

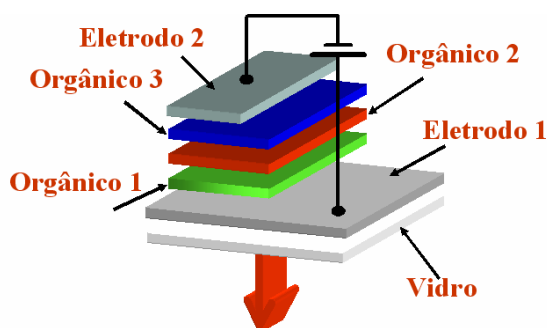
# PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS PARA SENSORES OPTO-MAGNÉTICOS

**Aluno: Rafael Mendes Barbosa dos Santos**  
**Orientador: Marco Cremona**

## Introdução

Diversas pesquisas vêm sendo realizadas com a finalidade de desenvolver e estudar estruturas e materiais adequados à criação de fontes luminosas em miniatura bem como componentes fotônicos e optoeletrônicos mais compactos [1]. Acompanhando uma crescente evolução dos dispositivos de imagem e percebendo a necessidade de maior leveza, baixa potência, grande ângulo de visão e dispositivos de comunicação portáteis, a indústria de telas planas voltou seu foco para os OLEDs (*Organic Light Emitting Diodes* ou diodos orgânicos emissores de luz) [2]. Estes dispositivos são feitos de heteroestruturas que consistem de um substrato sobre o qual são depositadas finas camadas de materiais orgânicos entre dois eletrodos, conforme ilustrado na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**

O Laboratório de Optoeletrônica Molecular (LOEM) da PUC-Rio tem se destacado com seu trabalho de pesquisa nessa nova tecnologia [3], e também na formação de recursos humanos, como doutorandos, mestrands e alunos de Iniciação Científica (IC). Essa iniciativa tem sido de grande importância e aproveitamento, pois o aluno de IC tem a oportunidade de entrar em contato com trabalhos científicos e ao mesmo tempo colaborar com as atividades laboratoriais. Isto aconteceu, também, neste projeto.



## Objetivo do projeto de IC

- Produzir e caracterizar filmes com propriedades magnéticas para produção de sensores ópticos sensíveis a campos magnéticos, utilizando OLEDs.
- Auxiliar na produção e caracterização de dispositivos eletroluminescentes desenvolvidos no LOEM.

## Metodologia

Inicialmente, para a obtenção de filmes finos com propriedades magnéticas utilizamos, como material de partida, um composto de FeBSi (Ferro-Boro-Silício) que possui propriedade de magnetoimpedância gigante (grandes mudanças na impedância do material na presença de campos magnéticos externos).

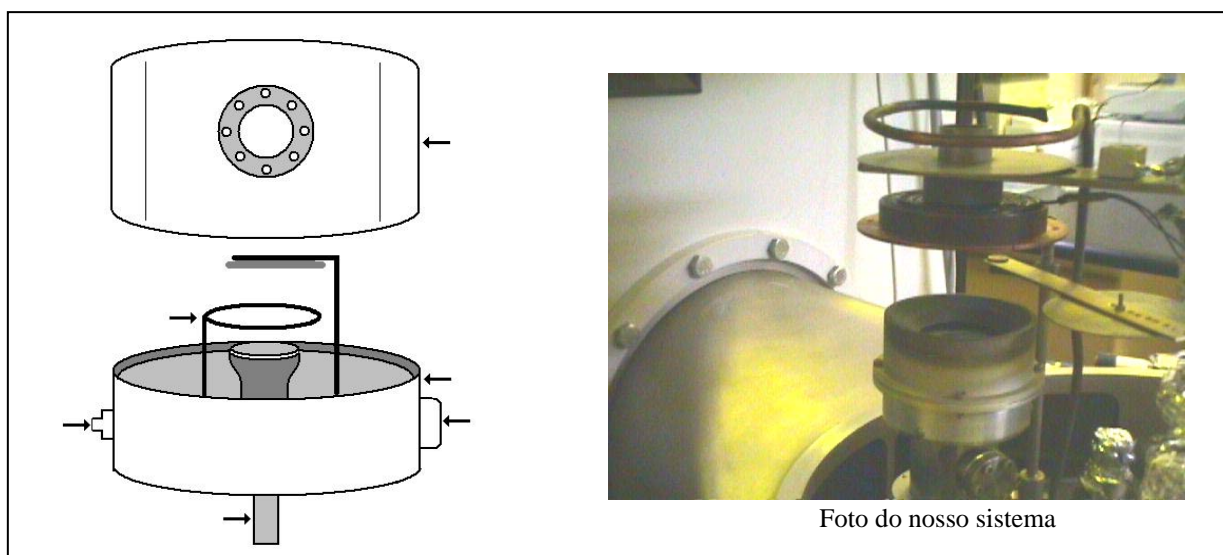
A técnica utilizada na produção deste filme é conhecida como “*rf-magnetron-sputtering*” que consiste em pulverizar um alvo feito do material que se deseja depositar, em um ambiente de alto vácuo, cujo esquema está representado nas Figuras 2.

