

## CARACTERIZAÇÃO FÍSICA E ELETROQUÍMICA DE FILMES FINOS DE HEXACIANO FERRATO DE NÍQUEL

Rezende, M. R.<sup>1\*</sup>; Ferreira, G. S. D.<sup>1</sup>; Silva, R. C.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade 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 eletrocromáticos.

**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

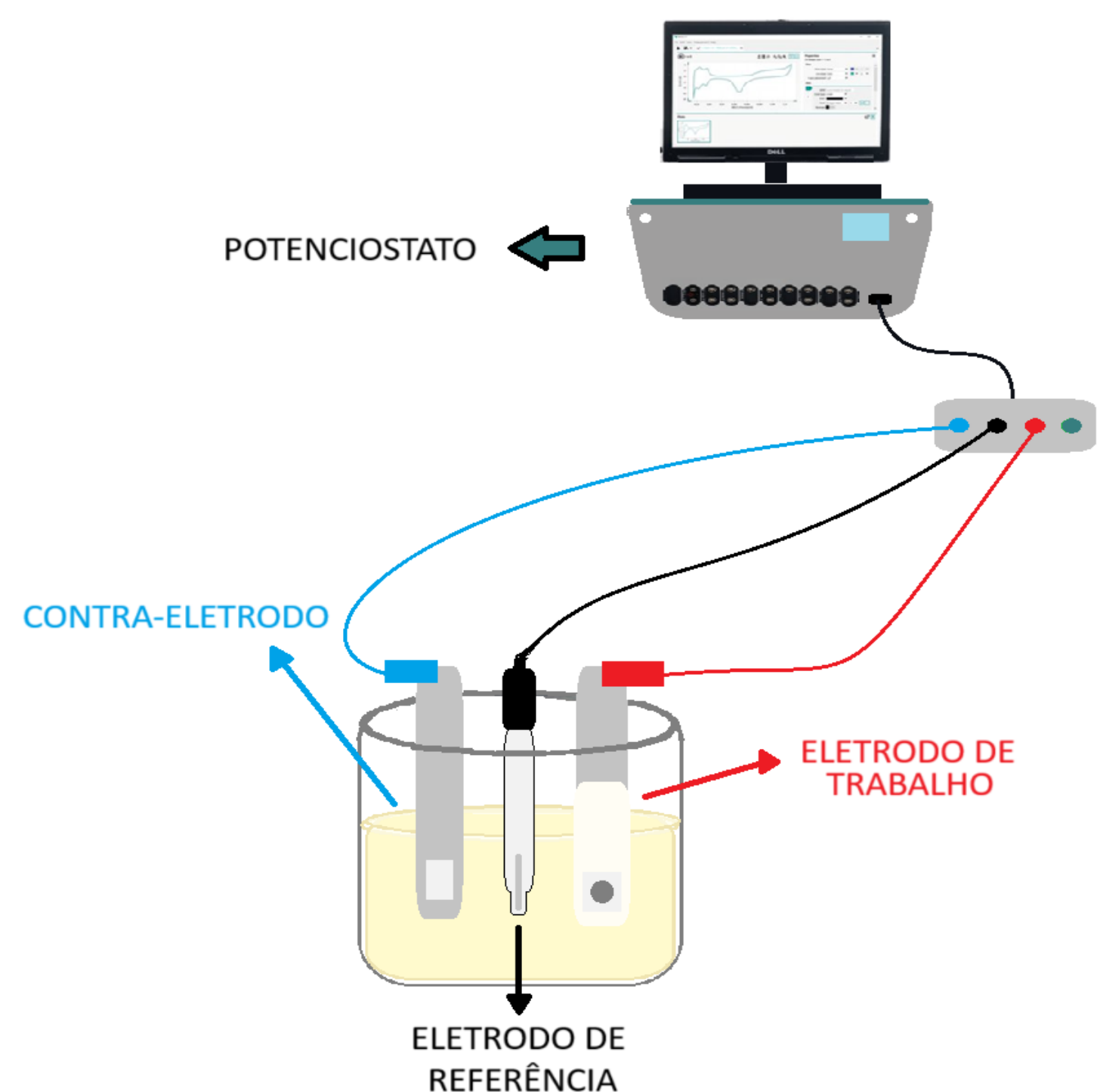


Figura 1: Esquema de célula eletroquímica conectada ao potenciostato controlado por computador.

