

# VI WORKSHOP Química Inorgânica

Das Macromoléculas aos Pontos Quânticos

06 a 08 de Novembro | Evento Nacional

## Influência do tempo de tratamento térmico nas propriedades morfológicas e eletroquímicas de eletrodos de NTTiO<sub>2</sub>

Jefferson da Silva Cunha<sup>1</sup>(PG)\*, Bianka Victória Nunes Fonseca<sup>1</sup>(IC), Neila de Almeida Braga<sup>1</sup>(PQ)

\* jefferson.cunha@ufam.edu.br

1 Universidade Federal do Amazonas, UFAM, Manaus - AM, Brasil.

Palavras Chave: NTTiO<sub>2</sub>, Eletroquímica, Morfologia.

### Introdução

A crescente demanda por tecnologias avançadas nas áreas de eletrônica, energia e catálise tem impulsionado a pesquisa e o desenvolvimento de novos materiais com propriedades otimizadas<sup>1</sup>. Entre esses materiais, os nanotubos de dióxido de titânio (NTTiO<sub>2</sub>) destacam-se pela sua versatilidade e propriedades eletroquímicas. Quando crescidos em substratos de titânio, os nanotubos aumentam a área superficial do material, gerando uma maior relação superfície-volume, o que resulta em propriedades distintas em comparação ao TiO<sub>2</sub> convencional. Com estruturas cilíndricas ocas na escala nanométrica, compostas por átomos de titânio e oxigênio, os NTTiO<sub>2</sub> têm um potencial significativo para aplicações em dispositivos eletroquímicos, como sensores, baterias e células solares, devido às suas características únicas de superfície e estrutura<sup>1</sup>. No entanto, para que o desempenho dos NTTiO<sub>2</sub> seja maximizado em tais aplicações, é fundamental compreender como diferentes condições de síntese afetam suas propriedades. O tratamento térmico (TT) é uma etapa essencial na síntese dos NTTiO<sub>2</sub>, sobretudo para obtenção de fases cristalinas e na melhoria da cristalinidade dos NTTiO<sub>2</sub><sup>2</sup>. Assim, esta pesquisa teve como objetivo investigar como diferentes tempos de tratamento térmico afetam as propriedades morfológicas e eletroquímicas de eletrodos de NTTiO<sub>2</sub> obtidos por anodização.

### Material e Métodos

Os eletrodos de NTTiO<sub>2</sub> foram preparados através de anodização potenciostática, utilizando um potencial de 40 V e um tempo de síntese de 75 horas. Para avaliar a influência do tempo de tratamento térmico, os eletrodos foram então tratados termicamente a 450 °C pelos tempos de 60, 90, 120 e 150 minutos. Os eletrodos foram caracterizados utilizando as técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Voltametria Cíclica (VC), com o objetivo de avaliar suas propriedades morfológicas e eletroquímicas.

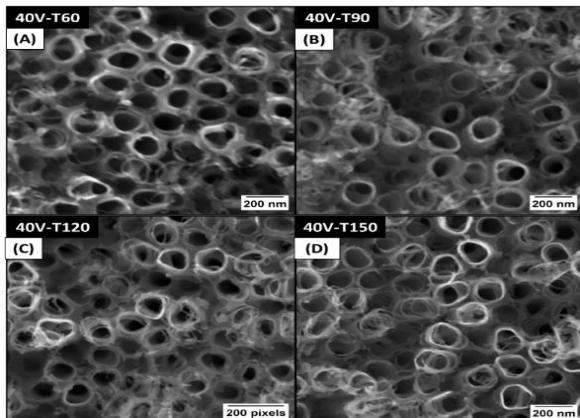
### Resultados e Discussão

São mostrados na figura 1 (A-D), as imagens obtidas de MEV dos eletrodos de NTTiO<sub>2</sub>, submetidos a diferentes tempos de tratamento térmico (60, 90, 120 e 150 minutos). A partir das imagens MEV, constata-se a presença de nanotubos, recobrindo a superfície do substrato. Através da utilização do software ImageJ foi possível determinar valores de diâmetros internos (118, 123, 129 e 130 nm) e externos (170, 173, 174 e 176 nm) dos NTTiO<sub>2</sub>, sendo constatado que estes crescem com o aumento do tempo de tratamento térmico. Este aumento dos diâmetros internos e externos com o aumento de TT podem estar associados a dilatação térmica do óxido<sup>2</sup>. Esse é um fator que pode contribuir para melhores trocas eletrônicas dos NTTiO<sub>2</sub>, já que se espera uma concentração de transferência de elétrons favorecida nas regiões onde concentram-se a maior uniformidade de nanotubos com poros maiores (diâmetros internos)<sup>2</sup>.

