

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ - UNIFEI
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO
DE FILMES FINOS DE MoS_2 PARA
TERMOELETRICIDADE.

Joede dos Passos

Itajubá, 23 de julho de 2025

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ - UNIFEI
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Joede dos Passos

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO
DE FILMES FINOS DE MOS₂ PARA
TERMOELETRICIDADE.

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais.

Área de Concentração: Microeletrônica

Orientador: Prof. Dr. Orientador Rero Marques Rubinger

Coorientador: Prof. Dr. Adhimar Flávio Oliveira

23 de julho de 2025

Itajubá

UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ - UNIFEI
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO
DE FILMES FINOS DE MOS_2 PARA
TERMOELETRICIDADE.

Joede dos Passos

Dissertação aprovada por banca examinadora em
00 de Novembro de 2025, conferindo ao autor o
título de **Mestre em Ciências em Engenharia
Elétrica.**

Banca Examinadora:

Prof. Dra. Caroline Piedade Felix

Prof. Dr. Vander Alkmin Dos Santos Ribeiro

Itajubá
2025

Joede dos Passos

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS DE MOS₂
PARA TERMOELETRICIDADE/ Joede dos Passos. – Itajubá, 23 de julho de
2025-

62 p. : il. (algumas color.) ; 30 cm.

Orientador: Prof. Dr. Orientador Rero Marques Rubinger

Dissertação (Mestrado)

Universidade Federal de Itajubá - UNIFEI

Programa de pós-graduação em CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS,
23 de julho de 2025.

1. Palavra-chave1. 2. Palavra-chave2. I. Orientador. II. Universidade xxx. III.
Faculdade de xxx. IV. Título

CDU 07:181:009.3

Joede dos Passos

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES FINOS DE MOS_2 PARA TERMOÉLETRICIDADE

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais como parte dos requisitos para obtenção do Título de Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais.

Trabalho aprovado. Itajubá, 00 de Novembro de 2025:

**Prof. Dr. Orientador Rero Marques
Rubinger**
Orientador

Prof. Dr. Adhimar Flávio Oliveira
Coorientador

Prof. Dra. Caroline Piedade Felix

**Prof. Dr. Vander Alkmin Dos Santos
Ribeiro**

Itajubá
23 de julho de 2025

Agradecimentos

Expresso minha eterna gratidão a Jesus, meu Senhor e Salvador, meu único Deus. Foi Ele quem me concedeu forças para trilhar este caminho, especialmente nos momentos mais difíceis, sempre me sustentando e renovando minha fé. Registro meu profundo reconhecimento aos meus orientadores: ao professor Rero Marques Rubinger, por ter me acolhido como orientando e me guiado com paciência e sabedoria; e ao professor Adhimar Flávio Oliveira, que esteve constantemente presente, sempre disponível para compartilhar sua vasta sabedoria. Sua ajuda foi fundamental para minha formação, e nossa amizade, fortalecida ao longo desses anos, é algo pelo qual sou imensamente grato. Aos meus colegas de mestrado, que caminharam ao meu lado durante essa jornada, dividindo momentos de alegria, angústia e conquistas: vocês foram parte essencial dessa história. Aos amigos e colegas que me apoiaram e incentivaram, meu sincero agradecimento. Cada palavra de encorajamento e cada gesto de apoio foram vitais para a realização deste sonho. Este trabalho contou com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES - Brasil).

"A Jesus e à minha família, por estarem sempre ao meu lado, acreditando no meu crescimento. Sem a ajuda e o apoio de vocês, nada seria possível."

Resumo

O objetivo desse trabalho é apresentar os resultados da síntese e caracterização de camadas bidimensionais de dissulfeto de molibdênio (MoS_2), obtidas por meio da técnica de Deposição Física de Vapor (PVD) em substratos de dióxido de silício (SiO_2), com o objetivo de avaliar seu potencial em aplicações termoeletrônicas. O MoS_2 é um material bidimensional com propriedades eletrônicas e térmicas promissoras, o que o torna um forte candidato para uso em dispositivos de conversão de energia. Três abordagens experimentais distintas foram adotadas para avaliar os efeitos de diferentes condições de síntese na qualidade do material obtido. No primeiro experimento, camadas finas de MoS_2 foram sintetizadas a partir do pó comercial de MoS_2 e uma atmosfera rica em enxofre S_2 , em um forno utilizado para PVD. No segundo, foi acrescentada a atmosfera H_2O , juntamente com S_2 para avaliar os efeitos dessa modificação no crescimento das camadas. No terceiro, a dopagem com prata, realizada no forno tubular, permitiu investigar os efeitos dessa modificação nas propriedades estruturais e vibracionais do material. As amostras foram caracterizadas por Microscopia Óptica (MO) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), utilizadas para avaliar a morfologia e a distribuição das camadas formadas. A Difração de Raios X (DRX) foi aplicada para identificação qualitativa da estrutura cristalina, enquanto a Espectroscopia Raman foi empregada para uma análise detalhada das propriedades vibracionais do MoS_2 , com destaque para os modos E_{2g}^1 e A_{1g} . Os resultados mostraram que a presença de H_2O durante a deposição favoreceu a formação de filmes com menor desordem estrutural e maior cristalinidade, evidenciada pela intensificação dos picos característicos nas análises de DRX e Raman. A dopagem com prata também influenciou as propriedades vibracionais, sugerindo alterações na estrutura eletrônica do material. Essas descobertas contribuem para a aplicação do MoS_2 em dispositivos eletrônicos e termoeletrônicos, demonstrando que modificações controladas nas condições de síntese podem melhorar significativamente sua qualidade estrutural e funcionalidade.

Palavras-chave: dissulfeto de molibdênio (MoS_2), Deposição Física de Vapor (PVD), dicalcogenetos de metais de transição (TMDs), geração termoeletrônica, cristais bidimensionais.

Abstract

The objective of this work is to present the results of the synthesis and characterization of two-dimensional molybdenum disulfide (MoS_2) layers, obtained through the Physical Vapor Deposition (PVD) technique on silicon dioxide (SiO_2) substrates, aiming to evaluate their potential in thermoelectric applications. MoS_2 is a two-dimensional material with promising electronic and thermal properties, making it a strong candidate for use in energy conversion devices.

Three distinct experimental approaches were adopted to assess the effects of different synthesis conditions on the quality of the obtained material. In the first experiment, thin MoS_2 layers were synthesized from commercial MoS_2 powder under a sulfur-rich S_2 atmosphere using a PVD furnace. In the second, an H_2O atmosphere was added along with S_2 to evaluate the effects of this modification on the layer growth. In the third, silver doping was performed in a tubular furnace to investigate its effects on the structural and vibrational properties of the material.

The samples were characterized by Optical Microscopy (OM) and Scanning Electron Microscopy (SEM), used to evaluate the morphology and distribution of the formed layers. X-ray Diffraction (XRD) was applied for qualitative identification of the crystalline structure, while Raman Spectroscopy was employed for a detailed analysis of the vibrational properties of MoS_2 , with emphasis on the E_{2g}^1 and A_{1g} modes.

The results showed that the presence of H_2O during deposition favored the formation of films with lower structural disorder and higher crystallinity, as evidenced by the enhancement of characteristic peaks in the XRD and Raman analyses. Silver doping also influenced the vibrational properties, suggesting changes in the material's electronic structure.

These findings contribute to the application of MoS_2 in electronic and thermoelectric devices, demonstrating that controlled modifications in the synthesis conditions can significantly improve its structural quality and functionality.

Keywords: molybdenum disulfide (MoS_2), Physical Vapor Deposition (PVD), transition metal dichalcogenides (TMDs), thermoelectric generation, two-dimensional crystals.

Lista de ilustrações

Figura 1 – Estrutura do MoS_2 .	21
Figura 2 – Estrutura de bandas do MoS_2 <i>bulk</i> (esquerda) e 2D (direita).	21
Figura 3 – Ilustração do fenômeno de difração em uma rede atômica cristalina.	23
Figura 4 – Croqui do arranjo experimental de um instrumento de DRX.	24
Figura 5 – Croqui do funcionamento do MEV	25
Figura 6 – Croqui do EDS.	27
Figura 7 – À esquerda, wafers de Si no Becker; à direita, o ultrassom.	28
Figura 8 – Forno FDG 3P-S com as amostras a 900°C .	29
Figura 9 – UV-VIS-NIR da Stellarnet e seus acessórios.	30
Figura 10 – Forno PVD.	30
Figura 11 – Microscopia eletrônica de varredura Superscan SSX-550 SEM-EDX (Shimadzu Corporation)	32
Figura 12 – Panalytical X'Pert Pro.	33
Figura 13 – Refletância do filme de SiO_2 .	34
Figura 14 – DRX das amostras J1 e J2	35
Figura 15 – DRX das amostras J3. As duas amostras foram crescidas com os mesmos parâmetros.	36
Figura 16 – Difratoograma de raios X (DRX) da amostra contendo MoS_2 , prata metálica (Ag) e nitrato de prata (AgNO_3), destacando os picos característicos das respectivas fases cristalinas(J4).	37
Figura 17 – Micrografia MEV com ampliação de 10kX da amostra J1	39
Figura 18 – Micrografia MEV com ampliação de 10kX da amostra J2	39
Figura 19 – Histogramas	41
Figura 20 – Tamanho dos grãos para J1	41
Figura 21 – Tamanho dos grãos para J2	42
Figura 22 – Micrografia MEV com ampliação de 5kX da amostra J3	42
Figura 23 – Micrografia MEV com ampliação de 5kX da amostra J3.	43
Figura 24 – Micrografia MEV da amostra J4, de MoS_2 dopada com prata, com ampliação de 10kX.	43
Figura 25 – Espectro do Raman para J1.	45
Figura 26 – Espectro do Raman para J2.	46
Figura 27 – (a) Histograma e (b) - (e) imagens da composição química obtidas por EDS da amostra J1.	47
Figura 28 – (a) Histograma e (b) -(f) imagens da composição química obtidas por EDS da amostra J2.	48

Figura 29 – (a) Histograma e (b) - (f) imagens da composição química obtidas por EDS da amostra J3.	49
Figura 30 – (a) Histograma e (b) - (f) imagens da composição química obtidas por EDS da amostra J4.	51
Figura 31 – Imagem de microscopia óptica da amostra dopada com prata (escala de 100 μm).	52
Figura 32 – Imagem de microscopia óptica da amostra dopada com prata (escala de 50 μm).	53
Figura 33 – Imagem de microscopia óptica da amostra dopada com prata (escala de 10 μm).	53

Sumário

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	Estado da Arte	16
2	REVISÃO TEÓRICA	18
2.1	Métodos de preparação de filmes finos	18
2.2	Propriedades do MoS₂	19
2.3	A morfologia de cristais de MoS₂ através da técnica de PVD	21
2.4	Dopagem de Filmes Finos de MoS₂ com Prata: Benefícios e Aplicações	22
2.5	Noções essenciais de caracterização	23
2.5.1	Difração de raios X (DRX)	23
2.5.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	25
2.5.3	Espectroscopia de energia Dispersiva (EDS)	26
2.5.4	Espectroscopia Raman	26
3	METODOLOGIA	28
3.1	Preparação das Amostras	28
3.2	Técnicas de caracterização	31
3.2.1	Espectroscopia no Ultravioleta-Visível (UV-Vis)	31
3.2.2	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	31
3.2.3	Espectroscopia de Dispersão de Energia de Raios-X (EDS)	31
3.2.4	Difração de Raios X (DRX)	32
3.3	Espectrometria Raman	33
3.4	Microscopia Óptica	33
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	34
4.1	Determinação da espessura do substrato	34
4.2	Análise DRX das amostras de MoS₂	34
4.3	Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)	38
4.4	Espectroscopia Raman	44
4.4.1	Espectroscopia de dispersão de energia	46
4.4.2	Análise morfológica por microscopia óptica da amostra J4	51
5	CONCLUSÕES	54
	REFERÊNCIAS	56

1 Introdução

O dissulfeto de molibdênio (MoS_2) é um material bidimensional com propriedades eletrônicas, ópticas e mecânicas únicas, o que o torna altamente promissor para aplicações em dispositivos de geração e conversão de energia [1–3]. Na forma *bulk* (3D), o MoS_2 possui um intervalo de energia (bandgap) indireto de aproximadamente 1,2 eV. Contudo, quando sua espessura é reduzida a poucas monocamadas, o material passa por uma transição para um intervalo de energia direto, com aumento do bandgap para cerca de 1,8 eV. Essa transição altera significativamente a estrutura de bandas e, por consequência, suas propriedades optoeletrônicas, sendo responsável, por exemplo, pela intensa emissão fotoluminescente observada em monocamadas de MoS_2 [4].

Além de seu desempenho eletrônico e óptico, o MoS_2 exhibe propriedades mecânicas notáveis, como elevada resistência à tração, alto módulo de elasticidade e flexibilidade em escala nanométrica, o que o torna um candidato ideal para dispositivos flexíveis e nanoestruturados. Estudos recentes também destacam sua capacidade de absorver radiação no infravermelho, possibilitando aplicações fototérmicas em biomedicina, incluindo terapias contra o câncer e liberação controlada de fármacos [5, 6].

Apesar dos avanços, ainda há lacunas relevantes na literatura quanto à compreensão dos efeitos de diferentes condições de síntese sobre as propriedades estruturais e vibracionais do MoS_2 , especialmente quando se utilizam técnicas como a Deposição Física de Vapor (PVD). A maioria dos estudos se concentra em métodos como deposição química de vapor (CVD) ou esfoliação mecânica, enquanto os efeitos de parâmetros específicos da rota PVD como a presença de vapor de água (H_2O) e a dopagem com metais como prata (Ag) — permanecem pouco investigados. Essas variáveis podem influenciar diretamente a formação de defeitos, a qualidade cristalina, o número de camadas e a morfologia dos filmes depositados, impactando suas propriedades eletrônicas e termoelétricas [7, 8].

A técnica de PVD apresenta vantagens para a síntese de filmes finos de MoS_2 , como maior controle sobre a taxa de deposição e possibilidade de trabalhar em ambientes modificados (com gases adicionais ou dopantes). No entanto, os mecanismos de crescimento envolvidos — como a nucleação de camadas, a migração superficial dos átomos e a formação de fases secundárias — ainda não estão completamente elucidados para o MoS_2 em condições específicas de dopagem ou coevaporação com água [9, 10].

Neste contexto, esta dissertação tem como objetivo investigar, de forma sistemática, como a presença de H_2O e a dopagem com prata afetam a estrutura cristalina, a morfologia e as propriedades vibracionais de filmes bidimensionais de MoS_2 obtidos via PVD. Ao abordar esses aspectos, busca-se contribuir para a otimização da síntese e fun-

cionalização do MoS₂, visando seu uso eficiente em dispositivos termoeletrônicos e outras aplicações avançadas.

Assim, esta pesquisa se insere em um espaço ainda pouco explorado na literatura, ao propor uma análise experimental detalhada do impacto de condições específicas de deposição sobre as propriedades estruturais do MoS₂. A partir dessa abordagem, pretende-se oferecer subsídios técnicos para o aprimoramento de rotas de síntese que favoreçam o controle da qualidade e funcionalidade de materiais bidimensionais.

1.1 Estado da Arte

Nas últimas décadas, o dissulfeto de molibdênio (MoS₂) tem atraído atenção significativa como candidato a material termoeletrônico, graças à sua estrutura lamelar, banda de energia sintonizável e propriedades eletrônicas promissoras. Diversas abordagens vêm sendo exploradas para incrementar sua performance termoeletrônica, incluindo dopagem, controle morfológico e ajustes nos parâmetros de síntese.

Filmes finos de MoS₂ depositados por CVD apresentaram orientação preferencial no plano basal (002), o que favorece a condução eletrônica paralela às camadas. Foi reportada uma condutividade elétrica de aproximadamente $1,2 \times 10^3$ S/m e fator de potência de $3,4 \mu\text{W}/(\text{cm}\cdot\text{K}^2)$ a 300 K, indicando desempenho termoeletrônico moderado. No entanto, a alta condutividade térmica limitava a eficiência global do material [11].

Em 2021, foi realizada a dopagem de filmes de MoS₂ com telúrio (Te), com o intuito de aumentar a densidade de portadores. Como resultado, observou-se um aumento do coeficiente de Seebeck de 150 para 220 $\mu\text{V}/\text{K}$ e melhora na condutividade elétrica, demonstrando que a dopagem é uma estratégia eficaz para elevar a performance termoeletrônica do MoS₂ [12].

Outra linha investigativa relevante é a influência do meio de deposição sobre a qualidade cristalina. A adição de vapor de água no processo de CVD promoveu uma cristalinidade superior — evidenciada pelo reforço do pico (002) na DRX — refletindo melhorias nas propriedades eletrônicas do filme [13].

No que toca à morfologia, filmes com estrutura lamelar contínua e orientada apresentam diminuição no espalhamento de fônons, resultando em condutividade térmica reduzida ($\kappa \approx 1,5$ W/m·K), um parâmetro crítico para maximizar a figura de mérito termoeletrônica (ZT). O controle de espessura e tamanho de grão é apontado como elemento-chave para otimização do ZT [14].

Estudos combinando caracterizações por Raman, XPS e AFM correlacionaram a espessura dos filmes com seu comportamento termoeletrônico. Filmes de 3 a 5 camadas atingem um equilíbrio eficaz entre condutividade elétrica e Seebeck, alcançando ZT su-

periores a 0,2 à temperatura ambiente — embora ainda abaixo dos padrões comerciais, esses valores são promissores para aplicações em microdispositivos termoelétricos [15].

Os estudos revisados mostram que o desempenho termoelétrico do MoS₂ está intimamente ligado à sua estrutura cristalina, pureza e engenharia de dopagem. Apesar dos valores de ZT ainda inferiores a materiais consolidados (como Bi₂Te₃), o MoS₂ oferece vantagens relevantes em aplicações em escala micro e nano, principalmente devido à sua compatibilidade com eletrônica flexível e integração com semicondutores.

Entretanto, faltam estudos sistemáticos focados na síntese via PVD, especialmente sobre os efeitos do vapor de água e da dopagem metálica (como Ag ou Te) no crescimento de filmes finos de MoS₂. É exatamente nesse vazio que o presente trabalho busca contribuir, oferecendo uma análise detalhada de como tais variáveis influenciam o desempenho termoelétrico final do material.

Objetivos

Objetivo Geral

Investigar o impacto de diferentes condições de síntese — incluindo a adição de H₂O e a dopagem com prata — na qualidade estrutural, morfológica e vibracional de filmes bidimensionais de MoS₂ obtidos por Deposição Física de Vapor (PVD), visando à sua aplicação em dispositivos termoelétricos.

Objetivos Específicos

1. Sintetizar cristais bidimensionais de MoS₂ em substratos de SiO₂ por meio da técnica de PVD, variando as condições de deposição.
2. Avaliar os efeitos da presença de vapor de H₂O durante o processo de deposição sobre a morfologia e cristalinidade dos filmes formados.
3. Analisar o impacto da dopagem com prata (Ag) nas propriedades estruturais e vibracionais do MoS₂.
4. Caracterizar as amostras obtidas por meio de técnicas como Microscopia Óptica (MO), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raios X (DRX) e Espectroscopia Raman.
5. Comparar os resultados obtidos nos diferentes experimentos, identificando as condições mais promissoras para o desenvolvimento de dispositivos termoelétricos baseados em MoS₂.

2 Revisão teórica

2.1 Métodos de preparação de filmes finos

O grafeno foi isolado pela primeira vez em 2004 por Andre Geim e Konstantin Novoselov, na Universidade de Manchester, utilizando o método de esfoliação. Esse avanço marcou o início das pesquisas sobre materiais bidimensionais [16, 17]. Apesar de suas excepcionais propriedades elétricas, ópticas, térmicas e mecânicas [18–22], a ausência de um gap de energia limita suas aplicações optoeletrônicas. Além disso, sua produção em larga escala ainda enfrenta desafios técnicos e econômicos.

A esfoliação em solvente, desenvolvida nos anos 1990, destacou-se como um método eficaz para obtenção de grafeno e outros materiais bidimensionais. Essa técnica envolve a separação de camadas de um sólido por dispersão em um solvente apropriado, permitindo a obtenção de filmes finos [18]. Suas vantagens incluem a preservação das propriedades intrínsecas do material, controle da morfologia e baixo custo em escala laboratorial [23]. No entanto, limitações como baixa escalabilidade, variação na qualidade das camadas e dependência de solventes restringem sua aplicação industrial [23].

