



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

(21) BR 10 2012 026044-1 A2



* B R 1 0 2 0 1 2 0 2 6 0 4 4 A 2 *

(22) Data de Depósito: 11/10/2012
(43) Data da Publicação: 17/06/2014
(RPI 2267)

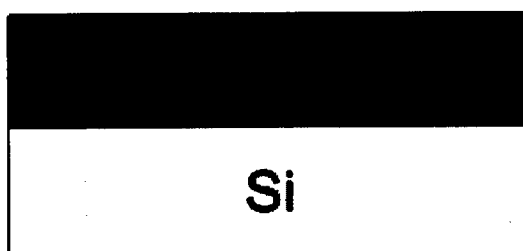
(51) Int.Cl.:
C23C 8/10
H01L 29/02

(54) Título: PROCESSO DE SÍNTESE DE PADRÕES DE OXIGÊNIO-18 COM BARREIRA PASSIVADORA EM UM SUBSTRATO

(73) Titular(es): Universidade Federal do Rio Grande do Sul

(72) Inventor(es): Cláudio Radtke, Eduardo Pitthan Filho, Fernanda Chiarello Stedile, Gabriel Vieira Soares, Silma Alberton Corrêa

(57) Resumo: PROCESSO DE SÍNTESE DE PADRÕES DE OXIGÊNIO-18 COM BARREIRA PASSIVADORA EM UM SUBSTRATO - A presente invenção descreve um processo de síntese de padrões de isótopo de oxigênio- 18 (^{18}O) com barreira passivadora difundido na direção de um substrato, mais especificamente, a síntese de padrões de ^{18}O utilizando silício (Si) como substrato e SiO_2 como barreira passivadora, desta forma, sintetizando padrões mais estáveis e confiáveis ao longo do tempo.



Relatório Descritivo de Patente de Invenção

PROCESSO DE SÍNTESE DE PADRÕES DE OXIGÊNIO-18 COM BARREIRA PASSIVADORA EM UM SUBSTRATO

5 Campo da Invenção

A presente invenção descreve um processo de síntese de padrões de oxigênio-18 (^{18}O) difundidos na direção de um substrato, mais especificamente, a síntese de padrões de ^{18}O utilizando silício (Si) como substrato e SiO_2 como barreira passivadora. A presente invenção se situa no campo da física,
10 química, engenharia de materiais e elétrica.

Antecedentes da Invenção

Padrões contendo oxigênio-18 (^{18}O) são utilizados em análises por feixes de íons para a determinação de quantidades totais e distribuição em profundidade de ^{18}O em sólidos. Para uma medida confiável, é necessário que
15 o padrão utilizado tenha uma quantidade total de ^{18}O conhecida e que não se altere ao longo do tempo.

Em análises de filmes finos contendo ^{18}O , é desejável, por questões de sensibilidade e precisão, ter uma amostra referência contendo o mesmo
20 nuclídeo (^{18}O no caso). O problema envolvendo os padrões normalmente utilizados é que eles podem se degradar por exposição ao ar durante sua armazenagem.

Os processos mais utilizados para a síntese de padrões de ^{18}O são através da formação de filmes de pentóxido de tântalo ($\text{Ta}_2^{18}\text{O}_5$) por meios
25 térmicos ou eletroquímicos (Amsel, G., Nucl. Instrum. and Meth. 149, 713(1978)). Porém, pode ocorrer a perda de ^{18}O pela exposição ao ambiente (Figuras 1 e 2), deixando o padrão menos confiável ao longo do tempo. No nosso processo, essa degradação é minimizada pela cobertura do padrão com um filme de SiO_2 com abundância isotópica natural de oxigênio.

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

O documento US2003128955 descreve um método de difusão de oxigênio-18 (^{18}O) em sílica, o qual será utilizado em fibras ópticas para reduzir a perda do sinal transmitido por esta. A presente invenção difere deste documento por este não apresentar um método de proteção para a camada de Si^{18}O formada, assim como o método de difusão empregado.

O documento US20050082587 apresenta um método de proteção de materiais semicondutores com o uso de uma barreira de óxido obtido por difusão sobre um substrato semiconductor. A presente invenção difere deste documento por este não apresentar o mesmo método para a formação de filmes da presente invenção, mesmo utilizando uma barreira passivadora para a proteção do substrato. O documento também não cita a utilização de oxigênio-18.

O documento US2008277715 apresenta um método de difusão de oxigênio em um substrato a fim de se formar um filme SiO_2 modificado sobre um substrato de Si. Esse documento também cita o uso do método em um dispositivo semiconductor, o qual apresenta melhorias das propriedades elétricas devido ao uso do filme dielétrico formado. A presente invenção difere desse documento por ele não apresentar o mesmo método que a presente invenção, além do fato de não ser utilizado um isótopo de oxigênio, mais especificamente, oxigênio-18.

Do que se depreende da literatura pesquisada, não foram encontrados documentos antecipando ou sugerindo os ensinamentos da presente invenção, de forma que a solução aqui proposta possui novidade e atividade inventiva frente ao estado da técnica.

Sumário da Invenção

Em um aspecto, a presente invenção descreve um novo processo de síntese de padrões de oxigênio-18 (^{18}O) com barreira passivadora sobre um substrato, mais especificamente, a síntese de padrões de ^{18}O utilizando silício

(Si) como substrato e SiO_2 como barreira passivadora. Dessa forma, podem ser sintetizados padrões mais estáveis e confiáveis ao longo do tempo.

