

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE Nb_2O_5 PARA APLICAÇÃO EM CÉLULAS SOLARES SENSIBILIZADAS POR CORANTE

CÁTIA LIANE ÜCKER¹; CRISTIANE WIENKE RAUBACH RATMANN²; MÁRIO LÚCIO MOREIRA²; SÉRGIO DA SILVA CAVA³

¹ Universidade Federal de Pelotas – catiaucker@gmail.com

² Universidade Federal de Pelotas – cricawr@gmail.com; mlucio3001@gmail.com

³ Universidade Federal de Pelotas – sergiocava@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Atualmente, a dependência da matriz energética mundial é baseada nos combustíveis fósseis. Porém a sua produção não consegue acompanhar a alta demanda, além de ocasionar graves problemas ambientais, necessitando a exploração de novas fontes de energia de forma renovável, limpa e menos agressiva ao meio ambiente (ANEEL, 2005).

A energia solar é uma fonte promissora para enfrentar os desafios de energia com menor impacto ambiental e sua aplicação está em constante desenvolvimento (HAGFELDT et al, 2010; GHOSH et al, 2011). Células solares sensibilizadas por corante (DSSC – *Dye sensitized solar cells*) são consideradas uma tecnologia de conversão de energia solar atraente por sua simplicidade e baixo custo (MATHEW et al, 2014). A DSSC foi proposta em 1991 por Grätzel, onde ele utilizou partículas de dióxido de titânio (TiO_2) nano cristalizados em um eletrodo, através de um processo fotoeletroquímico regenerativo (O'REGAN; GRÄTZEL, 1991).

Dentre uma ampla faixa de semicondutores capazes de serem aplicados em células solares, o pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) revela-se um material conveniente para este tipo de dispositivo, por apresentar boa atividade fotocatalítica e ter ampla disponibilidade, já que o Brasil é o maior produtor mundial de nióbio, com participação de mais de 90% (LE VIET et al, 2010; LOPES, 2015). Em comparação com o dióxido de titânio, os valores do *band gap* dos dois semicondutores são bem parecidos, tornando o Nb_2O_5 possível de substituição (OU et al, 2012).

O método de síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas está cada vez mais presente em pesquisas, sendo recomendado por apresentar vantagens no processo, podendo obter aquecimento uniforme, rápido, volumétrico e em baixas temperaturas (CHEN et al, 2013).

Diante deste contexto, o presente trabalho teve por objetivo sintetizar o Nb_2O_5 pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas, utilizando oxalato amoniacal de nióbio, peróxido de hidrogênio e água destilada, e observando-se a influência do posterior tratamento térmico realizado, sobre a fase, a morfologia, o tamanho e distribuição de nanopartículas, e por fim realizada a montagem da célula DSSC e avaliação dos parâmetros fotovoltaicos.

2. METODOLOGIA

Para a síntese, 2 g de oxalato amoniacal de nióbio ($\text{NH}_4[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})] \cdot n\text{H}_2\text{O}$), fornecido pela CBMM, foram solubilizados em 25 mL de água destilada, obtendo assim uma solução incolor. H_2O_2 (30% de volume) foi adicionado numa proporção de 10 mol por cada mol de Nb, resultando numa solução líquida amarela transparente, indicando assim a formação do complexo

peróxido de nióbio (NPC). A solução foi submetida à agitação magnética vagarosa na temperatura de 50°C durante 10 minutos. Após, a mesma foi adicionada em um recipiente de Teflon, colocada na célula reacional e destinada ao micro-ondas convencional de frequência de 2,45 Hz, em uma rampa de aquecimento de 20 minutos, iniciando-se em 30°C até atingir o nível de 130°C, permanecendo assim durante 15 minutos. A temperatura e a pressão do sistema foram monitoradas durante a síntese, com auxílio de um termopar e um manômetro que estão acoplados na célula reacional. Ao final da radiação, o precipitado resultante foi submetido à lavagem com água destilada e posterior centrifugação a 3600 rpm, repetindo-se este processo três vezes seguidas para a eliminação de impurezas. O precipitado foi destinado à secagem em estufa, a 90°C durante um período de 180 minutos, e, por fim, as amostras obtidas foram trituradas com auxílio de almofariz e pistilo para a obtenção de pó fino de Nb_2O_5 .

