



XXVIII Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica 09 a 13 de maio de 2022, Santa Maria, Rio Grande do Sul, Brasil

ANÁLISE DA MICROESTRUTURA DO INSB EM TORNEAMENTO DE ULTRAPRECISÃO COM FERRAMENTA DE DIAMANTE

Carolina de Ponte, ponte.carolina@aluno.ifsp.edu.br¹ Marcel Henrique Militão Dib, marceldib@ifsp.edu.br¹ Bruno Escamilha Fernandes, b.escamilha@aluno.ifsp.edu.br¹ Renato Goulart Jasinevicius, renatogj@sc.usp.br²

¹Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo – IFSP - Rua Pedro Vicente, 625 – Canindé – São Paulo-SP, CEP: 01109-010, e-mail: prp@ifsp.edu.br.

²Universidade de São Paulo - USP, Escola de Engenharia de São Carlos, Departamento de Engenharia Mecânica. Av. Trabalhador São Carlense, 400, Vila Pureza, CEP: 13560-970 - São Carlos, SP – Brasil.

Resumo. O Antimoneto de Índio (InSb) é um material semicondutor muito utilizado em sistemas microeletrônicos tais como dispositivos ópticos infravermelhos. Porém, esse material é tipicamente frágil, e para ser aplicado na usinagem é preciso atingir uma pressão crítica entre a aresta da ferramenta de corte e a camada a ser removida da peça capaz de realizar a remoção de material no regime dúctil (livre de trincas superficiais). Essa pressão crítica está relacionada com a transição frágil-dúctil do material, e sua caracterização pode ser realizada por espectroscopia Raman conforme demonstrado neste trabalho.

Palavras chave: InSb, espectroscopia raman, torneamento com diamante.

Abstract. Single-crystal InSb is a semiconductor material widely used in microelectronic systems such as infrared optical devices. However, this material is typically brittle. For InSb to be applied in machining, it is necessary to reach a critical pressure between the tool's cutting edge and the layer to be removed from the workpiece capable of performing material removal in the ductile regime (free of surface cracks).). This critical pressure is related to the brittle-ductile transition of the material, and its characterization can be performed by Raman spectroscopy, according to demonstrated in this work.

Keywords: InSb, raman spectroscopy, diamond turning.

1. INTRODUÇÃO

O desenvolvimento da tecnologia de usinagem de ultra precisão nos anos 70 baseou-se na aplicação do torneamento com ferramenta de diamante para fabricação de espelhos de alto desempenho em termos de refletividade, e com reduzido desvio de forma. Na década de 80 e 90 as principais aplicações desta tecnologia eram direcionadas a componentes como discos rígidos de computador, cilindro de copiadoras, cabeças de leitura de fitas VHS, lentes de contato com perfil anesférico, entre outros. Para poder usinar com ferramentas de diamante é preciso que as máquinas sejam projetadas com elevada rigidez e precisão de posicionamento (para época, em torno de 10 *nm*) para produzir acabamentos em superfícies sob condições ambientais controladas como citado em trabalhos de referências de Jasinevicius (2004).

Nesse mesmo período, o aperfeiçoamento desta tecnologia de manufatura voltou-se para aplicação com materiais considerados como tipicamente frágeis, por exemplo, vidros ópticos Puttick *et al.*, (1989) e monocristais semicondutores (InSb, Si, Ge, ZnS, entre outros). Como o processo se apresentava capaz de produzir superfícies com formas anesféricas, reduzidas tolerâncias de forma e excelente acabamento, então poderia ser considerado um método com fortes vantagens para aplicação com materiais frágeis Nakasuji *et al.*, (1990) e Venkatesh *et al.*, (1995). A usinagem destes materiais tipicamente frágeis, como monocristais, é complicada em decorrência dos danos superficiais e subsuperficiais que podem ocorrer em função de fatores como anisotropia das propriedades que mudam com a mudança na direção do corte O'connor, b. *et al* (2005). Contudo, torna-se possível usinar esses materiais sob regime dúctil (modo plástico) quando parâmetros de corte adequados às dimensões onde estes materiais se comportam plasticamente (Jasinevicius, 2004). tal fenômeno é conhecido como remoção em regime dúctil. no caso de cristais semicondutores, isso ocorre em altas pressões de compressão hidrostática na zona de usinagem (região ao redor do raio

Análise das forças de usinagem do InSb em torneamento de ultra precisão com ferramenta de Diamante.

de aresta da ferramenta). As altas pressões de compressão hidrostática podem suprimir a propagação de trincas e promover deformação plástica (por exemplo, a movimentação de discordâncias). Para se atingir esta resposta plástica durante, as condições de corte são de ordem submicrométrica (Huo *et al.*, 2015).

