



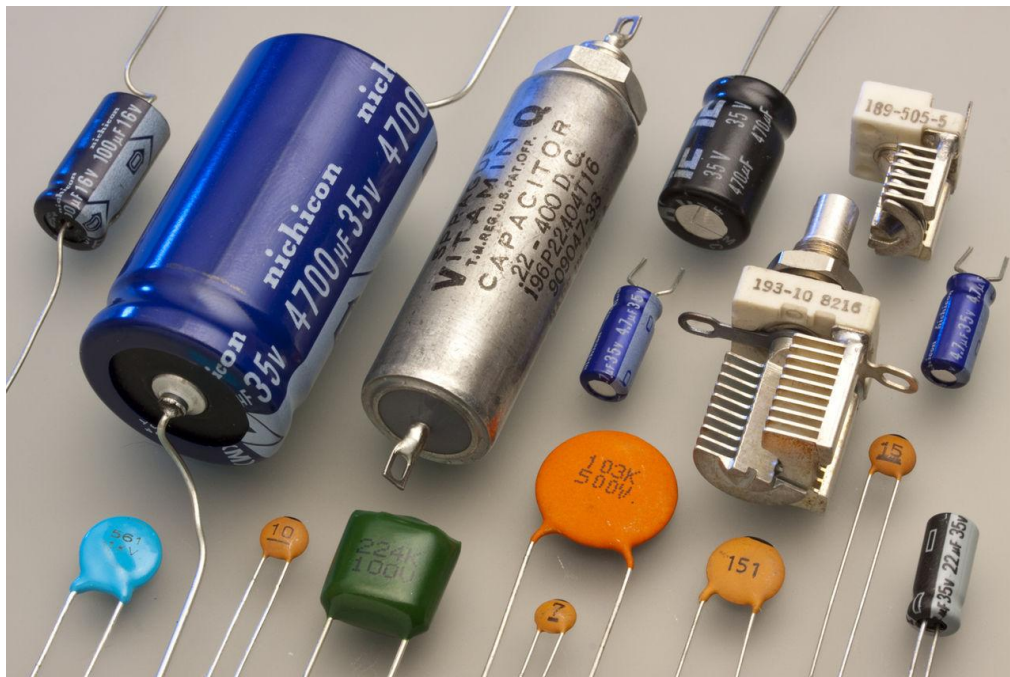
**ΤΕΙ Κρήτης**  
Τεχνολογικό Εκπαιδευτικό Ίδρυμα Κρήτης

Σχολή Τεχνολογικών Εφαρμογών

Τμήμα Μηχανολόγων Μηχανικών

**ΠΤΥΧΙΑΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ**

Ηλεκτροχημική μελέτη  $Fe_3O_4$  και  $Nb_2O_5$  υμενίων για  
εφαρμογές σε πυκνωτές



Σπουδάστρια: Μαραθιανού Ειρήνη

A.M:5514

Εισηγήτρια: Βερνάρδου Δήμητρα

ΗΡΑΚΛΕΙΟ

2017

## ΠΡΟΛΟΓΟΣ

Θα ήθελα να εκφράσω τις βαθύτατες ευχαριστίες μου στην κυρία Βερνάρδου Δήμητρα, για την εμπιστοσύνη που μου έδειξε αναθέτοντας μου αυτή τη πτυχιακή εργασία, την στήριξη της, τις συμβουλές της καθώς και για όλα όσα μου έμαθε μέσω αυτής της διαδικασίας.

Επίσης θα ήθελα να ευχαριστήσω όλους τους καθηγητές που συνέβαλαν στις γνώσεις τις οποίες απέκτησα στο Τεχνολογικό Ίδρυμα Κρήτης.

Τέλος θα ήθελα να αναφερθώ στην οικογένεια μου και στην ευγνωμοσύνη που νιώθω για το πρόσωπο τους που είναι πάντα στο πλευρό μου και υποστηρίζουν τις επιλογές μου όλα αυτά τα χρόνια.

Με εκτίμηση,  
Μαραθιανού Ειρήνη

## **ABSTRACT**

The increased demand for electricity is going to lead intense energy problems in the future worldwide. So, it is considered necessary to do interventions savings.

A promising approach to the energy issue is the development of materials with improved characteristics and the evolution of capacitors technology resulting in the construction of provisions of low power consumption, good stability, high capacity and quick response.

Based on the above, the aim of this work is the electrochemical characterization of  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  and  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  thin films to determine properties aimed at optimal electrochemical response of materials with low production costs.

## ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

### ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1 : ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

|                                    |    |
|------------------------------------|----|
| 1.1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ .....                 | 1  |
| 1.2 ΧΗΜΙΚΑ ΣΤΟΙΧΕΙΑ.....           | 2  |
| 1.2.1 ΣΙΔΗΡΟΣ .....                | 2  |
| 1.2.2 ΟΞΕΙΔΙΟ ΣΙΔΗΡΟΥ.....         | 3  |
| 1.2.3 ΜΑΓΝΗΤΙΤΗΣ .....             | 3  |
| 1.2.4 ΕΦΑΡΜΟΓΕΣ .....              | 5  |
| 1.3 ΤΡΟΠΟΙ ΠΑΡΑΣΚΕΥΗΣ .....        | 5  |
| 1.3.1 ΥΓΡΕΣ ΧΗΜΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ ..... | 5  |
| 1.3.2 ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΕΠΙΣΤΡΩΣΕΩΝ .....   | 6  |
| 1.4 ΠΥΚΝΩΤΕΣ.....                  | 8  |
| 1.4.1 ΓΕΝΙΚΑ .....                 | 8  |
| 1.4.2 ΕΦΑΡΜΟΓΕΣ .....              | 9  |
| 1.4.3 ΤΥΠΟΙ ΠΥΚΝΩΤΩΝ.....          | 10 |
| 1.5 ΠΥΚΝΩΤΕΣ ΙΟΝΤΩΝ ΛΙΘΙΟΥ .....   | 11 |
| 1.5.1 ΓΕΝΙΚΑ .....                 | 11 |
| 1.5.2 ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ .....              | 12 |
| 1.5.3 ΕΦΑΡΜΟΓΕΣ .....              | 13 |

### ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2 : ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

|                                     |    |
|-------------------------------------|----|
| 2.1 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΜΕΘΟΔΟΣ .....       | 14 |
| 2.1.1 ΣΥΣΤΗΜΑ AUTOLAB .....         | 14 |
| 2.1.2 ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΚΥΨΕΛΙΔΑ .....  | 15 |
| 2.1.3 ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΟΣ ΥΠΟΛΟΓΙΣΤΗΣ..... | 17 |
| 2.2 ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ .....      | 18 |

### ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3 : ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΕΠΙΤΕΤΑΡΤΟΞΕΙΔΙΟΥ ΤΟΥ ΣΙΔΗΡΟΥ ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )

|  |    |
|--|----|
| 3.1 ΚΑΜΠΥΛΕΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ-ΤΑΣΗΣ (I-V) .....  | 19 |
| 3.2 ΚΑΜΠΥΛΕΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ-ΧΡΟΝΟΥ (I-T) ..... | 20 |
| 3.2.1 ΦΟΡΤΙΟ .....                       | 21 |
| 3.3 ΚΑΜΠΥΛΕΣ ΤΑΣΗΣ- ΦΟΡΤΙΟΥ (V- Q) ..... | 22 |
| 3.4 ΚΑΜΠΥΛΕΣ ΕΜΠΕΔΗΣΗΣ (FRA) .....       | 23 |

### ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4 : ΠΕΝΤΟΞΕΙΔΙΟ ΤΟΥ ΝΙΟΒΙΟΥ ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ )

|                                |    |
|--------------------------------|----|
| 4.1 ΝΙΟΒΙΟ.....                | 25 |
| 4.2 ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΕΝΑΠΟΘΕΣΗΣ..... | 26 |
| 4.3 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ.....          | 27 |

### ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5 : ΕΠΙΛΟΓΟΣ

|   |    |
|---|----|
| 5.1 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΜΕΛΛΟΝΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ ..... | 28 |
|---|----|

|                           |           |
|---------------------------|-----------|
| <b>ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ .....</b> | <b>29</b> |
|---------------------------|-----------|

## **ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1- ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ**

### **1.1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ**

Η αυξημένη ζήτηση ηλεκτρικής ενέργειας πρόκειται να οδηγήσει σε έντονα ενεργειακά προβλήματα στο μέλλον την χώρα. Έτσι, για να αποφευχθεί η εξάντληση των αποθεμάτων κρίνεται απαραίτητο να γίνουν παρεμβάσεις εξοικονόμησης ενέργειας.

Μια πολλά υποσχόμενη προσέγγιση στο θέμα της ενέργειας είναι η ανάπτυξη υλικών με βελτιωμένα χαρακτηριστικά και η εξέλιξη της τεχνολογίας των πυκνωτών με αποτέλεσμα την κατασκευή διατάξεων χαμηλής κατανάλωσης ενέργειας, καλής σταθερότητας, υψηλής χωρητικότητας και γρήγορης απόκρισης.

