

VOLTAMETRIA CÍCLICA DE FILMES FINOS ELETROCRÔMICOS DE MÚLTICAMADAS DE $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{WO}_3$

LUISA SÁBIO DA SILVA¹; LUANA USZACKI KRÜGER²; CAMILA MONTEIRO
CHOLANT³; RENATA SÁBIO DA SILVA⁴ CÉSAR OROPESA AVELLANEDA⁵

¹Universidade Federal de Pelotas – luisa-sabio@hotmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – luanauszacki@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – camila_scholant@hotmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – renata_sabioo@hotmail.com

⁵Universidade Federal de Pelotas – cesaravellaneda@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Conforme os conhecimentos científicos ao longo do tempo vem se aprimorando, a tecnologia e seus avanços causam enorme impacto na sociedade pela qualidade de suas inovações, de seus métodos e técnicas utilizadas pelo ser humano, com isto surgem problemas ambientais tais como por exemplo o alto consumo de energia. Utilizando meios científicos e tecnológico para solucionar esta adversidade emprega-se o uso de materiais eletrocrômicos que por sua vez possuem características de aproveitamento de energia. Conhecidos como dispositivos inteligentes os filmes finos possuem capacidade de modificar suas propriedades ópticas após serem estipulados eletricamente através de um potencial ou corrente, absorvendo e refletindo luz conforme o meio, podendo variar de transparentes para coloridos.

Para melhorar as propriedades desses materiais semicondutores usa-se a estratégia de múltiplas camadas que se baseia na utilização de materiais em escala nanométrica com triplo revestimento. O material é imerso no substrato e camada por camada recebe o tratamento térmico possibilitando ao filme um alto controle de contraste e uma grande área superficial, o que torna o material mais atraente. Além disso a técnica de múltiplas camadas conforme SNEH (2002), possibilita propriedades físicas e elétricas aprimoradas. O WO_3 por sua vez tem como principal característica a capacidade de ser um controlador de calor e de luz, sendo muito utilizado na fabricação de janelas inteligentes e outros dispositivos optoeletrônicos.

O presente trabalho visa a obtenção de filmes finos de multicamadas de Nb_2O_5 revestido com WO_3 para a produção de um dispositivo eletrocrômico com boa estabilidade eletroquímica.

2. METODOLOGIA

Para a elaboração da solução sol-gel para produção do filme fino de óxido de Níbio utilizou-se pentacloreto de Níbio (NbCl_5) como precursor e butanol como solvente e ácido acético como catalizador, todos os compostos químicos foram misturados por cerca de 15 minutos utilizando um ultrassom de ponta em temperatura ambiente, com potência de 20 watts formando uma solução de Nb_2O_5 e transparente, esta solução foi separada e colocada em um recipiente refrigerado além disto a solução de WO_3 foi preparada segundo a literatura (AVELLANEDA).

Utilizando um substrato de óxido de estanho dopado com flúor possuindo características semicondutoras este foi imerso na solução preparada, formando então primeira camada de filme fino, a imersão se deu por 10 segundos através

do equipamento *dip-coating* com 120mm/min de velocidade, logo após levado ao forno a 450°C permanecendo por 10 minutos, tendo dado tempo para o resfriamento do substrato reiniciou-se todo o processo novamente, em torno de três vezes foi imerso na solução de Nb₂O₅ utilizando o *Dip-coating* e levado ao forno a 450°C por 10 minutos, totalizando 3 camadas de filme fino em escala nanométrica postas no substrato de FTO. Para o acabamento final utilizou-se a solução de WO₃, o substrato com as camadas de WO₃ foi posto novamente no equipamento *Dip coating* com 120mm/min de velocidade para sua imersão na solução e transportado ao forno em torno de 240° a solução permaneceu sob aquecimento contínuo durante 1 hora.

Para fazer as medidas eletroquímicas foi utilizado um equipamento potenciostato Autolab com o auxílio de uma célula eletrolítica de 3 eletrodos, o eletrodo de trabalho onde se encontra o filme fino, o eletrodo de referência sendo um fio de prata e o terceiro eletrodo auxiliar tratando-se de uma placa de platina, o conjunto de eletrodos são imersos em uma solução (eletrólito) de perclorato de Lítio dissolvido em carbonato de propileno contendo 0,1 mol/L, esta solução minimiza a migração dos íons gerados pelo campo magnético, através deste potenciostato foram feitas as análises de voltametria cíclica, cronocoulometria e cronoamperometria. A análise de voltametria cíclica revela a relação da corrente com tempo caracterizando o comportamento redox do composto, se dá a partir da inversão da direção do potencial ao final da primeira varredura sendo avaliado a cinética de transferência eletrônica na ida e na volta da varredura. A cronoamperometria é uma análise utilizada para medição experimental em diversas variáveis monitoradas através da corrente com relação ao tempo, a corrente é monitorada a medida que passa pelo eletrodo de trabalho com um potencial fixo ocasionando na reação redox do substrato estudado. A análise cronocoulometria estuda a relação da carga com o tempo usada para a determinação da cinética e do mecanismo da reação eletrolítica e examina os fenômenos de adsorção de superfícies dos eletrodos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na figura 1, voltametria cíclica observa-se a análise de uma janela de potencial de -1 V a 0,2 V e uma velocidade de varredura de 20mV/s. No potencial de -0,63 V observou-se um pico anódico com corrente de -0,72 (mA.cm⁻²). Este gráfico representa inserção/ extração de carga no filme de Óxido de Níbio (Nb₂O₅) revestido com Óxido de Tungstênio (WO₃). Ambos os metais de transição têm características eletrocromáticas catódicas, tendo tendência a trocar de coloração durante a inserção dos íons de Lítio na sua estrutura.

