

ELETRODEPOSIÇÃO DE ÓXIDO DE TITÂNIO

Titanium Oxide Electrodeposition

Eletrodeposición de Óxido de Titânio



Revista
Desafios

Artigo Original
Original Article
Artículo Original

Antoniana Alves Feitosa¹, Alessandro Silvestre da Rocha², Raimundo Wilson Brandão da Silva³, Denisia Brito Soares⁴

¹Discente do Curso de Licenciatura em Física, Universidade Federal do Tocantins, Araguaína - TO, Brasil.

²Professor do Curso de Licenciatura em Física, Universidade Federal do Tocantins, Araguaína - TO, Brasil.

³Graduado no Curso de Licenciatura em Física, Universidade Federal do Tocantins, Araguaína - TO, Brasil.

⁴Técnica no Laboratório de Pesquisa em Materiais para Aplicações em Dispositivos Eletrônicos - LABMADE, Universidade Federal do Tocantins, Araguaína - TO, Brasil.

*Correspondência: Universidade Federal do Tocantins, Campus Universitário de Araguaína. Avenida Paraguai, esquina com Rua Uxiramas, S/N, Setor Cimba, Araguaína, Tocantins, Brasil. CEP: 77824838. e-mail alessandro@uft.edu.br

Artigo recebido em 24/08/2018 aprovado em 21/09/2018 publicado em 31/10/2018.

RESUMO

Um recurso muito estudado é a captação 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 Óxido de Titânio (TiO_2) tem sido estudados como uma rota alternativa para melhorar esses dispositivos. Aqui destacaremos o processo de produção de Filmes 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. Este trabalho foi premiado no 12º Seminário de Iniciação Científica da UFT.

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

ABSTRACT

One very studied resource is the capture of solar energy to transform into electrical energy. One method is to create photovoltaic devices with functions of capturing the photons and separating charges. The use of titanium oxide (TiO_2) thin films has been studied as an alternative route to improve these devices. Here we will highlight the production process of Titanium Oxide Films electrodeposited on glass substrates covered by a conductive and transparent film of Indian doped state oxide (ITO), in order to analyze the process of deposit growth. This work was awarded in the 12th Seminar of Scientific Initiation of UFT.

Keywords: Titanium Oxide; Photovoltaic Devices; Electrodeposition.

RESUMEN

Un recurso muy estudiado es la captación de la energía solar para transformar en energía eléctrica. Un método es la creación de dispositivos fotovoltaicos con funciones de capturar los fotones y separar cargas. El uso de películas finas de Óxido de Titânio (TiO_2) ha sido estudiado como una ruta alternativa para mejorar estos dispositivos. En el presente trabajo se analizará el proceso de producción de películas de óxido de titânio electrodos sobre substratos de vidrio recubiertos por una película conductora y transparente de óxido de estado dopado con índio (ITO), con el fin de analizar el proceso de crecimiento del depósito. Este trabajo fue premiado en el 12º Seminario de Iniciación Científica de la UFT.

Descriptores: Óxido de Titânio; Dispositivos Fotovoltaicos; Electrodeposición.

INTRODUÇÃO

Um recurso muito estudado é a captação 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 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 (BRIAN e MICHAEL, 1991).

Aqui utilizamos um método analítico baseado em reações de oxi-redução (Eletrólise-Eletrólise), que apresenta vantagens como, controle de espessura, baixo custo e forma materiais policristalinos (SERPA, 2013). O método de eletrodeposição pode ser galvanostática, onde a corrente elétrica que passa pelo sistema é mantida constante, ou potenciostática, onde 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 (SOUZA, 2010). Produzimos aqui Filmes de Óxido de Titânio eletrodepositados sobre substratos de vidro recobertos por um filme condutor e transparente de ITO.