Με βάση τα παραπάνω, ο σκοπός αυτής της εργασίας είναι ο ηλεκτροχημικός χαρακτηρισμός λεπτών υμενίων  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  και  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  για να προσδιορισθούν οι συνθήκες εναπόθεσης και οι ιδιότητες με στόχο τη βέλτιστη ηλεκτροχημική αντίδραση των υλικών με χαμηλό κόστος παραγωγής.

## 1.2 ΧΗΜΙΚΑ ΣΤΟΙΧΕΙΑ

### 1.2.1 Σίδηρος

Ο σίδηρος (εικόνα 1.1) είναι μέταλλο της 1ης κύριας σειράς των στοιχείων μετάπτωσης, με ατομικό αριθμό 26, ατομικό βάρος 55,847 g/mole και πυκνότητα 7,874 g/cm<sup>3</sup>. Συναντάται και ως iron ή ως ferrum στα αγγλικά και στα λατινικά, αντιστοίχως. Έχει θερμοκρασία τήξης 1535 °C και θερμοκρασία βρασμού 2750 °C. Στον πλανήτη Γη είναι το πιο άφθονο χημικό στοιχείο κατά μάζα και το τέταρτο πιο άφθονο στοιχείο στον στερεό φλοιό της μετά το οξυγόνο, το πυρίτιο και το αργίλιο. [1]

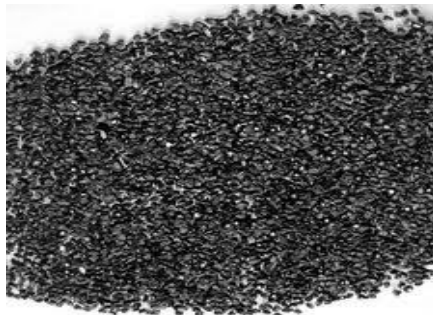


Εικόνα1.1: Χαρακτηριστικά Σιδήρου.

Ο καθαρός σίδηρος βρίσκεται σπάνια σε μορφή μετάλλου επειδή με την παρουσία υγρασίας και οξυγόνου στην ατμόσφαιρα οξειδώνεται. Ωστόσο, η υψηλή καθαρότητα του μπορεί να επιτευχθεί με την απομάκρυνση οξυγόνου από τα φυσικά μεταλλεύματα κυρίως από τον αιματίτη σε υψηλές θερμοκρασίες. Τέλος, οι ιδιότητες του σιδήρου μπορούν να τροποποιηθούν, αν αναμιχθεί με διάφορα άλλα μέταλλα (και μερικά αμέταλλα όπως άνθρακα και πυρίτιο) για να σχηματιστεί ατσάλι.

### 1.2.2 Οξείδιο Σιδήρου

Οξείδιο του σιδήρου είναι μια μαύρη σκόνη (εικόνα 1.2), η οποία αποτελείται από το χημικό στοιχείο σίδηρος στην κατάσταση οξειδώσεως 2, συνδεδεμένο με το οξυγόνο. Η ορυκτή μορφή του είναι γνωστή ως βουστίτης. Έχει μοριακή μάζα 71,844 g/mole και πυκνότητα 5,745 g/cm<sup>3</sup>. Έχει θερμοκρασία τήξης 1377 °C και θερμοκρασία βρασμού 3414 °C. Είναι αδιάλυτο στο νερό, σε αλκάλια και στο αλκοόλ ενώ στο οξύ είναι διαλυτό. Το FeO δεν πρέπει να συγχέεται με τη σκουριά, η οποία συνήθως αποτελείται από ένυδρο τριοξείδιο του σιδήρου. [2]



Εικόνα 1.2: Οξείδιο Σιδήρου.

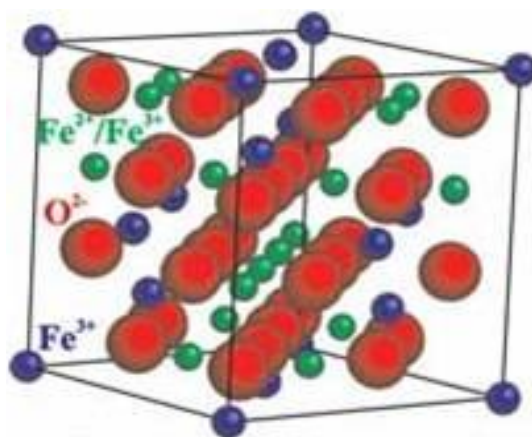
### 1.2.3 Μαγνητίτης

Ο μαγνητίτης (εικόνα 1.3) είναι ορυκτό του σιδήρου, το οποίο είναι μικτό ή αλλιώς σύνθετο οξείδιο και παράγεται με απευθείας σύνθεση από το σίδηρο και το οξυγόνο. Το ορυκτό περιέχει 72,4 % σίδηρο (Fe) και 27,6 % οξυγόνο (O).



Εικόνα 1.3: Μαγνητίτης.

Ο μαγνητίτης κρυσταλλώνεται στο κυβικό σύστημα (εικόνα 1.4) και ανήκει στην κατηγορία των σπινελίων. Η κρυσταλλική δομή των οξειδίων του σιδήρου περιγράφεται από την διευθέτηση των κατιόντων σιδήρου στα οκταεδρικά ή τετραεδρικά διάκενα που σχηματίζονται από τα ανιόντα οξυγόνου. Βρίσκεται σε κοκκώδη, φλοιώδη και στιφρά συσσωματώματα σε μορφή κόκκων με το όνομα «μαγνητίτης άμμος».



Εικόνα 1.4: Θεμελιώδης μονάδα μαγνητίτη.

Είναι πολύ διαδεδομένος κυρίως σε κοιτάσματα μεταλλευμάτων, σχηματίζοντας πολλές φορές και αυτοτελή κοιτάσματα, καθώς και σε κρυσταλλοσχιστώδη πετρώματα ιδίως χλωριτικών σχιστόλιθων ή μέσα σε άμμο σε μορφή αυτούσιων εκλύτων κόκκων.

Κυριότερες χώρες όπου υπάρχουν μεγάλα κοιτάσματα μαγνητίτη είναι οι Σκανδιναβικές (και ιδιαίτερα η Σουηδία στην περιοχή Kiruna), οι ΗΠΑ και ο Καναδάς. Στην Ελλάδα, το μεγαλύτερο κοιτάσμα μαγνητίτη υπάρχει στη Σέριφο στα Χάλαρα, στη Τήνο, στην Ερμιόνη, στη Σκύρο και στο Πήλιο. Σημειώνεται επίσης ότι ο μαγνητίτης είναι ένα από τα κύρια συστατικά της σμυρίδας Νάξου. [3]



#### 1.2.4 Εφαρμογές

Το  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  είναι ένα πολλά υποσχόμενο υλικό για ιατρικές εφαρμογές καθώς η βιοσυμβατότητα του έχει ήδη αποδειχθεί.

- Ο μαγνητίτης χρησιμοποιείται σαν πρώτη ύλη στην κατασκευή κοσμημάτων όπου υφίσταται κάποια επεξεργασία (π.χ. γυάλισμα) και η τελική του μορφή είναι μια σκούρα, γυαλιστερή και στιλπνή επιφάνεια.
- Χρησιμοποιείται ως υλικό για την απορρύπανση υδατικών διαλυμάτων (π.χ. αποχρωματισμός ή και διάσπαση χρωστικών που προέρχονται από βιομηχανίες εκτύπωσης ή παραγωγής χρωμάτων).

### **1.3 ΤΡΟΠΟΙ ΠΑΡΑΣΚΕΥΗΣ**

Τα οξειδία σιδήρου μπορούν να παρασκευασθούν με διάφορες τεχνικές, οι οποίες παρουσιάζονται παρακάτω.

#### 1.3.1 Υγρές χημικές τεχνικές

Κάτω από αναερόβιες συνθήκες με την μέθοδο της οξείδωσης σιδηρούχα υδροξείδια (ferrous hydroxide) μπορούν να διασπασθούν σε μαγνητίτη, μοριακό υδρογόνο και νερό. Η διαδικασία αυτή λέγεται αντίδραση Schikorr. Ο μαγνητίτης είναι θερμοδυναμικά σταθερότερος από το σιδηρούχο υδροξείδιο.

Εργαστηριακά μπορεί να προκύψει ένα ρευστό σιδηροκραμάτων με τη μέθοδο Massart αναμειγνύοντας χλωρίδιο σιδήρου (iron II) και χλωριούχο σίδηρο (iron III) παρουσία του υδροξειδίου του νατρίου.

Μπορεί επίσης να παραχθεί μέσω της χημικής συγκαθίζησης με παρουσία αμμωνίας σε ένα μείγμα από διάλυμα 0,1 M  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  και  $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  με μηχανική ανάδευση γύρω στις 2000 rpm. Η

γραμμομοριακή αναλογία του  $\text{FeCl}_3:\text{FeCl}_2$  μπορεί να είναι 2:1 με θέρμανση του μίγματος στους  $70\text{ }^\circ\text{C}$ , ταχύτητα στις 7500 rpm προσθέτοντας γρήγορα το διάλυμα  $\text{NH}_4\text{OH}$  (10% w/v) όπου σχηματίζεται ένα σκούρο ίζημα αποτελούμενο από νανοσωματίδια μαγνητίτη.

