

## Caracterização de filmes finos de $\text{SnO}_2$ obtidos por oxidação térmica do estanho

Luis da S. Zambom<sup>1</sup>, Marcelo Bariatto A. Fontes<sup>1</sup>, Francisco T. Degasperi<sup>1</sup>, Ronaldo D. Mansano<sup>2</sup>

<sup>1</sup> MPCE/DSE – FATEC-SP – CEETEPS, 01124-060, São Paulo, Brasil

<sup>2</sup> DEE – PSI – EPUSP, São Paulo, SP, Brasil

[zambom@fatecsp.br](mailto:zambom@fatecsp.br), [bariatto@fatecsp.br](mailto:bariatto@fatecsp.br), [ftd@fatecsp.br](mailto:ftd@fatecsp.br)

### Abstract

Filmes finos de estanho foram obtidos a partir da técnica de evaporação térmica. Os filmes de estanho obtidos passaram por processos de oxidação em ambiente de oxigênio atmosférico na temperatura de 300 °C com o objetivo de se obter filmes finos de óxido de estanho. A partir desses filmes, estruturas elétricas foram feitas e verificou-se a sua sensibilidade na presença de gás oxigênio. Além da análise elétrica, foram obtidos valores de espessura, índice de refração, resistividade e composição química. Por meio dos resultados elétricos verificou-se que os filmes de óxido de estanho obtidos por essa técnica mostraram sensibilidade ao gás oxigênio.

**Palavras-chave:** Evaporação, filme fino,  $\text{SnO}_2$ , sensor, gás

### Introdução

Filmes finos de óxido de estanho ( $\text{SnO}_2$ ) são utilizados como sensores químicos para detecção de diferentes gases. A resposta do sensor de  $\text{SnO}_2$  para um determinado gás é obtido pela variação de resistência do sensor, para gases oxidantes ( $\text{NO}_2$ ,  $\text{O}_2$ ,  $\text{SO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{S}$  etc.) [1,2] para gases redutores ( $\text{CO}$ , etc.) [2,3] e vapores orgânicos ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ,  $\text{CH}_3\text{OH}$ , tolueno, benzeno, etc.) [3,4]. Dependendo do tipo de gás adsorvido (oxidante ou redutor), medindo-se em atmosfera controlada e temperatura entre 100 °C a 350 °C, na superfície do óxido de estanho, uma região espaço-carga de depleção ou acumulação é produzida. Filmes finos de óxido de estanho podem ser obtidos por meio de diferentes técnicas, que incluem sputtering reativo, spray pirólises, evaporação, sol-gel e deposição química a vapor assistida por plasma entre outras. Cada uma dessas técnicas permite obter óxido de estanho com propriedades particulares que são dependentes da uniformidade de espessura, cristalinidade, tamanho de grão e área de crescimento. O objetivo deste trabalho foi de obter filmes finos de óxido de estanho e utilizá-los na detecção de gás oxigênio, por não ser tóxico nas condições normais de uso e, também, por não ser necessário um ambiente isolado. Os testes de desempenho, para diferentes concentrações de  $\text{O}_2$ , são realizados em sistema de vácuo apropriado com controle das variáveis envolvidas.

Para a obtenção de filmes de óxido de estanho foram utilizadas lâminas de silício ((100), tipo-p, (1,0 - 10)  $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$ , diâmetro de 7,5 cm). Todas as lâminas passaram pela seguinte limpeza: 10 minutos em solução de ácido sulfúrico e peróxido de hidrogênio, 5 minutos de enxágue em água deionizada de 18  $\text{M}\Omega\cdot\text{cm}$  e 1 minuto em solução de ácido fluorídrico. O processo consistiu em evaporar amostras, massa variando entre 38,5 mg a 92,4 mg de estanho, em pressão de  $1,0 \cdot 10^{-5}$  torr. As amostras de estanho foram oxidadas, com o oxigênio do ar, sobre um prato quente na temperatura de 300 °C. Os filmes de óxido de estanho foram caracterizados pelas seguintes técnicas: a) elipsometria - índice de refração, perfilometria - espessura, quatro pontas - resistividade, Rutherford Backscattering - para determinação de Sn e O e análise IV - para detecção do gás oxigênio. As conexões elétricas sobre o de óxido de estanho foram obtidas utilizando-se evaporação direta de alumínio, com 0,88 mm de diâmetro e 500 nm de espessura. A distância entre cada par de contatos varia entre 0,4 mm e 0,7 mm, figura 1.

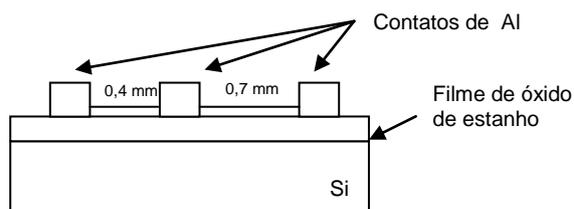


Figura 1 – Arranjo experimental para detecção de  $\text{O}_2$  através da análise elétrica IV.

### Parte Experimental

Entre os contatos de Al, um ambiente de gás oxigênio, 99,999 %, foi mantido constante, na temperatura ambiente.

## Resultados e Discussão

A tabela 1 mostra que os filmes de óxido de estanho estão mais resistivos quando comparados com o de estanho da literatura.

