

1.05.07–Física / Física da Matéria Condensada.

## ELETRODEPOSIÇÃO DE ÓXIDO DE TITÂNIA

Antoniana A. Feitosa<sup>1\*</sup>, Denísia B. Soares<sup>2</sup>, Maria L. Sartorelli<sup>3</sup>, Alexsandro S. da Rocha<sup>4</sup>

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. Pesquisadora da Universidade Federal de Santa Catarina

4. Pesquisador da Universidade Federal do Tocantins / Orientador

### Resumo:

Um recurso muito estudado é a capacitação da energia solar para transformar em energia elétrica. Um método é a criação de dispositivos fotovoltaicos com funções de capturar fótons e separar cargas.

O uso de filmes finos de Óxido de Titânio ( $\text{TiO}_2$ ) tem sido estudados como uma rota alternativa para melhor esses dispositivos.

Aqui destacaremos o processo de produção de Filmes Finos de Óxido de Titânio eletrodepositados sobre substratos de vidro recobertos por um filme condutor e transparente de óxido de estado dopado com índio (ITO), com intuito de analisar o processo de crescimento do depósito.

**Palavras-chave:** Óxido de Titânio; Dispositivos Fotovoltaicos; Eletrodeposição.

### Introdução:

Um recurso muito estudado é a capacitação da energia solar para transformar em energia elétrica. Um método é a criação de dispositivos fotovoltaicos com funções de capturar os fótons e separar cargas. O uso de filmes finos de  $\text{TiO}_2$  tem sido uma rota alternativa para melhorar esses dispositivos. O Óxido de Titânio nanocristalino e nanoporoso apresenta propriedades fotovoltaicas e foi usado com sucesso em célula solar com alta área superficial e incorporação de corantes [1].

Aqui utilizamos um método analítico baseado em reações de oxi-redução (Eletrodeposição-ED), que apresenta vantagens como, controle de espessura, baixo custo e forma materiais policristalinos [2]. O método de eletrodeposição pode ser galvanostática, onde a corrente elétrica que passa pelo sistema é mantida constante, ou potencioestática, onde o potencial elétrico aplicado ao sistema é mantido constante. Em ambos, a espessura do depósito pode ser controlada pela carga depositada ou pelo tempo que transcorre o experimento. Além disso, a obtenção do transiente de potencial (corrente) fornece informações sobre o crescimento do depósito e do sistema eletrodo/eletrólito.

A obtenção de depósitos com as características desejadas também podem ser controladas pela concentração das espécies envolvidas, do pH e temperatura [3].

Produzimos aqui filmes de Óxido de Titânio eletrodepositados sobre substratos de vidro recobertos por um filme condutor e transparente de ITO.

### Metodologia:

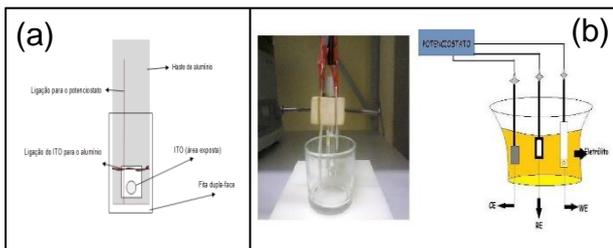
Para realização desse projeto, foram realizadas várias etapas importantes, que serão melhor exemplificadas abaixo.

**Preparação e Caracterização do Eletrólito:** Eletrólitos a base de  $\text{TiOSO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$ ,  $\text{KNO}_3$  e diferentes concentrações de Dodecil Sulfato de

Sódio (SDS) foram usados. As soluções foram caracterizadas voltametricamente para identificar o potencial de deposição dos Filmes. O Potencial Hidrogenionico foi medido e a mesma foi armazenada em um vidro com tampa a temperatura de 10°C.

**Eletrodo de Trabalho:** Usamos lâminas de vidro com ITO (Índio Dopado com Estanho – resistência de folha de 10 Ω) como substrato, que é preso a uma haste de alumínio. A ligação do substrato ao potenciostato é feita conectando um fio de cobre no ITO e no equipamento. Em seguida, uma fita delimitadora expõe 4,7 mm<sup>2</sup> onde o filme será formado, conforme a Figura 1 – a.

**Eletrólise de TiO<sub>2</sub>:** Os Filmes de Titânia foram eletrólise depositados sobre substratos de vidro recobertos por um filme condutor e transparente de ITO com o arranjo experimental convencional de três eletrodos (eletrodo de trabalho, eletrodo de referência e o contra eletrodo) mostrado na Figura 1 – b. Empregamos um Potenciostato VersaStat3 da Princeton Applied Research.

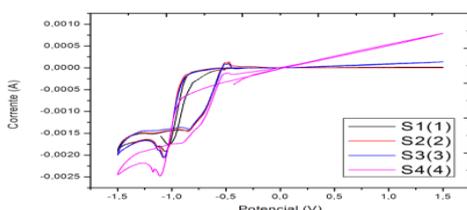


**Figura 1:** (a) Eletrodo de trabalho produzido no laboratório. (b) Imagem esquemática potenciostato/célula eletrolítica a direita e uma imagem ótica do esquema utilizado no laboratório mostrado a esquerda.