Em seguida, os pós foram sujeitos a um tratamento térmico nas temperaturas de 500°C, 600°C e 700°C, utilizando o forno Mufla modelo FL-1300, a fim de obter a fase cristalina do material sintetizado. A caracterização do material foi realizada pelas técnicas de difração de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Para a etapa de montagem da célula DSSC utilizou-se substratos FTO (óxido de estanho dopado com flúor), sendo estes previamente limpos com lavagens no ultrassom, utilizando detergente neutro, água destilada e etanol, alternando as lavagens, em um período total de 30 minutos. Uma pasta do material sintetizado foi realizada, utilizando o Nb_2O_5 a 90°C, etilenoglicol, Triton-x e etanol, mantidos posteriormente sob agitação magnética até atingir a viscosidade requerida. A deposição da pasta de Nb_2O_5 no FTO referente ao foto eletrodo foi realizada pelo método de *Doctor-Blade*, sinterizada posteriormente a 500°C durante 30 minutos e submetida à sensibilização com corante de rutênio N-3 durante 24 horas. No contra-eletródo foi feito um orifício para a entrada do eletrólito e realizada a deposição do grafite sobre o lado condutor do FTO. Sequencialmente, a DSSC foi montada em forma de sanduiche, através da união dos dois eletrodos separados por um espaçador e selados em seguida.

A DSSC foi submetida à caracterização dos parâmetros fotovoltaicos através das medidas de tensão de circuito aberto (Voc) e corrente de curto-circuito (Isc).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O difratograma de raios-x disponível na Figura 1 demonstra o comportamento das amostras a diferentes temperaturas de tratamento. Na temperatura de secagem do material, logo após a síntese (90°C), o Nb_2O_5 possui comportamento amorfo, assim como no tratamento térmico a 500°C. À medida que a temperatura aumenta (600°C) é possível visualizar picos de difração bem definidos, indicando a presença de fase ortorrômbica de acordo com a ficha número 27-1003. Na temperatura de 700°C o comportamento foi semelhante ao tratamento a 600°C. O Nb_2O_5 caracteriza-se pela necessidade de tratamentos térmicos adequados para obter a fase requerida. Entre as temperaturas de 500 e 600°C a fase pseudohexagonal deve estar presente, porém a confirmação será realizada posteriormente.

A Figura 2 apresenta as imagens MEV do Nb_2O_5 nas respectivas temperaturas citadas anteriormente. É possível visualizar que não há diferenças significativas entre as amostras, e sim apenas uma aglomeração maior das partículas à medida que aumenta a temperatura.

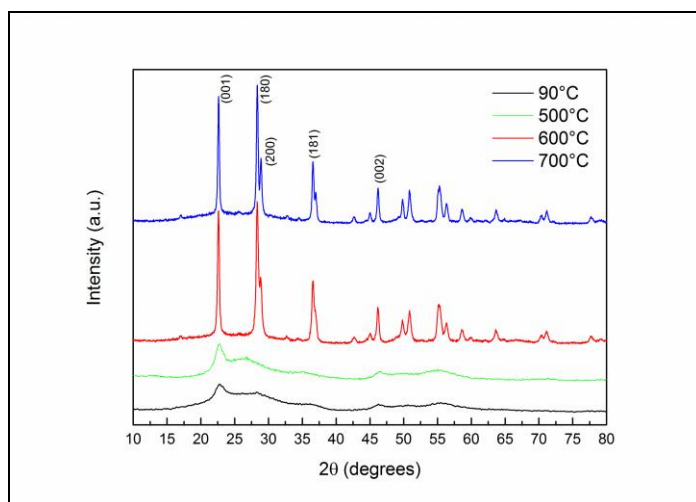


Figura 1 – Difratoograma de Raios-x do pentóxido de nióbio.

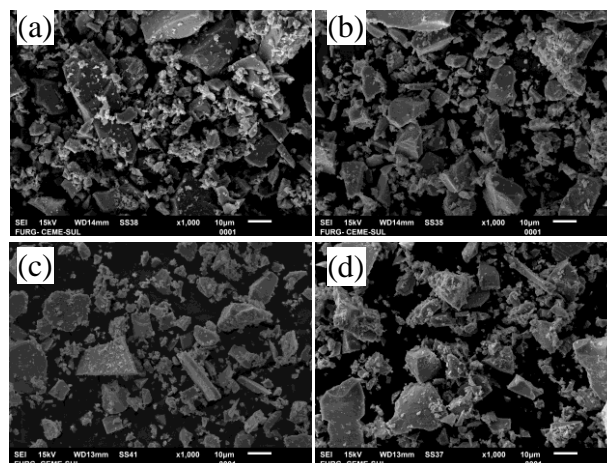


Figura 2 – Microscopia Eletrônica de Varredura das amostras de Nb₂O₅ a (a) 90°C, (b) 500°C, (c) 600°C e (d) 700°C.

As curvas I-V da célula solar foram geradas por dados fornecidos por um SMU (modelo Keysight U2702) e por uma fonte de luz, conforme exposto na Figura 3. Os parâmetros fotovoltaicos DSSC, medidos sob iluminação, foram $I_{sc} = 1,68 \mu A.cm^{-2}$, $V_{oc} = 147,1 \text{ mV}$ e $FF = 0,49$. Vale ressaltar que somente as medidas da célula solar com Nb₂O₅ sintetizado (90 ° C) foram realizadas.