Nessa deposição um gás de trabalho (em nosso caso argônio) é ionizado e acelerado pelo capacitor, atingindo o alvo e fazendo com que pequenas partículas se desprendam e cheguem até o substrato. A espessura do filme depositado é controlada pelo tempo de deposição e foi verificada utilizando um perfilômetro (TENCOR modelo ALPHASTEP 220) disponível nos laboratórios LabSem (CETUC).

Fizemos um trabalho sistemático de produção e caracterização de filmes finos de FeBSi variando os parâmetros de deposição de diversas formas dentre os quais destacamos os dados apresentados na Tabela 1.

Buscamos, inicialmente, produzir filmes com espessura da ordem de 1  $\mu\text{m}$  (ou mais espessos), pois de acordo com a literatura [4] a partir desta espessura podemos observar a propriedade de magnetoimpedância gigante.

Contudo, devido às limitações do nosso sistema de deposição, não foi possível produzir filmes deste composto na faixa de espessura desejada e, portanto, não conseguimos observar as propriedades mencionadas.



Figuras 2 – Esquema do sistema de “*rf-magnetron-sputtering*” no LOEM.

Pressão de Argônio (Torr)	Potência (W)	Temo de Deposição (min)	Espessura Final ( $\mu\text{m}$ )
$1,5 \cdot 10^{-3}$	250	40	0,10
$1,2 \cdot 10^{-3}$	350	40	0,15
$1,1 \cdot 10^{-4}$	450	60	0,13
$1,1 \cdot 10^{-3}$	450	50	0,24

Tabela 1: Parâmetros de deposição dos filmes de FeBSi.

Tendo em vista o objetivo de produzir sensores opto-magnético utilizando OLEDs, partimos para a investigação de propriedades de magnetoresistência gigante (MR – Mudança na resistência do material na presença de campo magnético) em filmes finos orgânicos, em particular, filmes de tris(8-hidroxiquinolato) de alumínio ( $\text{Alq}_3$ )[5]. Este material é um

semicondutor orgânico comumente utilizado na produção dos OLEDs fabricados e caracterizados facilmente em nosso laboratório.

A técnica utilizada na produção deste filme é conhecida como “térmica resistiva” na qual o material a ser depositado é aquecido através de efeito Joule pela passagem de corrente através do cadinho (recipiente) que o contém. Com esse aquecimento, o material evapora ou sublima chegando até o substrato de maneira controlada, tudo em um ambiente de alto vácuo.

A espessura do filme depositado é monitorada durante a deposição por um cristal de quartzo localizado dentro da câmara de vácuo, cujos parâmetros e ajustes são inseridos a um controlador externo (Figura 3).



Figura 3 – Univex 300, onde realizamos as deposições de materiais orgânicos para a produção de OLEDs.

