

FILMES FINOS SOL-GEL DE TiO₂

FERNANDA LANGONE¹ ; RAFAELA M.J. LEMOS²; CÉSAR O. AVELLANEDA³

¹ Universidade Federal de Pelotas - ferlangone@gmail.com

² CDTec, Universidade Federal de Pelotas - rafaela.mjl@gmail.com

³ CDTec, Universidade Federal de Pelotas - cesaravellaneda@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

Os efeitos do aquecimento global são maximizados com a emissão de gases de efeito estufa, como o CO₂, são agravados pelo fato de que cerca de metade da população do mundo vive em cidades o que acaba criando as "Ilhas urbanas de calor" com temperaturas bem mais elevadas que a região periférica. Buscando a economia de energia elétrica em ambientes fechados, muitos estudos vêm sendo realizados, já que o homem passa grande parte de seu tempo dentro de edificações e, portanto, cada vez mais energia é usada para a climatização desses ambientes. A luz do sol carrega grande quantidade de energia para as edificações. Uma tecnologia muito eficaz na diminuição do consumo de energia elétrica com iluminação e sistema de climatização de ambientes são as janelas eletrocromicas, que têm como função principal modular ou diminuir a intensidade de transmissão luminosa visível ou infravermelha em ambientes fechados, diminuindo desta forma o consumo de energia elétrica gasta com lâmpadas e ar condicionado. [1]

Em geral, o fenômeno de eletrocromismo é definido como uma mudança de coloração do material, persistente, mas reversível, causada pela aplicação de corrente ou potencial elétrico externo. E, exatamente com base nestes objetivos, várias pesquisas vêm sendo direcionadas para o desenvolvimento de dispositivos eletrocromicos, como por exemplo, as janelas eletrocromicas comentadas anteriormente, de grande interesse para projetos arquitetônicos. Estas janelas, são estruturas constituídas de várias camadas/filmes finos (ITO – condutor eletrônico transparente, filme eletrocromico, eletrólito iônico sólido ou líquido e contra eletrodo ou reservatório de íons) depositados uns sobre os outros e fixados entre dois vidros. O princípio de funcionamento destes sistemas é a inserção de elétrons e pequenos cátions na camada eletrocromica mudando a coloração do dispositivo e, com isso, a sua transmissão. Dependendo do potencial aplicado e do filme utilizado a coloração pode ser mais ou menos intensa o que também é muito importante para o bem estar dos possíveis usuários. [2]

Para que sejam obtidos filmes de qualidade, utilizam-se técnicas clássicas que apresentam inúmeras vantagens, como o processo de sol-gel e a técnica para deposição de filmes sob o condutor transparente pelo uso do equipamento *Dip – Coating*. Dentro desta perspectiva, visto que os filmes preparados por essas técnicas apresentam a característica de excelente homogeneidade, uma vez que misturados a nível molecular, torna-se necessário alavancar aplicações de filmes finos em sistema existente, demonstrando as vantagens técnicas e econômicas de aplicação destes filmes sobre as técnicas convencionais.

O dióxido de titânio (TiO₂) é um material versátil sendo bastante investigado para aplicações que vão desde fotocatalise, células solares, sensores, até dispositivos eletrocromicos. Nos últimos anos, o uso de TiO₂ integrado em dispositivos

eletrocromicos vem aumentando exponencialmente. O material é considerado eletrocromico quando ocorre uma mudança reversível em suas propriedades ópticas (transmitância e refletância) associada a uma reação de oxidação-redução eletroquimicamente induzida sob uma tensão ou corrente aplicada. Nesse caso, o TiO_2 aparece como um material eletroativo atraente devido a suas características como alta atividade, forte capacidade de oxidação e maior estabilidade química. Além disso, o TiO_2 é considerado um semiconductor que possui um amplo band gap (aproximadamente 3,2eV) e apresenta uma estrutura de rede que permite facilmente a intercalação de cátions. Esta intercalação leva a estados eletrônicos adicionais em seu band gap causando a mudança nas propriedades ópticas que resulta na absorção de luz na faixa do visível. De fato, o TiO_2 é considerado um dos materiais mais promissores para dispositivos eletrocromicos. [3,4]

2. METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODO)

2.1 Preparação do Solde TiO_2

A solução solde TiO_2 foi preparada utilizando ácido acético, álcool isopropílico e o isopropóxido de titânio. Estes três componentes foram submetidos a agitação magnética durante 30 minutos em recipiente tampado, para obter uma solução homogênea.