A deposição física de vapor (PVD) tem ganhado destaque na produção de filmes bidimensionais de MoS_2 desde cerca de 2010, impulsionada pelos avanços no isolamento e estudo de materiais lamelares como os dicalcogenetos de metais de transição (TMDs) [24]. Essa técnica consiste na evaporação controlada dos elementos constituintes, seguida da condensação em um substrato, formando um filme fino e uniforme.

No caso do MoS_2 , a PVD permite um controle relativamente preciso do número de camadas depositadas, favorecendo a obtenção da fase 2H (semicondutora) desejada, com orientação preferencial no plano basal — características fundamentais para aplicações em dispositivos eletrônicos, sensores e sistemas termoelétricos [25].

Entre as principais vantagens da PVD destacam-se a alta pureza dos filmes obtidos, a compatibilidade com diversos tipos de substratos (incluindo SiO_2 e vidro), e o controle ajustável da espessura [25]. No entanto, alguns desafios persistem, como a necessidade de operar sob vácuo elevado, a taxa de deposição relativamente baixa e os possíveis efeitos de estresse térmico ou degradação em substratos sensíveis a altas temperaturas, como materiais poliméricos [25].

A litografia e gravação, utilizadas desde as décadas de 1970 e 1980 na fabricação de semicondutores, permitem a definição de padrões precisos em materiais bidimensionais. Essa abordagem viabiliza a miniaturização de dispositivos e oferece alta reprodutibilidade [26, 27]. No entanto, seu alto custo, complexidade e limitações físicas na escala nanométrica

podem restringir sua aplicação [28].

O sputtering catódico, introduzido entre as décadas de 1960 e 1970, envolve a ejeção de átomos de um alvo sólido por bombardeamento iônico, que são então depositados sobre um substrato [29]. Esse método permite alta taxa de deposição, controle preciso da espessura e compatibilidade com diversos materiais. Contudo, desafios como a obtenção de filmes uniformes em grandes áreas, contaminação por gases residuais e custo inicial elevado dos equipamentos ainda persistem [30].

A utilização de soluções químicas, como spin coating e dip coating, tornou-se relevante a partir da década de 2010 para a produção de filmes finos. Essas técnicas permitem a dispersão do MoS₂ em solventes adequados para posterior deposição em substratos [31]. Sua simplicidade e escalabilidade as tornam atraentes, mas o controle da uniformidade e da espessura das camadas continua sendo um desafio.

A deposição química na fase de vapor (CVD) é uma das técnicas mais empregadas na síntese de materiais bidimensionais, devido à sua versatilidade e qualidade do material obtido. Sua aplicação intensificou-se nos anos 2000, abrangendo variações como CVD de fase vapor, CVD assistido por plasma e CVD em camada atômica [32]. O CVD de MoS₂ envolve a decomposição de precursores gasosos sobre um substrato aquecido, resultando na formação de filmes uniformes [33–37].

Monocamadas de MoS₂ podem ser produzidas por diversas técnicas, incluindo esfoliação micromecânica, intercalação de íons de lítio, ultrassonografia em meio líquido e CVD [9, 38–42]. Cada método apresenta vantagens e limitações: a esfoliação micromecânica garante alta qualidade, mas não é escalável; a intercalação de íons de lítio permite controle sobre o número de camadas, mas demanda equipamentos específicos; a ultrassonografia é viável para produção em larga escala, embora o controle da uniformidade seja desafiador.

Entre essas abordagens, o PVD se destaca por permitir a deposição de filmes finos com alta pureza e controle preciso da morfologia. A possibilidade de ajustar parâmetros como temperatura, pressão e taxa de deposição torna esse método altamente eficiente para aplicações em eletrônica, sensores e revestimentos funcionais, onde a aderência e a qualidade do material são essenciais [43, 44].

2.2 Propriedades do MoS₂

As propriedades físico-químicas essenciais dos materiais são determinadas pela composição, rearranjo e dimensionalidade de seus átomos. O estudo desses aspectos ganhou relevância após a síntese do grafeno bidimensional (2D), que apresentou características distintas do grafite [45]. Entre os materiais bidimensionais, os Dicalcogenetos de

Metais de Transição (TMDs), como o MoS_2 , têm sido amplamente investigados devido às suas aplicações em sensores, nanoeletrônica e catálise.

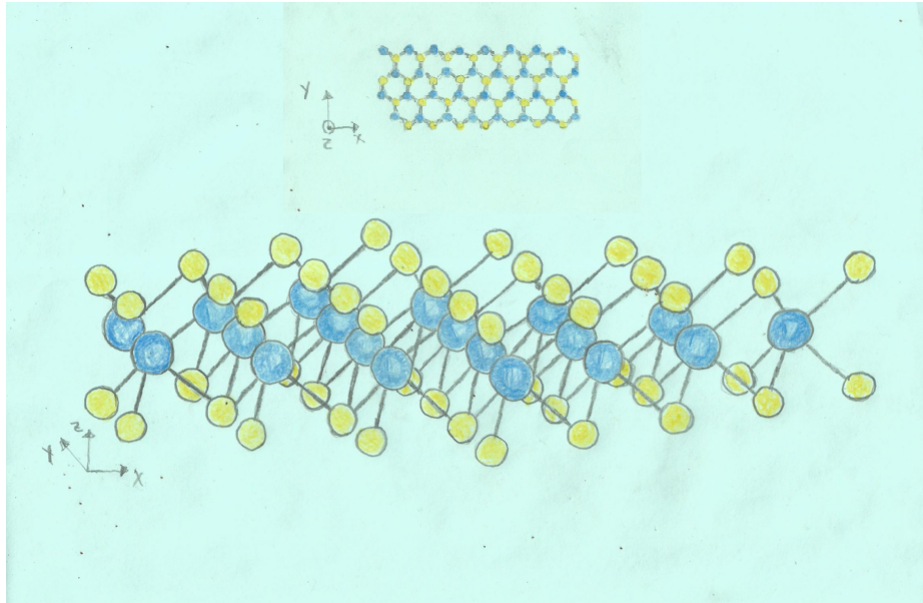
O MoS_2 (Figura 1) é particularmente relevante devido à sua dependência da espessura em relação ao gap de energia: enquanto na forma de monocamadas, ele possui um gap direto, proporcionando propriedades eletrônicas e ópticas excepcionais; em múltiplas camadas, seu gap se torna indireto. Esse comportamento resulta em forte fotoluminescência na monocamada, permitindo a personalização de suas propriedades para aplicações tecnológicas específicas. Simulações baseadas na Teoria do Funcional da Densidade (DFT) são amplamente utilizadas para explorar essas variações e identificar composições promissoras [46].

Além da variabilidade do gap de energia, o MoS_2 apresenta outras propriedades notáveis, como alta mobilidade de portadores na monocamada, o que é benéfico para transistores de efeito de campo (FETs) [46]. Sua estrutura em camadas permite fácil integração com outros materiais em dispositivos heteroestruturados, ampliando suas possibilidades na nanoeletrônica. Além disso, destaca-se como catalisador em reações de hidrólise da água e despolimerização, devido à sua alta área superficial e propriedades catalíticas intrínsecas [47]. Essas características tornam o MoS_2 um material estratégico para diversas áreas tecnológicas, desde dispositivos eletrônicos até aplicações em energia e catálise.

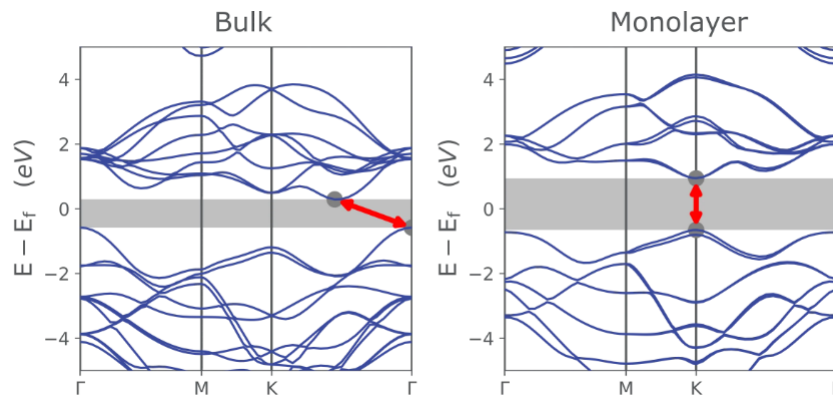
O MoS_2 possui uma estrutura em camadas, como ilustrado na Figura 1, onde cada folha é composta por uma camada de átomos de molibdênio (Mo) intercalada entre duas camadas de átomos de enxofre (S). Cada unidade é organizada em uma rede hexagonal, na qual cada átomo de Mo está coordenado por seis átomos de S, localizados acima e abaixo do plano molibdênio, formando uma estrutura tridimensional estável.

Na configuração trigonal prismática (fase 2H), considerada a forma mais estável do MoS_2 , os ângulos S–Mo–S dentro da camada variam entre aproximadamente 78° e 82° . Essa fase apresenta caráter semicondutor e é amplamente explorada em aplicações eletrônicas, catalíticas e termoelétricas [48]. Por outro lado, a fase octaédrica (1T), embora estruturalmente distinta, apresenta ângulos S–Mo–S próximos de 90° e caráter metálico, sendo menos estável em condições ambientais e, portanto, menos comum. Contudo, essa fase tem despertado interesse em aplicações onde condutividade elétrica elevada é desejável, como em eletrodos e supercapacitores.

Para compreender a estrutura eletrônica do MoS_2 , diagramas de bandas são ferramentas essenciais. O gráfico de bandas revela a estrutura eletrônica do material, evidenciando o gap de energia direto na monocamada e o gap indireto em múltiplas camadas (Figura 2). Essa análise permite identificar a posição do topo da banda de valência e do fundo da banda de condução, informações cruciais para o desenvolvimento de dispositivos semicondutores e optoeletrônicos [49, 50].

Figura 1 – Estrutura do MoS₂.

Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

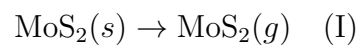
Figura 2 – Estrutura de bandas do MoS₂ *bulk* (esquerda) e 2D (direita).

Fonte: [51]

2.3 A morfologia de cristais de MoS₂ através da técnica de PVD

No processo de deposição física de vapor (PVD) para a preparação de MoS₂, o dissulfeto de molibdênio (MoS₂) é submetido a aquecimento em um ambiente controlado, onde ocorre a sublimação do MoS₂ sólido para a fase gasosa. A seguir, o MoS₂ gasoso é transportado até o substrato, onde condensa e se deposita na forma desejada.

A principal reação no processo de PVD é a sublimação do MoS₂ sólido para sua fase gasosa, conforme ilustrado na equação de sublimação (Equação I):



O controle da temperatura é crucial nesse processo, pois deve ser suficiente para

garantir a sublimação do MoS_2 sem que ocorram reações indesejadas, como a oxidação. A presença de gases inertes, como argônio ou nitrogênio, ou até mesmo gases redutores, pode ser utilizada para prevenir a oxidação durante o processo de PVD.

Uma vez que o MoS_2 é sublimado e transportado na forma gasosa, ele se condensa sobre o substrato para formar a camada de MoS_2 . O controle da temperatura do substrato e o ajuste do perfil térmico são fundamentais para a formação de filmes finos com alta cristalinidade. A deposição ocorre à medida que o vapor de MoS_2 se resfria e se condensa, formando os cristais de MoS_2 no substrato.

No PVD, o controle da taxa de evaporação e da pressão no forno é essencial para otimizar a formação do MoS_2 . A variação da temperatura de evaporação influencia diretamente a taxa de deposição e a qualidade do filme formado.

Além disso, o uso de substratos adequados também influencia a morfologia dos cristais de MoS_2 . Substratos como SiO_2 ou outros materiais com alta afinidade de adesão ao MoS_2 podem promover o crescimento controlado de cristais de alta qualidade [52].

O ambiente controlado de PVD e a temperatura de substrato adequadas são cruciais para evitar a formação de materiais indesejados, como MoO_2 . Durante a deposição, o aumento de temperatura pode favorecer a formação de oxidação, mas em PVD, a presença de gases redutores ajuda a minimizar esse risco, garantindo que o MoS_2 se deposite de forma eficiente e com alta pureza [53].

A escolha das condições experimentais, como a temperatura de evaporação do MoS_2 , a pressão do sistema e o fluxo de gases, é determinante para garantir a obtenção de filmes de MoS_2 com características desejadas, como boa cristalinidade e homogeneidade.

2.4 Dopagem de Filmes Finos de MoS_2 com Prata: Benefícios e Aplicações

A dopagem de filmes finos de dissulfeto de molibdênio (MoS_2) com prata (Ag), utilizando nitrato de prata (AgNO_3) como precursor, tem sido empregada como uma abordagem eficiente para modificar propriedades ópticas, eletrônicas e estruturais deste material bidimensional [54]. Essa técnica permite ajustar a posição do nível de Fermi, promovendo a transição do comportamento n-tipo para p-tipo [55], além de introduzir níveis de impureza que influenciam diretamente a energia de gap (band gap) [56].

Estudos relatam que a presença de prata pode aumentar a mobilidade dos portadores de carga e melhorar a condutividade elétrica dos filmes [57]. Tais modificações são relevantes para aplicações em dispositivos optoeletrônicos, como transistores de efeito de campo (FET_s), sensores e células solares. Além disso, a dopagem contribui para a redução de defeitos estruturais e para a melhoria da cristalinidade, favorecendo o desempenho e a

estabilidade dos dispositivos [58].

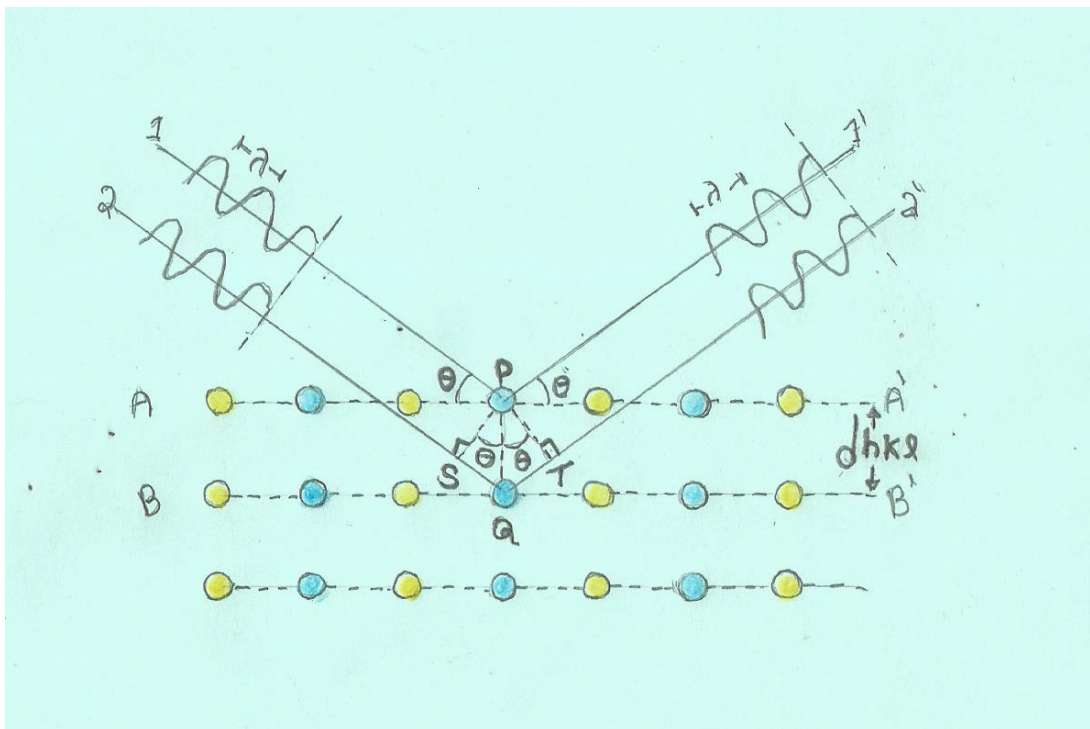
Adicionalmente, a inserção de Ag tem sido associada ao aumento da resposta do material a estímulos externos — como variações de luz, gases ou biomoléculas —, ampliando seu potencial de uso em sensores químicos e biológicos [59].

2.5 Noções essenciais de caracterização

2.5.1 Difração de raios X (DRX)

A **Difração de Raios X (DRX)** é utilizada para investigar as estruturas atômicas e moleculares de um cristal. O método DRX é fundamentado no princípio da difração da luz, fenômeno que ocorre quando uma rede (ou obstáculo) espalha a onda incidente, desde que a distância entre os elementos dessa rede seja comparável ao comprimento de onda da radiação utilizada. A Figura 3 ilustra esse fenômeno de difração em uma rede atômica [60].

Figura 3 – Ilustração do fenômeno de difração em uma rede atômica cristalina.



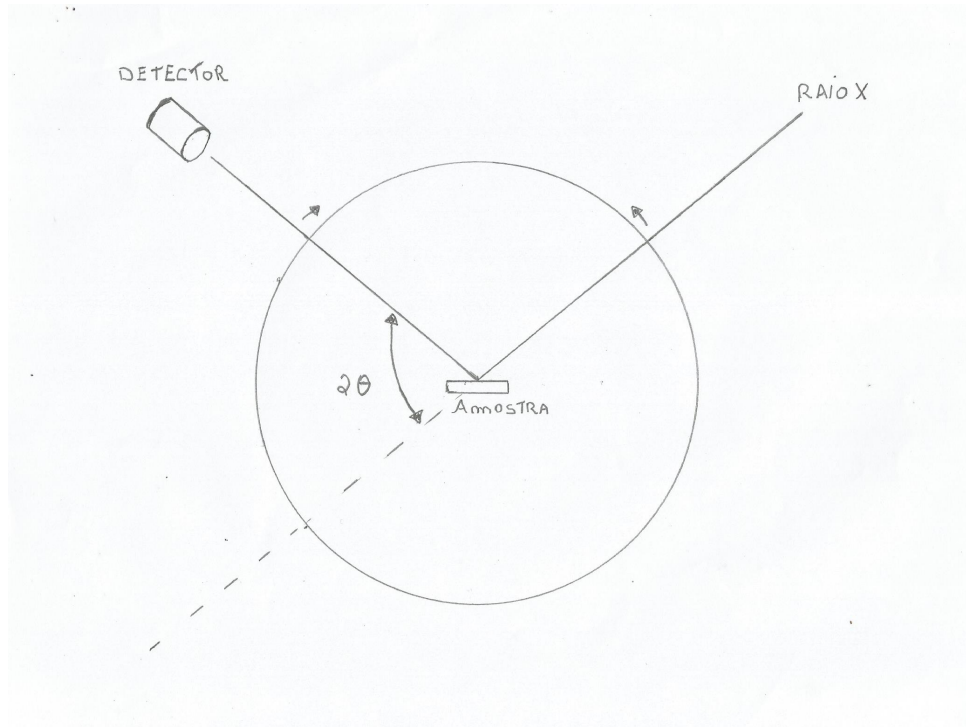
Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

Os feixes de raios incidentes são monocromáticos, incidindo de forma paralela e coerente nos planos A-A' e B-B'. A distância entre os planos cristalinos, representada pela variável d , é chamada de distância interplanar, enquanto hkl são os chamados **índices de Miller**. A **Lei de Bragg** (Equação 2.1) relaciona essas grandezas, expressando a condição necessária para que ocorra a difração construtiva [60]:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta \quad (2.1)$$

Essa equação permite calcular a disposição dos átomos no cristal, fornecendo informações essenciais sobre sua estrutura cristalina. Se a interação entre o feixe de Raios X e a rede cristalina seguir a **Lei de Bragg**, os feixes incidentes serão difratados pelos átomos P e Q, conforme mostrado na Figura 3, com base no ângulo de incidência. Esses feixes sofrerão uma **interferência construtiva**, sendo então detectados pelo aparelho, que registra um pico no difratograma. A configuração do equipamento de difração é ilustrada na Figura 4[60].

Figura 4 – Croqui do arranjo experimental de um instrumento de DRX.



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

Os picos observados no difratograma, em diferentes posições de 2θ , correspondem aos planos cristalinos de determinadas fases. Existem várias tabelas de padrões de difração disponíveis para auxiliar na identificação das fases cristalinas presentes nas amostras [60].