Tabela 1 – Resultados da oxidação do estanho.

Esp. Sn (nm)	Tempo oxidação (min)	Esp. SnO <sub>2</sub> (nm)	*Resistividade SnO <sub>2</sub> (Ω.cm)
98	14	153	6,06 10 <sup>-3</sup>
116	14	193	4,72 10 <sup>-3</sup>
98	29	194	-
116	29	191	1,39 10 <sup>-3</sup>

Literatura [5]:

\* Sn = 1.09 10<sup>-6</sup> Ω.cm

SnO<sub>2</sub> = (5 10<sup>-2</sup> – 5 10<sup>-5</sup>) Ω.cm

O índice de refração, figura 2, varia de 1,64 a 3,16, indicando que para o menor valor tem-se maior concentração de oxigênio presente no filme e, para o maior valor, tem-se maior concentração de estanho no filme. Diferentemente da literatura, os valores de índice de refração variam significativamente com o comprimento de onda utilizado na elipsometria. O espectro de RBS, figura 3, mostra a presença de Sn e O no filme, no entanto, a concentração de oxigênio é baixa, indicando uma baixa oxidação do estanho.

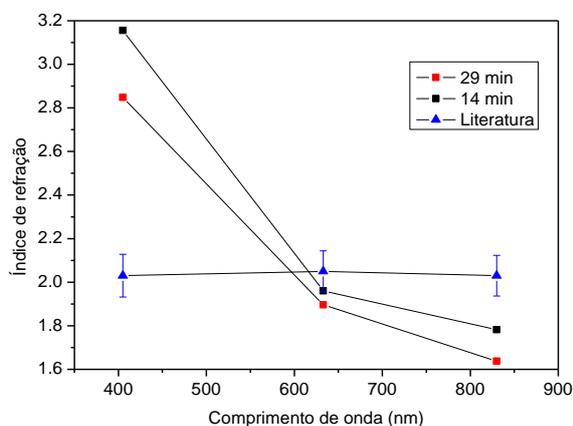


Figura 2 – Índice de refração versus comprimento de onda.

A figura 4 mostra um resultado típico de curva IV para a detecção de oxigênio, em temperatura ambiente, para os filmes de óxido de estanho obtidos por oxidação térmica do estanho. A presença do gás oxigênio produziu um aumento de corrente elétrica entre os contatos de alumínio em comparação com o gás nitrogênio.

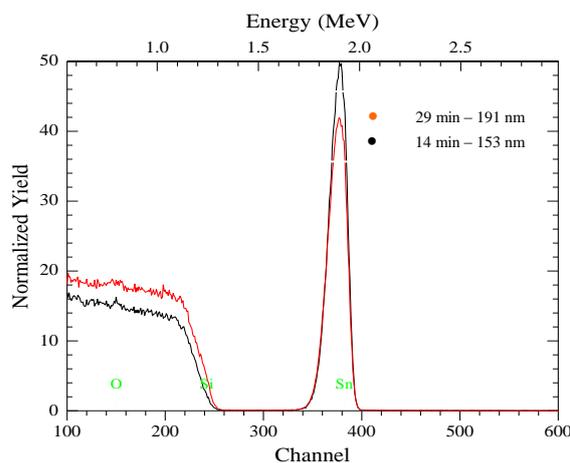


Figura 3 – Espectros RBS de SnO<sub>2</sub>.

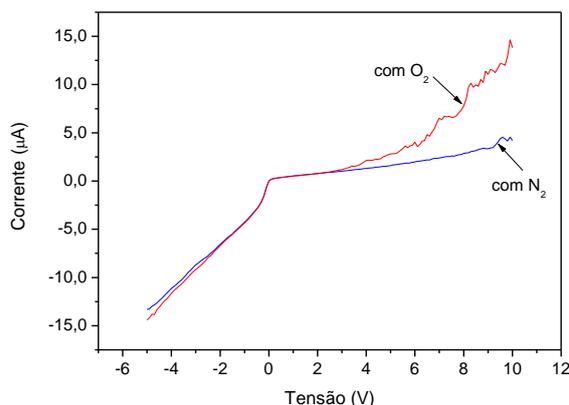


Figura 4 – Detecção de oxigênio através da Curva IV.

## Conclusão

Filmes finos de óxido de estanho, obtidos pela oxidação térmica do estanho, apresentaram grande variação na concentração de oxigênio, como pode ser visto pelos valores de índice de refração. Esses filmes mostram-se sensíveis quando expostos ao gás oxigênio.

## Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pela ajuda financeira e ao LAMFI-IFUSP pela análise RBS.

## Referências

- [1] W. Hellmich et al, Thin Solid Films, Vol. 263, pp. 231-237, 1995.
- [2] P. Serrini et al, Thin Solid Films, Vol. 304, pp. 113-122, 1997.
- [3] G. Sberveglieri et al, Sensors and Actuators B, Vol. 7 pp. 721-726, 1992.
- [4] T. Yama et al, Analytical Chemistry, Vol. 34, No. 11, pp. 1502-1503, 1962.
- [5] S. Reddaway, D. A. Wright, J. Appl. Phys., vol. 16, pp. 195-196, 1965.