**Tratamento Térmico:** Os filmes passam por um tratamento térmico á 600°C por 2 horas.

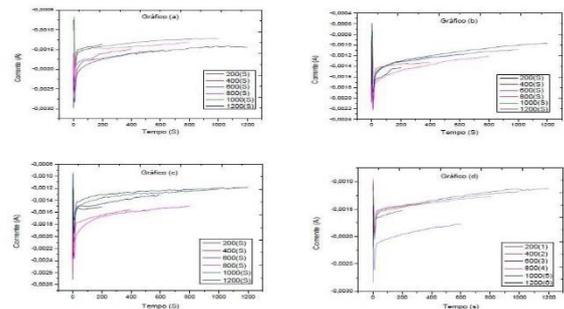
## ResultadoseDiscussão:

O eletrólito apresentou um pH de 1,7 a temperatura de 12°C. Esse valor assemelha-se aos resultados obtidos na literatura [4]. Produzimos 4 eletrólitos com concentrações diferentes de SDS, que variam de  $9,7 \times 10^{-3}$  até  $3,9 \times 10^{-2}$  mol/L. Abaixo (Figura 2) podemos observar um gráfico de voltametria das quatro soluções.



**Figura 2:** Estudo voltamétrico das soluções com diferentes concentrações de SDS. S1 =  $9,7 \times 10^{-3}$  mol/L; S2 =  $1,9 \times 10^{-2}$ ; S3 =  $2,8 \times 10^{-2}$ ; S4 =  $3,9 \times 10^{-2}$ .

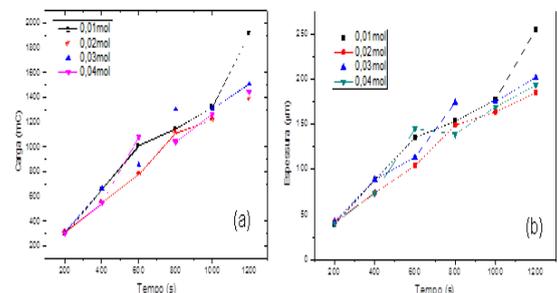
A curva voltamétrica pode fornecer informações sobre o processo de eletrólise, nos voltamogramas apresentados na Figura 2, pode ser observado o pico de redução de Titânio em -1.1V. Com o potencial de deposição definido (-1,1V) depositamos uma dezena de amostras, onde em cada solução foi depositado filmes com diferentes espessuras (definidas pelo tempo de deposição), desde amostras depositadas com 200 até 1200 s de deposição de material, e posteriormente foi tratada termicamente á 600°C por 2 horas. A Figura 3 mostra os transientes de corrente de cada eletrólito.



**Figura 3:** Transientes de corrente das amostras depositadas. Cada gráfico foi gerado em diferentes eletrólitos (concentrações distintas de SDS), sendo (a)  $9,7 \times 10^{-3}$  mol/L; (b)  $1,9 \times 10^{-2}$ ; (c)  $2,8 \times 10^{-2}$ ; (d)  $3,9 \times 10^{-2}$ .

Em todos os gráficos da Figura 3 os tempos de deposição foram os mesmos, de 200 até 1200 s, e pode ser observado pela corrente gerada que a intersecção de surfactante SDS não influenciou significativamente na condutividade do eletrólito.

As cargas depositadas podem ser vista na Figura 4 – a, e é calculada integrando a corrente depositada em função do tempo. As espessuras dos filmes estão na Figura 4 – b.



**Figura 4:** Gráfico da carga depositada (a) e da espessura (b) em função do tempo de deposição das amostras.

As cargas foram calculadas integrando os transientes de correntes apresentadas na Figura 3, onde podemos ver que amostras com espessuras menores (200 s) têm mesmas cargas entre os eletrólitos, as amostras de 400 s e 1000 s tiveram pouca variação e as com 600 s, 800 s e 1200 s mostram maior diferença.

As espessuras da Figura 4 – b foram calculadas utilizando a Lei de FARADAY e a equação 1. Essa lei trata da relação entre a corrente  $I$  em função do tempo  $t$  que nos determina a carga  $Q$  que indica a quantidade de reação que ocorreu e é utilizada para calcular a espessura.

$$Q = \int I(t) dt \quad \text{eq. 1}$$

É possível que a diferença de carga entre as soluções esteja ligada a diferença de resistividade dos eletrodos de trabalho, pois são confeccionados manualmente e o contato elétrico ITO/Potenciostato é feito conectando por contato uma ponta de um fio de cobre ao ITO e a outra no Potenciostato.

### Conclusões:

Os resultados foram obtidos em diferentes técnicas, como Voltametria Cíclica, Amperometria, Microscopia Eletrônica.

Os voltamogramas foram apresentados na Figura 2, mostram a estabilidade da solução eletrolítica e foi usado para localizar o potencial de deposição do material. Com o potencial de  $-1,1V$  definido, empregamos a Amperometria para deposições dos filmes finos, suas curvas de deposição em termos da corrente depositadas pelo tempo de deposição puderam ser visto na Figura 3, observando que a inserção do surfactante SDS não influenciou significativamente na condutividade do eletrólito.

A carga depositada foi calculada integrando a corrente em função do tempo, onde a diferença de carga entre as soluções pode estar ligada a diferença de resistividade dos eletrodos de trabalho, esta dúvida só poderia ser solucionada com o uso de cola prata de boa qualidade (importada e de alto custo) no contato ôhmico ITO/Potenciostato.

### Referências bibliográficas

[1] BRIAN, O'Regan and MICHAEL, Gratzel, **A low-cost, high-efficiency solar cell based on dye sensitized colloidal TiO<sub>2</sub> films.** Nature 353, p. 737 (1991).

[2] SERPA, Rafael Bento. **Filmes de TiO<sub>2</sub> eletrossintetizados sobre ITO com aplicabilidade em células fotoeletroquímicas e fotovoltaicas.** 2013. 130f. Dissertação (Mestre em Física). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, 2013.

[3] 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.

[4] SILVA, N. R. da. **Estudo das propriedades estruturais, morfológicas e ópticas de filmes de TiO<sub>2</sub> eletrossintetizados catódicamente em função dos parâmetros de síntese.** 2012. 126f. Dissertação (Mestre em Física) – Pós-Graduação em Física da Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.