



FELECTROCHEMICAL/PHOTOELECTROCHEMICAL CHARACTERIZATION OF TiO₂ NANOTUBULAR FILMS EXPOSED IN Na₂SO₄+H₂SO₄ SOLUTION (pH = 3.2).

C. Cuevas Arteaga^{(1)*}, S. Mejía Sintillo⁽¹⁾, P. Mijaylova Nacheva⁽²⁾ R. Ma. Melgoza Alemán⁽¹⁾
Ma. Guadalupe Valladares-Cisneros⁽¹⁾.

⁽¹⁾FCQeI-CIICAp-Universidad Autónoma del Estado de Morelos, Av. Universidad 1001, Col. Chamilpa, C.P. 62210, Cuernavaca, Mor., México.

⁽²⁾Instituto Mexicano de tecnología del Agua, Coordinación de Tratamiento y Calidad del Agua, Paseo Cuauhnáhuac 8532, Progreso, Jiutepec, Morelos, C.P. 62550, México.

*Correo Electrónico (autor de contacto): ccuevas@uaem.mx

RESUMEN

Películas nanotubulares fueron formadas sobre láminas de titanio a través de anodización electroquímica utilizando un electrolito acuoso (50:50 vol%) H₂O: Glicerol + 0.27 M de NH₄F aplicando un voltaje de 20 V durante 2,5h para láminas sin pulir y 3,5h para láminas pulidas. Las muestras anodizadas se analizaron en un microscopio electrónico de barrido de alta resolución (FE-SEM, pos sus siglas en inglés) obteniendo los parámetros geométricos de las películas nanotubulares. Los factores de rugosidad (RF) se determinaron de 44 para las muestras pulidas, y de 54 para las muestras sin pulir. Se observó que el pretratamiento metalográfico de láminas de Ti afectó la caracterización morfológica. Las fases cristalinas de las dos nanopelículas de TiO₂ se obtuvieron por DRX después de un recocido a 450 °C y 600 °C durante 2 horas. Los difractogramas de las fases cristalinas presentaron picos más intensos de anatasa después del recocido a 450 °C y principalmente rutilo a 600 °C. La estabilidad electroquímica de las películas nanotubulares de TiO₂ se hizo a partir de las curvas de polarización potenciodinámicas y la técnica de resistencia a la polarización lineal, exponiendo las muestras en una solución acuosa 1M de Na₂SO₄ + H₂SO₄ (pH = 3,2). Se estudiaron varias muestras: dos cristalizadas a 450 °C y 600 °C, una muestra amorfa y titanio puro. Se concluyó que la estabilidad electroquímica de las películas cristalizadas se mejora con el aumento de la temperatura de recocido, la cual está asociada a la composición de las fases cristalinas, por lo que la mayor presencia de rutilo mejoró el comportamiento de la corrosión. Las muestras expuestas mostraron poca degradación de las superficies nanotubulares. Los resultados de fotocorriente indicaron que las nanopelículas tienen buena respuesta cuando son expuestas a la luz UV. Ambos resultados son congruentes con las características necesarias para ser utilizadas en la remediación de aguas contaminadas mediante fotocatalisis.

ABSTRACT

Nanotubular structures were formed on titanium foils through electrochemical anodization using an aqueous electrolyte (50:50 Vol. %) H₂O: Glycerol + 2.7 M NH₄F at constant voltage of 20V for 2.5 for unpolished foils and 3.5 h for polished foils at room temperature [1-2]. The anodized samples were analyzed in a Field Emission Scanning Electron Microscope (FE-SEM) obtaining the geometric parameters of the nanotubular films. The roughness factors (RF) were calculated as 44 for the polished samples, and 54 for the unpolished samples. It was observed that metallographic pretreatment of Ti foils affected the morphological characterization. Crystalline phases of both TiO₂ nanotubular films were obtained by XRD after annealing at 450 °C and 600 °C for 2 hours [3], obtaining the structural composition of mixed phases, resulting more intense peaks of anatase after annealing at 450°C and a main phase of rutile at 600°C [1-4]. The electrochemical stability of the TiO₂ nanotubular films was made from the potentiodynamic polarization

curves and the linear polarization resistance techniques, exposing the samples in 1M Na₂SO₄ + H₂SO₄ solution (pH = 3.2). For comparison, several samples were studied: two crystallized TiO₂ nanofilms at 450°C and 600°C, the amorphous samples and pure titanium. It was concluded that the electrochemical stability of the crystallized nanotubular films is improved with increasing the annealing temperature, which was supposed to be associate with the composition of the crystalline phases, observing that the major presence of rutile improved the corrosion performance. FE-SEM analysis of the exposed samples showed small degradation of the nanotubular surfaces, especially in that annealed at 600°C, also, photocurrent results showed that the nanofilms presents a good response when they are exposed to the UV light. Both findings are in agreement with the features of TiO₂ nanotubular films to be used in photocatalytic water remediation.

REFERENCIAS

1. Joanna Kapusta-Kołodziej, Olena Tynkevych, Anna Pawlika, Magdalena Jarosz, Justyna Mech, Grzegorz D. Sulka., Electrochemical growth of porous titanium dioxide in a glycerol-based electrolyte at different temperatures., *Electrochimica Acta* 144 (2014) 127–135.
2. D. Regonini, C.R. Bowen , A. Jaroenworarluck , R. Stevens., A review of growth mechanism, structure and crystallinity of anodized TiO₂ nanotubes., *Materials Science and Engineering R* 74 (2013) 377–406.
3. Magdalena Jarosz, Anna Pawlik, Joanna Kapusta-Kołodziej, Marian Jaskuła, Grzegorz D. Sulka., Effect electrolyte of the previous usage of electrolyte on growth of anodictitanium dioxide (ATO) in a glycerol-based., *Electrochimica Acta* 136 (2014) 412–421.
4. Gaoling Zhao, S. Utsumi, H. Kozuka, T. Yoko. Photoelectrochemical properties of sol–gel-derived anatase and rutile TiO₂ films., *Journal of Materials Science* July 1998, Volume 33, Issue 14, pp 3655-3659.

TÓPICO DEL CONGRESO O SIMPOSIO: T22

PRESENTACIÓN (ORAL O PÓSTER): O (oral)