REAGENTES	CONCENTRAÇÃO
KCl	500 mM
$K_3Fe(CN)_6$	1 mM

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

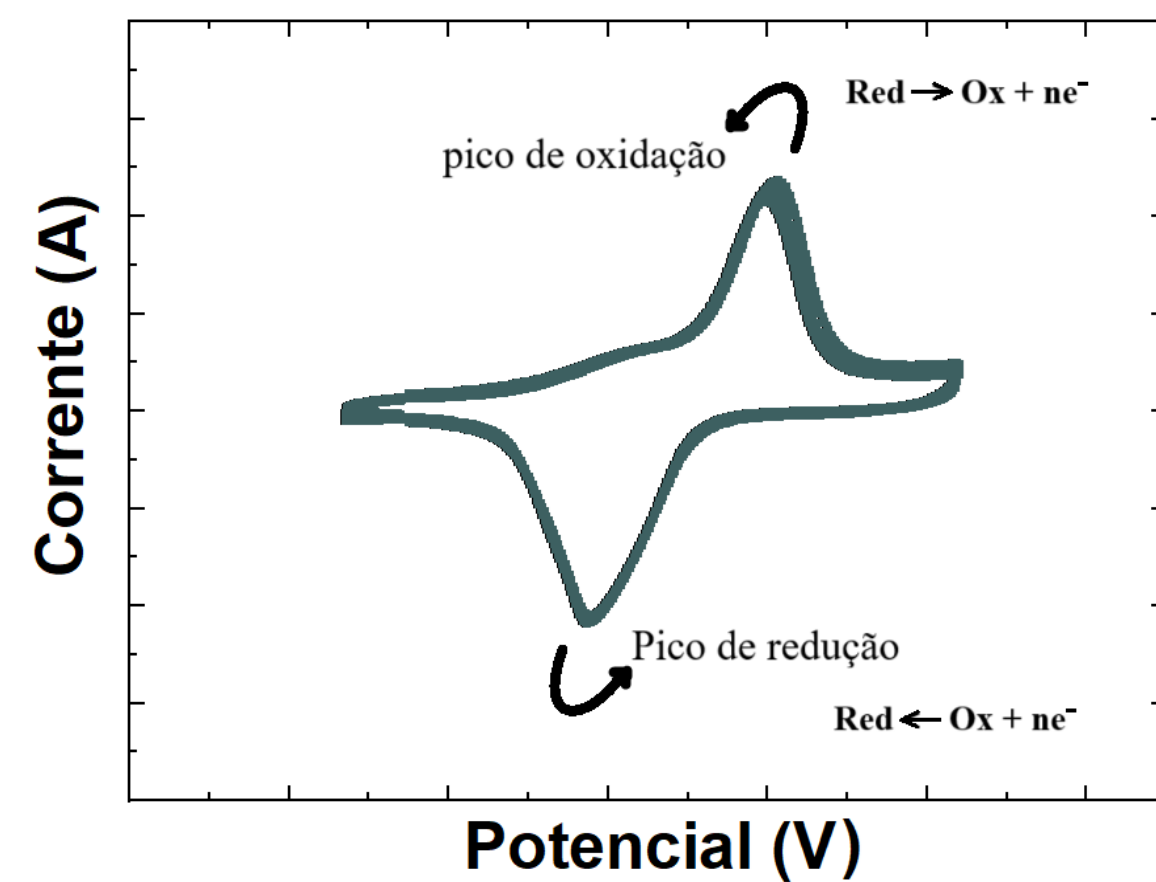


Figura 2: Esquema de voltamograma obtido em voltametria cíclica.