### 1.3.2 Τεχνικές δημιουργίας επικαλύψεων (coatings)

Περιλαμβάνουν τις επιφανειακές εκείνες κατεργασίες κατά τις οποίες υλικό, διαφορετικής χημικής σύστασης από το μέταλλο βάσης, με επιθυμητές ιδιότητες όπως της επιφάνειας του αντικειμένου εναποτίθεται σχηματίζοντας επιπρόσθετο στρώμα, το οποίο καλείται επίστρωμα ή επικάλυψη. Οι διεργασίες επικάλυψης γίνονται σε αντιδραστήρες όπου τοποθετείται το προς επικάλυψη αντικείμενο (υπόστρωμα), και το υλικό επικάλυψης εισέρχεται υπό μορφή ατμών, από υδατικά διαλύματα ή σε κατάσταση τήγματος. Οι τεχνικές αυτές χωρίζονται σε δυο κατηγορίες, όπου το κοινό τους στοιχείο είναι ότι στον αντιδραστήρα επικάλυψης, το προς εναπόθεση υλικό είναι ή μεταβαίνει σε αέρια κατάσταση. [4]

#### 1.3.2.1 Τεχνική επικάλυψης φυσικής εναπόθεσης ατμών (PVD)

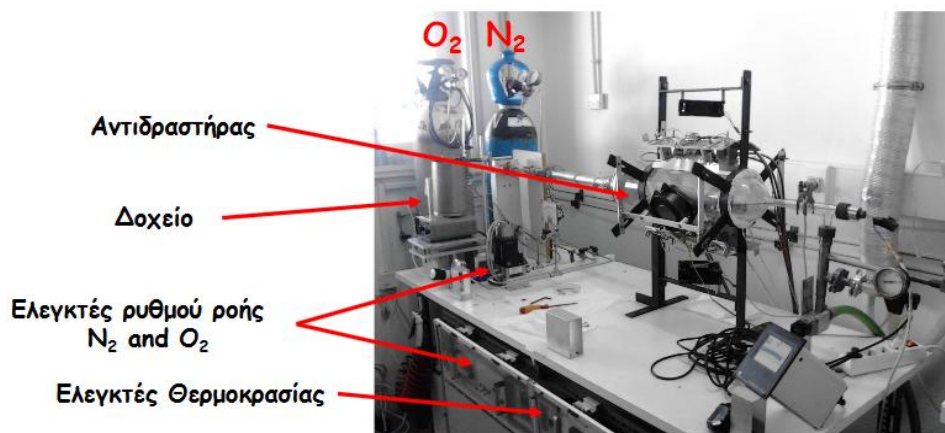
Με αυτή την μέθοδο, κατά τη μεταφορά και συμπύκνωση του ατμού δε συμβαίνει καμιά χημική αντίδραση, απλά το προς εναπόθεση υλικό αλλάζει φάση. Η τεχνική αυτή χρησιμοποιείται για επιμεταλλώσεις. Κατά τη μέθοδο αυτή επομένως, το πρόδρομο υλικό και το εναποτιθέμενο είναι το ίδιο. Για το λόγο αυτό οι φυσικές μέθοδοι είναι πιο απλές από τις χημικές μεθόδους. Επιπλέον, η τεχνική PVD είναι συνήθως εξώθερμη στο υπόστρωμα, ενώ η τεχνική CVD είναι ενδόθερμη.

### 1.3.2.2 Τεχνική επικάλυψης φυσικής εναπόθεσης ατμών (CVD)

Με αυτή την τεχνική, χημικώς αντιδρώντα συστατικά αντιδρούν στην αέρια φάση, κοντά ή πάνω στο υπόστρωμα, το οποίο θερμαίνεται, με αποτέλεσμα το σχηματισμό στερεών στρωμάτων επικάλυψης (εικόνα 1.5). Ο σχηματισμός αυτός καθορίζεται από συγκεκριμένες βασικές αρχές, που επιβάλλονται από τη χημεία, τη θερμοδυναμική, τη χημική κινητική, και τα φαινόμενα μεταφοράς. [5]

Τα δείγματα, τα οποία μελετήσαμε στην παρούσα εργασία είχαν παρασκευαστεί με την τεχνική της χημικής εναπόθεσης μέσω ατμών (CVD), για τον λόγο αυτό παρακάτω αναφέρονται κάποια από τα πλεονεκτήματα της μεθόδου.

- Μεγάλος ρυθμός εναπόθεσης.
- Εξαιρετική πρόσφυση.
- Δυνατότητα ελέγχου στοιχειομετρίας ή ακόμη και της κρυσταλλικής δομής των επιστρώσεων.
- Δυνατότητα επικάλυψης μεγάλων επιφανειών.
- Έλεγχος ομοιομορφίας του πάχους των λεπτών υμενίων. [6]

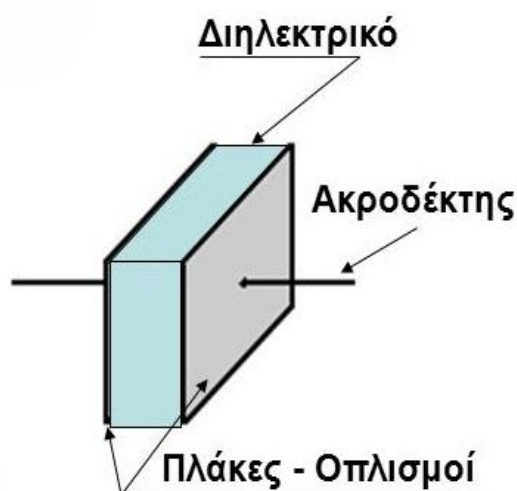


Εικόνα 1.5: Διαδικασία CVD.

## 1.4 ΠΥΚΝΩΤΕΣ

### 1.4.1 Γενικά

Πρόκειται για μια διάταξη, η οποία αποτελείται από δύο αγώγιμες πλάκες που λέγονται οπλισμοί, κι από ένα μονωτικό υλικό που χωρίζει τις πλάκες κι ονομάζεται διηλεκτρικό (εικόνα 1.7). Ο πυκνωτής έχει την ιδιότητα να συγκρατεί στους οπλισμούς του ηλεκτρικό φορτίο, όταν εφαρμοστεί μια τάση στα άκρα του. Η ποσότητα του φορτίου που μπορεί να συγκρατήσει ο πυκνωτής εξαρτάται από την επιφάνεια των οπλισμών του και την απόσταση μεταξύ των οπλισμών. Όσο μεγαλύτερη είναι η επιφάνεια των οπλισμών και όσο μικρότερη η απόσταση των οπλισμών μεταξύ τους, τόσο μεγαλύτερο φορτίο μπορεί να συγκρατήσει. Το είδος του διηλεκτρικού υλικού κατέχει πρωτεύοντα ρόλο στη συγκράτηση του φορτίου. [7]



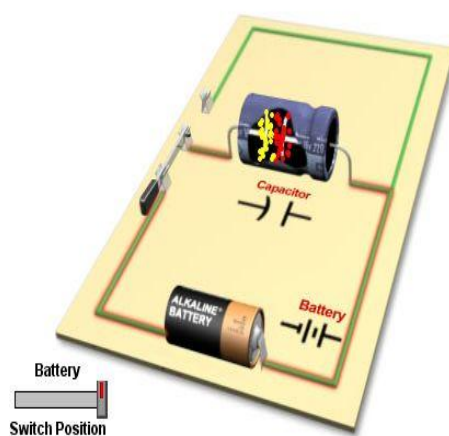
Εικόνα 1.7: Διάταξη πυκνωτή.

Συνήθως, ως οπλισμοί ενός πυκνωτή χρησιμοποιούνται μέταλλα από ορείχαλκο, επικαδμιωμένο σίδηρο ή αλουμίνιο. Για την κατασκευή του διηλεκτρικού σε έναν πυκνωτή, χρησιμοποιούνται μη αγώγιμα υλικά όπως χαρτί, λάδι, γυαλί, αέρας, ταντάλιο, πολυπροπυλένιο, μίκα και πολλά άλλα υλικά. Το στοιχείο που χρησιμοποιεί ο πυκνωτής ως

διηλεκτρικό, τον κατατάσσει σε διάφορες ονομασίες, (πυκνωτές πολυπροπυλενίου, πυκνωτές τανταλίου, κτλ), όπου παρουσιάζουν κάποια ιδιαίτερα χαρακτηριστικά και γι' αυτό χρησιμοποιούνται σε κυκλώματα με ειδικές εφαρμογές.

### 1.4.2 Εφαρμογές

Λόγω της δυνατότητας τους να αποθηκεύουν ηλεκτρικό φορτίο και να το αποδίδουν κατόπιν αποφορτιζόμενοι σε ένα κύκλωμα (δρώντας έτσι ουσιαστικά ως πηγές ρεύματος), οι πυκνωτές αποτελούν βασικά στοιχεία κάθε σύγχρονου ηλεκτρονικού κυκλώματος (εικόνα 1.6). Μερικές χρήσεις τους είναι σε κυκλώματα εξομάλυνσης τάσης, στη διαμόρφωση της συχνότητας εκπομπής ραδιοφωνικών πομπών, στις εισόδους και εξόδους των τρανζίστορ κ.α.



