

PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS DE ÓXIDO DE ÍNDIO DOPADO COM ESTANHO (ITO) PARA APLICAÇÕES EM OPTOELETRÔNICA MOLECULAR

Aluno: Denis Lage Ferreira da Silva

Orientador: Marco Cremona

Introdução

Os dispositivos orgânicos emissores de luz (OLEDs) estão se apresentando como uma área promissora no campo da iluminação e dos “displays”. Estes dispositivos podem ser em camada única ou em heteroestruturas, como mostrado na figura 1. Eles baseiam-se em moléculas orgânicas de diversos tipos, mas o composto mais estudado é o tris (8-hydroxy) quinoline-aluminum (Alq3), que é uma molécula orgânica conjugada com baixo peso molecular. Para o funcionamento destes dispositivos, é fundamental o desenvolvimento de substratos transparentes condutores que em geral pode ser vidro recoberto por um filme fino de óxido de índio dopado com estanho (ITO) cuja célula unitária esta mostrada na figura 2.

Neste trabalho investigamos a produção, o desenvolvimento e a caracterização de filmes finos de ITO para a fabricação de OLEDs para diferentes aplicações, com ênfase nas áreas de nanotecnologia e optoeletrônica. Foi realizado um trabalho sistemático a fim de determinar os melhores parâmetros de deposição. Para produzir os filmes finos de ITO, foi utilizada a técnica de pulverização catódica com radiofrequência assistida por campo magnético constante (*rf magnetron sputtering*), cujo esquema esta representado nas figuras 3 e 4. A técnica de pulverização catódica envolve o transporte de átomos ou moléculas ejetados de uma fonte (alvo) para um substrato. A ejeção ocorre por meio do bombardeamento iônico da superfície do alvo.

Antes de iniciar o processo de deposição, a câmara é evacuada permanecendo com pressão baixa (10^{-6} torr), durante várias horas para eliminar gases residuais. Em seguida um gás nobre (argônio) é injetado na câmara com pressão da ordem de 10^{-3} torr, formando uma atmosfera inerte. Uma diferença de potencial alta é então aplicada entre os suportes do substrato e do alvo que contém a matéria-prima a ser pulverizada, ionizando o gás na região e formando um plasma. Os íons do plasma são acelerados pela diferença de potencial adquirindo energia suficiente para erodir o material do alvo ejetando os átomos ou moléculas que são acelerados pelo campo elétrico em direção ao substrato. O processo pode empregar vários alvos, possibilitando assim depositar um filme de certo material sobre outro diferente, sucessivamente, formando uma multicamada. Os sistemas atuais de pulverização catódica utilizam ímãs permanentes para criar um campo magnético que serve para confinar o plasma na região do alvo, aumentando a eficiência do processo (*magnetron sputtering*). A alta tensão pode ser *dc*, utilizada para pulverizar metais, ou *rf*, mais adequada para materiais isolantes.

Em adição aos trabalhos realizados com os filmes finos de ITO, foi conduzido um estudo sobre a deposição de filmes finos de sílica (SiO_2) com o objetivo de encapsular os dispositivos realizados e melhorar a superfície dos substratos de vidro e de polietileno tereftalato (PET) para melhorar a aderência dos filmes de ITO.