É, portanto, um objeto da presente invenção um processo de síntese de padrões de ^{18}O com barreira passivadora em um substrato compreendendo as

5 etapas de:

- a. limpeza do substrato;
- b. oxidação do dito substrato em O_2 natural;
- c. oxidação subsequente em $^{18}\text{O}_2$;
- d. perfilometria do dito substrato oxidado;
- 10 e. ataque químico de parte do filme de óxido crescido; e
- f. quantificação de ^{18}O presente sobre o substrato.

Em uma realização preferencial, o padrão de ^{18}O compreende sua utilização em análises por feixes de íons.

15 Em uma realização preferencial, o substrato compreende o elemento silício (Si).

Em uma realização preferencial, a barreira passivadora compreende uma camada externa de SiO_2 na região superficial da amostra.

Em uma realização preferencial, a limpeza do substrato compreende as etapas de:

- 20 a. remoção de hidrocarbonetos com solução de $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2$ (4:1);
 - b. remoção de contaminantes orgânicos com solução de $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1:1:4);
 - c. remoção de íons alcalinos e hidróxidos com solução de $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1:1:4);
 - 25 d. remoção do SiO_2 nativo com HF diluído por 1 minuto a temperatura ambiente;
- em que enxágües em água deionizada são realizados entre cada uma dessas etapas.

30 Em uma realização preferencial, a oxidação do substrato compreende ocorrer com O_2 com abundância isotópica natural (contendo 99,76% de ^{16}O) em um reator em fluxo ou em um reator do tipo pressão estática.

Em uma realização preferencial, a oxidação compreende ocorrer em um reator de pressão estática em um intervalo de temperatura entre 800-1200 °C, e pressão entre 10-1000 mbar e tempo entre 0,03-10h com O₂.

5 Em uma realização preferencial, a oxidação compreende ocorrer na temperatura de 1100°C por 1h com 100 mbar de O₂.

Em uma realização preferencial, a formação de um filme oxidado contendo ¹⁸O compreende estar entre a camada passivadora existente e o substrato.

10 Em uma realização preferencial, a formação da camada de Si¹⁸O₂ com o substrato compreende ocorrer em um forno de pressão estática por 1 hora a 1000 °C, com uma pressão de 100 mbar de ¹⁸O₂.

Em uma realização preferencial, a perfilometria do substrato oxidado compreende ocorrer através de reação nuclear ¹⁸O(p,α)¹⁵N com energias em torno de 151 keV.

15 Em uma realização preferencial, o ataque químico compreende o uso de HF aquoso 1% a 23 °C.

20 Em uma realização preferencial, a quantificação compreende ocorrer por espectrometria de retroespalhamento Rutherford em geometria de canalização (c-RBS) utilizando um feixe de He⁺ de 2 MeV com detecção a 110° em relação à direção de incidência do feixe.

Em uma realização preferencial, a análise de determinação da homogeneidade dos padrões compreende a análise de reação nuclear (NRA) utilizando a reação ¹⁸O(p,α)¹⁵N na energia de 730 keV em diferentes pontos de cada um dos padrões sintetizados.

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

Breve Descrição das Figuras

A Figura 1 apresenta um esquema do filme de Si^{18}O_2 sobre um substrato de Si de uma amostra sintetizada em 2002, com uma quantidade total de ^{18}O de 106×10^{15} átomos/ cm^2 .

5 A Figura 2 apresenta um esquema desse filme de Si^{18}O_2 sobre um substrato de Si que sofreu degradação durante sua armazenagem, tendo sido reanalisado em 2009, apresentando uma quantidade total de ^{18}O de 83×10^{15} átomos/ cm^2 , 28% a menos do que 2002.

A Figura 3 apresenta uma representação do forno de pressão estática.

10 A Figura 4 apresenta um perfil de concentração de ^{18}O obtido por NRP de um substrato de Si oxidado em O_2 , seguido por oxidação em $^{18}\text{O}_2$, o qual evidencia o encontro entre o excesso de ^{18}O da superfície e o do filme de Si^{18}O_2 enterrado, pois o filme de SiO_2 formado na primeira oxidação é muito fino.

15 A Figura 5 apresenta um perfil de concentração de ^{18}O obtido por NRP de um substrato de Si oxidado por tempo mais longo em O_2 , seguido por oxidação em $^{18}\text{O}_2$, o qual evidencia que não há encontro entre o excesso de ^{18}O presente na superfície e o do filme de Si^{18}O_2 enterrado, dessa forma podendo separá-los.

20 A Figura 6 apresenta um perfil de concentração de ^{18}O obtido por NRP de um substrato de Si oxidado por tempo mais longo em O_2 , seguido por oxidação em $^{18}\text{O}_2$, o qual evidencia que não há encontro entre o excesso de ^{18}O presente na superfície e o do filme de Si^{18}O_2 enterrado, dessa forma podendo separá-los, em que a linha tracejada indica aproximadamente até onde o óxido deve ser removido, na sequência, com HF.

