

SÍNTESE DE Nb_2O_5 PELA METODOLOGIA DE PECHINI MODIFICADA COM TWEEN: INFLUÊNCIA NA MORFOLOGIA E DESEMPENHO FOTOVOLTAICO EM DSSC

Beatriz F. da Silva¹; Edson A. de Almeida¹ e Gideã T. Tractz^{1*}

1 Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Campo Mourão, Campo Mourão-PR, Brasil.

**gideatractz@utfpr.edu.br*

Palavras-Chave: Célula solar, nióbio, energia renovável

Introdução

Sistemas solares são dispositivos promissores para a conversão de energia. Nesse contexto, sistemas fotovoltaicos emergentes, como as células solares de perovskita e as células solares sensibilizadas por corante (CSSC), têm sido amplamente estudados atualmente. Esses dispositivos apresentam, em sua composição, uma camada de transporte de elétrons (ETL), responsável por separar as cargas geradas na camada absorvedora, proporcionando o fluxo de elétrons até o contraeletrodo e a formação de corrente sob incidência de luz. O material mais utilizado como ETL é o TiO_2 ; no entanto, devido a questões relacionadas ao custo de produção e à estabilidade, outros óxidos, como Nb_2O_5 , CeO_2 e ZnO , podem ser utilizados (Hagfeldt et al., 2012).

O Nb_2O_5 é um material promissor para aplicações fotovoltaicas, pois é capaz de formar éxcitons com tempos de recombinação elétron-buraco mais longos. Além disso, apresenta propriedades semelhantes às do TiO_2 , como valor de gap, condutividade e fotoestabilidade. O óxido de nióbio pode ser preparado por diversas rotas sintéticas, como o método de Pechini, coprecipitação e síntese hidrotérmica, entre outras (Tractz et al., 2023). No entanto, o controle do processo de síntese é fundamental para aumentar a eficiência de conversão fotovoltaica do sistema solar. Quando aplicado em uma CSSC, é necessário que o material seja poroso e apresente alta área superficial, garantindo boa ancoragem ao corante.

A metodologia de Pechini é conhecida por ser uma rota simples e bem controlada para a produção de nanopartículas de óxidos. É baseada na utilização de um ácido orgânico, que em conjunto com um agrupamento contendo hidroxila forma um poliéster de alta cristalinidade. Ao adicionar o precursor metálico, o espaçamento dos centros catiônicos permite a formação de óxidos metálicos cristalinos pós calcinação em temperaturas maiores que 400 °C (Ribeiro et al., 2013). No entanto, devido às altas temperaturas de sinterização envolvidas, partículas grandes com área superficial reduzida costumam ser obtidas. Nesse sentido, a alteração dos precursores alcoólicos pode ser uma estratégia interessante para melhorar a área superficial do óxido semiconductor (Tractz et al., 2023).

Este trabalho tem como objetivo adaptar a metodologia de Pechini, utilizando precursores poliméricos (surfactantes), para modificar a superfície da camada de transporte de elétrons e a eficiência de conversão fotovoltaica de dispositivos solares emergentes.

Material e Métodos

Os óxidos foram produzidos conforme descrito a seguir: em 100 mL de solução de ácido cítrico ($0,1 \text{ mol L}^{-1}$), foram adicionados 15 mL de Tween ou etilenoglicol. Em seguida, foram adicionados 13,4 g do complexo amoniacal de nióbio (fornecido pela Companhia Brasileira de

Metalurgia e Mineração). A resina formada foi calcinada a 650 °C por 6 h. O pó obtido foi caracterizado por microscopia eletrônica de Varredura (MEV), em um microscópio eletrônico de varredura VEGA3 da Tescan, com detector SE e filamento de tungstênio a 20 kV. Potencial zeta e espalhamento dinâmico de luz (EDL) foram utilizados para verificação da estabilidade coloidal dos materiais em suspensão e para determinação do tamanho dos aglomerados produzidos. Tais medidas foram obtidas em um equipamento Litesizer 500, Anton PAAR, em meio de etanol 99,5%.

