

# Caracterização de filmes finos produzidos por Spin Coating utilizando método Sol-Gel

Beatriz Ângelo Sciarretta e Artur Wilson Carbonari  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares- IPEN

## INTRODUÇÃO

O óxido de Háfênio ( $\text{HfO}_2$ ), tem estabilidades químicas e físicas, possuindo grande potencial para aplicações tecnológicas<sup>[1]</sup> e médicas<sup>[2]</sup>. Portanto, pode ser estudado na forma de nanopartículas, bulk ou filmes finos.

Filmes finos são formados por camadas atômicas com espessura de até 1  $\mu\text{m}$  sobre um determinado substrato<sup>[3,4]</sup> e podem ser produzidos por diversas técnicas. A técnica de spin coating consiste em rotacionar um substrato sólido, no qual a solução gel é distribuída. Este movimento faz com que haja espalhamento e homogeneidade do gel sobre o substrato e a produção do filme<sup>[5]</sup>.

Dos métodos utilizados para a produção da solução, o mais promissor é o Sol-Gel. Conhecido como método de Pechini, utiliza ácidos carboxílicos (ácido cítrico), que vão se ligar com íons metálicos e ocorrerá uma reação de poliesterificação, através de um poliálcool (etileno glicol), quando aquecidos, resultando num polímero<sup>[6,7]</sup>.

A caracterização de filmes finos é importante, pois mostra as características controladas em sua produção. As técnicas para utilizadas foram difração de raios-X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

## OBJETIVO

Preparar filmes finos utilizando a técnica spin coating, através do método sol-gel;

Analisar e caracterizar os filmes finos pelo método de difração de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

## METODOLOGIA

Os substratos de Si foram limpos anteriormente e a solução preparada pelo método sol-gel é descrita a seguir.

A solução foi obtida a partir de uma mistura de ácido cítrico,  $\text{HfCl}_4$  e etileno glicol. O  $\text{HfCl}_4$  foi dissolvido em água deionizada, colocado em agitação magnética e aqueceu-se a  $40^\circ\text{C}$ , seguido pela adição de ácido cítrico dissolvido em água deionizada. A temperatura da solução foi aumentada para  $60^\circ\text{C}$  para a adição de etileno glicol. A solução resultante ficou em agitação magnética durante 24h à temperatura ambiente para homogeneização. Depois disso, a temperatura foi aumentada para cerca de  $100^\circ\text{C}$  até a formação do gel. A solução gel foi depositada sobre o substrato de Si e rotacionada no spin coating a 3000 rpm durante 30 s. Este processo foi repetido duas vezes para obter filmes mais espessos de  $\text{HfO}_2$ . Entre uma camada e outra, o filme foi colocado na luz ultravioleta para evaporação dos solventes. O filme foi para o forno e permaneceu durante 4 horas a  $550^\circ\text{C}$  para eliminação do material orgânico.

## RESULTADOS

O resultado do MEV mostra a dispersão do óxido de Háfênio sobre o substrato, conforme figura 1. Foi possível observar boa distribuição do elemento e homogeneização.

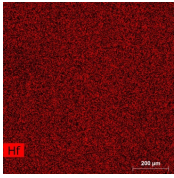


Figura 1: Filme fino de Háfênio pela análise do MEV.

O resultado do EDS mostra a concentração de háfênio e silício, de acordo com a figura 2. Como a espessura do filme é da ordem de nano, a concentração do silício foi captada.

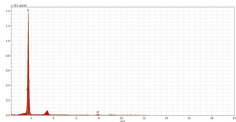


Figura 2: Análise de EDS.

O resultado da difração de raios-x antes do tratamento térmico, ou seja, após a deposição e com o tratamento de 550°C por 4 horas, mostra apenas uma fase amorfa. Esse mesmo filme com tratamento térmico de 1200°C em ar durante 15 minutos mostra três picos que correspondem ao óxido de háfênio monoclinico, conforme a figura 3.

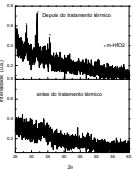


Figura 3: Caracterização por DRX

## CONCLUSÕES

Após análise por MEV foi possível concluir que se obteve homogeneidade da solução gel e boa aderência do filme com o substrato. Para a formação do óxido de háfênio em uma estrutura definida, como a monoclinica, o resultado por DRX mostra que é necessário um tratamento térmico com a temperatura mais elevada, que é utilizada apenas para eliminação de material orgânico.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1]Revista Pesquisa Fapesp. *Revolução à vista*. Disponível em: <<http://revistapesquisa.fapesp.br/2007/04/01/revolucao-a-vista/>>. Acesso em 03 de fevereiro de 2017. (pdf)

[2]Chen, M.H. Et al. *Hafnium-doped hydroxyapatite nanoparticles with ionizing radiation for lung cancer treatment*. *Journal Acta Biomaterialia*. 2016 Jun; 37:165-73.

[3]Izumi, F. *Produção e Caracterização de filmes finos amorfos para aplicações em dispositivos fotônicos*. Dissertação de mestrado - Universidade de São Paulo. São Paulo, 2012.

[4]OHRING, M. – *The Materials Science of Thin Films*, Academic Press Inc., 2ª ed., (2001).

[5]Torsoni, B.G, *Estudo da influência do tratamento térmico em filmes supercondutores do sistema BSCCO obtido pela técnica de spin coating*. 144 f. Tese de doutorado- Universidade Estadual Paulista. Ilha Solteira- SP,2012.

[6]Venceslau, F. *Comparação entre os métodos de Pechini e da Poliacrilamida para obtenção de uma nanocerâmica*. Dissertação de Iniciação Científica - Faculdade de Engenharia "Eng.º Celso Daniel", 2012. p.4.

[7]Bernardi, M.I.B., et al., *Development of metal oxide nanoparticles by soft chemical method*. *Ceramics International*, 2009. 35(1): p. 463-466.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq pelo apoio financeiro parcial e ao IPEN-CNEN / SP pela oportunidade de desenvolver este trabalho.