Além disso, o difratograma permite estimar o tamanho das partículas cristalinas em forma de pó. A equação de Scherrer é utilizada para relacionar o tamanho das partículas (ou cristalitos) ao alargamento de um pico no padrão de difração, sendo expressa pela equação 2.2:

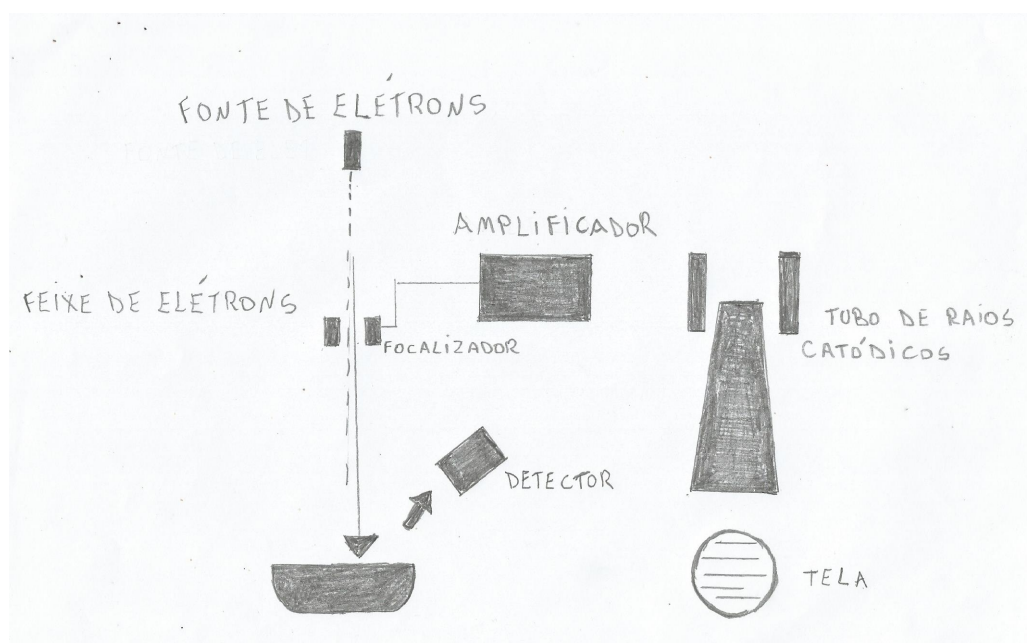
$$LC = \frac{Cf\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (2.2)$$

O coeficiente de forma (Cf) geralmente tem um valor adimensional em torno de 0,9, mas pode variar conforme a geometria real dos cristalitos. A fórmula de Scherrer é mais precisa para cristalitos com tamanhos entre 200 e 300 nm[61].

2.5.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O MEV é um tipo de microscópio eletrônico que gera imagens da superfície de uma amostra a partir da incidência de um feixe de elétrons sobre ela. Esses elétrons interagem com os átomos da superfície, produzindo diversos sinais que fornecem informações sobre a topografia e a composição da amostra.

Figura 5 – Croqui do funcionamento do MEV



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

O princípio de funcionamento do MEV (Figura 5) baseia-se na excitação de um filamento metálico aquecido em alto vácuo, o que resulta na emissão de elétrons. Esses elétrons são acelerados e direcionados para um ponto da amostra. Após atingir a amostra, o feixe de elétrons percorre sua superfície, analisando a interação com o material. Os sinais gerados podem incluir elétrons retroespalhados, elétrons secundários ou emissão de fótons[60].

Os elétrons retroespalhados possuem alta energia, pois são produzidos pela colisão dos elétrons do feixe com o núcleo do átomo, o que evita uma perda significativa de energia cinética. A quantidade de elétrons retroespalhados depende do número atômico Z – quanto maior o número atômico (e, conseqüentemente, o peso do átomo), maior será a quantidade de elétrons retroespalhados detectados. Quando o feixe percorre de uma região de menor Z para uma de maior Z , ocorre um aumento no brilho da imagem gerada, e essa variação de contraste possibilita a diferenciação das fases da amostra[60].

Os elétrons secundários geram imagens topográficas, pois sofrem colisões inelásticas, perdendo energia e alterando sua direção. A formação de imagens por meio desses elétrons revela a topografia da amostra, proporcionando uma grande profundidade de foco e um efeito tridimensional de fácil interpretação. A análise por elétrons secundários permite identificar, por exemplo, características de fraturas, inclusões ou porosidade, além de observar superfícies rugosas, entre outras aplicações[62].

2.5.3 Espectroscopia de energia Dispersiva (EDS)

A Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) é uma técnica analítica utilizada para a análise elementar ou caracterização química de amostras. Suas capacidades de caracterização decorrem do princípio fundamental de que cada elemento possui uma estrutura atômica única, resultando em um conjunto exclusivo de picos no espectro de emissão eletromagnética[62].

O EDS oferece uma análise semiquantitativa e semiquantitativa da composição elementar de uma amostra em uma região específica indicada pelo operador. A partir dessa análise, são gerados dados que indicam os elementos químicos presentes naquele ponto. Além disso, a ferramenta de mapeamento permite criar um "mapa" das composições em uma área delimitada da amostra, revelando os diferentes elementos por meio de seus núcleos[62].

Diferentemente do DRX (Difração de Raios X), que é utilizado para identificar o arranjo espacial de átomos em fases cristalinas, o EDS é empregado para determinar os elementos químicos presentes no material e suas respectivas concentrações. No EDS, um feixe de elétrons excita os átomos do material, que, ao retornarem ao seu estado de menor energia, emitem raios X com comprimentos de onda característicos. Esses raios X são detectados, permitindo identificar os elementos químicos presentes no material.

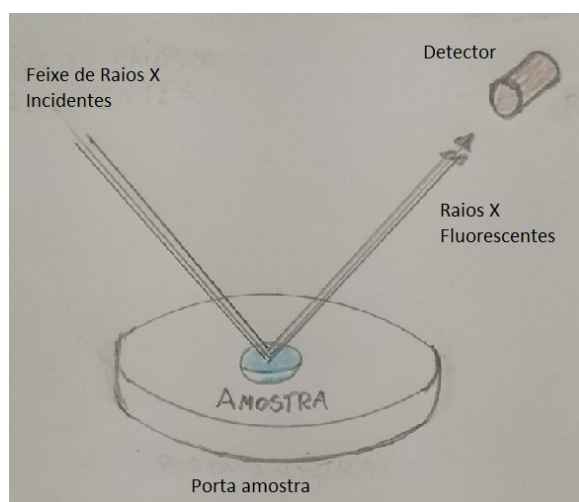
No DRX, raios X de comprimento de onda conhecido são direcionados à amostra, e sua rede cristalina atua como um arranjo difrativo para examinar a estrutura do material [62].

A Figura 6 apresenta uma ilustração do funcionamento do EDS.

2.5.4 Espectroscopia Raman

A espectroscopia Raman baseia-se no espalhamento inelástico da luz. Quando um feixe de laser incide sobre o material, a maior parte dos fótons é espalhada elasticamente, mas uma pequena fração é espalhada de forma inelástica, resultando em uma mudança de energia. Essa mudança é conhecida como deslocamento Raman e fornece informações sobre as vibrações das ligações químicas no material[63–65].

Figura 6 – Croqui do EDS.



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

Os picos característicos no espectro Raman do MoS_2 incluem o pico E_{2g} , observado em torno de 385 cm^{-1} , que está relacionado às vibrações do plano basal do MoS_2 , onde os átomos de enxofre oscilam perpendicularmente ao plano de molibdênio. O pico A_{1g} , observado em torno de 405 cm^{-1} , está associado às vibrações do átomo de enxofre que se movem para cima e para baixo em relação ao plano basal. Esse modo é mais evidente quando há um número reduzido de camadas de MoS_2 [63–65].

3 Metodologia

3.1 Preparação das Amostras

Os substratos utilizados foram obtidos a partir de um wafer de silício comercial da marca Sigma-Aldrich, que foi seccionado em amostras com dimensões aproximadas de $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$, utilizando uma caneta de diamante para o corte. O processo de limpeza dessas amostras consistiu em uma sequência padronizada: inicialmente, os substratos foram imersos em acetona e submetidos a banho ultrassônico por 10 minutos, seguidos de enxágue com etanol, isopropanol e, por fim, água deionizada, garantindo a remoção de contaminantes orgânicos e partículas superficiais.

Na Figura 7, à esquerda, observa-se o material de silício cortado acondicionado em um béquer antes da limpeza; à direita, está o equipamento de ultrassom utilizado no processo. A limpeza adequada é essencial para assegurar a adesão uniforme dos filmes e evitar interferências durante a deposição.

Após a limpeza, os substratos foram submetidos a um tratamento térmico em forno modelo FDG 3P-S, sendo aquecidos até $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ por um período de 10 horas. Essa etapa teve como objetivo promover a oxidação térmica do silício, formando uma camada superficial de dióxido de silício (SiO_2). A escolha dessa temperatura e duração baseia-se em estudos que indicam que a oxidação em temperaturas elevadas gera camadas de SiO_2 mais densas, uniformes e com baixa densidade de defeitos, características essenciais para aplicações em dispositivos eletrônicos baseados em MoS_2 [66,67]. A formação controlada dessa camada de óxido é fundamental para assegurar isolamento elétrico e boa aderência durante os processos subsequentes de deposição de filmes finos.

Figura 7 – À esquerda, wafers de Si no Becker; à direita, o ultrassom.



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

As amostras foram levadas a um forno (modelo FDG 3P-S), cuja temperatura foi

elevada até 900°C por um período de 10h (Figura 8). Uma das amostras foi reservada como referência de substrato para ajustes de refletância. Em seguida, foram realizadas medições de refletância em cada amostra oxidada, bem como na amostra de referência do substrato, utilizando um espectrômetro UV-VIS-NIR da Stellarnet e seus acessórios (Figura 9), cobrindo a faixa de comprimento de onda de 200 nm a 1080 nm. Durante as medições, foi utilizada uma lâmpada de halogênio e um espelho de alumínio como referência de calibração.

Os dados coletados de refletância foram empregados na análise quantitativa das propriedades ópticas de cada amostra. A partir dessas medições, foi possível identificar variações nos espectros de refletância entre as amostras oxidada e de referência, possibilitando a determinação da espessura da camada de SiO_2 .

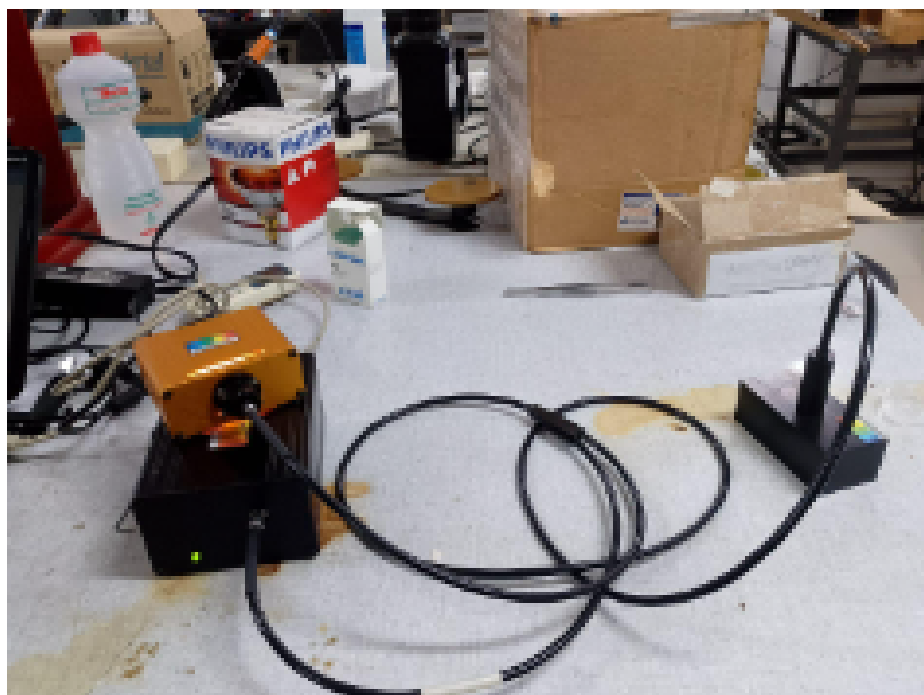
Figura 8 – Forno FDG 3P-S com as amostras a 900°C.



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

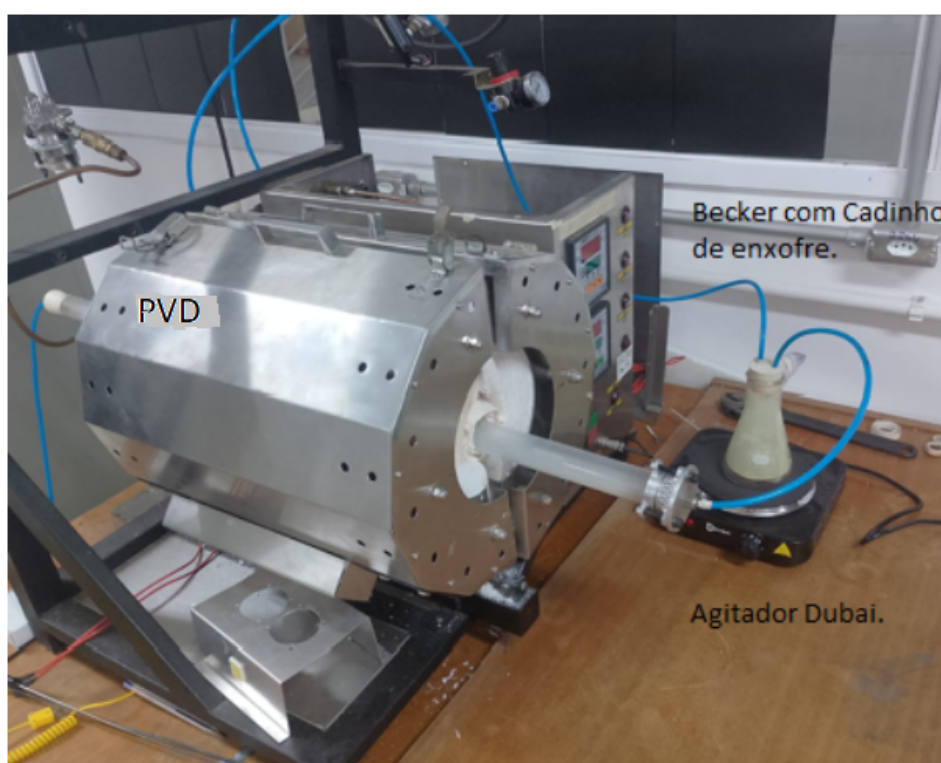
Os pontos de temperatura do forno PVD foram identificados ligando o forno e mapeando as temperaturas ao longo do tubo. Para o crescimento da amostra de MoS_2 sem a presença de água destilada na preparação (J1), o substrato de SiO_2 foi levado ao forno PVD, apresentado na Figura 10. Primeiramente, foram pesados 10 g de enxofre da marca Êxodo Científica e 10 g de MoS_2 da marca Sigma-Aldrich. Ambos foram colocados em cadinhos para introdução no forno PVD. O substrato de SiO_2 foi posicionado a jusante do forno PVD, onde a temperatura era de 800°C. O cadinho contendo enxofre foi colocado em um béquer fora do forno tubular, em um aquecedor da marca DUBAI, para a evaporação do enxofre, sendo ligado por uma mangueira PU Rodo Azul - 06 mm. O gás utilizado para o transporte dos reagentes foi o nitrogênio (N_2), que passava pelo béquer contendo enxofre e era direcionado para uma extremidade do forno PVD.

Figura 9 – UV-VIS-NIR da Stellarnet e seus acessórios.



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

Figura 10 – Forno PVD.



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

Um fluxo de N_2 , com uma pressão de 75 Torr e fluxo de 70 sccm, foi acionado para o transporte dos reagentes. Todo o processo de crescimento durou 1,8 h, atingindo no seu ponto máximo $1000^{\circ}C$, mantendo essa temperatura por 5 minutos. Os procedimentos

realizados nas outras duas amostras foram semelhantes, porém, uma continha, juntamente com o enxofre, um cadinho contendo água destilada, e outra, um cadinho com nitrato de prata (AgNO_3) na posição do tubo do forno PVD onde a temperatura estava a 960°C .

3.2 Técnicas de caracterização

3.2.1 Espectroscopia no Ultravioleta-Visível (UV-Vis)

As medições de espessura dos filmes de SiO_2 foram realizadas por meio de espectroscopia de refletância UV-Vis, uma técnica não destrutiva amplamente utilizada para estimar a espessura óptica de filmes finos. Utilizou-se o espectrômetro BLACK-Comet UV-VIS, da marca Stellarnet, com faixa espectral de 200 a 1080 nm, em conjunto com a lâmpada halógena de tungstênio SL1, que opera entre 350 e 2500 nm, também da Stellarnet. A escolha desse arranjo se deve à sua capacidade de fornecer alta resolução espectral e ampla faixa de detecção, permitindo uma análise precisa da interferência óptica gerada pelas múltiplas reflexões nas interfaces do filme.

Para a estimativa da espessura, foi adotado um modelo de três camadas composto por ar/filme de SiO_2 /substrato de Si, o qual considera as propriedades ópticas de cada meio e o índice de refração dependente do comprimento de onda do SiO_2 . Esse modelo é particularmente adequado para filmes dielétricos depositados sobre substratos altamente reflexivos, como o silício, permitindo ajuste por simulação teórica com base nos espectros obtidos [68].

A montagem experimental está ilustrada na Figura 9.

3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura foi realizada com o equipamento Superscan SSX-550 SEM-EDX (Shimadzu Corporation) do Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE/IEM-UNIFEI), operando com um feixe de elétrons de 15 kV e acoplado a um analisador de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) (Figura 11).

As amostras, na forma de filmes finos, foram fixadas ao suporte com fita dupla face de carbono. As imagens foram obtidas com ampliação de 5000 vezes (5KX) e tratadas com o software ImageJ para a extração do tamanho médio dos grãos.

3.2.3 Espectroscopia de Dispersão de Energia de Raios-X (EDS)

A análise elementar das amostras foi realizada por espectroscopia de dispersão de energia de raios X (EDS), técnica complementar ao microscópio eletrônico de varredura (MEV). O equipamento utilizado foi um MEV modelo JEOL JSM-IT200, acoplado a um

Figura 11 – Microscopia eletrônica de varredura Superscan SSX-550 SEM-EDX (Shimadzu Corporation)



Fonte: Elaborado pelo autor(Joede-2025).

sistema EDS da Oxford Instruments, modelo X-Max, com detector de silício (Si) de janela ultrafina (UTW).

As medições foram realizadas com tensão de aceleração de 15 kV, corrente de feixe ajustada automaticamente pelo modo Z-L-A (Z: atomic number correction; L: absorption; A: fluorescence) e tempo de aquisição de 60 segundos. As amostras foram fixadas em porta-amostras metálicos utilizando fita de carbono condutora para garantir a estabilidade e evitar acúmulo de carga superficial.

Os espectros obtidos foram analisados utilizando o software INCA, permitindo a identificação qualitativa dos elementos presentes e a quantificação semiquantitativa em peso e fração atômica. Além disso, mapas de distribuição elementar (elemental mapping) foram obtidos para investigar a homogeneidade da superfície e a distribuição da dopagem de prata nas amostras de MoS₂ [69].

3.2.4 Difração de Raios X (DRX)

A análise de Difração de Raios X (DRX) das amostras foi realizada com o objetivo de investigar suas estruturas atômicas e moleculares. Essa técnica, amplamente utilizada na caracterização de materiais, permite identificar fases cristalinas, determinar o grau de cristalinidade e obter informações sobre o arranjo estrutural dos átomos na rede cristalina. Através do espectro obtido, foi possível analisar a posição e a intensidade dos picos

de difração, correlacionando-os com padrões de referência para identificar possíveis composições e eventuais impurezas presentes nas amostras. Além disso, o tamanho médio de cristalito foi estimado a partir do alargamento dos picos, possibilitando uma análise mais detalhada da estrutura do material estudado.