Os filmes foram produzidos a partir dos pós sintetizados, conforme metodologia proposta por Parussulo, aplicados sobre superfície de FTO (óxido de estanho dopado com flúor) por meio da técnica de Doctor Blading (Parussulo et al., 2009). As células solares foram montadas em formato tipo sanduíche (com área geométrica de 0,2 cm²), utilizando eletrólito à base de iodo e contra eletrodo a base de platina (Pt). As curvas de densidade de corrente em função do potencial (j-V) foram obtidas sob incidência solar de 100 mW cm⁻², com a posterior extração dos parâmetros fotoeletroquímicos. Para cálculo da eficiência em fotoconversão (PCE) do dispositivo produzido, foi empregada a Equação 1, com j representando a corrente, V o potencial, FF o fator de forma e P a potência incidente.

$$\text{PCE} = \frac{j \times V \times \text{FF}}{P} \times 100\% \text{ (Equação 1)}$$

Resultados e Discussão

Os materiais produzidos foram analisados por microscopia eletrônica de varredura e encontram-se na Figura 1A-B.

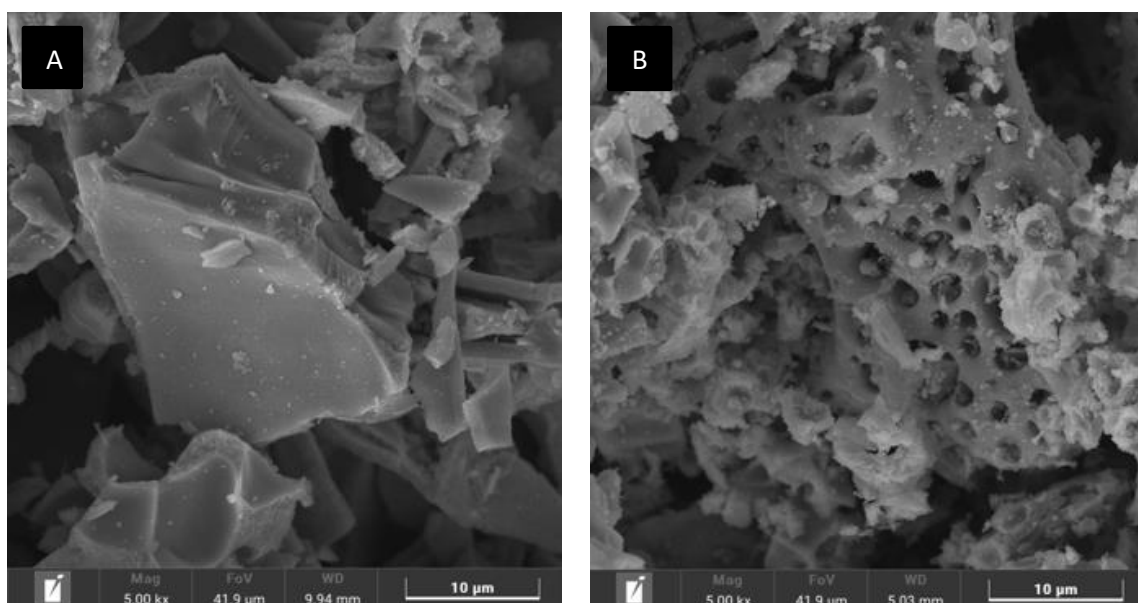


Fig. 1A-B: Imagem de MEV para o Nb₂O₅ produzido pela metodologia pechini com etileno glycol em A e Tween em B

Observa-se na Figura 1B a capacidade do polímero Tween em modificar a superfície do Nb₂O₅, em comparação com a rota tradicional contendo etileno glicol (Figura 1A). Tal análise pode ser um indicativo aumento da área superficial do óxido produzido, uma vez que são notados alguns poros, semelhantes a crateras, que podem favorecer o aumento na quantidade de material absorvedor, elevando o valor de corrente e, consequentemente, a eficiência de

conversão fotovoltaica do dispositivo (Tractz et al., 2023). Tal comportamento pode estar relacionado à formação de micelas durante a produção do gel na metodologia de Pechini, visto que surfactantes como o Tween possuem natureza anfífila e, durante a pirólise, as regiões formadas sofrem decomposição térmica não uniforme. À medida que os gases aprisionados escapam, ocorrem rupturas e implosões na superfície, originando as microestruturas observadas.

Os óxidos produzidos também foram analisados via técnicas de EDL e potencial zeta, sendo os resultados disponíveis na Tabela 1.

Tabela. 1: Raio hidrodinâmico e potencial zeta em meio alcólico obtido para as partículas de Nb_2O_5 .