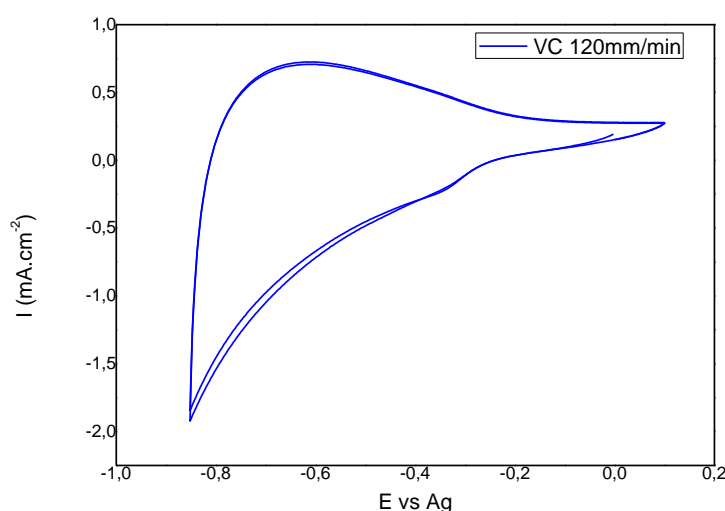


Figura1: Voltametria Cíclica do filme de Nb₂O₅/WO₃.

Analisando os resultados da figura 1 observa-se uma ligeira diminuição na intensidade da corrente anódica no segundo ciclo mudou para -0,61 V e teve um valor de -0,70 (mA.cm⁻²) isto se deu devido a uma mudança de inserção/extração dos íons na estrutura. Além do mais é possível observar que os voltamogramas apresentam o mesmo perfil de reversibilidade para os dois ciclos, apresentando picos anódicos, relativos a intercalação de íons de Lítio no interior da estrutura do filme fino com 3 camadas de Nb₂O₅ e WO₃.

4. CONCLUSÕES

O método para obtenção do filme eletrocromico de 3 camadas de Nb₂O₅ foi feita de forma acessível e eficaz e economicos, assim como a sua diluição para formar a ultima camada de filme fino utilizando WO₃. Os filmes foram confeccionados pelo processo sol-gel com a técnica de deposição Dip-Coating que resultou em filmes finos com boa adesão ao substrato. As análises de voltametria cíclica revelaram que o filme de Nb₂O₅ revestido com WO₃ atingiu um valor máximo de corrente anódica de -0,72 (mA.cm⁻²) a cerca de -0,63 V comprovando que possui uma boa absorção para os primeiros testes eletroquímicos. O trabalho demonstrou que, com aumento do número de camadas e com a diluição do WO₃ em proporção adequada apresenta melhorias nas respostas eletroquímicas do material e os parâmetros utilizados na metodologia se mostram adequados para a confecção dos filmes demonstrado possuir resultados promissores e revestimento fino para uso em dispositivos eletrocromicos.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

QUINTANILHA, R.; ROCHA, I.; VICHESSI, R.; LUCHT, E.; NAIDEK, L.; WINNISCHOFER, H.; VIDOTTI, M. Electrochromism: Basis and application of

Nanomaterials in development of high performance electrodes, **Química Nova**, São Paulo, v.37,n.4, 2014.

REYES, K.; STEPHENS, Z.D.; ROBINSON, D.B. Composite WO_3/TiO_2 nanostructures for high electrochromic activity. **Sandia National Lab**, United States, 2013.

DINH, N.N.; NINH, D.H.; THAO, T.T.; VO-VAN, T. Mixed Nanostructured Ti-W Oxides Films for Efficient Electrochromic Windows. **Journal of Nanomaterials**, p.1-7, 2012.

ANDRADE, J.R. Desenvolvimento de dispositivos eletrocromicos. 2015. 110f. Tese (Doutorado em Físico-Química) – **Instituto de Química**, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2015.

SNEH, O.; CLARK-PHELPS, R.; LONDERGAN, A.; WINKLER, J.; T.; S. Thin film atomic layer deposition equipment for semiconductor processing. **Thin Solid Films**. v.402, p.248-261, 2002.

AVELLANEDA, C.O.; AEGERTER, M.A.; PAWLICKA, A. Caracterização de filmes finos de Nb_2O_5 com propriedades eletrocromica. **Química Nova**. São Paulo. V.21, n.3. 1998.