A produção dos dispositivos é obtida através do seguinte procedimento:

1) um substrato de ITO (Óxido de Índio e Estanho) comercial é cortado nas dimensões desejadas. Em seguida sobre o substrato é aplicada uma máscara adesiva para formar o padrão desejado no dispositivo.

2) Após esta etapa passamos os substratos numa solução de água destilada e zinco em pó, esperamos secar, e logo em seguida mergulhamos os mesmos em uma solução 7:3 constituída de água deionizada e ácido clorídrico concentrado. Em seguida, verificamos se a corrosão foi bem sucedida com o auxílio de um ohmímetro.

3) Na seqüência os substratos são transferidos para um Becker com solução 9:1 de água deionizada e detergente industrial. Essa solução é aquecida até que se inicie fervura, e logo em seguida é transferida para um banho de ultra-som onde permanece por 10 minutos. Terminado isto, transferimos os substratos para outro Becker com água deionizada e novamente é aquecida até a fervura; esse processo se repete algumas vezes até sair todo o detergente e depois transferido para banho ultra-som por 10 minutos, em água deionizada.

4) O próximo passo é transferi-los para um Becker com acetona PA e levá-los ao banho ultra-som por 15 minutos, e por fim colocá-los em um Becker com álcool iso-propílico e levá-los ao banho ultra-som por 15 minutos.

5) Depois que os substratos estão limpos e prontos para serem utilizados, depositamos um filme fino de PEDOT (Poli(3,4-etilenodioxitiofeno) utilizando a técnica conhecida como *spin-coating*. Esta técnica consiste em molhar o substrato com a solução do material a ser depositado e pô-lo em rotação, com velocidade, aceleração e tempo de rotação controlados.

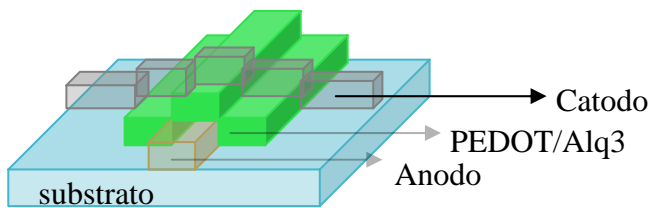
6) Em seguida depositamos os filmes de Alq3 e Alumínio, respectivamente, com diferentes espessuras e desenhos (Figura 4).

Para a investigação das propriedades de magnetoresistência desenvolvemos o seguinte procedimento:

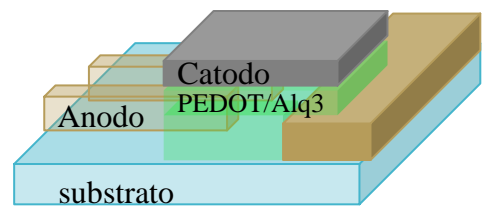
1) Introduzimos o dispositivo em meio a um eletro-ímã (que nos fornece campo magnético constante), aplicamos uma corrente controlada e medimos a tensão no dispositivo para diferentes valores de campos magnéticos aplicados.

2) A partir dos dados obtidos, geramos gráficos *Corrente x Tensão ( $I \times V$ )* para observarmos a variação da resistência de dado valor fixo de corrente, e em seguida geramos gráficos *Variação de Resistência x Campo Magnético ( $\Delta R \times C$ )*.

Produzimos diversos dispositivos, variamos todos os parâmetros (campo, corrente, espessuras, geometria, etc.) e destacamos o dispositivo cujo melhor resultado é apresentado no gráfico 1 e tabela 2.



