

1.05.07–Física / Física da Matéria Condensada.

A INFLUÊNCIA DO POTENCIAL DE DEPOSIÇÃO NO PREPARO DE FILMES DE ÓXIDO DE TITÂNIO

Eliciany F. da Silva^{1*}, Denisia B. Soares², Alexandro S. da Rocha³

1. Estudante de IC da Universidade Federal do Tocantins

2. Técnica do Laboratório de Pesquisa em Materiais para Aplicações e Dispositivos Eletrônicos da Universidade Federal do Tocantins

3. Pesquisador da Universidade Federal do Tocantins / Orientador

Resumo

O presente trabalho apresenta a investigação da influência do potencial de deposição no processo de eletrodeposição de filmes finos de Óxido de Titânio, para tanto realizou-se algumas etapas, desde a construção do eletrodo de trabalho, preparação do eletrólito, análises eletroquímicas por voltametria cíclica (VC), depósito dos filmes, análises dos transientes de correntes, tratamento térmico e investigação por Raios-X.

Palavras-chave: Óxido de Titânio; Filmes Finos, Potencial de Deposição.

Introdução

Ao longo dos anos muito se fala sobre novas fontes energéticas renováveis e produção de energia através delas, assim, um recurso estudado é a captação da energia solar a fim de transformar em energia elétrica. Um método é a criação de dispositivos fotovoltaicos com funções de capturar os fótons e separar cargas, estes possuem grande importância no meio acadêmico e industrial. O uso de filmes finos de Óxido de Titânio (TiO₂) tem sido amplamente estudados como uma rota alternativa para melhorar esses materiais. Aqui os filmes de titânia eram eletrodepositados (com potenciais distintos) sobre lâminas de vidro recobertas com filme condutor e transparente de óxido de estado dopado com índio (ITO), com intuito de analisar o crescimento do depósito. Esse processo apresenta várias vantagens como, controle de espessura, baixo custo e oferece alguns materiais policristalinos. (Serpa, 2013)

Metodologia

Para realização desse projeto, foram realizadas várias etapas importantes, que serão mais bem exemplificadas abaixo.

Preparação e Caracterização do Eletrólito: O eletrólito foi preparado a base TiOSO₄, H₂O₂ e KNO₃, e caracterizado por meios de voltametrias para a detecção do potencial de deposição mais adequado ao processo de formação do Filme. Antes da preparação da solução de 0,2 mols de TiOSO₄, 0,1 mols de KNO₃ e 0,03 mols de H₂O₂, foram realizados os cálculos estequiométricos necessários para a pesagem dos reagentes. Após a pesagem, deu-se continuidade ao processo, adicionando os reagentes supracitados em 50 ml de água Destilada e Deionizada (DD), agitando por cerca de 50 minutos. Após esse tempo acrescentou-se mais 50 ml de água DD. Em seguida, o pH (Potencial Hidrogeniônico) da solução foi medido e a mesma foi armazenada em um vidro com tampa a temperatura de 10° C.

Eletrodo de Trabalho: Na preparação dos eletrodos de trabalho, foram utilizadas lâminas de alumínio com ITO (vidro de Índio dopado com Estanho). O vidro tem cerca de 1 cm² de área e sua resistência de folha de aproximadamente 10 Ω. Usando uma fita dupla face o vidro é anexado a lâmina de alumínio e o contato Ôhmico (entre substrato e potenciostato) era feita com papel alumínio dobrado. Em seguida foi colocada uma fita dupla face mais grossa sobre o vidro com ITO, esta com um furo de 4,7 mm de diâmetro formando a área eletroativa onde o depósito deve ser formado, além de fixar o papel alumínio, conforme a Figura 01.

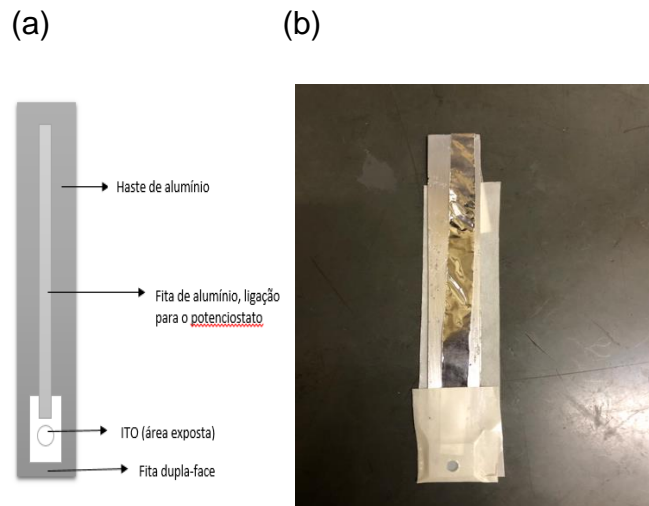


Figura 01: Eletrodo de trabalho produzido no laboratório, (a) esquema descritivo e (b) foto do eletrodo.