2.2 Preparação do filme de TiO_2

Os filmes foram depositados em dois substratos diferentes, a fins comparativos. Foi depositado sobre vidro e sobre o pet ambos recoberto com uma camada condutora eletrônica de ITO (óxido de estanho dopado com índio). As lâminas de ITO, antes de serem usadas, foram cuidadosamente limpas com detergente neutro, água destilada e isopropanol, após esse processo foram secas em estufa por 20 minutos a 50°C. Esta deposição foi feita através da técnica de *Dip-Coating*, em ambiente com umidade entre 50% e 60%. O processo pode ser repetido 1, 2 ou 3 vezes dependendo da espessura desejada para o filme. O filme de ITO VIDRO foi depositado nas condições de velocidade de 100mm/min e 10s de imersão, e posteriormente a um tratamento térmico de 350°C durante 30 minutos. Já o filme de ITO PET foi depositado nas condições de velocidade de 100mm/min e 10s de imersão, e posteriormente a um tratamento térmico de 120°C durante 30 minutos.

2.3 Parte experimental

A exploração das propriedades eletroquímicas foi feita em um potenciostato/galvanostato (AUTOLAB PGSTAT 302N) acoplado a uma célula eletroquímica, onde o eletrólito empregado foi o Perclorato de Lítio (LiClO_4) de 0,1mol dissolvido em carbonato de propileno (PC) tendo como eletrodo de referência fio de prata e contra eletrodo lâmina de platina de 1cm². As análises de voltametria cíclica foram realizadas com janela de potencial de -1,6V a 1,0V, com velocidade de varredura de 50mV/s. A cronocoulometria ocorreu nos potenciais de -1,6V a 1,6V, com tempos de inserção/extração de carga de 15 segundos, 30 segundos e 60 segundos.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os filmes finos de óxido de titânio passaram por análises eletroquímicas, feitas por um potenciostato, onde foram feitas medidas de Voltametria cíclica e Cronocoulometria. Os gráficos 1 e 2 apresentam a Voltametria cíclica dos filmes de TiO₂, e em cada gráfico em questão foi trabalhado um substrato diferente.

O gráfico 1 trata-se do substrato ITO VIDRO contendo três camadas, e o gráfico 2 trata-se do substrato ITO PET também com três camadas. Foram analisados em três potenciais catódicos diferentes, sendo eles -1V, -1,4V e -1,6V, e foi constatado que o melhor potencial a ser utilizado é -1,6V.

Abaixo, pode-se analisar que o material tem comportamento catódico pois muda de cor no potencial negativo, e em termos de comparação dos substratos é visível que há uma grande diferença no comportamento eletroquímico.

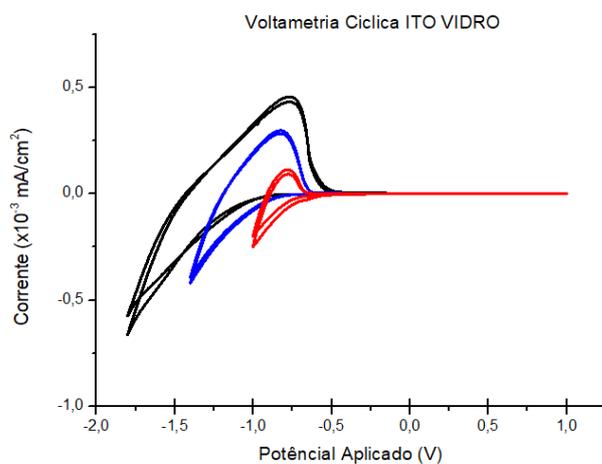


Figura 1: Voltametria cíclica do substrato ITO VIDRO do filme de TiO₂.

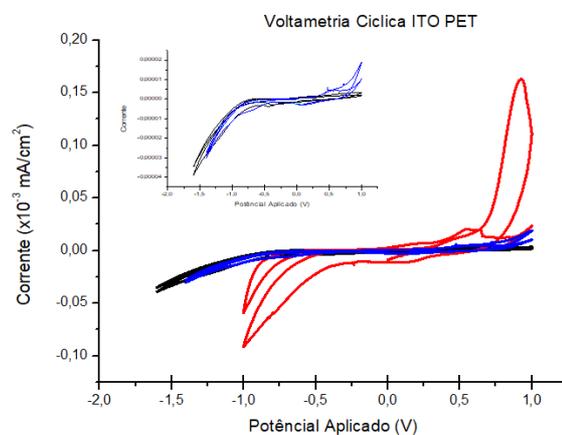


Figura 2: Voltametria cíclica do substrato ITO PET do filme de TiO₂.

As figuras 3 e 4 representam os resultados da Cronocoulometria dos filmes de TiO₂. Observa-se que no ITO VIDRO (figura 3) foram inseridos 14 mC/cm² de carga enquanto no ITO PET (figura 4) foi inserido 0,21 mC/cm² de carga, ou seja, no ITO VIDRO a densidade de carga inserida foi maior. Uma possível causa para essa grande diferença é aderência de um substrato para outro.