### 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.

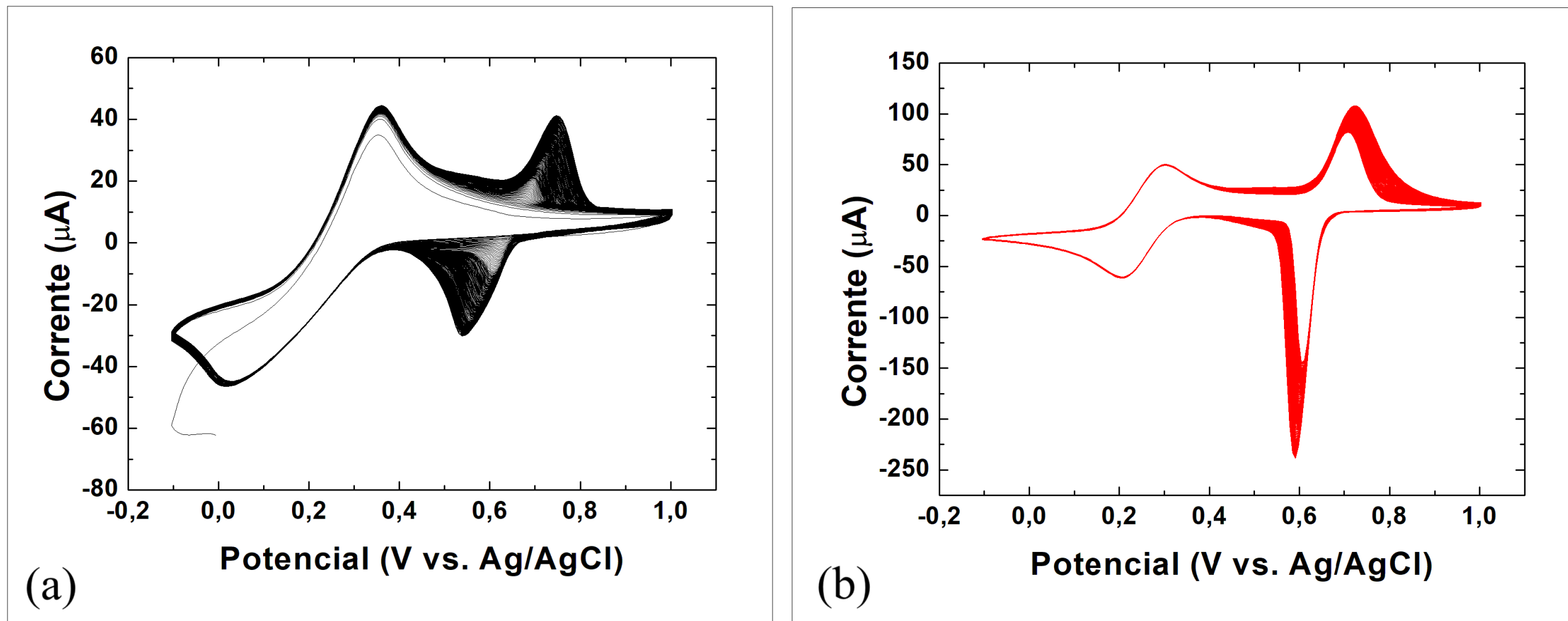


Figura 3: Voltamograma resultante da derivação de Ni para NiHCF com (a) 200 ciclos e (b) 400 ciclos.

