

ESTRUTURAS BASEADAS EM MATERIAIS AVANÇADOS PARA DESENVOLVIMENTOS DE NOVOS DISPOSITIVOS E APLICAÇÕESPedro V. C. Ferrari (IC)¹, Marcelos L. Peres (PQ)¹¹Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI)**Palavras-chave:** Efeito de persistente. Cerâmica semicondutora. Efeito hall. Moagem planetária. Resposta espectral.**Introdução**

Foram produzidas cerâmicas de óxido de zinco (ZnO) de 1,85 de espessura mm para investigar seu comportamento fotocondutivo, focando na fotocondutividade persistente (PPC). Este efeito, associado a defeitos estruturais como vacâncias de oxigênio, limita a aplicação do ZnO, um semicondutor de banda larga (3,37 eV) com alta sensibilidade ao UV. O trabalho investigou sistematicamente a influência de parâmetros de processamento — como rotação e atmosfera de sinterização — na resposta fotocondutiva das cerâmicas sob iluminação de LEDs em diferentes comprimentos de onda (UV, IR e RGB). As medições elétricas, realizadas à temperatura ambiente e complementadas por efeito Hall, demonstram que a manipulação dos parâmetros de síntese é uma estratégia eficaz para modular a intensidade da foto resposta, o tempo de relaxação e a seletividade espectral do material, oferecendo um caminho direto para a engenharia de sensores de ZnO com propriedades otimizadas.

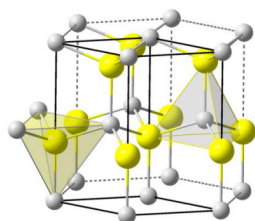
Metodologia

Figura 1 – Estrutura hexagonal wurtzita, pertencente ao grupo espacial P63mc. Esferas amarelas correspondem aos átomos de Zn e esferas cinzas pequenas os átomos de O.

As cerâmicas de ZnO foram preparadas a partir de pó comercial de óxido de zinco (Alfa Aesar, 99,99%

de pureza). As misturas foram submetidas a moagem mecânica em um moinho de esferas planetário PM 100 (Retsch), com rotações de 0, 400 e 500 rpm, durante 4 horas. A razão massa esferas:pó foi mantida em 13:1, utilizando jarros de aço inoxidável e esferas de carbetto de tungstênio, capazes de fornecer alta energia ao sistema por fricção e impacto. Esse processo promove a homogeneização dos grãos, a possível incorporação de dopantes indesejados por contaminação metálica, e a redução do tamanho médio das partículas, aumentando a área superficial e reatividade do material. Após a moagem, os pós foram prensados uniaxialmente sob pressão de 200 MPa (2,7 toneladas) para formar pastilhas cilíndricas. As amostras foram então sinterizadas a 1200 °C por 4 horas em um forno tubular elétrico sob fluxo contínuo de oxigênio (1,5 L/min). Uma das amostras, denominada *precursor*, foi prensada diretamente sem passar por moagem nem tratamento térmico ou atmosférico, a fim de servir como referência estrutural e elétrica.

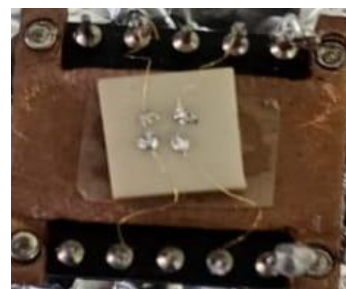


Figura 2 - Amostra de ZnO com método *Van der Pauw*.

As medidas de fotocondutividade foram realizadas no Laboratório de Caracterização Eletro-óptica da Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI), com aplicação de corrente contínua fornecida por uma fonte Keithley modelo 237. A tensão foi monitorada por um multímetro Keithley 2001, enquanto o chaveamento dos contatos elétricos e controle do sistema de medição foi feito por meio de uma matriz

“Do conhecimento acadêmico à transformação sustentável: inovação com validação científica”

Keithley modelo 7001 com cartão de efeito Hall integrado.