25 A Figura 7 apresenta um perfil de concentração de ^{18}O obtido por NRP de um substrato de Si oxidado por tempo mais longo em O_2 , seguido por oxidação em $^{18}\text{O}_2$, após a remoção parcial do filme de óxido por ataque químico em HF aquoso em condições controladas.

30 A Figura 8 apresenta um espectro do padrão sintetizado obtido por RBS canalizado utilizando feixe de He^+ de 2 MeV com detecção a 110° com relação à direção de incidência do feixe.

A Figura 9 apresenta a curva do perfil de temperatura e a região do platô de temperatura do termopar no forno.

A Figura 10 apresenta a curva de calibração da temperatura do forno de pressão estática.

5 A Figura 11 apresenta as quantidades totais de ^{18}O obtidas por NRA pela reação $^{18}\text{O}(p,\alpha)^{15}\text{N}$ na energia de 730 keV em 5 padrões de ^{18}O passivados com filme de SiO_2 com abundância natural de oxigênio.

Descrição Detalhada da Invenção

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

O processo para a síntese de padrões de ^{18}O que sejam mais estáveis e confiáveis ao longo do tempo é descrito abaixo. O processo consiste em
15 realizar sequências de tratamentos térmicos e de ataque químico sobre um substrato de Si de maneira que o ^{18}O incorporado fique coberto por um filme de SiO_2 de abundância isotópica natural, evitando que ocorra a exposição da camada rica em ^{18}O ao ambiente, o que ocasionaria sua degradação ao longo de tempo.

20 Antes de realizar qualquer tratamento térmico, certifica-se que as lâminas que serão usadas se encontrem livres de contaminantes. Primeiramente, usamos uma solução conhecida como "piranha". Após, usamos uma limpeza padrão na indústria microeletrônica, a limpeza RCA, desenvolvida pela empresa *Radio Corporation of America*. A limpeza consiste em mergulhar
25 as lâminas em diferentes soluções, por 10 minutos, a 85°C , sendo enxaguadas com água destilada entre cada etapa. O procedimento completo com a função de cada etapa é descrito a seguir:

Solução "piranha": $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_2\text{O}_2$ (4:1). Remove principalmente os hidrocarbonetos depositados na superfície das lâminas, em meio ácido.

30

Limpeza RCA

1ª solução: $\text{NH}_4\text{OH}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1:1:4). Remove principalmente contaminantes orgânicos e metais como Cu, Ag, Ni, Co e Cd, em meio alcalino;

2ª solução: $\text{HCl}/\text{H}_2\text{O}_2/\text{H}_2\text{O}$ (1:1:4). Dissolve íons alcalinos e hidróxidos de Fe^{+3} , Al^{+3} e Mg^{+2} das superfícies das lâminas.

5 Após esse procedimento, as amostras são imersas em uma solução diluída de HF por 1 minuto em temperatura ambiente para remover o SiO_2 nativo. Esse ataque químico é conhecido como *etching*. Em seguida, as amostras são secas em fluxo de N_2 gasoso e inseridas no reator em que será realizada a primeira oxidação.

10

Calibração do reator de pressão estática

Antes do reator ser utilizado para tratamentos térmicos, uma calibração faz-se necessária para determinar uma posição do forno em que se tenha um platô de temperatura. Assim, garantimos que toda a amostra se encontra na
15 mesma temperatura durante o tratamento.

Esse procedimento é realizado posicionando um termopar dentro do tubo de quartzo na mesma posição em que as amostras serão posicionadas.

Com o forno ajustado para uma dada temperatura, a temperatura no termopar é registrada posicionando o forno em diferentes posições. A região do
20 platô é determinada onde se teve a menor variação de temperatura no termopar (um exemplo pode ser observado na figura 9).

Com o forno posicionado na região do platô de temperatura, determina-se a relação entre a temperatura real dentro do tubo com a temperatura do mostrador do forno. Variando a temperatura de ajuste do forno e registrando a
25 temperatura obtida via termopar obtém-se uma curva de calibração como a apresentada na Figura 10. Assim, sabemos que temperatura deve-se ajustar no controlador do forno para que as amostras fiquem na temperatura desejada.

Oxidação do Si em $^{16}\text{O}_2$

30 Este primeiro tratamento consiste em uma oxidação padrão de Si utilizando O_2 com abundância isotópica natural. Como neste primeiro

tratamento térmico não se utiliza gás enriquecido isotopicamente, essa oxidação pode ser realizada em um reator aberto em fluxo de O_2 que é o procedimento padrão na indústria microeletrônica. No nosso caso, foi utilizado o reator de pressão estática descrito abaixo por termos um maior controle da
5 pureza do gás.

O sistema em que a oxidação é realizada consiste basicamente em um forno tubular onde é inserido um tubo de quartzo fechado em uma das extremidades e conectado a um sistema de bombeamento na outra (Figura 3). As lâminas previamente limpas são inseridas no tubo de quartzo com o auxílio
10 de uma haste de quartzo. O sistema é fechado e, utilizando uma bomba primária, uma bomba turbomolecular e uma armadilha criogênica com N_2 líquido para condensar moléculas de água, a pressão é reduzida até $\sim 10^{-7}$ mbar. O bombeamento é interrompido e, então, o gás é inserido até alcançar a pressão desejada. O forno tubular, já na temperatura de trabalho é,
15 então, deslocado até envolver o tubo de quartzo.

