

CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E ELETROQUÍMICA DE FILMES FINOS DE HEXACIOANOFERRATO DE NÍQUEL

Rezende, M. R.^{1*}; Ferreira, G. S. D.¹; Silva, R. C¹.

¹Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Física

ODS 9 – Indústria, Inovação e Infraestrutura
Pesquisa

Introdução

A elaboração de novos materiais para dispositivos de armazenamento de carga é uma área de grande interesse tecnológico, visto que há uma crescente demanda por baterias de alta eficiência, baixo custo e durabilidade. Dentre os materiais promissores para serem utilizados como eletrodos nesses dispositivos, destaca-se o Hexacianoferrato de Níquel (NiHCF), um composto de estrutura cúbica altamente ordenada que apresenta alta estabilidade em ciclos de carga e descarga. Esse composto também apresenta amplo potencial para pesquisas básicas, desenvolvimento de nanoestruturas e aplicações em sensores eletroquímicos, supercapacitores e dispositivos eletrocrônicos.

Palavras Chave: Eletroquímica; Hexacianoferrato; Impedância

Objetivos

O objetivo deste projeto é realizar a síntese eletroquímica e a caracterização de filmes finos de NiHCF, bem como avaliar seu potencial para aplicações futuras.

Materiais e Métodos

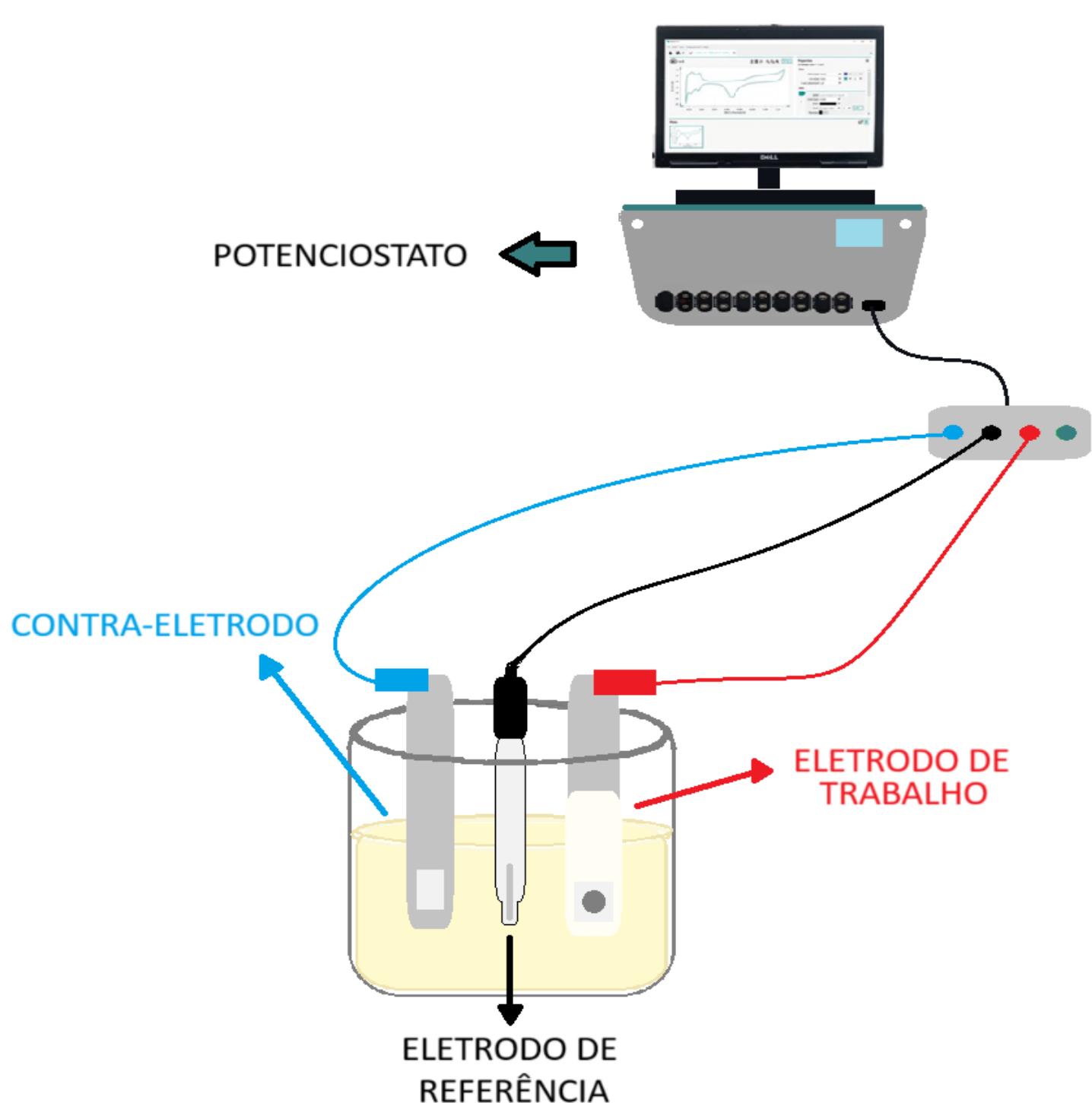


Figura 1: Esquema de célula eletroquímica conectada ao potenciómetro controlado por computador.

| REAGENTES | CONCENTRAÇÃO |
|------------------------------------|--------------|
| KCl | 500 mM |
| K ₃ Fe(CN) ₆ | 1 mM |

Tabela 1: Reagentes utilizados na solução para derivação de Ni em NiHCF.

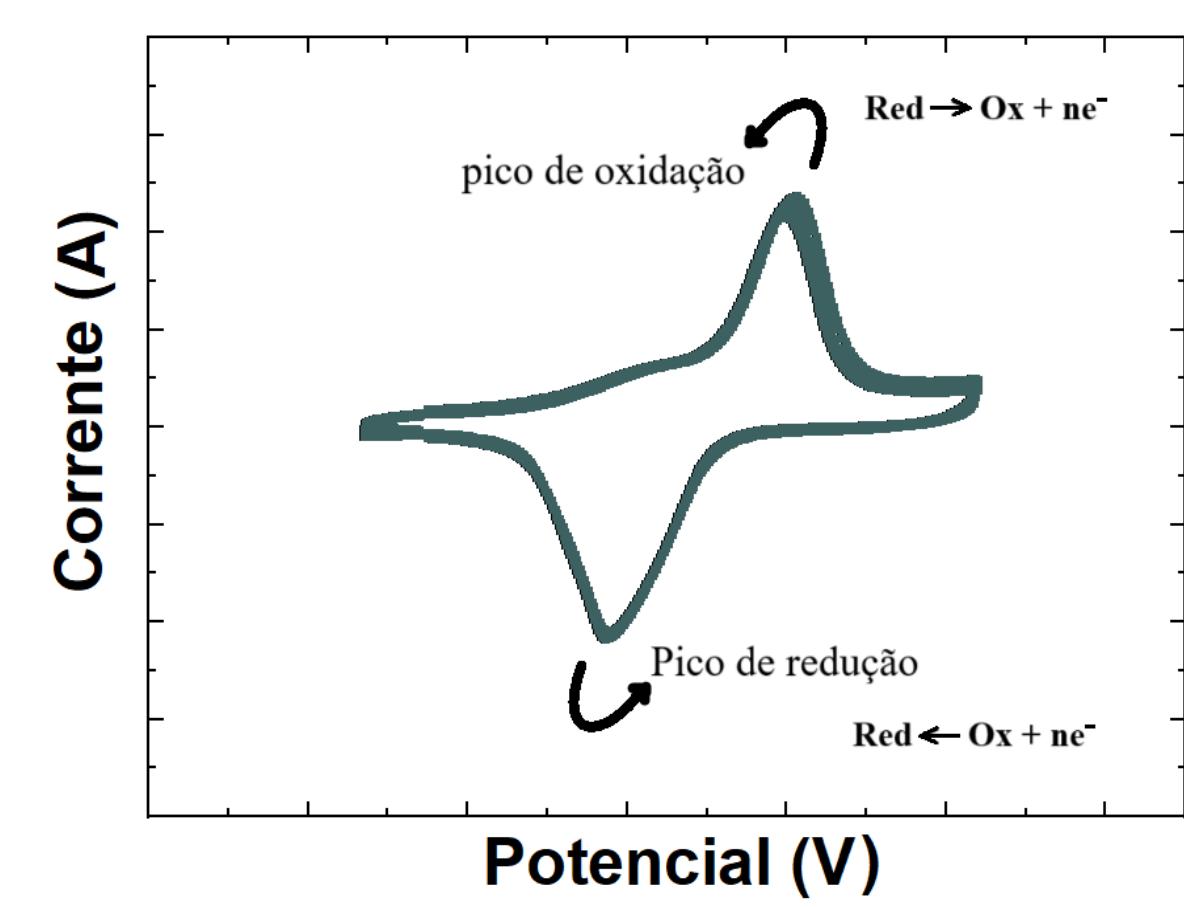


Figura 2: Esquema de voltamograma obtido em voltametria cíclica.