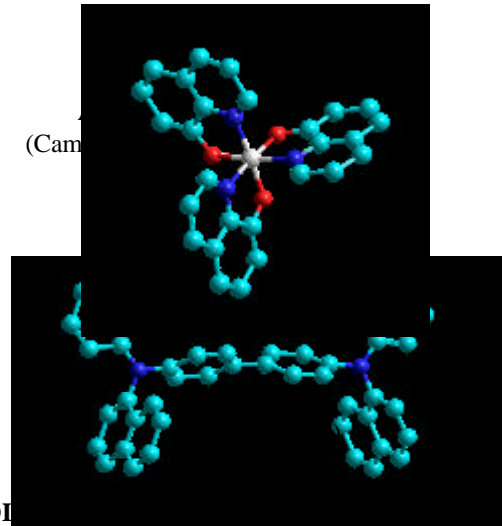
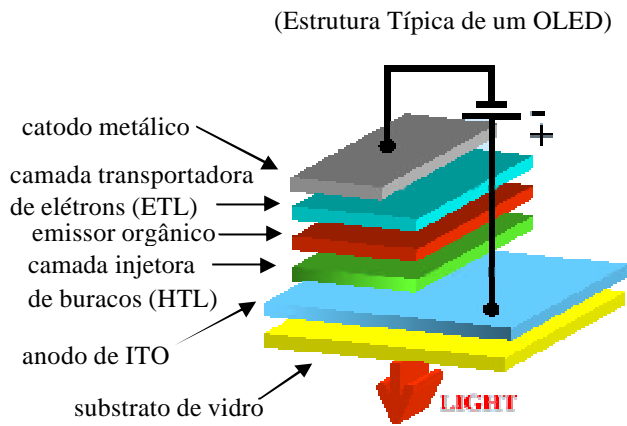


Figura 1 – Exemplo esquemático de um OLED

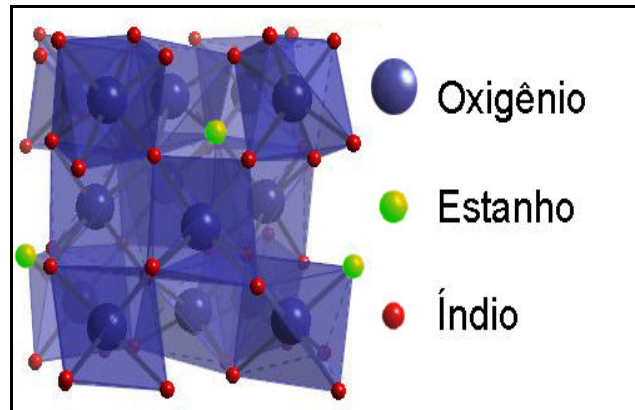
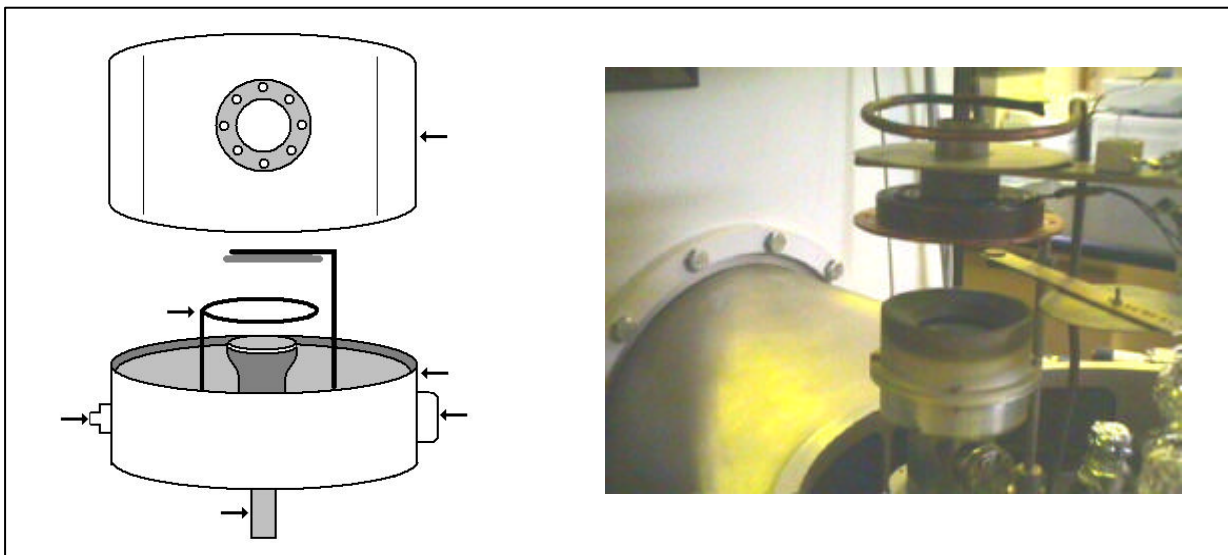


