

Estudo de capacitores de RuO₂ obtidos pelo método de precipitação: Avaliação de tratamentos por microondas e hidrotermal

Suzilene D. L. Campos¹ (IC), Rodrigo Pereira^{1*} (PG), Mauro M. Costa² (PQ), Marilza Castilho¹(PQ) e Ailton J. Terezo¹ (PQ)

GENMAT – Grupo de Eletroquímica e Novos Materiais, ¹Departamento de Química; ²Instituto de Física, Universidade Federal de Mato Grosso, Cuiabá – MT *e-mail: rodrigo_ufmt@hotmail

Palavras Chave: RuO₂, precipitação, microondas, hidrotermal.

Introdução

Os capacitores eletroquímicos apresentam elevada densidade de energia que pode ser utilizada na forma de pulsos e, portanto atuam como fonte auxiliar de energia^[1] em dispositivos eletrônicos. O RuO₂ apresenta alta capacidade de armazenamento de carga, devido ao fenômeno de pseudo-capacitância. Neste trabalho, investigou-se o efeito de tratamentos por microondas e hidrotermal sobre as propriedades eletroquímicas e estruturais de RuO₂ obtido pelo método de precipitação.

Resultados e Discussão

O RuO₂ foi obtido a partir da precipitação de uma solução de RuCl₃ com NH₄OH. Os métodos empregados foram precipitação convencional (Prec), síntese hidrotermal (SH), precipitação assistida por microondas durante a reação (PAM-D) e após a reação (PAM-A) de precipitação. Na SH a solução mãe foi transferida para um reator de teflon e autoclavado em corpo externo de aço. O conjunto foi levado à estufa a 130 °C por 12 h. Na precipitação assistida por microondas a solução mãe foi transferida para reator de teflon adaptado para utilização em reator de microondas, e irradiado por 10 min. com 800 W de potência durante a adição do agente precipitante (PAM-D). Em outra síntese a solução mãe foi irradiada com microondas após a precipitação (PAM-D). Os óxidos obtidos foram filtrados, lavados e secos a 110 °C/12h para a realização dos ensaios de TG/DTA. Finalmente, foram calcinados a 300 °C/1h para caracterização por difração de raios X e voltametria cíclica. Os eletrodos foram preparados pela deposição de uma suspensão de RuO₂/PVDF sobre suporte de titânio. A caracterização eletroquímica foi realizada em H₂SO₄ 1,0 mol L⁻¹.

Os dados de TG-DTA mostraram que as amostras obtidas pelo método assistido por microondas (PAM-D e PAM-A) apresentam boa estabilidade térmica até 200 °C. Entre 200 e 400 °C observa-se grande perda de massa associada a processos exotérmicos de alta energia, podendo ser devido à combustão de espécies químicas remanescentes da precipitação. A partir dos dados difração de raios X observou-se que a amostra obtida por PAM-D difere significativamente de todos os materiais

sintetizados, apresentando-se como um material cristalino, enquanto que as demais apresentam baixa cristalinidade.

Os resultados de capacidade específica (C_{esp}) mostram uma queda exponencial em função da velocidade de varredura, demonstrado na Tabela 1. O RuO₂ apresenta superfície porosa, portanto aumenta significativamente o número de sítios eletroquimicamente ativos detectados na superfície do material, quando a varredura é lenta.

Utilizou-se tratamento estatístico ANOVA para análise dos dados de C_{esp} em função dos métodos empregados. Na Tabela I são apresentados os valores médios e as duplicatas da C_{esp}, bem como os parâmetros principais extraídos da ANOVA.

Tabela I – Dados de C_{esp} e parâmetros ANOVA

Método	C _{esp} (F.g ⁻¹)		
	1 mV.s ⁻¹	10 mV.s ⁻¹	100 mV.s ⁻¹
Prec	374 (445/302)	204 (246/162)	88 (109/68)
SH	383 (383/383)	266 (256/277)	97 (97/97)
PAM-D	315 (314/316)	213 (215/211)	90 (89/91)
PAM-A	386 (366/407)	262 (264/261)	168 (166/170)
F	F _{cal} < F _{crit}	F _{cal} < F _{crit}	F _{cal} > F _{crit}
H ₀	aceita	aceita	rejeitada
MDS	não há	não há	40

Em baixas velocidades de varredura não se observa diferença significativa entre os métodos, devido ao acesso dos sítios eletroquimicamente ativos do material. A análise comprovou que a 100 mV.s⁻¹ os dados de C_{esp} diferem significativamente.

Conclusões

Os resultados de análise térmica e difração de raios X indicam claramente o efeito das microondas sobre as propriedades estruturais do RuO₂. Os resultados obtidos por ANOVA demonstram diferença significativa na C_{esp} obtidas a 100 mV s⁻¹.

Agradecimentos

A FAPEMAT, à FINEP e ao CNPq.

^[1] Kotz, R. & Carlen, M. *Principles and applications of electrochemical capacitors*. Electrochimica Acta 45, p.2483-2498, dez. 1999.