

Síntese e caracterização de filmes finos à base de espinelho de cobalto obtidos via rota sol-gel com potencial aplicação na produção de H₂



Wagner Ferreira dos Santos
Orientador: Prof. Dr. Carlos Perez Bergmann
Universidade Federal do Rio Grande Sul – DEMAT/UFRGS
Av. Osvaldo Aranha 99/711 POA-RS 90035-190
Prof_wagner@outlook.com



1. INTRODUÇÃO

Atualmente, a maior parte da energia que usamos é produzida a partir de combustível fóssil. As reservas de combustível fóssil não são ilimitadas e a sua utilização tem impactos ambientais consideráveis. Com este cenário, a sustentabilidade ambiental requer cada vez mais um aumento da participação de fontes de energia limpas e renováveis.

Neste cenário, sistemas eletrocatalíticos utilizando água para gerar hidrogênio a partir da hidrólise catalisada da água, apresentam-se como uma alternativa promissora à produção de combustíveis em relação a questões globais de sustentabilidade.

A função dos eletrocatalisadores é reduzir os sobrepotenciais necessários para eletrolisar a água e a decompor em hidrogênio e oxigênio. O hidrogênio é sem dúvida o combustível ideal para o futuro, pois é o elemento mais abundante no universo e a sua combustão direta produz uma quantidade significativa de energia, e libera apenas água.

Óxidos metálicos à base de cobalto (M_xCo_yO_z) são materiais altamente versáteis, que têm encontrado ampla utilização numa variedade de aplicações de alta tecnologia, tais como: processos catalíticos, eletroquímicos, baterias e dispositivos de memória, células de combustível de óxido sólido e eletrônica.

A proposta deste trabalho é obter um filme de espinelho de cobalto (M_xCo_{3-x}O₄ com M = Co, Ni, Cu) sobre substrato de vidro pelo processo de *spin-coating* a partir do método *sol-gel*. Por meio da análise de DRX foi definida a fração molar (dos precursores) mais adequada para obtenção da fase desejada de espinelho de cobalto. A partir da espectroscopia Raman, observou-se a formação de filmes com as estruturas desejadas à base de espinelho de cobalto e com o MEV observou-se as características morfológicas dos filmes formados.