### Apoio Financeiro



#### 2. Caracterização Física, Química e Eletroquímica

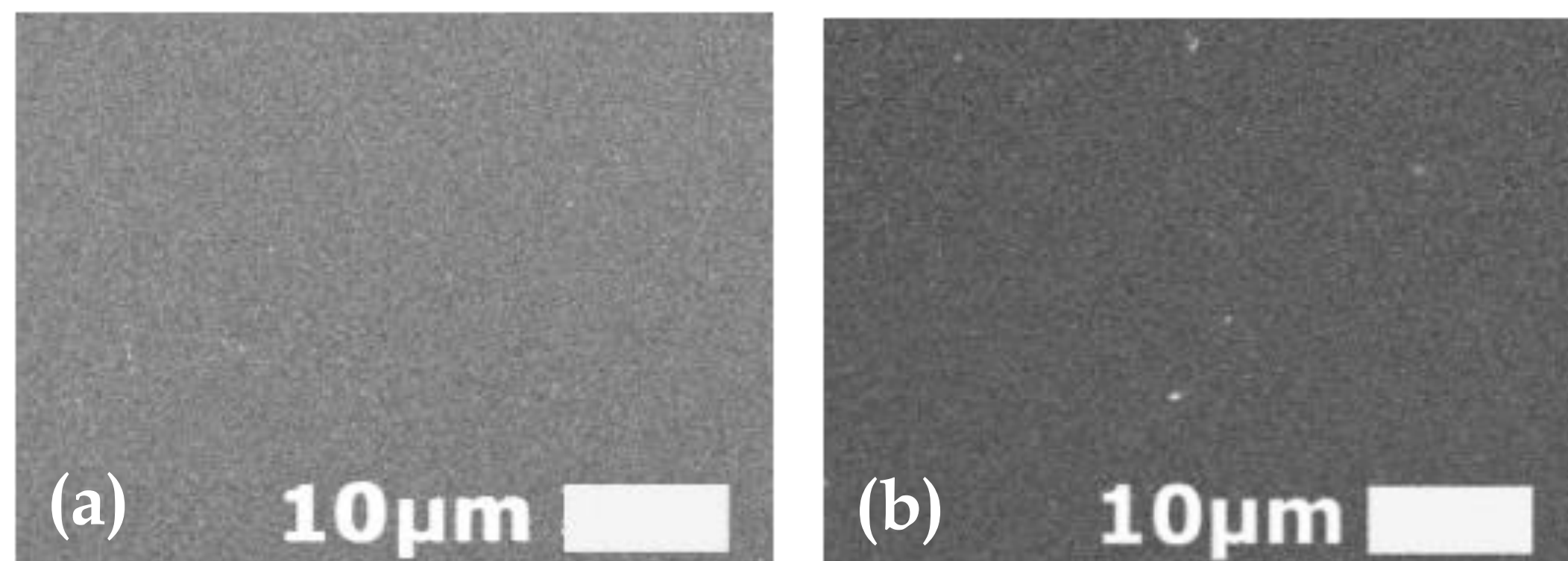


Figura 4: Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura da superfície dos filmes de NiHCF obtidos por: (a) 200 ciclos e (b) 400 ciclos.