Resultados

1. Síntese Eletroquímica

Os filmes finos de NiHCF são obtidos por voltametrias cíclicas sequenciais com filmes de Ni/Si em solução contendo Hexacianoferrato de Potássio.

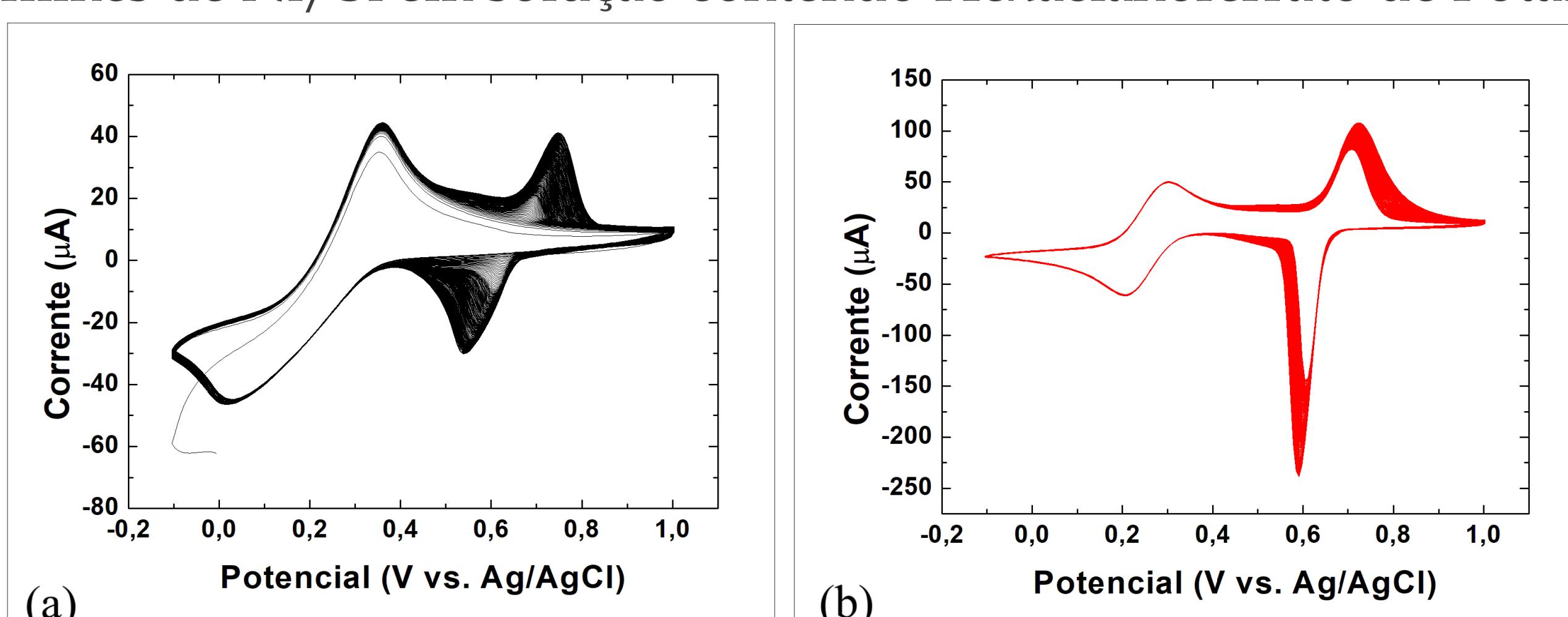


Figura 3: Voltamograma resultante da derivação de Ni para NiHCF com (a) 200 ciclos e (b) 400 ciclos.