2. MATERIAIS E MÉTODOS

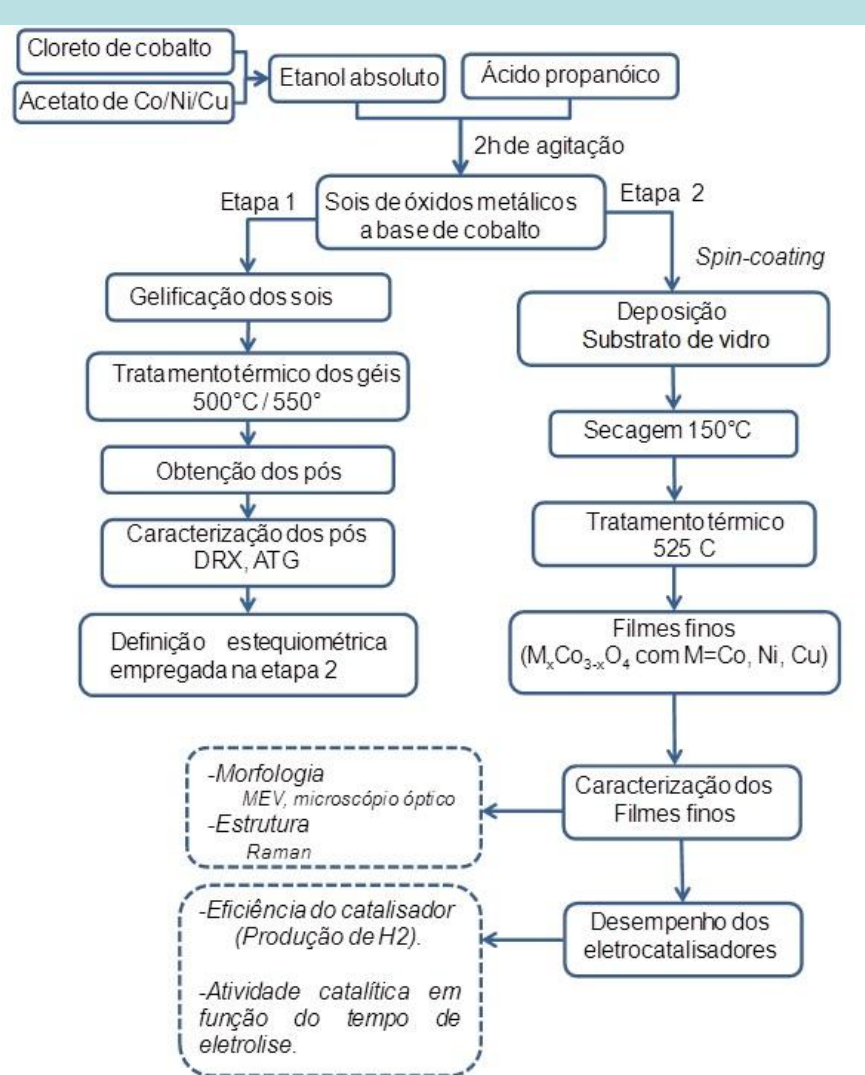


Figura 2.1 - Fluxograma da parte experimental desenvolvida neste trabalho.

Tabela 2.1 – Frações molares testadas para produção dos pós de óxidos metálicos: cobalto-cobalto, cobalto-níquel e cobalto-cobre.

Frações testadas	Fração Molar dos Precursores (mol)			
	Cloreto de Cobalto II	Acetato de Cobalto II	Acetato de Níquel II	Acetato de Cobre II
1	0,2	0,1	-	-
2	0,1	0,1	-	-
3	0,1	0,2	-	-
4	0,2	-	0,1	-
5	0,1	-	0,1	-
6	0,1	-	0,2	-
7	0,2	-	-	0,1
8	0,1	-	-	0,1
9	0,1	-	-	0,2

Tabela 2.2 - Frações molares adotadas para produção dos filmes finos de óxidos metálicos: cobalto-cobalto, cobalto-níquel e cobalto-cobre.

Solução	Fração Molar dos Precursores (mol/mol)			
	Cloreto de Cobalto II	Acetato de Cobalto II	Acetato de Níquel II	Acetato de Cobre II
A	0,1	0,2	-	-
B	0,1	-	0,1	-
C	0,2	-	-	0,1

As soluções A, B e C (conforme procedimento adotado para obtenção dos sóis) foram depositadas em substrato de vidro para obtenção de filmes finos. Os filmes foram depositados por *spin-coating* com velocidade de 50mm/min e subsequente secagem a 150°C por 15min. Posteriormente, os filmes foram aquecidos a 525°C com 1h de patamar para retirada dos materiais voláteis e formação da fase desejada.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Caracterização dos pós de óxidos metálicos à base de cobalto (etapa 1)

3.1.1 Análise cristalográfica (DRX)

De acordo com a Tabela 2.1, nove frações molares distintas foram avaliadas para a obtenção dos óxidos metálicos à base de cobalto.

Os resultados das análises da cristalinidade dos pós de óxido de cobalto-cobalto, cobalto-níquel e cobalto-cobre, tratados termicamente a 500 e 550°C, estão apresentados nas Figuras 3.1, 3.2 e 3.3, respectivamente.