Eletrodeposição: Os filmes finos de TiO_2 foram eletrodepositados por Cronoamperometria sobre substratos de ITO, e logo após eram tratados termicamente (2h a 600°C).

Resultados e Discussão

O processo de eletrodeposição ocorre pela formação dos primeiros núcleos no substrato, ocasionado quando se tem deposição em substratos diferentes da solução. E após este tempo a corrente fica praticamente estável. Esta informação pode ser mais bem explicada e observada na Figura 02.

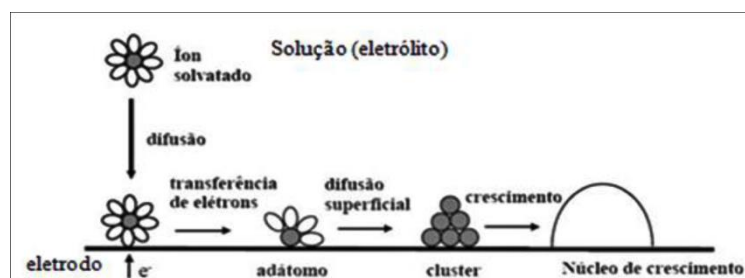


Figura 02: Ilustração do processo de eletrodeposição. Fonte: SOUZA (2010)

As soluções eletrolíticas preparadas de acordo com o que foi descrito nos materiais e métodos, apresentou um pH de 1,7 a temperatura de 12°C . Aqui, produzimos filmes finos de TiO_2 variando os potenciais de deposição (ver Tabela 01)

Amostra	Potencial	Resistência Elétrica
A1	-1,2 V	21 Ω
A2	-1,1 V	25 Ω
A3	-1,0 V	24 Ω

Tabela 01: Potencial e Resistencia de cada amostra.

Estes potenciais foram determinados por meio de voltametria cíclica (Figura 03), estudo envolvendo o substrato e o eletrólito utilizado. A curva voltamétrica pode fornecer informações importantes para o processo de eletrodeposição.

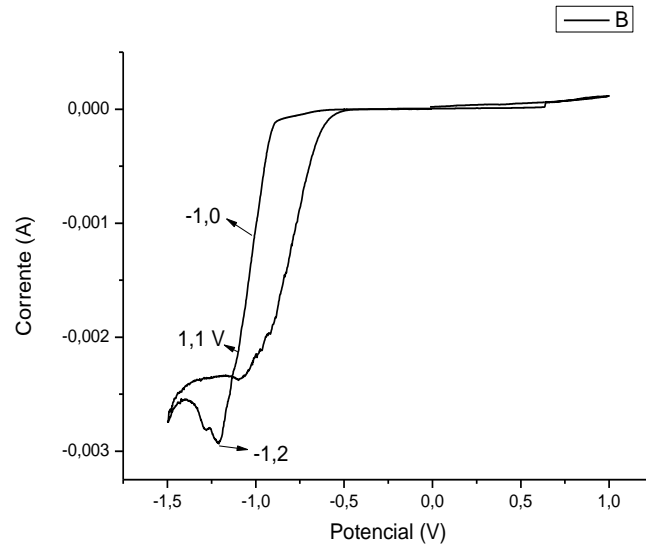


Figura 03: Gráfico da curva de voltametria.

A análise voltamétrica foi realizada entre os potenciais de interesse (-1,5V até 1,0V), gerando corrente elétrica de até 0,003A, ademais o gráfico destaca os potenciais de deposição utilizados na eletrodeposição dos filmes de TiO_2 (-1,2V, -1,1V e -1,0V).

Com os valores de potencial elétrico definido partimos para a deposição do material pela técnica Cronoamperometria. A Figura 04 apresenta os transientes de corrente das deposições.