Figura 3 - Laboratório de Caracterização Eletro-óptica de Materiais Semicondutores.

As amostras foram excitadas por LEDs com emissão nos comprimentos de onda UV, infravermelho (IR) e RGB, posicionados de forma a irradiar diretamente a superfície cerâmica. O controle térmico foi realizado com um controlador de temperatura Scientific Instruments modelo 9650, embora todas as medições tenham sido realizadas em temperatura ambiente. A aquisição dos dados foi realizada com um programa desenvolvido em **LabView**, que permite configurar parâmetros como corrente aplicada, espessura da amostra e tempo entre os pontos medidos. O sistema permitiu analisar tanto o crescimento da fotocorrente sob iluminação quanto o relaxamento da condutividade após o desligamento da fonte luminosa, possibilitando a avaliação do efeito PPC. As propriedades elétricas das amostras foram complementadas por medições de efeito Hall, realizadas com o sistema Keithley 80A, utilizando instrumentos com interface paralela padrão IEEE-488. Este sistema permitiu a determinação da concentração e tipo de portadores majoritários, bem como a mobilidade, possibilitando a correlação entre os parâmetros estruturais e as respostas elétricas das cerâmicas.

Resultados e discussão

A **Figura 4** apresenta o efeito de fotocondutividade para a amostra de ZnO preparada sem rotação (0 rpm), submetida a tratamento térmico e prensagem. A amostra em análise se destaca por exibir a menor incidência de ruído. A hipótese levantada é que a ausência de rotação durante a síntese preservou uma porosidade que

resultou em uma morfologia superficial propícia à formação de contatos ôhmicos mais homogêneos e de qualidade superior.

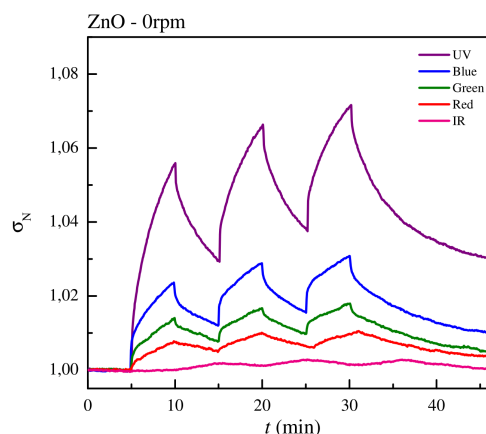


Figura 4 - Condutividade normalizada em função do tempo.

Observa-se um aumento sistemático na magnitude da foto resposta com o incremento da energia da radiação incidente, do infravermelho ao ultravioleta. A cinética da fotocorrente revela uma resposta inicial, tanto na ativação quanto na desativação da iluminação, seguida por um processo de relaxação lento e de natureza quadrática. A taxa de decaimento da condutividade após a cessação da iluminação é um parâmetro crucial. Verifica-se que o tempo de relaxação é significativamente maior para comprimentos de onda mais longos (do infravermelho ao vermelho). Este comportamento é característico do efeito de Fotocondutividade Persistente (PPC), sugerindo a presença de estados de aprisionamento de longa duração, cuja influência é mais acentuada sob excitação de menor energia.

A **Figura 5** representa a amplitude de pico em função do comprimento de onda da luz incidente, evidenciando uma relação inversa com a fotocondutividade. Nota-se uma dispersão acentuada nos pontos relativos às luzes azul, verde e vermelha em contraste com a maior aderência à

tendência linear dos pontos de UV e IR.

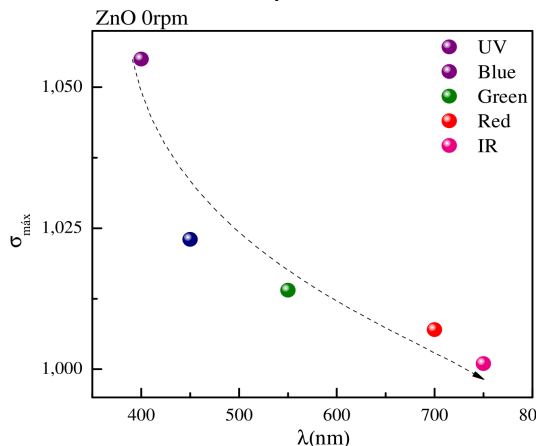


Figura 5 - Condutividade pelo comprimento de onda.