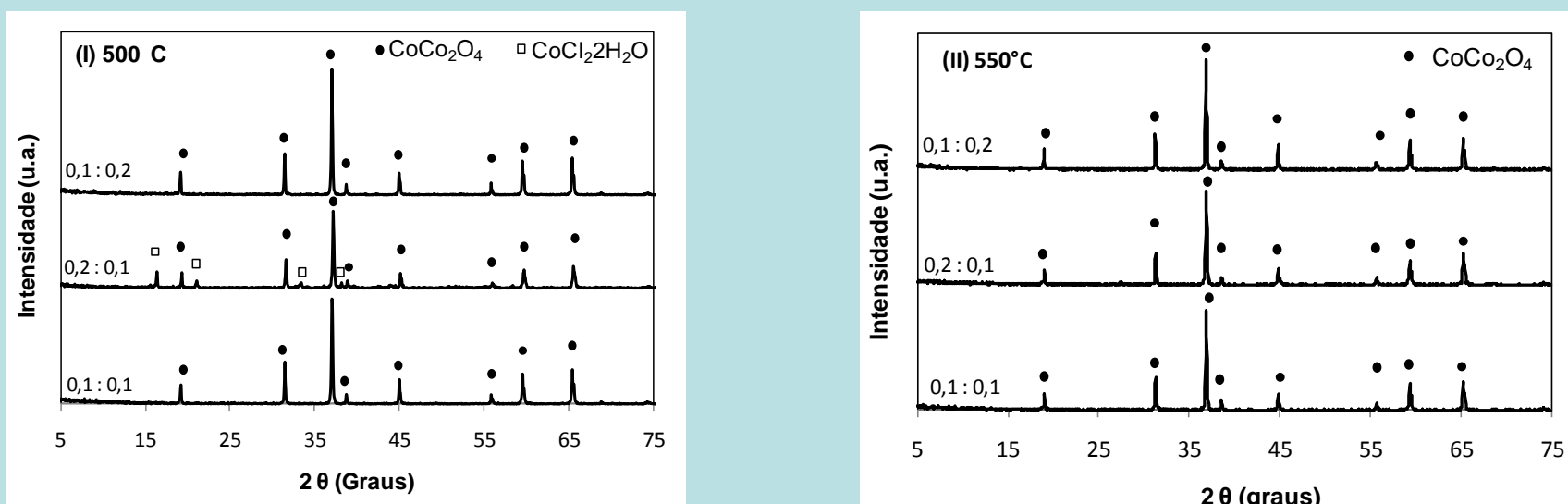


Figura 3.1 – Difratoformas de raios X dos pós de óxido de cobalto-cobalto via *sol-gel*, obtidos a partir de diferentes frações molares dos precursores cloreto de cobalto e acetato de cobalto (Tabela 2.1, testes 1, 2 e 3). (I) aquecidos a 500°C, (II) aquecidos a 550°C.

