opções de detergentes ( neutros e alcalinos ) foram utilizadas, água comum e de-ionizada, ácidos, bases e sais, e soluções oxidantes ( sulfocrômica, sulfonítrica e etanolato de sódio ), e solventes orgânicos. Muitos dos processos estudados deixavam no entanto resíduos e manchas nas superfícies, visíveis mesmo a olho nu, sendo por isso abandonados.

Deste modo apenas os processos mais promissores foram estudados mais detalhadamente, correspondendo aos procedimentos identificados como de I a IV no capítulo 3, ressaltando-se que o procedimento I foi utilizado durante muito tempo no Laboratório, antes de se proceder a esta análise [1]. Utilizando-se o microscópio com aumento de 75 vezes e ocular micrométrica, estimou-se a densidade de partículas de diâmetros maiores e menores do que 15 microns, presentes na superfície das lâminas de 40 mm x 90 mm, através de medidas em quatro regiões de cada lâmina. Na Tabela I são mostrados os valores médios obtidos para as 5 amostras estudadas para cada caso.

Tabela I

Nº de partículas/cm<sup>2</sup> residuais para diferentes procedimentos de limpeza

Procedimento	Nº de partículas/cm <sup>2</sup>	
	d < 15 um	d > 15 um
I	140 ± 110	17 ± 15
II	61 ± 40	17 ± 17
III	124 ± 100	25 ± 25
IV	60 ± 50	13 ± 13

1. IEP LP01 - Limpeza de Substratos de Vidro - 1a. Versão, Laboratório de Mostradores de Cristal Líquido, IM/CTI, 15/10/87, S.N.Tortorelli.

Uma análise preliminar dos resultados acima parece indicar que o procedimento IV - empregando basicamente detergente alcalino aquecido e ultrassom, solução sulfonítrica e água oxigenada aquecida, intermeados por água DI corrente e secagem com nitrogênio - é o de maior eficiência, não só pelas menores densidades residuais de partículas, como por utilizar menor número de etapas do que o procedimento II, e portanto menor quantidade de reagentes e tempo de processamento. Além disso a solução sulfocrômica empregada em II, apresenta desvantagens adicionais, quais sejam, é altamente poluente, exigindo um tratamento eficiente dos dejectos químicos e é mais trabalhosa de preparar. De qualquer modo, deve-se observar que a nossa análise fica prejudicada pelo pequeno número de dados, o que não nos garante esperar um processo repetitivo, haja visto os grandes desvios obtidos. Convém ressaltar ainda que os procedimentos acima descritos não representam todos os que foram estudados, pois em cada procedimento, surgiam outros derivados destes, com pequenas alterações de reagentes, tempos e temperatura, para comparação e avaliação.

Não considerando como definitivos os resultados acima, principalmente porque os processos envolvidos exigem muitos banhos e em diferentes condições, e empregam muitos produtos químicos que encareceriam os processos industriais, achamos fundamental efetuar uma análise comparativa da eficiência dos reagentes ou banhos considerados mais importantes, através da determinação da densidade de partículas remanescentes após a realização de cada um deles isoladamente. Como a qualidade da limpeza inicial do vidro afeta a qualidade da camada de dióxido de estanho transparente, depositada a seguir, ficando mais evidente com ela, efetuamos também a análise de cada etapa estudada, depositando uma camada deste óxido imediatamente após o procedimento de limpeza e examinando a qualidade final do filme transparente. Mais do que isso, tendo-se observado a ocorrência ocasional de manchas e de uma leve coloração leitosa nos filmes de  $\text{SnO}_2$  depositados, comprometendo partidas inteiras de lâminas, e suspeitando-se de que elas poderiam ter origem no procedimento de limpeza, este estudo permitiu-nos analisar as características dos filmes transparentes, quanto a presença da lactescência e manchas, após cada etapa de limpeza, conforme descrito no capítulo 3.

Na figura 4.5 é mostrado um histograma obtido com a contagem de partículas ao microscópio óptico com um aumento de 100 vezes, sobre a superfície de 24 placas de vidro sódio-cálcico, de 40 mm x 90 mm e 1 mm de espessura, submetidas a 8 processos de limpeza química diferentes. As 24 placas foram divididas em 8 lotes de 3 placas, cada um submetido exclusivamente a um dos oito processos estudados, à exceção do primeiro que foi aplicado previamente a

todos os lotes e lembrando-se que todos os lotes foram submetidos a lavagem com água DI e secados com jato de N<sub>2</sub> antes de serem analisados. Conforme descrito no capítulo 3 os procedimentos estudados foram: detergente com amoníaco esfregado com escova de cerdas finas de nylon (A); éter de petróleo esfregado com algodão (B); detergente diluído em água (5%) e aquecido a 80 graus por 15 minutos (C); o mesmo detergente em ultrassom por cinco minutos, também a 80 graus (D); solução sulfonítrica (50%) a temperatura ambiente por 30 minutos (E); solução sulfocromica (3%) nas mesmas condições (F); etanol por quinze minutos (G); e água oxigenada diluída em água (1:3) a 80 graus por 30 minutos (H).

A densidade de partículas de diâmetros menores do que 10 microns, que restou em cada placa após cada processo, foi determinada como a média dos resultados obtidos em cinco medidas efetuadas nos quatro cantos e ao centro da placa. De um modo geral podemos observar que há uma dispersão muito grande nos resultados para cada lote, apesar das placas terem sido submetidas aos mesmos procedimentos, o que demonstra a não repetibilidade do processo, estando os resultados na faixa de 100 a 1000 partículas/cm<sup>2</sup>. Uma ressalva deve ser feita quanto à pequena quantidade de dados, o que impede de uma análise estatística dos resultados. Essa dispersão é também acentuada no caso das partículas de diâmetro superior a 10 microns, conforme ilustra o histograma da figura 4.6, sendo que neste caso as densidades são sensivelmente menores, ficando abaixo de 200 partículas/cm<sup>2</sup>. A análise comparativa da densidade de partículas de diâmetro inferior a 10 microns remanescentes não é conclusiva sobre o qual o banho que deixa menor resíduo de partículas, pois todos resultaram em densidades muito elevadas. Já as medidas das partículas grandes mostraram que o processo de limpeza com a solução sulfonítrica (E) é nitidamente o que deixa mais partículas residuais de grande diâmetro, enquanto o processo (H), com detergente aquecido em ultrassom, foi o que apresentou a menor densidade.

Após a deposição do SnO<sub>2</sub>, todos os substratos apresentaram basicamente as mesmas características elétricas e ópticas mostrando que nenhum dos processos de limpeza estudados afetaram sensivelmente a camada depositada para os eletrodos transparentes, não parecendo ser os causadores da lactescência e das manchas muitas vezes observadas.

Considerando que a qualidade da água (10 MΩ) e dos produtos químicos (PA) empregados e as condições de processamento foram equivalentes, a análise dos resultados obtidos permite-nos concluir:

1. Os solventes orgânicos e as soluções oxidantes de um modo geral deixam mais resíduo de partículas pequenas (menores do que 10 microns) do que grandes (maiores do que 10 microns).

2. A solução oxidante de sulfonitrica deixa mais resíduo do que a sulfocrômica.

3. A qualidade ambiental (classe maior do que 500.000 partículas/pé cúbico) deve estar comprometendo a eficiência das diversas etapas de processo, pela elevada densidade de partículas residuais obtidas em todos os ensaios.

4. Os diversos solventes e soluções ensaiados não deixam resíduos que comprometam a qualidade da camada de SnO2 depositado.

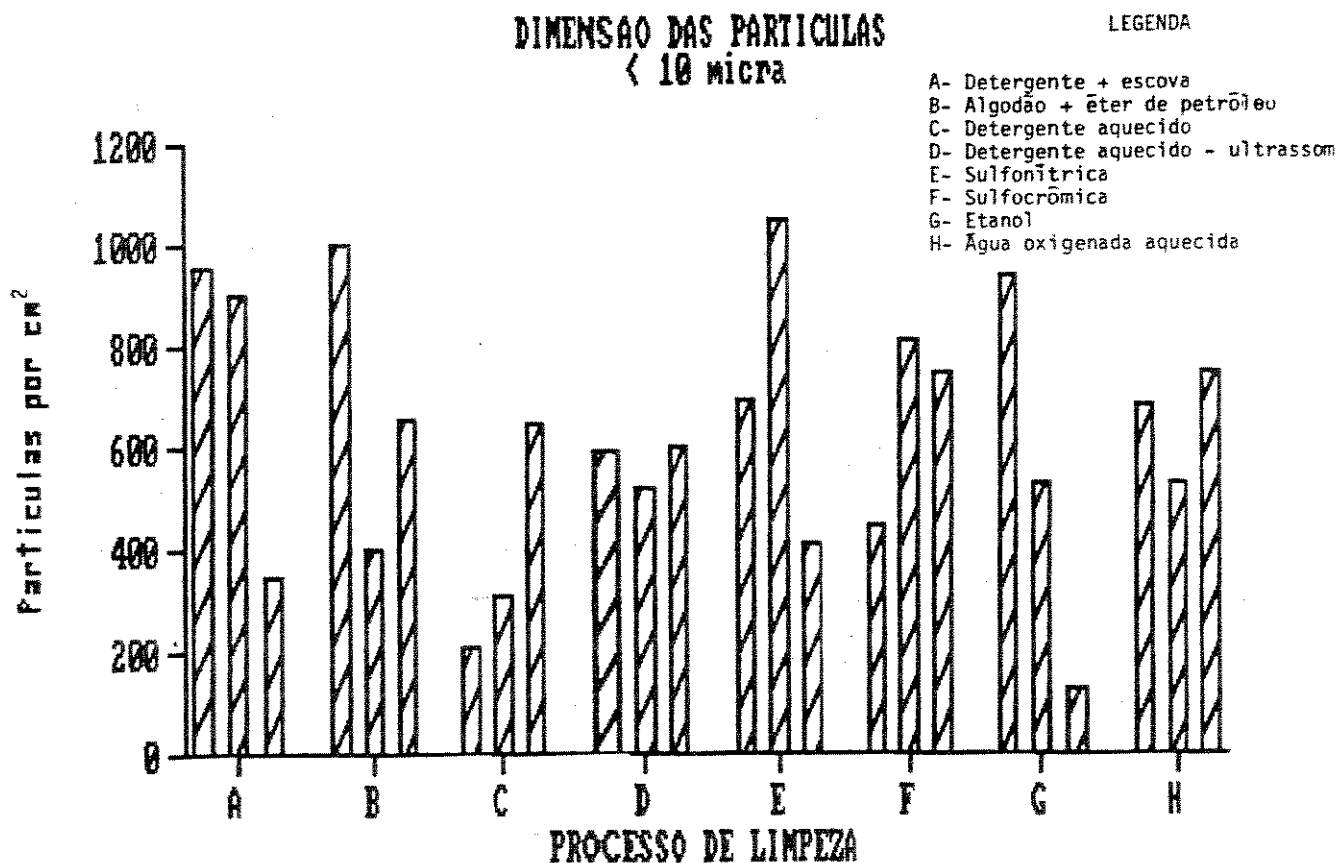


Figura 4.5 - Histograma da densidade média de partículas residuais de diâmetros inferiores a 10 microns para as diversas etapas de limpeza estudadas.

**DIMENSÃO DAS PARTICULAS**  
**> 10 micra**

LEGENDA

- A- Detergente + escova
- B- Algodão + éter de petróleo
- C- Detergente aquecido
- D- Detergente aquecido - ultrassom
- E- Sulfonítrica
- F- Sulfocrômica
- G- Etanol
- H- Água oxigenada aquecida

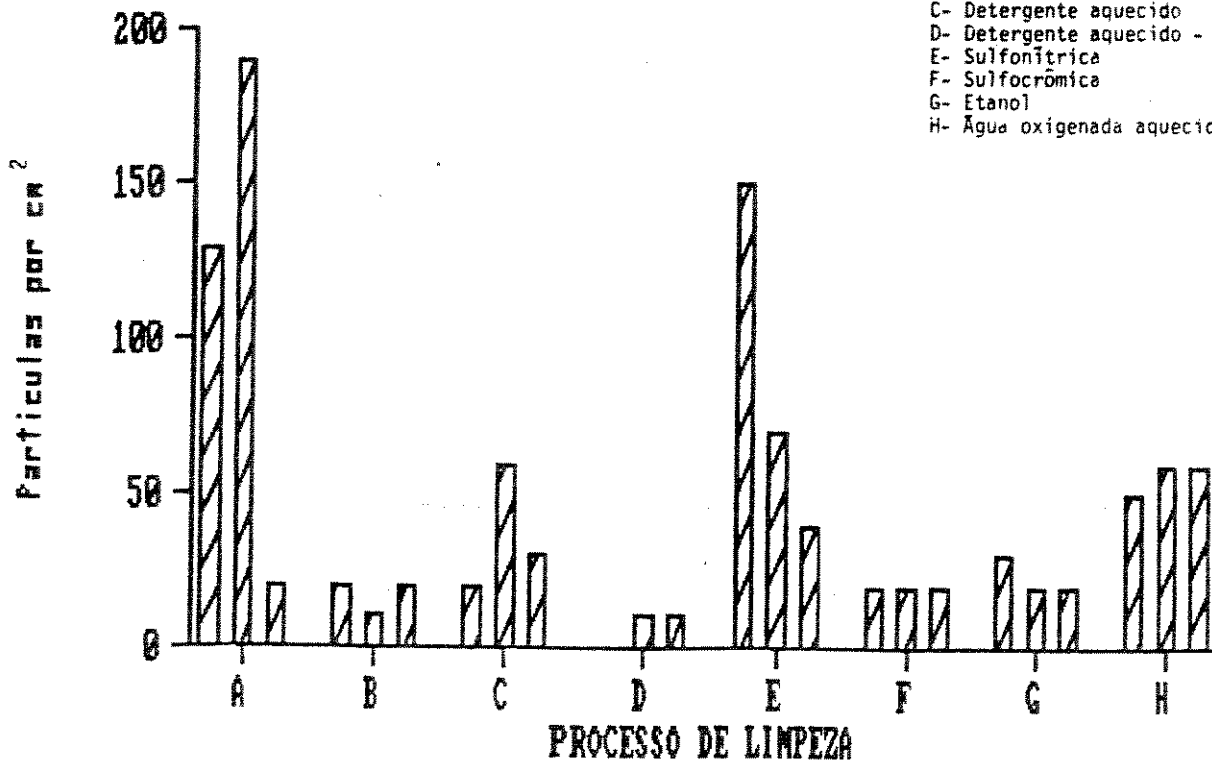


Figura 4.6 - Histograma da densidade média de partículas residuais de diâmetros superiores a 10 microns para as diversas etapas de limpeza estudadas.