Apoio Financeiro



2. Caracterização Física, Química e Eletroquímica

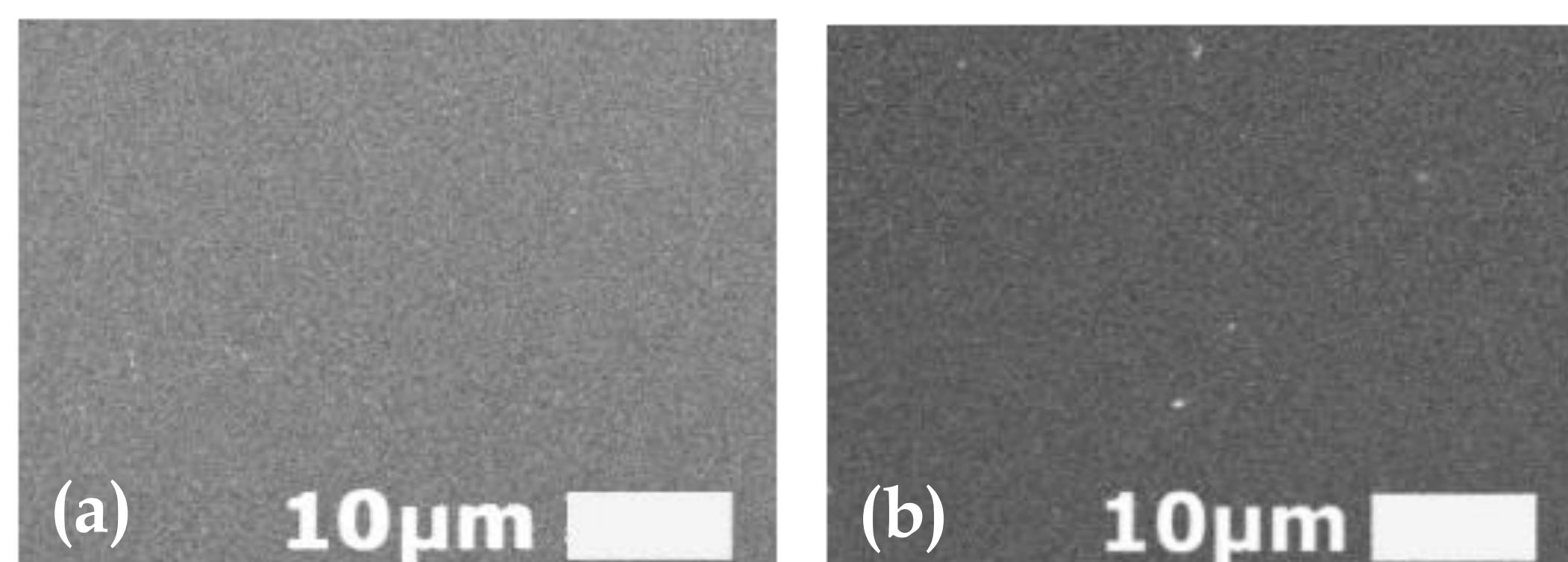


Figura 4: Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície dos filmes de NiHCF obtidos por: (a) 200 ciclos e (b) 400 ciclos.