Além disso, outra possível causa para essa grande diferença de inserção de carga é a temperatura do tratamento térmico em cada substrato. Para o ITO VIDRO pode-se usar temperaturas mais elevadas, mas para o ITO PET deve-se ter o devido cuidado para não danificar o filme. Sabe-se que, o grau de cristalinidade, aumenta com o aumento da temperatura, tratando-se do filme TiO₂, há presente a fase de cristalização anatase no vidro (tratamento térmico 350°C), porém no pet (tratamento térmico 120°C) essa temperatura é amorfa, ou seja, o tratamento térmico tem grande ligação com o resultado que se deseja obter. [5]

As densidades de carga para um tempo de 15s, 30s e 60s de polarização foram respectivamente de 8mC/cm², 11mC/cm², 13,5mC/cm² para os filmes de ITO VIDRO e para os filmes de ITO PET nos tempos de 15s, 30s e 60s de polarização foram respectivamente de 0,07mC/cm², 0,13mC/cm², 0,21mC/cm². Pode-se perceber que em 30s até 60s foram inseridos apenas 2,5mC/cm² no ITO VIDRO e isso mostra que não compensa aumentar tanto tempo para pouco de carga inserida a mais.

A carga anódica dividida pela carga catódica multiplicado por 100 resulta na porcentagem de reversibilidade do filme, e esse resultado diante dos gráficos apresentados demonstraram-se mais baixos no ITO PET do que no ITO VIDRO.

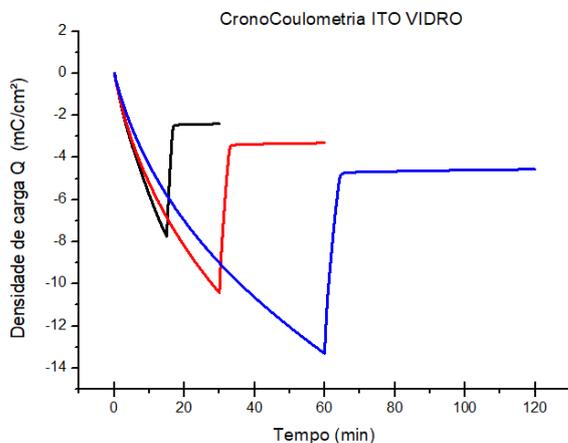


Figura 3: Cronocoulometria do substrato ITO VIDRO do filme de TiO₂.

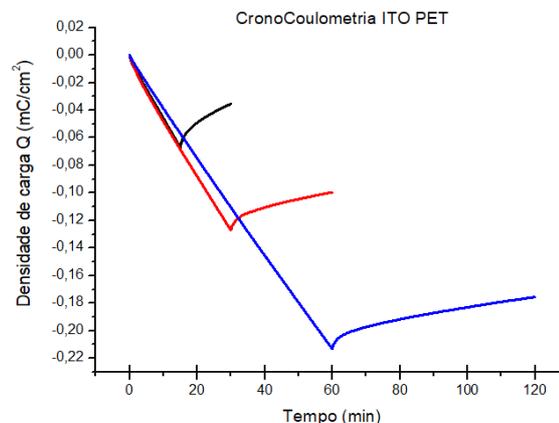


Figura 4: Cronocoulometria do substrato ITO PET do filme de TiO₂.

4. CONCLUSÃO

O funcionamento e o controle dos parâmetros do processo sol-gel e da deposição *Dip-Coating* são simples e podem ser uma alternativa eficaz e atrativa para a produção de dispositivos flexíveis para diversas aplicações comerciais. Conclui-se que a temperatura do tratamento térmico é essencial para a obtenção do filme de TiO₂, e esse processo de otimização para chegar nos dispositivos flexíveis deverá ser aprofundado através de estudos futuramente para melhores resultados.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] DE OLIVEIRA, R. S.; SEMAAN, F. S.; PONZIO, E. A. - Janelas Eletrocromicas: Uma Nova Era em Eficiência Energética, Rev. Virtual Quim., 2015, 7 (1), 336-356. Data de publicação na Web: 14 de novembro de 2014.
- [2] QUINTANILHA C.R; ROCHA I.; VICHESSE B.R.; LUCHT E.; NAIDEK K.; WINNISCHOFER H.; VIDOTTI M.- Electrochromism: basis and application of nano-materials in development of high performance electrodes. Quím. Nova 37(4) – 2014.
- [3] NUNES D.; FREIRE T.; BARRANGER A.; VIEIRA J.; MATIAS M.; PEREIRA S.; PIMENTEL A.; CORDEIRO A.J.N.; FORTUNATO E.; MARTINS R. - TiO₂ Nanostructured Films for Electrochromic Paper Based-Devices; Published: 11 February 2020.
- [4] CUNHA, R.R ; FERREIRA, M.A ; SILVA. V.G.A ; JESUS. L.M.A.M – Estudo da deposição de Filmes Finos de TiO₂ por sol-gel e evaporação e-beam. 70ª Congresso Annual da ABM - Rio de Janeiro; 2015.
- [5] DA SILVA S.G.L.; ALVES K.A. - Photoactivity and optical absorption capability by ceramic fibers of TiO₂ and TiO₂/WO₃ obtained by electrospinning. Brazilian Applied Science Review - 03/12/2020.