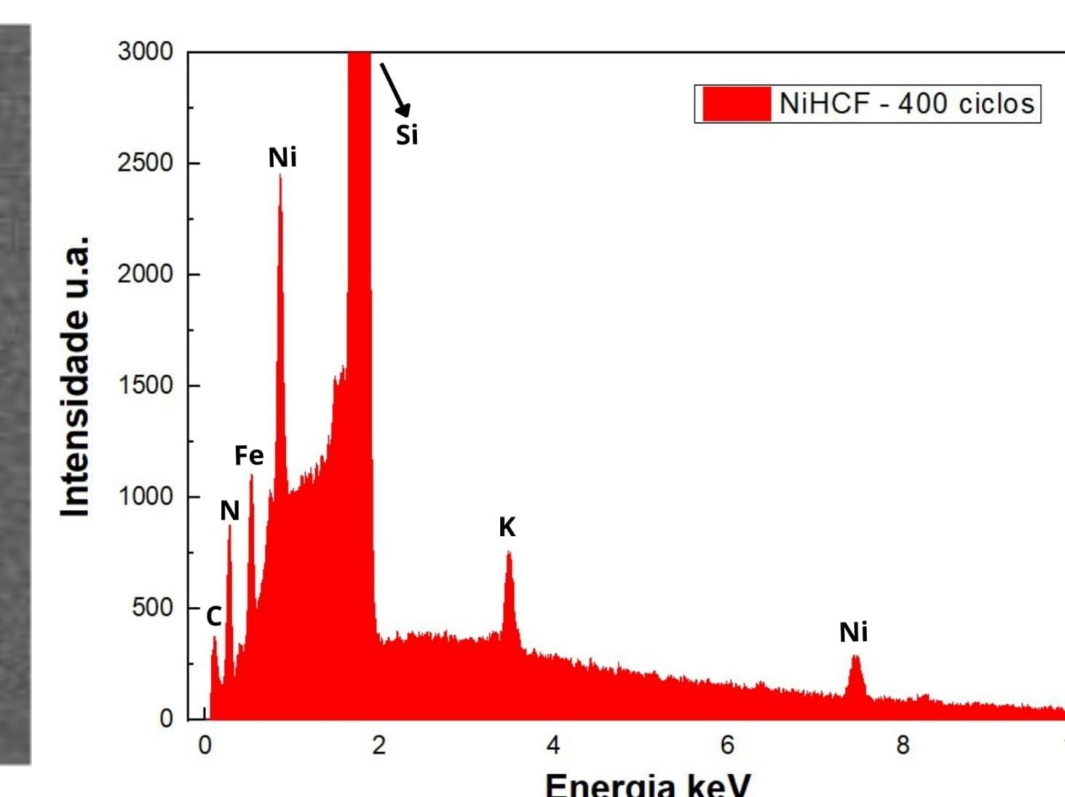


Figura 5: Espectro EDS para o filme de 400 ciclos.

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.

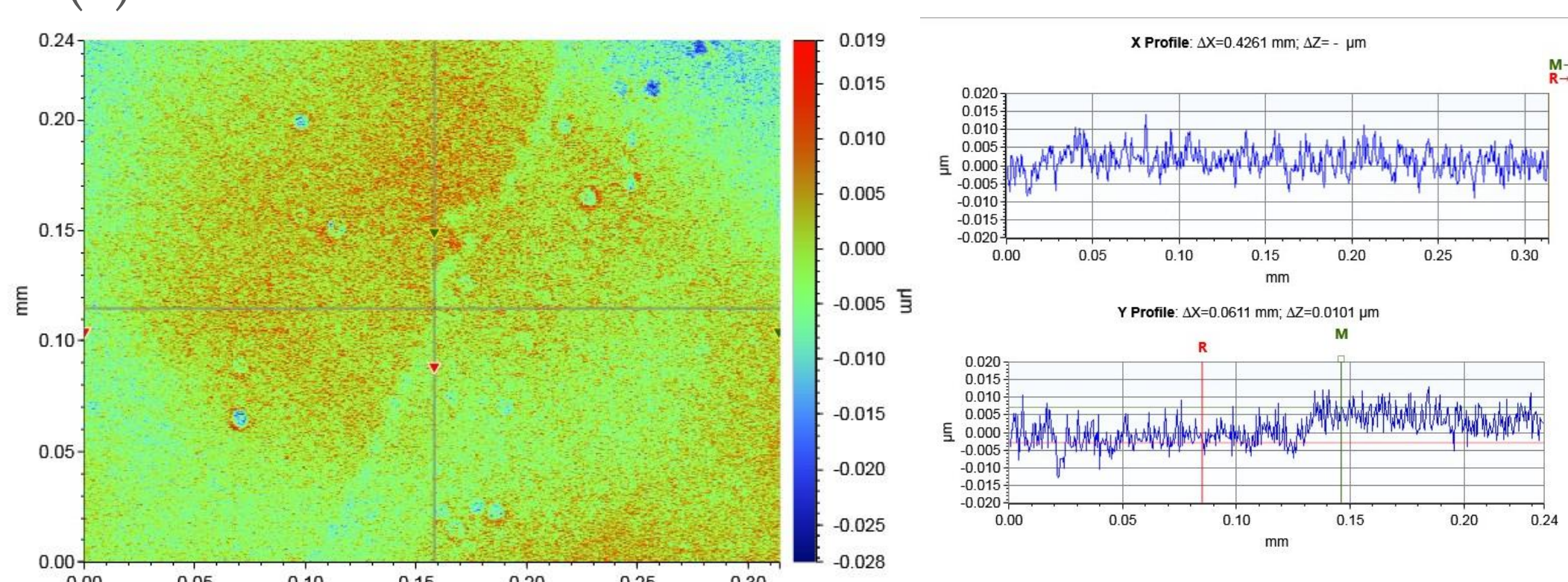


Figura 6: Perfilometria realizada no filme de 400 ciclos.