Depois de atingido o tempo total de oxidação, o gás utilizado é recuperado com o auxílio de um reservatório com zeólita resfriado com N_2 líquido. Assim, o gás poderá ser usado em outras oxidações.

O importante nessa oxidação é que o filme de SiO_2 formado tenha
20 espessura suficiente (no mínimo 20 nm) para que, após a próxima oxidação, em $^{18}O_2$, o excesso de ^{18}O da superfície não se encontre com o filme de $Si^{18}O_2$ enterrado. Se isso acontecer, a futura remoção do excesso de ^{18}O da superfície por ataque químico poderá ser completa, permitindo que apenas o filme de SiO_2 de abundância natural fique na superfície. As condições utilizadas em
25 nossos tratamentos foram de $1100^\circ C$ por 1h, com 100 mbar de O_2 . Essas condições podem ser alteradas para que o filme atinja as espessuras desejadas, como comentado acima.

Oxidação do SiO_2/Si em $^{18}O_2$

30 Nesta etapa ocorrerá a formação do filme de $Si^{18}O_2$ entre o filme de SiO_2 e o substrato de Si. Diferentemente da primeira oxidação, que pode ser

realizada tanto em um reator em fluxo quanto em um de pressão estática, este tratamento térmico deve ser realizado em reator de pressão estática para evitar o desperdício do gás enriquecido isotopicamente em ^{18}O .

Como o oxigênio é a única espécie móvel durante a oxidação do Si, o Si^{18}O_2 formado durante esta segunda oxidação encontrar-se-á entre o SiO_2 formado anteriormente e o substrato de Si. A quantidade de Si^{18}O_2 formado dependerá das condições de oxidação utilizadas. No caso de nossos tratamentos, a oxidação foi realizada durante 1h, a 1000°C com uma pressão de 100 mbar de $^{18}\text{O}_2$. É importante salientar que, para essas espessuras, o oxigênio tem que difundir através do filme de SiO_2 até alcançar o substrato de Si e, então, reagir com ele. Assim, a taxa de formação de Si^{18}O_2 será menor que no caso de filmes muito finos.

Durante essa oxidação, ocorre também a incorporação de ^{18}O na superfície da amostra, devido à interação do oxigênio com os defeitos da rede do SiO_2 . Esse ^{18}O presente na superfície terá aproximadamente a mesma quantidade, independente da condição utilizada durante a oxidação. Como se deseja que todo o filme enriquecido em ^{18}O esteja passivado pelo filme de SiO_2 , é necessário a remoção deste excesso de ^{18}O na superfície como descrito anteriormente.

20

Perfilometria de ^{18}O por análise por reação nuclear

Para certificar-se de que ocorreu a separação entre o ^{18}O da superfície e o ^{18}O enterrado, é necessário realizar perfilometria por reação nuclear (NRP) utilizando a reação nuclear $^{18}\text{O}(p,\alpha)^{15}\text{N}$ com energias próximas a 151 keV. Essa etapa também é necessária para determinar quanto do filme de SiO_2 deverá ser removido pelo ataque químico descrito a seguir (Figuras 4 e 5).

25

Ataque químico em HF

Essa etapa consiste na remoção do ^{18}O da superfície por ataque químico, de maneira que na superfície fique apenas o filme de SiO_2 formado pela primeira oxidação térmica, mantendo protegido o Si^{18}O_2 enterrado.

30

A determinação da quantidade de SiO₂ que deve ser removida baseia-se no perfil de concentração obtido por NRP (exemplo nas Figuras 6 e 7). O ataque químico deve ser realizado com ácido fluorídrico (HF) aquoso em condições em que a taxa de remoção do SiO₂ seja conhecida. Utilizamos
5 solução aquosa de HF 1% a 23°C. Nessas condições sabe-se que a taxa de remoção de SiO₂ é de 0,1 nm por segundo. A remoção de ¹⁸O da superfície é certificada por nova análise por NRP.

O ataque químico deve ser realizado necessariamente com HF. Apenas ele tem a capacidade de remover de maneira controlada o SiO₂ e não dissolver
10 o Si monocristalino do substrato. Diferentes condições de temperatura e concentração podem ser utilizadas, contanto que a taxa de remoção de SiO₂ nessas condições seja previamente determinada. A utilização de HF em uma solução tampão (*buffer*) com NH₄F também pode ser utilizada de maneira a controlar melhor o pH e a taxa de remoção de SiO₂.

15

Quantificação de ¹⁸O por análises por feixes de íons

Após certificar-se que o ¹⁸O da superfície foi removido, a quantidade total de ¹⁸O deve ser quantificada para que essas amostras possam ser utilizadas como padrões. Para isso, analisa-se a amostra por Espectrometria
20 de Retroespalhamento Rutherford em geometria de canalização (c-RBS). O sinal relativo ao ¹⁸O (Figura 8) pode ser quantificado utilizando um padrão de bismuto (Bi) de quantidade conhecida.

A análise pode ser realizada em diferentes energias e/ou ângulos. Por exemplo, alterando a energia do feixe para 1 MeV, teremos um aumento na
25 razão entre o sinal do oxigênio-18 e do substrato, facilitando sua quantificação, porém a resolução em massa fica prejudicada, significando que o sinal entre o oxigênio-16 e o oxigênio-18 irão aparecer mais próximos, podendo prejudicar sua análise. No caso de aumentarmos o ângulo de detecção, teremos uma melhor resolução em massa, ou seja, será mais fácil separar os sinais entre
30 oxigênio-16 e o oxigênio-18, porém, perdemos resolução em profundidade.