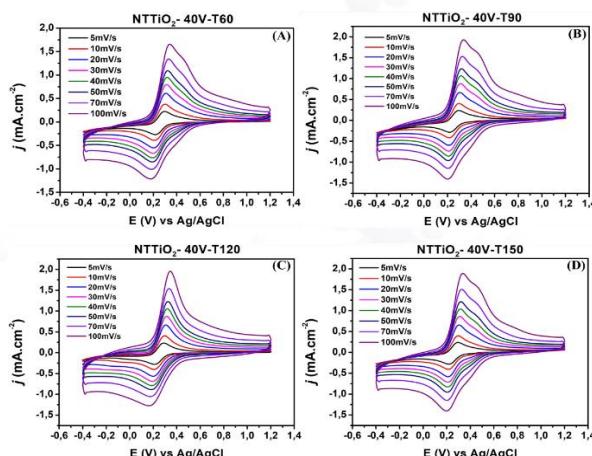
# VI WORKSHOP Química Inorgânica

Das Macromoléculas aos Pontos Quânticos

06 a 08 de Novembro | Evento Nacional



**Figura 1.** Imagens MEV da vista superior dos NTTiO<sub>2</sub> produzidos nos tempos de tratamento térmico em: (A) 60 min, (B) 90 min, (C) 120 min e (D) 150 min, em eletrólito 0,06 mol.L<sup>-1</sup> de NH<sub>4</sub>F/Glicerol.



**Figura 2.** Voltamogramas Cílicos: (A) 60 min, (B) 90 min, (C) 120 min e (D) 150 min, em eletrólito 0,06 mol.L<sup>-1</sup> de NH<sub>4</sub>F/Glicerol.

Os perfis voltamétricos observados na figura 2, revelam que o tempo de tratamento térmico influenciou na ocorrência dos processos de oxidação e redução promovidos pelos NTTiO<sub>2</sub>, uma vez que todos os eletrodos apresentaram densidades de correntes ánodicas e catódicas. Sobretudo no eletrodo submetido ao tempo de 120 min de TT (Figura 2C), que apresentou pico de oxidação mais intenso e definido em relação aos demais eletrodos<sup>3</sup>. Este fator pode estar relacionado aos aspectos morfológicos do eletrodo submetido a 120 min de TT, corroborados pelos valores expressivos de diâmetros internos e externos. Os valores de área electroquímica ativa foram de 0,35; 0,41; 0,43; e 0,42 cm<sup>2</sup>. Evidenciando-se uma propensão aos

processos redox do par Fe<sup>2+3+</sup> na superfície dos NTTiO<sub>2</sub>, especialmente no eletrodo submetido a 120 min de tratamento térmico, corroborado pela sua maior área electroquímica ativa. Os parâmetros cinéticos de reversibilidades foram estudados, sendo avaliados os critérios de reversibilidade, quase-reversibilidade e irreversibilidade para todos os eletrodos (resultados não mostrados) e constatou-se um comportamento quase-reversível para os eletrodos. Outro aspecto considerável nestes eletrodos, são os valores de ΔEp, que diminuem com o aumento de TT, sobretudo no eletrodo obtido pelo tempo de 120 minutos de tratamento.

## Conclusões

Com a pesquisa realizada, constatou-se a partir dos valores de diâmetros internos e externos e da área electroquímica, que a variação do tempo de tratamento térmico na produção dos NTTiO<sub>2</sub>, em potencial de 40 V e tempo de síntese de 75 horas, evidenciou o TT de 120 minutos como o mais propício para esta etapa na produção dos eletrodos. Uma vez que voltametria cíclica elucidou que este apresentou os maiores valores de área ativa e menores valores médios de ΔEp em comparação com os demais tempos. Mostrando-se que o TT foi favorável a um aumento dos diâmetros internos e externos dos NTTiO<sub>2</sub>, influenciando na resposta eletroquímica, sobretudo ao eletrodo submetido a 120 minutos de tratamento térmico que apontou aspectos morfológicos que corroboraram a uma maior área ativa, de 0,43 cm<sup>2</sup>.

## Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES, CNPq, FAPEAM (processo 01.02.016301.04337/2023-24), e UFAM pelo fomento ao trabalho, e ao Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LABAS) do INPE pelas análises realizadas.

<sup>1</sup>PUGA, M. L. et al. Influencing parameters in the electrochemical anodization of TiO<sub>2</sub> nanotubes: Systematic review and meta-analysis. *Ceramics International*, [s. l.], v. 48, n. 14, p. 19513–19526, 2022.

<sup>2</sup>HARYŃSKI, Ł. et al. Nitrogen plasma-induced crystallization of anodic TiO<sub>2</sub> nanotubes for solar photoelectrochemistry. *Applied Surface Science*, [s. l.], v. 615, n. November 2022, 2023.

<sup>3</sup>HUANG, W. et al. Electrochemical oxidation of carbamazepine in water using enhanced blue TiO<sub>2</sub> nanotube arrays anode on porous titanium substrate. *Chemosphere*, [s. l.], v. 322, n. December 2022, p. 138193, 2023.