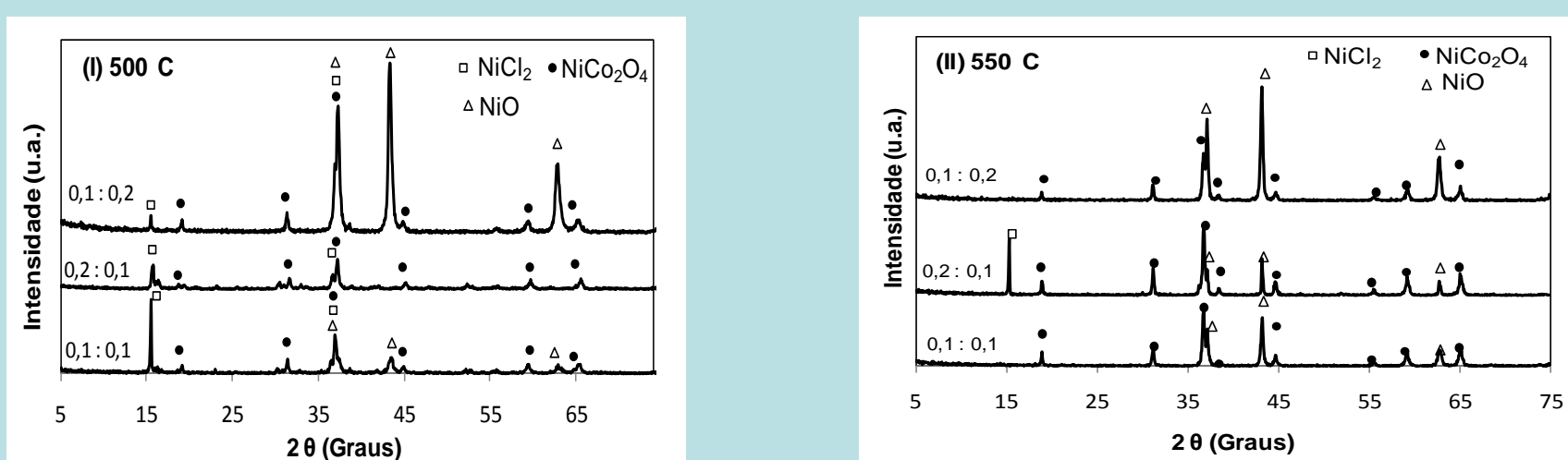


Figura 3.2 – Difratoformas de raios X dos pós de óxido de cobalto-níquel via *sol-gel*, obtidos a partir de diferentes frações molares dos precursores cloreto de cobalto II e acetato de níquel II (Tabela 2.1). (I) aquecidos a 500°C, (II) aquecidos a 550°C.

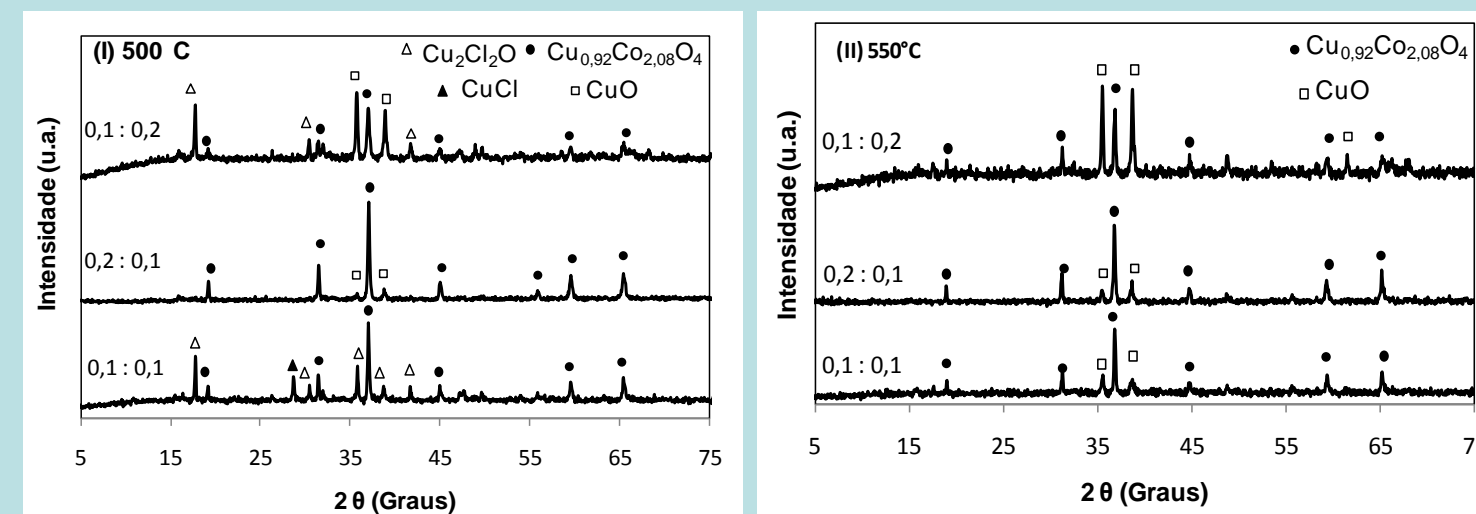


Figura 3.3 – Difratoforma de raios X dos pós de óxido de cobalto-cobre via *sol-gel*, obtidos a partir de diferentes frações molares dos precursores cloreto de cobalto II e acetato de cobalto II (Tabela 2.1). (I) aquecidos a 500°C, (II) aquecidos a 550°C.

3.1.2 - Análise Termogravimétrica (ATG)

A Figura 3.4 apresenta o comportamento termogravimétrico (ATG) padrão dos géis obtidos a partir dos sóis de óxidos metálicos à base de cobalto.