Esquema 1



Esquema 2

Figura 4 – Esquemas utilizados para os Dispositivos

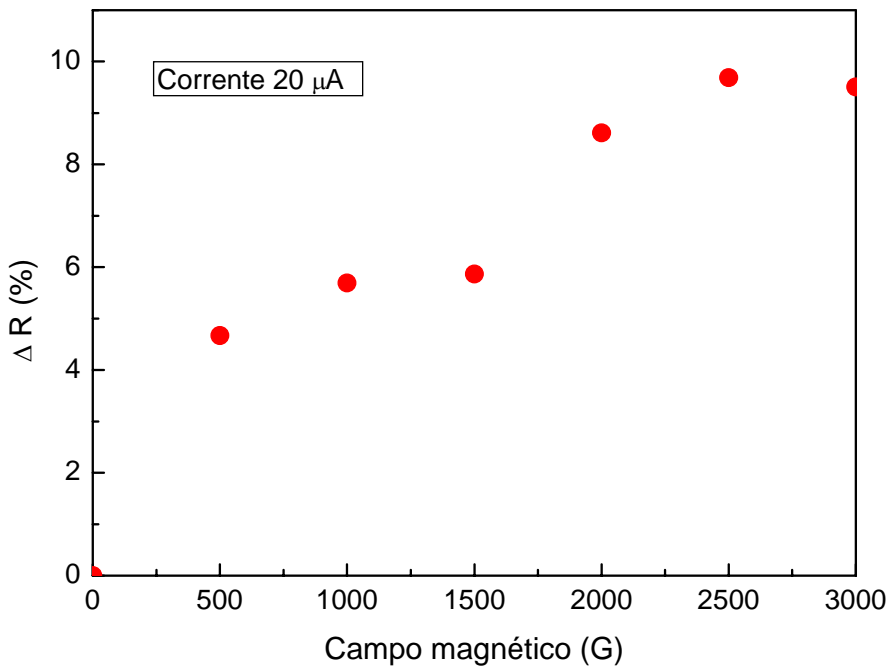


Gráfico 1: Variação da Resistência X Campo Magnético

Corrente 20 $\mu$ A		
Campo (G)	Resistência (M $\Omega$ )	$\Delta R$ (%)
0	24,16021	0
500	22,59287	4,67164
1000	22,9474	5,69008
1500	22,74313	5,86534
2000	22,07989	8,61053
2500	21,81889	9,69082
3000	21,86251	9,51028

**Tabela 2: Dados experimentais a Corrente Controlada**

### Conclusões

Filmes de FeBSi foram produzidos com diferentes conjuntos de parâmetros. No entanto, com o equipamento disponível, a produção desses filmes com espessura da ordem de 1  $\mu$ m não foi alcançada. Esta condição limita a observação da propriedade de magnetoimpedância gigante nestes filmes.

Entretanto, tendo em vista o objetivo de produzir sensores opto-magnéticos orgânicos, foi iniciada a investigação da magnetoresistência gigante (MR) em filmes finos orgânicos, em particular em Alq<sub>3</sub>. A pesquisa encontra-se no estágio de otimização dos parâmetros necessários à construção do dispositivo (espessura, geometria, etc.) e coleta de dados, contudo podemos destacar um bom resultado, obtido ainda nesta fase inicial, que nos faz perceber que o aprofundamento da pesquisa renderá bons resultados.

Além disso, a minha participação efetiva nas atividades laboratoriais está sendo muito importante para a realização de trabalhos em artigos e participação em conferências nacionais e internacionais.

### Referências

- [1] - Philip D. Rack , Paul H. Holloway, *Materials Science* , 171-219, 1998.
- [2] - C.W. Tang, S.A. VanSlyke, *Appl. Phys. Lett.* 51 (1987) 913
- [3] - W.G. Quirino, C. Legnani, P.P. Lima, S. A. Junior, O L. Malta, M. Cremona, *Thin Solid Films*, 23-27, 494, 2005.
- [4] - Yong Zhou, J. Yu, Xiaolin Zhao, B. Cai, *Journal of Applied Physics*, vol. 89, number 3, 2001.
- [5] - G. Veeraraghavan, Tho Duc Nguyen, Y. Sheng, O. Mermer, M. Wohlgenannt, *Advances in Science and Technology*, vol. 52, 53-61, 2006.