

Estudo do crescimento e densificação de filme de óxido de silício e tântalo preparado pelo processo *sol-gel*

Karmel de O. Lima (IC), Jefferson L. Ferrari (PG), Rogéria R. Gonçalves(PQ)*

rrgoncalves@ffclrp.usp.br

Departamento de Química, Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, USP, Av dos Bandeirantes, 3900 - CEP14040-901, SP, Brasil.

Palavras Chave: Sol-Gel, filmes, Tântalo, FTIR.

Introdução

Filmes, a base de sílica, preparados pelo processo *sol-gel* apresentam propriedades interessantes para aplicação em óptica¹. Para melhorar as propriedades que contribuem com o desempenho desses dispositivos, muitos trabalhos na literatura tem relatado a adição de óxidos de titânio, háfnio, zircônio e tântalo²⁻³. Com concentrações adequadas desses óxidos em sistema à base de SiO₂, é possível controlar a estabilidade e durabilidade química, a transparência e índice de refração. Este trabalho tem como objetivo estudar o crescimento e densificação de filmes a base de óxidos de silício e tântalo, preparados pela metodologia *sol-gel*, para utilização como guia de onda planar em dispositivos fotônicos. Para esta finalidade foi realizado estudo espectroscópico vibracional de absorção na região do infravermelho (FTIR) e reflectância especular.

Resultados e Discussão

O filme a base de óxidos de silício e tântalo, foi obtido a partir de um sol preparado com tetraetilortosilicato (TEOS) e etóxido de tântalo, com relação molar de 90:10 (Si:Ta). Inicialmente, ao alcóxido de tântalo foi adicionado 2-isopropoxietanol e etanol, e em seguida foi adicionada a uma solução etanólica de TEOS. A solução final foi submetida a uma hidrólise ácida parcial, com a adição de solução aquosa de HCl. A partir deste sol, realizou-se o depósito de filmes sobre substrato de silício por dip-coating, até completar 30 camadas. A cada camada, o filme foi tratado termicamente a 900 °C por 1 min e em seguida foi realizada medida de espessura por reflectância especular. Medida de FTIR foi efetuada a cada 5 camadas depositadas, até atingir 30 depósitos. No término da trigésima deposição, o filme foi tratado termicamente a 900°C por 15 min e novamente caracterizado por FTIR e medida de espessura. Esse procedimento foi repetido até completar 6 seqüências de tratamentos e medidas espectroscópicas. O filme apresentou excelente qualidade óptica, com elevada homogeneidade e superfície livre de trincas. Foi observada uma evolução linear na espessura do filme em função do número de depósitos, com espessura final de aproximadamente 735 nm. A análise por FTIR a cada

5 depósitos mostrou a evolução do crescimento do filme através do aparecimento de bandas características da SiO₂, em 1072 cm⁻¹ atribuída ao estiramento assimétrico da ligação Si-O⁻ no grupo SiO₂ e também das bandas em 807 e 446 cm⁻¹ atribuídas ao estiramento dos grupos Si-O-Si e O-Si-O, respectivamente. O espectro do filme após 30 depósitos apresentou uma banda em 3418 cm⁻¹ a qual é atribuída ao estiramento de grupos OH remanescentes dos precursores e água adsorvida. O estudo por FTIR sobre o filme tratado a 900°C por 15 min evidenciou diminuição da banda localizada em 3418 cm⁻¹ após 15 min indicando a eliminação de precursores remanescentes e moléculas de água, em decorrência do processo de densificação. O processo de densificação foi acompanhado ainda pela diminuição da espessura. Corroborando com os dados de FTIR, nos primeiros 15 min ocorre uma drástica redução da espessura, como mostra a Figura 1.

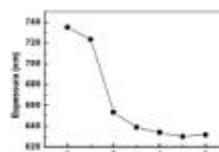


Figura 1. Esp. em função do número de tratamentos térmicos de 900°C por 15 min.

Conclusões

Através dos resultados analisados, observou-se que o filme a base de sílica foi obtido com sucesso. O filme apresentou excelente qualidade óptica, com elevada homogeneidade e superfície livre de trincas. Medidas de FTIR e espessura do filme indicam que a densificação do filme está ocorrendo a partir de 60 minutos de tratamentos térmicos a 900 °C.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, CAPES e FAPESP pelo apoio financeiro e a bolsa concedida.

¹ Revesz, A. G. e Hughes, H. L. J. *Non-Cryst. Solids*. **2003**, 328, 48.

² Gonçalves, R. R. *Tese de Doutorado apresentada ao Instituto de Química - UNESP, Araraquara*, **2001**.

³ Satoh, S., Susa, K., Matsuyama, I., *J. Non-Cryst. Solids*, **2002**, 306, 300.