Εικόνα 1.6: Φόρτιση και αποφόρτιση πυκνωτή.

### 1.4.3 Τύποι πυκνωτών

Τους πυκνωτές τους χωρίζουμε σε δύο κατηγορίες, τους διηλεκτρικούς και τους ηλεκτρολυτικούς. Η αρχή λειτουργίας είναι η ίδια και στις δύο κατηγορίες πυκνωτών, όμως διαφέρουν στην κατασκευή τους και στον τρόπο χρήσης τους.

#### 1.4.3.1 Διηλεκτρικοί πυκνωτές

Οι διηλεκτρικοί πυκνωτές χωρίζονται σε δύο κατηγορίες, στους διηλεκτρικούς πυκνωτές σταθερής και μεταβλητής χωρητικότητας.

#### A) Σταθερής χωρητικότητας

1. Πυκνωτές χαρτιού
2. Πυκνωτές πλαστικής ταινίας
3. Πυκνωτές μίκας
4. Πυκνωτές γυαλιού
5. Κεραμικοί πυκνωτές

#### B) Μεταβλητής χωρητικότητας

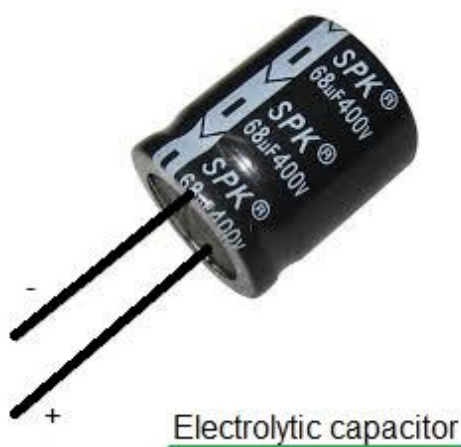
Οι πυκνωτές μεταβλητής χωρητικότητας είναι απαραίτητοι όπου χρειάζεται ακρίβεια της τιμής της χωρητικότητας ενός πυκνωτή σε ένα κύκλωμα και διαχωρίζονται σε δύο κατηγορίες στους μεταβλητούς πυκνωτές και στους ρυθμιζόμενους πυκνωτές.

Η διαφορά τους είναι κατασκευαστική και η χρήση τους εξίσου διαφορετική, αφού ο μεταβλητός πυκνωτής χρησιμοποιείται σε κυκλώματα όπου μεταβάλλουμε συνεχώς την χωρητικότητα του πυκνωτή, (π.χ. ραδιόφωνο), ενώ οι μεταβλητοί πυκνωτές ρυθμίζονται μια φορά σε ένα κύκλωμα και μετά η χωρητικότητά τους παραμένει σταθερή.

#### 1.4.3.2 Ηλεκτρολυτικοί πυκνωτές

Οι ηλεκτρολυτικοί πυκνωτές (εικόνα 1.7) είναι σταθερής χωρητικότητας και η αρχή λειτουργίας τους στηρίζεται στην αρχή της ηλεκτρολύσεως. Στους ηλεκτρολυτικούς πυκνωτές το διηλεκτρικό είναι οξείδιο του μετάλλου της ανόδου. Για να σχηματιστεί ένα οξείδιο είναι απαραίτητη η παρουσία μετάλλου της ανόδου, ενός ηλεκτρολύτη και της καθόδου. Η κάθοδος μπορεί να είναι το ίδιο ή διαφορετικό μέταλλο με την άνοδο. Τα οξείδια που χρησιμοποιούνται κυρίως είναι το αλουμίνιο και το ταντάλιο, γι' αυτό διαχωρίζουμε τους ηλεκτρολυτικούς πυκνωτές

σε δύο είδη α) τους ηλεκτρολυτικούς πυκνωτές αλουμινίου και β) τους ηλεκτρολυτικούς πυκνωτές τανταλίου. [8]



Εικόνα 1.7: Ηλεκτρολυτικός πυκνωτής

## 1.5 ΠΥΚΝΩΤΕΣ ΙΟΝΤΩΝ ΛΙΘΙΟΥ

### 1.5.1 Γενικά

Οι πυκνωτές ιόντων λιθίου είναι υβριδικού τύπου πυκνωτές που ανήκουν στην κατηγορία των υπερπυκνωτών. Οι υπερπυκνωτές ή supercapacitors, είναι ένα μέσο αποθήκευσης ηλεκτρικής ενέργειας, το οποίο έχει σκοπό να αντικαταστήσει τις μπαταρίες, λόγω των πολλών πλεονεκτημάτων που παρουσιάζει έναντι των μπαταριών. Είναι ο συνδετικός κρίκος των απλών πυκνωτών και των μπαταριών, καθώς παρουσιάζουν μεγάλες χωρητικότητες. Πιο συγκεκριμένα, οι χωρητικότητες των υπερπυκνωτών φτάνουν μέχρι και τα 10000 F, με τάσεις λειτουργίας όμοιες με αυτές των αντίστοιχων στοιχείων των κοινών μπαταριών.

Ως κάθοδος χρησιμοποιείται ενεργός άνθρακας και ως άνοδος υλικό άνθρακα ενισχυμένο με ιόντα λιθίου. Η ενίσχυση μειώνει το δυναμικό της ανόδου κι επιτρέπει μια σχετικά υψηλή τάση εξόδου σε σχέση με άλλους υπερπυκνωτές.

Είναι μια υβριδική ηλεκτροχημική συσκευή αποθήκευσης ενέργειας, η οποία συνδυάζει τον παρένθετο μηχανισμό ιόντων μιας μπαταρίας ιόντων λιθίου με την κάθοδο ενός ηλεκτρικού πυκνωτή διπλής στρώσης. Η ενεργειακή πυκνότητα ενός πυκνωτή ιόντων λιθίου είναι περίπου 20Wh/kg, δηλαδή τέσσερις φορές υψηλότερη από έναν ηλεκτρικό πυκνωτή διπλής στρώσης και πέντε φορές χαμηλότερη από μία μπαταρία ιόντων λιθίου.

Ο ηλεκτρολύτης που χρησιμοποιείται σε ένα πυκνωτή ιόντων λιθίου είναι ένα διάλυμα άλατος λιθίου-ιόντων που μπορούν να συνδυαστούν με άλλα οργανικά συστατικά και είναι γενικά ταυτόσημη με αυτή που χρησιμοποιείται σε μπαταρίες ιόντων λιθίου. Τέλος, ο διαχωριστής εμποδίζει την άμεση ηλεκτρική επαφή μεταξύ ανόδου και καθόδου. [9]

### 1.5.2 Ιδιότητες

Μπαταρίες, ηλεκτρικοί πυκνωτές διπλής στρώσης και πυκνωτές ιόντων λιθίου έχουν αντίστοιχα το καθένα τις δικές τους ιδιότητες, όπου τα καθιστούν κατάλληλα για συγκεκριμένες εφαρμογές. Οι πυκνωτές ιόντων λιθίου έχουν μεγαλύτερη πυκνότητα ισχύος σε σύγκριση με τις μπαταρίες και είναι ασφαλέστεροι σε χρήση από μπαταρίες ιόντων λιθίου, στις οποίες μπορεί να προκύψει θερμική αντίδραση διαφυγής. Σε σύγκριση με τον ηλεκτρικό πυκνωτή διπλής στρώσης, ο πυκνωτής λιθίου έχει υψηλότερη τάση εξόδου. Έχουν παρόμοιες πυκνότητες ισχύος, αλλά η πυκνότητα ενέργειας ενός πυκνωτή λιθίου είναι πολύ υψηλότερη. Συγκεκριμένα, έχουν

- υψηλή ενεργειακή πυκνότητα (14 Wh/kg)
- υψηλή πυκνότητα ισχύος
- υψηλή αξιοπιστία



- θερμοκρασίες λειτουργίας που κυμαίνονται από  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$  έως  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$

### 1.5.3 Εφαρμογές

Οι πυκνωτές λιθίου-ιόντων είναι ιδανικοί για εφαρμογές που απαιτούν υψηλή ενεργειακή πυκνότητα, υψηλή πυκνότητα ισχύος και εξαιρετική ανθεκτικότητα. Δεδομένου ότι συνδυάζουν την υψηλή ενεργειακή πυκνότητα με υψηλή πυκνότητα ισχύος, δεν υπάρχει ανάγκη για πρόσθετες ηλεκτρικές συσκευές αποθήκευσης σε διάφορα είδη εφαρμογών, με αποτέλεσμα μειωμένο κόστος ιδιοκτησίας. Πιθανές εφαρμογές για πυκνωτές λιθίου-ιόντων είναι, για παράδειγμα, στους τομείς των συστημάτων αιολικής ενέργειας γενιάς, συστήματα αδιάλειπτης πηγή ρεύματος (UPS), παραγωγή ηλεκτρικής ενέργειας φωτοβολταϊκών, συστήματα ανάκτησης ενέργειας σε βιομηχανικά μηχανήματα και συστήματα μεταφοράς.