Um estudo experimental dos danos subsuperficiais decorrentes da usinagem de um monocristal por ferramenta de diamante realizado por Yan *et al.* (2009), onde se verificou esse fenômeno, através de uma estratégica de corte em mergulho variando a direção cristalográfica da sua aplicação (Fig. 1a). De acordo com este estudo existe uma espessura de corte crítica abaixo da qual a energia requerida para causar a fratura do material é maior que a energia requerida para deformação plástica (Fig.1b), e a deformação plástica torna-se o primeiro mecanismo de remoção de material.



Figura 1. Estratégia de usinagem: mergulho rotativa. a) modelo esquemático do micro canal, b) modelo esquemático da variação da espessura de corte (Modificado de Yan *et al.*, 2009.)

1..1 Comportamento do Monocristal de InSb em Usinagem dúctil

A estrutura do Antimoneto de Índio (InSb) pode ser alterada através da usinagem, incialmente cristalina, para uma estrutura amorfa. Este processo acontece por conta das condições de tensões superficiais impostas pela ferramenta de usinagem e o rápido descarregamento da ferramenta da zona de usinagem. Para verificar essa mudança estrutural é imprescindível verificar os aspectos vibracionais do InSb com base nos valores de vibrações longitudinais (LO) e vibrações transversais (TO) do material. Isto é realizado através da espectroscopia micro Raman.

O InSb apresenta o espectro característico da sua fase cristalina com um pico em 190 cm⁻¹ (característica da estrutura cristalina da blenda de zinco). Para bandas de caracterização da fase amorfa após a usinagem, ocorre a redução dos picos LO (centrado em 190 cm⁻¹) e TO (centrado em 180 cm⁻¹), como pode ser visto na Fig. 2. Esse efeito, reduz os picos característicos do material cristalino e os transforma em ondas mais amenas e, consequentemente, aumenta o grau de amortização do material. Os fatores que irão influenciar esse grau de amortização, serão as condições específicas de usinagem, como por exemplo, a angulação da ferramenta de usinagem e a profundidade de corte (Huang e Yan, 2020). Portanto, sob pressão de usinagem, consegue-se mudar a estrutura superficial do InSb de frágil-cristalina para dúctil-amorfa.



Figura 2. Espectros Raman em diferentes condições de usinagem (Joya, 2004)

Neste trabalho, a frequência de incidência de luz mais adequada para análise de espectroscopia Raman foi determinada para análise da superfície usinada do InSb. Além disso, também foram determinados os melhores parâmetros de usinagem para alcançar a máxima amorfização da superfície.

2. METODOLOGIA

O material utilizado aqui é o monocristal InSb com orientação cristalográfica (100). Este material é um monocristal semicondutor, de baixa densidade, e tipicamente frágil. Estas características são resultado de uma interação molecular do índio (In) que está em interação com o antimônio (Sb). O índio é o elemento responsável pela ampla utilização do InSb em infravermelhos e em lentes ópticas (Frost *et al.*, 1999). Isto resulta também na sensibilidade de detecção de ondas deste material. Algumas propriedades desse material são fornecidas pela Tabela 1.