A caracterização por DRX foi realizada com o equipamento Panalytical X'Pert Pro (Figura 12), utilizando um feixe de comprimento de onda de 0,154 nm, fornecido por um *Analytical Expert Diffractometer*. As medições foram realizadas com varredura de 10° a 90° , passo de $0,02^\circ$ e tempo de contagem por passo de 0,5 s. O tubo utilizado foi de cobre, com tensão de 30 kV e corrente de 30 mA.

Figura 12 – Panalytical X'Pert Pro.



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

3.3 Espectrometria Raman

As análises de espectroscopia Raman foram realizadas utilizando um espectrômetro confocal Raman Alpha300R (WITec) com comprimento de onda de excitação de 532 nm e objetiva de 100x.

3.4 Microscopia Óptica

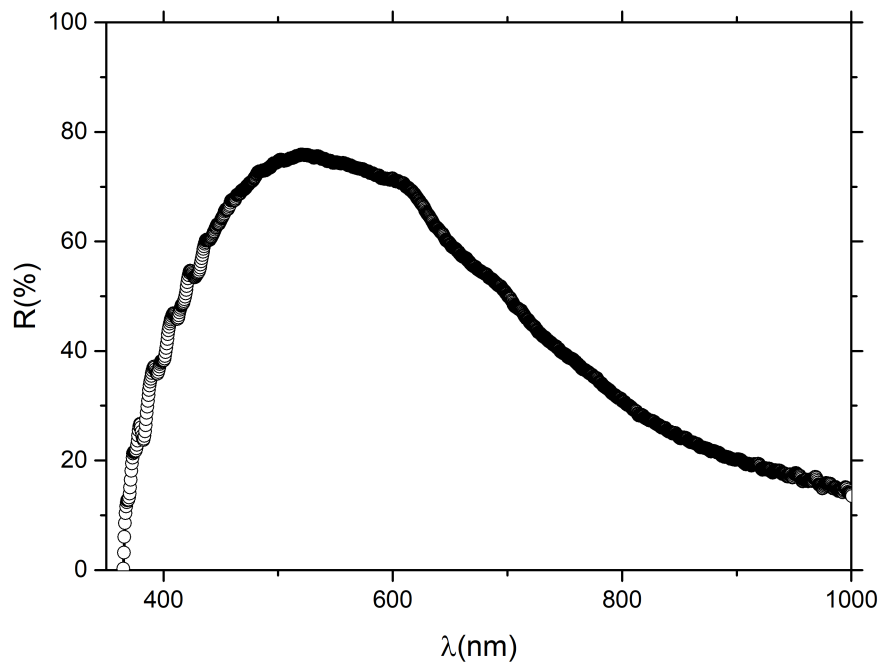
Foi utilizado o microscópio metalúrgico trinocular IM7530 da Meiji Techno para avaliar o formato dos cristais de MoS_2 . Equipado com objetivas de alta resolução, proporcionou imagens nítidas.

4 Resultados e discussões

4.1 Determinação da espessura do substrato

Para a obtenção da espessura do filme de SiO_2 que foi crescido sobre substrato de Si, foi realizada a medida de refletância e em seguida os dados foram ajustados pelo modelo de três camadas para filmes finos [70]. A espessura média obtida para os filmes foi de 280 ± 10 nm.

Figura 13 – Refletância do filme de SiO_2 .



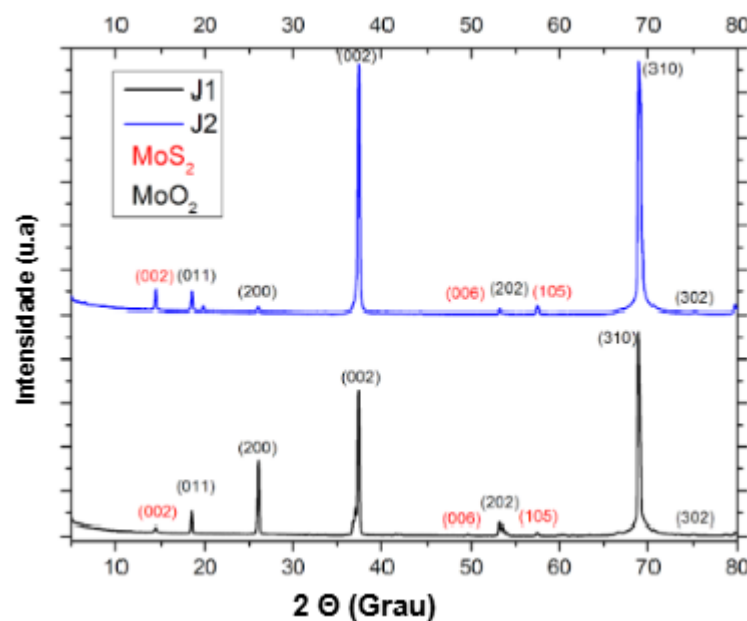
Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

4.2 Análise DRX das amostras de MoS_2

Os filmes finos de MoS_2 crescidos em substratos de Si/ SiO_2 via deposição PVD foram analisados por DRX para identificar a presença de diferentes fases cristalinas. De acordo com os DRXs apresentados na Figura 14, verifica-se os picos dos planos [(002), (006) e (105)] referentes à presença de MoS_2 e também os picos dos planos [(011), (200), (002), (202), (310) e (302)] do MoO_3 nas amostras J1 e J2. Como reportado na metodologia, as amostras estudadas apresentam uma diferença crucial no procedimento: uma das amostras foi sintetizada na presença de água na atmosfera, buscando criar uma atmosfera

redutora; já a amostra J1 foi crescida sem a presença de água (Figura 14) e a amostra J3 foi crescida com a presença de prata na atmosfera do forno PVD (Figura 15). Na Figura 14 (amostra J2), verifica-se que o pico em $14,4^\circ$, correspondente ao plano (002) do MoS_2 , tornou-se mais intenso, sugerindo uma maior quantidade de MoS_2 nesta amostra. O pico em $26,05^\circ$, correspondente ao plano (200) do MoO_2 , tornou-se menos intenso para J2, indicando uma redução na quantidade de MoO_2 . Essas observações indicam que a adição de água durante o crescimento dos filmes finos favorece a redução do MoO_2 . A água pode atuar como um agente redutor [71, 72].

Figura 14 – DRX das amostras J1 e J2



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

As amostras apresentam um pico de grande intensidade e bem definido em (002), o que indica uma orientação preferencial ao longo do plano (002) do MoS_2 . Esse pico é característico de materiais com estrutura lamelar, como o MoS_2 , que possui camadas empilhadas de átomos de molibdênio e enxofre [73]. A orientação (002) sugere que o material está bem ordenado em camadas, o que é ideal para formar filmes finos com alta cristalinidade. Filmes finos que apresentam esse pico intenso em (002) tendem a ser mais uniformes e ter menor quantidade de defeitos estruturais [74].

Para produzir um filme fino de MoS_2 com alta cristalinidade, é melhor focar em uma amostra que apresente um pico (002) forte e menos interferência de outras fases, como o MoO_2 . Isso ocorre porque o MoO_2 não contribui para a formação de um filme uniforme de MoS_2 e pode até gerar áreas com propriedades diferentes dentro do filme [75].

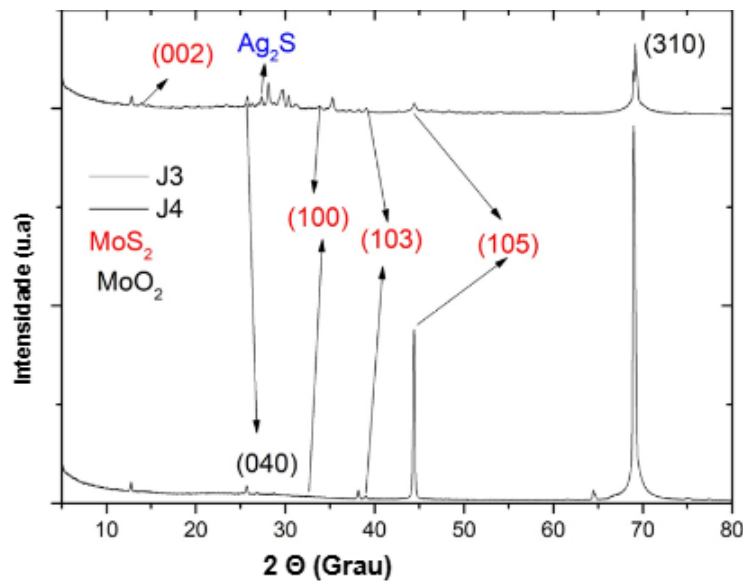
O DRX da amostra dopada com prata é apresentado na Figura 15. A figura mostra duas curvas, pois foram preparadas duas amostras com os mesmos parâmetros, nomeadas de J3.

Na Figura 15, os picos destacados em vermelho são atribuídos ao MoS_2 , com planos cristalográficos característicos: (002) em $14,4^\circ$, (100) em $33,5^\circ$, (103) em $39,0^\circ$ e (105) em $58,7^\circ$, de acordo com o padrão JCPDS 37-1492. Esses picos confirmam a presença da fase 2H do MoS_2 com boa cristalinidade. Esses picos são característicos do MoS_2 , indicando a presença desse material nas amostras [76].

Já os picos em azul estão relacionados à presença de Ag_2S (sulfeto de prata), o que evidencia a dopagem com prata nas amostras [77]. A formação desses picos indica que a prata foi incorporada à estrutura, resultando na fase Ag_2S sobre o MoS_2 .

Resultados semelhantes foram observados por Wang *et al.* (2017), que sintetizaram compostos de MoS_2 decorados com nanopartículas de Ag_2S via crescimento *in situ*. Eles identificaram picos de difração correspondentes ao Ag_2S , confirmando sua presença como fase secundária sobre os *nanosheets* de MoS_2 , o que reforça a consistência com os achados do presente estudo.

Figura 15 – DRX das amostras J3. As duas amostras foram crescidas com os mesmos parâmetros.



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

O pico (002), localizado em baixas angulações, indica a estrutura lamelar do MoS_2 , enquanto os outros refletem a organização cristalina do material [24]. No entanto, observa-se também a presença de um pico correspondente à Ag_2S (prata sulfurada), o que sugere que a prata pode estar competindo com o enxofre durante a reação e interferindo na formação do MoS_2 [78]. A formação da fase Ag_2S pode indicar uma segregação superficial da prata, o que pode impactar negativamente as propriedades elétricas e termoelétricas do MoS_2 dopado, especialmente se a formação dessa fase não for controlada. Para aplicações termoelétricas, a presença de Ag_2S pode ser indesejável, pois pode reduzir a mobilidade de portadores de carga e aumentar a dispersão fonônica, comprometendo o desempenho

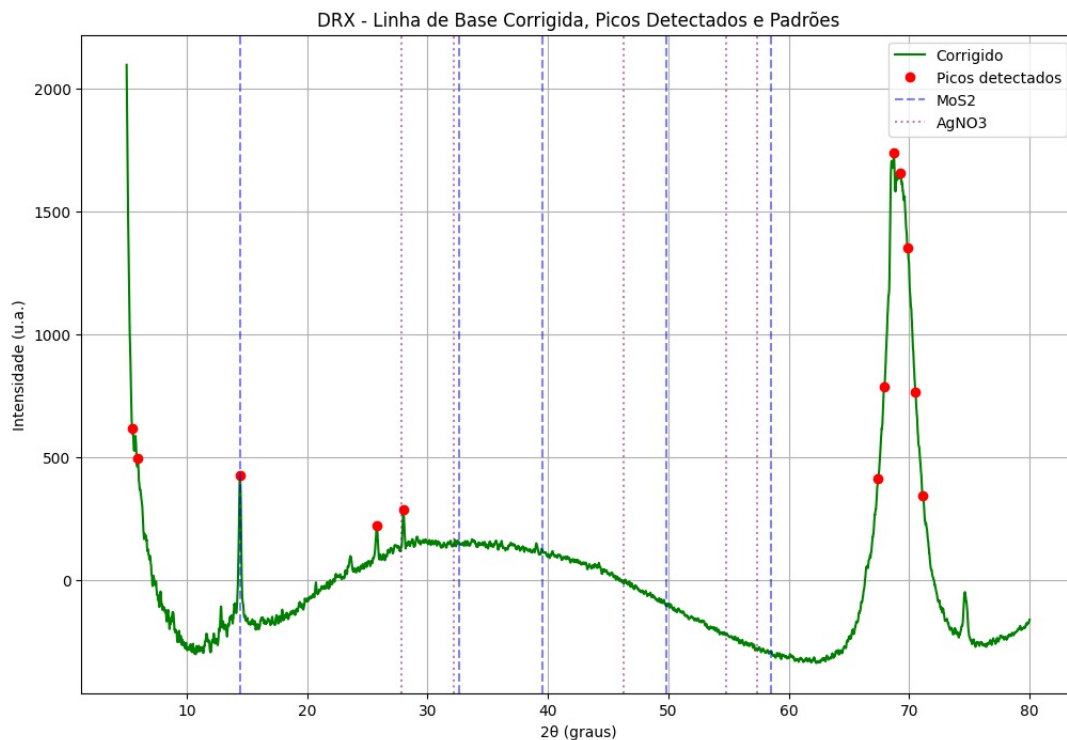
dos dispositivos. Para aumentar a intensidade dos sinais de MoS_2 , algumas estratégias foram adotadas na última preparação, como a redução da quantidade de prata utilizada, a otimização da temperatura e do tempo de síntese, além do controle da atmosfera reacional por meio de um ambiente redutor — tudo isso com o objetivo de favorecer a formação do dissulfeto de molibdênio e minimizar a formação de Ag_2S . Com esses ajustes, buscou-se obter uma amostra com maior quantidade e pureza de MoS_2 .

Além disso, alguns picos adicionais observados, como o correspondente ao plano (040), podem estar relacionados à presença de fases secundárias, como MoO_2 ou outras impurezas.

Uma última dopagem com prata foi realizada com o intuito de aprimorar ainda mais o material. Abaixo, apresenta-se a análise de DRX referente a essa nova amostra (J4).

A Figura 16 exibe o difratograma de raios X (DRX) obtido a partir da amostra contendo dissulfeto de molibdênio (MoS_2), prata metálica (Ag) e nitrato de prata (AgNO_3), destacando os principais picos cristalográficos característicos de cada fase. A análise dos picos foi realizada com base em padrões cristalográficos de referência, permitindo a identificação precisa das fases presentes.

Figura 16 – Difratograma de raios X (DRX) da amostra contendo MoS_2 , prata metálica (Ag) e nitrato de prata (AgNO_3), destacando os picos característicos das respectivas fases cristalinas(J4).



Fonte: Elaborado pelo Autor (Joede-2025).

Em relação ao MoS_2 , foram observados dois picos de difração característicos, loca-

lizados em $2\theta = 14,43^\circ$ e $39,05^\circ$, correspondentes aos planos cristalográficos (002) e (103), respectivamente. O pico (002) é típico da estrutura lamelar do MoS_2 , relacionado ao empilhamento das camadas de átomos de molibdênio e enxofre. A presença bem definida deste pico sugere uma organização cristalina satisfatória na direção perpendicular às camadas. O cálculo do tamanho médio de cristalito, utilizando a equação de Scherrer, revelou dimensões de 319,21 Å para o plano (002) e 369,38 Å para o plano (103), indicando boa cristalinidade do MoS_2 .

No caso da prata metálica, foi detectado um pico significativo em $2\theta = 44,25^\circ$, atribuído ao plano (200), característico da estrutura cúbica de face centrada (FCC) da prata. O tamanho médio de cristalito para esta direção foi de 304,87 Å, sugerindo a formação de nanopartículas metálicas bem definidas. Além disso, foi identificado um pico em $2\theta = 27,99^\circ$ associado ao nitrato de prata (AgNO_3), cujo tamanho médio de cristalito foi estimado em 346,11 Å.

A ausência de picos significativos atribuíveis a impurezas ou fases secundárias indica uma elevada pureza das fases presentes na amostra. A análise comparativa dos tamanhos de cristalito sugere uma morfologia predominantemente nanocristalina, o que pode influenciar propriedades físico-químicas, como reatividade e comportamento óptico.

Em resumo, a análise por DRX demonstrou a boa definição cristalina das fases de MoS_2 , prata metálica e nitrato de prata, com impacto potencial nas propriedades físico-químicas do material, especialmente em aplicações catalíticas, eletrônicas e fotônicas.

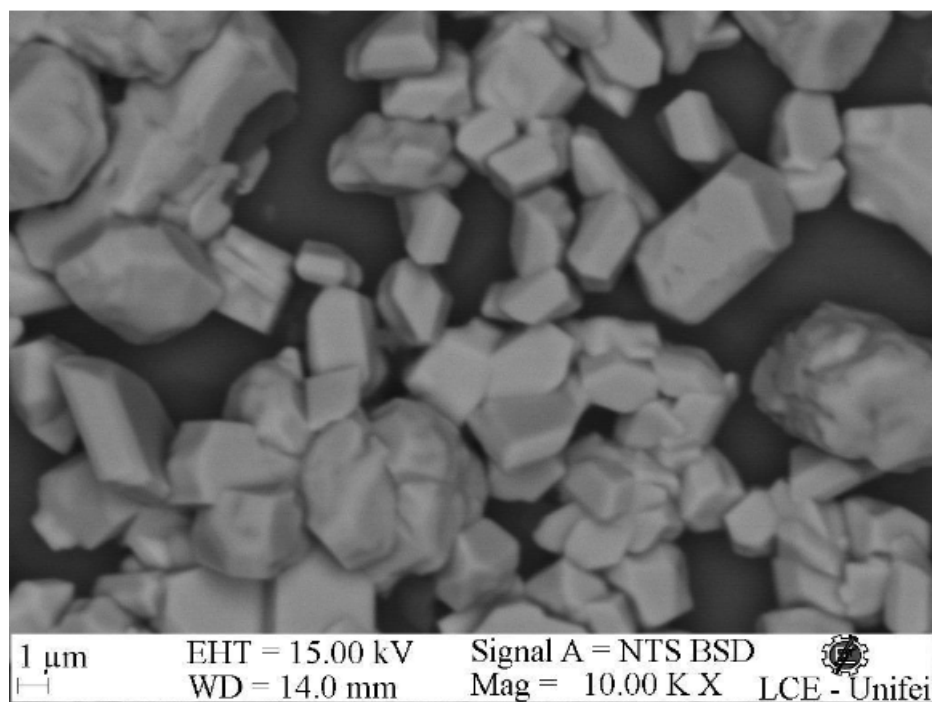
4.3 Microscópio Eletrônico de Varredura(MEV)

As Figuras 17 e 18 apresentam a micrografia MEV com ampliação de 10kX das amostras J1 e J2. Na Figura 17, podemos perceber a distribuição dos grânulos, que não apresentam constância nem uniformidade nos tamanhos. No entanto, todos possuem formas que se aproximam de hexágonos, com uma distribuição que inclui alguns pequenos aglomerados. Além disso, os tamanhos das lacunas entre os grânulos e os aglomerados de grânulos apresentam uma variação significativa na escala da micrografia apresentada.

Já na Figura 18, a imagem da amostra, contendo água no seu crescimento, apresenta uma estrutura mais regular e de maior dimensão, com características mais homogêneas e superfícies mais lisas. Isso sugere um corpo de análise mais compacto em comparação à imagem da Figura 17, da amostra J1. Além disso, os grânulos na Figura 18 possuem formatos mais regulares, predominantemente cúbicos ou retangulares. O tamanho desses grânulos também se mantém relativamente constante, embora haja uma leve variação perceptível.

