

Produção de nanopartículas de cobre e óxido de cobre em uma matriz de alumina porosa por anodização de ligas de alumínio

Michele Cipolatto da Rosa
Orientador: Luis Frederico Pinheiro Dick

1. INTRODUÇÃO

A reação *Water Splitting* trata da decomposição da água. Esta é uma das maneiras de se armazenar energia, podendo ser tanto pela incidência de luz (fotocatálise), quanto pela redução de água (armazenar H e O). Nesse trabalho, produz-se um substrato interessante para a ocorrência deste fenômeno, em associação com o professor da UNESP. Nanopartículas de cobre ou de óxido de cobre tem a propriedade de catalisar a decomposição da água, justificando a produção deste material. Além disso, partículas de cobre tem efeito conhecido como fungicida. Portanto, a matriz poderá realizar a reação de *Water Splitting* com propriedades bioativas associadas. Esta pesquisa tem o intuito de fabricar nanopartículas de cobre, utilizando, para isso, uma liga comercial alumínio-cobre (AA2024).

2. METODOLOGIA

Foram utilizados corpos de prova com dimensões de 15mm x 15mm x 4mm da liga de alumínio-cobre (AA2024), os quais passaram por um processo de solubilização (495°C durante 10 horas) e posterior têmpera, afim de se obter uma matriz com finas partículas de cobre. Após, os corpos de prova passaram por um processo de anodização galvânica, na qual estes eram o pólo positivo (ânodo) e como cátodo usou-se um eletrodo de aço inox. Neste tipo de anodização fixa-se a corrente e a tensão varia livremente. No total foram 37 ensaios que foram realizados alterando parâmetros (como densidade de corrente, concentração de cobre no eletrólito, remoção da água para promover menor concentração de Oxigênio, entre outros) em busca da manutenção do cobre na forma reduzida ou parcialmente oxidado (óxido de cobre) encrustada no óxido de alumínio. Em um primeiro momento os ensaios eram realizados com o tempo de anodização de 30 minutos porém, a camada resultante de óxido de alumínio ficou muito espessa, aumentando o tempo para posteriores processos. Foram realizados 12 ensaios para o tempo de 30 minutos, sendo 4 situações distintas e 3 ensaios em cada situação: H₂SO₄ 0,5M com uma densidade de corrente de 15 mA/mm², H₂SO₄ 0,5M + CuSO₄ 40g/L com uma densidade de corrente de 15 mA/mm², H₂SO₄ 0,5M + CuSO₄ 40g/L com uma densidade de corrente de 5 mA/mm², H₂SO₄ 0,5M + CuSO₄ 80g/L com uma densidade de corrente de 5 mA/mm². Com o aumento da concentração de cobre no eletrólito com a adição de CuSO₄, o cobre tende a não dissolver. Em um segundo momento, aumentou-se o tempo de ensaio para 90 minutos afim de aumentar a camada de óxido de alumínio para melhor visualização do cobre durante a *cross section*. Os ensaios realizados foram: H₂SO₄ 0,5M + CuSO₄ 190g/L com uma densidade de corrente de 5 mA/mm², H₂SO₄ 0,5M + CuSO₄ 80g/L com uma densidade de corrente de 5 mA/mm², H₂SO₄ 0,5M + CuSO₄ 40g/L com uma densidade de corrente de 5 mA/mm², H₂SO₄ 0,5M com uma densidade de corrente de 5 mA/mm², H₂SO₄ 0,5M + 25% H₂O + 75% etilenoglicol com uma densidade de corrente de 5 mA/mm², H₂SO₄ 0,5M + 25% H₂O + 75% etilenoglicol + 130 g/L com uma densidade de corrente de 5 mA/mm², sendo analisado a interferência da concentração de cobre no eletrólito, anodizando-se com um eletrólito supersaturado, saturado e insaturado. Outro parâmetro analisado foi a substituição da água do eletrólito por etilenoglicol, reduzindo a agressividade do meio, e em um segundo momento além de reduzir a agressividade, aumentando a concentração de cobre no eletrólito. Após os ensaios em meio ácido, foram realizados ensaios em meio básico, sendo NaOH o eletrólito utilizado em distintas concentrações, sendo elas: 0,01M, 0,01M, 0,006M, 0,003M, 0,02M. Após efetuado o processo de anodização, as amostras passaram por voltametria afim de se observar o aumento das correntes catódicas, esta ocorre devido a reação de redução da água sobre as amostras, aumentando a corrente observada devido ao aumento de condutividade da alumina ao ser contaminada com nanopartículas de cobre.



Figura 1: cross section da amostra de H₂SO₄ 0,5M com densidade de corrente de 5 mA/mm² por 90 minutos

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As amostras anodizadas em correntes de 15 mA/mm² rompia-se facilmente o óxido de alumínio formado devido a altas tensões atingidas, melhorando a qualidade do óxido formado quando reduzido para 5 mA/mm². As amostras que foram anodizadas com adição de CuSO₄ no eletrólito possuíam maior tensão quando comparadas com as que não possuíam o cobre em solução. As amostras anodizadas com a substituição de etilenoglicol no lugar da água mostraram maiores tensões quando comparadas as demais, formando uma camada barreira por mais tempo (Figura 1). Nota-se que nos ensaios realizados em meio básico, para a concentração de 0,01M, ocorre um fenômeno denominado sparking, no qual a camada barreira é tão espessa que não consegue mais transmitir a corrente, ocorrendo a ruptura do óxido (Figura 2).

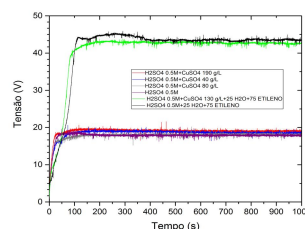


Figura 2: curva de anodização com diferentes eletrólitos ácidos

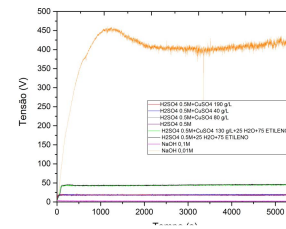


Figura 3: curva de anodização com todos os eletrólitos

As amostras em meio básico apresentaram maiores correntes catódicas, chegando a ser mais de 1000 vezes maior do que as com etilenoglicol. Quanto maior a concentração de cobre no eletrólito, maior a corrente catódica observada.

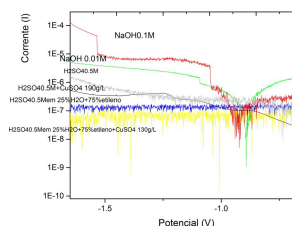


Figura 4: curva de correntes catódicas para diferentes eletrólitos no processo de anodização

4. CONCLUSÕES

- Quanto maior o tempo de anodização maior a camada de óxido formada;
- O aumento da concentração de cobre no eletrólito provoca maiores tensões quando comparada a concentrações inferiores;
- A substituição da água por etilenoglicol não trouxe alterações significativas nas correntes catódicas observadas;
- As amostras anodizadas com eletrólito em meio básico apresentaram maiores correntes catódicas quando comparadas as em meio ácido;
- Existe um ponto ótimo de concentração de NaOH para ocorrer um processo de anodização e de corrente catódica observada. No caso de NaOH 0,1M, a tensão durante a anodização teve valores baixos, não formando uma camada significativa de óxido, porém foi a que nós revelou maiores correntes catódicas. No caso da NaOH 0,01M a tensão durante a anodização foi extremamente alta, porém a corrente catódica ficou inferior a NaOH 0,1M.

5. REFERÊNCIAS

1. Gentil, Vicente. - Corrosão..
2. <https://acervodigital.unesp.br/bitstream>