Outra maneira de quantificar o ^{18}O seria por espectrometria de íons em médias energias (MEIS). Porém, essa técnica apresenta um menor limite de análise em profundidade (~ 10 nm) e o tempo para obtenção dos dados são muito mais longos. Tendo em vista que o filme contendo ^{18}O está enterrado e é
5 relativamente espesso para a técnica, não é a técnica mais adequada.

Para certificar-se que os padrões sintetizados pelo processo desenvolvido são homogêneos lateralmente, ou seja, tem a mesma quantidade superficial de ^{18}O ao longo de todo o padrão, medidas de análise por reação nuclear (NRA) utilizando a reação $^{18}\text{O}(p,\alpha)^{15}\text{N}$ na energia de 730 keV foram
10 realizadas em diferentes pontos de cada um dos 5 padrões sintetizados. Os resultados são apresentados na figura 11. Observa-se que, para cada padrão sintetizado, a variação da quantidade total foi de aproximadamente 5 %, sendo satisfatória para seu uso.

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

Reivindicações

1. Processo de síntese de padrões de Oxigênio-18 com barreira passivadora em um substrato, **caracterizado** por compreender as etapas de:
- 5
- limpeza do substrato;
 - oxidação do dito substrato em O₂ natural;
 - oxidação subsequente em ¹⁸O₂;
 - perfilometria do dito substrato oxidado;

10

 - ataque químico de parte do filme de óxido crescido; e
 - quantificação de ¹⁸O presente sobre o substrato.
2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo padrão ser utilizado em análises por feixes de íons.
3. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo substrato compreender o elemento silício (Si).
- 15
4. Processo, de acordo com a reivindicação 3, **caracterizado** pela barreira passivadora compreender uma camada externa de SiO₂ na região superficial da amostra.
5. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pela limpeza do substrato compreender as etapas:
- 20
- remoção de hidrocarbonetos com solução de H₂SO₄/H₂O₂ (4:1);
 - remoção de contaminantes orgânicos com solução de NH₄OH/H₂O₂/H₂O (1:1:4);

25

 - remoção de íons alcalinos e hidróxidos com solução de HCl/H₂O₂/H₂O (1:1:4);
 - remoção do SiO₂ nativo com HF diluído por 1 minuto a temperatura ambiente;
 - em que enxágües em água deionizada são realizados entre cada uma das etapas acima descritas.
- 30
6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pela oxidação do substrato ocorrer com O₂ com abundância isotópica natural

6. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pela oxidação do substrato ocorrer com O₂ com abundância isotópica natural (contendo 99,76% de ¹⁶O) em um reator em fluxo ou em um reator do tipo pressão estática.
- 5 7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado** pela oxidação ocorrer em um reator de pressão estática em um intervalo de temperatura entre 800-1200 °C, pressão entre 10-1000 mbar e tempo entre 0,03-10h com O₂.
8. Processo, de acordo com a reivindicação 7, **caracterizado** pela oxidação
10 ocorrer na temperatura de 1100 °C por 1 h com 100 mbar de O₂.
9. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pela formação de um filme oxidado contendo ¹⁸O ocorrer entre a camada passivadora existente e o substrato puro.
10. Processo, de acordo com a reivindicação 8, **caracterizado** pela
15 formação da camada de Si¹⁸O₂ ser realizada em forno de pressão estática por 1 hora, a 1000 °C, com uma pressão de 100 mbar de ¹⁸O₂.
11. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pela perfilometria do substrato oxidado ser realizada por reação nuclear ¹⁸O(p,α)¹⁵N com energias de torno de 151 keV.
- 20 12. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo ataque químico compreender o uso de HF aquoso 1% a 23 °C.
13. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pela
25 quantificação ocorrer por espectrometria de retroespalhamento Rutherford em geometria de canalização (c-RBS) utilizando feixe de He⁺ de 2 MeV com detecção a 110° em relação à direção de incidência do feixe.
14. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pela análise
30 de determinação da homogeneidade dos padrões ser medida por análise de reação nuclear (NRA) utilizando a reação ¹⁸O(p,α)¹⁵N na energia de 730 keV em diferentes pontos de cada um dos padrões sintetizados.