								/		
F - I - I -	1 D.		C/. 1	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	.1 .	A	.1 .	T 1'	/T	2004
Ianaia	I Pro	nriadadac	T101000 0	macanicac	an	Antimonoto	$\alpha \alpha$	India	1 1961110001011116	// # 1/1
rancia	1.110	Diffuances	monute c	mecanicas	uv.	Anumoneto	uu	man	v Jasmie vierus	· 200+
									`	/

Propriedades	InSb
Densidade [kg/m ³]	5,789
Condutividade Térmica em 27° [W/m·K]	1240
Compressibilidade de Volume [10 ⁻¹⁰ m ² /N]	0,442
Ponto de Fusão [°C]	525
Dureza Vickers [GPa]	2,2-2,3
Pressão de Transição [GPa]	2,3

Os experimentos de usinagem foram realizados no laboratório de Engenharia de Precisão do Departamento de Engenharia Mecânica da Escola de Engenharia de São Carlos (EESC), na Universidade de São Paulo (USP), câmpus São Carlos, por meio de um torno CNC de ultra precisão ASG 2500, fabricado pela Rank Taylor Hobson (Rank Pneumo), atual Precitech, capaz de se movimentar com uma resolução de 10 nm.

Essa máquina (Fig. 3) foi projetada para torneamento e retificação de ultra precisão, possui isolamento pneumático contra vibrações externas e os mancais do eixo-árvore são aerostáticos, nos quais ocorre o movimento de avanço do eixo longitudinal (eixo z). O avanço transversal (eixo x) é realizado pela mesa da máquina sustentada por mancais hidrostáticos. O sistema de fixação da placa é realizado a vácuo, e os valores de temperatura para o funcionamento do torno foram mantidos próximos dos 20° Celsius.

O Controle Numérico dessa máquina é o Allen Bradley. Os deslocamentos dos eixos X e Z são monitorados através de transdutores interferométricos a laser, com realimentação do controlador.



Figura 3. Visão geral torno CNC de ultra precisão ASG 2500 (Acervo Próprio)

A Espectroscopia Raman é um método de análise da microestrutura do material. Essa análise é feita através de uma interação com a luz. Esta interação é um fator que resulta em informações sobre as vibrações intramoleculares e intermoleculares. Este processo se ocorre pelo princípio de reflexão difusa (difusão da luz), ou seja, um feixe de luz é incidido sobre o material. Esse feixe de luz é refletido pela estrutura atômica do material, de forma que os feixes vão se propagar em direções diferentes (Long, 2002). Esse espalhamento possibilita entender o padrão de funcionamento do material e a qualidade do acabamento subsuperficial a nível molecular. Portanto, o entendimento da estrutura atômica do material em uma camada subsuperficial pode ser alcançado por esse método de difusão.

Os diferentes espectros vibracionais da estrutura obtidos pela microscopia Raman, são compostos por frequências vibracionais que são dependentes diretamente de fatores intramoleculares, tais como: ligação atômica, geometria molecular e massa atômica (Paredes, 2012). A partir da análise espectral, e a captação das frequências obtidas após a dispersão das ondas, é feita uma análise sobre os comprimentos de ondas obtidos. A partir desses valores encontrados é aplicado um método de análise específico. Aqui o método usado é a curva de ajuste Cauchy.

Os espectros Raman das amostras foram medidos no Laboratório de Espectroscopia Raman, Departamento de Física – UFSCar. O microscópio utilizado é LabRam HR Evolution da marca Horiba (Fig. 4)



Figura 4. Microscópio Raman LabRam HR Evolution (HORIBA Scientific, 2022)

Uma amostra de referência do InSb sem usinagem foi utilizada para verificar os resultados dos valores vibracionais das amostras pós usinagem. A amostra de referência obteve seus valores de LO ($178 \text{ } cm^{-1}$) e TO ($188 \text{ } cm^{-1}$) através da análise por microscopia Raman (Fig. 5). Esses valores referenciais de LO e TO estão de acordo com Yang *et al.*, (2010) e Vogel *et al.* (2011).



Figura 5. Caracterização da amostra de Referência do InSb obtida por microscopia Raman (Acervo Próprio)

No total foram usinadas 10 amostras de InSb. Os parâmetros de usinagem adotados para cada amostra são os apresentados pela Tabela 2. Para cada amostra foram realizadas duas medições: uma na direção [100] e outra na direção [110] no plano de orientação (100) do InSb.

