

# Formation of Self-Organized Niobium Titanate Nanotube Layers by Alloy Anodization.

Lilian C. Holanda<sup>1,2</sup>(IC), Thiago A. S. Soares<sup>1,2\*</sup>(PG), Luciano C. Almeida<sup>2</sup>(PQ), Giovanna Machado<sup>1</sup>(PQ)

1. Centro de Tecnologias Estratégicas do Nordeste (CETENE) 2. Universidade Federal de Pernambuco (UFPE)

\*[thiago.soares@cetene.gov.br](mailto:thiago.soares@cetene.gov.br)

Keywords: Nanotubes, Ti-Nb Alloy, Anodization.

## Abstract

In this work, was reported the formation of binary oxide nanotubes on surface Ti-Nb alloy by anodization. This process allowed to control length and diameter of tubes. XRD analysis showed that a new oxide is obtained ( $\text{TiNb}_2\text{O}_7$ ) while SEM analysis presented a self-organized nanotubes structures. This research opened the possibility to grow anodic nanotubes on a whole range of alloy materials.

## Introdução

Sistemas nanoestruturados vêm sendo estudados devido as suas diversas aplicações. Zwilling *et al.* reportaram a auto formação de nanotubos de  $\text{TiO}_2$  através do processo de anodização<sup>1</sup>. Esses nanotubos podem ser formados sobre várias condições eletroquímicas em soluções eletrolíticas que contenham o íon fluoreto ( $\text{F}^-$ ). Visando aumentar a funcionalidade das nanoestruturas são desenvolvidos óxidos binários a partir de ligas metálicas multicomponentes<sup>2</sup>. Esse trabalho tem como objetivo avaliar a formação de óxidos metálicos mistos a partir da liga Ti-69Nb.

## Experimental

A célula eletroquímica utilizada para o processo de anodização possui a seguinte configuração: eletrodo liga Ti-69Nb e contra eletrodo de Cu com área de aproximadamente  $7\text{cm}^2$  expostos a solução eletrolítica. O eletrólito utilizado foi 40v%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  e 0,15v% HF diluído em água deionizada. Os potenciais de anodização aplicados foram de 30, 40 e 50 V. Os nanotubos sintetizados foram submetidos a tratamento térmico a  $800^\circ\text{C}$  por 3 horas. As caracterizações foram realizadas por DRX e MEV.

## Resultados e Discussão

A Figura 1A, apresenta a curva densidade de corrente *versus* tempo para os diferentes potenciais aplicados. As curvas apresentaram comportamento característico de formação de nanotubos. É possível perceber que o aumento do potencial torna a etapa de dissolução mais longa, efeito este ocasionado pelo aumento da intensidade do campo elétrico. As reflexões de Bragg mais significativas são característicos do  $\text{TiO}_2$  na fase anatase e do óxido

misto  $\text{TiNb}_2\text{O}_7$  (Figura 1B). A figura 2A mostra a vista lateral dos nanotubos formados, podendo ser observado a formação completa dos nanotubos com uma boa uniformidade. A figura 2B, apresenta o diâmetro dos nanotubos que não apresentam uniformidade de tamanho, o que é característico de óxidos mistos<sup>3</sup>.

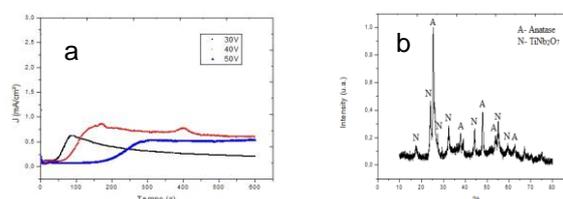


Figura 1-a) Densidade de corrente versus tempo para os diferentes potenciais aplicados. b) DRX após o tratamento térmico

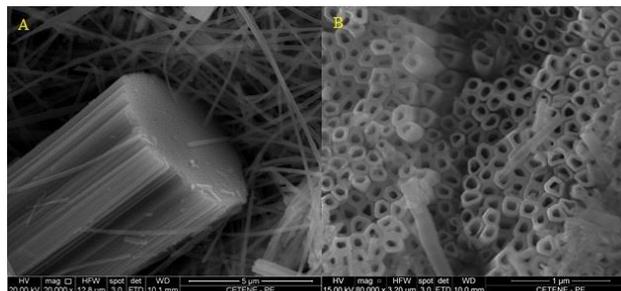


Figura 2-A) SEM vista lateral para determinação do comprimento dos nanotubos B) Vista do topo dos nanotubos para avaliação do Diâmetro dos nanotubos.

## Conclusões

O presente trabalho apresentou uma forma de crescimento direto de nanotubos mistos de óxidos de titânio-nióbio. Os nanotubos apresentaram excelente morfologia e a síntese eletroquímica permite o controle do diâmetro e do comprimento dos tubos. A possibilidade de formação de nanoestruturas mistas permitiu somar diferentes propriedades aos novos materiais sintetizados.

## Agradecimentos

Ao CNPq pelo financiamento da pesquisa, ao CETENE pela estrutura física.

<sup>1</sup> Zwilling, V.; Aucouturier, M.; Darque-Ceretti, E. *Electrochimica Acta* **1999**, *45*, 921-929.

<sup>2</sup> Yasuda, K. e Schmuki, P. *Advanced Materials*. **2007**, *19*, 1757-1760

<sup>3</sup> Wei, W.; Berger, S.; Shrestha, N.; Schmuki, P. *Journal of The Electrochemical Society*, **2010**, *157*, 409-413.