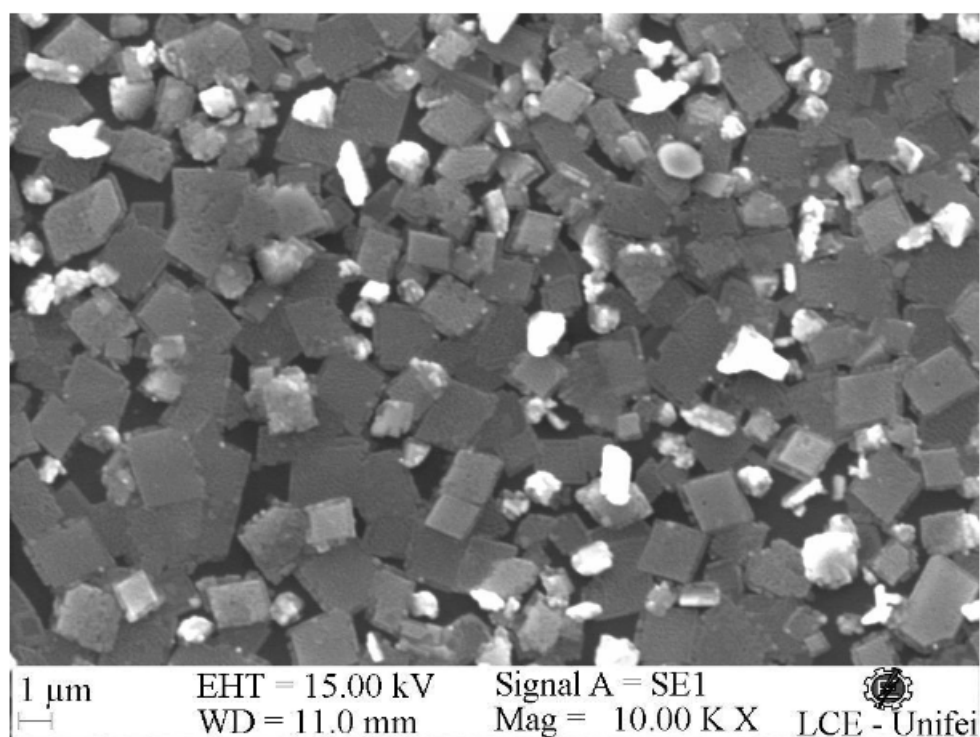
Na Figura 18, a distribuição dos grânulos é uniforme, cobrindo toda a superfície

Figura 17 – Micrografia MEV com ampliação de 10kX da amostra J1



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

Figura 18 – Micrografia MEV com ampliação de 10kX da amostra J2



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

analisada, sem grandes aglomerados ou áreas vazias significativas. No entanto, sua orientação se apresenta aleatória, sem um padrão direcional fixo, distribuindo-se em diversas direções. As superfícies dos grânulos são predominantemente lisas, sem irregularidades vi-

síveis ou significativas. Por fim, os espaços entre eles são reduzidos, indicando um alto grau de compactação, mas ainda com uma separação discernível entre a maioria dos grânulos.

Além disso, observa-se visualmente a presença de três fases distintas na imagem: (i) uma fase de menor contraste (mais escura), atribuída ao substrato de SiO_2 ; (ii) uma fase de contraste intermediário, representando os cristais de MoS_2 com morfologia prismática; e (iii) uma fase com alto brilho (mais clara), que pode ser associada à presença de partículas de Ag ou Ag_2S , evidenciando a dopagem com prata. Esse comportamento de contraste em micrografias obtidas por MEV é comum em materiais com elementos de diferentes números atômicos, como Mo e Ag, cujas diferenças na geração de elétrons secundários tornam possível distinguir visualmente as fases [79, 80].

Tais observações sugerem que a presença de água ajuda a organizar os grânulos de maneira mais uniforme e compacta, possivelmente devido à capilaridade e outras forças intermoleculares que atuam na presença de água.

Os histogramas apresentados na Figura 19, mostram a distribuição dos diâmetros dos cristais de MoS_2 em duas condições distintas: J1, sem a presença de água, e J2, com a adição de água durante o processo. A amostra J1 apresentou uma média de diâmetro de $126 \mu\text{m}$ com um desvio padrão de $21 \mu\text{m}$, indicando uma maior dispersão nos tamanhos dos cristais e a presença de valores mais elevados. Já a amostra J2, com água, apresentou uma média de $115 \mu\text{m}$ e um desvio padrão de $20 \mu\text{m}$, resultando em uma distribuição mais uniforme e próxima de uma curva normal, sugerindo um crescimento mais controlado dos cristais.

Embora a maior uniformidade observada na J2 possa ser benéfica para algumas aplicações, a redução no tamanho médio dos cristais pode comprometer a qualidade estrutural do material. Cristais menores podem apresentar mais defeitos e desordem na rede cristalina, o que pode impactar as propriedades ópticas e eletrônicas do filme de MoS_2 . Dessa forma, é necessário um equilíbrio entre uniformidade e qualidade estrutural para otimizar o desempenho do material conforme a aplicação desejada.

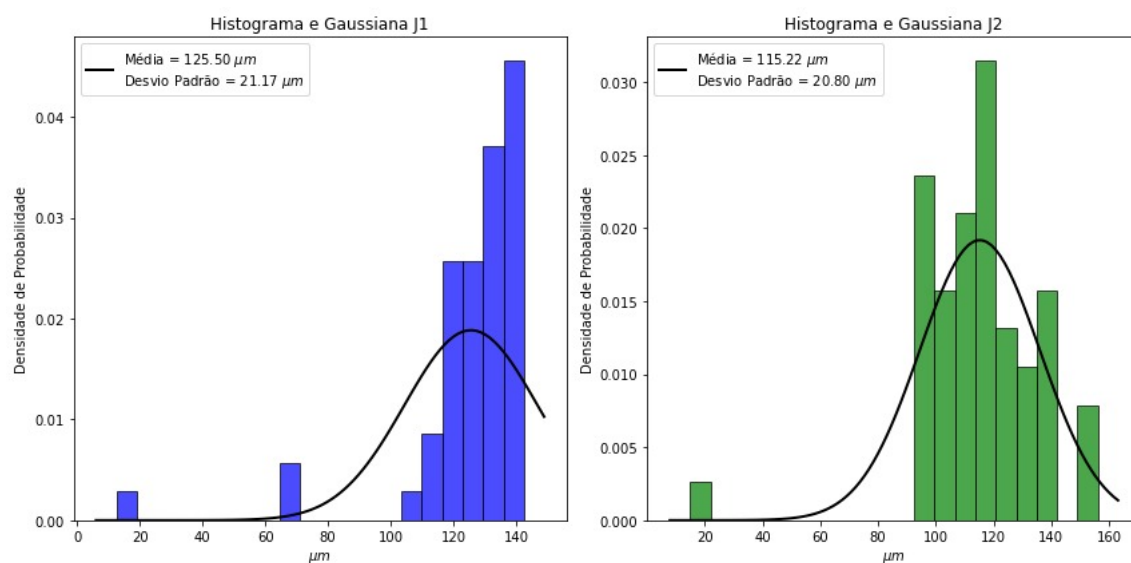
As figuras 20 e 21 mostram como foi tirado o tamanho médio dos grãos para a análise do histograma.

Para a amostra J3 dopada com prata, as Figuras 22 e 23 revelam posições distintas da amostra com uma distribuição heterogênea de grãos esféricos de diferentes tamanhos, variando de pequenos a médios, com a presença de aglomerados visíveis.

Esses grãos indicam a presença de partículas de prata na superfície do MoS_2 , evidenciando que houve o processo de dopagem. A incorporação de prata pode alterar as propriedades ópticas e eletrônicas do MoS_2 [81].

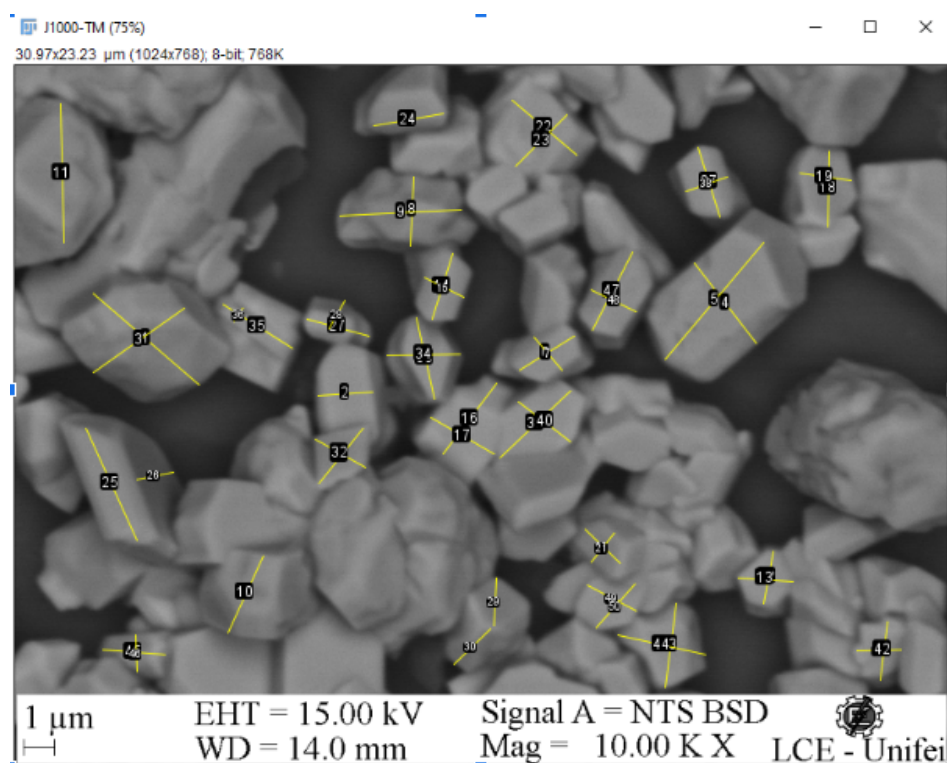
A Figura 23 mostra uma região da amostra J3 com grãos maiores e com uma textura superficial mais irregular, indicando uma possível concentração de prata mais elevada

Figura 19 – Histogramas



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

Figura 20 – Tamanho dos grãos para J1

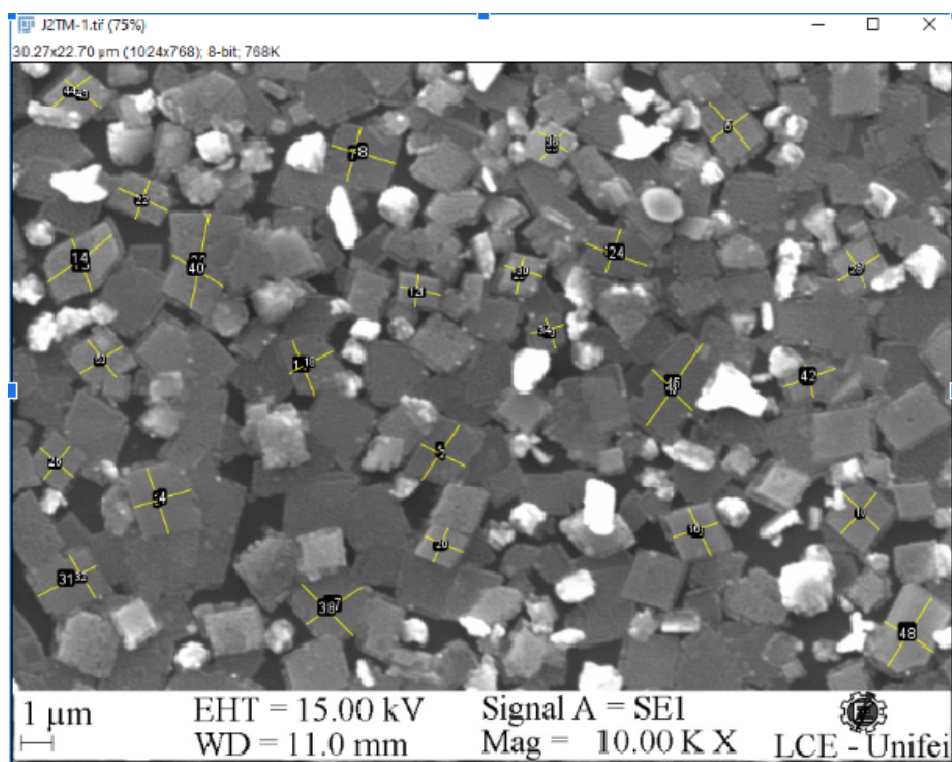


Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

ou distribuída de forma menos uniforme, o que pode afetar as propriedades funcionais do MoS_2 .

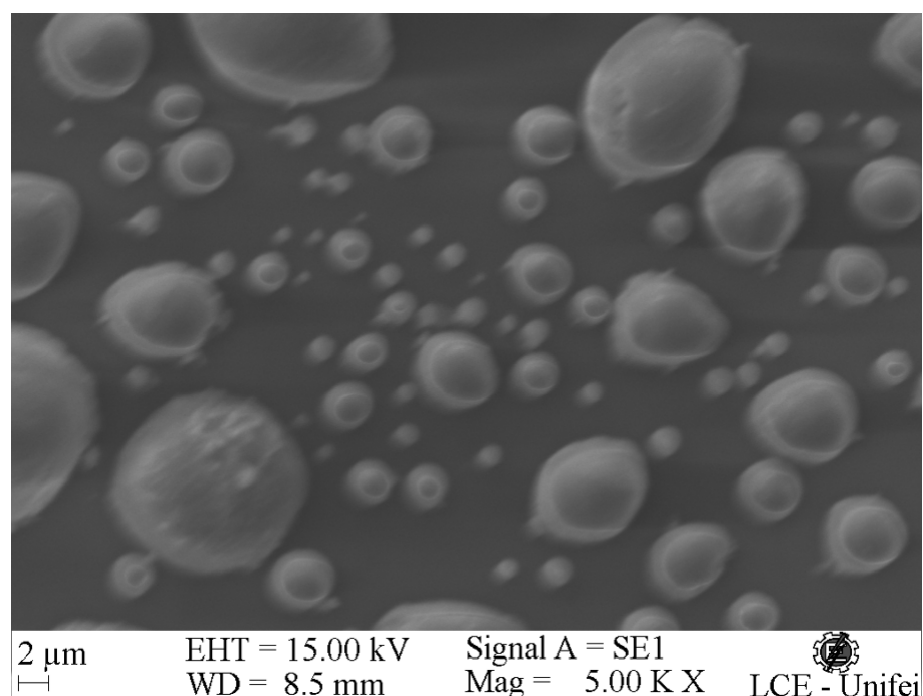
A Figura abaixo mostra a micrografia MEV da amostra J4, desenvolvida com o intuito de otimizar a dopagem, tendo em vista a baixa eficiência observada na amostra J3.

Figura 21 – Tamanho dos grãos para J2



Fonte : Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

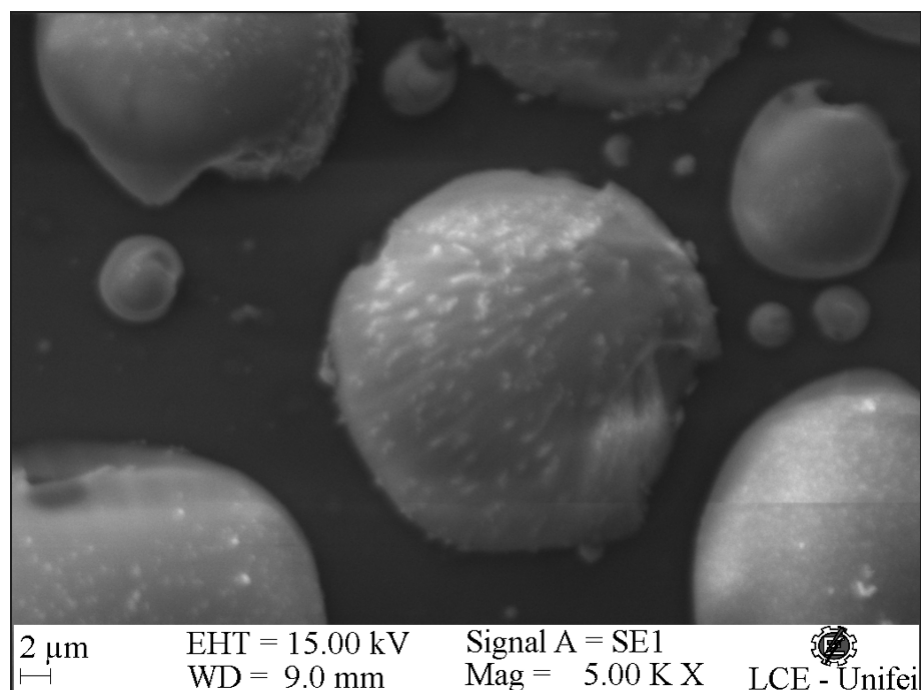
Figura 22 – Micrografia MEV com ampliação de 5kX da amostra J3



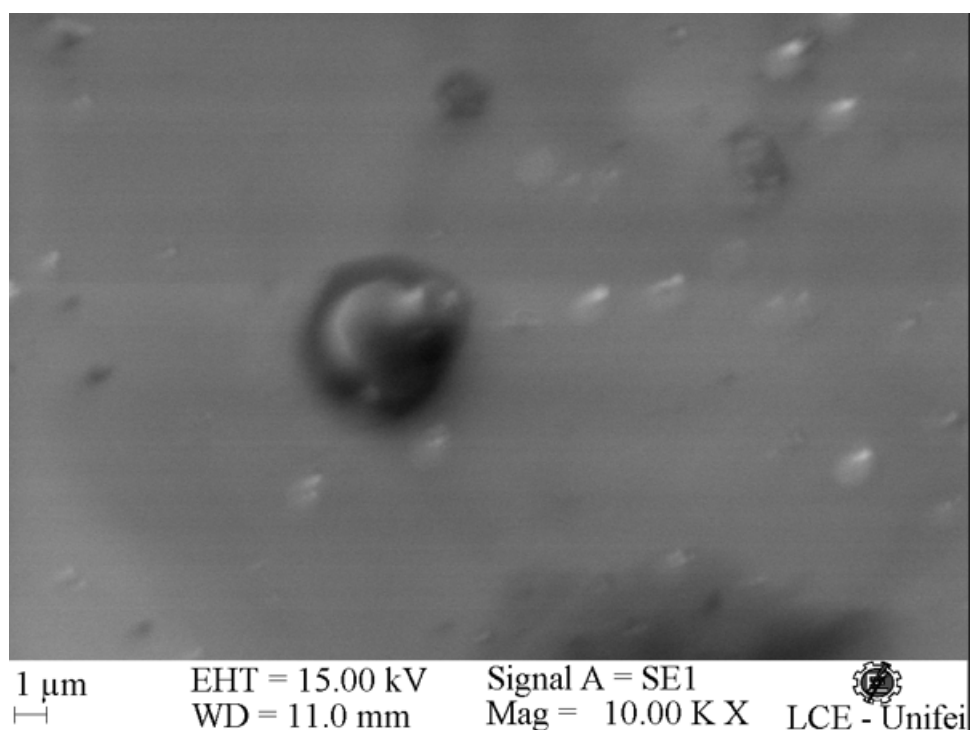
Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

A Figura 24, da amostra J4, apresenta a micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) da amostra de MoS_2 dopada com prata. Observa-se uma morfologia superficial composta por grãos predominantemente esféricos, com tamanhos

Figura 23 – Micrografia MEV com ampliação de 5kX da amostra J3.



Fonte: Elaborado pelo Autor(Joede-2025).

Figura 24 – Micrografia MEV da amostra J4, de MoS₂ dopada com prata, com ampliação de 10kX.

Fonte: Elaborado pelo Autor (Joede-2025).

relativamente uniformes e distribuição densa sobre a superfície. A dopagem com prata resultou em uma estrutura mais compacta e contínua, com espaçamentos reduzidos entre os grãos, o que é altamente favorável para aplicações optoeletrônicas.

A organização mais homogênea e a alta densidade superficial contribuem para uma melhor conectividade entre os domínios cristalinos, reduzindo barreiras de potencial que poderiam dificultar o transporte de cargas. Além disso, a presença de prata pode introduzir estados eletrônicos adicionais e promover a modificação da banda proibida do MoS₂, tornando o material ainda mais promissor para dispositivos optoeletrônicos, como fotodetectores, emissores de luz e células solares.