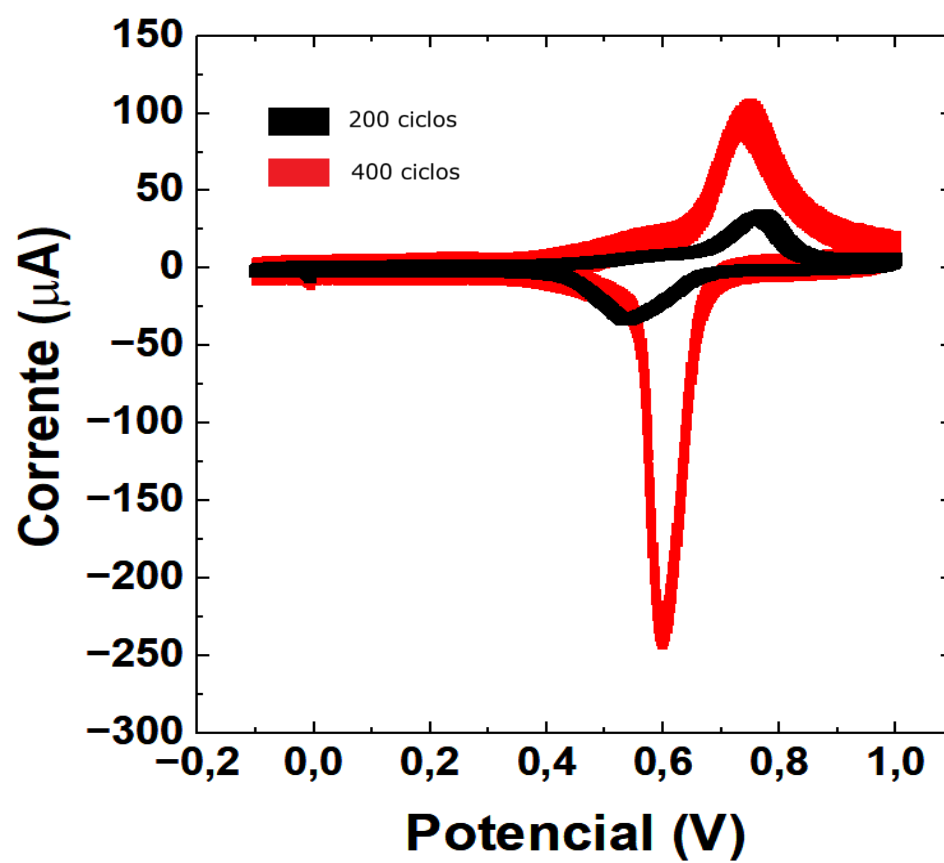


Figura 7: Voltametria cíclica em eletrólito de KCl.