Considerando que as condições ambientais precárias do laboratório impõem as mais sérias limitações à qualidade da limpeza, e que qualquer dos procedimentos estudados leva a elevadas densidades de partículas, e que, ainda assim, os processos de confecção de mostradores de cristal líquido hoje realizados no laboratório podem dispensar um maior nível de exigência, optamos por adotar no laboratório, dentre os procedimentos mais simples, aquele que parece levar a um menor número de partículas, qual seja o processo D que emprega detergente aquecido em ultrassom e água DI. Todavia deve-se entender que não consideramos encerrada a investigação sobre a limpeza, especialmente porque estaremos realizando em breve processos bastante mais sofisticados e exigentes, como é o caso das novas tecnologias de mostradores, dos painéis de grande área, e especialmente dos dispositivos de filmes finos a serem construídos diretamente sobre o vidro, em que menores larguras de linha deverão ser processadas. Como isto deverá ocorrer com a implantação do novo laboratório de pesquisa, de classe de ar 1000, e melhor qualidade da água e de limpeza das salas, teremos então condições de efetuar processos mais controlados.



### 4.3 Deposição dos filmes transparentes

Utilizando-se o sistema de deposição química a partir de vapor (CVD) descrito na secção 3.6 do capítulo 3, foi estudado o processo de deposição de filmes finos de  $\text{SnO}_2$  sobre substratos de vidro, buscando-se estabelecer os parâmetros de processo que permitissem obter as melhores características físicas, óticas e elétricas para os filmes, especialmente baixa resistência pelicular, baixa resistividade elétrica, elevada transmitância óptica, grande uniformidade, boa repetibilidade e boa aderência aos substratos.

Descrevemos a seguir os resultados obtidos para os filmes depositados em diferentes condições de processo, sobre substratos de vidro sódio-cálcico comum, de 1 mm de espessura e dimensões de 40 mm x 90 mm, previamente limpos com o processo de limpeza mencionado na secção anterior, ou seja, agitação sulfocrômica com detergente aquecido e com água. Esses ensaios foram efetuados basicamente para seguintes condições: temperatura de deposição,  $T_{dep}$ , na faixa de 350 a 450 graus C; tempo de pré-aquecimento dos substratos antes de serem submetidos ao fluxo,  $T_{pré}$ , na faixa de 2 a 5 min; fluxo de tetracloreto de estanho,  $F(\text{SnCl}_4)$ , na faixa de 100 a 300  $\text{cm}^3/\text{min}$  e de metanol,  $F(\text{CH}_3\text{OH})$ , na faixa de 200 a 500  $\text{cm}^3/\text{min}$ ; velocidade de rotação da placa de aquecimento,  $V_r$ , entre 3 e 12 rpm; e tempo de reposição entre 1 e 6 min.

Os filmes depositados apresentaram boa homogeneidade e uniformidade ao longo dos substratos, conforme observado por inspeção visual, não apresentando manchas ou diferenças de coloração que aparentemente pudessem comprometer seu emprego em contatos transparentes de mostradores de cristal líquido.

A espessura dos filmes de  $\text{SnO}_2$ , medida por perfilometria, situou-se na faixa de 300 a 3000 Angstroms, para as condições de fluxo e tempo de deposição ensaiadas. A resistividade elétrica, determinada por quatro pontas, apresentou valores entre 5 e 15  $10E-3$  ohms x cm, para a faixa de temperaturas estudadas, o menor valor sendo obtido para uma temperatura próxima de 420 graus C e fluxos  $\text{SnCl}_4$  e de metanol, de respectivamente 150  $\text{cm}^3/\text{min}$  e 300  $\text{cm}^3/\text{min}$ . Na figura 4.7 são mostrados resultados típicos do mapeamento da espessura, resistência perpendicular e resistividade em substratos de vidros sódio-cálcico de 40 mm x 90 mm processado na temperatura de 390 graus C, fluxo de  $\text{SnCl}_4$  de 250  $\text{cm}^3/\text{min}$ , fluxo de metanol de 350  $\text{cm}^3/\text{min}$  e tempo de deposição 2 min. Estes resultados mostraram-se repetitivos não apenas ao longo de cada lâmina, com ao longo de mais de 100 lotes de 30 lâminas processadas nas mesmas condições.

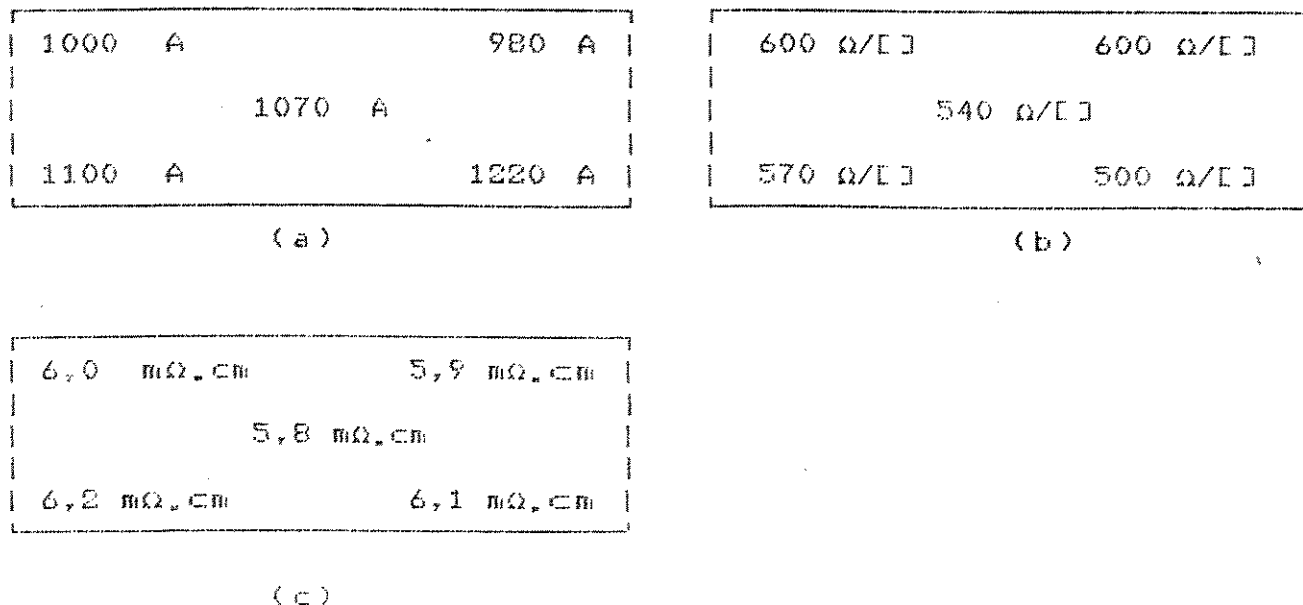


Figura 4.7 - Mapeamento da espessura (a), da resistência pelicular (b), e da resistividade da camada de SnO<sub>2</sub> depositada por CVD (c), depositados nas condições de: Tdep = 390 C, tdep = 2 min, F( SnCl<sub>4</sub> ) = 250 cm<sup>3</sup>/min, F ( CH<sub>3</sub>OH ) = 350 cm<sup>3</sup>/min para a lâmina C63.

No que se refere à resistividade, os valores obtidos parecem concordar com resultados obtidos anteriormente por nós [3][4][5] devendo-se observar, no entanto que a uniformidade dos filmes estudados aqui é sensivelmente melhor ao longo de substratos de maiores dimensões, o que se deve ao novo sistema de deposição especialmente construído para se atingir estes objetivos. Toda via as resistividades obtidas podem ser consideradas como relativamente altas para as aplicações em painéis de grande área, em que valores elevados de resistência das pistas de contato devem comprometer a operação elétrica dos mostradores. No caso dos mostradores pequenos e simples como os nossos, estes resultados são menos cri-

3. S.Kobayashi e A.P.Mammama, Revista Brasileira de Computação, vol. 3, nº 1, 1983/1984, pp. 19 a 27.  
 4. S.Kobayashi, F.Z.Matsui e A.P.Mammama, Anais do X SEMISH, Campinas, SP, julho de 1983, pp.389-401.  
 5. E.S.Braga, A.P.Mammama e C.I.Z.Mammama, Anais do IV Simpósio Brasileiro de Microeletrônica, julho de 1984, pp.135-148.

ticos, principalmente porque podemos escolher com muita flexibilidade a posição dos contatos externos de forma a reduzir o comprimento das pistas. Além disso devemos lembrar que essa resistividade pode ser reduzida com uma melhor otimização da temperatura ou também com a dopagem dos filmes com antimônio [6] ou fluor. Nesse sentido os primeiros ensaios foram efetuados com antimônio, em condições de deposição semelhantes às acima, mas partindo-se de tetracloreto de estanho misturado com tricloreto de antimônio, nas proporções de 0,1 a 5%. Apesar de não serem ainda totalmente conclusivos, os resultados indicam que os filmes são bastante homogêneos e uniformes ao longo dos substratos, apresentando uma cor levemente azulada que se acentua com a concentração de antimônio. Por sua vez a resistividade também cai quando se aumenta a concentração, passando por um mínimo e voltando a crescer, com valores na faixa de 1 a 5 milohms.cm. Ainda não estabelecemos um ótimo para o processo.

A transmitância óptica dos filmes de SnO<sub>2</sub> foi determinada na faixa de 300 a 800 nm, obtendo-se valores acima de 85%, com um patamar de cerca de 90 % na faixa de 450 a 800 nm, conforme ilustra o resultado mostrado na figura 4.8, para um filme de cerca de 1000 Angstroms de espessura. Esses valores são considerados bastante adequados para as aplicações em mostradores, em que a elevada transmitância dos contatos é essencial para não comprometer o brilho dos dispositivos.

Com base nos resultados até aqui obtidos pudemos escolher os parâmetros de processo mais adequados para a deposição de filmes finos de SnO<sub>2</sub> com vistas às aplicações em mostradores de cristal líquido. Ainda que essa escolha não corresponda a uma otimização do processo, tendo em vista que não se esgotou o estudo da interdependência entre os diversos parâmetros envolvidos, os filmes depositados nessas condições apresentam resistividades, espessura, resistência pelicular e transmitância óptica que atendem as aplicações de interesse. Com base nesse critério estabelecemos como parâmetros a serem fixados para o processo de deposição de SnO<sub>2</sub> a ser repetido e na linha piloto em nosso laboratório:

- . temperatura de deposição de 420 graus C
- . fluxo de SnCl<sub>4</sub> de 150 cm<sup>3</sup>/min
- . fluxo de metanol de 300 cm<sup>3</sup>/min
- . tempo de pré-aquecimento dos substratos de 3 min
- . tempo de deposição de 2min

para SnCl<sub>4</sub> líquido de grau industrial, metanol de grau PA e limpen-

za prévia em detergente aquecido em agitação ultrassônica e Água II, descrita no capítulo 3, seção 3.5. Os filmes depositados nessas condições apresentaram:

- . espessuras de (  $1000 \pm 100$  ) Å
- . transmitância superior a 85% na faixa de 400 a 800 nm
- . resistividade entre  $4$  e  $6 \times 10^{-3}$  ohms x cm
- . resistência pelicular entre 400 e 700 ohms/[ ]

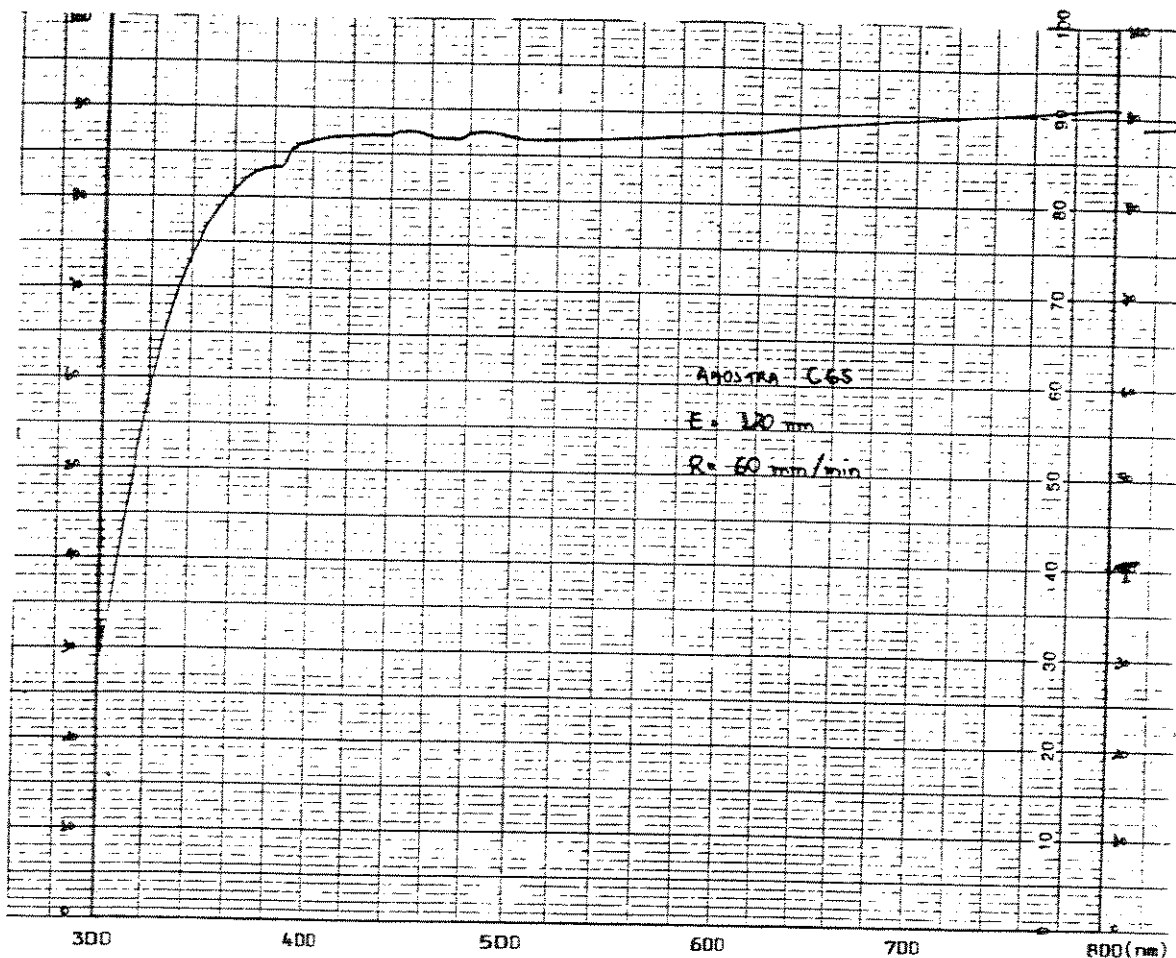


Figura 4.8 - Transmitância dos filmes de SnO<sub>2</sub> depositados sobre vidro ( lâmina C65 ) a 420 graus C, com pré-aquecimento de 3 min, fluxo de SnCl<sub>4</sub> de 150 cm<sup>3</sup>/min, fluxo de metanol de 300 cm<sup>3</sup>/min, velocidade de rotação de 10 rpm e tempo de deposição de 2min.

