

## INTRODUÇÃO

Materiais contendo nióbio ganharam grande destaque nas últimas décadas devido às suas especiais aplicações nas indústrias de alta tecnologia. Como o Brasil é detentor de mais de 90% das reservas mundiais de nióbio, é de fundamental importância a existência de pesquisas que agreguem valor econômico e tecnológico ao material. Óxidos de nióbio possuem uma ampla variação da ligação Nb-O que resultam em propriedades únicas, sendo destacadas na literatura as suas propriedades eletrocatalíticas e sua estabilidade química. Assim, o nióbio é caracterizado como um ótimo candidato para utilização em sensores eletroquímicos, que possibilitam a fabricação de sistemas simples e baratos, podendo ser facilmente integrados em eletrônicos compactos para desempenhar medidas rápidas e em tempo real. Nesse contexto, o desenvolvimento de sensores de oxigênio ganham destaque devido às suas várias aplicações, desde clínicas até ambientais. Assim, no presente trabalho, óxido de nióbio foi sintetizado a partir de uma síntese hidrotermal na presença de íons fluoreto, sendo posteriormente tratado termicamente e analisado o desempenho eletroquímico (voltametria cíclica) e caracterização morfológica (MEV e DRX) das amostras com e sem tratamento térmico.

## MATERIAIS E MÉTODOS

**Preparação das amostras:** placas de nióbio foram lixadas (lixas #80 - #4000), limpas em banho ultrassônico e posteriormente em plasma.

**Obtenção do óxido de nióbio:** em um forno mufla, foi realizada a síntese hidrotermal com as amostras de nióbio, na presença de  $\text{NH}_4\text{F}$ , por 48h a  $150^\circ\text{C}$ .

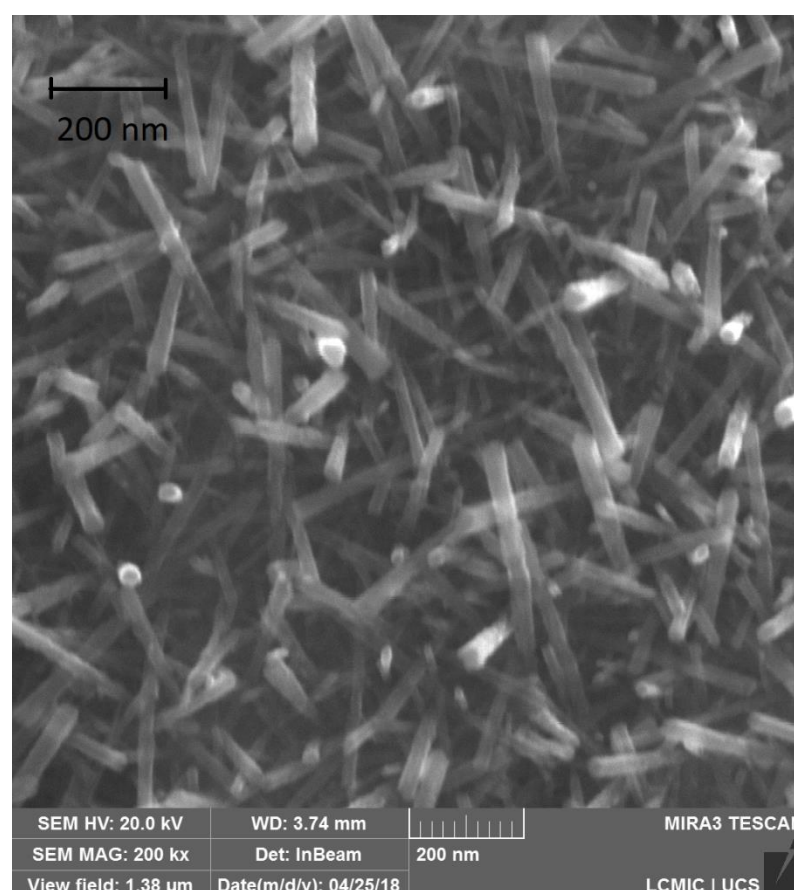
**Tratamento térmico:** realizado em um forno tubular com fluxo constante de  $\text{N}_2$ , subindo até a temperatura de  $450^\circ\text{C}$  com uma taxa de  $2^\circ\text{C}/\text{min}$ , na qual estabiliza e permanece durante 1h.