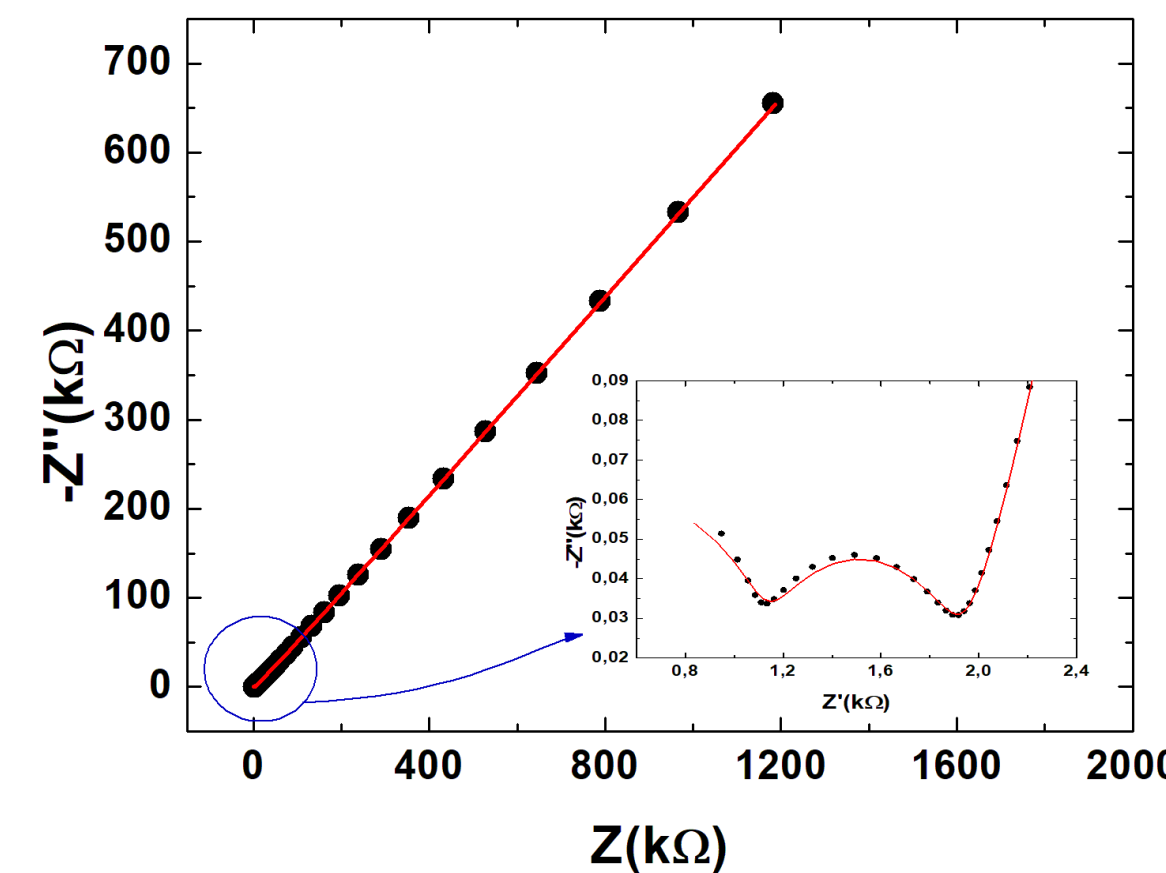


Figura 8: Diagrama de Nyquist.

PARÂMETRO	Ni (puro)	NiHCF 200 (ciclos)	NiHCF 400 (ciclos)
$R_s$ ( $\Omega$ )	119	139	113
C (interface) (nF)	2,84	2,80	2,81
$R_p$ ( $\Omega$ )	11,0	1,84 k	76,8
C paralelo / $Y_0$	1,00 $\mu$ F	75,5 nMhos <sup>n</sup>	-
N (paralelo)	-	0,942	-
Warburg ( $Y_0$ )	1,10 T Mhos <sup>-1/2</sup>	1,10 T Mhos <sup>-1/2</sup>	800 $\mu$ Mhos <sup>-1/2</sup>
CPE final ( $Y_0$ )	7,32 $\mu$ Mhos <sup>n</sup>	10,3 $\mu$ Mhos <sup>n</sup>	17,6 $\mu$ Mhos <sup>n</sup>
CPE final (N)	0,899	0,877	0,880