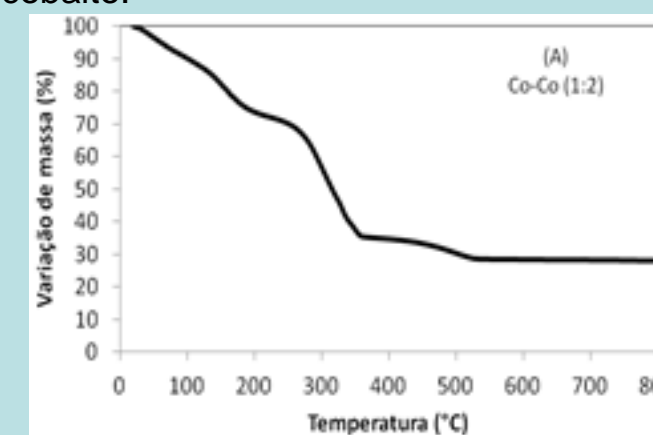


Figura 3.4 - Análise termogravimétrica dos géis a partir das soluções (Tabela 2.2).

3.2 Caracterização dos filmes à base de óxidos metálicos de cobalto (etapa 2)

3.2.1 Espectroscopia Raman

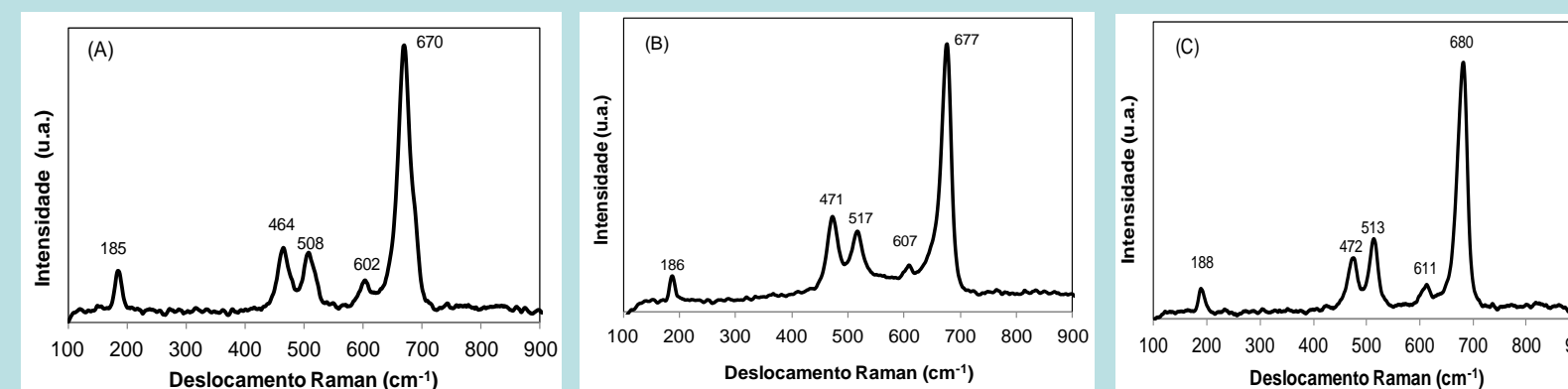


Figura 3.5 - Espectro Raman dos óxidos metálicos à base de cobalto. (A) Co:Co, (B) Co:Ni e (C) Co:Cu.

3.2.2 Morfologia dos filmes finos à base de óxidos metálicos de cobalto

A morfologia da superfície dos filmes depositados em substrato de vidro após tratamento térmico a 525°C foram avaliadas por MEV. A Figura 3.6 apresenta as imagens obtidas em substrato de vidro.