MATERIAIS E MÉTODOS

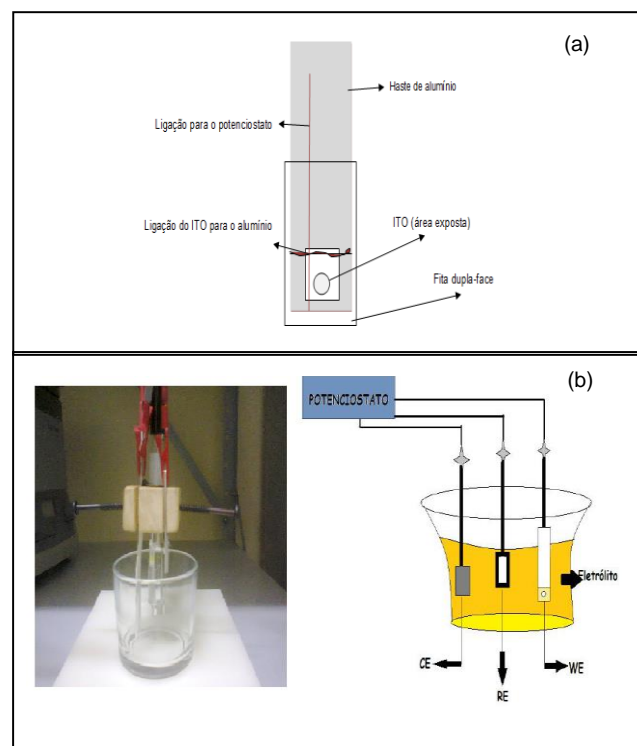
Preparação/Caracterização do Eletrólito: Eletrólitos a base TiOSO_4 , H_2O_2 , KNO_3 e diferentes concentrações de Dodecil sulfato de sódio (SDS) foram usados. As soluções foram caracterizados voltametricamente para identificar o potencial de

deposição dos Filmes. O Potencial Hidrogenionico foi medido e a mesma foi armazenada em um vidro com tampa a temperatura de 10°C .

Eletrólise de Trabalho: Usamos lâminas de vidro com ITO (Índio dopado com Estanho - resistência de folha de $10\ \Omega$) como substrato, que é preso à 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 $4,7\ \text{mm}^2$ onde o filme será formado, conforme a Figura 1-a.

Eletrólise de TiO_2 : Os Filmes de Titânia foram eletrodepositados 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-eletrólito) 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.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

O eletrólito apresentou um pH de 1,7 a temperatura de 12°C. Esse valor assemelha-se aos resultados obtidos na literatura (SILVA, 2012). 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.

A curva voltamétrica pode fornecer informações importantes para o processo de eletrodeposição, nos voltamogramas apresentados na Figura 03, pode ser nitidamente observado o pico de redução do 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 à 600 °C por 2 horas.

A Figura 3 mostra os transientes de corrente de cada eletrólito.