## **ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2-ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ**

### **2.1 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΗ ΜΕΘΟΔΟΣ**

Οι μετρήσεις από τις οποίες εξάγαμε τα παρακάτω αποτελέσματα έγιναν στη κυκλική βολταμμετρία. Αυτή η διαδικασία αποτελεί μέθοδο χαρακτηρισμού των οξειδοαναγωγικών συστημάτων και είναι συνήθως ένα από τα πρώτα πειράματα που γίνονται σε μια ηλεκτροχημική μελέτη δίνοντας χρήσιμες πληροφορίες. Οι πληροφορίες αυτές αντλούνται από διαγράμματα, τα οποία καταγράφονται καθώς μεταβάλλεται γραμμικά το δυναμικό με το χρόνο.

Συγκεκριμένα, η κυκλική βολταμμετρία είναι ένα σύστημα που αποτελείται από τα παρακάτω στοιχεία:

#### **2.1.1 Σύστημα Autolab**

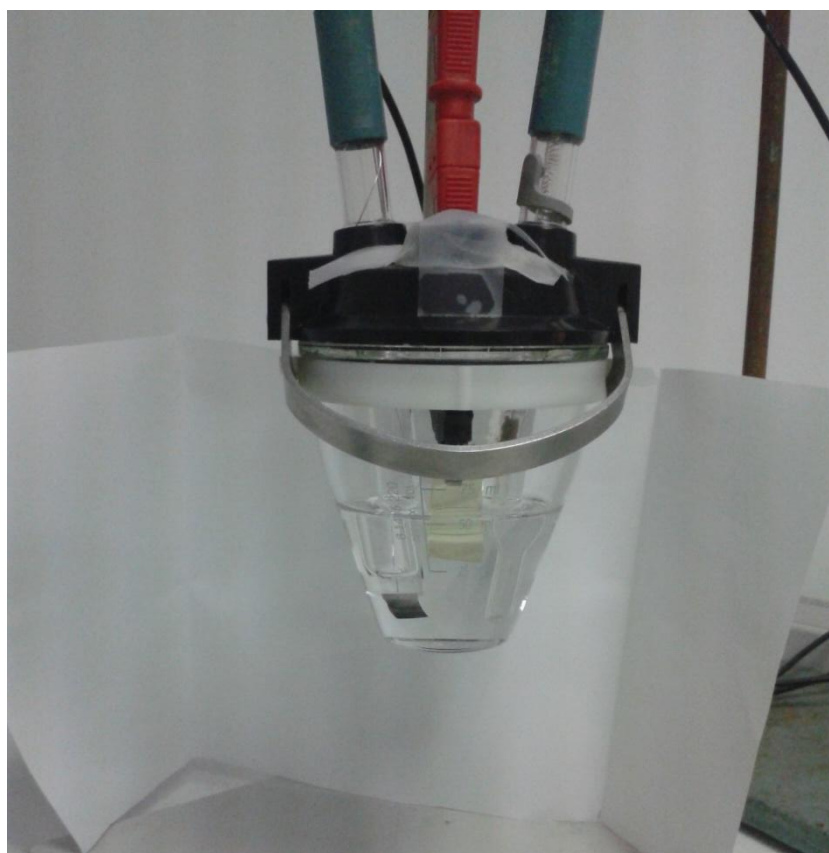
Αποτελεί στις μέρες μας τη βάση κάθε ηλεκτροχημικής έρευνας που σχετίζεται με την οξειδοαναγωγική χημεία, αλλά και με άλλα χημικά φαινόμενα. Το μοντέλο που χρησιμοποιήθηκε για να καθοριστεί η τάση σε κάθε μέτρηση είναι το PGSTAT302N potentiostat galvanostat της εταιρίας Autolab (εικόνα 2.1).



Εικόνα 2.1: Σύστημα Autolab.

### 2.1.2 Ηλεκτροχημική κυψελίδα

Η ηλεκτροχημική κυψελίδα λέγεται αλλιώς και σύστημα τριών ηλεκτροδίων (εικόνα 2.2), διότι αποτελείται από τρία ηλεκτρόδια. Το ηλεκτρόδιο αναφοράς, το ηλεκτρόδιο μέτρησης και το ηλεκτρόδιο εργασίας.



Εικόνα 2.2: Σύστημα τριών ηλεκτροδίων-Ηλεκτροχημική κυψελίδα.

- Ηλεκτρόδιο αναφοράς (Reference electrode) είναι το ηλεκτρόδιο με σταθερό και γνωστό δυναμικό. Η υψηλή σταθερότητα του δυναμικού συνήθως επιτυγχάνεται χρησιμοποιώντας ένα οξειδοαναγωγικό μέσο με σταθερές συγκεντρώσεις του κάθε στοιχείου. Το ηλεκτρόδιο

αναφοράς που χρησιμοποιήθηκε στη συγκεκριμένη εργασία ήταν τύπου Ag-AgCl (εικόνα 2.3).



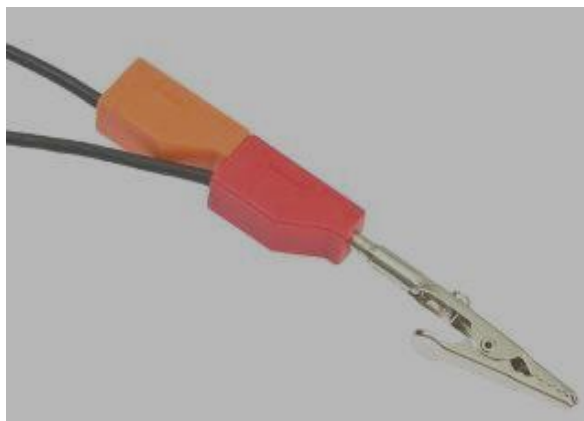
Εικόνα 2.3: Ηλεκτρόδιο αναφοράς, τύπου Ag-AgCl.

- Ηλεκτρόδιο μέτρησης (Counter electrode) κλείνει κύκλωμα με το ηλεκτρόδιο εργασίας, κι έτσι ρυθμίζεται η ροή του ρεύματος προς αυτό. Κατασκευάζεται συνήθως από ηλεκτροχημικά αδρανή υλικά όπως χρυσός ή πλατίνα. Στο δικό μας πείραμα χρησιμοποιήθηκε ηλεκτρόδιο μέτρησης με πλατίνα (εικόνα 2.4).



Εικόνα 2.4: Ηλεκτρόδιο μέτρησης, πλακίδιο πλατίνας.

- Ηλεκτρόδιο εργασίας (εικόνα 2.5), είναι το ηλεκτρόδιο εκείνο, το οποίο συγκρατεί το εκάστοτε δοκίμιο προς μελέτη.



Εικόνα 2.5: Ηλεκτρόδιο εργασίας.

### 2.1.3 Ηλεκτρονικό υπολογιστή

Η ηλεκτροχημική κυψελίδα συνδέεται στο σύστημα Autolab όπου μέσω του ηλεκτρονικού υπολογιστή και του λογισμικού NOVA, καταγράφονται οι τιμές ρεύματος για ένα καθορισμένο εύρος τάσης (καμπύλες I-V). Κι έπειτα από διαδικασία φόρτισης κι εκφόρτισης του δοκιμίου καταγράφονται και καμπύλες I-t, V-t, V-Q.

## **2.2 ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΜΕΤΡΗΣΕΩΝ**

Οι παράμετροι που χρησιμοποιήθηκαν κατά τη διάρκεια των μετρήσεων είναι οι εξής:

- Το εύρος τάσης ήταν από -1 έως -0,2V
- Ο ηλεκτρολύτης ήταν ένα διάλυμα 1M  $\text{LiClO}_4$  (Lithium perchlorate) διαλυμένο polypropylene carbonate

- Ο ρυθμός της σάρωσης ήταν 10mV/sec
- Ο αριθμός των σαρώσεων που πραγματοποιήθηκαν για κάθε δείγμα ήταν 1, 100, 250 και 500.

Πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις ρεύματος- τάσης (I-V) και ρεύματος- χρόνου (I-t) προκειμένου να υπολογιστεί ο χρόνος απόκρισης και το εισερχόμενο-εξερχόμενο φορτίο. Έπειτα, έγιναν μετρήσεις εμπέδησης (FRA impedance potentiostatic) και τέλος τάσης- χρόνου (V-t) και τάσης - φορτίου (V-Q).

Για τις μετρήσεις εμπέδησης χρησιμοποιήθηκαν οι εξής παράμετροι:

- Set potential: 0 V
- AC amplitude: -1 V

Για τις καμπύλες τάσης-χρόνου (V-t) και τάσης-φορτίου (V-Q):

- Εύρος ρεύματος: -1mA και +1mA
- Χρόνος μέτρησης: 200sec περίπου για κάθε τιμή ρεύματος

### **ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3 - ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**

Στην ενότητα αυτή παρουσιάζονται όλα τα αποτελέσματα από τις ηλεκτροχημικές μετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν στα δείγματα οξειδίου του σιδήρου. Τα δείγματα παρασκευάστηκαν με χημική εναπόθεση μέσω ατμών σε ατμοσφαιρική πίεση στου 300°C έχοντας τοποθετήσει τα αντιδραστήρια σε ανοξείδωτα δοχεία (bubblers). Τα δείγματα στάλθηκαν από το τμήμα Χημείας του UCL στο Λονδίνο στα πλαίσια συνεργασίας με τον Prof. I.P. Parkin.