Amostras	Avanço da ferramenta [µm/voltas]	Ângulo de Saída [graus]	Ferramenta de diamante [mm]
1	5	0°	
2	5	-45°	Raio de ponta de 0,762 mm
3	5	-22,5°	
4	5	-22,5°	
5	0,5	-22,5°	Diamante monocristalino
6	9,5	-22,5°	
7	1,8	-37,5°	FT FC
8	8,2	-37,5°	
9	1,8	-7,5°	40
10	8,2	-7,5°	

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para analisar o efeito no pico característico do InSb após usinagem foram utilizadas um total de 10 amostras em diferentes parâmetros de corte. Essas amostras foram verificadas em duas direções cristalográficas: [100] e [110]. Assim, para comparar as mudanças da estrutura, estas amostras numeradas de 1 a 10 foram comparadas com uma amostra referência do InSb (Espectro representado pela curva de linha vermelha nas Figuras 6 e 7).

Os espectros das linhas de tendências de cada amostra foram plotados em uma escala padronizada para o eixo x, estipulada com um número de onda (*wavenumber*) entre 145 e 225 cm⁻¹. Assim, a amostra referência pode ser comparada com as amostras usinadas (numeração de 1 a 10 das Figuras 6 e 7). Pode-se observar que na direção [100] (Figura 6), as amostras 7, 8 e 9 apresentaram apenas a onda LO (centrada em 190 cm⁻¹; e na direção [110] (Figura 7), apenas as amostras 7 e 9 apresentaram esse comportamento. Essa característica pode estar relacionada à amorfização da superfície devido à transição frágil-dúctil que ocorre para altas pressões de corte. Nessa transição, a remoção de material ocorre de forma dúctil (livre de trincas) melhorando o acabamento superficial. Provavelmente, os parâmetros adotados para essas faixas alcançaram essa alta pressão e favoreceram a transformação de fase.



Figura 6. Espectros das amostras de InSb (100) medidas na direção [100] (Acervo Próprio)



Figura 7. Espectros das amostras de InSb (100) mediadas na direção [110] (Acervo Próprio)

Em relação a comparação entre as direções medidas, [100] e [110], foram analisadas apenas as amostras de número 8. Pode-se observar resultados mais promissores na direção cristalográfica [100], onde maior redução do pico LO foi obtida para a direção [100]. Esse comportamento pode caracterizar que a direção [100] alcança uma amorfização da superfície mais facilmente que a direção [110].



Figura 8. Comparação da amostra 8 nas direções [100] e [110] (Acervo Próprio)

4. CONCLUSÃO

Neste trabalho analisou-se o espectro Raman do InSb (100) em usinagem de ultraprecisão com ferramenta de diamante. A principal características encontrada aqui foi a redução de uma das ondas (LO) do espectro do InSb após usinagem. Essa redução caracterizou uma melhora na remoção de material e no acabamento superficial. Além disso, a direção [100] se mostrou mais suscetível para redução da onda LO que a direção [110]. Assim, a direção [100] pode ser considerada a mais dúctil do plano orientado (100) do InSb.

A análise feita aqui pode contribuir para o melhor entendimento do comportamento do InSb sob processos de usinagem, podendo ser aplicada para determinar novos experimentos com o objetivo de otimizar o melhor parâmetro de corte para remoção de material no modo dúctil.

5. AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao IFSP pelo apoio científico através do PIBIFSP; à USP pela realização do experimento no laboratório de Engenharia de Precisão, Departamento de Engenharia Mecânica da Escola de Engenharia de São Carlos, sob coordenação do Prof. Dr. Renato Goulart Jasinevicius; à UFSCar pelas medições dos espectros Raman no laboratório de Espectroscopia Raman, Departamento de Física – UFSCar, sob coordenação do Prof. Dr. Paulo Sérgio Pizani.