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

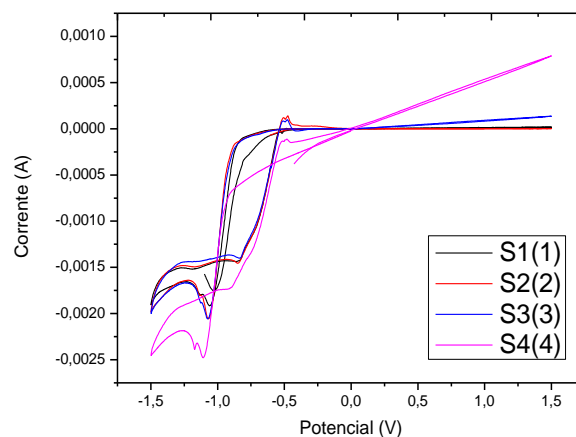
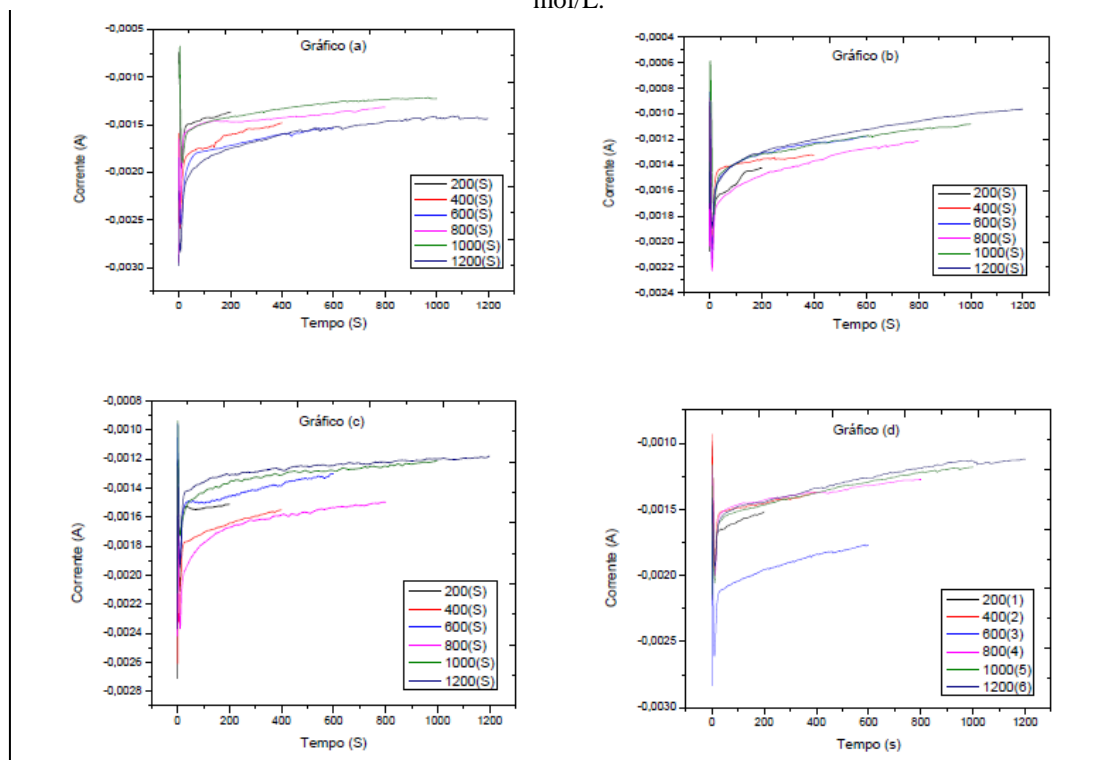
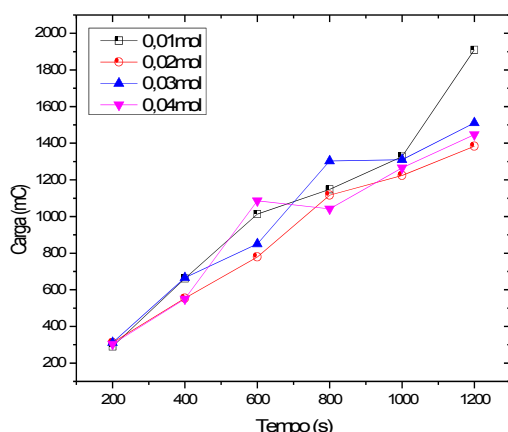


Figura 3: Transientes de corrente das amostras depositadas. Cada gráfico foi gerado em diferentes eletrólitos (concentrações distintas de SDS) sendo (a) $9,7 \times 10^{-3}$ mol/L, (b) $1,9 \times 10^{-2}$ mol/L, (c) $2,8 \times 10^{-2}$ mol/L e (d) $3,9 \times 10^{-2}$ mol/L.



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 inserção do surfactante SDS não influenciou significativamente na condutividade do eletrólito.

