

1 Introdução

Filmes finos de óxido de estanho (SnO_2) têm se mostrado um material bastante versátil devido à sua capacidade como condutor elétrico, à grande transparência e à sua boa estabilidade química. Inúmeras formas de obtenção destes filmes são conhecidas, como CBD, CVD, SILAR e M-SILAR. A técnica M-SILAR, abordada nesse trabalho, é baseada em reações sequenciais sobre a superfície de um substrato através de ciclos de imersão em temperatura ambiente e pressão normal. Este método destaca-se por sua eficiência e baixo custo de produção de filmes finos com baixa produção de resíduos.

2 Objetivo

Este trabalho tem como objetivo sintetizar filmes finos de SnO_2 através do método M-SILAR e caracterizá-los quanto às suas propriedades físicas. Ao longo do projeto, modificamos algumas variáveis como: concentração, número de ciclos, tempo de imersão e velocidade de imersão, com o objetivo de obter filmes cada vez mais finos, transparentes e sem defeitos.

3 Metodologia

Para a deposição dos filmes de óxido de estanho foi utilizado cloreto de estanho (II) ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) como precursor catiônico e peróxido de hidrogênio (H_2O_2) como solução aniônica. Na preparação da solução catiônica são adicionados: Cloreto de estanho II (a quantidade é variada dependendo da concentração a ser utilizada), água deionizada, 3ml de solução 0,15 molar de trietanolamina, e 5ml de ácido clorídrico 1 molar. Já a solução aniônica é feita com 1% de peróxido de hidrogênio PA dissolvido em água. O substrato de vidro, previamente limpo com solução de detergente EXTRAN, foi imerso primeiramente na solução catiônica durante 20 segundos para a absorção dos íons na sua superfície. Este substrato foi então imerso na solução aniônica durante mais 20 segundos. Os íons O_2^- reagiram com o estanho absorvido no substrato, completando um ciclo de deposição. Esse processo foi repetido "n" vezes, de acordo com o número de ciclos que estavam sendo pesquisados. Por fim, os substratos são tratados termicamente a 400°C em 1h. Os parâmetros de deposição foram avaliados variando a concentração das soluções, o número de ciclos e a velocidade de retirada.

O estudo da evolução dos filmes foi avaliado por meio de elipsometria e microscopia ótica. A cristalinidade e a composição dos filmes foram estudadas utilizando-se difração de raios X.