6. REFERÊNCIAS

- DIB, M. "Micro e nanousinagem dos materiais frágeis". Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Escola de Engenharia de São Carlos. São Carlos. 2018.
- FROST, F.; LIPPOLD, G.; SCHINDLER, A.; BIGL, F. "Ion beam etching induced structural and electronic modification of InAs and InSb surfaces studied by Raman spectroscopy". In *Journal of Applied Physics*, v. 85, n. 12, p. 8378–8385, 15 jun. 1999.
- HORIBA Scientific. "LabRAM HR Evolution HORIBA". Disponível em: https://www.horiba.com/int/products/detail/action/show/Product/labram-hr-evolution-1083/. Acesso em: 15-Fev-2022.
- HUANG, W.; YAN, J. "Surface formation mechanism in ultraprecision diamond turning of coarse-grained polycrystalline ZnSe". p. 19, 2020.

- HUANG, W.; YAN, J. "Surface formation mechanism in ultraprecision diamond turning of coarse-grained polycrystalline ZnSe". p. 19, 2020.
- HUO, D.; LIN, C.; CHOONG, Z. J.; PANCHOLI, P.; DEGENAAR, P. "Surface and subsurface characterization in micro-milling of monocrystalline silicion". In *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. v. 81, n. 5, p. 1319-1331, 2015.
- JASINEVICIUS, R. G.; DUDUCH, J. G.; MONTANARI, L. "Dependence of brittle-to-ductile transition on crystallographic direction in diamond turning of single-crystal silicon". In *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture*. v. 226, n. 3, p. 445-458, 2012.
- JASINEVICIUS, R. G. "A influência do valor da pressão de transição de fase sobre a transição frágil-dúctil na usinagem de cristais semicondutores". 2004. 149 f. In *Tese (Livre docência em Engenharia Mecânica)* Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2004.
- JOYA, M. R. "Estudo por espalhamento Raman dos efeitos de desordem química e estrutural no espectro de Fônons do InSb indentado". São Carlos: Universidade Federal de São Carlos - UFSCar, jun. 2004.
- LONG, D. A. "The Raman effect: a unified treatment of the theory of Raman scattering by molecules". Chichester; New York: Wiley, 2002.
- NAKASUJI, T.; KODERA, S.; HARA S.; MATSUNAGA H.; IKAWA N.; SHIMADA S. "Diamond Turning of Brittle Materials for Optical Components", *CIRP Annals*, v. 39, Issue 1, 1990, p. 89-92.
- O'CONNOR, B. P; MARSH, E. R.; COUEY, J. A. "On the effect of crystallographic orientation on ductile material removal in silicon". In *Precision Engineering-journal of The International Societies for Precision Engineering and Nanotechnology*. DOI: 10.1016, 2005.
- PAREDES, Y. D. R. A. "Desenvolvimento e caracterização de dispositivos fosforescentes baseados em compostos orgânicos de baixo peso molecular". Rio de Janeiro: Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro PUC, mar. 2012.
- PUTTICK, K. E.; RUDMAN, M. R.; SMITH K. J.; FRANKS A. ; LINDSEY K.. "Single-point Diamond machining of glasses". In Proceedingss of the royal Society a: mathematical, physical and engineerings sciences. V. 426, p. 19-30, 1989.
- VOGEL, A. T.; BOORL, J.; BECKERL, M.; WITTEMANN, J. V.; MENSAHL, S. L.; WERNER, P.; SCHIMIDT, V. "Ag-assisted CBE growth of ordered InSb nanowire arrays". *Nanotechnology*, v. 22, n. 1, p. 015605, 7 jan. 2011.
- VENKATESH, V. C.; INASAKI, I.; TOENSHOF, H. K.; NAKAGAWA, T.; MARINESCU, I. D. "Observations on Polishinh and ultraprecision machining of semiconductor substrate materials". *CIRP Annals*, v. 44, Issue 2,1995, p. 611-618.
- YAN, J.; ASAMI, T; HARADA, H.; KURIYAGAWA, T. "Fundamental investigation of subsurface damage in single crystalline silicon caused by diamond machining". In *Precision Engineering*. v. 33, n. 4, p. 378 386, 2009.
- YANG, X.; WANG, G.; SLATTERY, P.; ZHANG, J.; LI, Y. "Ultrasmall Single-Crystal Indium Antimonide Nanowires". In *Crystal Growth & Design*, v. 10, n. 6, p. 2479–2482, 2 jun. 2010.

5. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.