A uniformidade dos filmes tem sido excelente ao longo de substratos de 40 mm x 90 mm, com grande repetibilidade na espessura, conforme exemplificam os resultados obtidos para 100 lotes de 30 placas processadas. As variações na resistência são atribuídas a variações no fluxo, dada as limitações em controlá-los com os fluxímetros atualmente empregados.

No que se refere à aderência, apesar de não termos medidas específicas que nos permitissem qualificá-la, pudemos observar de modo geral que os filmes aderem fortemente ao vidro, conforme indica sua elevada resistência mecânica, demonstrada durante as diversas etapas de processamento efetuadas. A grande resistência mecânica, visível pelo não aparecimento de riscos, ou ainda pela dificuldade em se remover os filmes por via úmida, indicam que eles estão fortemente aderidos aos substratos. As elevadas resistências química e mecânica dos filmes de SnO<sub>2</sub> são qualidades importantes que nos levaram a escolhê-lo ao invés dos filmes de óxidos mistos de índio e estanho (ITO), bem menos resistentes.

Com base no grande número de placas processadas no laboratório, em condições idênticas, e visando estabelecer um futuro controle de qualidade na linha piloto de fabricação, procuramos identificar quais os defeitos que podem ocorrer nos filmes de SnO<sub>2</sub> durante a sua deposição. Pudemos observar que são basicamente buracos, manchas, lactescência e uma leve coloração. Os buracos parecem se originar quando ocorre alguma condensação dos vapores ou a formação de cristais de SnCl<sub>4</sub> hidratado na tubulação próxima à câmara de deposição. Ao se desprenderem esses cristais, caindo sobre os substratos, eles reduzem localmente a temperatura, provocando uma redução na taxa de deposição e portanto na espessura. A ocorrência deste efeito pode ser reduzida mantendo-se a tubulação sempre limpa durante a deposição. Na figura 4.9 é mostrada uma fotografia de um buraco observado numa amostra.

Inicialmente atribuídas à limpeza, as manchas não parecem ter origem neste processo, como depreendemos da análise efetuada na seção anterior. Deposições efetuadas em vidros de diversas procedências, submetidos a diferentes condições e tempos de armazenamento, levaram-nos por outro lado a suspeitar de que as manchas têm a ver com a história do vidro, sendo oriundos de sua dissolução por água ou vapor d'água quando as condições de umidades não são controladas durante a armazenagem. Este efeito é normalmente chamado de iridescência. Essas manchas podem inclusive ser observadas logo após a etapa de limpeza do vidro, nos piores casos. Sua visualização nesta etapa é no entanto bastante difícil, exigindo um treinamento do observador para sua identificação. Entretanto essas manchas ficam acentuadas e mais facilmente observáveis após a deposição da camada transparente de SnO<sub>2</sub>.

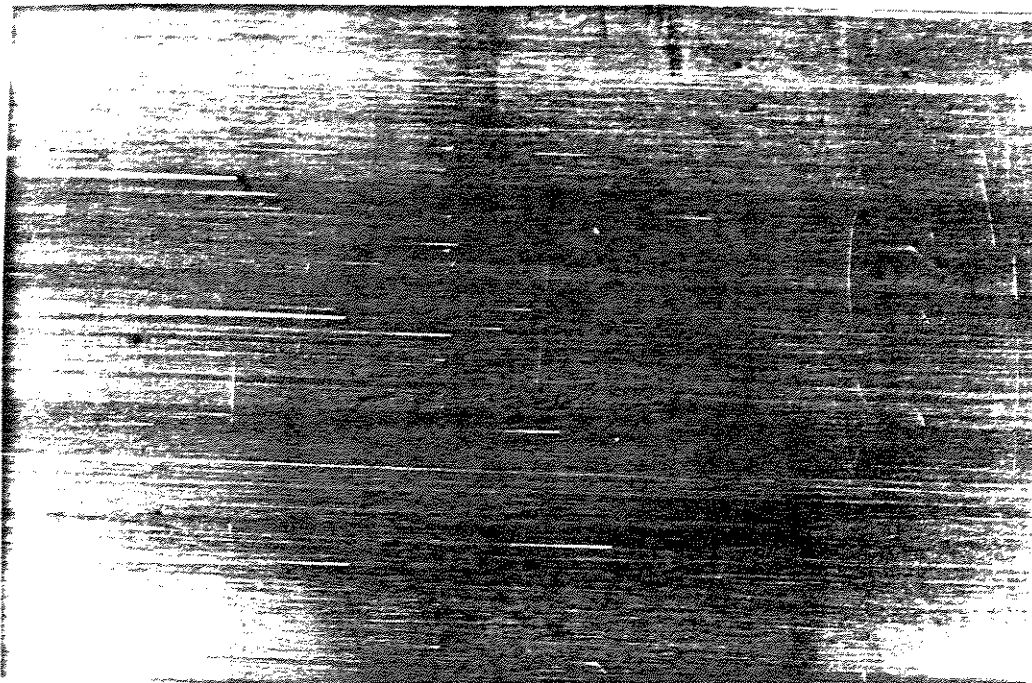


Figura 4.9 - Buraco observado num filme de SnO<sub>2</sub> depositado sobre vidro sódio-cálcico.

Quanto ao leve aspecto lácteo que aparece no filme depositado de SnO<sub>2</sub>, procedemos a diversos ensaios de forma a provocar seu aparecimento e sua intensificação. Atribuída inicialmente aos procedimentos de limpeza que poderiam estar deixando resíduos que prejudicariam posteriormente o filme de SnO<sub>2</sub>, a análise, descrita na secção anterior, não nos permitiu concluir sobre essa relação causal, conforme já discutimos. Suspeitando de que poderia estar ocorrendo migração de ions de sódio do vidro para a interface e que estes ions estariam atacando a camada de SnO<sub>2</sub>, procedemos a diversos ensaios que nos permitissem acentuar esse efeito ou sua supressão. Assim é que submetemos as lâminas a banhos de água com NaCl e a detergentes alcalinos, previamente à deposição, de forma a favorecer o aparecimento da lactescência, bem como depositamos camadas de dióxido de silício sobre o vidro de modo a isolá-lo do filme de SnO<sub>2</sub> durante a deposição. Não obtivemos resultados conclusivos até o momento. Presentemente o que nos conforta é que, para o processo estabelecido no laboratório, o aspecto lácteo tem se mantido em níveis bastante razoáveis que não chegam a comprometer as aplicações nos mostradores .

No que se refere à leve coloração observada nos filmes de SnO<sub>2</sub>, ela parece depender dos parâmetros da deposição, como a temperatura, o tempo e os fluxos dos gases. No caso das condições fixadas para o processo de CVD, os filmes depositados apresentam uma cor amarelada, que não chega a afetar o comportamento da transmitância representado pela curva da figura 4.8.

Como conclusão, podemos dizer que o método de deposição permitiu obter filmes uniformes, de baixa resistividade, elevada transmitância e boa aderência, em substratos de vidro de dimensões até 40 mm x 90 mm. Isto significa que o sistema de deposição projetado e construído em nosso laboratório, apesar de simples, apresenta bom desempenho quanto a uniformidade de temperatura na placa de aquecimento, estimada em melhor do que 6 graus C entre o seu centro e sua borda, para a temperatura de 420 graus C. A simplicidade de operação e a repetibilidade alcançadas em milhares de lâminas processadas nos motivou a rever seu projeto de forma a ampliar a área da placa de aquecimento para podermos operar com placas de vidro de dimensões até 140 mm x 140 mm. Esse sistema já se encontra em avançada fase de testes no laboratório.

#### 4.4 Fotolitografia

Utilizando os processos simples descritos no capítulo 3 procuramos estabelecer os procedimentos a serem adotados na gravação dos contatos transparentes sobre vidro sódio-cálcico de 1 mm de espessura, para as aplicações em mostradores de cristal líquido. Para tanto estudamos cada etapa do processo através da avaliação dos resultados obtidos após cada uma delas.

A camada de fotorresiste AZ1514 H diluído em 1:2 em acetona, depositada por rolo manual em placas de 40 mm x 90 mm, de 1 mm de espessura, pré-cozida a 80 graus C por 20 min, exposta ao ultravioleta (lâmpada HQL 500) através de máscara com as configurações de teste, revelada em solução de NaOH (1:7), teve sua espessura determinada com microscópio interferométrico em pelo menos 10 pontos distribuídos ao longo das placas.

Na figura 4.10 são ilustrados resultados típicos do mapeamento da espessura efetuado numa placa, bem como são mostrados os gráficos de seu comportamento ao longo dos eixos longitudinal e transversal da placa. Como era esperado, a espessura diminui na direção do deslocamento do rolo durante a aplicação, variando de 1250 nm a 450 nm nos resultados mostrados. Isto se deve à redução da quantidade de resina à medida que ela vai se depositando no substrato, uma vez que partimos de uma quantidade inicial fixa, e não proce-

demos à alimentação de mais resina durante o processo. Pode-se observar também que no ponto em que se aplica inicialmente a resina e se apoia o rolo, a espessura da camada é sensivelmente menor, sendo atribuída esta redução à pressão exercida quando se repousa o rolo sobre a placa. Podemos ainda ver que a espessura também varia na direção transversal à placa. Este efeito foi atribuído à dificuldade em se manter o paralelismo entre o rolo e o substrato, durante o deslocamento do rolo. Com o treinamento do operador, consegue-se maior repetibilidade, com espessuras mantidas na faixa de 1000 a 2000 Angstroms, para as placas de 40 mm x 90 mm, conforme pudemos determinar em centenas de placas depositadas. A pouca uniformidade da espessura ao longo de cada placa, é um resultado que não nos surpreende dadas as dificuldades em se repetir manualmente pressões, velocidades de deslocamento, posicionamento e paralelismo.

Não esgotamos aqui o estudo dos diversos parâmetros do processo de aplicação do fotorresiste e sua influência nas características da uniformidade da espessura, como por exemplo, a viscosidade inicial do resiste, sua diluição, pressões e velocidades de aplicação, dada as limitações inerentes ao processo realizado manualmente. Sabemos no entanto que este estudo deverá ser efetuado assim que tivermos disponível o sistema de aplicação automática por rolo, já em desenvolvimento em nosso laboratório.

O controle da espessura da camada de fotorresiste é fundamental para a qualidade do processo fotolitográfico, quando linhas de pequena dimensão ( de largura mínima da ordem de poucos micra ) devem ser gravadas. A espessura do resiste influi na qualidade da imagem transferida, dela dependendo a energia absorvida na formação da imagem latente e a uniformidade da exposição ao longo dos substratos, deverão estar de acordo com a profundidade de foco do sistema de exposição. Efeitos de interferência da luz nas suas interfaces podem também prejudicar a imagem, provocando o aparecimento de halos. Essa uniformidade é importante por garantir a uniformidade da resistência química e mecânica ao longo das placas durante o processo de revelação. A guisa de comparação lembramos que em tecnologia CMOS, com lâminas de silício de 4 polegadas de diâmetro, de linhas de largura mínima de 2 a 4 micra, utilizam-se camadas de fotorresiste de espessura da ordem de 0,5 micron, aplicadas por microcentrifugação (spinner), e com uniformidades não inferiores a 10 %. Nossa experiência anterior na gravação de SnO<sub>2</sub> com fotorresiste aplicado com "spinner", mostraram também resoluções desta ordem [7]. Técnicas mais precisas como a de imersão (dipping) permitem obter camadas com maior controle de espessura e uniformidade que pode atingir 2% ao longo de substratos de 100 mm x 100 mm. No caso do processo por rolo manual objeto deste estudo, a uniformidade da ordem de 60% mostrou-se adequada para a gravação



de pistas de até 50 micra, normalmente utilizadas nos mostradores de cristal líquido, conforme veremos nas discussões que se seguem.

	1001		891
	837	1128	946
		673	546
		473	455
Nº	1237		691

(a)

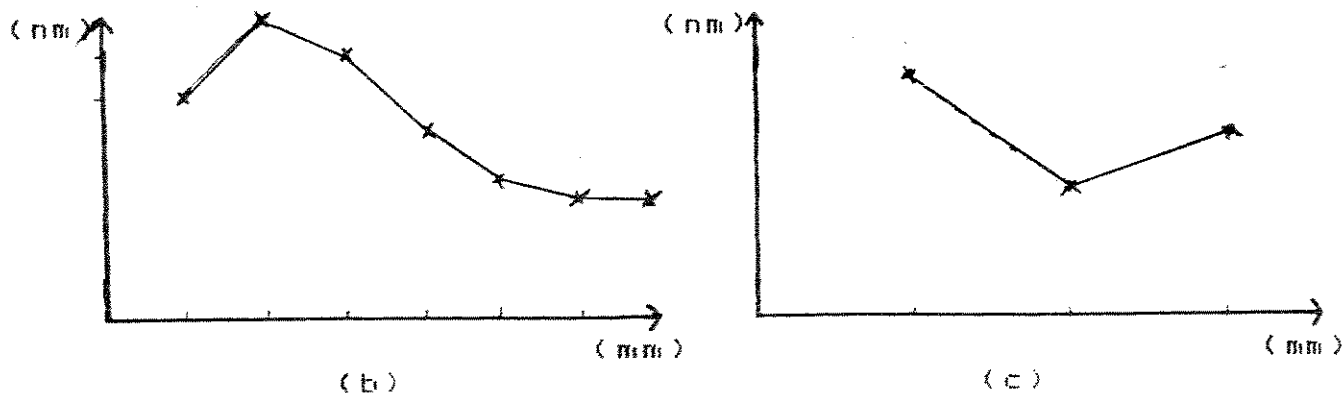


Figura 4.10 - Mapeamento da espessura do fotorresiste AZ 1514 H depositado por rolo manual, com uma diluição de 1:2. (fotorresiste:acetona): (a) ao longo da placa; (b) eixo longitudinal central; e (c) eixo transversal.