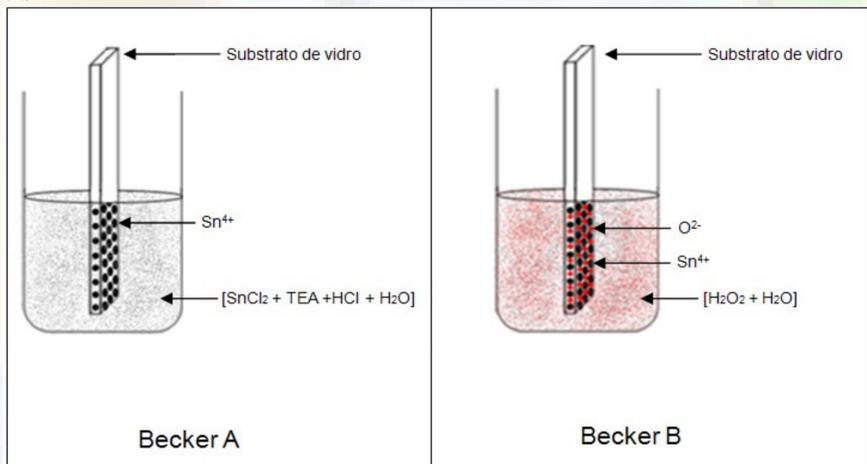


Figura 1: A interação das soluções de SnCl_2 e H_2O_2 no substrato de vidro

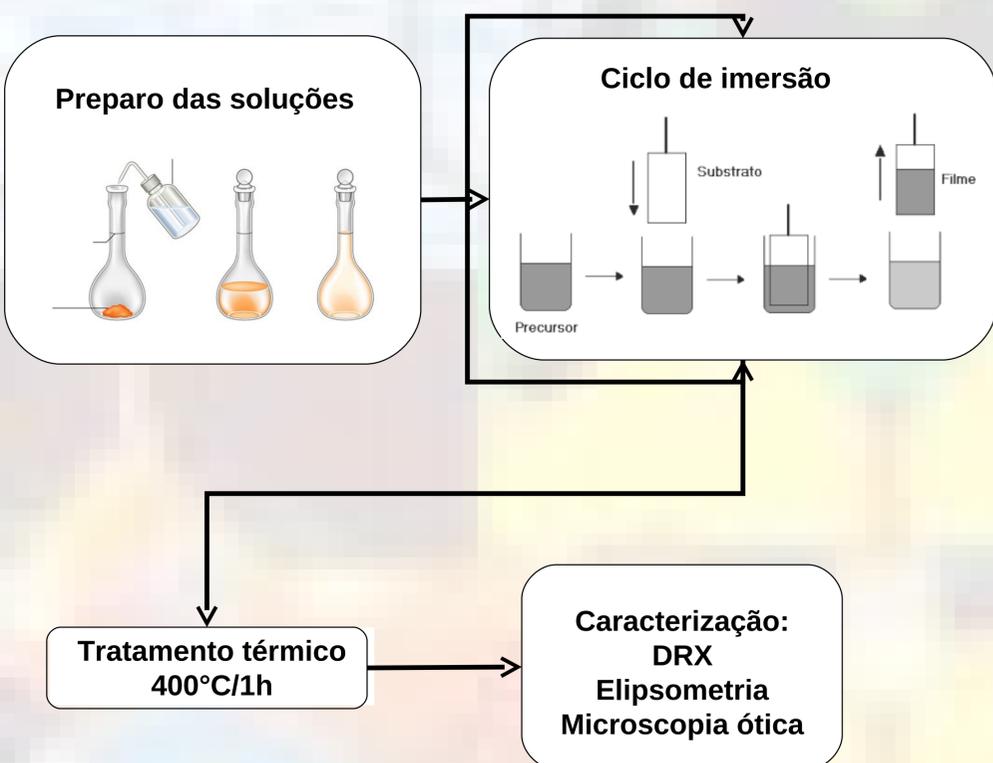


Figura 2: Fluxograma da metodologia utilizada

4 Resultados & Discussões

Os valores de concentração, tempo de imersão e número de ciclos, foram otimizados buscando-se filmes com a menor presença de defeitos superficiais (visualizados no microscópio óptico), boa aderência ao substrato mantendo a transparência.

Conjunto De Amostras	Concentração (mol/L)	Velocidade (mm/min)	Número de Ciclos	Espessura (um) $\times 10^{-2}$
A	> 0,070	25	4	18,0528
B	> 0,050	25	4	9,8353
C	> 0,030	25	4	5,3359
D	> 0,015	25	4	3,5499
E	> 0,010	25	4	1,0522
F	0,015	> 120	4	12,8545
G	0,015	> 48	4	7,4423
H	0,015	> 24	4	4,6909
I	0,015	> 12	4	2,0044
J	0,015	25	> 5	6,9255
K	0,015	25	> 7	6,4735
L	0,015	25	> 9	5,6514
M	0,015	25	> 11	4,9457

Tabela 1: Resultados obtidos de espessura média em relação as variações de concentração, velocidade e número de ciclos cada grupo de amostras (conjunto de três amostras).



Figura 3: Fotos das amostras ótimas para cada grupo de variável estudada (microscópio óptico em aumento de 200x).

Concentração (mol/L)	Velocidade (mm/min)	Número de Ciclos
0,015	25	4

Tabela 2: Resultados otimizados em relação as variações de concentração, velocidade e número de ciclos cada grupo de amostras (conjunto de três amostras).

Através da análise de difração de raio x, foram detectados os respectivos picos característicos do óxido de estanho II. Confirmando a presença do mesmo e sua fase desejada nos filmes obtidos.

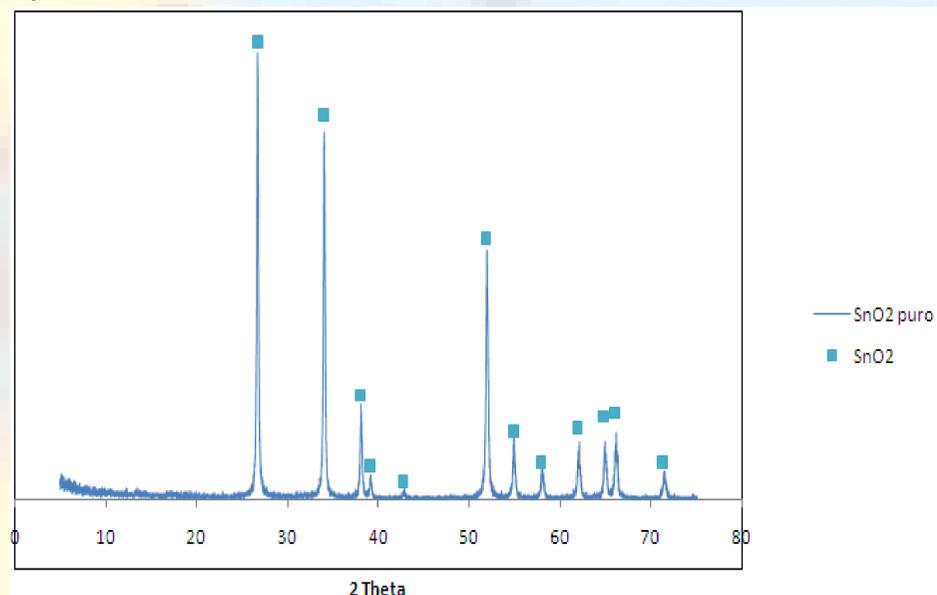


Figura 4: Difratograma do filme de SnO_2 .

5 Conclusões

A técnica M-SILAR mostrou-se um método eficiente para obtenção de filmes finos cerâmicos sobre substratos de vidro. Os filmes apresentaram uma boa aderência ao substrato mesmo com um tempo de imersão baixo (20s). Abaixo da velocidade de 50 mm/min apenas filmes homogêneos de óxido de estanho foram obtidos (acima desta velocidade regiões não uniformes puderam ser observadas), confirmando a influência da velocidade na qualidade do filme. Quanto à quantidade de ciclos, percebeu-se que filmes homogêneos foram obtidos na faixa de 4 a 11 ciclos completos de deposição e que quanto maior a quantidade de ciclos, maior a espessura.