Figuras

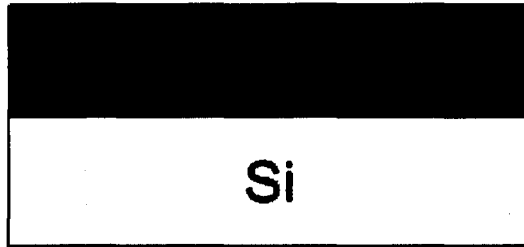


Figura 1

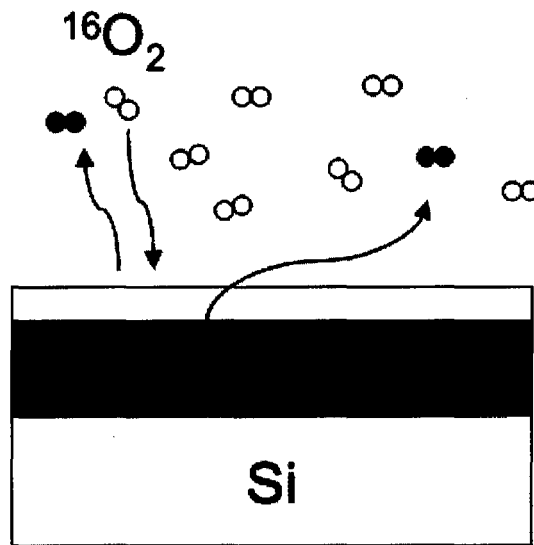


Figura 2

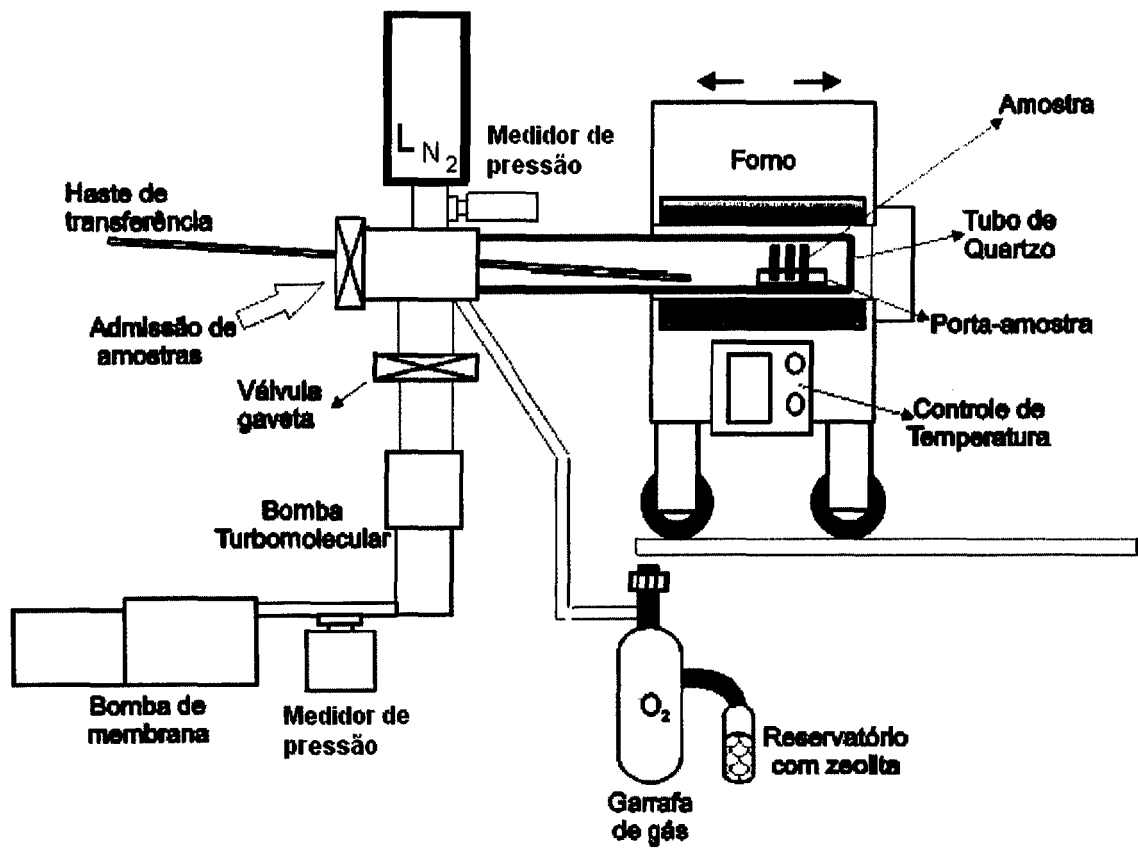


Figura 3

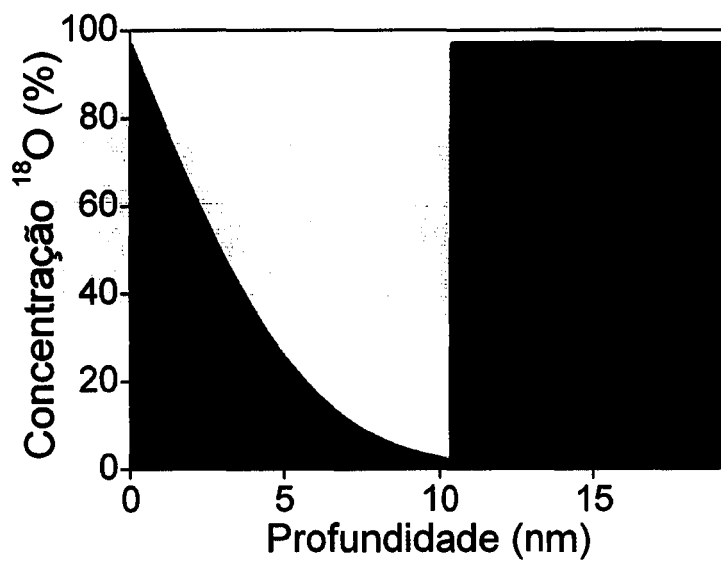


Figura 4

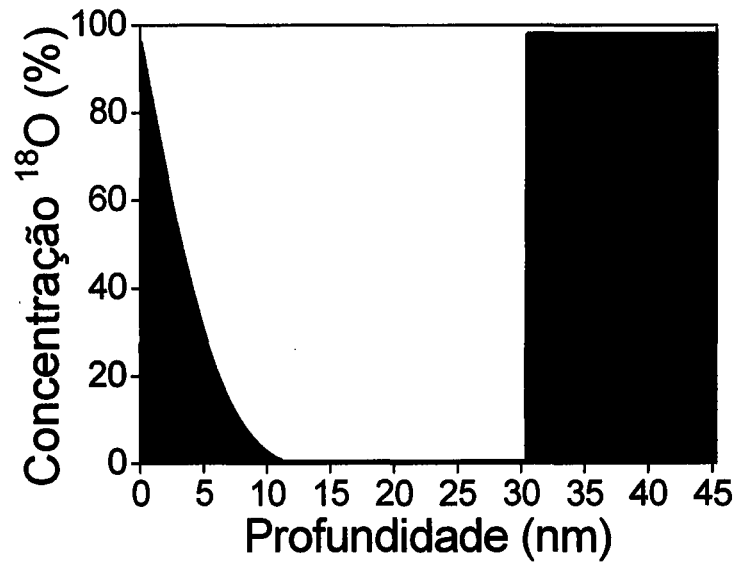


Figura 5

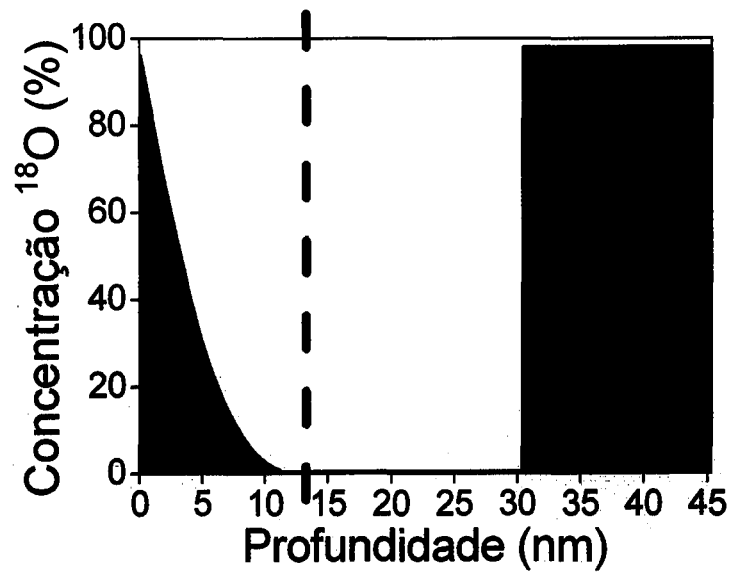


Figura 6

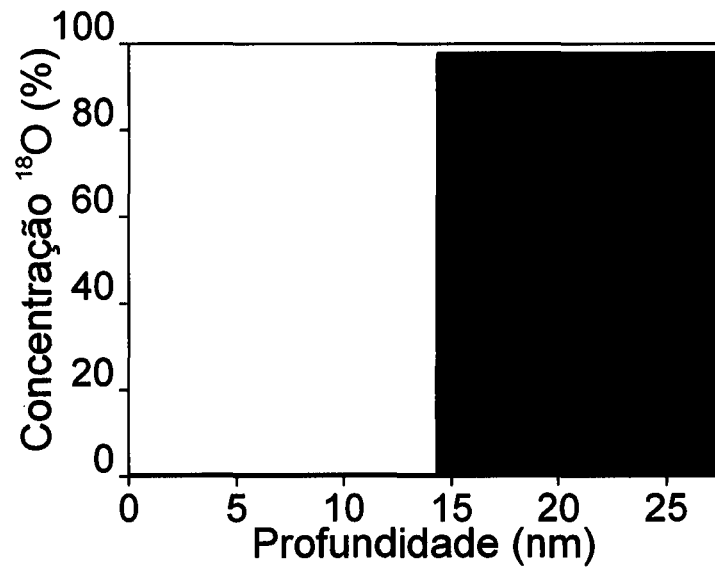


