

Síntese e medidas eletroquímicas de nanopartículas de Níquel com alta estabilidade térmica.

Nathália M. L. de Moura¹ (IC), Francisco M. S. Garrido^{*1} (PQ), Emerson S. Ribeiro¹ (PQ), Rosa C. D. Peres¹ (PQ), Marcelo R. Sampaio² (PQ) e Marta E. Medeiros¹ (PQ). chico@iq.ufrj.br

¹Instituto de Química - UFRJ, CEP 21949-909, Cidade Universitária, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. ²ELETOBRAS, Depto. de Desenvolvimento Tecnológico e Industrial, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

Palavras Chave: nanopartícula, pilhas a combustível, níquel, óxido de níquel.

Introdução

O uso de nanopartículas metálicas como eletrocatalisadores em pilhas a combustível tem sido intensamente estudado [1,2]. Os objetivos deste trabalho consistem na preparação de nanopartículas de níquel, pela técnica de microemulsão, que permite a obtenção de nanopartículas de 10 nm ou menores, sendo que foi realizado um estudo inédito da influência da concentração do precursor de Ni(II) nas propriedades das nanopartículas obtidas. Para esta avaliação foram realizados estudos do comportamento térmico, ao ar, e eletroquímico, das diferentes nanopartículas obtidas à temperatura ambiente e depois de aquecidas.

Nanopartículas de níquel foram preparadas pela redução de níquel (II) com borohidreto. Duas microemulsões em ciclohexano, estabilizadas com Triton X100, de soluções aquosas de nitrato ou sulfato de níquel e borohidreto de sódio foram misturadas, sob sonicação. Imediatamente um sólido negro se forma, é isolado por centrifugação e lavado com água. Foram preparadas amostras com concentrações de 0,3 e 0,6 M de Ni (II). As amostras foram aquecidas ao ar em diferentes temperaturas em forno mufla. Os sólidos foram caracterizados por Espectroscopia de Infravermelho (IV) e Difração de Raios-X de pó (DRX) e Voltametria de Pulso Diferencial.

Resultados e Discussão

Os resultados de DRX, Fig.1, indicam a formação de nanopartículas de Ni⁰ com estrutura tipo fcc e tamanho ao redor de 2 nm (Scherrer). A medida que se aumenta a temperatura de aquecimento as nanopartículas crescem de tamanho e vão sendo progressivamente oxidadas a NiO, sendo observada uma mistura Ni⁰/NiO para as amostras aquecidas a 400°C. Nas amostras aquecidas a 600 °C (Fig. 2) observa-se no caso da amostra 0,3M a presença nanopartículas de NiO com estrutura cúbica com dimensões de 12 nm e no caso da amostra 0,6M temos uma mistura Ni⁰/NiO mas ainda encontra-se presente com maior quantidade de NiO. A análise por voltametria de pulso diferencial apresenta picos relacionados a oxidação e redução do níquel para as amostras aquecidas a 200°C. Na amostra 0,3M o potencial médio [$E_m = (E_{pa} + E_{pc})/2$], referente ao par redox, ocorre por volta de 6,0 mV vs SCE, enquanto que

para a amostra de 0,6M é observado um ombro perto de 100 mV vs SCE.

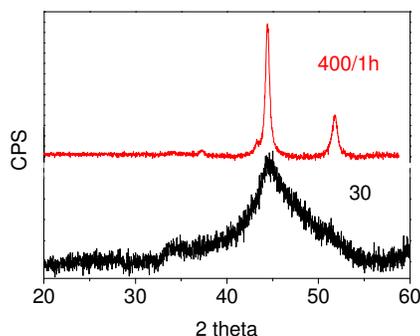


Figura 1. DRX da amostra com 0,6M de Ni (II) e aquecida a 400 °C por 1hora.

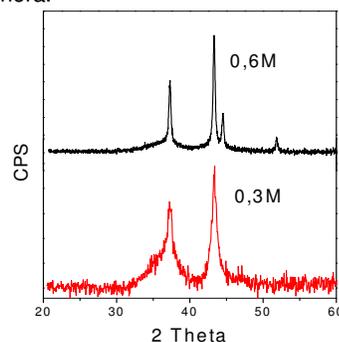


Figura 2. DRX das amostras com 0,3 e 0,6M de Ni (II), aquecida a 600 °C por 1hora.

Conclusões

Foram obtidas nanopartículas de Ni⁰ nas duas concentrações, sendo que, as obtidas com 0,6M de Ni (II) apresentam maior estabilidade térmica cinética. O tamanho das nanopartículas pode ser controlado pelo tratamento térmico. A concentração de Ni(II) também afeta o comportamento eletroquímico das nanopartículas.

Agradecimentos

Ao IMA/UFRJ pela obtenção dos dados de DRX e ao CNPq pelo apoio financeiro e bolsa de IC/PIBIC.

¹ Parada, C.; Morán, E.; *Chem. Mater.* **2006**, *18*, 2719.

² Aricò, A.S.; Bruce, P.; Scrosati, B.; Tarascon, J.M.; Schalkwijk, W.V.; *Nature Mater.* **2005**, *4*, 366.