

Caracterização morfológica de filmes finos de SnO₂ obtidos pelo método pirosol

Cícero Inácio da Silva Filho¹(IC), Peter Hammer²(PQ), Sandra Helena Pulcinelli²(PQ), Celso Valentim Santilli² (PQ), Guinther Kellermann³(PQ), Victor Hugo Vitorino Sarmento¹(PQ)*

¹Núcleo de Química – Universidade Federal de Sergipe – UFS - Campus Prof. Alberto Carvalho – CEP 49500-000-Itabaiana – SE –

²Instituto de Química – Universidade Estadual Paulista – UNESP- R. Prof. Francisco Degni s/n – Araraquara – SP – C.P.355

³Laboratório Nacional de Luz Síncrotron –LNLS - Campinas - SP

* e-mail: victsarm@iq.unesp.br

Palavras Chave: GISAXS, método pirosol, filmes finos, óxido de estanho.

Introdução

O processo pirosol é um método de deposição de filmes sobre um substrato aquecido. A solução precursora é nebulizada utilizando um atomizador ultrassônico e difundida até o substrato com auxílio de um gás de arraste. As principais vantagens desse método é a facilidade de operação, baixo custo e a qualidade dos filmes obtidos. Os mecanismos de deposição e as propriedades dos depósitos dependem de vários parâmetros experimentais e a utilização de moléculas orgânicas com propriedades tensoativas pode ainda, modificar a nanoestrutura dos filmes.

Neste trabalho, filmes finos de óxido de estanho foram sintetizados pelo método pirosol. Algumas propriedades deste óxido são aplicadas em vários campos tais como células solares, dispositivos eletro-eletrônicos e sensores de gás. Foram preparados filmes nanoestruturados e texturizados sobre wafers de silício a partir de suspensões coloidais à base de SnCl₄ e tensoativo Pluronic F127 para obtenção de filmes com nanoestrutura direcionada. Técnicas como espalhamento de raios-X à baixo ângulo com incidência rasante (GISAXS) e microscopia (MEV) foram utilizadas.

Resultados e Discussão

A Fig. 1(a) mostra imagens de MEV de filmes de SnO₂ depositados à 350°C usando como solução precursora o SnCl₄ 5 H₂O (concentração molar de 0,2 mol. L⁻¹) diluído em 90% de água deionizada e 10% de etanol (v/v). Podemos observar a presença de grãos bem definidos característicos do SnO₂. Visando a formação de filmes nanoestruturados com poros direcionados, o tensoativo não-iônico Pluronic F127 foi adicionado a esta solução em várias concentrações (0,07mol.L⁻¹,0,7 e 1,4 mol.L⁻¹). A Fig. 1(b) apresenta as micrografias de MEV de filmes de SnO₂ depositados a 350°C com o tensoativo pluronic. Nota-se que a deposição obtida sobre a superfície do substrato foi bem mais homogênea e os grãos de SnO₂ apresentaram tamanho e contorno bem definidos compatível com o que seria esperado para uma tendência de crescimento colunar.

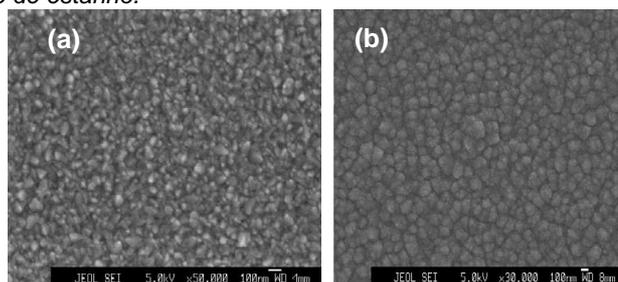


Figura 1. Imagens SEM do filme de SnO₂ depositado por pirosol a 350°C a partir de solução sem (a) e com tensoativo Pluronic (b).

Os filmes foram estudados por GISAXS com ângulo de incidência rasante próximo ao ângulo crítico. A Figura 2 apresenta as imagens de GISAXS para filmes de SnO₂ depositado por pirosol a 350°C a partir de solução sem (a) e com Pluronic nas concentrações de 0,07(b), 0,7(c) e 1,4 mol.L⁻¹(d). A Figura mostra que com a adição gradativa de tensoativo a intensidade de espalhamento apresenta um alongamento na direção horizontal (paralela a superfície da amostra), sugerindo a presença de objetos anisotrópicos alongados na direção normal a superfície do filme. A partir das micrografias nota-se que os grãos são maiores que 100 nm, com isso, a intensidade de GISAXS é, possivelmente, devida a poros que se formam entre os grãos de SnO₂ e não devida aos próprios grãos.

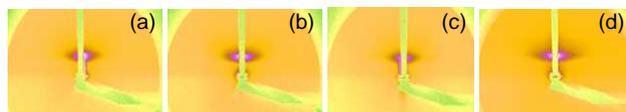


Figura 2. Imagens de GISAXS para filmes de SnO₂ sem (a) e com Pluronic nas concentrações de 0,07(b), 0,7(c) e 1,4 mol.L⁻¹(d).

Conclusões

A partir dos resultados, concluímos que a adição de tensoativo tem um papel efetivo no direcionamento do crescimento dos grãos durante o processo de deposição de filme por pirosol.

Agradecimentos

Ao Cnpq pelo apoio financeiro e ao LNLS pelas medidas de GISAXS.