

OBTENÇÃO DE Nb_2O_5 PELO MÉTODO HIDROTÉRMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS PARA APLICAÇÃO EM CÉLULAS SOLARES SENSIBILIZADAS POR CORANTE

CÁTIA LIANE ÜCKER¹; VITOR GOETZKE²; FÁBIO CALCAGNO RIEMKE²;
LISIANE DE OLIVEIRA DIEHL²; CRISTIANE WIENKE RAUBACH RATMANN²;
SÉRGIO DA SILVA CAVA³

¹ Universidade Federal de Pelotas – catiaucker@gmail.com

² Universidade Federal de Pelotas – vitorgoetzke@gmail.com; fabio.riemke@gmail.com;
lisiane.diehl@gmail.com; cricawr@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. 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 e GRÄTZEL, 1991).

O pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) revela-se um material conveniente para este tipo de dispositivo, por apresentar propriedades semelhantes ao TiO_2 , boa atividade fotocatalítica e pela sua ampla disponibilidade, já que o Brasil é o maior produtor mundial de nióbio, com participação de mais de 90% (LE VIET et al. 2010). 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 e observar a influência do posterior tratamento térmico realizado, sobre a fase, a morfologia, o tamanho e distribuição de nanopartículas, e por fim realizar a montagem da célula DSSC e avaliação dos parâmetros fotovoltaicos.

2. METODOLOGIA

Para a síntese, 2 g de oxalato amoniacal de nióbio ($\text{NH}_4[\text{NbO}(\text{C}_2\text{O}_4)_2(\text{H}_2\text{O})].n\text{H}_2\text{O}$), 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 Nb₂O₅.

Em seguida, os pós foram sujeitos a um tratamento térmico nas temperaturas de 500°C, 550°C, 600°C, 700°C e 800°C. A caracterização do material foi realizada pelas técnicas de difração de raios-x (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), Espectroscopia Raman e UV-VIS.

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 todas as amostras de Nb₂O₅ (90-800°C), etilenoglicol, Triton-x e etanol, mantidos posteriormente sob agitação magnética até atingir a viscosidade requerida. A deposição da pasta de Nb₂O₅ 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-eleto do 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 (Jsc).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 demonstra o difratograma de raios-x das amostras submetidas a diferentes tratamentos térmicos. Em baixas temperaturas (90°C), o Nb₂O₅ apresenta baixa cristalinidade. Com o aumento da temperatura de calcinação da amostra, a partir de 500°C, é possível observar a fase pseudohexagonal TT-Nb₂O₅ presente (JCPDS nº 28-317). A partir de 600°C a fase ortorrômbica T-Nb₂O₅ predomina na amostra, mantendo-se assim em 700°C e 800°C (JCPDS nº 27-1003).

A Figura 2 apresenta as imagens MEV do Nb₂O₅ 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.

Os valores dos *band gap* para as amostras estão dispostos na Figura 3. Com o aumento da temperatura, percebe-se uma diminuição nos valores de *band gap*, sendo característico devido a um ordenamento na estrutura causado pelo tratamento térmico. As amostras do material a 700°C e 800°C apresentaram *band gap* de 3,08 eV e 3,04 eV, valores estes referentes aos comprimentos de onda de 402,3 nm e 407,6 nm, indicando que ambas absorvem luz no espectro visível.

A Figura 4 mostra as curvas J - V para as amostras de 90°C a 800°C. Com o aumento da temperatura, percebe-se que há uma diminuição dos parâmetros fotovoltaicos (J_{sc} e V_{oc}) com o aumento da temperatura, sendo estes indicativos da presença de vacâncias de oxigênio originadas em amostras com maior temperatura.

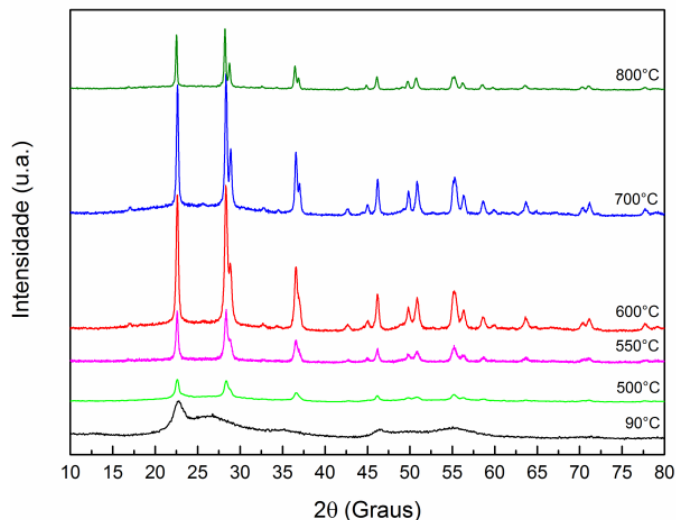


Figura 1 – Difratoograma das amostras de Nb₂O₅ a diferentes tratamentos térmicos (90 - 800°C).