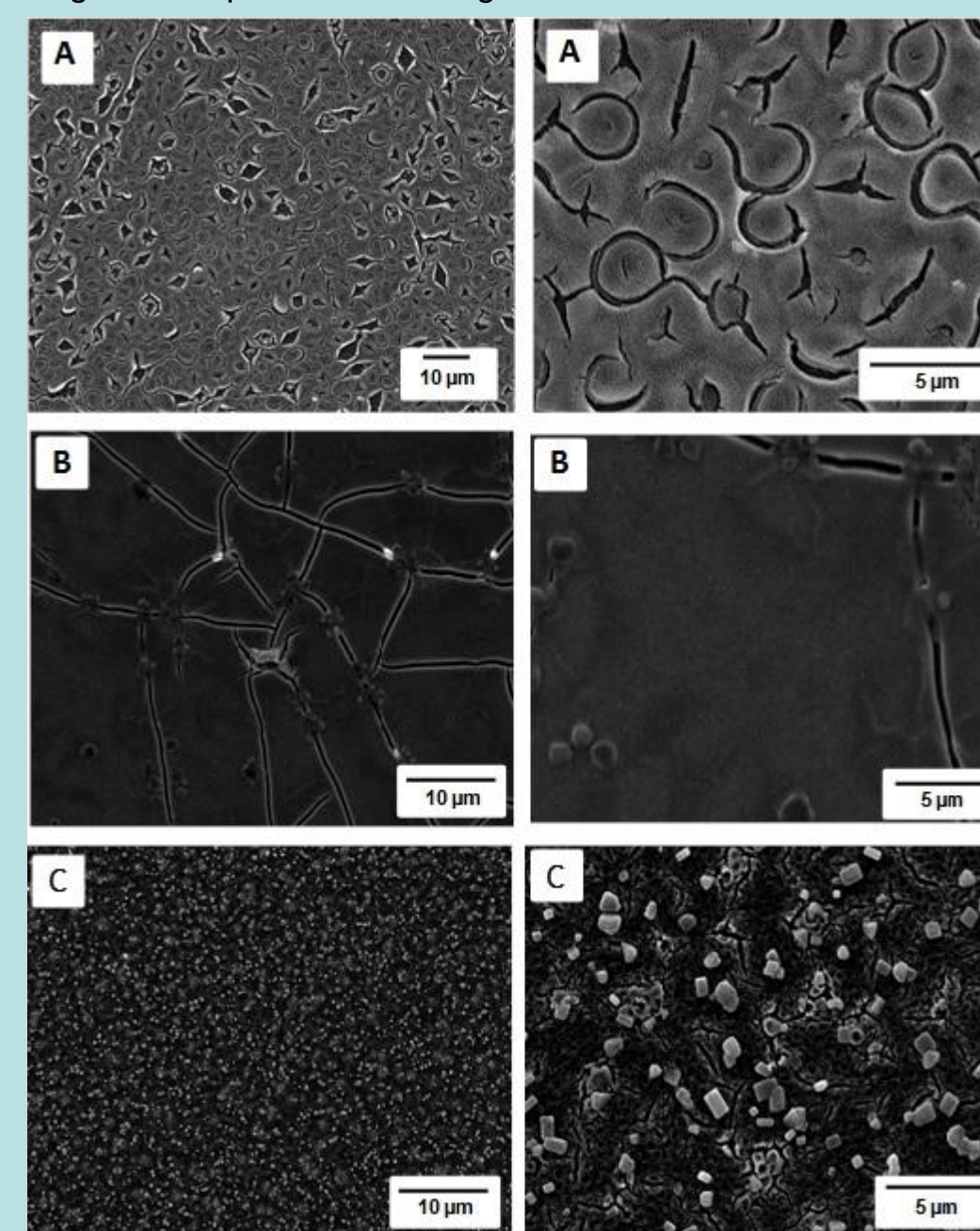


Figura 3.6. Imagens obtidas por MEV da superfície dos filmes finos. (A) Co₃O₄, (B) NiCo₂O₄ e (C) Cu_{0,92}Co_{2,08}O₄. Substrato de vidro. Tratamento térmico a 525°C.

CONCLUSÕES

Foi possível obter por meio da técnica *sol-gel* filmes finos de óxidos metálicos; As análises de DRX e microscopia Raman confirmaram a formação das fases desejadas à base de espinelho de cobalto (CoCo₂O₄, NiCo₂O₄ e Cu_{0,92}Co_{2,08}O₄); As microestruturas dos filmes finos mostraram a formação do filme ao longo de todo o substrato, bem como a presença de trincas; O filme B exibiu o melhor aspecto morfológico da superfície, apresentando uma homogeneidade e uniformidade superiores. Os três filmes apresentaram-se aderentes à superfície do alumínio; Desta forma, a rota *sol-gel* combinada com a técnica de deposição *spin-coating* foi eficaz para a obtenção de pós e filmes finos à base de espinelho de cobalto.