

Estudo de Microbalança de Cristal de Quartzo do Sol e do Gel de Ni(OH)_2 Nanoparticulado.

Michele Ap. Rocha (PG)*, Sérgio H. Toma (PG), Henrique E. Toma (PQ), Koiti Araki (PQ)

Instituto de Química, Universidade de São Paulo, CEP: 05599-970, São Paulo, SP, Brasil.

Palavras Chave: Hidróxido de Níquel, Nanopartículas, MECQ.

Introdução

O hidróxido de níquel tem sido bastante estudado devido as suas aplicações em dispositivos eletrocromicos, catalisadores e principalmente como material ativo do eletrodo positivo de baterias secundárias baseadas em níquel [1]. O material cristaliza em estrutura hexagonal e exibe polimorfismo podendo assumir as formas bem conhecidas α e β ou ainda formas intermediárias entre estas. A forma α apresenta melhores características eletroquímicas que a β , porém é instável e transforma-se na forma β em soluções alcalinas [2]. Especial interesse tem sido voltado a estabilização da fase $\alpha\text{-Ni(OH)}_2$ bem como sua preparação em escala de tamanho nanométrica, já que dessa forma as características eletroquímicas do material são significativamente melhoradas [3]. Neste trabalho descrevemos o comportamento eletroquímico realizado juntamente com o estudo de MECQ de filmes de $\alpha\text{-Ni(OH)}_2$ na forma de sol e gel nanoparticulados.

Resultados e Discussão

Sol e gel nanoparticulados de Ni(OH)_2 foram obtidos conforme descrito em trabalho anterior [4]. Os filmes de Ni(OH)_2 nanoparticulado foram preparados por spin-coating de 1 μL do material sobre substratos de ouro, depositados sobre um disco de quartzo (5 MHz, área = 1.370 cm^2) a 3000 rpm por 5 min. Os filmes foram mantidos sob vácuo um dia antes da realização dos experimentos. Os estudos de voltametria cíclica foram realizados simultaneamente com os de MECQ. Foi utilizado solução de KOH 1 mol L^{-1} como eletrólito, contra eletrodo de platina e eletrodo de referência Ag|AgCl (1.0 M KCl).

Como mostrado na figura 1 tanto os filmes do sol como do gel apresentaram inicialmente o comportamento eletroquímico esperado para a forma $\alpha\text{-Ni(OH)}_2$: a varredura anódica apresentou E_{pa} em 0.33 V, potencial no qual ocorreu um aumento significativo de massa no filme. Durante a varredura catódica observou-se uma diminuição de massa no potencial correspondente a E_{pc} , 0.26 V. O valor de ΔE_p para o processo foi de 70 mV. Após 100 ciclos consecutivos o pico de oxidação foi deslocado para valores mais positivos de potencial, sendo que para o gel $\Delta E_p = 110$ mV e para o sol $\Delta E_p = 100$ mV. Além

disso, ocorreu uma inversão dos processos de aumento e diminuição de massa em função do potencial. Tal fenômeno é conhecido e relatado na literatura como envelhecimento e transformação da forma α para $\beta\text{-Ni(OH)}_2$ [1].

Porém é interessante notar que para o gel o processo ocorre de forma mais rápida no que no sol de Ni(OH)_2 . Após 100 ciclos o voltamograma para o gel é característico da forma $\beta\text{-Ni(OH)}_2$ enquanto para o sol ocorre com um perfil diferente. Esses resultados sugerem que no sol a estrutura $\alpha\text{-Ni(OH)}_2$ apresenta maior estabilidade do que no gel de Ni(OH)_2 (Fig. 1).

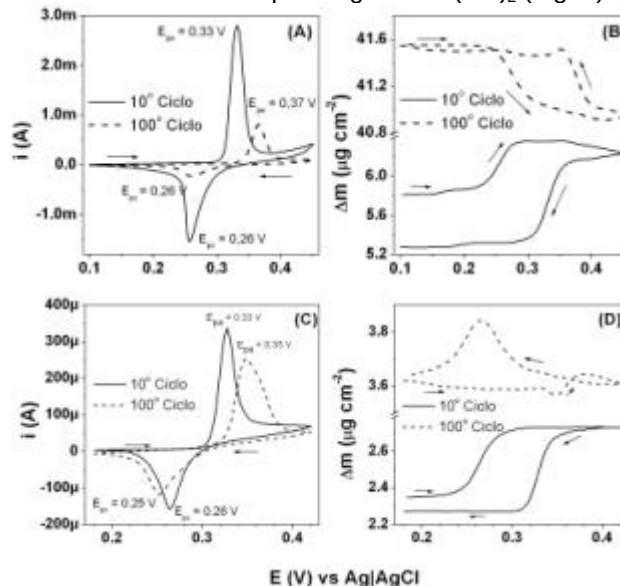


Figura 1. Voltamogramas do gel de Ni(OH)_2 (A) e do sol de Ni(OH)_2 (B); voltamogramas do gel de Ni(OH)_2 (C) e do sol de Ni(OH)_2 (D) em KOH 1M e $v = 10 \text{ mV s}^{-1}$.

Conclusões

$\alpha\text{-Ni(OH)}_2$ nanoparticulado foram preparados nas formas sol e gel. Estudos de MECQ sugerem que no estado sol a forma $\alpha\text{-Ni(OH)}_2$ apresenta maior estabilidade, sendo este material mais apropriado para aplicações tecnológicas.

Agradecimentos

Ao CNPq, FAPESP e IM2C pelo apoio financeiro.

*Kim, M. S.; Kim, K. N. *Journal of the Electrochemical Society*. **1998**, 145, 507.

² Rajamathi, M., Kamath, P. V.; Seshadri, R., *Journal of Materials Chemistry*. **2000**, 10, 503.

³ Luo, Y.; Guanghai, Li.; D. G.; Zhang L.; *Nanotechnology*. **2006**, 17, 4278.

⁴ Rocha, M.; Toma S. H.; Araki, K.; Toma, H. E.; Abstracts of *XIII BMIC*, BMIC 147, **2006**, 106.