O desvio observado para o azul e o verde na amostra de 0 rpm sugere a exceção à tendência da linha pontilhada, o que aponta possíveis interações.

As Figura 6 e 7 permitem observar que a condutividade subiu mais ainda, e que os ruídos para maiores comprimentos de onda foram mais intensos, além disso, o padrão de espaçamento entre um pico e outro se altera, se tornando irregular, em contrapartida, a linearidade do gráfico da Figura 7 se torna o mais perto da linearidade dentre todos apresentados anteriormente.

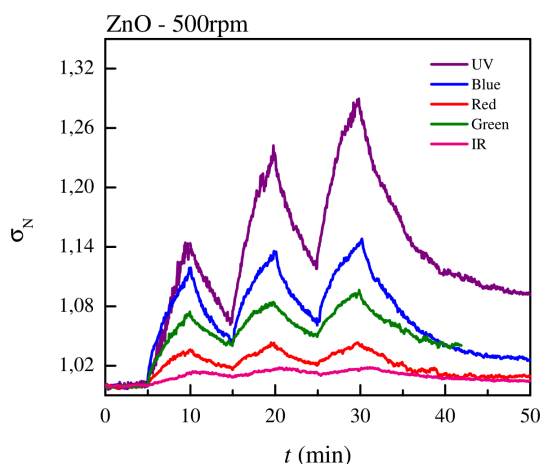


Figura 6 - Condutividade pelo tempo.

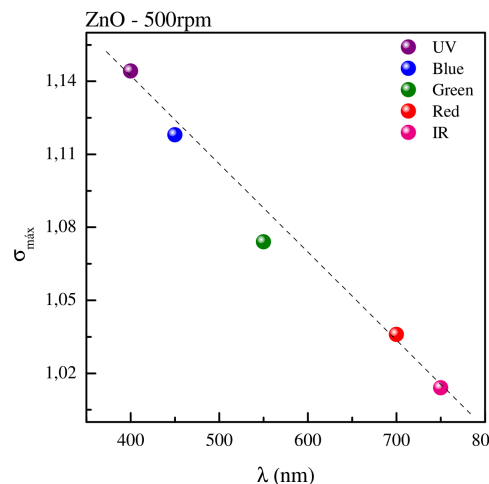


Figura 7 - Condutividade pelo comprimento de onda.

A Figura 8 representa a análise integrada da fotorresposta dos filmes de Óxido de Zinco (ZnO), sintetizados a 0, 400 e 500 rpm, revela uma evolução sistemática das propriedades optoeletrônicas do material em função das condições de deposição. A combinação de uma elevada temperatura de síntese (1200°C) com a rotação do substrato demonstra ser um método eficaz de **engenharia de defeitos**, permitindo sintonizar tanto a magnitude quanto a sensibilidade espectral do filme.

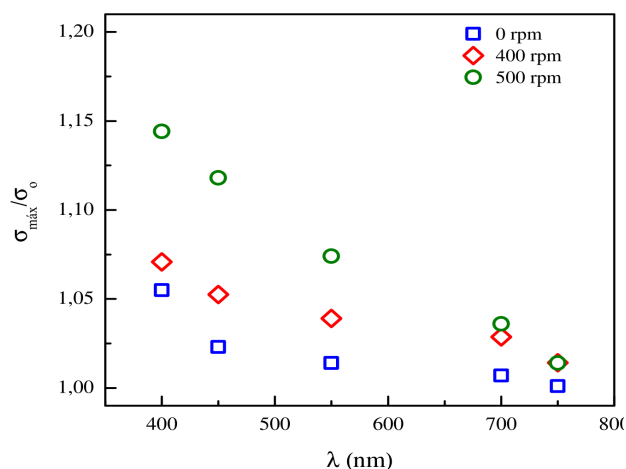


Figura 8 - Condutividade pelo comprimento de onda.