Figura 2 – Célula unitária de ITO



Figuras 2 e 3 – Esquema de sistema de *rf sputtering* – 1 – Campânula; 2 – Saída para bomba vácuo; 3 – Chuveirinho; 4 – Porta-substrato; 5 – Canhão de plasma; 6 – Alvo; 7 –

Objetivos

Estudar a produção e caracterização de filmes finos de ITO para fabricação de dispositivos orgânicos eletroluminescentes não poliméricos (OLEDs). Encontrar os parâmetros ideais para deposição de filmes finos de ITO. Estudar a utilização de filmes finos de sílica com objetivo de melhorar a superfície dos substratos de vidro e PET além da utilização destes filmes para encapsulamento dos dispositivos. Estudar a possibilidade de substituir o catodo metálico de Alumínio por um catodo de ITO transparente.

Metodologia

Em trabalho anterior foi conduzido um estudo a fim de determinar os melhores parâmetros para deposição de filmes finos de sílica em substratos de vidro, silício e PET. A melhor condição encontrada para essas deposições foi:

Potência	Tempo	Pressão de Ar
50 W	20 min	$7,6 \times 10^{-4}$ torr

Em seguida foi feito um trabalho sistemático a fim de determinar as melhores condições para deposição de filmes finos de ITO com as melhores características de resistência de folha e de transmitância. A condição ideal encontrada para produzir os filmes finos de ITO foi:

Potência	Tempo	Pressão de Ar	Espessura	R?
20 W	40 min	$1,4 \times 10^{-3}$ torr	1500 ?	25,25 O/?

O domínio das deposições de sílica em diversos substratos nos permitiu melhorar a superfície de substratos de PET possibilitando a produção do primeiro OLED flexível (Figura 5).

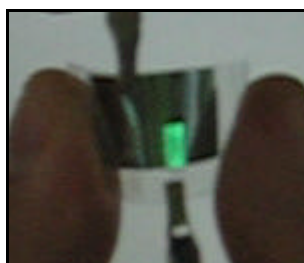


Figura 5 – OLED flexível

Durante o ultimo ano, a bomba turbomolecular Turbovac 1000 da Univex 450 onde está instalado o sistema de Sputtering entrou em processo de manutenção durante um período de 5 meses (de 06/10/2005 até 07/03/2006). Durante esse período, auxiliei o Grupo em outras atividades laboratoriais, entre elas:

- Deposições de filmes orgânicos utilizando a técnica de evaporação resistiva, bem como a caracterização dos filmes do ponto de vista da espessura utilizando um perfilômetro disponível no LabSEM da PUC-Rio.
- Apoio ao aluno Rafael José Pacca Brazil Sadok de Sá no desenvolvimento de um circuito eletrônico para controle de um display alfanumérico baseado em OLEDs.

Em março de 2006, foi realizada uma seqüência de testes para verificar o funcionamento da bomba turbomolecular. Foram repetidas algumas deposições utilizando os parâmetros otimizados para deposição de filmes finos de ITO e verificou-se que os resultados obtidos estavam condizentes com os resultados previamente encontrados.

Depois, foi realizado um teste a fim de verificar a possibilidade de substituir o contato de alumínio de um OLED por um contato de ITO transparente. O objetivo deste teste é conseguir realizar uma deposição de ITO através de Sputtering sobre um dispositivo orgânico sem degradá-lo. Resultados preliminares mostraram que a deposição de ITO sobre o dispositivo causava um curto-circuito, criando a necessidade de depositar uma camada muito fina (aprox. 50 Å) de Al sobre o OLED a fim de diminuir a degradação causada pelo processo de Sputtering. Os dispositivos com Al não apresentaram mais o curto-circuito, porém apresentavam uma resistência muito alta, o que impediu que o OLED funcionasse como esperado. Em trabalho futuro, pretendo estudar mais a fundo as deposições de ITO sobre um dispositivo.