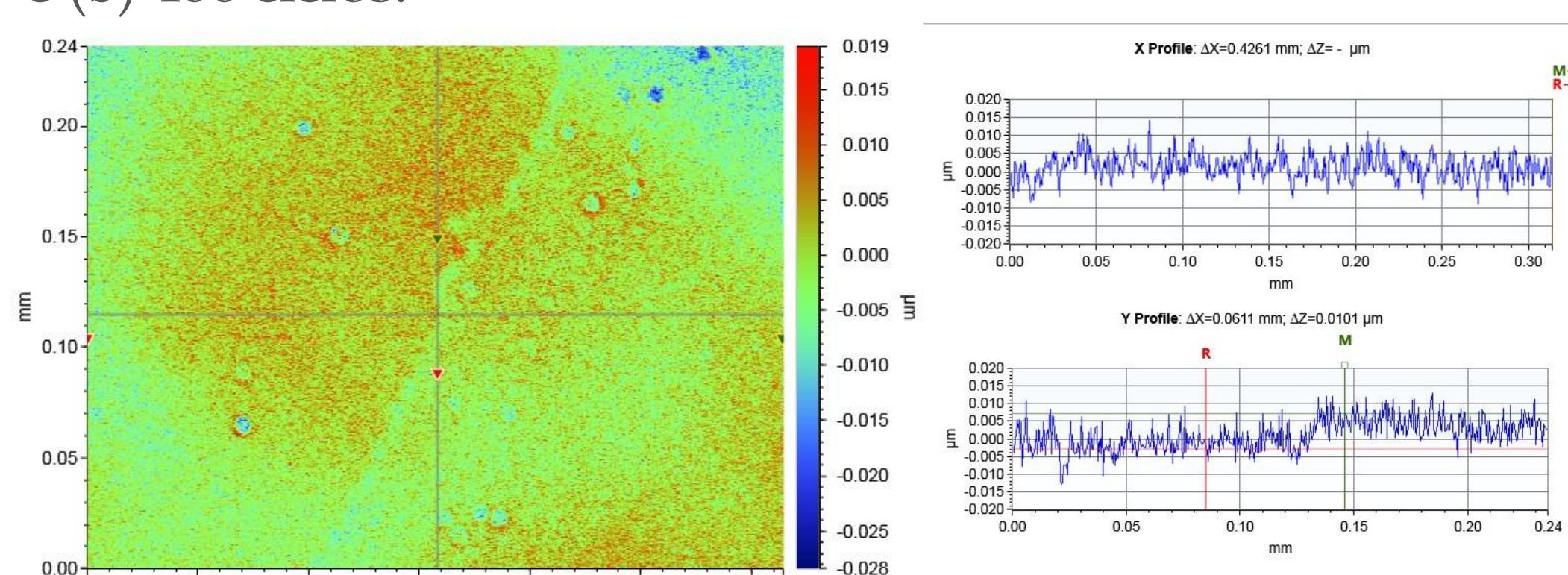


Figura 6: Perfilometria realizada no filme de 400 ciclos.

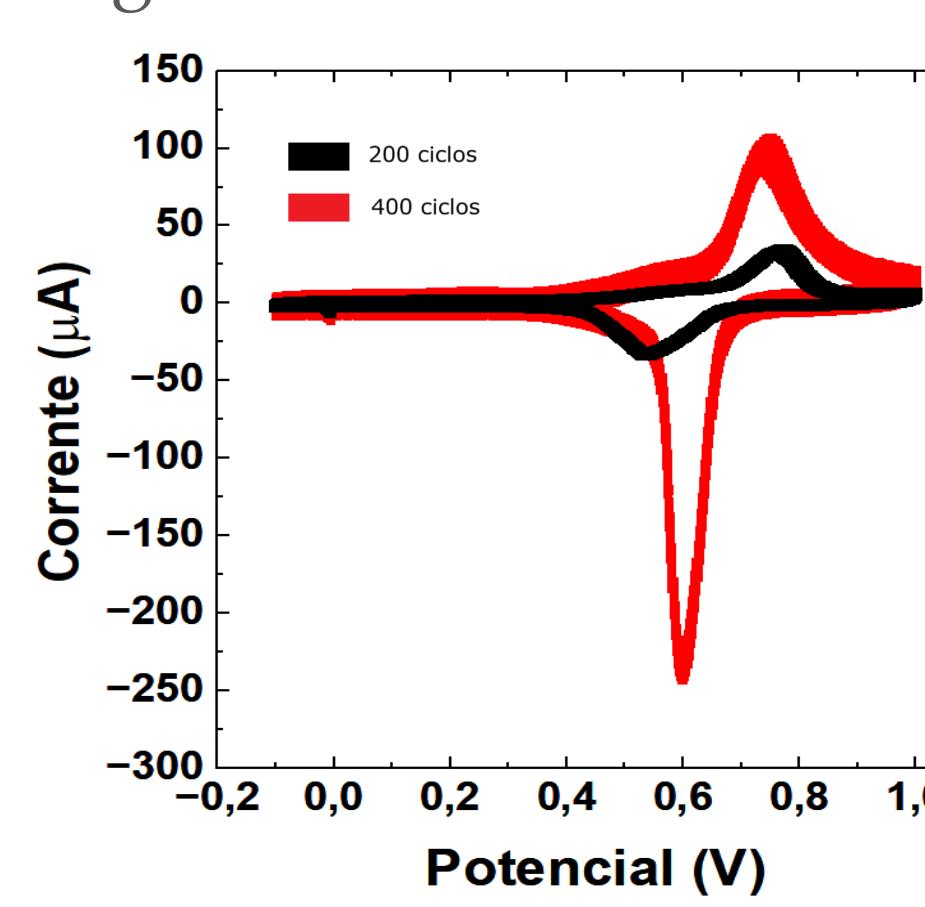


Figura 7: Voltametria cíclica em eletrólito de KCl.

