

Caracterização eletroquímica e estrutural de filmes de V_2O_5 obtidos pelo método de Pechini

Danilo F. Vilanova (IC); Rogério G. Jorge (PQ); Mauro M. Costa (PQ) e Ailton J. Terezo (PQ)*

GELMAT – Grupo de Eletroquímica e Materiais, Departamento de Química; Universidade Federal de Mato Grosso, Av. Fernando Corrêa, S/N - CEP 78060-900 – Cuiabá – MT – *e-mail: ajterezo@ufmt.br

Palavras Chave: V_2O_5 , Sol-gel, Pechini.

Introdução

O V_2O_5 é um material muito investigado para a aplicação como cátodo em baterias de íon Li^+ dada a sua capacidade específica e sua habilidade de intercalar lítio de forma reversível em uma faixa de potencial atrativa^[1]. O desempenho deste material depende de seu método de síntese e diversos métodos têm sido aplicados. Este trabalho tem como objetivo a síntese e caracterização de filmes finos de V_2O_5 empregando o método de Pechini.

Resultados e Discussão

A solução precursora do método de Pechini foi obtida com a proporção molar de 1:10:40 entre $VO(OCH_2CH_2CH_3)_3$:ácido cítrico:etileno glicol. Os eletrodos foram preparados via dip-coating sobre suporte de titânio. Após a deposição da solução precursora as amostras foram tratadas termicamente a 120, 250 e 400 °C. Os eletrodos obtidos foram caracterizados por meio de medidas de voltametria cíclica na faixa de -1,0 até 1,0 V(Ag/Ag⁺) empregando um potenciostato Autolab mod. PGSTAT12. A solução precursora e o V_2O_5 foram caracterizados por espectrometria FTIR em um espectrômetro BOMEM – MB 102. O V_2O_5 na forma de filme fino e de pó foram caracterizados por difração de raios-X em um difratômetro Shimadzu XRD 6000 com radiação $CuK\alpha$ de $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$.

Os resultados da espectrometria do infravermelho da solução mostraram as bandas de absorção características do poliéster, formado a partir da reação entre ácido cítrico e etileno glicol, assim como as bandas de absorção características de ligações V-O. No espectro do V_2O_5 observou-se bandas referentes às vibrações V-O e V=O, sendo uma banda larga na região entre 750 e 960 cm^{-1} , indicando a presença de grupos vanadatos poliméricos. Na Figura 1 são apresentados os difratogramas de raios-X do pó e do filme de V_2O_5 sobre suporte de titânio. Os resultados de difração de raios-X mostram que o V_2O_5 foi sintetizado na fase lamelar do tipo α -ortorrômbica (CPDS Card N° 4197). Na Figura 2 são apresentados os voltamogramas cíclicos do V_2O_5 em função da ciclagem. Observa-se nos primeiros ciclos a inserção de Li^+ em faixas estreitas de potencial, caracterizando as fases cristalinas deste material, conforme previsto em trabalhos teóricos para as

fases^[2]. A partir do vigésimo ciclo observa-se um alargamento dos picos de inserção que a partir do quadragésimo ciclo tornam-se duas bandas largas, características da intercalação de Li^+ em V_2O_5 amorfo.

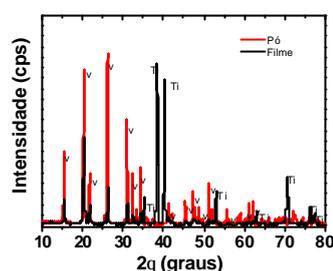


Figura 1 - Difratograma das amostras de V_2O_5 na forma de filme sobre substrato de titânio e em pó.

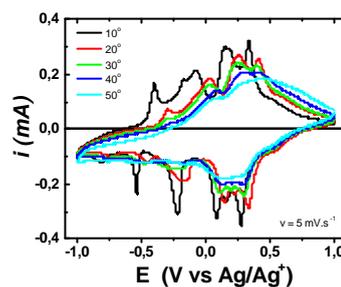


Figura 2 – Voltamogramas cíclicos de V_2O_5 tratado a 400 °C. $LiClO_4$ 0,5 mol.L⁻¹ em acetonitrila.

A alteração do perfil voltamétrico em função da ciclagem pode estar relacionada com a inserção de lítio em fases irreversíveis. Os íons aprisionados nestas fases provocam alteração na estrutura cristalina do material e reduzem a capacidade de intercalação de íon Li^+ .

Conclusões

Os resultados obtidos indicam que o método de Pechini é eficiente para a obtenção do óxido de vanádio e sua utilização é promissora, já que variáveis podem ser controladas com objetivo de aperfeiçoar as propriedades estruturais do óxido.

Agradecimentos

A FAPEMAT (Proc. 015/06)

1 Shouji, E., Butry, D. A., *Eletrochimica Acta*, **2000**, 45, 3757.
2 Cocciantelli, J. M., et al., *Solid State Ionics*, **1991**, 34, 103.