

A INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE DE DEPOSIÇÃO EM MEDIDAS ELETROQUÍMICAS DE FILMES FINOS DE MoO₃

LUANA USZACKI KRÜGER¹; CAMILA MONTEIRO CHOLANT²; RAPHAEL DORNELES CALDEIRA BALBONI³; ÉRIKA VASQUES SHNEIDER⁴; CÉSAR ANTONIO OROPESA AVELLANEDA⁵

¹Universidade Federal de Pelotas – luanauszacki@gmail.com

²Universidade Federal de Pelotas – camila.scholant@gmail.com

³Universidade Federal de Pelotas – raphael.balboni@gmail.com

⁴Universidade Federal de Pelotas – erika_schneider94@hotmail.com

⁵Universidade Federal de Pelotas – cesaravellaneda@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Filmes finos, ou filmes eletrocrônicos, como também são chamados devido suas mudanças nas propriedades ópticas, são elementos cada vez mais utilizados devido à sua grande área de aplicação, como por exemplo, industrial, eletrônica, óptica, etc. Uma área que atrai muita atenção é a energética, onde encontram-se as células solares e janelas eletrocrônicas (WANG et al., 2019), materiais voltados para a economia de energia, que levam em sua montagem os filmes eletrocrônicos (LIN et al., 2010). Estes materiais são capazes de modificações em suas propriedades ópticas gerando uma mudança reversível de coloração, que é resultado de um potencial externo aplicado, este podendo ser elétrico, de luz ou de calor (LAMPERT, 2004). Um bom exemplo para eficiência das janelas eletrocrônicas é o auxílio na redução do consumo impedindo a entrada de calor no ambiente.

Uma técnica de deposição bastante utilizada para produção destes filmes é o dip-coating, ou mergulhamento como também é conhecida, um método de baixo custo que consiste em mergulhar e remover um substrato, com velocidade pré definida, em uma solução sol-gel (DASTAN; PANAHİ; CHAURE, 2016).

Dependendo da velocidade de deposição utilizada, os filmes eletrocrônicos tendem a ter uma certa espessura, isto é, com o aumento da velocidade de deposição dos filmes, também ocorre um aumento na espessura dos filmes (MOURA, 2016). Além da velocidade (U), a espessura (h) também depende de outras forças como viscosidade (η), força da gravidade (g), tensão superficial (γ), densidade (ρ), entre outras, como é mostrado na relação feita por Landau-Levich na equação 1 (BRINKER; SCHERER, 1990).

$$h = 0,94(\eta U / \gamma_{LV})^{\frac{1}{6}} (\eta U / \rho g)^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

Este trabalho busca aprimorar rotas eficazes e comprovar, através de medidas eletroquímicas, a interferência que a velocidade de deposição e a espessura por esta produzida, possuem com relação à qualidade de um filme eletrocrônico.

2. METODOLOGIA

2.1 Preparo da solução sol-gel

Os filmes preparados para este trabalho utilizaram a combinação de duas técnicas sol-gel e dip-coating. Primeiramente, para preparação da solução, foram adicionados à um balão de fundo chato, pó de trióxido de molibdênio (VI) (MoO_3) como um precursor e peróxido de hidrogênio (H_2O_2) como solvente, a solução é então levada a refluxo de soxhled a 80°C durante 2 horas, até a dissolução de todo molibdênio. Após, são misturados polietilenoglicol 400 para controle de viscosidade e 2-metoxietanol e a solução é levada novamente à refluxo a 70°C durante 3 horas, sendo utilizado o calor como um catalisador até que a solução mude de coloração e se torne homogênea (LIN et al., 2010).

2.2 Preparo dos filmes eletrocrônicos

Após pronta e resfriada, a solução é levada para técnica de *dip-coating* onde um substrato de vidro (FTO) é mergulhado na mesma. Foram utilizadas diversas velocidade de imersão e emersão de 150mm/min, 160mm/min, 170mm/min, 180mm/min, 190mm/min e 200mm/min, com tempo de deposição de 10 segundos e em seguida o substrato coberto por solução é levado ao forno mufa a 350°C por 10 minutos e assim é formado o filme fino.

Para medir os resultados foram utilizados um Potenciómetro/Galvanostato Autolab com ajuda de uma célula eletrolítica de 3 eletrodos e um eletrólito líquido de LiClO_4/PC de 0,1M.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para serem feitas as comparações eletroquímicas entre resultados, primeiramente foram obtidas matematicamente as espessuras dos filmes (tabela 1), todos feitos com apenas uma camada de deposição, variando somente as velocidades de imersão e emersão do substrado na solução sol-gel.