Juntamente com as atividades descritas acima, auxiliiei o grupo na pesquisa e desenvolvimento de um sensor de hidrogênio baseado em fibra óptica. O sensor é constituído de uma fibra óptica monomodo padrão com seu diâmetro estreitado pela técnica da chama caminhante, recoberto com um filme fino de Paládio [1]. As deposições de Paládio foram feitas utilizando a técnica de Electron Beam que consiste em direcionar um feixe de elétrons sobre o material a ser depositado, permitindo a deposição de matérias que apresentam ponto de fusão mais alto e taxas de deposição maiores. O sensor foi fixado em um suporte para fibra óptica que permitia à fibra ser girada após a deposição, com o intuito de obter uma superfície uniforme em torno da fibra.

É importante lembrar que além das deposições, foram realizadas diversas atividades laboratoriais relacionadas com as pesquisas em desenvolvimento no Grupo. Com este intuito realizei medidas de espessuras de compostos orgânicos para melhorar os dispositivos produzidos bem como a otimização da limpeza dos substratos tanto para as deposições de ITO e sílica com para a produção de OLEDs. Este processo é muito importante para melhorar a aderência dos filmes bem como a apresentação dos dispositivos finalizados. O processo de limpeza consiste primeiramente em limpar os substratos com acetona com o objetivo de retirar resíduos de cola e marcações feitas nos substratos. Depois, os mesmos são limpos com éter de petróleo para retirar toda a gordura existente. Nestas duas etapas, deve-se utilizar luvas para evitar o contato direto com os substratos, e a partir dessa etapa, é altamente recomendável o uso de pinças para manuseá-los. Após a limpeza inicial, os substratos devem permanecer em um béquer contendo uma solução de *água deionizada* + *ISODERT Neutro* (*detergente*) na proporção 9:1 por 24h e após a solução deve ser fervida por 10 min. Depois de fervidos, os substratos devem ser transferidos para um béquer contendo *água deionizada* retirando todo o excesso de sabão. Os substratos devem ser fervidos e a água deve ser trocada até que todo o sabão tenha sido retirado. Finalmente, os substratos devem ser transferidos para um béquer contendo acetona e levados ao ultrassom por 10 min e depois transferidos para um béquer com *álcool isopropílico* por mais 10 min para serem utilizados.

Conclusões

Através das deposições realizadas, pudemos entender a influência da presença de oxigênio nos filmes finos de ITO, e assim encontrar os parâmetros ideais para deposição desses filmes. Notou-se que a presença de oxigênio aumentou muito a resistência de folha (Res. Folha) dos filmes sem nenhum aumento considerável da transmitância, não justificando assim a necessidade do uso de oxigênio nas deposições. A condição ideal encontrada para produzir os filmes finos de ITO foi:

Potência	Tempo	Pressão de Ar	Espessura	R?
20 W	40 min	$1,4 \times 10^{-3}$ torr	1500 ?	25,25 O/?

Pôde-se perceber também que os filmes de sílica melhoraram a superfície dos substratos de vidro e PET o que nos permitiu produzir filmes de ITO com uma boa aderência. A melhor condição encontrada para essas deposições foi:

Potência	Tempo	Pressão de Ar
50 W	20 min	$7,6 \times 10^{-4}$ torr

Referências

1 – A. S. PATERNO, H. J. KALINOWSKI, C. LEGNANI AND M. CREMONA, *‘Highly Sensitive Tapered Fiber-Optic Sensor to Detect Gaseous Hydrogen in Low Concentrations and The Proposal to Use It as a Hydrogen Embrittlement Detector’*, Rio Oil & Gas Expo and Conference 2006, IBP1158_06, 2006.