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

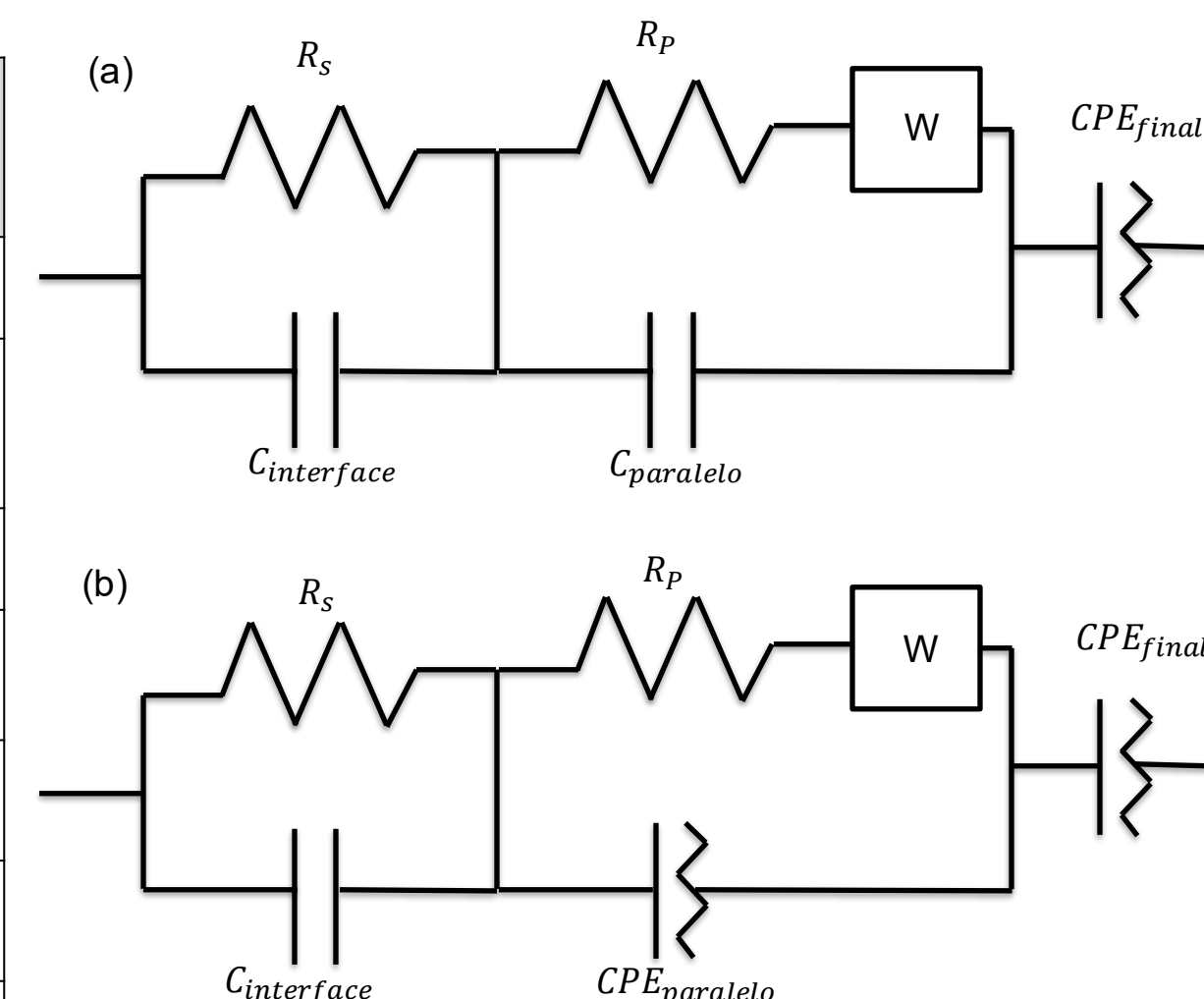


Figura 9: Circuitos equivalentes propostos para o fit do EIS para os filmes de : (a) Ni puro e NiHCF - 400 ciclos; (b) NiHCF - 200 ciclos.

### 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, Janaína Luiza Cristino. 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. Hamptonb, G. G. Rodríguez-Calero, J. G. Werner, Y. Gud, U. Wiesner, H. D. Abruña; Journal of Electroanalytical Chemistry, 871, (2020) 114284.