Usando-se a máscara de teste de resolução reproduzida na figura 3.8, procuramos determinar a largura mínima de linhas gravadas em fotorresiste AZ1514 H aplicado sobre vidro, nas condições acima. A exposição foi feita por contato, no sistema de lâmpada HQA 500 descrito no capítulo 3, por 3 minutos. A observação ao microscópio com objetiva micrométrica mostrou que linhas de até 3 micra de largura podem ser gravadas, com boa definição de bordas e cantos, conforme ilustrado na figura 4.11. Embora a uniformidade ao longo da placa não seja boa e a repetibilidade não seja a desejá-

7.L.A.C.de Almeida, C.H.E.Primiano, S.Kobayashi e A.P.Mazzana, Anais do Primeiro Congresso Brasileiro de Microeletrônica, SP, julho, 1986.

vel, esses resultados vêm sendo obtidos regularmente para aplicações especiais em que linhas de pequenas dimensões são exigidas em pequenas regiões. A pouca uniformidade da gravação é atribuída principalmente ao fato do fotorresiste possuir espessuras muito diferentes ao longo da placa, conforme já analisamos. Isto implica em que, para longos tempos de revelação (ou altas concentrações do revelador) as camadas mais finas podem ser removidas total ou parcialmente ("overetching"), enquanto para tempos curtos (ou baixas concentrações do revelador), as regiões mais espessas podem não ser completamente reveladas, ficando camadas remanescentes ("underetching"). Pode-se também observar a boa definição que resultou nas bordas das linhas gravadas nas melhores regiões, apesar da simplicidade da técnica. A melhoria do processo de aplicação do resiste, com o emprego de equipamentos que permitam maior controle e uniformidade ao longo das placas, deve melhorar em muito os resultados aqui discutidos.

O processo de gravação dos filmes de  $\text{SnO}_2$  foi estudado quanto a sua uniformidade ao longo das placas, repetibilidade, resolução, qualidade da bordas, "overetching" e "underetching", e defeitos mais frequentes observados nas configurações gravadas. A resolução do processo fotolitográfico nos filmes de  $\text{SnO}_2$  foi investigada utilizando-se as mesmas máscaras de teste e mesmas condições de deposição, exposição e revelação do resiste e submetendo-se os filmes ao ataque por HCl e zinco em pó, conforme descrito no capítulo 3. Os resultados obtidos são ilustrados pela figura 4.12, onde se verifica que foi possível gravar linhas de até 5  $\mu\text{m}$ , nas melhores regiões da placa.

A não uniformidade do ataque ao longo das placas de 40 mm x 90 mm não foi boa, havendo regiões em que o "overetching" foi tão grande a ponto de invadir os espaçamentos de 70 micra entre linhas. A não uniformidade da gravação é também atribuída principalmente à não uniformidade da camada de fotorresiste, conforme já analisamos acima. No entanto é bom lembrar que o processo empregado na remoção do filme de  $\text{SnO}_2$  envolve uma reação química intensa, com gás de hidrogênio. Isto pode causar o levantamento das pistas de fotorresiste, caso estas não tenham espessura adequada, não estejam suficientemente polimerizadas ou suficientemente aderidas aos substratos, por tratamento térmico inadequado. De qualquer modo, nas regiões em que a gravação foi bem sucedida, com linhas de até 5 micra, pode-se observar uma boa definição de bordas e cantos, apesar da simplicidade do processo.

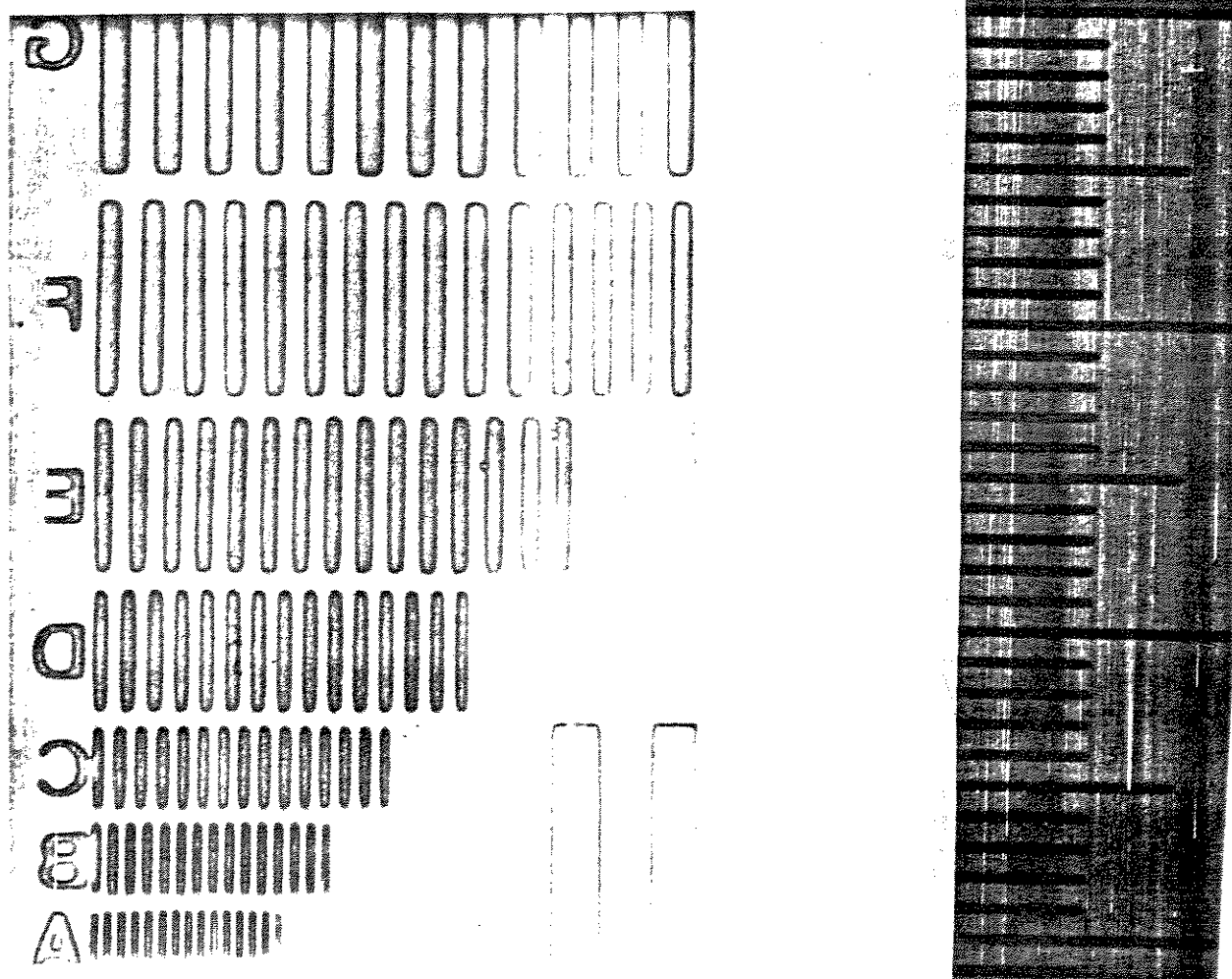


Figura 4.11 - Resolução do processo de gravação do fotorresiste aplicado por rolo manual sobre SnO2 depositado sobre vidro.

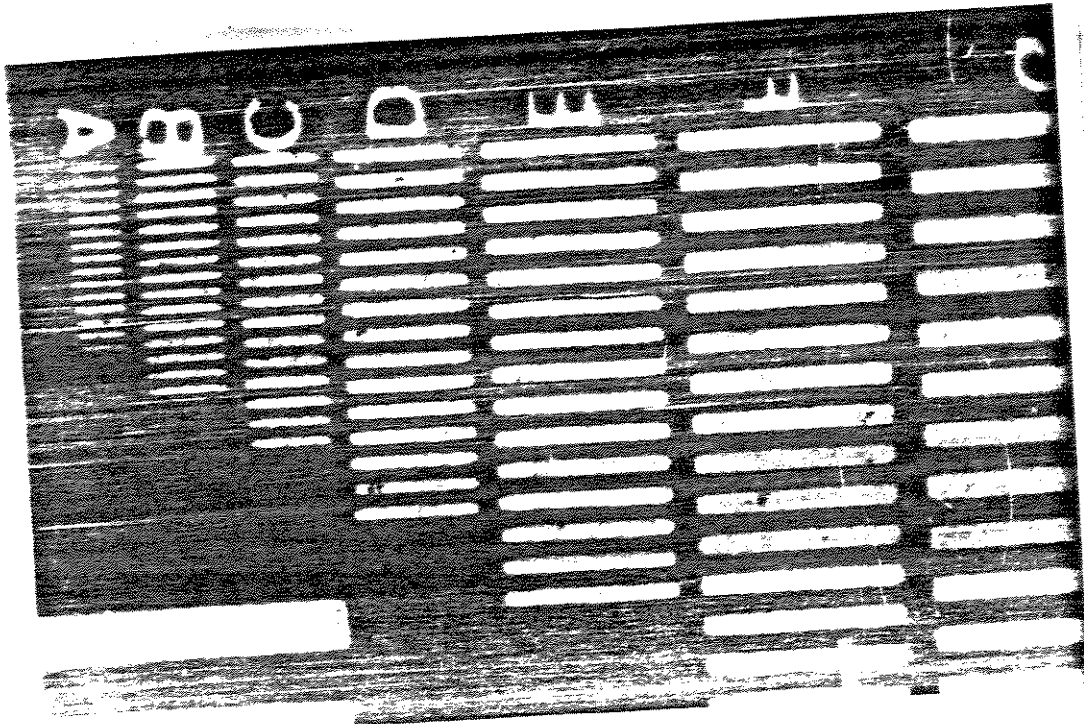


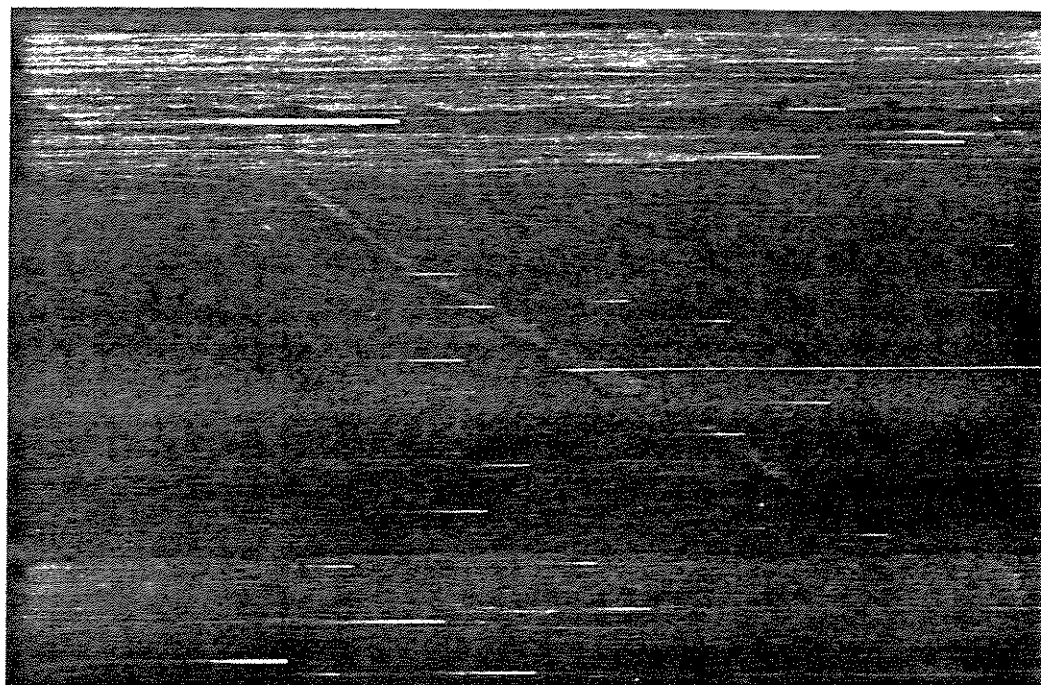
Figura 4.12 - Resolução e definição do processo fotolitográfico de remoção do SnO<sub>2</sub> sobre vidro.

Apesar de sua simplicidade, o processo de gravação do SnO<sub>2</sub> implementado no laboratório atende plenamente às exigências da fotografação de contatos transparentes para mostradores de cristal líquido de dimensões até 40 mm x 90 mm, em que a largura mínima das pistas não é inferior a 50 micra. Porém, nos painéis de grande área, a uniformidade passa a ser um fator limitante para o processo, razão porque já estamos desenvolvendo os sistemas de aplicação e exposição do resiste que possam operar com placas de grandes dimensões. Neste caso deve ser mais exigente o controle do processo no que se refere à ocorrência de "overetching" pois, ao reduzir a largura da pista, ele pode aumentar consideravelmente a resistência série dos segmentos a serem acionados, reduzindo o contraste e a resposta do dispositivo, especialmente nos "displays" de elevadas taxas de multiplexagem. Para as matrizes ativas, em que se utilizam transistores de filmes finos com dimensões de dezenas de micra, o processo atual não garantirá a repetibilidade e a uniformidade necessárias, podendo no entanto ser empregado com sucesso para gravação de dispositivos isolados.

A figura 4.13 mostra alguns defeitos que podem aparecer durante o



( a )



( b )

Figura 4.13 - Defeitos que podem ocorrer durante o processo fotolitográfico de SnO<sub>2</sub>: (a) pistas rompidas; (b) regiões não removidas.

processo fotolitográfico de SnO<sub>2</sub>. As pistas rompidas podem aparecer devido ao manuseio inadequado dos substratos e a partículas que se depositam na superfície do vidro durante a aplicação do fotorresiste, em decorrência das condições ambientais deficientes do laboratório. A implantação de um outro laboratório para ser operado com classe 1000 (1000 partículas / pé cúbico) deve proporcionar condições mais adequadas para o controle deste processo. Por serem inaceitáveis estes defeitos, pois prejudicam o acionamento de determinados segmentos do mostrador, a sua ocorrência provoca uma redução sensível no rendimento do processamento por causa das perdas e dos constantes reprocessamentos fotolitográficos. O reaproveitamento de placas defeituosas é bastante dificultado pela excelente aderência do SnO<sub>2</sub> ao substrato de vidro, de forma que resíduos de fotorresiste sobre ele, dificultam a remoção do dióxido de estanho. Se estas regiões se situarem nas proximidades de algum eletrodo, elas podem aparecer durante o acionamento da célula, em particular ao se aplicarem tensões elevadas. Por outro lado, quando se obtêm camadas muito espessas de fotorresiste nas bordas da placa, por causa da tensão superficial que impede o derramamento do líquido para fora, pode ocorrer a remoção incompleta da resina durante a revelação. Isto provoca curto-circuitos entre os contatos dos eletrodos, já que eles se localizam nas regiões mais externas da célula.