Figura 7

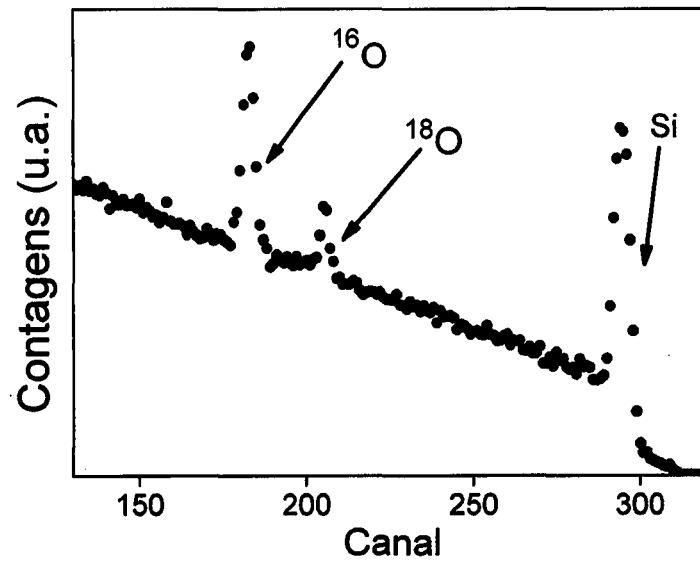


Figura 8

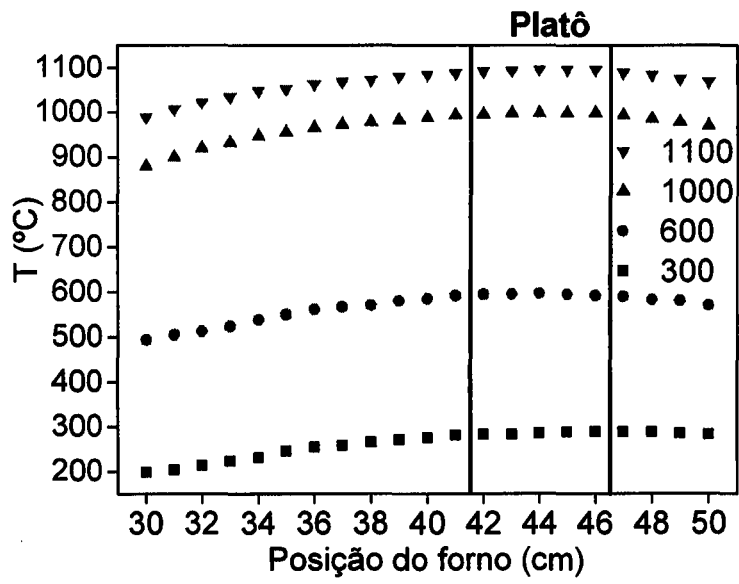


Figura 9

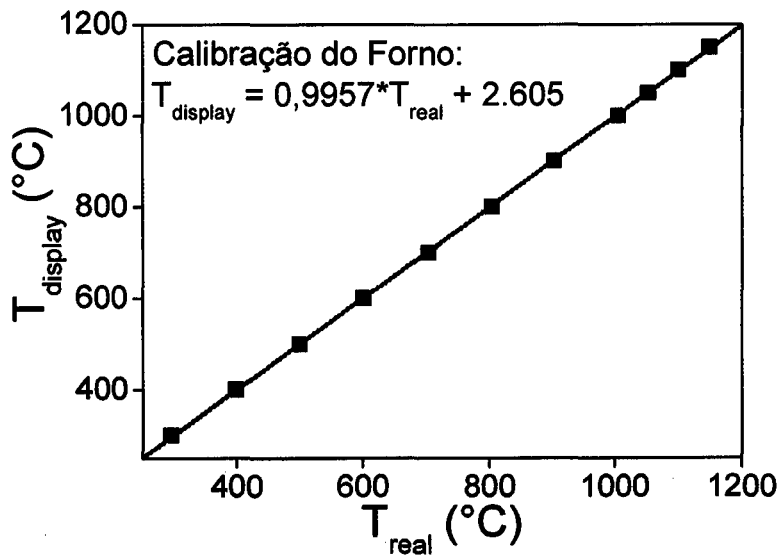


Figura 10

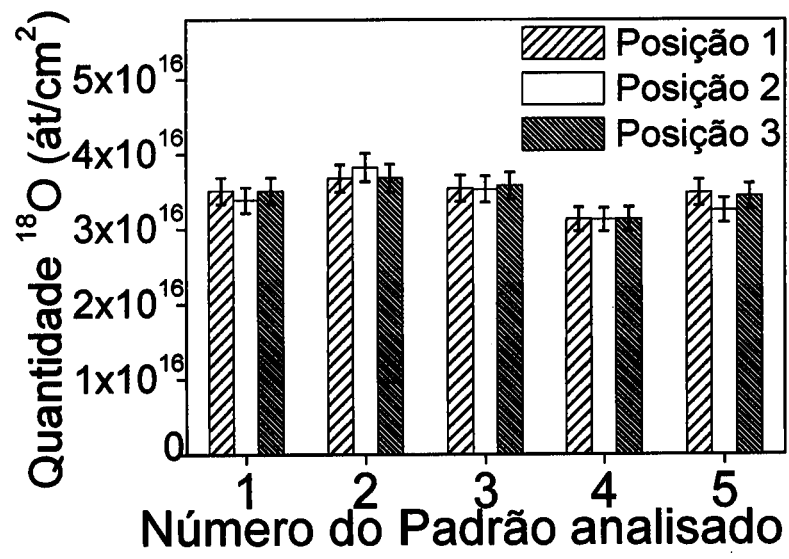


Figura 11

Resumo**PROCESSO DE SÍNTESE DE PADRÕES DE OXIGÊNIO-18 COM BARREIRA
PASSIVADORA EM UM SUBSTRATO**

5 A presente invenção descreve um processo de síntese de padrões de isótopo de oxigênio-18 (^{18}O) com barreira passivadora difundido na direção de um substrato, mais especificamente, a síntese de padrões de ^{18}O utilizando silício (Si) como substrato e SiO_2 como barreira passivadora, dessa forma, sintetizando padrões mais estáveis e confiáveis ao longo do tempo.

10