“Do conhecimento acadêmico à transformação sustentável: inovação com validação científica”

Observa-se uma tendência clara e consistente, o aumento da velocidade de rotação (de 0 para 400 e 500 rpm) resulta num incremento significativo da amplitude da fotorresposta em toda a gama espectral investigada, do ultravioleta (UV) ao verde, no infravermelho (IR) praticamente não há incremento. Este comportamento pode ser atribuído a uma melhoria substancial na qualidade microestrutural do filme como observado anteriormente. A rotação promove uma deposição mais uniforme, resultando em filmes mais densos, com uma granulometria mais refinada e homogênea. Uma estrutura de grãos otimizada melhora a eficiência do transporte de carga através dos contornos de grão, que atuam como barreiras de potencial, permitindo que um maior número de portadores foto excitados contribua para a corrente medida.

A **Figura 9** estabelece uma correlação fundamental e, à primeira vista, contraintuitiva: uma relação de proporcionalidade inversa entre a concentração total de portadores de carga sob iluminação e a amplitude da fotocondutividade, ambas em função da velocidade de rotação (RPM) da síntese. Este resultado experimental não só confirma as observações anteriores, como também fornece uma validação quantitativa robusta dos mecanismos físicos que governam a fotorresposta no ZnO.

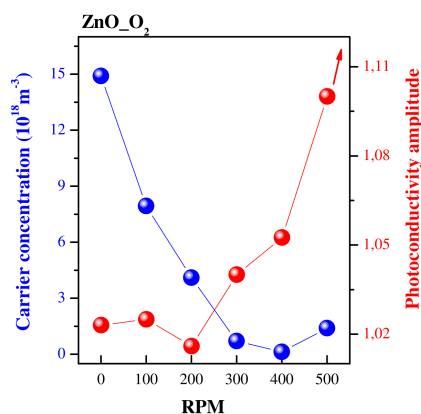


Figura 9 - Concentração de portadores e amplitude da fotocondutividade em função do tempo.

Conclusões

1. A dependência da amplitude de resposta da fotocondutividade em função do comprimento de onda apresenta comportamento sublinear em 0 rpm e torna-se linear em 500 rpm;
2. Para iluminação de UV, a maior amplitude de fotorresposta é da amostra de 500 rpm e menor para a de 0 rpm
3. Para iluminação IR, as amplitudes são praticamente as mesmas para todas as amostras
4. O efeito de rotação é maior na faixa de baixos comprimentos de onda.

Agradecimentos

Agradeço ao meu orientador Marcelos, ao CNPq, a UNIFEI e minha família por me apoiarem neste desenvolvimento.

Referências

- GU, Y. *et al.* Structure and photoresponse characteristics of ZnO thin films grown at high oxygen partial pressure. **Journal of Crystal Growth**, v. 308, p. 1-4, 2007.
- MURPHY, T. E.; MOAZZAMI, K.; PHILLIPS, J. D. Trap-Related Photoconductivity in ZnO Epilayers. **Journal of Electronic Materials**, v. 35, n. 4, p. 543-549, 2006.
- CHO, S. G.; NAHM, T.-U.; KIM, E. K. Deep level states and negative photoconductivity in n-ZnO/p-Si hetero-junction diodes. **Current Applied Physics**, v. 14, p. 223-226, 2014.
- VILLEGAS, E. A. *et al.* Effects of Grain Size on the UV-Photoresponse of Zinc Oxide Thin Films Grown by Spray-Pyrolysis. **Physica Status Solidi A**, v. 215, n. 1800107, p. 1-6, 2018.
- LIAO, Z.-M. *et al.* Temperature dependence of photoconductivity and persistent photoconductivity of single ZnO nanowires. **Applied Physics A**, v. 95, p. 363-366, 2009.
- BAO, J. *et al.* Photoinduced oxygen release and persistent photoconductivity in ZnO nanowires. **Nanoscale Research Letters**, v. 6, n. 404, p. 1-7, 2011.