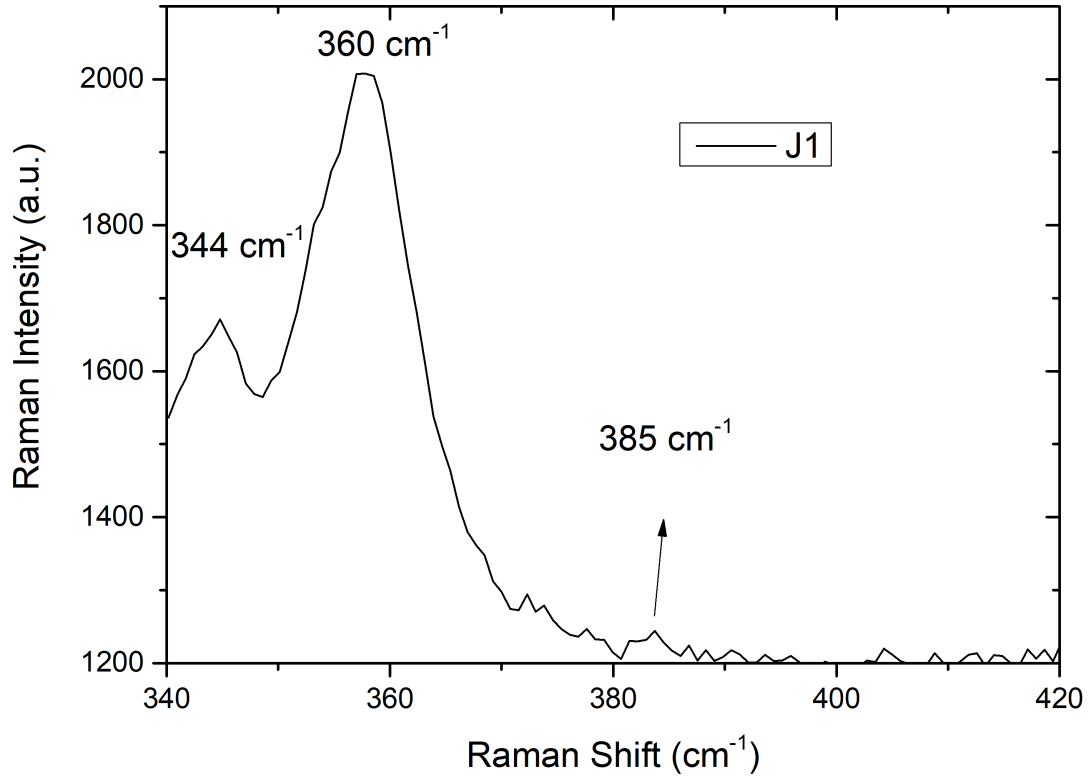
Essas características sugerem que o processo de dopagem foi bem-sucedido, resultando em uma estrutura morfologicamente otimizada para o desempenho em dispositivos que exigem boa resposta óptica e transporte eficiente de portadores de carga.

4.4 Espectroscopia Raman

Nas Figuras 25 e 26, observam-se os resultados obtidos para as amostras J1 e J2. A espectroscopia Raman fornece informações relevantes sobre a cristalinidade e possíveis indícios de oxidação nas amostras [82].

Para a amostra J1, a Figura 25 revela características importantes do filme de MoS₂ depositado sobre substrato de SiO₂. Identifica-se um pico em 385 cm⁻¹, correspondente ao modo E_{2g} do MoS₂; contudo, não se observa um pico evidente próximo de 411 cm⁻¹, característico do modo A_{1g}. A ausência desse segundo pico indica cristalinidade comprometida, resultando em camadas de MoS₂ mais espessas e menos uniformes [83]. Além disso, os picos adicionais em 344 cm⁻¹ e 360 cm⁻¹ sugerem a presença de MoO₃, indicando oxidação parcial do MoS₂ [84]. Tal comportamento corrobora os resultados obtidos por difração de raios X (DRX).

Figura 25 – Espectro do Raman para J1.

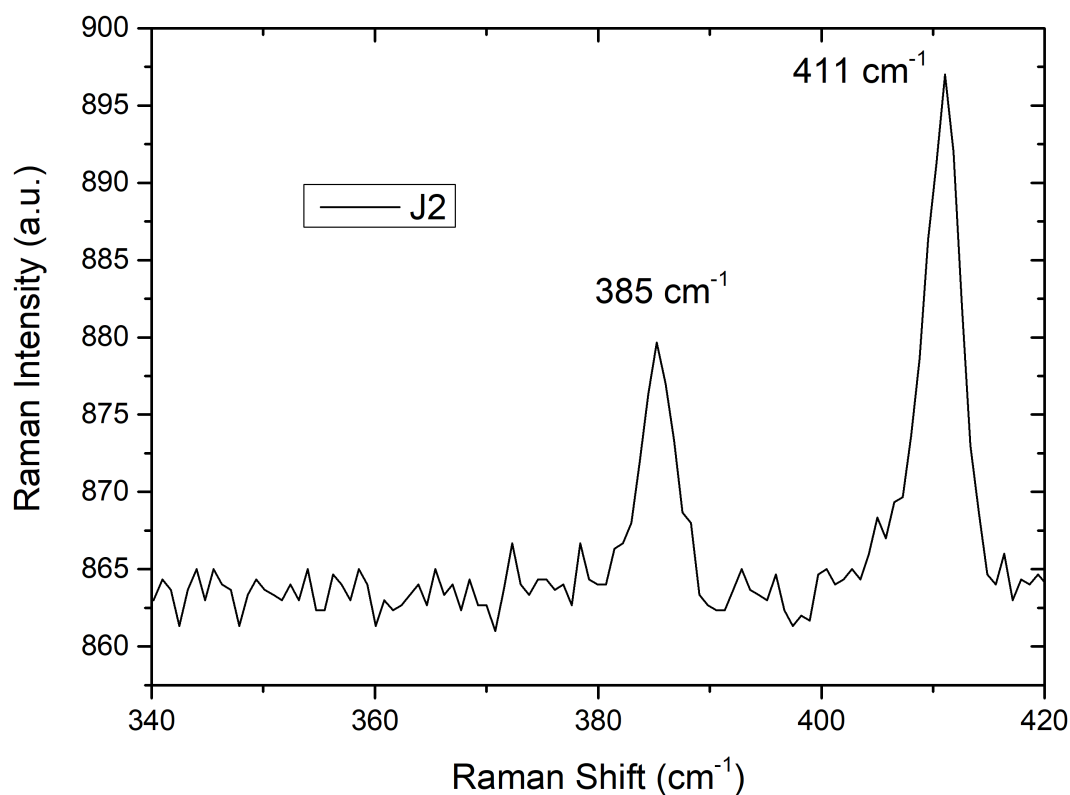


Fonte: elaborado pelo Autor(Joede-2025).

Na Figura 26, os picos observados em aproximadamente 385 cm^{-1} e 411 cm^{-1} são característicos dos modos E_{2g} e A_{1g} do MoS_2 indicando a presença do material com boa cristalinidade, destacando o efeito da adição de H_2O durante o crescimento da camada. A ausência de bandas adicionais, especialmente na faixa de 350 cm^{-1} e 365 cm^{-1} , sugere que, nesta amostra específica, o MoS_2 não sofreu oxidação, embora, conforme mencionado na literatura, filmes de MoS_2 em SiO_2 frequentemente apresentem sinais de oxidação devido à interação com o oxigênio do óxido nativo de Si [85].

Portanto, o espectro indica que o MoS_2 depositado sobre SiO_2 nesta condição está livre de oxidação e apresenta características razoáveis de cristalinidade, o que pode diferir de outras amostras crescidas em condições menos controladas ou em áreas do substrato onde a interação com o oxigênio é mais intensa.

Figura 26 – Espectro do Raman para J2.



Fonte: elaborado pelo Autor(Joede-2025).

4.4.1 Espectroscopia de dispersão de energia

Os resultados obtidos por meio de EDS fornecem informações detalhadas sobre a composição elementar das amostras. Nas Figuras 27 a 29 são apresentadas as comparações entre a presença dos elementos oxigênio (O), silício (Si), enxofre (S), molibdênio (Mo) e prata (Ag) nas amostras.

Nos dois primeiros espectros, que representam regiões sem a presença de prata, observamos uma predominância dos elementos oxigênio e silício. Essa composição está de acordo com a presença do substrato de SiO₂, que constitui a base sobre a qual o MoS₂ foi depositado. Além disso, os elementos enxofre e molibdênio, característicos do MoS₂, também estão presentes em quantidades significativas. No primeiro espectro, Figura 27, por exemplo, o molibdênio representa 55,30% em peso, enquanto o enxofre está presente com 2,17%. Além disso, o silício corresponde a 11% em peso e o oxigênio a 31,5% em peso. Esses valores indicam uma camada relativamente pura de MoS₂ depositada sobre o substrato, com uma boa cobertura de MoS₂. No segundo espectro, Figura 28, a quantidade de MoS₂ representa 12,49% em peso, enquanto o enxofre está presente com apenas 0,67% em peso, o que se deve ao fato de a amostra ter sido preparada com água. Além disso, o

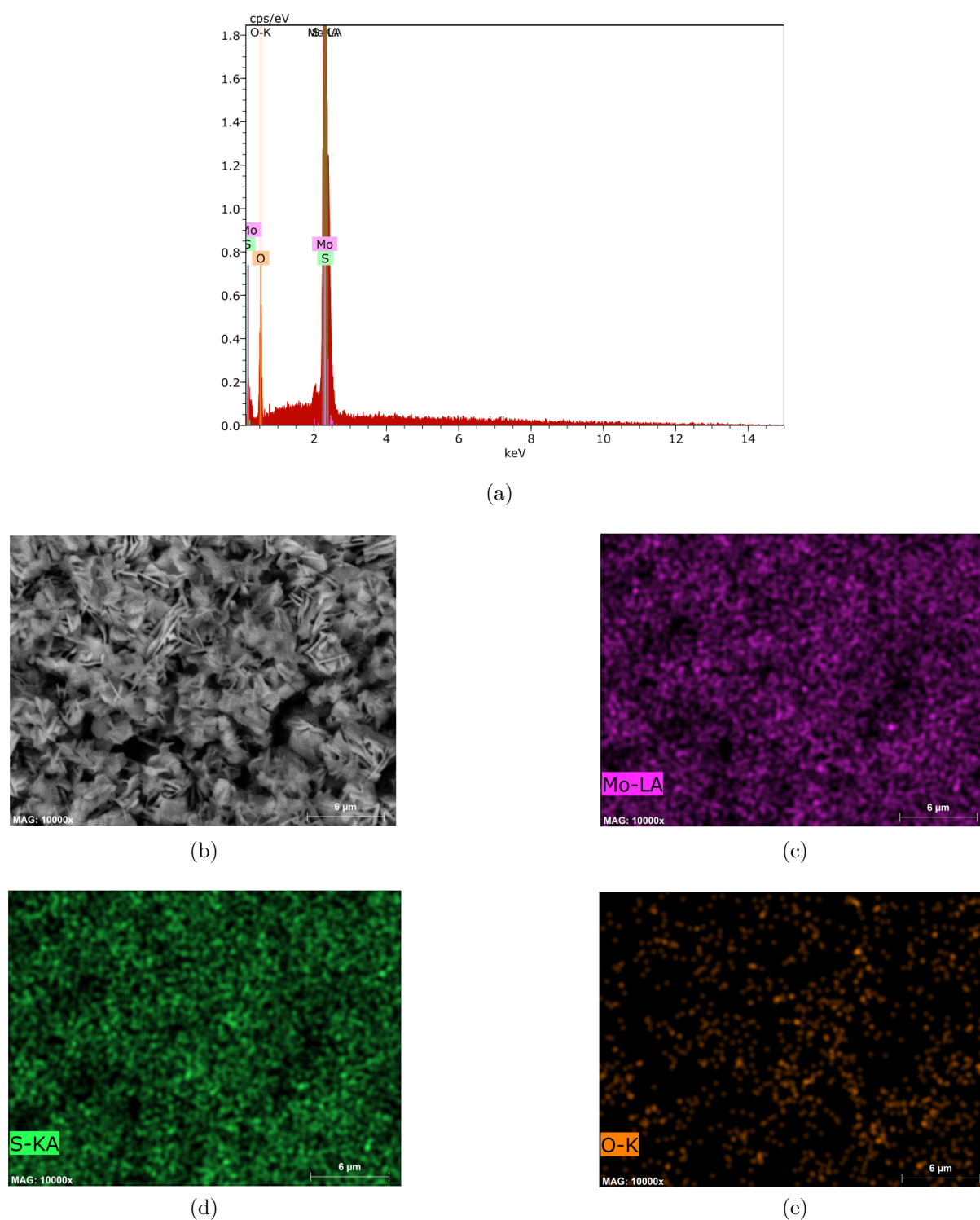


Figura 27 – (a) Histograma e (b) - (e) imagens da composição química obtidas por EDS da amostra J1.

silício corresponde a 64,90% em peso e o oxigênio a 21,95% em peso.

Por outro lado, nos espectros, Figura 29, que correspondem às áreas dopadas com prata, a presença deste elemento é confirmada com valores de 17,94% em peso. A inclusão da prata provocou uma diminuição nas proporções de molibdênio, com 8,62% em peso de

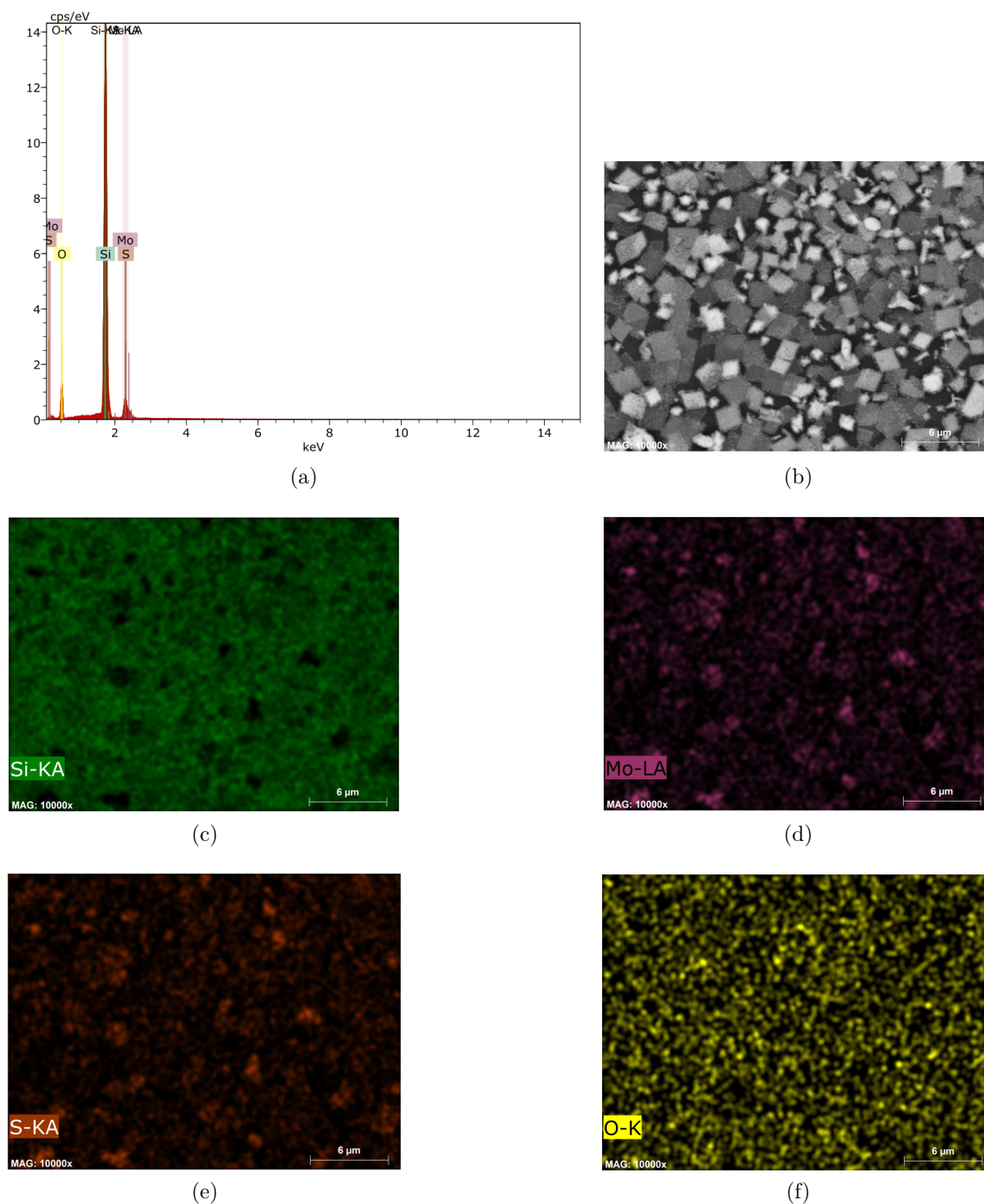


Figura 28 – (a) Histograma e (b) -(f) imagens da composição química obtidas por EDS da amostra J2.

molibdênio e 2,80% de enxofre. Essa redução pode ser atribuída ao fato de que a prata pode estar cobrindo parcialmente a superfície do MoS_2 ou, ainda, à possibilidade de que o processo de dopagem tenha interferido na concentração superficial de MoS_2 . Além do mais, o oxigênio está presente com 23,78% em peso e o silício com 46,86% em peso.

A análise comparativa entre as áreas dopadas e não dopadas mostra uma distri-

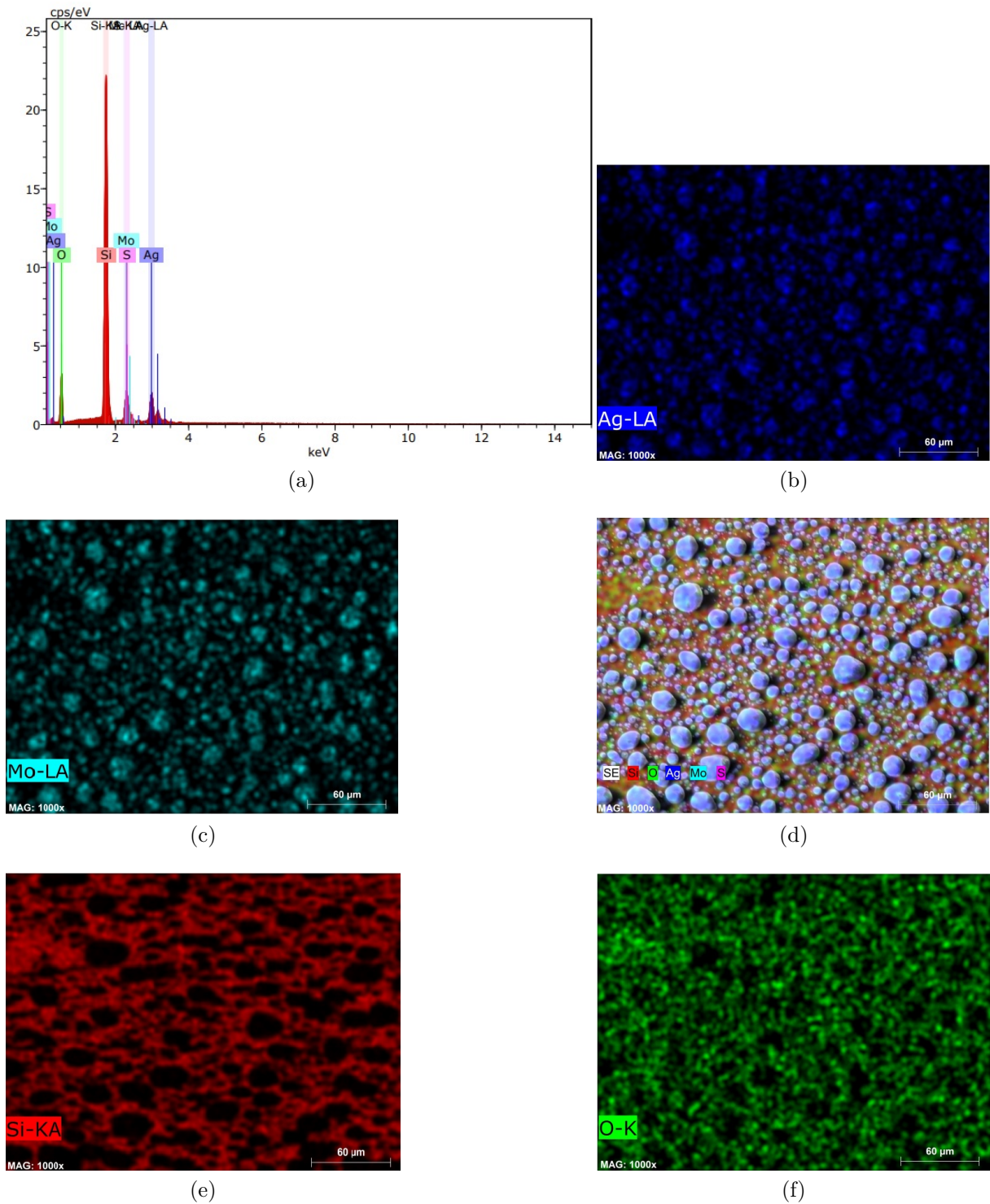


Figura 29 – (a) Histograma e (b) - (f) imagens da composição química obtidas por EDS da amostra J3.

buição heterogênea dos elementos, principalmente da prata, o que sugere que a dopagem foi aplicada de forma não homogênea. Essa heterogeneidade pode ter um impacto importante nas propriedades ópticas e eletrônicas do MoS_2 , pois a presença de prata em áreas específicas pode modificar a condutividade, a resposta óptica e até a estabilidade química do material. Em resumo, os dados EDS revelam que a amostra de MoS_2 depositada sobre

SiO_2 apresenta uma boa cobertura do material base nas áreas sem prata, enquanto as áreas dopadas mostram uma redução na concentração de MoS_2 e uma presença evidente de prata. Essa variação na composição indica uma distribuição não uniforme de prata, que poderá influenciar as propriedades finais do material e deverá ser considerada nas futuras análises e aplicações da amostra dopada. A presença de prata nas regiões dopadas indica que o processo de dopagem foi bem-sucedido, e a variação de sua concentração sugere a necessidade de um controle mais específico do processo para a obtenção de uma distribuição mais uniforme, caso desejado. Como o objetivo era produzir uma amostra de MoS_2 dopada com prata e as análises anteriores indicaram que a quantidade de prata estava excessiva, foi realizado um ajuste no processo. Para isso, foram adotadas estratégias como a redução da quantidade de prata utilizada, a modificação da temperatura e do tempo de síntese para favorecer a formação do MoS_2 , além do controle da atmosfera da reação, utilizando um ambiente redutor com o intuito de minimizar a formação de Ag_2S .