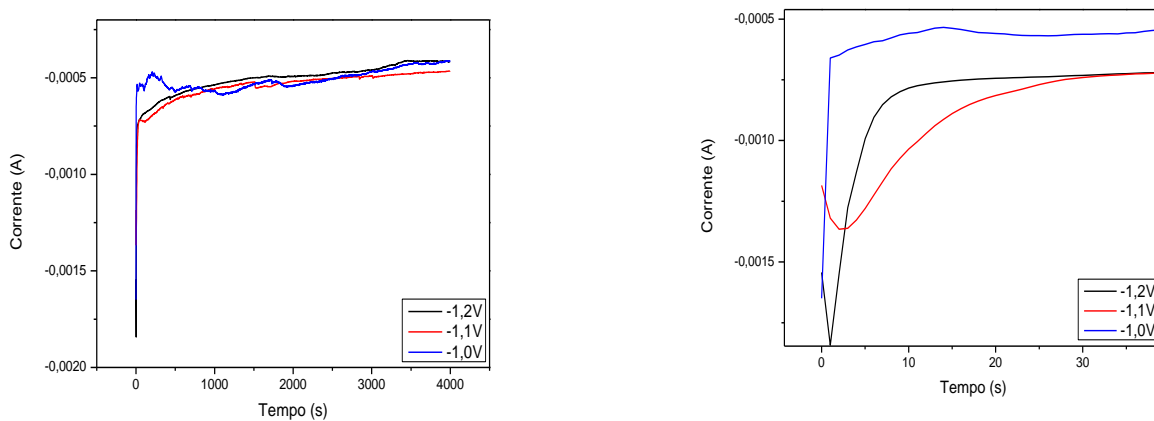


Figura 04: (a) Gráfico correspondente ao transiente de corrente (corrente vs tempo). (b) Ampliação dos estágios iniciais da eletrodeposição (processo nucleativo).

Nos gráficos de corrente por tempo podemos notar que a curva de eletrodeposição estabiliza em aproximadamente 1000 segundos (Figura 04–a), após a estabilização não ocorre grande variação de corrente. A variação entre corrente pode se caracterizar pelos diferentes potenciais de deposição, resistência elétrica das amostras e distância entre eletrodos.

Já a Figura 04-b apresenta os estágios iniciais do processo eletroquímico, ou seja, os primórdios da formação do filme de TiO_2 , conhecido como nucleação. Nota-se que os potenciais aplicados influenciam significativamente nesta ação, pois os gráficos se diferenciam de acordo com este parâmetro.

Para que o material depositado apresente propriedade fotovoltaica é necessária a realização de tratamento térmico de 2h a 600°C , ou seja, é fundamental alterar a fase cristalina do depósito. Então apresentamos o

resultado de Raios-X em uma das amostras (Figura 05).

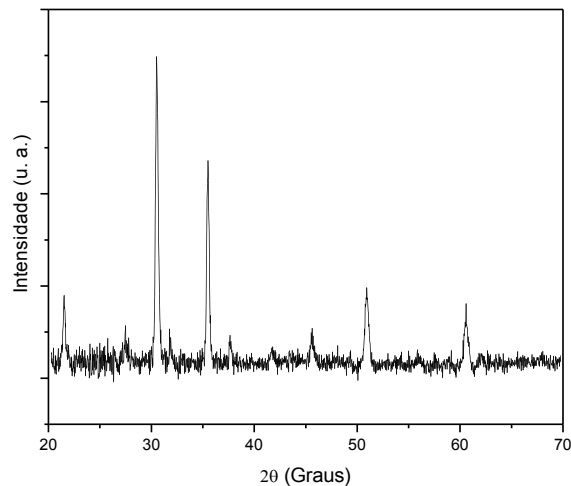


Figura 05: Difração de Raios-X.

O gráfico de Raios-X mostra picos apontando a presença de TiO_2 e evidenciando a formação da fase anatase (desejada).

Conclusões

Os voltamogramas realizados mostram a estabilidade da solução eletrolítica e foram usados como base para determinar os potenciais de deposição do material. Os transientes de corrente mostraram que a mudança de potencial afeta diretamente o processo nucleativo e conseqüentemente a rugosidade do filme, já que quanto maior for o número de núcleos criados no início do processo sobre o substrato, menos rugoso será o filme. Ademais se observa por meio da difração de Raios-X que a amostra apresenta a fase desejada, ou seja, a fase cristalina que detem o eleito fotovoltaico.

Referências Bibliográficas

SERPA, Rafael Bento. Filmes de TiO_2 eletrossintetizados sobre ITO com aplicabilidade em células fotoeletroquímicas e fotovoltaicas. 2013. 130f. Dissertação (Mestre em Física). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, SC, 2013.

SOUZA, D. A. R. de. Eletrodeposição e caracterização de camadas magnéticas de magnetita. 2010. 98f. Dissertação (Mestre em Ciências e Engenharia de Materiais). Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2010.