#### 4.5 Tratamento superficial para o alinhamento

Os processos de aplicação por rolo e tratamento com fibras sintéticas das camadas de alinhamento descritos no capítulo anterior permitiram-nos estudar os diversos parâmetros da aplicação (diluição das soluções de polivinil e poli-imida), métodos de aplicação por rolo ou por imersão, temperatura e tempo de secagem), e como eles influem na regularidade e uniformidade das camadas depositadas, sua espessura e relação com os defeitos (partículas e falhas) eventualmente observados. Estudamos a eficiência dessas camadas em promover o alinhamento das moléculas de cristal colocado entre elas, através da observação da regularidade e uniformidade ao longo das células e da ocorrência de defeitos (riscos, "disclinations" no cristal líquido e regiões com baixa eficiência de alinhamento), o que nos permitiu comparar os materiais, métodos de aplicação e tratamento e sua adequação aos cristais líquidos estudados (L7 e K15).

Aplicando-se a camada de alinhamento pelo processo manual com rolo, conforme descrito nas técnicas experimentais, várias diluições em água foram ensaiadas, procedendo-se à secagem em estufa a 60 C por 20 min. Tomou-se o cuidado de proteger os substratos em placas de Petri, entre etapas, especialmente antes da secagem, de forma a se evitar a deposição de partículas em suspensão no laboratório. Buscando-se a uniformidade das camadas, observou-se que, para concentrações em massa abaixo de 3 %, resultavam regiões com espessuras muito finas e, não raras vezes, sem PVA. Por outro lado, soluções muito concentradas de PVA resultavam em regiões muito espessas que, após a montagem das células, reduziam demasiadamente o espaçamento entre os substratos, podendo bloquear a passagem do cristal líquido durante o preenchimento, o que implicava em bolhas de ar na célula. A concentração de 5 % foi a que deu os melhores resultados, no que se refere à uniformidade da espessura e da qualidade do alinhamento final. As medidas de espessura das camadas depositadas, não puderam ser realizadas com perfilômetro, dada a pequena dureza da película, mas de modo geral pode-se observar boa uniformidade das camadas, muito dependente, no entanto, da habilidade do operador. A construção do equipamento automático deve eliminar futuramente este problema, como já foi mencionado quando nos referimos ao processo de aplicação do fotorresista. Outra desvantagem do método, consistia na necessidade de se efetuar várias etapas de limpeza do rolo e da base de apoio dos substratos para se remover as partículas que se lhes agregassem.

A técnica de imersão proporcionou camadas de PVA com maior uniformidade, apresentando a vantagem de ser automatizada e de não de-

pendar, portanto, do operador. Por outro lado é um processo relativamente lento, embora possa se efetuar a deposição de várias placas ao mesmo tempo. Em ambientes de ar não-tratado, como o do laboratório, cuidados devem ser tomados com a cuba de imersão para se evitar o acúmulo de partículas na solução ao longo do tempo. Experimentos continuam sendo realizados no intuito de se otimizar os seus parâmetros de deposição, uma vez que o equipamento utilizado, projetado e construído no laboratório, deve merecer um aperfeiçoamento.

A secagem do PVA foi realizada em várias temperaturas. Para temperaturas acima de 140 C observou-se que a camada sofria alterações visíveis. A temperaturas acima de 80 C, ela ficava insolúvel em água, o que dificultaria sua remoção nas regiões dos contatos, na célula final. A alternativa de se utilizar o ácido sulfúrico nessa dissolução seria impraticável, uma vez que este ácido ataca também os selantes usados na célula. Por isso optamos pela temperatura de secagem de 60 C, com a qual a camada de PVA se torna facilmente removível em banhos com água DI. Não se estudou detalhadamente a influência da temperatura de secagem na eficiência do alinhamento do cristal líquido.

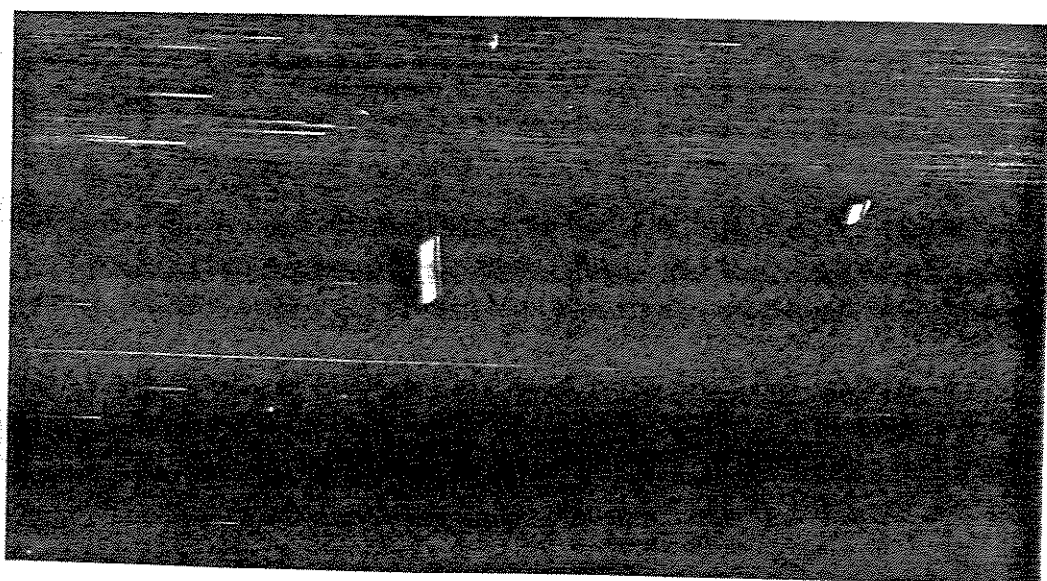
Dentre as várias concentrações de poliimida estudadas, o processo que empregava uma concentração de 100 g/l apresentou aparentemente os mesmos resultados da deposição com PVA. Porém, o processo de aplicação com poliimida utiliza produtos químicos mais caros, com concentrações mais elevadas do polímero e emprega solventes orgânicos mais prejudiciais à saúde como a ciclopentanona.

O tratamento das superfícies de PVA e de poli-imidade, necessário para promover o alinhamento molecular do cristal, foi estudado para algumas fibras, sintéticas e naturais, com passadas sobre a superfície sempre num mesmo sentido. Observou-se que as combinações que deram melhores resultados foram o PVA esfregado com pincel sintético e a poliimida esfregada com veludo também sintético, sendo que no primeiro caso da ordem de 100 eram necessárias. Nas demais combinações não se obteve boa uniformidade, detetando-se regiões escuras quando se observava as células com os polarizadores cruzados. Não esgotamos o estudo para PVAs e PIs de diferentes fornecedores, diferentes diluições e fibras de diversos tipos, sendo que pretendemos estudar também o efeito da pressão da fibra contra o polímero, a importância da velocidade de esfregamento e do número de passadas, de modo a se obter um processo simples, eficiente e que permita uma maior automatização. Entenda-se que estudo fica muito dificultado no momento por efetuarmos o esfregamento manualmente.





(a)



(b)

Figura 4.14 - Fotografias, ao microscópio com aumento de 75 X, de uma célula preenchida com cristal líquido E7, com camada de alinhamento de PVA tratada com pincel de fibras sintéticas, observada com: (a) polarizadores cruzados; e (b) polarizadores paralelos.

A eficiência de alinhamento pode ser analisada através da fotografia mostrada na figura 4.14, obtida em microscópio óptico para uma célula preenchida com cristal líquido E7, com os polarizadores cruzados (a) e paralelos (b) entre si. Pode-se ver que o PVA apresentou uma ótima uniformidade de alinhamento, visto que a absorção da luz, no caso dos polarizadores cruzados, ocorreu em praticamente todo o campo focal ( $3 \text{ mm}^2$ ), se repetindo ao longo das células. A região escura na figura, 4.14.a ou brilhante na figura 4.14.b corresponde à remoção do PVA pelo espaçador devido à pressão excessiva durante o processo de cura do selante. As pequenas partículas também observadas na figura são atribuídas à contaminação do ar da sala, agravada pela alta concentração de pessoas que realizam todos os demais processos no mesmo ambiente. A figura 4.15 mostra uma célula com alinhamento deficiente, na qual aparecem falhas aparentemente alinhadas numa direção, as quais são atribuídas a um mau tratamento sobre uma das paredes. Por outro lado, vê-se também uma alta densidade de "disclinations". A figura 4.16 mostra que as "disclinations" separam regiões de diferentes orientações, pois apresentam uma diferença visível na transmitância com os polarizadores defasados de um ângulo intermediário entre 0 e 90 graus. Isto caracteriza que o tratamento está deficiente, ou pelo número de passadas insuficiente, ou pela pressão inadequada.

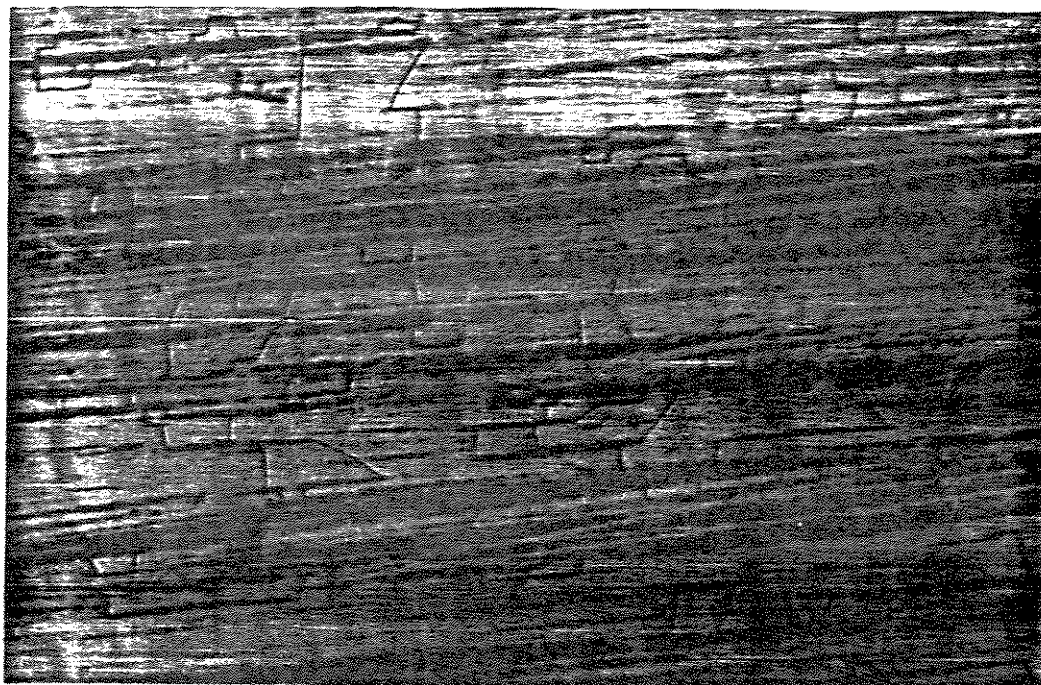


Figura 4.15 - Célula com falhas de alinhamento numa direção preferencial e elevada densidade de "disclinations".

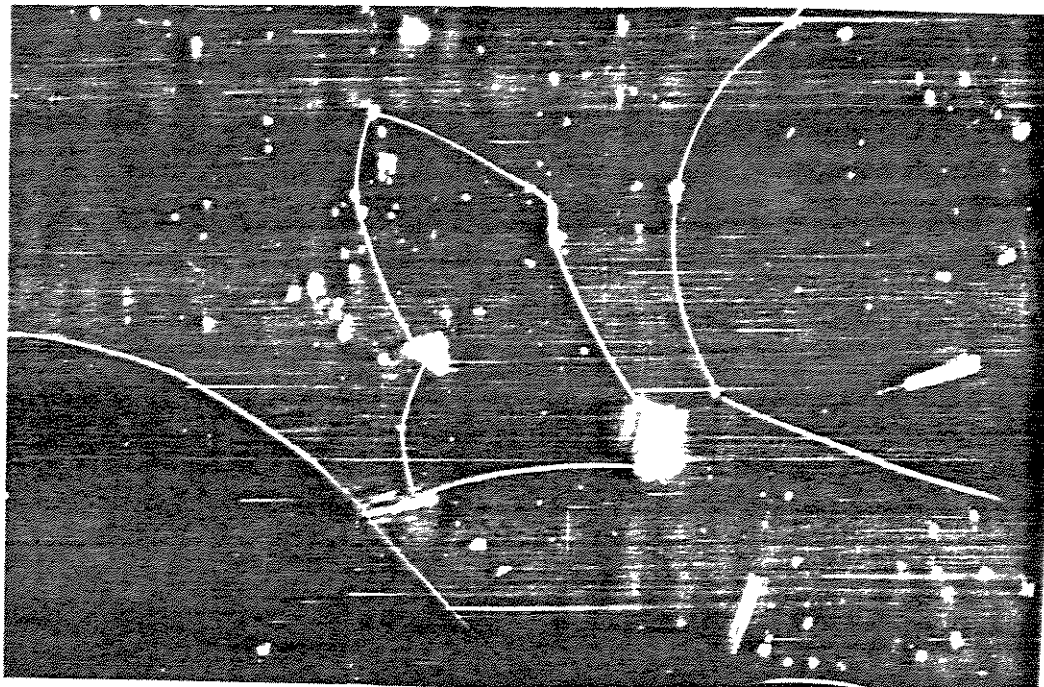


Figura 4.16 - Diferença de transmitância causada por "disclination" separando regiões de diferentes orientações, com (polarizadores defasados de um ângulo menor do que 90 graus.