Οι μετρήσεις αυτές έγιναν με σκοπό να προσδιοριστεί η ηλεκτροχημική συμπεριφορά των δειγμάτων για πιθανές εφαρμογές σε πυκνωτές. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν μέσω της κυκλικής βολταμετρίας και της ηλεκτροχημικής φασματοσκοπίας εξάγοντας καμπύλες I-V, I-t, V-t, V-q, -Z''-Z'.

#### **3.1 ΚΑΜΠΥΛΕΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ-ΤΑΣΗΣ (I-V)**

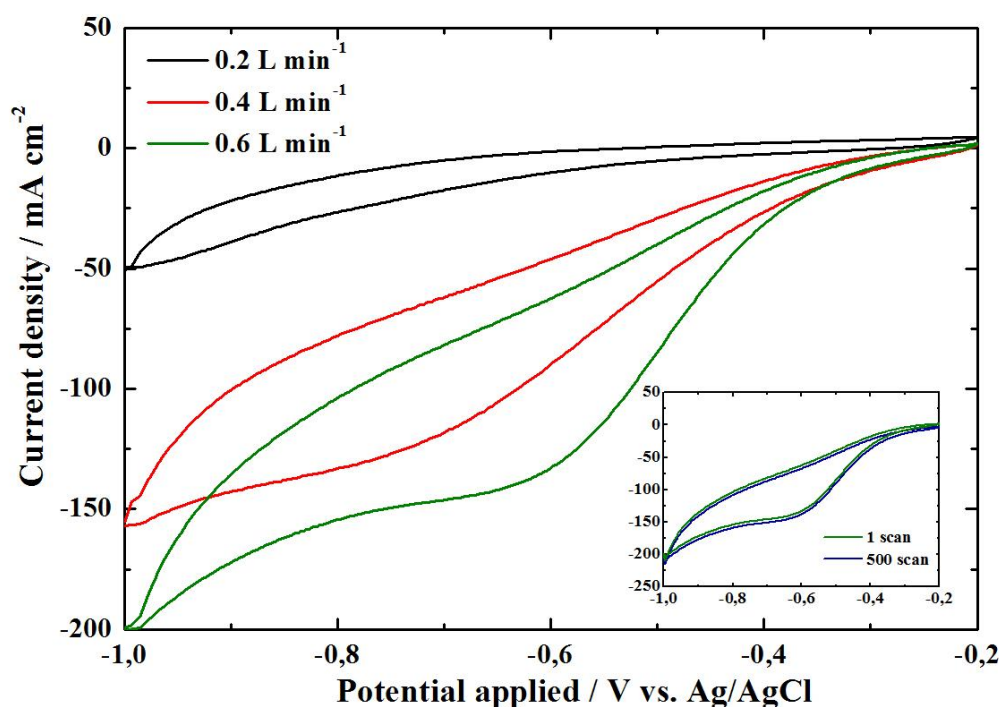
Στο διάγραμμα 3.1 παρουσιάζονται οι καμπύλες ρεύματος-τάσης για τα δείγματα οξειδίου σιδήρου με ροή N<sub>2</sub> 0.2, 0.4 και 0.6 L/min, οι οποίες ελήφθησαν με ρυθμό σάρωσης 10 mV/sec σαρώνοντας το δυναμικό από -1 έως -0,2 V.

Η καμπύλη που προκύπτει για 0,6 L/min παρουσιάζει μια καθοδική κορυφή στο σημείο με -0,6128V και μια ανοδική κορυφή στο σημείο με -0,821V, οι οποίες αποδίδονται στη φόρτιση και αποφόρτιση του ιόντος λιθίου σε συνδυασμό με το κέρδος και την απώλεια ενός ηλεκτρονίου, αντιστοίχως. Επιπλέον, το ρεύμα του δείγματος είναι το υψηλότερο από όλα αποδεικνύοντας μια ενισχυμένη ηλεκτροχημική δραστηριότητα.

Από την άλλη, το σχήμα της καμπύλης για 0,2 L/min είναι διαφορετικό, ενώ για 0,4 L/min παρουσιάζει λιγότερο διακριτές

καθοδικές και ανοδικές κορυφές σε διαφορετικές θέσεις. Η διαφορά μπορεί να σχετίζεται με την ύπαρξη άμορφου  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  σε σύγκριση με το επίστρωμα για 0,6 L/min. Παρατηρήθηκε εμφανώς απομάκρυνση υλικού μετά την 50η σάρωση για 0,2 και 0,4 L/min αντίστοιχα όπως διαπιστώθηκε από τη μείωση της πυκνότητας ρεύματος κατά 2 τάξεις μεγέθους, ενώ εξαιρετική σταθερότητα παρουσιάζεται για 0,6 L/min όπως μπορεί κανείς να δει από την ομοιότητα της πρώτης και της 500ης σάρωσης.

Προκύπτει ότι το υψηλότερο ποσό φορτίου για την επίστρωση που έχει αναπτυχθεί με ρυθμό ροής 0,6L/min  $\text{N}_2$  μπορεί να είναι ένας συνδυασμός δομής ( ενισχυμένη κρυσταλλική ποιότητα) και μορφολογίας (πορώδης μικροδομή) όπου αυξάνει το ενεργό υλικό το οποίο έχει εκτεθεί στον ηλεκτρολύτη.



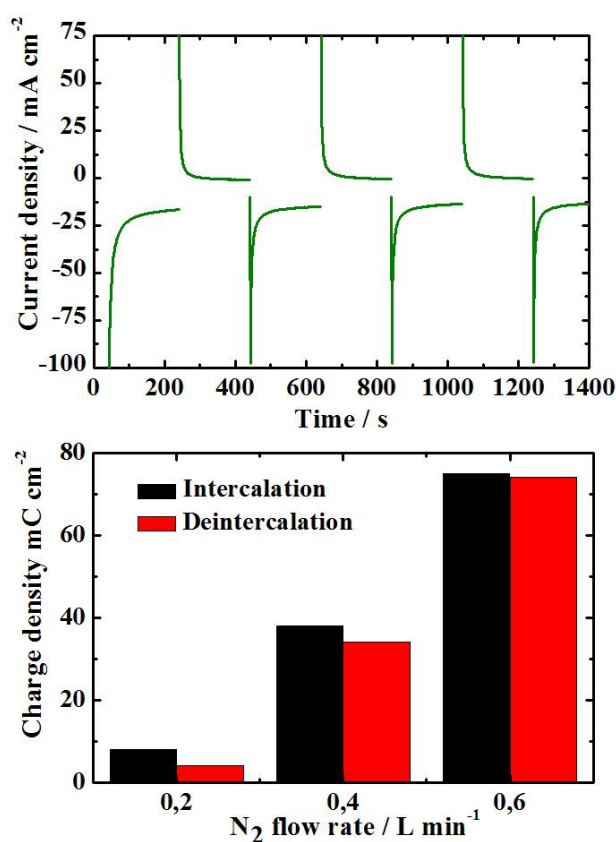
Διάγραμμα 3.1: Καμπύλες ρεύματος-τάσης για τα δείγματα οξειδίου σιδήρου που παρασκευάστηκαν με διαφορετικές ροές  $\text{N}_2$  μέσα στον bubbler αντιδραστηρίου σιδήρου.



## 3.2 ΚΑΜΠΥΛΕΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ-ΧΡΟΝΟΥ (I-t)

### 3.2.1 Φορτίο

Στο διάγραμμα 3.2 παρουσιάζεται η καμπύλη ρεύματος-χρόνου με σκοπό να εκτιμηθεί το ποσό λιθίου που εναλλάσσεται μεταξύ του  $\alpha$ - $\text{Fe}_2\text{O}_3$  και του ηλεκτρολύτη, ρυθμίζοντας το δυναμικό μεταξύ  $-1\text{V}$  και  $0,2\text{V}$  για διάστημα  $200\text{sec}$  (ανά κύκλο) και συνολική περίοδο  $1400\text{ sec}$ . Διαπιστώθηκε ότι οι καμπύλες φόρτισης και αποφόρτισης είναι ανάλογες μεταξύ τους με ένα  $10\%$  ανά κύκλο να υποδεικνύει την αντιστρεψιμότητα της διαδικασίας με το μέγιστο εκτιμώμενο φορτίο να είναι γύρω στα  $75\text{ C/cm}^2$  (Διάγραμμα 3.2). Αντιθέτως, για τα άλλα δείγματα με ροές  $\text{N}_2$   $0,2$  και  $0,4\text{L/min}$ , το εκτιμώμενο φορτίο στη φόρτιση ήταν μεγαλύτερο απ'ότι στην αποφόρτιση επειδή ιόντα λιθίου εξακολουθούν να παραμένουν στο οξείδιο όπως παρατηρείται και σε άλλα υλικά.