Para **caracterização eletroquímica**, foi utilizada uma célula de três eletrodos, sendo o eletrodo de trabalho a amostra de nióbio (com uma área exposta conhecida de  $0.33\text{ cm}^2$ ), eletrodo de referência de calomelano saturado e, como contra eletrodo, um fio de platina. O eletrólito utilizado foi uma solução de perclorato de lítio.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

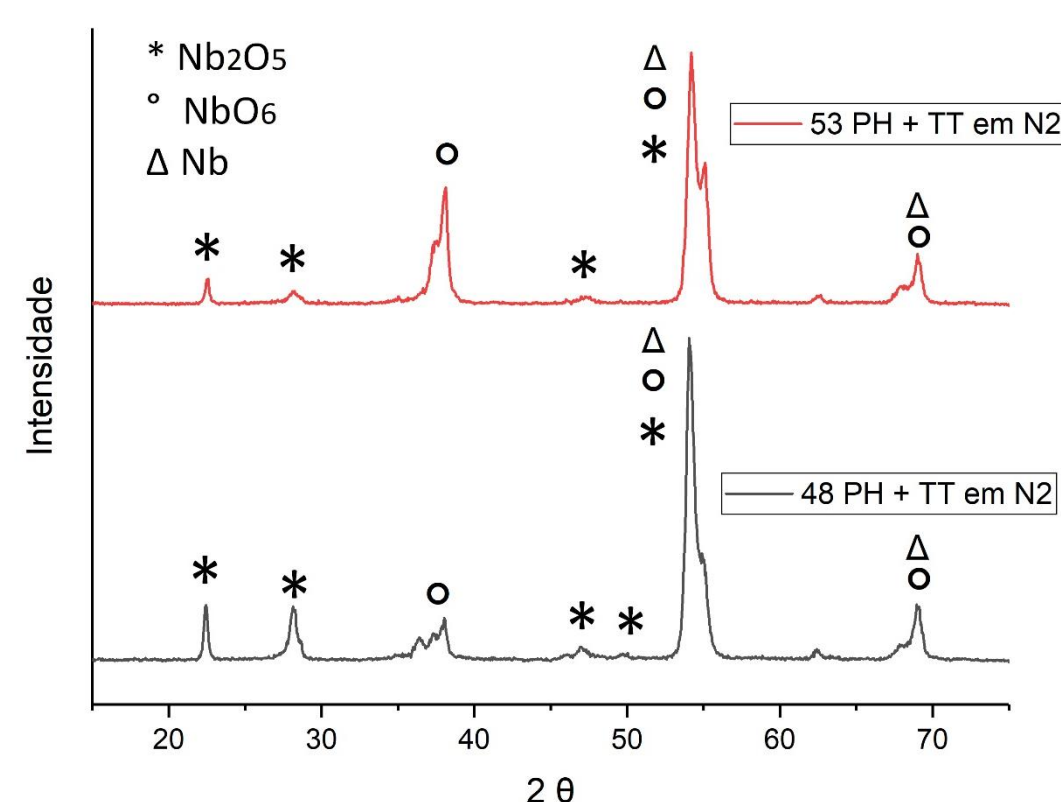
### MEV

Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura mostrando nanoestruturas de óxido de nióbio obtidas logo após a síntese hidrotermal. Essa morfologia é conhecida pela literatura como “nanorods”, possuindo tamanho aproximado de 500 nm.



### DRX

Difratograma de uma amostra que passou pelo processo hidrotermal+tratamento térmico

