

**FILMES FINOS SOL-GEL DE MoO<sub>3</sub>**

**LEMOS, Rafaela M.J.<sup>1</sup>; ANDRADE, Juliana R.<sup>2</sup>, CARREÑO, Neftali L. V.<sup>1</sup>,  
PAWLICKA, Agnieszka<sup>2</sup> AVELLANEDA, César O.<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>CDTec, Universidade Federal de Pelotas, CEP 96010-00, Pelotas, RS, Brasil;

<sup>2</sup>IQSC, Universidade de São Paulo, C.P. 780, CEP 13560-970, São Carlos, SP, Brasil  
rafaela.mjl@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]. Para as superfícies opacas já existem soluções boas e baratas, como por exemplo, o revestimento com placas de isopor, outras espumas sintéticas, ou mesmo com as lãs minerais [2]. Entretanto, o maior fluxo não só da luz, mas também de energia térmica é através das superfícies transparentes que geralmente são de vidros. Com isso, hoje em dia, essas superfícies deixam de cumprir apenas o papel de iluminação e passam a fazer parte, também, dos cálculos de desperdício da energia. Para solucionar este problema tenta-se usar vidros coloridos ou refletivos que diminuem a passagem de certos comprimentos de onda na faixa da luz ultravioleta – infravermelho próximo [3]. Entretanto, estes vidros, proporcionam somente uma opção, além de não serem, geralmente, bem especificados pelos fabricantes, e assim, inadequadamente utilizados pelos engenheiros. Mas, as condições atmosféricas na maioria dos países do mundo mudam constantemente de frio para calor e de sol excessivo para tempo nebuloso. Por isso, procura-se desenvolver os “sistemas inteligentes” que, dependendo das condições atmosféricas, possam ter a possibilidade de adaptação, diminuindo o gasto energético. E, exatamente com base nestes objetivos, várias pesquisas vêm sendo direcionadas para o desenvolvimento de dispositivos eletrocromicos, como por exemplo, as janelas eletrocromicas, de grande interesse para projetos arquitetônicos. Estas janelas como mostra a Figura 1, 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.

Filmes finos podem ser preparados por várias técnicas como deposição química de vapor, sputtering, sol-gel e spray pirolise entre outros. De todas estas técnicas, spray pirolise e sol-gel são as mais economicamente atrativas. Entretanto, 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 a baixas temperaturas e permite um melhor controle de cada uma das etapas do processo [4].