A nova amostra resultante desse processo modificado foi analisada e os resultados do EDS são descritos a seguir. Nos espectros da Figura 30, que correspondem às áreas analisadas, a presença de prata é identificada com um teor mínimo de 0,11% em peso. O molibdênio também aparece em uma concentração bastante reduzida, com apenas 0,20% em peso, o que pode estar relacionado a uma deposição mais controlada de MoS_2 ou à incorporação mais eficiente dos átomos dopantes na rede do material.

O silício é o elemento predominante, com 84,62% em peso, o que é esperado considerando o uso do substrato de Si/SiO_2 . O oxigênio está presente em 15,07% em peso, o que pode ser atribuído à camada de óxido (SiO_2) ou a oxidações superficiais naturais.

Diferentemente dos resultados anteriores, em que a concentração de prata ultrapassava 17%, sugerindo a segregação em fases metálicas distintas, como Ag ou Ag_2S , nesta nova análise observa-se uma redução significativa tanto da prata quanto do molibdênio. Essa mudança foi proposital, com o objetivo de evitar a formação de fases separadas e promover uma incorporação mais eficiente dos átomos de prata na estrutura do MoS_2 , seja por substituição atômica (dopagem substitucional) ou ocupando posições intersticiais na rede cristalina.

Essa abordagem mais controlada resultou em uma dopagem mais homogênea e efetiva, com potencial para melhorar as propriedades ópticas, eletrônicas e estruturais do material, além de minimizar defeitos relacionados ao excesso de dopantes ou à formação de aglomerados metálicos. Dessa forma, os dados obtidos indicam que o novo processo de dopagem foi mais eficiente na integração dos elementos à estrutura do MoS_2 , representando um avanço importante na direção de um material com melhor desempenho e maior estabilidade para futuras aplicações tecnológicas.

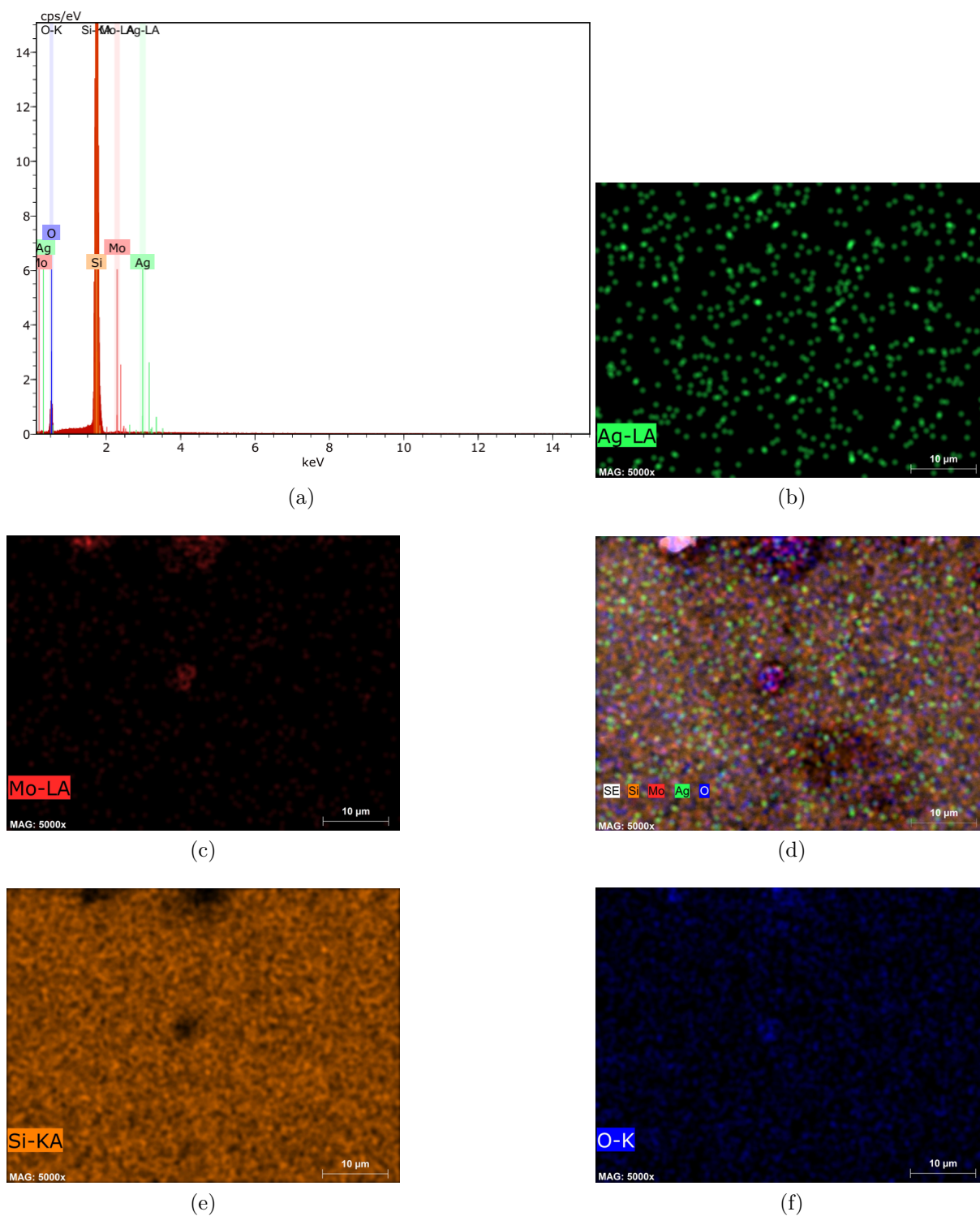


Figura 30 – (a) Histograma e (b) - (f) imagens da composição química obtidas por EDS da amostra J4.

4.4.2 Análise morfológica por microscopia óptica da amostra J4

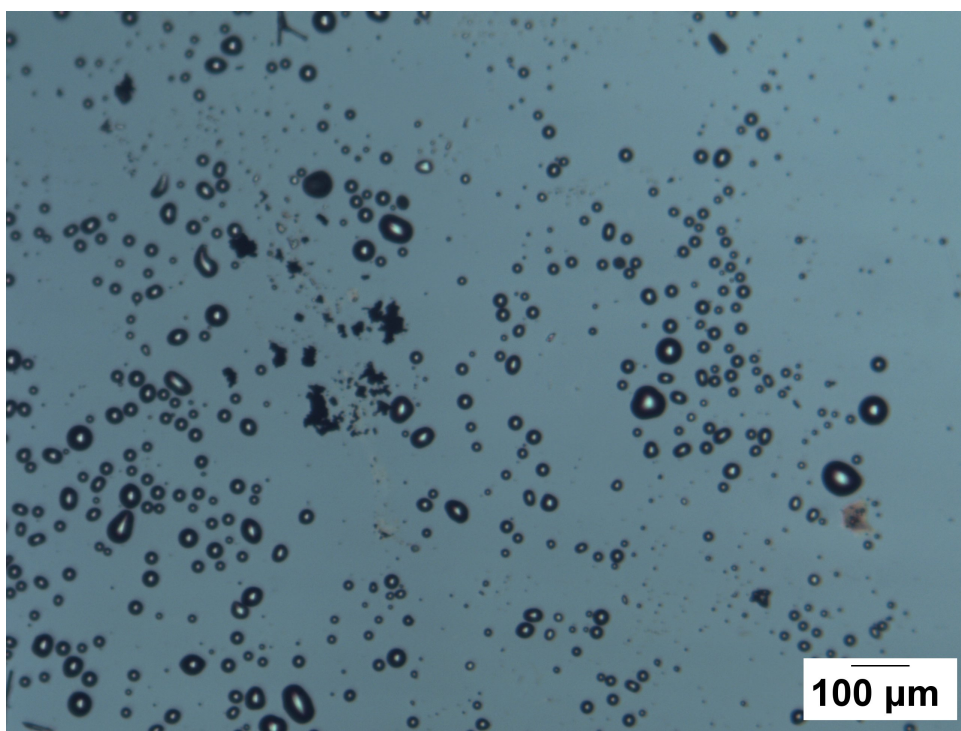
As imagens obtidas por microscopia óptica, apresentadas nas Figuras 31, 32 e 33, revelam aspectos morfológicos relevantes das amostras de MoS_2 dopadas com prata, depositadas sobre substrato de Si/SiO_2 . As imagens foram obtidas em diferentes ampliações

100 μm , 50 μm e 10 μm , respectivamente, o que permite uma análise mais abrangente das diversas morfologias presentes nas amostras.

Observa-se uma variedade de estruturas com distintos formatos e dimensões, com predominância de morfologias circulares e domoides. Essa heterogeneidade sugere um crescimento não uniforme, fortemente influenciado tanto pelas condições experimentais quanto pela presença do dopante. Em determinadas regiões, nota-se a formação de aglomerados e domos tridimensionais, evidenciando um crescimento vertical preferencial. Tal comportamento pode estar associado à interação entre os átomos de Mo e S e os átomos de prata incorporados, os quais podem ter atuado como sítios ativos de nucleação, alterando a energia superficial do sistema e favorecendo o crescimento em espessura.

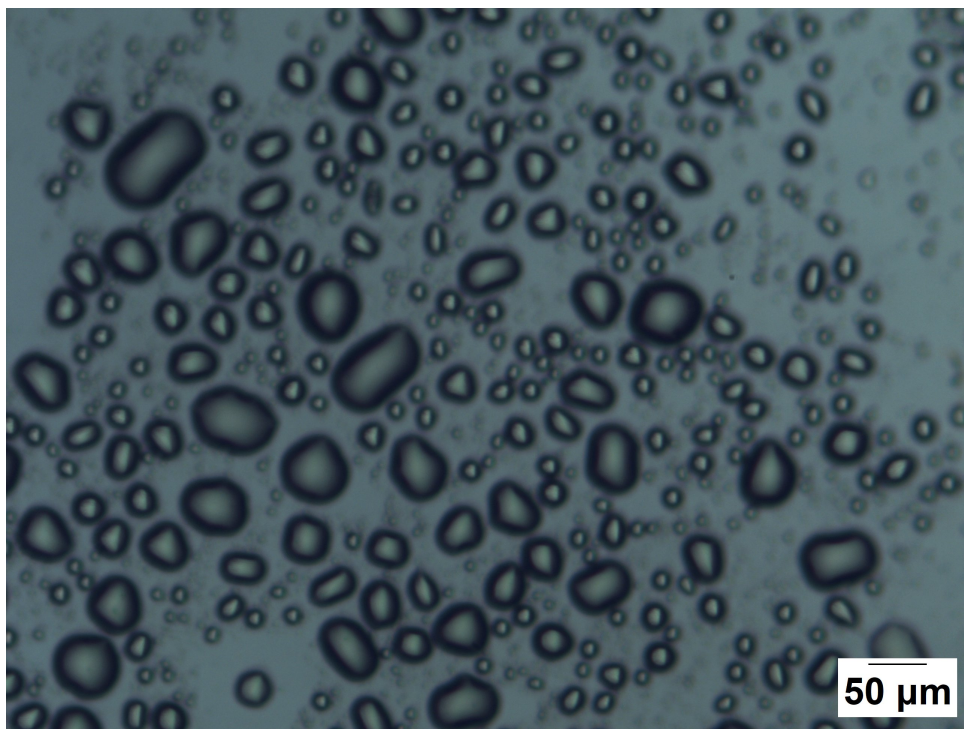
A presença dessas formações domoides, bem definidas e distribuídas de forma relativamente homogênea em diversas áreas da amostra, pode ser interpretada como um indicativo de que a dopagem com prata foi eficaz. Essa dopagem parece ter promovido não apenas alterações morfológicas, mas também potenciais melhorias na cristalinidade e nas propriedades eletrônicas do MoS_2 . Dessa forma, é plausível considerar que a introdução de prata desempenhou um papel determinante na formação de estruturas semicondutoras, com aplicações promissoras em dispositivos optoeletrônicos.

Figura 31 – Imagem de microscopia óptica da amostra dopada com prata (escala de 100 μm).



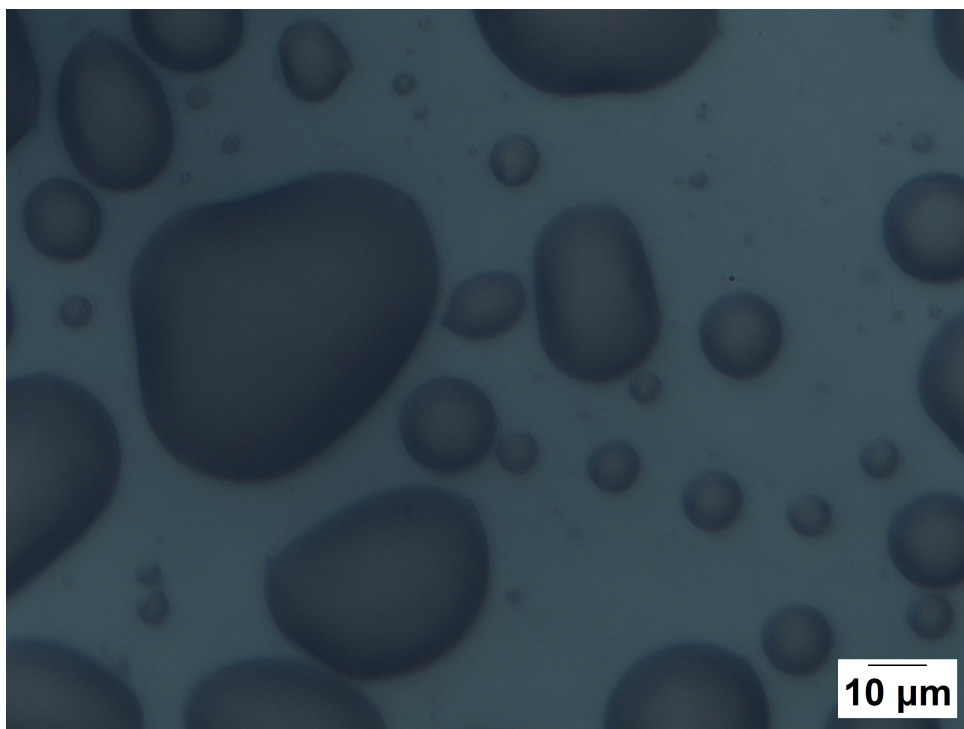
Fonte: Elaborado pelo Autor (Joede-2025).

Figura 32 – Imagem de microscopia óptica da amostra dopada com prata (escala de 50 μm).



Fonte: Elaborado pelo Autor (Joede-2025).

Figura 33 – Imagem de microscopia óptica da amostra dopada com prata (escala de 10 μm).



Fonte: Elaborado pelo Autor (Joede-2025).

5 Conclusões

Este trabalho investigou a influência das condições de síntese na estrutura e composição de filmes finos de dissulfeto de molibdênio (MoS_2) depositados sobre substratos de SiO_2 . A análise por difração de raios X (DRX) demonstrou que a adição de água durante o crescimento favorece a formação do MoS_2 , evidenciada pelo aumento da intensidade do pico (002) e pela redução da presença de MoO_2 .

A espectroscopia de dispersão de energia (EDS) confirmou uma boa cobertura de MoS_2 nas regiões não dopadas, enquanto as áreas dopadas com prata apresentaram uma distribuição heterogênea do metal, impactando suas propriedades eletrônicas e ópticas. Na amostra J3, dopada com prata, observou-se a incorporação de Ag na forma de Ag_2S , além de alterações morfológicas identificadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), indicando uma dopagem não homogênea.

Com o objetivo de aprimorar a incorporação da prata, foi realizada uma nova dopagem, resultando na amostra J4. A análise por DRX dessa amostra revelou boa definição cristalina para as fases de MoS_2 , prata metálica (Ag) e nitrato de prata (AgNO_3), com tamanhos médios de cristalito na faixa nanométrica, indicando uma morfologia nanocristalina. A micrografia de MEV mostrou grãos esféricos com distribuição densa e homogênea, favorecendo o transporte de cargas e a conectividade entre domínios cristalinos. A análise por EDS apontou teores reduzidos de prata e molibdênio, sugerindo um processo de dopagem mais controlado e eficiente. As imagens ópticas revelaram formações domoides, associadas a um crescimento vertical induzido pela presença de prata, o que evidencia uma modificação morfológica relevante e potencialmente benéfica para aplicações optoeletrônicas.

Os resultados confirmam que tanto a adição de água quanto a dopagem com prata influenciam significativamente a cristalinidade, a oxidação e a morfologia dos filmes de MoS_2 . Enquanto a água favorece a formação do material e contribui para a melhoria da qualidade cristalina, a dopagem com prata apresentou distribuição heterogênea na amostra J3, ao passo que se mostrou eficaz na J4, resultado de um controle mais preciso do processo. A otimização de variáveis como a pressão do gás, a temperatura do forno e a quantidade de precursores revela-se essencial para minimizar a oxidação e garantir a formação de filmes uniformes e estáveis.

O filme fino de MoS_2 depositado sobre SiO_2 , na amostra J2, crescido na presença de H_2O , apresentou alta cristalinidade, confirmada pelos espectros de Raman, indicando um avanço significativo para a aplicação desse material em dispositivos optoeletrônicos. A morfologia esférica compacta e a conectividade de grãos observadas nas amostras dopadas

favorecem aplicações em transistores de efeito de campo (FETs), sensores de gás e fotodetectores, onde a mobilidade de portadores e a sensibilidade superficial são propriedades críticas [33].

Apesar dos avanços, este estudo possui limitações. A ausência de medições elétricas diretas impede a correlação quantitativa entre a dopagem e a condutividade elétrica. Além disso, mais replicações experimentais poderiam reforçar a robustez estatística dos resultados obtidos.

Outro ponto crucial a ser destacado é a estabilidade química e térmica do MoS₂. Embora este trabalho tenha focado na síntese e caracterização estrutural, a degradação sob diferentes condições ambientais permanece um desafio importante para sua aplicação prática em dispositivos [86].

Como sugestões para trabalhos futuros, propõe-se:

- Investigar o impacto da variação da razão molar entre os precursores de Mo e S na estrutura final do MoS₂;
- Utilizar técnicas complementares de caracterização, como espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS), para análise da estequiometria e dos estados de oxidação;
- Avaliar o desempenho elétrico e optoeletrônico dos filmes dopados em dispositivos práticos, como FETs, fotodetectores e sensores;
- Estudar a estabilidade térmica e ambiental dos filmes ao longo do tempo, especialmente sob diferentes condições de armazenamento e operação.