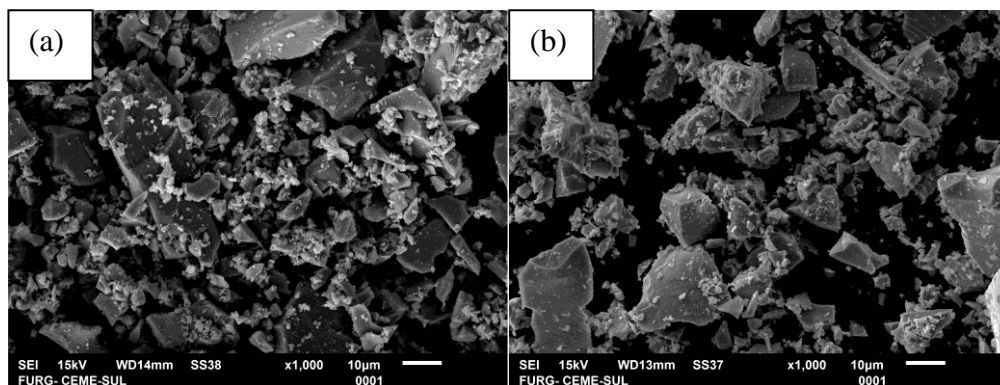


Figura 2 – Imagens MEV das amostras de Nb₂O₅, sendo (a) 90°C e (b) 700°C.

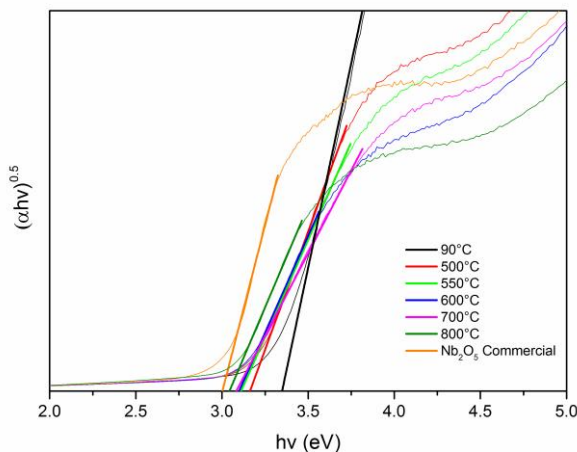


Figura 3 – Uv-visível das amostras de Nb₂O₅ submetidas a diferentes tratamentos térmicos.

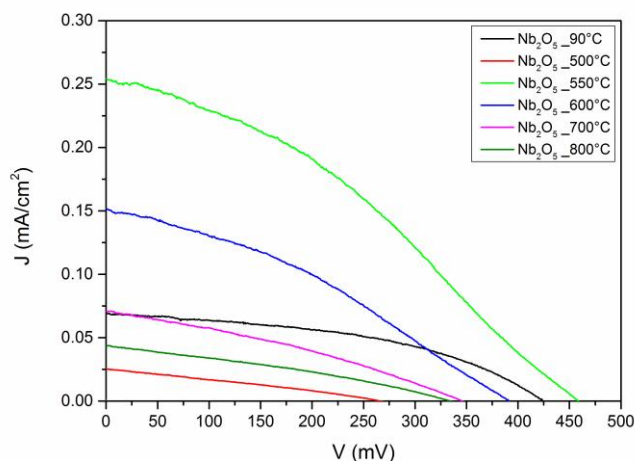


Figura 4 – Curvas J-V de Nb₂O₅ a diferentes temperaturas

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 à literatura. As DSSC montadas neste trabalho apresentaram resposta fotovoltaica, porém com valores de parâmetros baixos, indicando a necessidade de otimização da célula.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ANEEL - Agência Nacional de Energia Elétrica; **Atlas de Energia Elétrica do Brasil**. 2ª Ed, Brasília, 2005. Acessado em 10 ag 2018. 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.

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.