A uniformidade e a eficiência de alinhamento para cada teste foram analisadas também através de curvas de contraste traçadas ao longo de toda a célula, para diferentes ângulos de visada. A figura 4.17 mostra estes resultados para um dos segmentos centrais de uma célula de 50 x 70 mm, preenchida com o cristal líquido E7. As curvas mostram o contraste relativo para ângulos de visada de 0,  $\pm 20$  e  $\pm 40$  graus, obtido com o laser de He-Ne de 0,25 mW. As curvas foram traçadas à temperatura de 20 C e com uma onda senoidal de 100 Hz. A tensão de limiar dos dispositivos foi de 1,4 Vrms. A razão de contraste máxima obtida foi de 30:1 para uma tensão de operação de 3 Vrms, o que corresponde a um valor muito bom para células construídas com estas técnicas simples de fabricação. Para ângulos su-

periores a 40 graus, a razão de contraste é inferior a 5:1. Isto significa que esta célula apresenta um ângulo de visada consideravelmente elevado, pois o valor de 5:1 ainda proporciona uma visibilidade muito boa dos caracteres acionados.

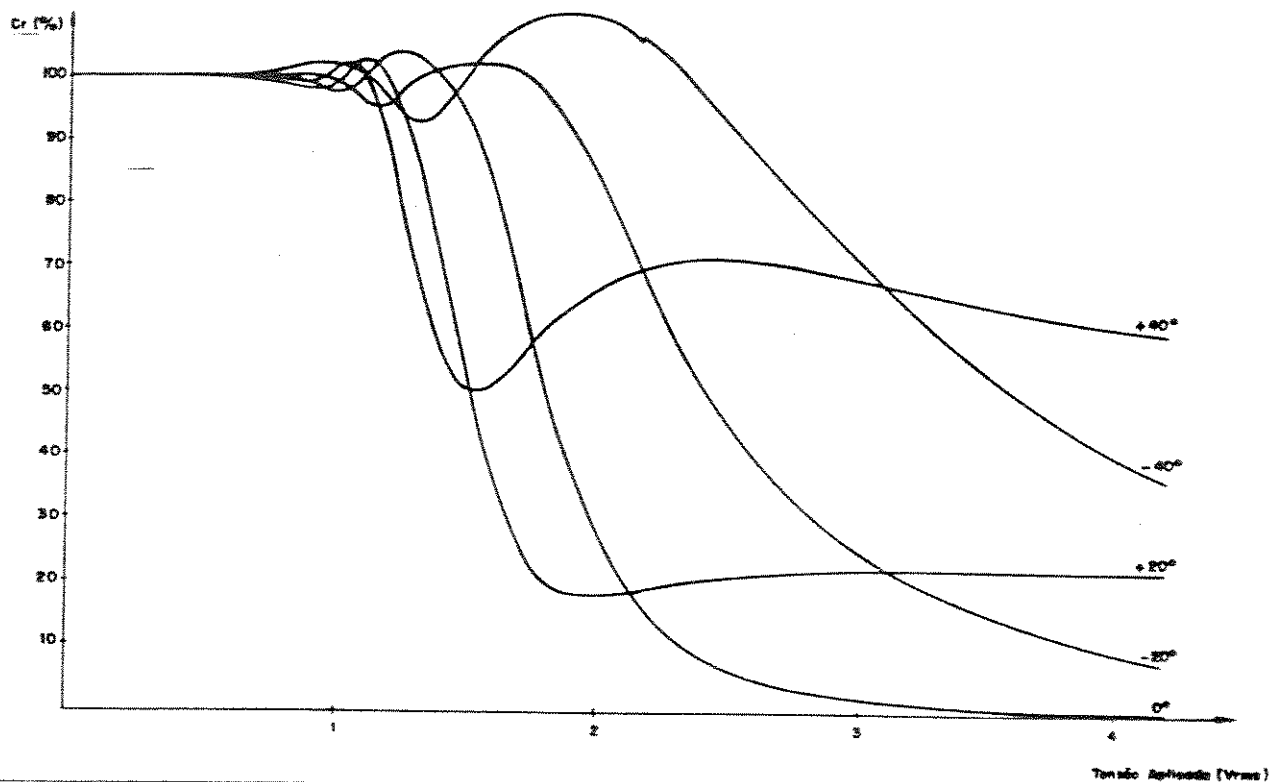


Figura 4.17 - Curvas de contraste para ângulos de visada de 0,  $\pm 20$  e  $\pm 40$  graus para uma célula de 50 x 70 mm determinada sobre o dígito central (CL: E7 da BDH,  $f = 100$  Hz,  $T = 20$  C).

#### 4.6 Selagem

O estudo da selagem se constituiu basicamente em se determinar quais os materiais e procedimentos mais adequados para se obter uma vedação eficiente da célula, com boa aderência, garantindo o espaçamento desejado entre placas, e de modo que o selante não penetrasse na região opticamente ativa da célula e não reagisse com o cristal líquido empregado.

Utilizando o processo serigráfico para a aplicação de cola descrito no Capítulo 3, que determina os orifícios de preenchimento e a largura desejada da linha de cola.

Foram feitos testes com diversas colas epóxis de um e de dois componentes para diversos tratamentos de cura (tempos, temperaturas e seqüências diferentes de pré-cura e de cura) e várias tramas de tela. Os resultados melhores foram obtidos para as colas Royapox 5050, ISO-300 e XB9021. Com a cola Royapox, de dois componentes, foi possível obter uma excelente aderência entre placas e linhas praticamente sem falhas de vedação, porém frequentemente ela penetrava na região opticamente ativa da célula, inclusive fechando os orifícios de preenchimento do cristal líquido. Novos testes deverão ainda ser feitos com esta cola, principalmente aumentando-se a trama da tela. A cola epóxi monocomponente ISO-300, por sua vez, apresentou uma aderência muito boa ao vidro, a melhor definição da linha de cola, com um aumento de no máximo 100 % em relação à largura da linha da tela. No entanto, ela produzia uma vedação defeituosa, com falhas que implicavam no vazamento de cristal líquido durante o preenchimento das células. Estas falhas na cola foram atribuídas à alta viscosidade da cola. Para se obter uma vedação mais eficiente, teve-se que aplicar externamente uma cola epóxi de dois componentes, transparente, em torno de toda a célula já montada, antes do preenchimento com cristal líquido. Os testes realizados com o objetivo de eliminar as falhas na cola, aumentando-se a temperatura da cola durante a aplicação, de modo a se reduzir a sua viscosidade, realmente resultaram em linhas sem falhas. No entanto, em alguns casos, durante a cura da cola, ela penetrou na região opticamente ativa da célula, inviabilizando o processo. Já a cola XB9021 permitiu uma boa aderência, sem falhas de vedação, mas a largura da linha tinha um aumento de cerca de 200 %. Por outro lado, nos primeiros testes com esta cola foram utilizados tempos de cura de 25 min, recomendados pelo fornecedor. Observamos, porém, que estes tempos foram insuficientes para a cura da cola, visto comprometerem a sua aderência ao vidro. Isto nos forçou também a uma aplicação de cola ao longo das bordas externas. Porém, aumentando o tempo de cura para 45 min, este problema foi resolvido.

As medidas de largura da linha de cola, após a montagem da célula, foram realizadas no projetor de perfil. O equipamento mostrou-se bastante adequado a este tipo de análise, sendo fáceis, rápidas e precisas (precisão de 2,5  $\mu$ m) as medidas.

Todas as colas demonstraram sofrer reação com o cristal líquido. Mostradores montados com a ISO-300 mostraram uma faixa com alinhamento ruim de aproximadamente 1 mm de largura, e também a cerca de

1 mm da linha de cola, acompanhando toda a borda da célula. Mesmo após o tratamento térmico, estas linhas continuavam. Já a cola XB-9021 mostrou uma reação muito intensa, apenas quando o processo de cura não era completado, ou seja, para tempos de cura inferiores a 30 min. Esta reação resultou em regiões com alinhamento ruim que, com o tempo, foram penetrando em direção à região central da placa, como pode ser verificado através da figura 4.18. Em algumas amostras, a faixa das regiões não alinhadas aumentou de até 10 mm após 1 ano de sua confecção. Quando se empregou um tempo de cura maior, de 45 min, para a cola XB9021, não apareceram vestígios da sua reação com o cristal líquido, embora estas células sejam muito recentes ainda, devendo-se esperar um pouco mais de tempo para se proceder a uma análise mais conclusiva. Neste sentido, estas amostras serão acompanhadas no sentido de se verificar se nos próximos meses este resultado se alterará ou não, ou então devemos proceder a ensaios acelerados por temperatura.

A medida de espaçamento entre placas por diferença de focalização, embora imprecisa, pôde nos dar uma idéia da ordem de grandeza desse espaçamento. A limitação da medida estava principalmente na dificuldade de se identificar precisamente em que posição cada parede da célula estava focada. Além disso, o deslocamento do foco do microscópio era limitado em 2  $\mu\text{m}$ . Uma focalização razoável só era possível nos cruzamentos de linhas. Para as células montadas com a cola ISO-300, o espaçamento resultou em cerca de 15  $\mu\text{m}$ , o que não correspondeu ao valor do diâmetro dos espaçadores empregados (7,5  $\mu\text{m}$ ). Já a cola XB-9021 proporcionou um espaçamento de aproximadamente 8  $\mu\text{m}$ , equivalente, praticamente, àquele diâmetro, considerando-se os erros de medida. Estes valores foram confirmados pela técnica de interferometria. Esta técnica mostrou-se bem mais eficiente do que a primeira, pois pode ser aplicada para amostras de teste sem a camada de SnO<sub>2</sub>, além de não ser um processo tão subjetivo como o anterior. Para espaçamentos superiores a 20  $\mu\text{m}$  esta técnica apresentou uma precisão melhor do que 0,5  $\mu\text{m}$ . Entretanto, para espaçamentos da ordem de 10  $\mu\text{m}$ , a precisão piora bastante, pois aparecem no anteparo no máximo duas franjas de interferência e mal definidas. Estimamos a precisão desta medida em cerca de 2 microns.

Foram determinados os tempos de desacionamento (toff) das células para ambos os espaçamentos estudados, de 37  $\mu\text{m}$  e de 7,5  $\mu\text{m}$ , conforme mencionado no Capítulo 3, de modo a se verificar a sua influência na resposta do mostrador. Foram determinados os tempos "toff" de 300 ms e de 80 ms, para as células montadas, respectivamente, com os espaçadores de 37 e de 7,5  $\mu\text{m}$ . Pode-se observar que para menores espaçamentos, obtivemos menores tempos de desacionamento, embora não respeitando a relação descrita no Capítulo 2, referente à dependência de toff com o quadrado do espaçamento. Es-

tudos mais aprofundados serão realizados de forma a se compreender melhor este comportamento.

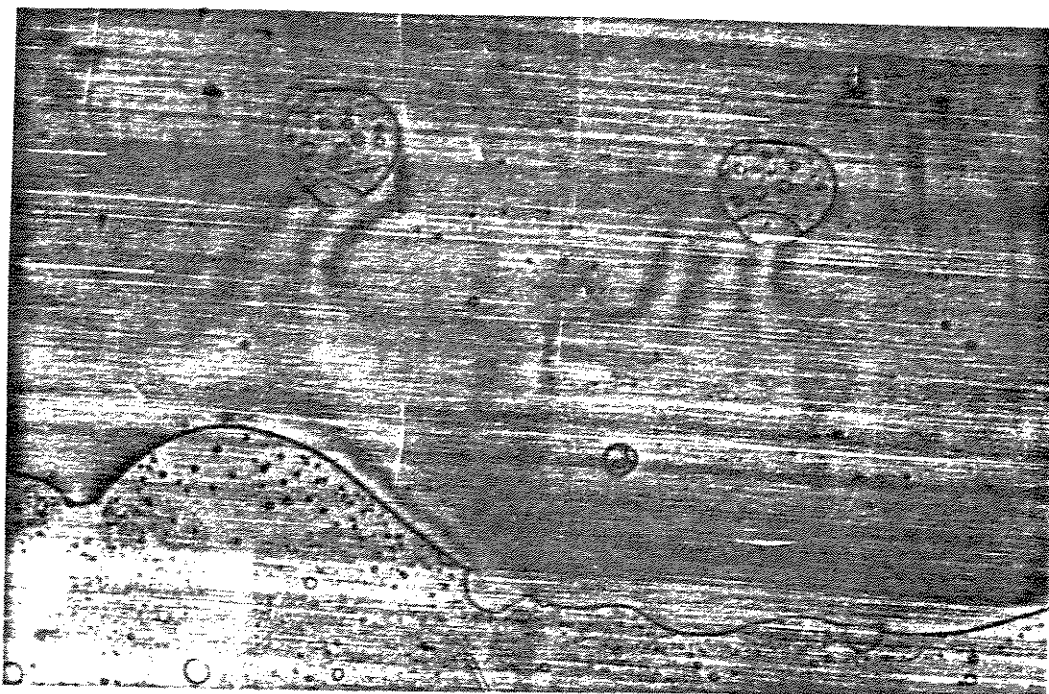


Figura 4.18 - Efeitos da reação ocorrida entre a cola XB9021 e o cristal líquido E7, para tempos de cura da cola inferiores a 30 min.

#### 4.7 Preenchimento e selagem final

As limitações mais importantes impostas pelo processo de preenchimento correspondem basicamente à introdução de bolhas de ar no interior da célula, junto com o cristal líquido; à contaminação do cristal durante o seu manuseio; e às perdas do cristal líquido durante a operação do preenchimento.

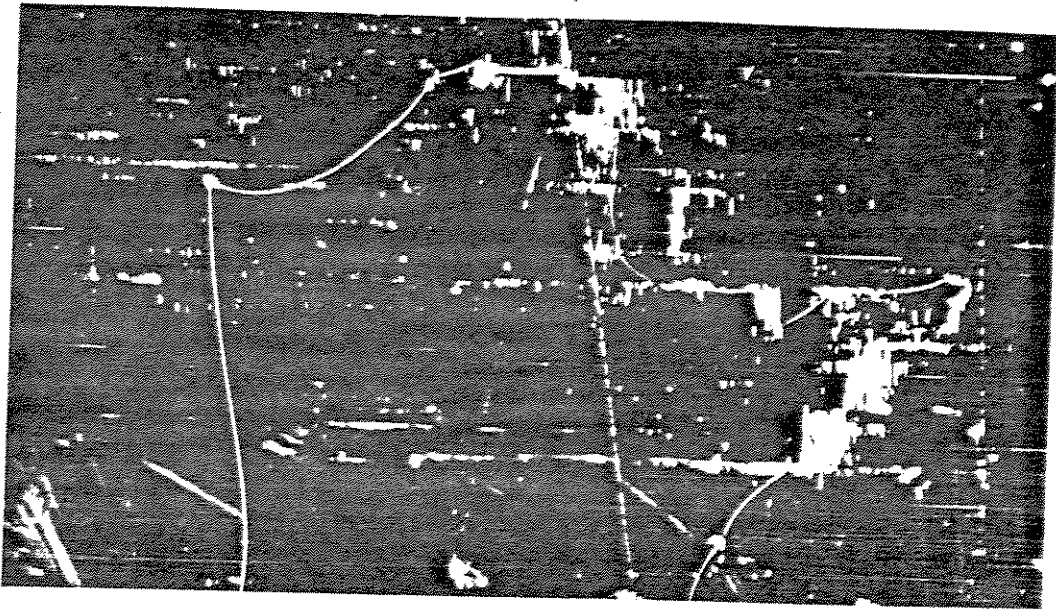
Por muito tempo foi utilizada no laboratório a técnica (A), de preenchimento com a seringa recoberta com silicone, para a vedação. Recentemente, a técnica (B), de vedação por pressão contra o batente revestido de silicone, vem sendo mais utilizada.