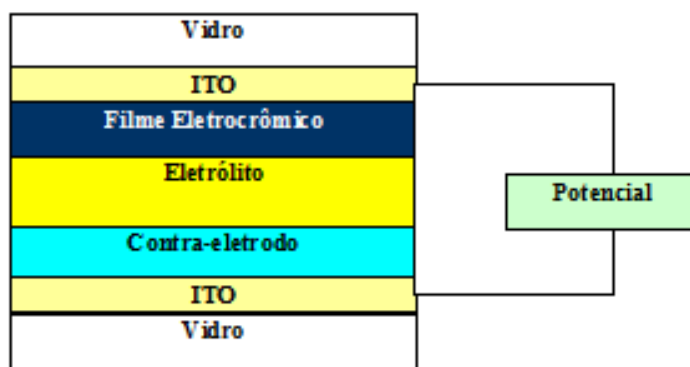


Figura 1. Esquema de um dispositivo eletrocromico

De outro lado, o interesse pelo estudo de reações de inserção em filmes de  $\text{MoO}_3$  vem sendo pesquisado pelas características que este filme apresenta, tais como: i) a existência de fases ortorrômicas ( $\beta\text{-MoO}_3$ ) com estrutura lamelar bidimensional, ii) alta atividade eletroquímica e iii) estabilidade eletroquímica. E, ainda as diferentes, e conhecidas, aplicações do filme de  $\text{MoO}_3$ , tais como catalises, dispositivos eletrocromicos, sensores de gás etc. [5]. Filmes de  $\text{MoO}_3$  apresentam um eletrocromismo bastante pronunciado, suas propriedades são superiores as do  $\text{TiO}_2$  e  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  e similares ou superiores, em alguns casos, as do  $\text{WO}_3$ . A resposta eletrocromica do  $\text{MoO}_3$  apresenta absorção da luz mais intensa e uniforme no estado colorido e, ainda, possui uma excelente memória eletrocromica. Apresenta aparentemente uma maior eficiência de coloração devido o bronze de molibdênio ser similar a sensibilidade do olho humano [6]. O molibdênio apresenta vantagem sobre elementos como Ni, Ir, Rh e W, pela razão econômica, pois estes apresentam custo mais elevado. E ainda, o elemento em questão é menos prejudicial ao meio ambiente quando comparado com Co e V. Os filmes finos de  $\text{MoO}_3$  preparados pelo processo sol-gel apresentam alta homogeneidade, controle de composição precisa, baixo custo, em relação a outras técnicas existentes, dentre elas, deposição a laser pulsado, sputtering e técnica eletrônica de evaporação de feixe.

## 2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

### Preparação do sol de $\text{MoO}_3$

O sol de  $\text{MoO}_3$  foi preparado utilizando isopropóxido de molibdênio ( $\text{C}_{15}\text{H}_{35}\text{MoO}_5$ ) como precursor, isopropanol como solvente e ácido acético glacial como catalisador. Estes três componentes foram submetidos à agitação magnética durante 30 min.

### Preparação do filme de $\text{MoO}_3$

Os filmes foram depositados à temperatura ambiente sobre vidro recoberto com uma camada condutora eletrônica de ITO (Delta Technology). As lâminas de ITO, antes de serem usadas, foram cuidadosamente limpas com detergente, enxaguadas com água bidestilada e etanol e finalmente secas à temperatura de  $50^\circ\text{C}$ . Depois de secas, a solução é depositada sob as lâminas pela técnica de spin-coating com rotação de 3000 rpm durante 20 s. Filmes obtidos foram hidrolisados no ar durante poucos minutos e calcinados à uma temperatura de  $350^\circ\text{C}$  durante 30min em atmosfera de ar.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As medidas de voltametria cíclica para o filme de MoO<sub>3</sub> com 6 camadas foi realizada a uma velocidade de varredura de 50 mV/s, para os potenciais de -1,5 (catódico) e +1,5 (anódico). A Figura 1 mostra a voltametria cíclica do filme de MoO<sub>3</sub>. Observa-se uma mudança visível no potencial versus a corrente, esta mudança esta associada à inserção de íons de Li<sup>+</sup> na região catódica de E=-0,85V até -1,5V, depois este potencial inicia o processo de extração dos ions de Li<sup>+</sup> tendo uma máxima onda anódica localizada a E= +1V.

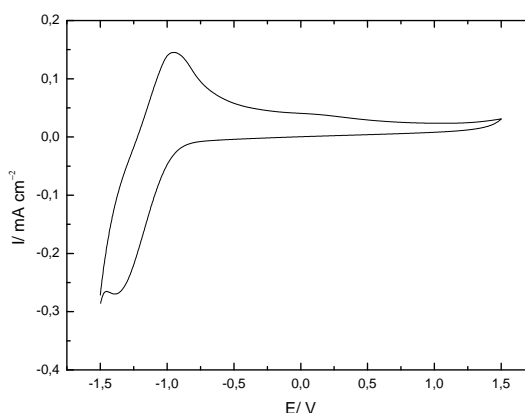


Figura 1. Voltametria cíclica do filme de MoO<sub>3</sub> a uma velocidade de varredura de 50 mV/s.

A cronoamperometria é a técnica de medida eletroquímica usada em análise eletroquímica ou para a determinação da cinética e mecanismo de reações eletródicas. Uma forte modificação de potencial é imposta ao eletrodo de trabalho de uma célula eletroquímica e a corrente que flui é medida como função do tempo.

As medidas de cronoamperometria (Figura 2) foram realizados para potencias de -1,5V e +1,5V durante 30s, obtendo-se densidade de carga inserida de 7,5mC/cm<sup>2</sup>.

