

## FILMES FINOS DE CuO PREPARADOS PELA TÉCNICA DE DIP-COATING

TANYSE P. SAMPAIO<sup>1</sup>; ITIANE OLIVEIRA<sup>2</sup>; CESAR O. AVELLANEDA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas, CDTec, tanyse.sampaio@gmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas, CDTec, iti\_oliveira@gmail.com,

<sup>3</sup>Universidade Federal de Pelotas, CDTec, cesaravellaneda@gmail.com

### 1. INTRODUÇÃO

O controle energético das edificações tem sido motivo de grande preocupação, tanto em países com inverno rigoroso, como em países tropicais. O principal problema é o consumo e desperdício de energia, tanto com aquecimento das edificações como resfriamento delas [1]. Mas, as condições atmosféricas na maioria dos países do mundo mudam constantemente de frio para calor e de sol excessivo para tempo nebuloso. Pensando nisso, buscam-se soluções “inteligentes”, que proporcionem economia de energia, porém sem a perda do conforto. Por isso o constante interesse em dispositivos eletrocromáticos, que veem direcionando pesquisas em todo o mundo. Suas características como o fenômeno de eletrocromismo, podem efetuar as mudanças necessárias para essa economia de energia necessária, no mundo de hoje onde a maioria da energia que consumimos provem de meios não renováveis.

O Eletrocromismo foi primeiramente definido por Kraus em 1953, em um relatório de laboratório de filmes finos de Tungstênio. Esses materiais são caracterizados pela mudança reversível das propriedades óticas, com a aplicação de um campo elétrico externo [2]. Os filmes finos de oxido de Cobre (CuO) caracterizam-se como catodo, ou seja, existe uma mudança de coloração visível do transparente para o quase preto, quando o potencial externo é aplicado [3].

O processo sol-gel tem se tornado um método interessante e promissor na preparação e deposição de filmes finos, uma vez que possibilita o processamento à baixas temperaturas e permite um melhor controle de cada uma das suas etapas [4].

A técnica de “Dip-coating” permite a deposição de mais de uma camada de solução. O processo pode ser repetido para aumentar a espessura do filme, tanto na mesma solução ou em outras soluções para depositar um material diferente; possibilitando também a deposição de filmes nos dois lados do substrato. Uma técnica muito utilizada, devido a sua simplicidade e a sua capacidade rentável de uma grande área de deposição, podendo ser utilizada, posteriormente em escala industrial, pois não necessita de uma instrumentação sofisticada [5].

### 2. METODOLOGIA

Primeiramente os substratos para a deposição dos filmes (FTO – Oxido de Estanho dopado com Flúor), foram cortados de uma placa, em tamanhos de 1,5 mm de largura e 30 mm de altura. Esses foram marcados e limpos em radiação ultrassônica durante 20 minutos. Os substratos foram submetidos a 20 minutos dentro da estufa, antes de serem utilizados.

Os sois foram preparados utilizando-se como precursor Acetato de Cobre [Cu(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub>, Vetec]; como solvente Álcool Etilico [(CH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>OH), Sythn] e como catalizador Acido Acético [(CH<sub>3</sub>COOH), Sythn], em concentrações diferentes. Posteriormente foram submetidos a irradiação ultrassônica durante vinte minutos.

Depositou-se os sois pela técnica de dip – coating, em ambiente com umidade abaixo de 40%. As velocidades e o tempo de imersão foram definidos em 180 mm/mim e a imersão em 10 segundos, respectivamente.

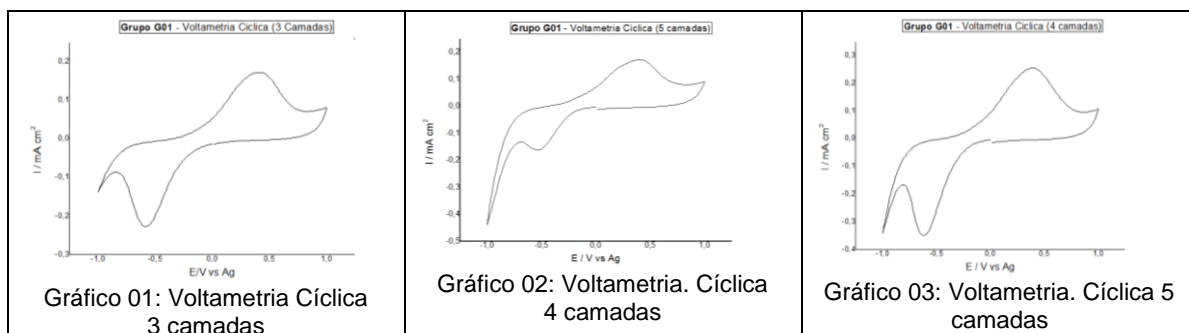
Aplicou-se tratamento térmico nos filmes durante 5 minutos entre as camadas depositadas e um tratamento térmico final.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os filmes Finos de Oxido de Cobre passaram por análises eletroquímicas, feitas por um potenciostato, onde foram feitas medidas de Voltametria Cíclica, Cronoamperometria e Cronocoulometria.

