



Sociedade Portuguesa de Química
Delegação do Porto



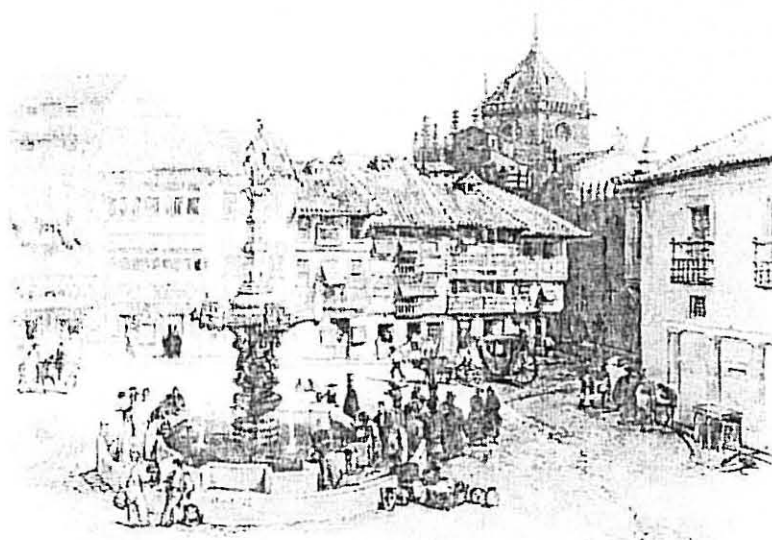
Colegio Oficial de Químicos de Galicia



Asociación Nacional de Químicos
ANQUE de Galicia

XIV ENCONTRO

LUSO-GALEGO DE QUÍMICA



LIVRO DE RESUMOS

Universidade do Minho
Campus de Gualtar, Braga
22 a 24 de Novembro de 2000

$[\text{Ir}(\mu\text{-SC}(\text{CH}_3)_3)(\text{CO})_2]_2$: UM NOVO PRECURSOR DE IRÍDIO PARA A PRODUÇÃO DE FILMES POR OMCVD SOBRE SUBSTRATOS DE GRAFITE

Gomes H.T.¹, Faria J.L.¹, Figueiredo J.L.¹, Feurer R.², Kalek Ph.³, Serp Ph.³

1. Laboratório de Catálise e Materiais, FEUP, Rua dos Bragas, 4050-123 Porto, Portugal
2. CIRIMAT Equipe des Matériaux et Couches Minces, ENSCT, 118 Rte de Narbonne, 31077 Toulouse Cdx
3. Laboratoire de Catalyse, Chimie Fine et Polymères, ENSCT, 118 Rte de Narbonne, 31077 Toulouse Cdx

As deposições de metais nobres, especialmente Pt, Pd, Rh e Ir, obtidas por Deposição Química em Fase Vapor (CVD) sobre o suporte adequado são muito interessantes, devido à baixa resistividade e elevada estabilidade térmica dos materiais resultantes. A aplicação principal desta técnica está na microelectrónica, onde estes metais podem substituir o ouro em ligações e contactos; outras aplicações potenciais incluem a produção de revestimentos de protecção, sensores de gás e catalisadores. Entre os metais nobres citados, o Irídio não tem sido muito estudado, sendo por isso reduzido o número de precursores deste metal com características adequadas à CVD (volátil, de fácil síntese, termicamente estável durante a fase de transporte em fase gasosa, elevada pureza após decomposição e não tóxico). Neste trabalho, é descrito um novo processo de síntese do complexo $[\text{Ir}(\mu\text{-SC}(\text{CH}_3)_3)(\text{CO})_2]_2$ e são apresentados os resultados preliminares para o seu uso como precursor de CVD sobre substratos planos de grafite.

Começando do sal IrI_2 , produz-se o anião $[\text{IrI}_2(\text{CO})_2]^-$ após refluxo durante 15 h de uma solução contendo 200 mL de DMF, 2 g do sal, 0.1 mL de água e com CO a borbulhar vigorosamente. Durante este período, a cor da solução passou de castanho para amarelo, indicativo da presença do anião desejado. Removem-se por filtração alguns vestígios de precipitado preto formado concomitantemente. De seguida, procede-se à concentração da solução sob vácuo a 110°C até um volume final de 5 mL, após a qual se adiciona 1 mL de 2-metil-2-propanotiol em atmosfera de azoto à temperatura ambiente, deixando-se a solução resultante em agitação durante 90 min. Por adição de 300 mL de água à temperatura ambiente em atmosfera de azoto, obtém-se o precipitado castanho escuro do complexo desejado. Depois de filtrar e secar este complexo sob vácuo, o rendimento calculado é de 60%.

O complexo, estável ao ar e à humidade, foi caracterizado por NMR de ^1H e ^{13}C , FTIR e MS. A estabilidade térmica do precursor foi investigada por análises termogravimétricas acopladas com espectrometria de massa (TGA/DTA/MS) até 1000°C. As análises de TGA conduzidas em atmosfera de H_2 mostram uma perda de massa

adicional de 12% quando comparado com as análises TGA conduzidas em atmosfera de He (53% e 65% da massa inicial, respectivamente). Por análise EDS aos resíduos obtidos sob atmosfera de He e H₂, verifica-se a existência de uma contribuição significativa de enxofre na amostra obtida em atmosfera de He, enquanto a amostra obtida em atmosfera de H₂ se encontra isenta de enxofre. Com o objectivo de produzir filmes de irídio isentos de enxofre, realizaram-se experiências de CVD usando H₂ como gás reactivo num reactor de CVD horizontal, com temperaturas a variar entre 150 e 450°C, sobre substratos planos de grafite oxidados com HNO₃. A oxidação química efectuada permite criar grupos ácido carboxílico à superfície do substrato que vão actuar como centros activos para a deposição do metal. O precursor de irídio é sublimado a 120°C sob pressão reduzida (10 Torr) durante uma hora num fluxo de He (50 mL/min) como gás de arraste. H₂ (50 mL/min) foi introduzido como gás reactivo na zona de decomposição, perto do substrato. Obteve-se assim filmes de irídio que foram analisados por EDS com o objectivo de observar a influência da temperatura na pureza dos depósitos obtidos (Figura 1).

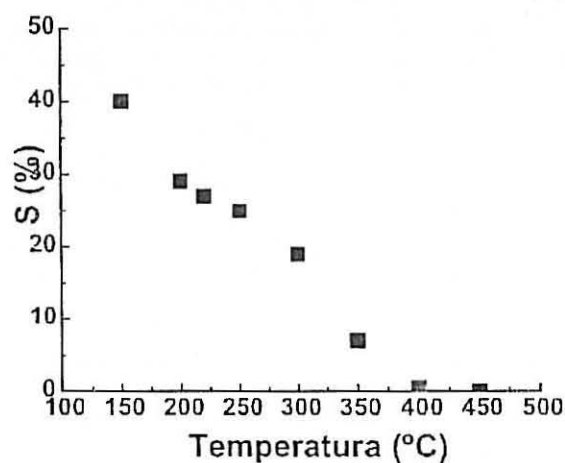


Figura 1 – Influência da temperatura no teor de enxofre (% atômica) nos depósitos.

A 400°C, a contaminação de enxofre foi eliminada. Com o objectivo de baixar esta temperatura, utilizou-se a platina para assistir a decomposição do precursor. No entanto esta estratégia produz apenas ligeiras melhorias na eficiência de decomposição do complexo, limitando por enquanto a aplicação prática desta técnica.