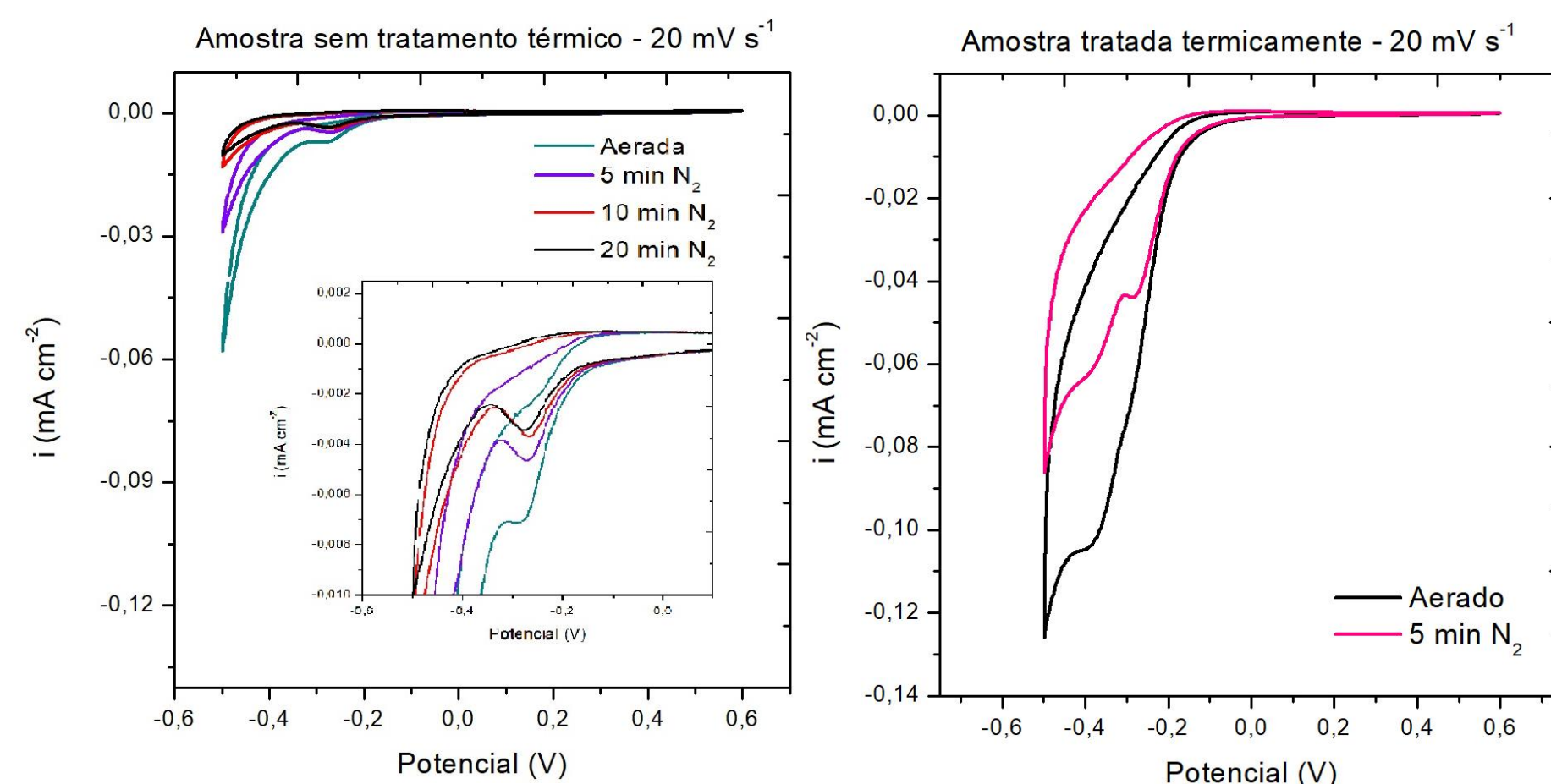


Os picos característicos são:

- 22,786 –  $\text{Nb}_2\text{O}_5$
- 28,339 –  $\text{Nb}_2\text{O}_5$
- 38,254 –  $\text{Nb}_6\text{O}$
- 46,384 –  $\text{Nb}_2\text{O}_5$
- 49,855 –  $\text{Nb}_2\text{O}_5$
- 55,705 –  $\text{Nb}_2\text{O}_5 + \text{Nb}_6\text{O} + \text{Nb}$
- 60,090 –  $\text{Nb}_6\text{O} + \text{Nb}$

### VOLTAMETRIA CÍCLICA

Voltamogramas das amostras com e sem tratamento térmico, obtidos com uma velocidade de varredura de  $20\text{ mV s}^{-1}$ , em  $0.1\text{ mol L}^{-1}$  de  $\text{LiClO}_4$  com concentrações de  $\text{O}_2$  decrescentes.



Para as duas amostras foi observado o pico característico relativo à reação de redução do oxigênio, porém a amostra sem tratamento térmico demonstrou picos mais definidos e reproduzíveis.

## CONCLUSÃO

O processo hidrotermal foi capaz de formar os “nanorods” de óxido de Nióbio de forma homogênea sobre a superfície da amostra. Os óxidos formados durante a síntese hidrotermal juntamente com o tratamento térmico foram determinados por meio de DRX, que mostra os picos referentes ao Nb,  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  e  $\text{Nb}_6\text{O}$ . Durante as voltametrias cíclicas foram observados picos referentes à reação de redução do oxigênio, indicando que o material sintetizado tem potencial para ser aplicado para a fabricação de sensores de oxigênio, tecnologia que possui um vasto campo de aplicações, com destaque para o monitoramento de condições ambientais.

\*martina.cadorin@ufrgs.br

\*\*celia.malfatti@ufrgs.br

Agradecimentos