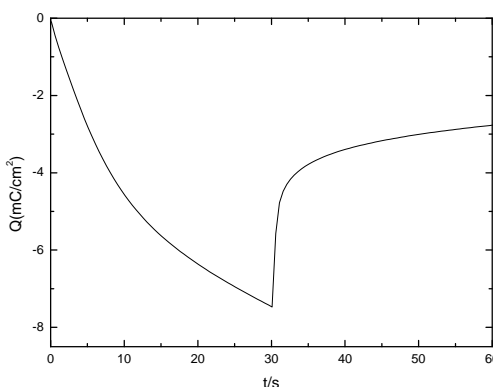


Figura 2. Densidade de carga do filme de MoO<sub>3</sub> de 6 C para potencias de +/- 1,5 V, respectivamente.

As mudanças das propriedades óticas-eletroquímicas do filme de MoO<sub>3</sub>, foram realizadas *in situ* de 350nm até 800nm (Figura 3), os resultados mostram que os filmes apresentam diferentes espectros de modulação, apresentou uma transmissão de 67% (estado colorido) e 79 % (estado descolorido).

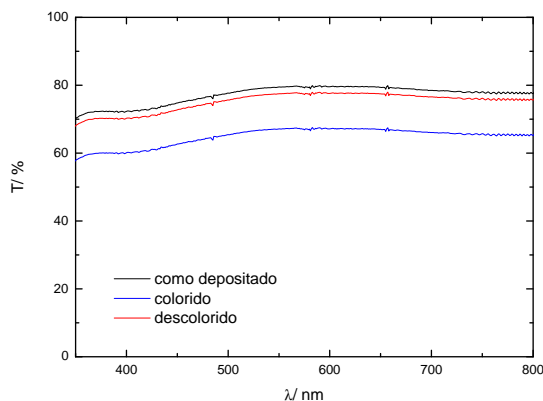


Figura 3. Transmitância do filme de MoO<sub>3</sub> para o estado coloridos (-1,5V) e descolorido (+1,5V).

Um dos parâmetros da avaliação de um material electrocrômico é a chamada eficiência de coloração ou eficiência electrocrômica (EC). A EC é definida pela razão entre a variação da densidade ótica e a variação da densidade de carga através da equação:  $EC = \Delta OD / Q$ , onde  $\Delta Q$  é a densidade de carga inserida correspondente a variação da densidade ótica, ou variação da absorbância  $\Delta DO$  definida por:

$$\Delta DO = -\log\left(\frac{T_c}{T_d}\right), \text{ onde}$$

$T_d$  = transmitância no estado descolorido

$T_c$  = transmitância no estado colorido

Os valores para EC e  $\Delta DO$  foram 0,02 e 0,06, respectivamente

#### 4 CONCLUSÃO

Filmes finos preparados pelo processo Sol-Gel e pela técnica de spin-coating apresentam propriedades electrocrômicas. Das medidas óticas-eletoquímicas obteve-se uma densidade de carga inserida de 7,5 mC/cm<sup>2</sup> e uma variação na transmitância de ~12 % para um comprimento de onda = 550 nm. O filme de MoO<sub>3</sub> apresenta-se muito promissor para aplicação em dispositivos electrocrômicos.

**AGRADECIMENTOS:** FAPERGS, CAPES e CNPq.

#### 5 REFERÊNCIAS

- [1] M.A. Aegerter. Sol-Gel Chromogenic Materials and Devices, in Structure and Bonding, Springer, Berlim Heidelberg, 1996
- [2] C.G. Granqvist. Handbook of Inorganic Electrochromic Materials. Elsevier, Amsterdam, 1995.
- [3] S.Y. Lin, C.M. Wang, K.S. Kao, Y.C. Chen, C.C. Liu. Electrochromic properties of MoO<sub>3</sub> thin films derived by a sol-gel process. J Sol-Gel Sci Technol, 53, 51. 2010.
- [4] C.J. Brinker, G.W. Sherer, Sol-Gel Science, Academic Press, San Diego, 1990.
- [5] S.Y, Lin, C.M, Wang, K.S, Kao, Y.C, Chen, C.C, Liu, J Sol-Gel Sci Technol, 53 (2010) 51–58.
- [6] Granqvist CG (1992) Solid State Ionics 53–56 (1992) 479.