Figura 4: Gráfico da carga depositada em função do tempo de deposição das amostras

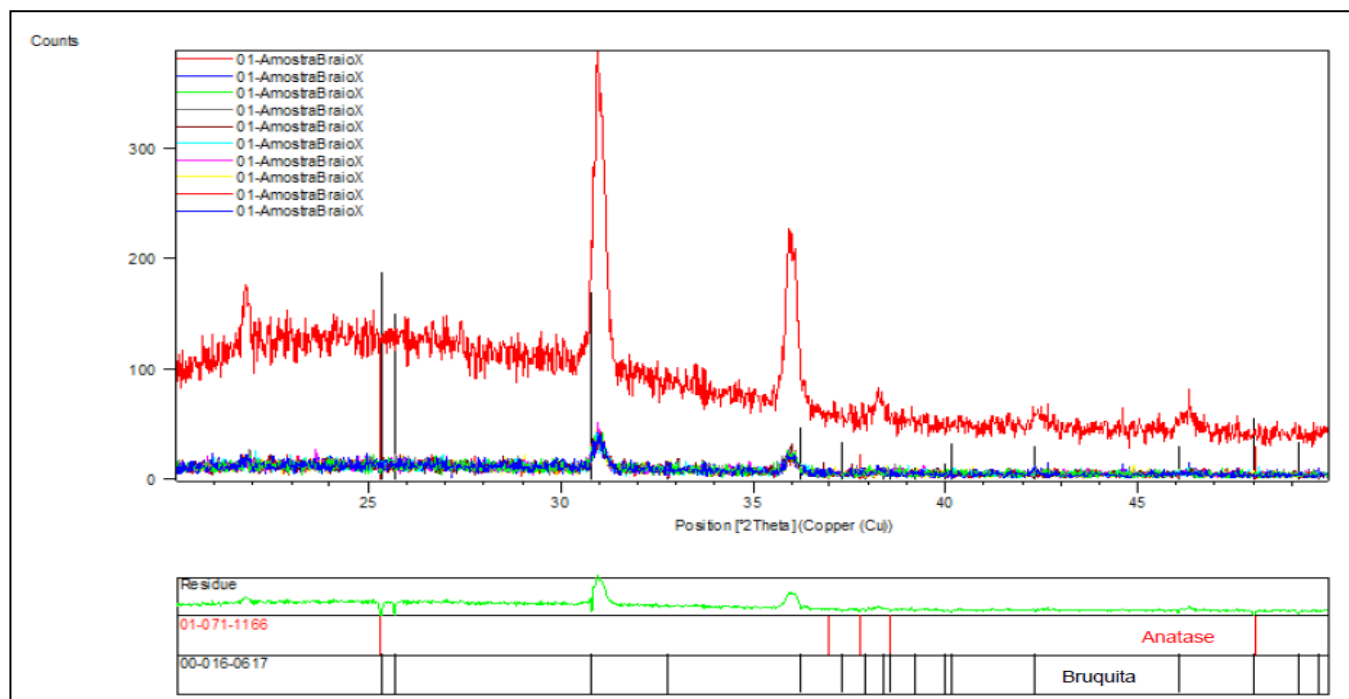


As cargas depositadas podem ser vista na Figura 04 e é calculada integrando a corrente depositada em função do tempo.

As cargas foram calculadas integrando os transientes de corrente e apresentadas na Figura 05, onde podemos ver que amostras com espessuras menores (200s) tem mesmas cargas entre os eletrólitos, as amostras de 400s e 1000s tiveram pouca variação e as com 600s, 800s e 1200s mostram maior diferença. 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.

Após a deposição dos filmes as amostras sofrem tratamento térmico por duas horas a $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ sem atmosfera controlada. Uma amostra foi depositada e depois analisada via difração de Raios-X com o intuito de descobrir a fase cristalina do material depositado. Os resultados podem ser vistos na Figura 5.