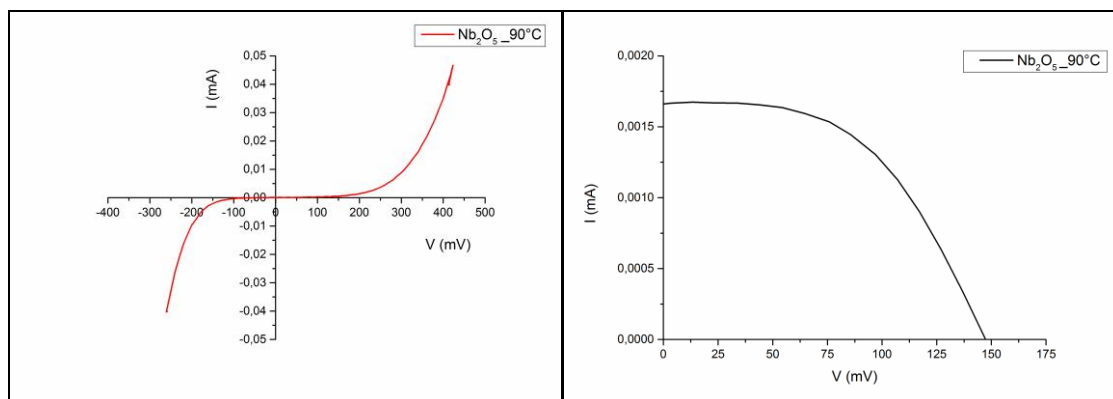


Figura 3 – Curva I-V, sendo (a) no escuro e (b) com luz.

Até o momento, somente os resultados preliminares estão disponíveis. Análises referentes ao *band gap* das amostras de Nb₂O₅, da microscopia eletrônica de transmissão, da espectroscopia Raman e da fotoluminescência ainda serão efetuadas para o completo trabalho. Também, novas células DSSC serão montadas para testar os diferentes tipos de materiais obtidos pelo tratamento térmico.

4. CONCLUSÕES

O pentóxido de nióbio foi sintetizado pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas de forma simples e rápida, e apresentou resultados de caracterização semelhantes a literatura. A montagem da célula está em fase inicial, porém já foi possível verificar que o nióbio apresentou uma curva I-V com a tendência promissora, mesmo com valores bem abaixo da média. Novas células e novos testes serão realizados, a fim de melhorar os valores de Voc e de Isc, assim como o FF.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANEEL - Agência Nacional de Energia Elétrica; **Atlas de Energia Elétrica do Brasil**. 2ª Ed, Brasília, 2005. Acessado em 10 out. 2016. Online. Disponível em: <http://www2.aneel.gov.br/aplicacoes/atlas/download.htm>

CHEN, P., et.al.; Microwave-assisted hydrothermal synthesis of TiO₂ spheres with efficient photovoltaic performance for dye-sensitized solar cells. **Journal of Nanoparticle Research**, Taiwan, v.15, p.1465-1476, 2013.

GHOSH, R. et al.; Nanoforest Nb₂O₅ Photoanodes for Dye-Sensitized Solar Cells by Pulsed Laser Deposition. **Applied Materials and Interfaces**, United States, v.3, p.3929-3935, 2011.

HAGFELDT, A et.al.; Dye-Sensitized Solar Cells. **Chemical Reviews**, Sweden, v.110, n.11, p.6595–6663, 2010.

LE VIET, A. et al. Nb₂O₅ Photoelectrodes for Dye-Sensitized Solar Cells: Choice of the Polymorph. **The Journal of Physical Chemistry C**, Singapore, v.114, n.49, p.21795-21800, 2010.

LOPES, O.F. et. al. Óxidos de Nióbio: Uma Visão sobre a Síntese do Nb₂O₅ e sua Aplicação em Fotocatálise Heterogênea. **Química Nova**, São Paulo, v.38, n.1, p.106-117, 2015.

MATHEW, S. et.al.; Dye-sensitized solar cells with 13% efficiency achieved through the molecular engineering of porphyrin sensitizers. **Nature Chemistry**, Switzerland, v.6, n.242-247, 2014.

O'REGAN, B., GRÄTZEL, M.; A low-cost, high-efficiency solar cell based on dye-sensitized colloidal TiO₂ films. **Nature**, Switzerland, v.353, p.737-740, 1991.

OU, J.Z., et.al.; Elevated Temperature Anodized Nb₂O₅: A Photoanode Material with Exceptionally Large Photoconversion Efficiencies. **ACS Nano**, Australia, v.6, n.5, p.4045-4053, 2012.