Tabela 1: Valores da espessura para cada velocidade.

Velocidade de deposição (mm/min)	Espessura (μm)
150	0,211
160	0,220
170	0,228
180	0,237
190	0,245
200	0,254

Por meio das medidas de cronicoulometria foram obtidos os dados da figura 1, onde podemos ver que em 15 segundos fez-se a polarização/despolarização dos filmes, que é o processo de inserção e extração dos íons de lítio, presentes no eletrólito, nos filmes. Este método proporciona visibilidade da mudança de coloração nos filmes, neste caso, de azul claro para azul escuro e retornando a coloração inicial após a extração de carga.

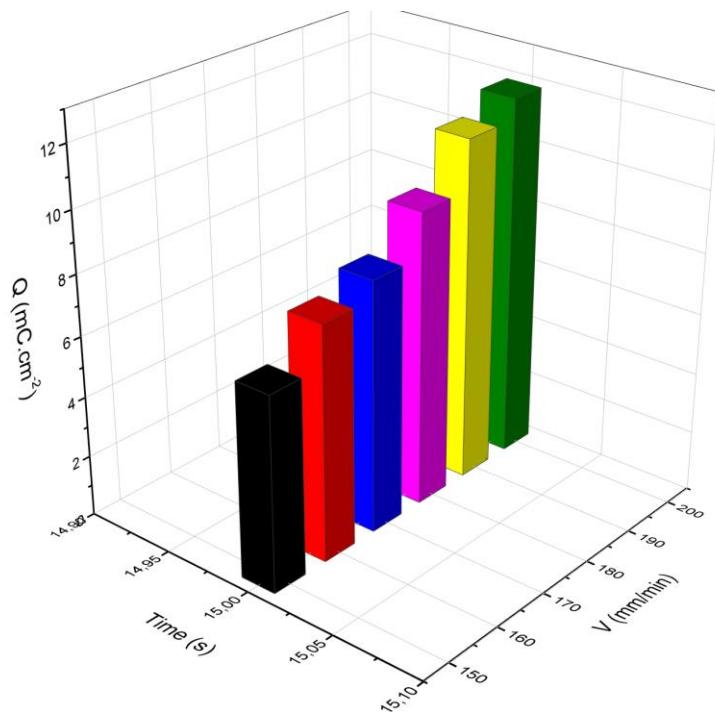


Figura 1: Comparação entre densidades de carga e velocidades de deposição.

Através da cronocoulometria também podemos ver que ao se comparar as velocidades de deposição, os filmes produzidos com maior velocidade, e assim com maior espessura, possuem também uma maior densidade de carga, sendo estas 6,39; 7,71; 8,27; 9,66; 11,26 e 11,9 mC/cm² para as velocidades de 150, 160, 170, 180, 190 e 200 mm/min, respectivamente. Estes dados mostram a eficiência de uma maior espessura, podendo assim haver a absorção de uma quantidade maior de íons através dos poros do filme.

4. CONCLUSÕES

Os resultados deste trabalho comprovam a eficiência da espessura do filme relacionada a velocidade, as densidades de carga obtidas nos filmes de maiores velocidades são consideradas boas levando em consideração o tempo de inserção e extração, além do fato de o filme possuir apenas um material puro depositado, ou seja, não possuir nenhum outro elemento que faça melhorias na sua capacidade. Estes estudos podem ser feitos futuramente em filmes que tenham dopagens com outros elementos, havendo chances de melhorias.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BRINKER, C. J.; SCHERER, G. W. **Sol-Gel Science: The Physics and Chemistry of Sol-Gel Processing**. London: Academic Press Limited, 1990.
- DASTAN, D.; PANAHİ, S. L.; CHAURE, N. B. Characterization of titania thin films grown by dip-coating technique. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, New York, v. 27, n. 12, p. 12291–12296, 2016.
- LAMPERT, C. M. Chromogenic Smart Materials, **Materials Today**, Cotati, p. 28–35, 2004.



LIN, S. Y. et al. Electrochromic properties of MoO₃ thin films derived by a sol-gel process. **Journal of Sol-Gel Science and Technology**, v. 53, n. 1, p. 51–58, 2010.

MOURA, E. **Propriedades eletrocrônicas de filmes finos de V₂O₅ dopados com TiO₂**. 2016. Dissertação (Mestrado em Física) - Curso de Pós-graduação em Física, Universidade Federal de Pelotas.

WANG, Z. et al. Hierarchical structure WO₃/TiO₂ complex film with enhanced electrochromic performance. **Solid State Ionics**, v. 338, p. 168–176, 2019.