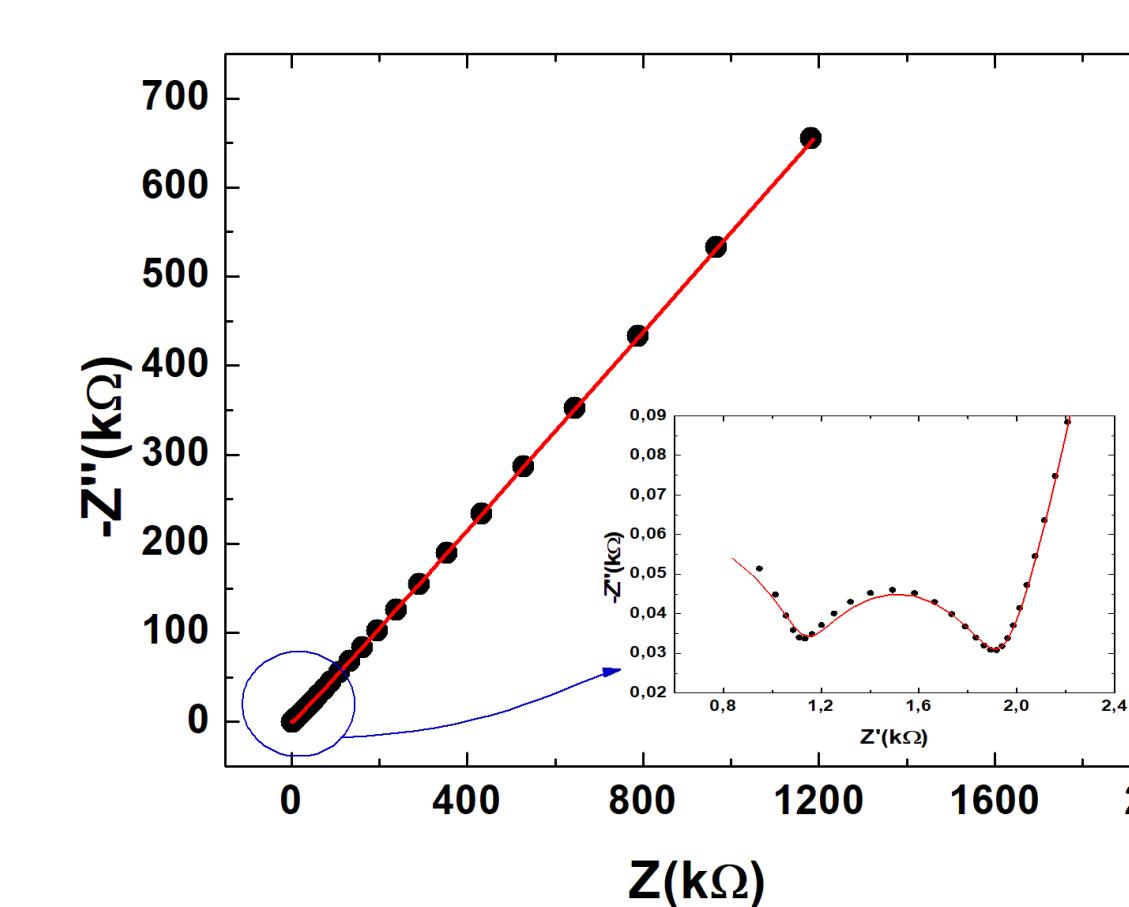


Figura 8: Diagrama de Nyquist.

| PARÂMETRO | Ni (puro) | NiHCF 200 (ciclos) | NiHCF 400 (ciclos) |
|-----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|---------------------------|
| R _s (Ω) | 119 | 139 | 113 |
| C (interface) (nF) | 2,84 | 2,80 | 2,81 |
| R _p (Ω) | 11,0 | 1,84 k | 76,8 |
| C paralelo / Y ₀ | 1,00 μF | 75,5 nMhos ⁿ | - |
| N (paralelo) | - | 0,942 | - |
| Warburg (Y ₀) | 1,10 T Mhos ^{-1/2} | 1,10 T Mhos ^{-1/2} | 800 μMhos ^{-1/2} |
| CPE final (Y ₀) | 7,32 μMhos ⁿ | 10,3 μMhos ⁿ | 17,6 μMhos ⁿ |
| CPE final (N) | 0,899 | 0,877 | 0,880 |

Tabela 3: Dados obtidos para o circuito equivalente proposto para os filmes de NiHCF.