Nesse contexto, o método de deposição física de vapor (PVD) consolidou-se como uma técnica viável para o crescimento de filmes finos de alta qualidade, como o MoS₂, devido à sua capacidade de produzir materiais uniformes com controle preciso de espessura e morfologia. Entre as principais vantagens do PVD estão a escalabilidade, a compatibilidade com diferentes substratos e a possibilidade de ajuste das propriedades do material para aplicações específicas. Variantes do PVD, como a deposição por arco catódico e a deposição por laser pulsado, ampliam ainda mais o controle sobre o processo, permitindo a fabricação de filmes com alta precisão em termos de estrutura e estequiometria. Embora exija equipamentos sofisticados e altas temperaturas, o PVD demonstrou ser uma técnica promissora para a produção de materiais bidimensionais como o MoS₂ e outros sistemas de interesse tecnológico.

Referências

- 1 JEONG, M. H.; KANG, S. B.; CHOI, K. J. Ambient-temperature-independent power generation in wearable thermoelectric generator with cnts/mos2 solar absorber. *ACS Applied Electronic Materials*, ACS Publications, v. 6, n. 5, p. 2960–2968, 2024. [15](#)
- 2 PRASANNA, C. S. et al. Interfacial energy barrier tuning in mno2/mos2/carbon fabric integrated with low resistance textrode for highly efficient wearable thermoelectric generator. *Carbon*, Elsevier, v. 218, p. 118609, 2024. [15](#)
- 3 ASSAHI, F. et al. Desenvolvimento de um sistema robusto para preparação de substrato e crescimento de filmes finos de MoS₂ pela técnica de CVD. *Universitas – Revista Científica da FEPI*, v. 11, n. 1, p. 1–6, 2024. Acesso em: 23 jul. 2025. Disponível em: <http://revista.fepi.br/revista/index.php/revista/article/view/936>. [15](#)
- 4 YANG, D. et al. Interfacial effects on the photoluminescence properties of epitaxial monolayer mos2 on moo2 on c-sapphire. *physica status solidi (RRL)–Rapid Research Letters*, Wiley Online Library, v. 18, n. 4, p. 2300346, 2024. [15](#)
- 5 LIU, J. et al. Mos2-based nanocomposites with high photothermal conversion efficiency for combinational photothermal/photodynamic tumor therapy. *Journal of Alloys and Compounds*, Elsevier, v. 970, p. 172489, 2024. [15](#)
- 6 BAZAKA, K. et al. Mos2-based nanostructures: synthesis and applications in medicine. *Journal of Physics D: Applied Physics*, IOP Publishing, v. 52, n. 18, p. 183001, 2019. [15](#)
- 7 SONG, H. et al. Growth of mos₂ films by physical vapor deposition: Structure, properties, and applications. *Nanotechnology*, IOP Publishing, v. 33, n. 28, p. 285602, 2022. [15](#)
- 8 WANG, Y. et al. Influence of substrate temperature on the growth and properties of mos₂ thin films synthesized by physical vapor deposition. *Applied Surface Science*, Elsevier, v. 558, p. 149940, 2021. [15](#)
- 9 LEE, Y.-H. et al. Synthesis of large-area mos2 atomic layers with chemical vapor deposition. *arXiv preprint arXiv:1202.5458*, 2012. [15](#), [19](#)
- 10 ZHANG, X. et al. Sulfurization-assisted growth and doping in mos₂ films via physical vapor deposition. *ACS Applied Nano Materials*, ACS Publications, v. 3, n. 5, p. 4567–4575, 2020. [15](#)
- 11 ZHOU, L.; CHEN, M.; WANG, X. Thermoelectric properties of mos2 thin films grown by chemical vapor deposition. *Journal of Applied Physics*, v. 117, p. 245101, 2015. [16](#)
- 12 LIU, W.; LI, G.; ZHANG, Y. Tellurium doping to enhance the thermoelectric performance of mos2 films. *Journal of Materials Chemistry A*, v. 9, p. 12345–12352, 2021. [16](#)
- 13 WANG, Y.; ZHAO, Q.; SONG, H. Water vapor-assisted cvd growth of mos2 with improved crystallinity. *ACS Applied Materials & Interfaces*, v. 11, p. 5678–5685, 2019. [16](#)

- 14 GHOSH, D.; KUMAR, R. Phonon scattering and thermal conductivity in lamellar mos2 thin films. *Thermoelectric Nano Letters*, v. 7, p. 101–108, 2018. [16](#)
- 15 KANG, S.; PARK, J.; SEO, M. Multitechnique analysis of layer-dependent thermoelectric properties in mos2 thin films. *Nano Energy*, v. 75, p. 105020, 2020. [17](#)
- 16 SIM, J. et al. Stacking-order dependence of strain in bilayer graphene: Implications for high-performance electronics. *ACS Applied Nano Materials*, ACS Publications, v. 7, n. 9, p. 9893–9897, 2024. [18](#)
- 17 GEIM, A. K.; NOVOSELOV, K. S. The rise of graphene. *Nature materials*, Nature Publishing Group, v. 6, n. 3, p. 183–191, 2007. [18](#)
- 18 NOVOSELOV, K. S. et al. Electric field effect in atomically thin carbon films. *science*, American Association for the Advancement of Science, v. 306, n. 5696, p. 666–669, 2004. [18](#)
- 19 NOVOSELOV, K. S. et al. Room-temperature quantum hall effect in graphene. *science*, American Association for the Advancement of Science, v. 315, n. 5817, p. 1379–1379, 2007. [18](#)
- 20 MAYOROV, A. S. et al. Micrometer-scale ballistic transport in encapsulated graphene at room temperature. *Nano letters*, ACS Publications, v. 11, n. 6, p. 2396–2399, 2011. [18](#)
- 21 WANG, F. et al. Gate-variable optical transitions in graphene. *science*, American Association for the Advancement of Science, v. 320, n. 5873, p. 206–209, 2008. [18](#)
- 22 LU, Q.; HUANG, R. Nonlinear mechanics of single-atomic-layer graphene sheets. *International Journal of Applied Mechanics*, World Scientific, v. 1, n. 03, p. 443–467, 2009. [18](#)
- 23 RAO, C. N. R.; SOOD, A. K. *Graphene: synthesis, properties, and phenomena*. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2013. [18](#)
- 24 MAK, K. F. et al. Atomically thin mos 2: a new direct-gap semiconductor. *Physical review letters*, APS, v. 105, n. 13, p. 136805, 2010. [18](#), [36](#)
- 25 PADTURE, N. P.; GELL, M.; JORDAN, E. H. Thermal barrier coatings for gas-turbine engine applications. *Science*, American Association for the Advancement of Science, v. 296, n. 5566, p. 280–284, 2002. [18](#)
- 26 WOLF, S. Silicon processing for the vlsi era. In: *LATTICE*. [S.l.: s.n.], 1995. p. 559–581. [18](#)
- 27 VAZ, A. C. C. *Desenvolvimento de um biossensor de ADN integrado num chip de microfluídica*. Dissertação (Mestrado) — Universidade NOVA de Lisboa (Portugal), 2012. [18](#)
- 28 JANSEN, H. V. et al. Black silicon method x: a review on high speed and selective plasma etching of silicon with profile control: an in-depth comparison between bosch and cryostat drie processes as a roadmap to next generation equipment. *Journal of micromechanics and microengineering*, IOP Publishing, v. 19, n. 3, p. 033001, 2009. [19](#)

- 29 FISSMER, S. F. Utilização da técnica magnetron sputtering para deposição de filmes de dlc incorporados com nanopartículas de prata. 2010. [19](#)
- 30 DAMASCENO, E. M. *Deposição de A/N por sputtering não reativo*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal do Rio Grande do Norte, 2011. [19](#)
- 31 ROSÁRIO, A. V. d. Investigação da formação da fase óxido e estudo da influência da microestrutura e morfologia nas propriedades eletrocromicas de filmes finos de nb2o5. Universidade Federal de São Carlos, 2002. [19](#)
- 32 ACAUAN, L. H. Síntese de estruturas 3d de nanotubos de carbono verticalmente alinhados, dopados e não-dopados, decorados com nanopartículas de óxido de titânio, sua caracterização microestrutural e de propriedades fotocatalíticas e elétricas. 2015. [19](#)
- 33 WANG, Q. H. et al. Electronics and optoelectronics of two-dimensional transition metal dichalcogenides. *Nature nanotechnology*, Nature Publishing Group UK London, v. 7, n. 11, p. 699–712, 2012. [19](#), [55](#)
- 34 KANG, K. et al. High-mobility three-atom-thick semiconducting films with wafer-scale homogeneity. *Nature*, Nature Publishing Group UK London, v. 520, n. 7549, p. 656–660, 2015. [19](#)
- 35 LIN, Y.-C. et al. Atomic mechanism of the semiconducting-to-metallic phase transition in single-layered mos2. *Nature nanotechnology*, Nature Publishing Group UK London, v. 9, n. 5, p. 391–396, 2014. [19](#)
- 36 NIE, C. et al. Ultrafast growth of large-area monolayer mos2 film via gold foil assistant cvd for a highly sensitive photodetector. *Nanotechnology*, IOP Publishing, v. 28, n. 27, p. 275203, 2017. [19](#)
- 37 LATE, D. J. et al. Hysteresis in single-layer mos2 field effect transistors. *ACS nano*, ACS Publications, v. 6, n. 6, p. 5635–5641, 2012. [19](#)
- 38 WU, J. et al. Layer thinning and etching of mechanically exfoliated mos2 nanosheets by thermal annealing in air. *Small*, Wiley Online Library, v. 9, n. 19, p. 3314–3319, 2013. [19](#)
- 39 ZENG, Z. et al. An effective method for the fabrication of few-layer-thick inorganic nanosheets. *Angewandte Chemie (International ed. in English)*, v. 51, n. 36, p. 9052–9056, 2012. [19](#)
- 40 JI, S. et al. Exfoliated mos2 nanosheets as efficient catalysts for electrochemical hydrogen evolution. *Electrochimica Acta*, Elsevier, v. 109, p. 269–275, 2013. [19](#)
- 41 ZHANG, W. et al. High-gain phototransistors based on a cvd mos2 monolayer. *Advanced materials*, WILEY-VCH Verlag Weinheim, v. 25, n. 25, p. 3456–3461, 2013. [19](#)
- 42 LEE, J. et al. High frequency mos2 nanomechanical resonators. *ACS nano*, ACS Publications, v. 7, n. 7, p. 6086–6091, 2013. [19](#)
- 43 SEYNSTAHL, A. et al. Enhancing the lifetime and vacuum tribological performance of pvd-mos2 coatings by nitrogen modification. *Surface and Coatings Technology*, Elsevier, v. 477, p. 130343, 2024. [19](#)

- 44 MATSUNAGA, N. et al. Impact of underlying insulators on the crystallinity and antisite defect formation in pvd-mos2 films. *IEEE Journal of the Electron Devices Society*, IEEE, 2024. 19
- 45 NETO, C. et al. Rev. mod. phys. 81, 109–162 (2009). *Rev. Mod. Phys*, v. 81, p. 109–162, 2009. 19
- 46 BRACHT, J. M. Dicalcogenetos de metais de transição em poucas camadas: o papel das espécies de calcogênio e suas propriedades não convencionais. Universidade Federal de São Carlos, 2024. 20
- 47 BRANDÃO, R. D. Hidroisomerização de n-parafinas de cadeia longa catalisada por metais platínicos depositados em silicoaluminofosfatos para produção de biocombustíveis. 2016. 20
- 48 RODRIGUEZ, C. L. C. Dissulfeto de molibdênio (mos2) bidimensional como carga para matrizes poliméricas. Universidade Presbiteriana Mackenzie, 2020. 20
- 49 ALMEIDA, R. Q. d. Afm condutivo (caf_m): aplicação em dispositivos semicondutores. 2018. 20
- 50 MARTINS, J. A. Aplicação e caracterização de poucas camadas de dissulfeto de molibidênio na produção de transistores de efeito de campo. Universidade Federal de Minas Gerais, 2012. 20
- 51 MOLYBDENUM Disulfide, MoS₂: Theory, Structure & Applications — ossila.com. <<https://www.ossila.com/pages/molybdenum-disulfide-mos2>>. [Accessed 14-02-2025]. 21
- 52 ONO, R. et al. Elucidation of pvd mos2 film formation process and its structure focusing on sub-monolayer region. *Japanese Journal of Applied Physics*, IOP Publishing, v. 61, n. SC, p. SC1023, 2022. 22
- 53 MATSUNAGA, N. et al. High quality pvd-mos 2 film on plasma-ald-sio 2 underlaying material for cfet integration. In: IEEE. *2024 8th IEEE Electron Devices Technology & Manufacturing Conference (EDTM)*. [S.l.], 2024. p. 1–3. 22
- 54 ZHANG, Y.; LI, H.; CHEN, Y. Silver doping in mos2 thin films for enhanced optoelectronic performance. *Journal of Materials Science*, v. 56, p. 4567–4578, 2021. 22
- 55 KIM, D. e. a. Fermi level engineering in ag-doped mos2: transition from n-type to p-type behavior. *Applied Surface Science*, v. 509, p. 145276, 2020. 22
- 56 SINGH, R.; DAS, S. Band gap tuning in silver-doped mos2 monolayers: a first-principles study. *Physical Chemistry Chemical Physics*, v. 21, n. 3, p. 1345–1352, 2019. 22
- 57 LIU, J.; WANG, B. Enhanced carrier mobility in ag-doped mos2 films for high-performance fets. *Nano Electronics Journal*, v. 15, p. 103–110, 2022. 22
- 58 GARCIA, M. e. a. Structural optimization of mos2 thin films via silver incorporation. *Thin Solid Films*, v. 765, p. 139472, 2023. 23

- 59 PATEL, A.; RAO, N. Ag-doped mos2 nanosheets for ultrasensitive chemical and biosensing applications. *Sensors and Actuators B: Chemical*, v. 382, p. 133124, 2024. [23](#)
- 60 PORTOLAN, E. Propriedades estruturais e mecânicas do carbetto de vanádio obtido por magnetron sputtering reativo. 2009. [23](#), [24](#), [25](#)
- 61 PATTERSON, A. The scherrer formula for x-ray particle size determination. *Physical review*, APS, v. 56, n. 10, p. 978, 1939. [25](#)
- 62 GOLDSTEIN, J. I. et al. Procedures for elimination of charging in nonconducting specimens. *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis: Third Edition*, Springer, p. 647–673, 2003. [26](#)
- 63 PEI, J. et al. Exciton and trion dynamics in bilayer mos2. *Small*, v. 11, n. 48, p. 6384–6390, 2015. [26](#), [27](#)
- 64 AMANI, M. á et al. E. áyablonovitch, a. ájavey. *Science*, v. 350, p. 1065, 2015. [26](#), [27](#)
- 65 GOLOVYNSKYI, S. et al. Exciton and trion in few-layer mos2: Thickness-and temperature-dependent photoluminescence. *Applied Surface Science*, Elsevier, v. 515, p. 146033, 2020. [26](#), [27](#)
- 66 DEAL, B. E.; GROVE, A. S. General relationship for the thermal oxidation of silicon. *Journal of Applied Physics*, American Institute of Physics, v. 36, n. 12, p. 3770–3778, 1965. [28](#)
- 67 GUPTA, P. et al. Thermal oxidation of silicon: A review of state of the art. *Materials Today: Proceedings*, Elsevier, v. 46, p. 3557–3562, 2021. [28](#)
- 68 HEAVENS, O. *Optical Properties of Thin Solid Films*. New York: Dover Publications, 1991. ISBN 978-0486669243. [31](#)
- 69 GOLDSTEIN, J. et al. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. 4th. ed. [S.l.]: Springer, 2017. ISBN 978-1-4939-6675-6. [32](#)
- 70 ZACCARO, S. J. V. et al. Determination of thickness and refractive index of sio2 thin films using the cross-entropy global optimization method. *Research, Society and Development*, Research, Society and Development, v. 10, n. 10, p. e326101019028, ago. 2021. ISSN 2525-3409. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i10.19028>. [34](#)
- 71 CUI, Y. et al. Preparation of mos 2 microspheres through surfactants-assisted hydrothermal synthesis using thioacetamide as reducing agent. *Hydrometallurgy*, Elsevier BV, v. 164, p. 184–188, set. 2016. ISSN 0304-386X. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.hydromet.2016.05.002>. [35](#)
- 72 BOJARSKA, Z. et al. Influence of process parameters and reducing agent on the size of mos2 nanoparticles obtained in impinging jet reactor. *Applied Sciences*, MDPI AG, v. 12, n. 21, p. 11293, nov. 2022. ISSN 2076-3417. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.3390/app122111293>. [35](#)

- 73 LU, X. et al. Relating selectivity and separation performance of lamellar two-dimensional molybdenum disulfide (mos₂) membranes to nanosheet stacking behavior. *Environmental Science and Technology*, American Chemical Society (ACS), v. 54, n. 15, p. 9640–9651, jun. 2020. ISSN 1520-5851. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1021/acs.est.0c02364>>. 35
- 74 CHEN, Y. et al. Tuning electronic structure of single layer mos₂ through defect and interface engineering. *ACS Nano*, American Chemical Society (ACS), v. 12, n. 3, p. 2569–2579, fev. 2018. ISSN 1936-086X. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1021/acsnano.7b08418>>. 35
- 75 QIN, P. et al. In situ growth of double-layer moo₃/mos₂ film from mos₂ for hole-transport layers in organic solar cell. *Journal of Materials Chemistry A*, Royal Society of Chemistry (RSC), v. 2, n. 8, p. 2742, 2014. ISSN 2050-7496. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1039/C3TA13579A>>. 35
- 76 LIANG, K. et al. Structure of poorly crystalline mos₂ — a modeling study. *Journal of Non-Crystalline Solids*, Elsevier BV, v. 79, n. 3, p. 251–273, fev. 1986. ISSN 0022-3093. Disponível em: <[http://dx.doi.org/10.1016/0022-3093\(86\)90226-7](http://dx.doi.org/10.1016/0022-3093(86)90226-7)>. 36
- 77 WANG, M. et al. Ags nanoparticle-decorated mos for enhanced electrocatalytic and photoelectrocatalytic activity in water splitting. *Dalton Transactions*, v. 46, p. 483–490, 2017. 36
- 78 WANG, Y. et al. Synthesis of silver sulfide (ag₂s) nanoparticles and their application as a fluorescence probe for hg²⁺ detection. *RSC Advances*, Royal Society of Chemistry, v. 4, n. 20, p. 10054–10060, 2014. 36
- 79 XU, B. et al. Silver doping induced structural evolution and enhanced optoelectronic properties of mos₂ nanosheets. *Journal of Alloys and Compounds*, Elsevier, v. 773, p. 245–253, 2019. 40
- 80 GOLDSTEIN, J. I. et al. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. 3rd. ed. Boston, MA: Springer, 2003. 40
- 81 BARGHOUTI, M. E. et al. Modulation of localized surface plasmon resonances of a silver nanoparticle array upon the presence of mos₂ coatings or underlying thin films. *Optik*, Elsevier BV, v. 179, p. 819–827, fev. 2019. ISSN 0030-4026. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ijleo.2018.10.208>>. 40
- 82 LEE, C. et al. Anomalous lattice vibrations of single- and few-layer mos₂. *ACS Nano*, American Chemical Society, v. 4, n. 5, p. 2695–2700, 2010. 44
- 83 CHASTE, J. et al. Intrinsic properties of suspended mos₂ on sio₂/si pillar arrays for nanomechanics and optics. *ACS Nano*, American Chemical Society (ACS), v. 12, n. 4, p. 3235–3242, mar. 2018. ISSN 1936-086X. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1021/acsnano.7b07689>>. 44
- 84 NAJMAEI, S. et al. Vapour phase growth and grain boundary structure of molybdenum disulphide atomic layers. *Nature Materials*, Springer Nature, v. 12, n. 8, p. 754–759, 2013. 44

- 85 DURAIRAJ, S. et al. Oxygen-driven growth regulation and defect passivation in chemical vapor deposited mos2 monolayers. *Crystal Growth amp; Design*, American Chemical Society (ACS), v. 21, n. 12, p. 6793–6801, out. 2021. ISSN 1528-7505. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1021/acs.cgd.1c00688>>. 45
- 86 ZHOU, W. et al. Intrinsic structural defects in monolayer molybdenum disulfide. *Nano Letters*, ACS Publications, v. 13, n. 6, p. 2615–2622, 2013. 55