Tanto a técnica (A) como a técnica (B) apresentaram resultados satisfatórios, pois permitiram o preenchimento das células sem deixar bolhas de ar no seu interior. A técnica de recobrimento A apresentou as seguintes desvantagens: consumo muito grande de borracha de silicone; exigência de manuseio muito cuidadoso por parte do operador durante o recobrimento da seringa; exige uma etapa de secagem do silicone; provoca perda excessiva de cristal líquido devido a seu acúmulo entre a camada de silicone e o vidro; apresenta a dificuldade de se remover o silicone da superfície da célula após o preenchimento; exige tempo de processamento muito grande. Por sua vez, o preenchimento por pressão B não consome silicone senão para a confecção dos batentes; proporciona uma perda menor de cristal líquido; além de ser de mais fácil operação e mais rápida. Porém, com o batente hoje disponível, esta técnica também exige um manuseio cuidadoso do operador, embora menos do que no outro caso. Construindo-se um batente mais adequado espera-se eliminar este problema. As bolhas de ar no interior das células resultaram principalmente da vedação deficiente na região do orifício de introdução do cristal líquido, para ambos os casos, ou eram oriundas do interior da própria seringa de injeção.

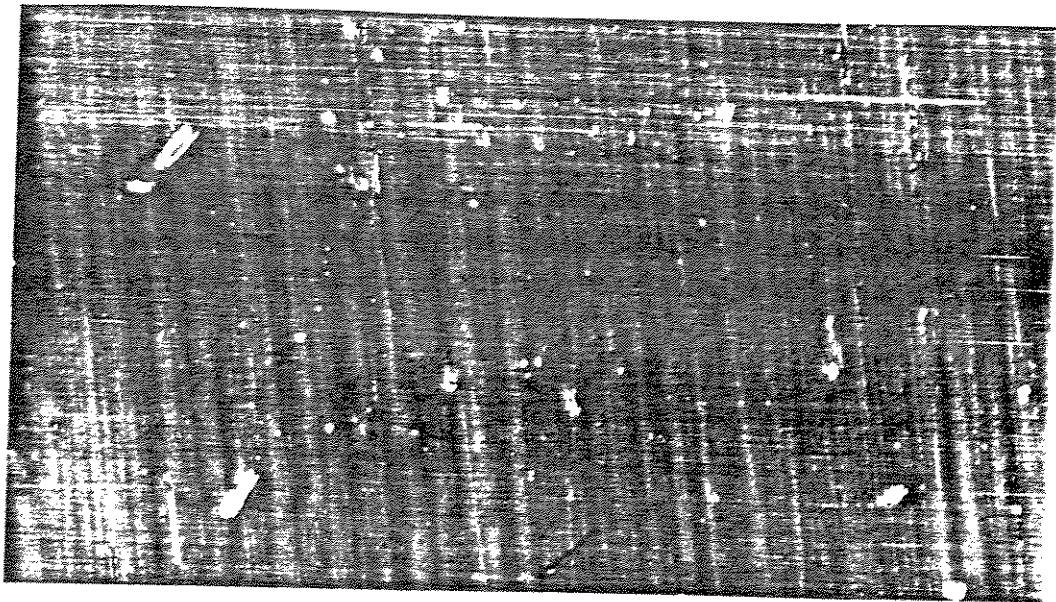
Foi observado que, logo após o preenchimento, muitas células apresentavam regiões em que o alinhamento das moléculas de CL não era satisfatório. Porém, ao se efetuar um tratamento térmico, de modo a causar a mudança de fase do CL para a fase isotrópica e, em seguida, voltar à fase nemática, foi evidente a melhora das condições de alinhamento em toda a célula. A figura 4.19 ilustra este efeito observado em microscópio óptico numa área de 3 mm<sup>2</sup>. Pode-se ver que, antes do tratamento térmico, havia muitas regiões que não haviam sofrido alinhamento (regiões claras), bem como se observavam regiões orientadas segundo ângulos distintos (disclinations), mas depois do tratamento elas praticamente desapareciam. Como o rearranjo das moléculas e seu alinhamento era conseguido apenas com a transição de fase, atribuiu-se aquele alinhamento incompleto inicial ao fluxo direcionado do CL durante o processo de preenchimento, o que proporcionavam regiões com diversas orientações diferentes da imposta pelas paredes da célula pelo esfregamento da superfície com fibras sintéticas.

Foram ensaiadas várias colas para a selagem final, responsáveis pela vedação dos orifícios de preenchimento. Todas eram do tipo epóxi de dois componentes. Algumas invadiram a região opticamente ativa dos mostradores, outras reagiram fortemente com o cristal líquido. Porém, a cola Araldite ultra-rápida transparente praticamente não penetrou na célula, não comprometendo, portanto, a região opticamente ativa do mostrador. Além disso, ela permitiu um processamento muito rápido da selagem final.





( a )



( b )

Figura 4.19 - Eficiência de alinhamento do CL (a) antes e (b) depois do tratamento térmico da célula (microscópio óptico - aumento de 75 X).

linharem por ancoragem nas paredes internas da célula, seguindo a camada de alinhamento. Este valor, entretanto, é suficiente para mostradores por acionamento direto que são os mais comumente utilizados atualmente.

Por fim, podem se ver, na figura 4.21, alguns exemplos de mostradores construídos conforme as técnicas descritas neste trabalho, devendo-se mencionar que dezenas de mostradores foram fabricados visando aplicações especiais como por exemplo, em relógios, cronômetros, crachás, dispositivos de demonstração, além de um "chopper" de luz.

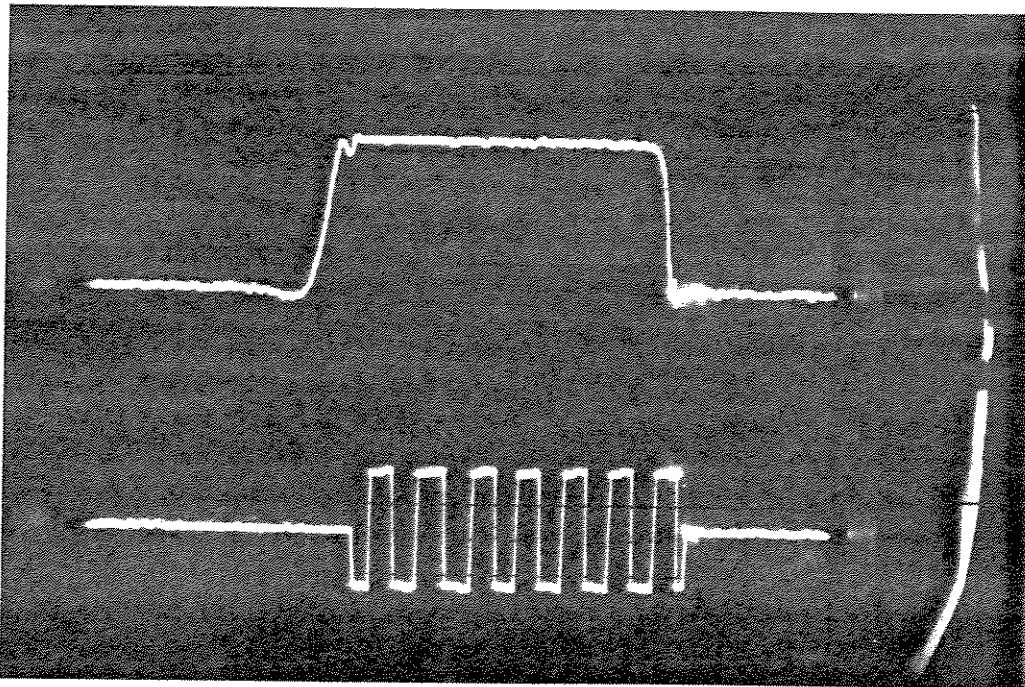
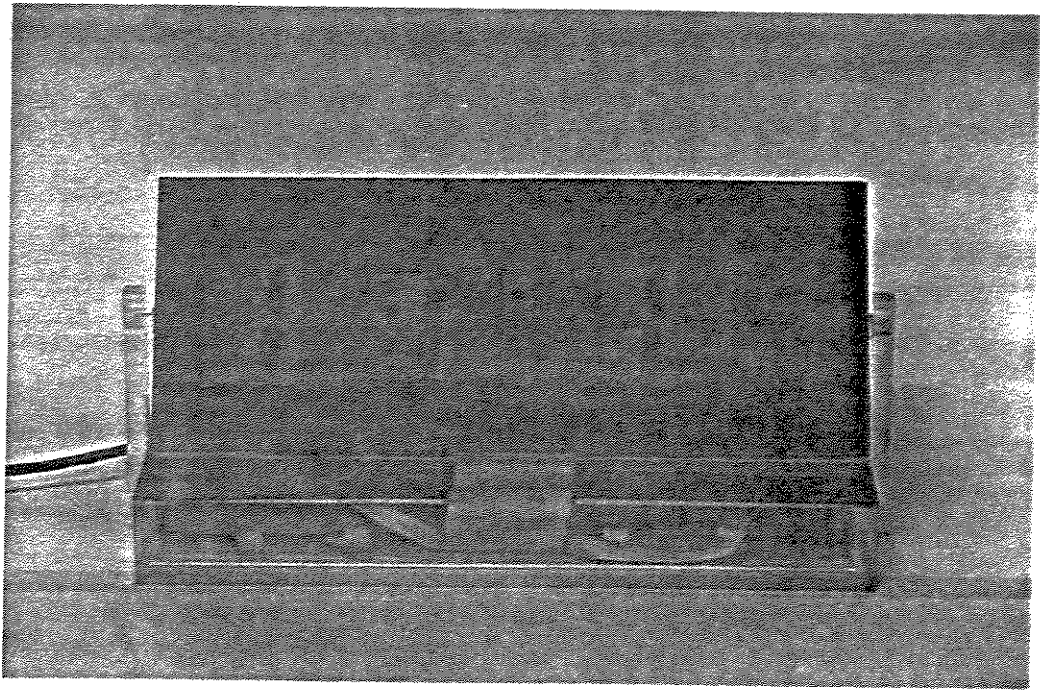
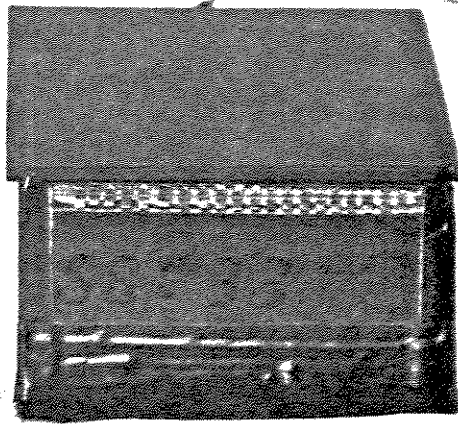


Figura 4.20 - (a) Curva de resposta no tempo de células preenchidas com cristal líquido E7 (X: 5 V/div e Y: 100 mV/div); (b) Onda quadrada aplicada na célula (X: 100 ms/div e Y: 5 V/div).

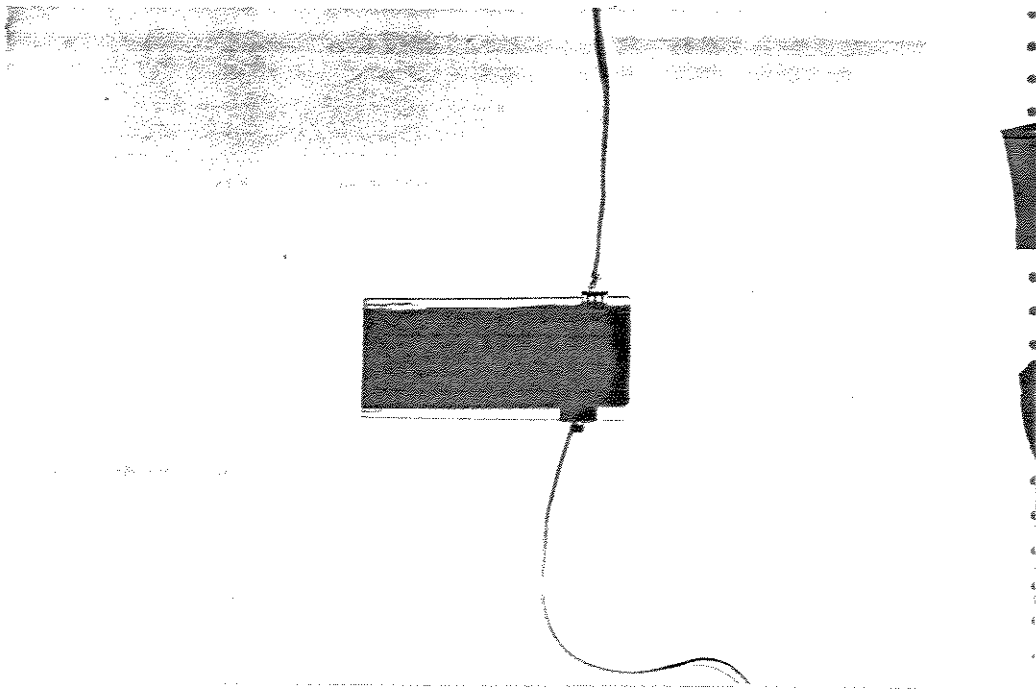


( a )