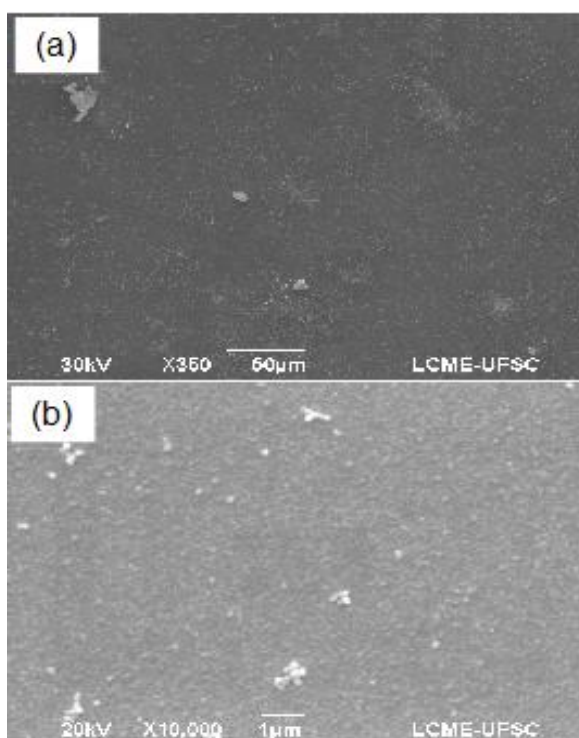
Figura 5: Resultado de Raios-X da amostra de Titânia e consiste da soma dessas 10 varreduras de feixe rasante.



A Figura 5 apresenta a análise de Difração de Raios-X da titânia. A difração foi feita com 10 varreduras em feixe rasante e estão incluídos os padrões das fases anatase e bruquita. A fase cristalina

desejada para que este material é a anatase, que aparece de forma sutil (pico em torno de $2\theta = 46,4^\circ$) na amostra analisada. Esta sutileza deve-se ao fato da amostra enviada possuir baixa espessura.

Figura 6: Gráfico da carga depositada em função do tempo de deposição das amostras.



As amostras também foram analisadas por Microscopia Eletrônica (Figura 6), que mostram a topografia das amostras depositadas com 800s e potencial de deposição de -1,06V. As imagens foram obtidas em um Microscópio Eletrônico fornecido pelo Laboratório de Sistemas Nanoestruturados.

A imagem da Figura 6 (a) foi obtida com 350 vezes de ampliação e a (b) ampliada 10.000 vezes. É possível observar um um crescimento rugoso.

CONCLUSÃO

É possível concluir que a adição de Dodecil Sulfato de Sódio não interfere significativamente sobre o eletrólito, ou seja, não desloca o potencial elétrico de deposição do material de interesse. Mas, o acréscimo do SDS influencia o processo nucleativo dos filmes, aumentando o número de núcleos de

crescimento e conseqüentemente deixando o filme menos rugoso.

AGRADECIMENTO

Instituto de Eletrônica Orgânica (INEO),
Laboratório de Sistemas Nanoestruturados (LabSiN).

Todos os autores declararam não haver qualquer potencial conflito de interesses referente a este artigo.

REFERÊNCIAS

BRIAN, O'Regan and MICHAEL, Grätzel, A low-cost, high-efficiency solar cell based on dye-sensitized colloidal TiO₂ films. **Nature** 353, p. 737 (1991).

SERPA, Rafael Bento. Filmes de TiO₂ eletrossintetizados sobre ITO com aplicabilidade em células fotoeletroquímicas e fotovoltaicas. 2013. 130f. **Dissertação** (Mestre em Física). Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis, SC, 2013.

SILVA, N. R. da. Estudo das propriedades estruturais, morfológicas e ópticas de filmes de TiO₂ eletrossintetizados catodicamente em função dos parâmetros de síntese. 2012. 126f. **Dissertação** (Mestre em Física) - Pós-Graduação em Física da Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2012.

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.