Διάγραμμα 3.2: Καμπύλη ρεύματος-χρόνου για το οξείδιο σιδήρου με ροή  $N_2$  0,6L/min (πάνω). Πυκνότητα ρεύματος δειγμάτων οξειδίου σιδήρου συναρτήσει ροής  $N_2$  (κάτω).

### 3.3 ΚΑΜΠΥΛΕΣ ΤΑΣΗΣ- ΦΟΡΤΙΟΥ (V-Q)

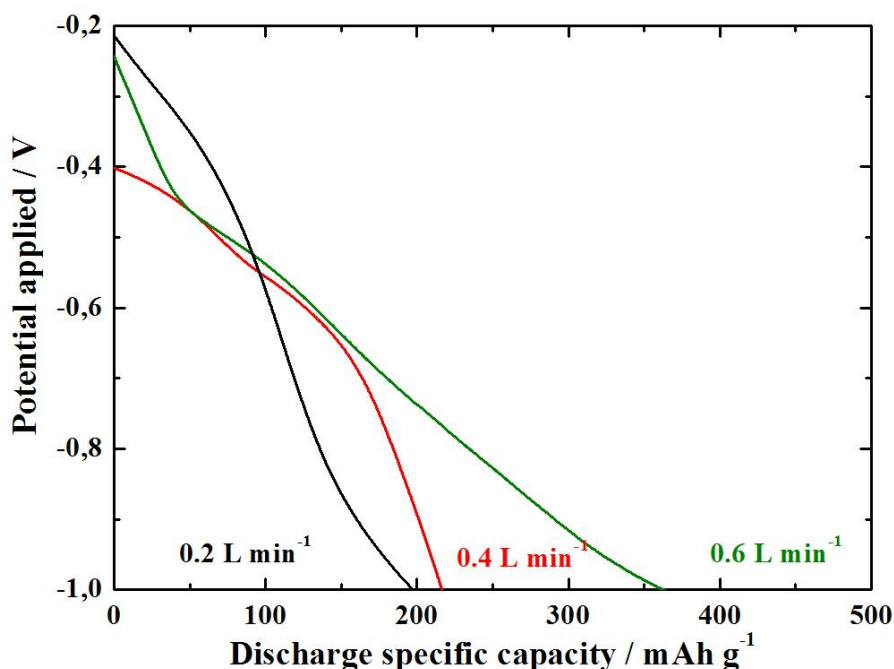
Στο διάγραμμα 3.3 φαίνονται οι καμπύλες τάσης-φορτίου για τα δείγματα με ρυθμό ροής  $N_2$  0,2, 0,4 και 0,6L/min υπό σταθερό ρεύμα 1A/g και τάση να κυμαίνεται μεταξύ -1 και -0,2V. Φαίνεται ότι η διαδικασία αποφόρτισης επηρεάζεται από το ρυθμό ροής  $N_2$  που δείχνει ένα προφανές plateau μεταξύ -0,55V και -0,45V για 0,4 L/min και 0,6L/min, αντίστοιχα. Αντιθέτως, η καμπύλη για ροή 0,2 L/min δεν παρουσιάζει σκαλοπάτι πράγμα που υποδηλώνει λιγότερο καθορισμένη μετάβαση που σχετίζεται με τα ιόντα λιθίου.

Η διατήρηση της χωρητικότητας μετά από 500 σαρώσεις εκτιμάται ότι είναι 94% για 0,6L/min, με αποτέλεσμα να το καθιστά πολλά υποσχόμενο για πρακτικές εφαρμογές σε μπαταρίες ιόντων λιθίου και πυκνωτές.

Θεωρείται ότι η βελτιωμένη ικανότητα αποθήκευσης ανόδων με βάση τα οξείδια μετάλλων είναι στενά συνδεδεμένη με την επιφάνεια, τη κρυσταλλικότητα και τη μορφολογία. Ωστόσο, η πλειονότητα αυτών των υλικών πάσχουν από μεγάλη μεταβολή όγκου κατά τη φόρτιση/αποφόρτιση ιόντων λιθίου, η οποία οδηγεί σε αλλοίωση χωρητικότητας ακόμα και μετά από 50 κύκλους κάτι το οποίο δεν παρατηρείται στη δική μας περίπτωση.

Έτσι, οι παραπάνω μετρήσεις έχουν παρουσιάσει μοναδικά χαρακτηριστικά, γεγονός που καθιστά το οξείδιο σιδήρου υποσχόμενο υλικό υψηλής απόδοσης ανόδου συμπεριλαμβανομένης της εξαιρετικής

διατήρησης χωρητικότητας του 94% μετά από 500 σαρώσεις υπό ρεύμα 1A/g, το οποίο δείχνει υψηλό ποσοστό απόδοσης και καλή σταθερότητα.

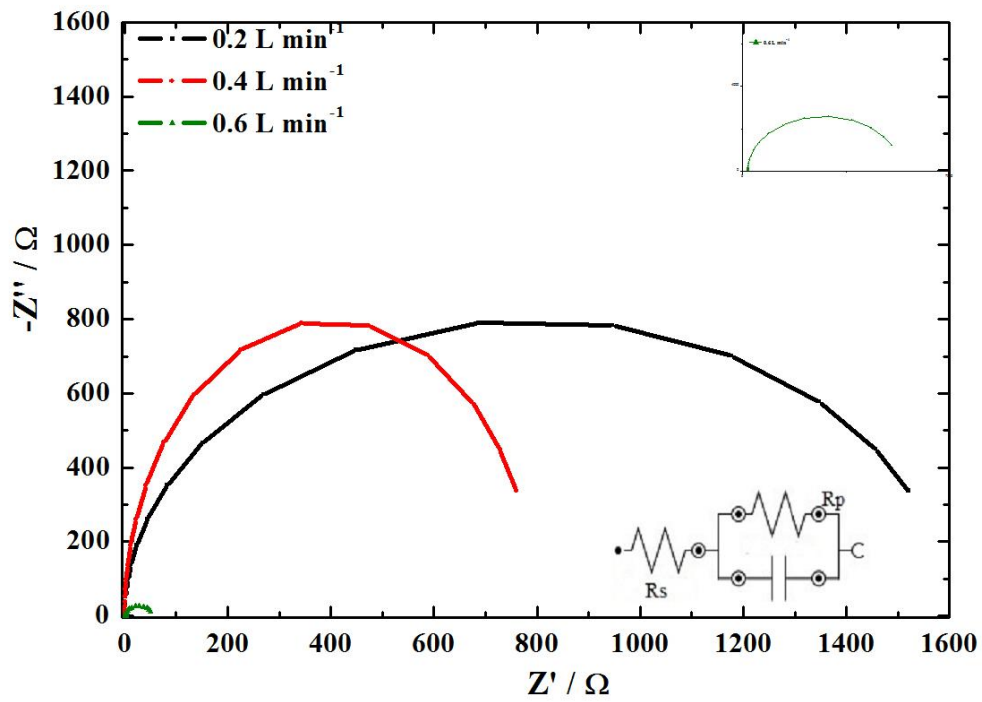


Διάγραμμα 3.3: Καμπύλες τάσης συναρτήσει χωρητικότητας κατά την αποφόρτιση για τα δείγματα οξειδίου σιδήρου χρησιμοποιώντας ρεύμα 1A/g και εύρος τάσης -0,2V έως -1V.

### 3.4 ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΕΜΠΕΔΗΣΗΣ (FRA Impedance)

Στο διάγραμμα 3.4 φαίνονται οι μετρήσεις εμπέδησης για όλα τα δείγματα. Όσο μικρότερη είναι η διάμετρος του ημικύκλιου τόσο μικρότερη είναι η αντίσταση μεταφοράς, αντίστοιχα. Το γενικό ισοδύναμο κύκλωμα που χρησιμοποιείται για την ερμηνεία των δεδομένων αποτελείται από μια αντίσταση διαλύματος ( $R_s$ ), μια αντίσταση μεταφοράς φορτίου σε ολόκληρη τη διεπιφάνεια ( $R_p$ ) κι ένα σταθερό στοιχείο φάσης. Οι προσαρμοσμένες τιμές της αντίστασης μεταφοράς φορτίου ( $R_p$ ) εκτιμώνται 1524  $\Omega$ , 760  $\Omega$  και 52  $\Omega$  για τις ροές 0,2L/min, 0,4 L/min και 0,6L min, αντίστοιχα. Υποδηλώνοντας ότι το

δείγμα με ροή 0,6L min, ενισχύει σημαντικά την χωρητική απόδοση του  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ .



Διάγραμμα 3.4: Καμπύλες εμπέδησης για όλα τα δείγματα. Το γενικό ισοδύναμο κύκλωμα φαίνεται επίσης ως ένθετο.

## ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4-ΠΕΝΤΟΞΕΙΔΙΟ ΝΙΟΒΙΟΥ Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

### 4.1 ΝΙΟΒΙΟ

Το νιόβιο (εικόνα 4.1) είναι δύστηκτο, μαλακό, ελατό και όλκιμο αργυρόλευκο μέταλλο με έντονη μεταλλική λάμψη. Έχει ατομικό αριθμό 41 και πυκνότητα στους 20°C ίση με 8,57g/cm<sup>3</sup>, θερμοκρασία τήξης 2477°C και θερμοκρασία βρασμού 4744°C. Το χημικό του σύμβολο είναι Nb και ανήκει στην ομάδα 5, στην περίοδο 5 και στο d-block του περιοδικού πίνακα της 2<sup>ης</sup> κύριας σειράς των στοιχείων μετάπτωσης.



Εικόνα 4.1: Νιόβιο.

Επιπλέον, ανήκει στα λεγόμενα πυρίμαχα μέταλλα, τα οποία είναι μια μικρή ομάδα μετάλλων εξαιρετικά ανθεκτικών στη θερμότητα και τη φθορά. Όταν ανοδιώνεται αποκτά διάφορα χρώματα, βρίσκεται στις ενώσεις του με πολλούς αριθμούς οξείδωσης, κυρίως όμως με +5.

Τέλος, όταν εκτίθεται στον αέρα παίρνει μια γαλαζωπή απόχρωση, ενώ αρχίζει να οξειδώνεται σε υψηλές θερμοκρασίες καλυπτόμενο από λεπτό στρώμα οξειδίου. Το οξείδιο νιόβιου Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> εφαρμόζεται κυρίως σε φωτογραφικούς φακούς, χημικούς αισθητήρες, οθόνες ηλεκτρονικών υπολογιστών, κεραμικούς πυκνωτές κ.ά.[10].

## 4.2 ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΕΝΑΠΟΘΕΣΗΣ

Στην ενότητα αυτή περιγράφεται η προσπάθεια να πραγματοποιηθούν εργαστηριακά εναποθέσεις οξειδίου νιόβιου σε διαφορετικές συγκεντρώσεις, με σκοπό να μελετηθούν για εφαρμογές σε διατάξεις πυκνωτών.

Γνωρίζοντας το μοριακό βάρος του Ammonium niobate (V) oxalate hydrate  $M_r=302.98\text{g/mole}$ , υπολογίστηκε ότι για συγκεντρώσεις  $C_1=0.01\text{M}$ ,  $C_2=0.1\text{M}$  και  $C_3=1\text{M}$ , οι αντίστοιχες μάζες που έπρεπε να χρησιμοποιηθούν είναι  $m_1=0.30298\text{g}$ ,  $m_2=3.0298\text{g}$  και  $m_3=30.298\text{g}$ .

Αρχικά, τα υποστρώματα γυαλιών με αγώγιμη επίστρωση ξεπλύθηκαν με απιονισμένο νερό. Στη συνέχεια, τοποθετήθηκαν σε ποτήρια ζέσεως με ισοπροπανόλη τόση ώστε να καλυφθεί το γυαλί. Μετά, μπήκαν στη συσκευή sonication bath, η οποία ρυθμίστηκε στα 15 λεπτά. Η ίδια διαδικασία ακολουθήθηκε με ακετόνη. Μετά, τα δείγματα τοποθετήθηκαν σε γυάλινα μπουκάλια με την αγώγιμη πλευρά προς τα πάνω και συμπληρώθηκε το διάλυμα οξειδίου νιόβιου, το οποίο είχε παρασκευαστεί διαλύοντας την μάζα που υπολογίστηκε για κάθε συγκέντρωση σε 100 ml απιονισμένο νερό. Τοποθετήθηκαν μετά στο φούρνο στους  $95^\circ\text{C}$  για 24ώρες. Τέλος, με το πέρας των 24 ωρών, ακολουθείται η διαδικασία της ξήρανσης δηλαδή βγαίνουν από τα γυάλινα μπουκάλια και τοποθετούνται σε ειδικές αλουμινένιες βάσεις και παραμένουν στο φούρνο για 1ώρα στους  $95^\circ\text{C}$ .

## 4.3 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

Με την ολοκλήρωση της διαδικασίας εναπόθεσης, παρατηρήθηκε ότι δεν παρέμεινε υλικό στο γυαλί, το οποίο πιθανότατα οφείλεται στις συνθήκες εναπόθεσης. Για τον λόγο αυτό, τα δείγματα δεν ακολούθησαν την διαδικασία του χαρακτηρισμού των ηλεκτροχημικών ιδιοτήτων. Αυτό όμως δεν συνεπάγεται την αστοχία του υλικού. Μελλοντικές

εργασίες μεταβάλλοντας τις συνθήκες όπως πχ αύξηση θερμοκρασίας, αύξηση χρόνου εναπόθεσης κλπ μπορεί να επιδείξουν καλά αποτελέσματα.

## ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5-ΕΠΙΛΟΓΟΣ

### 5.1 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΜΕΛΛΟΝΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

Η ανάπτυξη του  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  με καλή σταθερότητα κάτω από περιβαλλοντικές συνθήκες διεξήχθη με APCVD στους  $300^\circ\text{C}$  σε υπόστρωμα γυαλιού FTO. Η ενίσχυση της κρυσταλλικότητας μαζί με την παρουσία πορώδους μικροδομής αποτελούμενης από συμπαγή νανοσωματίδια περίπου 60 nm επετεύχθη για το υψηλότερο ποσοστό ροής  $\text{N}_2$  μέσα στο bubbler αντιδραστηρίου σιδήρου. Το δείγμα με ροή 0.6L/min παρουσίασε αποθήκευση φορτίου  $75\text{C}/\text{cm}^2$  με δυνατότητα αντιστρεψιμότητας των διαδικασιών φόρτισης-αποφόρτισης σε ένα χρονικό διάστημα 1400s. Επιπλέον, παρουσίασε χωρητικότητα κατά την αποφόρτιση  $365\text{mAh}/\text{g}$  με εξαιρετική σταθερότητα (94%) μετά από 500 σαρώσεις. Η βελτιωμένη απόδοση αυτού του δείγματος είναι λόγω του συνδυασμού της ενισχυμένης κρυσταλλικής ποιότητας και του δραστικού υλικού που εκτίθεται στον ηλεκτρολύτη. Με βάση τα αποτελέσματά της εργασίας, η διαδικασία APCVD παρέχει έναν απλό και οικονομικά αποδοτικό τρόπο για να αυξηθεί η απόδοση του  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  που θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί ως υποσχόμενη άνοδος για μπαταρίες ιόντων λιθίου και πυκνωτές.

Υπάρχουν εργασίες που μπορούν να συνεχίσουν τη συγκεκριμένη πτυχιακή με σκοπό να βρεθούν οι συνθήκες, τα υλικά και τα αντιδραστήρια, όπου σαν συνδυασμός θα επιδώσουν τα βέλτιστα χαρακτηριστικά σε εφαρμογές. Αυτές μπορεί να είναι εργασίες με εναποθέσεις οξειδίου σιδήρου σε διαφορετικά υποστρώματα, με διαφορετικά αντιδραστήρια και σε μεγαλύτερους χρόνους εναπόθεσης.



## **ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ**

1. [https://en.wikipedia.org/wiki/Iron\(II,III\)\\_oxide](https://en.wikipedia.org/wiki/Iron(II,III)_oxide)
2. [https://el.wikipedia.org/wiki/%CE%9F%CE%BE%CE%B5%CE%AF%CE%B4%CE%B9%CE%BF\\_%CF%84%CE%BF%CF%85\\_%CF%83%CE%B9%CE%B4%CE%AE%CF%81%CE%BF%CF%85](https://el.wikipedia.org/wiki/%CE%9F%CE%BE%CE%B5%CE%AF%CE%B4%CE%B9%CE%BF_%CF%84%CE%BF%CF%85_%CF%83%CE%B9%CE%B4%CE%AE%CF%81%CE%BF%CF%85)
3. <https://el.wikipedia.org/wiki/%CE%9C%CE%B1%CE%B3%CE%BD%CE%B7%CF%84%CE%AF%CF%84%CE%B7%CF%82>
4. [http://www.laser-applications.eu/attachments/File/education/Stamataki\\_MSc\\_thesis.pdf](http://www.laser-applications.eu/attachments/File/education/Stamataki_MSc_thesis.pdf)
5. [http://www.metal.ntua.gr/uploads/3190/223/3d\\_ex.pdf](http://www.metal.ntua.gr/uploads/3190/223/3d_ex.pdf)
6. <https://www.slideshare.net/shreyamodi100/cvd-pvd-by-shreya>
7. <https://el.wikipedia.org/wiki/%CE%A0%CF%85%CE%BA%CE%BD%CF%89%CF%84%CE%AE%CF%82>
8. <http://www.electroniccircuits.gr/pyknwtes.html>
9. [https://en.wikipedia.org/wiki/Lithium-ion\\_capacitor](https://en.wikipedia.org/wiki/Lithium-ion_capacitor)
10. <https://el.wikipedia.org/wiki/%CE%9D%CE%B9%CF%8C%CE%B2%CE%B9%CE%BF>