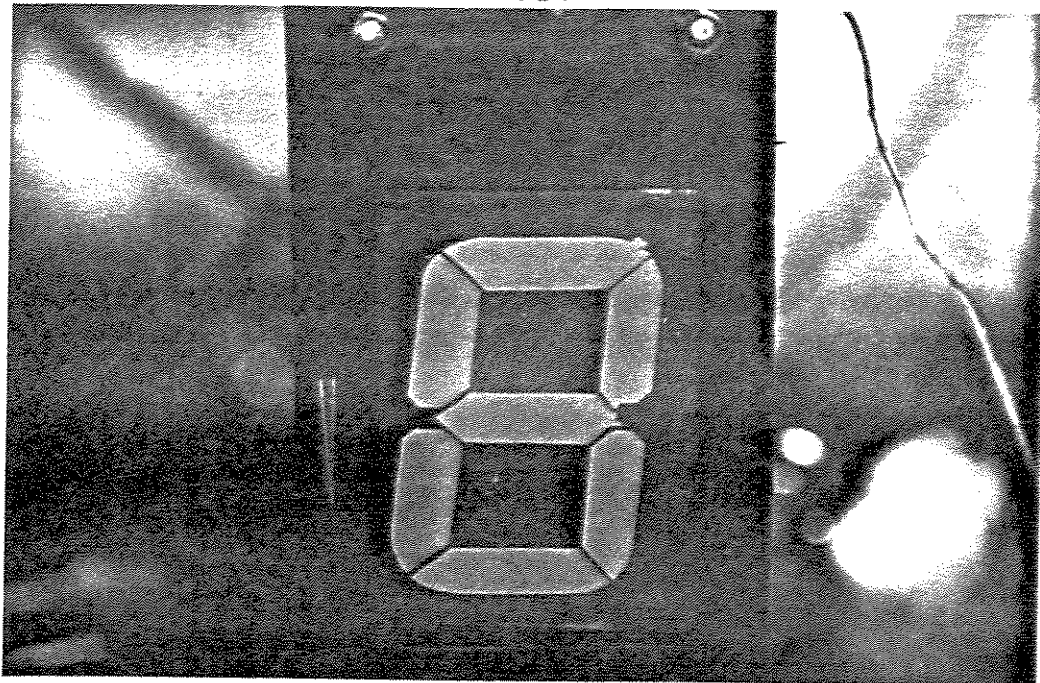


( b )

Figura 4.21 - Alguns exemplos de mostradores construídos usando as técnicas descritas neste trabalho: (a) relógio digital; (b) cronômetro.



( a )



( b )

Figura 4.21 - (cont.) Alguns exemplos de mostradores construídos usando as técnicas descritas neste trabalho: (c) crachá; (d) dígito colorido.

## Capítulo 5. Conclusões

Neste trabalho apresentamos os resultados obtidos no desenvolvimento de processos básicos de confecção de mostradores de cristal líquido, em particular do tipo nemático-torcido estático, visando entender seus problemas de produção, procurando-nos ater a técnicas e equipamentos adequados à realidade industrial brasileira, e utilizando instalações simples e poucos recursos para a aquisição de materiais e equipamentos.

Este estudo abrangeu as etapas físico-químicas básicas de processamento das células, quais sejam: corte e lapidação do vidro sódio-cálcico; diversas etapas de limpeza dos substratos; deposição dos eletrodos transparentes de SnO<sub>2</sub> por CVD; fotografação dos contatos; aplicação da camada de alinhamento de polivinil ou de polimida e seu tratamento para o alinhamento do cristal líquido; aplicação do selante por serigrafia e selagem empregando espaçadores de diâmetro controlado; preenchimento das células; selagem final; aplicação dos polarizadores; montagem final dos painéis; bem como algumas aplicações simples em instrumentos.

Visando a portabilidade e a qualidade óptica dos mostradores, empregamos vidro de 1,0 mm de espessura, nacional, apresentando uma transmitância de 90 % na faixa do visível, com planicidade e rugosidade excelentes, não comprometendo o paralelismo entre as placas das células confeccionadas. O corte manual com ponta de diamante manteve uma precisão de cerca de 0,2 mm para dimensões de 90 mm, o que dificulta um pouco a padronização para afixação das placas em alguns equipamentos e suportes. Testes estão sendo feitos com outros tipos de gabarito e com um sistema semi-automático de corte no sentido de aumentar a precisão.

Apesar das precárias condições ambientais do Laboratório de Processos, os processos de limpeza de vidro estudados não comprometeram em geral as características elétricas e ópticas das camadas de SnO<sub>2</sub>, depositadas em seguida. Mesmo assim optamos, dentre os procedimentos mais simples, pelo que indicou a menor densidade de partículas com dimensões superiores a 10 um, o que corresponde

à limpeza com detergente aquecido em ultra-som (D) após uma limpeza prévia com escova de cerdas finas de nylon com detergente. Espera-se melhorar os processos de limpeza com a implantação do novo laboratório de pesquisa, de classe de ar 1000.

O estudo variando-se os diversos parâmetros da deposição de SnO<sub>2</sub> permitiu se chegar a um processo que atende basicamente às aplicações de interesse, como é descrito a seguir:

- . temperatura de deposição de 420 C
- . fluxo de SnCl<sub>4</sub> de 150 cm<sup>3</sup>/min
- . fluxo de metanol de 300 cm<sup>3</sup>/min
- . tempo de pré-aquecimento dos substratos de 3 min
- . tempo de deposição de 2 min

Este processo permite obter filmes uniformes, com espessuras de (1000 ± 100) Å, de baixa resistividade, entre 4 e 6 miliohms.cm, espectro de transmitância com valores acima de 85 % no visível, resistência pelicular entre 400 a 700 Ω/□ e boa aderência em substratos de 40 x 90 mm. Defeitos como manchas, buracos e lactescência do filme aparecem algumas vezes nas placas depositadas. As manchas foram atribuídas à história das placas, principalmente à iridescência causada por armazenamento em ambiente úmido. Os buracos parecem resultar quando ocorre condensação de metanol ou formação de cristais de SnCl<sub>4</sub> hidratado na tubulação. Ao caírem sobre as placas, reduzem localmente a temperatura, provocando uma redução da taxa de deposição e, portanto, da espessura. Ainda não pudemos determinar a causa da lactescência nos filmes, embora suspeitemos de que ela decorra da migração de sódio para a superfície do vidro. No entanto, este aspecto lácteo têm se mantido em níveis reduzidos, não comprometendo às características dos dispositivos finais. Na busca por processos em placas de grandes dimensões, foi feita uma revisão no equipamento de deposição de SnO<sub>2</sub>. Esse sistema já se encontra em fase de testes, permitindo deposições em placas de até 140 x 140 mm, com excelente uniformidade.

Para estabelecer um processo simples e eficiente de fotografação dos eletrodos, realizamos a aplicação do fotorresiste AZ1514H por rolo manual e a gravação do SnO<sub>2</sub> por via úmida. Após a otimização dos parâmetros, chegamos a uma processo como segue: resiste diluído 1:2 em acetona; pré-cozimento a 80 C/20 min; exposição ao UV por 3 min com lâmpada HQA250; revelação em NaOH diluído 1:7; pós-cozimento a 130 C/1 h; remoção do SnO<sub>2</sub> com HCl 1:7 com pó de Zn; remoção do resiste com acetona e água; e secagem com N<sub>2</sub>.

Os resultados mostraram que tanto o processo de gravação do fotorresiste como o de gravação do SnO<sub>2</sub> podem chegar a resoluções da ordem de alguns microns, empregadas normalmente em dispositivos de

filmes finos. Apesar disso, o processo não foi repetitivo, devendo-se principalmente dadas as limitações inerentes ao processo manual de aplicação com rolo. Para linhas com dimensões superiores a 50  $\mu\text{m}$ , porém, isto não é tão crítico, o que torna este processo aplicável em mostradores de baixa densidade de informação, como é o caso dos dispositivos propostos neste trabalho. Alguns defeitos mais comuns resultantes de falhas no processo fotolitográfico dos eletrodos dos mostradores foram a redução excessiva da largura da linha, podendo inclusive ser rompida; curto-circuitos entre pistas devidos à não revelação do resiste em determinadas regiões; e revidas à sua elevada aderência ao vidro, podendo aparecer no mostrador acionado, junto ao caracter.

O processo de alinhamento foi estudado, variando-se parâmetros como o material que compõe a superfície de alinhamento, diluição das soluções de deposição do polímero, método de aplicação, temperatura e tempo de secagem. As técnicas de alinhamento mais eficientes foram orientar o álcool polivinílico (PVA) com pincel de fibras sintéticas e a poliimida (PI) com veludo. Células com baixa eficiência de alinhamento apresentaram riscos nas paredes tratadas, regiões localizadas sem o alinhamento adequado e "disclinations" que separam regiões com diferentes orientações. Células construídas com os parâmetros bem controlados, como concentração de PVA de 5 %, camada depositada uniformemente, temperatura de secagem de 60°C e 100 passadas com o pincel sobre o PVA, resultaram em altas razões de contraste (30:1).

Observamos basicamente que para o processo de serigrafia estudado neste trabalho, a cola que apresentou melhores resultados foi a cola XR9021, com boa aderência ao vidro, sem falhas de vedação, embora a largura final da cola tenha sido em geral bastante superior à linha que lhe deu origem na tela serigráfica, mas não chegando a afetar a região opticamente ativa do mostrador. Telas serigráficas de maior trama resultaram numa melhor definição das linhas. Algumas vezes foram observadas reações entre a cola e o cristal líquido que causaram aumentos acentuados das regiões sem alinhamento, meses após a sua montagem. Utilizando-se espaçadores de 37  $\mu\text{m}$  os mostradores apresentaram respostas muito lentas, da ordem de 200 ms. Para espaçadores de 7,5  $\mu\text{m}$  e com altas pressões na célula durante a cura da cola, os tempos de resposta se reduziram para até cerca de 80 ms.

A técnica de preenchimento por injeção de cristal líquido com o batente de silicone para a vedação (B), mostrou-se bem mais eficiente e econômica do que a técnica (A), em que cobre a agulha com uma camada de silicone. A cola araldite ultra-rápida, empregada na selagem final, praticamente não afetou a camada de cristal líquido.

do. O tratamento térmico efetuado após o preenchimento melhorou em muito a eficiência de alinhamento da camada de cristal líquido.

Foram desenvolvidas ao longo deste trabalho, técnicas de caracterização dos mostradores, para as medidas de contraste e de resposta no tempo, que nos permitiram estudar o desempenho final de protótipos de laboratório e de sua dependência com os parâmetros dos processos realizados, de forma a se poder diagnosticar problemas de fabricação. Estas medidas permitirão, no futuro, testar o desempenho de mostradores fabricados em linha, bem como verificar o atendimento das especificações dos fabricantes.

Já estão sendo normalmente processados protótipos de displays estáticos de até 40 mm x 90 mm, sendo analisadas cada uma das camadas depositadas no que se refere à resistividade elétrica, transmitância óptica, espessura, uniformidade e repetibilidade, em função dos diversos parâmetros de processo. Os protótipos obtidos vêm apresentando alto brilho e razão de contraste de 30:1, atestando a boa uniformidade e transmitância das camadas depositadas e a qualidade do alinhamento cristalino. A tensão de limiar é da ordem de 1,4 V, usando-se cristal líquido E7 à temperatura de 23 C, e operando em frequências entre 30 Hz e 3 KHz.

Dado que já estamos obtendo células com bom desempenho eletroóptico e tendo em vista a iminente implantação de uma indústria destes dispositivos no País, já estamos nos preocupando com a automação e controle dos processos de fabricação visando a obtenção de um processo flexível que permita a confecção de uma variedade de dispositivos, por meio de um forte suporte computacional de programação e controle. Este programa é especialmente importante para a linha piloto ora em implantação no IM/CTI.

Paralelamente estamos nos preocupando em acompanhar as técnicas modernas de endereçamento de painéis de grande área, para o que precisaremos conhecer os processos de obtenção de capacitores e transistores de filmes finos para a confecção de matrizes diretamente sobre o vidro [1]. Alternativa interessante é a dos transistores construídos com seleneto de cádmio, como o semiconductor, pentóxido de tântalo, como o óxido isolante de porta, e tântalo, no eletrodo de porta [2]. Os processos de obtenção do tântalo por pulverização catódica e do pentóxido de tântalo por anodização, já vêm sendo estudados por pesquisadores do laboratório, sendo que os primeiros capacitores estão sendo construídos. O processo de metalização de alumínio também já vem sendo estudado, para a aplicação em contatos e em pistas de interconexão. A camada de CdSe tripartida temos nos dedicado a acompanhar os principais desenvolvimentos alcançados no Laboratório do Prof. Ernst Lueder da Univer-



cidade de Stuttgart, dado que esse semicondutor permite alcançar mobilidades elevadas e portanto boas características para a construção inclusive dos circuitos de drive sobre o próprio vidro [3].

Outra alternativa importante para a confecção dos transistores, para as matrizes de endereçamento, o silício amorfo é um material que vem sendo amplamente empregado pela indústria japonesa na fabricação de transistores de filmes finos, tendo viabilizado inclusive a fabricação da televisão portátil de LCD. Nessa linha, será uma continuação natural deste trabalho o estudo de técnicas de obtenção de filmes finos de silício amorfo, tendo se iniciado no laboratório o estudo dos filmes obtidos por "sputtering". O silício amorfo pode também ser obtido por plasma CVD e por foto-CVD, para o que está sendo projetado uma câmara de deposição em nosso laboratório.

O estudo aqui apresentado é o resultado dos primeiros esforços na capacitação tecnológica em mostradores de cristal líquido, efetuados dentro do programa de pesquisa do Instituto de Microeletrônica do Centro Tecnológico para Informática no sentido de implantar um laboratório que permita o desenvolvimento dos processos básicos de fabricação, dos métodos de caracterização e de avaliação de desempenho dos dispositivos finais. Neste programa tem-se buscado também a capacitação no desenvolvimento de equipamentos e instrumentos para essa confecção, dado o caráter estratégico de se dominar o projeto e a construção de equipamentos que permitam acompanhar a evolução do processo tecnológico.

1. E.Lueder, "Active Matrix Addressing of Flat Panel Displays", Eurodisplay 81
2. E.Lueder, T.Kallfass, W.Frasch, B.Schaible & K.Koger, "TFT-Adressed LC-Displays with Photolithographic Processing", Eurodisplay 82.
3. W.Frasch, T.Kallfass, E.Lueder & B.Schaible, "Thin film transistors, with anodized Ta2O5 gate oxide and their application for LC-displays, Eurodisplay 81.