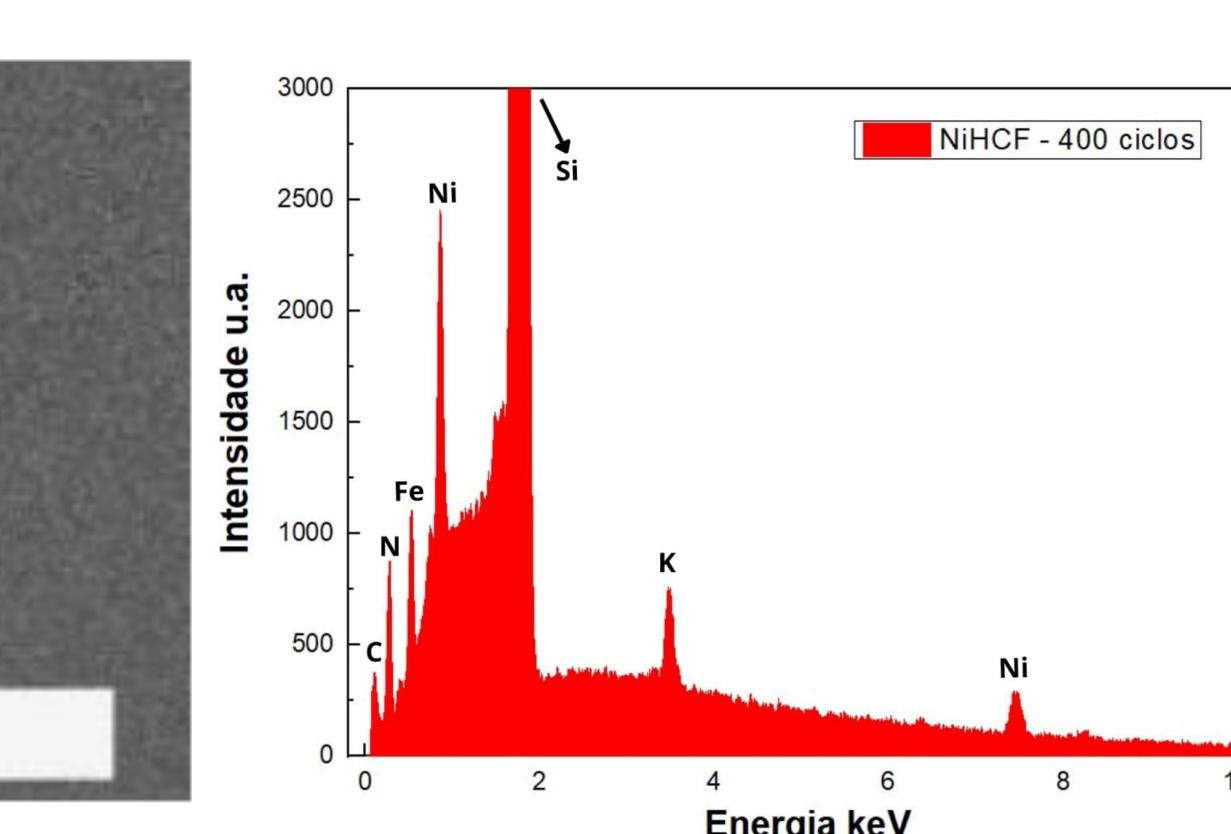


Figura 5: Espectro EDS para o filme de 400 ciclos.

| ELEMENTO | massa% | átomo% |
|--------------|---------------|---------------|
| C | 33,48 | 51,71 |
| N | 26,91 | 35,64 |
| K | 0,59 | 0,28 |
| Fe | 2,65 | 0,88 |
| Ni | 36,38 | 11,50 |
| TOTAL | 100,00 | 100,00 |

Tabela 2: Quantificação dos elementos presentes no filme de NiHCF de 400 ciclos.