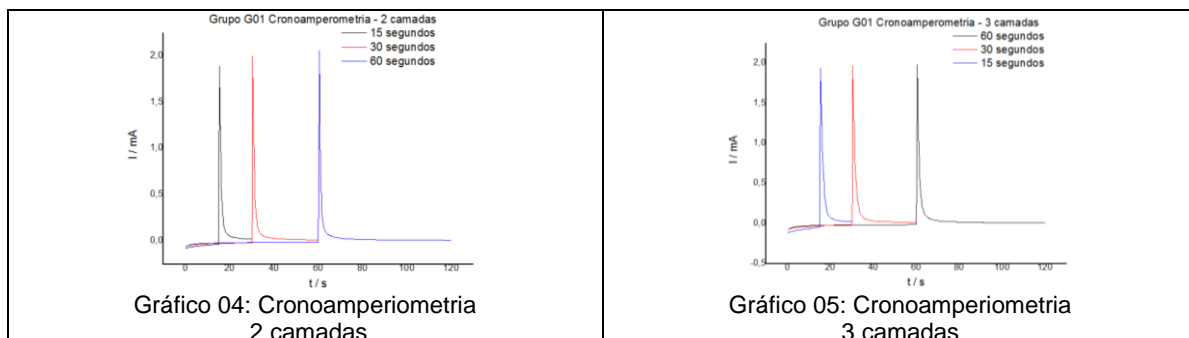
Os gráficos 01, 02 e 03 apresentam a voltametria cíclica dos filmes de CuO, em relação ao número de camadas 1, 2 e 3 camadas respectivamente. Observa-se nesses gráficos, um aumento de densidade de corrente, relativamente significativo entre os gráficos 02 e 03, que nos demonstra uma relação direta entre o número de camadas, espessura do filme, com a densidade de corrente.

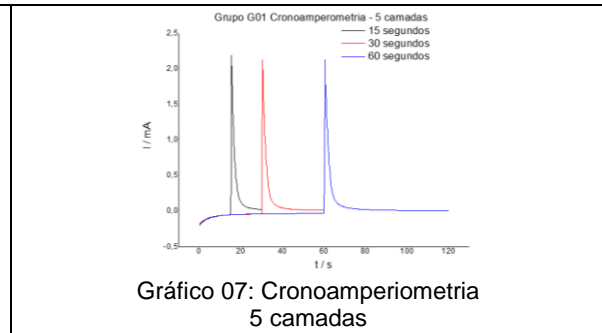
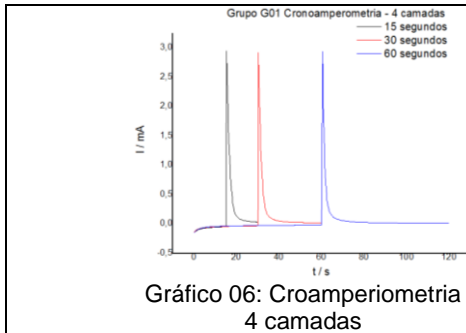
No gráfico 1 podemos observar, também que o pico anódico e catódico, sendo -0,25 e 0,2, respectivamente, estão bem definidos. Porém no gráfico 02 o pico anódico não está tão bem definido como nos gráficos 01 e 03. No gráfico 03 observou-se uma equivalência entre os picos catódico e anódico, o que nos mostra uma possível reversibilidade desse filme.



Realizou-se também medidas de Cronoamperometria, que consiste no registro da corrente gerada, pela redução ou oxidação de um potencial externo aplicado [8].