Nb_2O_5	Raio Hidrodinâmico (nm)*	Potencial Zeta (mV)*
Etileno Glicol	1674	-8.7
Tween	695	-26.1

* Obtido em pH = 5.5

Na Tabela 1, observa-se a capacidade do Tween em melhorar a estabilidade das partículas em solução, uma vez que o potencial zeta foi superior quando comparado aos óxidos produzidos com etilenoglicol. De forma semelhante, o raio hidrodinâmico dos materiais foi reduzido, abrindo novas possibilidades para a produção de semicondutores voltados a diversas aplicações (Jarzynska et al., 2025).

Após a caracterização das partículas, os materiais foram utilizados na construção de sistemas fotovoltaicos sensibilizados por corante, utilizando o corante comercial N719, eletrólito a base de iodo e platina eletrodepositada. Os sistemas, montados em formato sanduíche com uma área ativa de $0,2 \text{ cm}^2$ foram analisados via curvas j-V, possibilitando a extração dos parâmetros fotovoltaicos e do cálculo da eficiência do dispositivo, sendo os resultados expostos na Tabela 2.

Tabela. 2: Parâmetros fotovoltaicos das CSSC produzidas com amostras de Nb_2O_5 , Pt como contra eletrodo e eletrólito à base de iodo.

Nb_2O_5	j (mA cm^{-2})	V (V)	FF	PCE (%)
Etileno Glicol	0.68	0.75	0.64	0.33
Tween	4,13	0.75	0.53	1.64

* Obtido em pH = 5.5

Em dispositivos solares sensibilizados por corante, o uso do Tween demonstrou potencial para aumentar a densidade de corrente do dispositivo (0.68 mA/cm^2 para $4,13 \text{ mA/cm}^2$), já que uma possível maior área superficial representa um fator positivo na formação de corrente, devido ao aumento nas regiões de adsorção do corante e consequentemente o nível de elétrons sendo injetados para a banda de condução do semicondutor. Complementarmente,

a eficiência de conversão fotovoltaica, calculada pela Equação 1 (sendo j , V e FF a densidade de corrente, o potencial e o fator de forma, respectivamente), mostrou-se mais elevada nas partículas obtidas com Tween (PCE = 1.64%), devido aos altos valores de corrente encontrados para o sistema (Tractz et al., 2023).

Conclusões

Os resultados demonstram que o uso de Tween na síntese de Nb_2O_5 pela metodologia de Pechini promoveu um aumento significativo na estabilidade das partículas, reduziu o raio hidrodinâmico e favoreceu a formação de uma morfologia superficial semelhante a crateras. Essas características contribuíram para uma melhora expressiva na densidade de corrente e na eficiência de conversão fotovoltaica (PCE) dos dispositivos.

Agradecimentos

Os autores são gratos a UTFPR-CM, LabMulti-LD, Fundação Araucária e a Unicentro pelo apoio.

Referências

Hagdeldt, A.; Sun, L.; Kloo, L.; Lupton, R. A. Dye-sensitized solar cell. *Chem. Rev.* **2012**, *110*, 6595.

Jarzynska, K.; Krzesimir, C.; Xuejiao, J.; Gao, C.; Mikolajczyk, G.; Xingfa, G.; Puzyn, T. Understanding the zeta potential of nanomaterials through predictive nanoinformatics. *Nano Today* **2025**, *64*, 101759.

Parussulo, A. L. A.; Bonacin, J. A.; Toma, S. H.; Araki, K.; Toma, H. E. Unravelling the chemical morphology of a mesoporous titanium dioxide interface by confocal Raman microscopy: New clues for improving the efficiency of dye solar cells and photocatalysts. *Langmuir* **2009**, *25*, 11271–11277.

Ribeiro, A. C.; Costa, A. C. F.; Kiminami, R. H. G. A.; Sasaki, R. H. G. A.; Lira, H. L. Synthesis of TiO_2 by the Pechini method and photocatalytic degradation of methyl red. *Mater. Res.* **2012**, *16*, 468–472.

Tractz, G. T.; Antunes, S. R.; Rodrigues, P. R. P. Nb/ TiO_2 oxides: A study of synthesis and electron transport mechanism as ETL in a solar device. *J. Photochem. Photobiol. A Chem.* **2023**, *444*, 114899