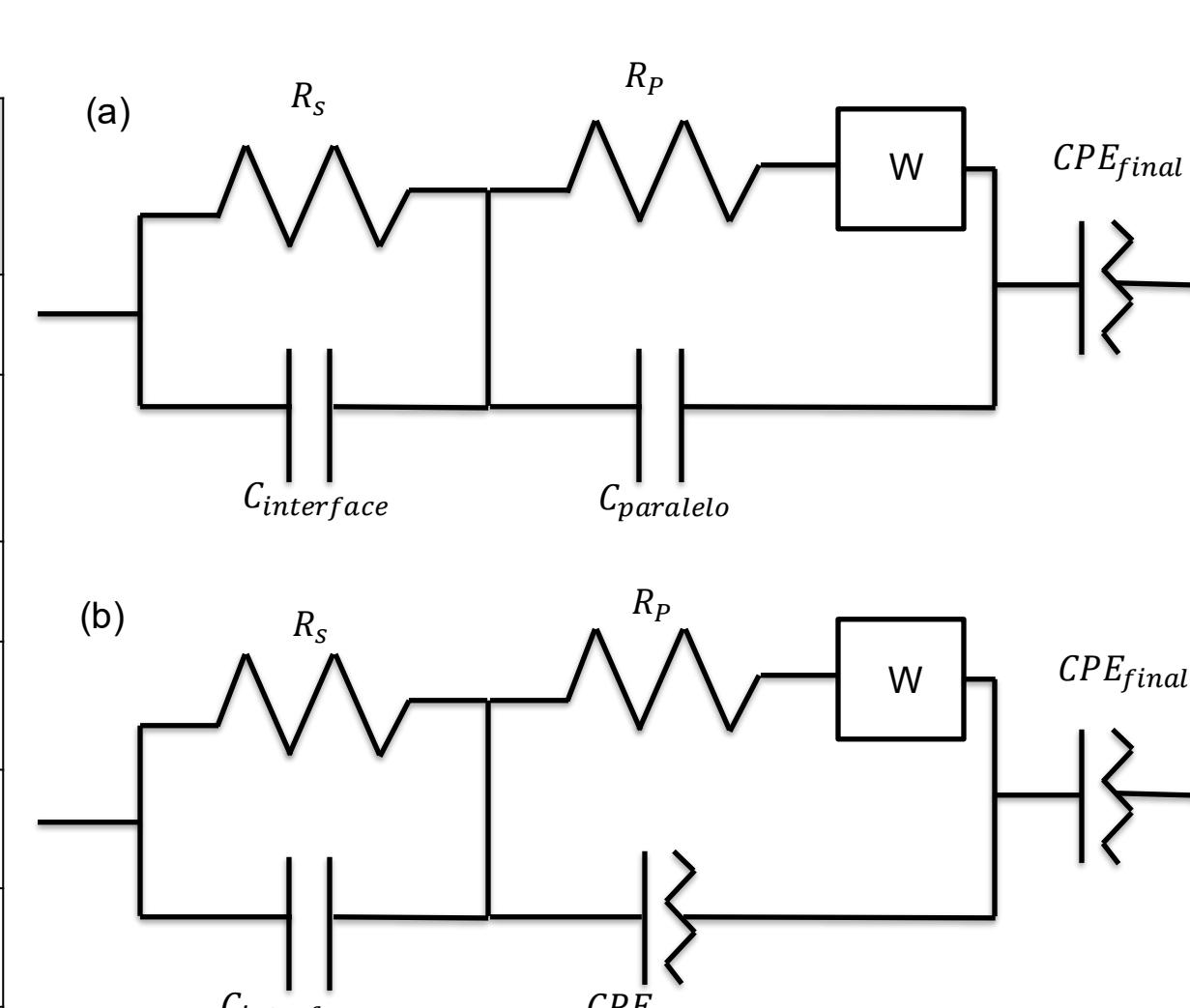


Figura 9: Circuitos equivalentes propostos para o fit do EIS para os filmes de : (a) Ni puro e NiHCF - 400 ciclos; (b) NiHCF - 200 ciclos.

Conclusões

- Filmes finos de NiHCF foram obtidos por derivação eletroquímica de Ni sobre Si.
- A caracterização morfológica revelou a formação de filmes com grãos compactos e distribuídos uniformemente.
- O EDS indicou a presença de Fe, C, N e K, que juntamente com as voltametrias em KCl, confirmou a formação dos filmes de NiHCF.
- O EIS possibilitou a análise da resposta eletroquímica em diferentes potenciais/frequências.
- A Perfilometria Óptica mostrou que a voltametria cíclica não alterou significativamente a espessura da camada de Ni precursora.

Bibliografia

- [1] ASSIS, Victória de. Obtenção e caracterização de filmes finos de hexacianoferrato de níquel. 2018. 44 f. Dissertação (Mestrado em Física Aplicada) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa. 2018.
- [2] LUCAS, Janaísa Luiza Cristina. Produção e caracterização de filmes finos de hexacianoferrato de níquel para estudos de armazenamento de energia e aplicações em spintrônica. 2023. 87 f. Tese (Doutorado em Física) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa. 2023.
- [3] B. K. Wheatlea, J. R. Hampton, G. G. Rodríguez-Calero, J. G. Werner, Y. Gud, U. Wiesnerd, H. D. Abruna; Journal of Electroanalytical Chemistry, 871, (2020) 114284.