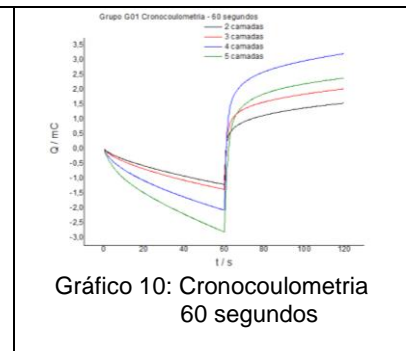
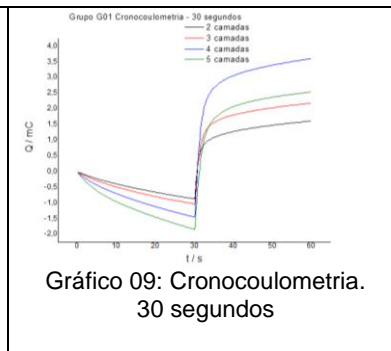
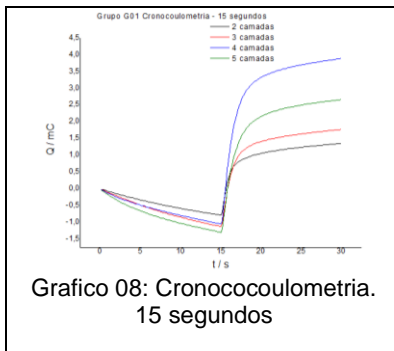
Observa-se claramente que a quantidade de corrente em todos os graficos não muda significativamente entre a quantidade de tempo que foi aplicada. Ve-se que os graficos 4, 5 a corrente absorvida esta na faixa de 2,0 mA maximo. Porém é notavel um aumento na densidade de corrente nos graficos 06 e 07 devido ao aumento da espessura do filmes em questão.





Em todas as análises de Cronocoulometria, diferente das amostras analisadas anteriormente, onde a densidade de carga aumenta com o número de camadas, nota-se um aumento considerável entre as 4 primeiras camadas em todos os gráficos em função do tempo, sendo o valor máximo de 4,0 mC para 15 segundos. Porém na amostra de 5 camadas, ocorreu uma diminuição nessa densidade, chegando em todos os gráficos um valor máximo de 2,5 mC.

Podemos notar também que o processo de descoloramento, ou seja, o processo de extração de lítio em todas as análises, ocorre mais rápido que o da inserção.



## 4. CONCLUSÕES

Com as análises dos filmes de Óxido de Cobre prontos, pode-se verificar a existência da reversibilidade necessária em todas as medidas realizadas, comprovando-se assim, que o presente trabalho mostrou-se promissor para o uso dos filmes como eletrodo de trabalho em um dispositivo eletrocromático.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. C.M. Lampert, C.G. Granqvist (Eds.), Large-Area Chromogenics: Materials and Devices for Transmittance Control, vol 54, **SPiE Opt.Eng.** Press, Washintong, 1990.
2. NESKOVSKA, R. et al. Electrochromism of the electroless deposited cuprous oxide films. **Thin Solid Films**, v. 515, n. 11, p. 4717-4721, 4/9/ 2007. ISSN 0040-6090. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0040609006015598> >
3. RICHARDSON, T. J.; SLACK, J. L.; RUBIN, M. D. Electrochromism in copper oxide thin films. **Electrochimica Acta**, v. 46, n. 13-14, p. 2281-2284, 2001. Disponível em: < <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0035794707&partnerID=40&md5=40476c73500c8d45cdf3f7ddcb075b3e> >
4. RAY, S. C. Preparation of copper oxide thin film by the sol-gel-like dip technique and study of their structural and optical properties. **Solar Energy Materials and Solar Cells**, v. 68, n. 3-4, p. 307-312, 2001. Disponível em: < <http://www.scopus.com/inward/record.url?eid=2-s2.0-0035372185&partnerID=40&md5=19efb312d7b0e7ac636cb2aaa0b9f989> >
5. CHAKI, S. H.; DESHPANDE, M. P.; TAILOR, J. P. Characterization of CuS nanocrystalline thin films synthesized by chemical bath deposition and dip coating techniques. **Thin Solid Films**, v. 550, n. 0, p. 291-297, 1/1/ 2014. ISSN 0040-6090. Disponível em: < <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0040609013018907> >
6. Uff. **Voltametrias: Uma Breve Revisão Sobre os Conceitos**. Rev. Virtual Quim, 2013, 5 (4), 516-537. Data de publicação na Web: 12 de agosto de 2013. Acessado em 29 jul. 2014. Online. Disponível em: <http://www.uff.br/RVQ/index.php/rvq/article/viewFile/380/34>.