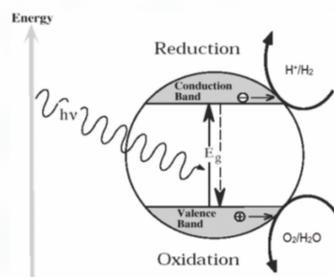
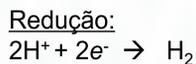
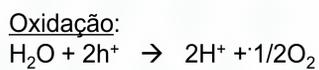


Nanotubos de Ta₂O₅ Obtidos por Anodização: Um Fotocatalisador para Produção de Hidrogênio

Flávia C. Sonaglio, Renato V. Gonçalves e Sérgio R. Teixeira
Laboratório de Filmes Finos e Fabricação de Nanoestruturas

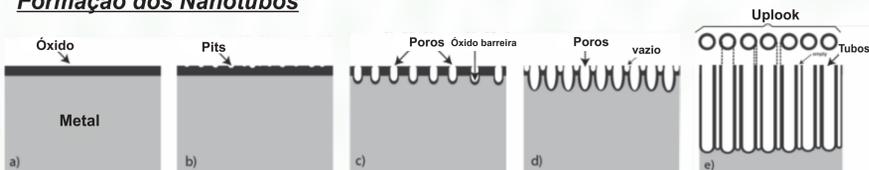
INTRODUÇÃO

A pesquisa por materiais e processos que são aptos a transformar a energia proveniente do sol tem aumentado nas últimas décadas devido aos problemas ambientais associados ao uso de combustíveis fósseis. Neste contexto, a foto geração de hidrogênio pela reação de *water splitting* como um processo alternativo de baixo custo para produzir um combustível limpo e renovável. Neste processo, quando um semicondutor é irradiado com luz UV, elétrons são injetados da banda de valência para a banda de condução do semicondutor. Os elétrons foto gerados na banda de condução reduzem a água para former H₂, enquanto as lacunas na banda de valência oxidam a água para formar O₂. Devido a sua alta energia de gap (3.8 a 4.0), Ta₂O₅ tem se mostrado um eficiente foto catalisador na reação de *water splitting* por irradiação UV.



Os nanotubos de óxido de tântalo (NTs Ta₂O₅) foram preparados por anodização em uma solução de HF e H₂SO₄. O controle da temperatura do eletrólito durante o processo de anodização forneceu dois tipos de geometria dos NTs Ta₂O₅, soltos e aderidos ao substrato, como reportado recentemente.¹

Formação dos Nanotubos



Os NTs de Ta₂O₅ produzidos por anodização são amorfos, necessitando de tratamento térmico (TT) por volta de 800°C, para obter uma fase cristalina. Este estudo mostrou que Ta₂O₅ cristalino possui uma maior atividade foto catalítica que o amorfo.

MÉTODOS EXPERIMENTAIS

Preparação dos NTs de Ta₂O₅

Os NTs de Ta₂O₅ foram preparados por anodização de placas de tântalo metálico em um eletrólito composto por H₂SO₄ + 1% vol. HF + 4% água deionizada a 50V por 20 minutos. Os nanotubos preparados a 50°C (banho de ultrassom) podem ser facilmente removidos do substrato de Ta (fig. 1).



Figura 1. Célula de anodização.

Medidas da atividade foto catalítica

A foto geração de hidrogênio por *water splitting* foi desenvolvida em um reator de quartzo de parede dupla (fig. 2) usando 8 mg de NTs de Ta₂O₅ suspensos em 8 mL de uma solução de etanol/água (25%). A temperatura do sistema foi mantida constante a 25°C. Antes da irradiação, o sistema foi desairado por Ar/vácuo para remover quaisquer outros gases. Uma lâmpada de 240W Xe-Hg foi usada como fonte de excitação. Os produtos da reação foto catalítica são H₂, CO, CO₂, CH₄ e C₂H₄ que foram quantificados por cromatografia gasosa.



Figura 2. Reator de Quartzo (20 mL).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Caracterização dos NTs de Ta₂O₅

A morfologia dos NTs de Ta₂O₅ foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET), e Difração de Raio-X (DRX).

Efeito do tratamento térmico nos NTs de Ta₂O₅ soltos

A fim de avaliar o comportamento cristalino e a morfologia, os NTs Ta₂O₅ amorfos passaram por TT (em ar atmosférico) a 800°C por 1 hora, com uma taxa de crescimento de 5°C/min. As imagens mostram que os NTs cristalinos são mais eficientes para a produção de hidrogênio que os NTs amorfos.

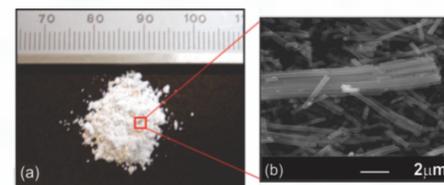


Figura 3. (a) e (b) imagens ótica e MEV dos NTs soltos como-anodizados Ta₂O₅.

Análise Estrutural

Para saber qual temperatura os NTs Ta₂O₅ obtêm uma estrutura cristalina, as amostras passaram por TT de 500°C a 800°C por 1 hora. A Figura 5 confirma que os NTs a 800°C por 1 hora não perderam sua forma tubular.

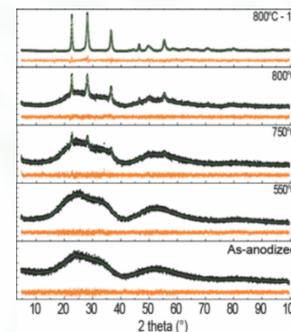


Figura 4. Espectro de DRX de NTs Ta₂O₅ soltos a diferentes temperaturas de TT.

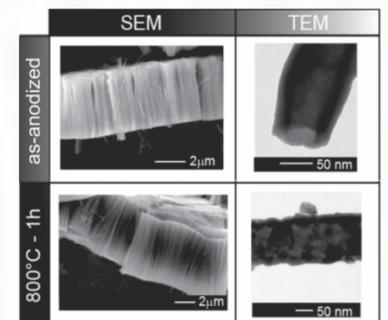
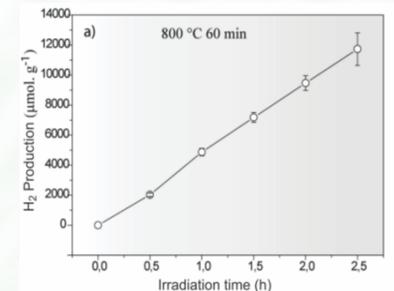
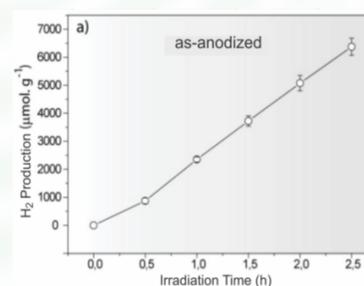


Figura 5. Imagens de MEV e MET dos NTs Ta₂O₅ a 800°C por 1 hora.

Atividade Foto catalítica

Usando os NTs amorfo e cristalino, a atividade foto catalítica foi avaliada pela produção de hidrogênio na presença de etanol como agente de sacrifício e iluminação por luz UV. O gráfico abaixo mostra a produção foto catalítica do hidrogênio a fim de comparar os resultados das medidas feitas com NTs Ta₂O₅ amorfos e cristalinos a 800°C por 1 hora.



Conclusões

O processo de anodização produz NTs de Ta₂O₅ que são amorfos. A estrutura cristalina e a morfologia foram controladas por tratamento térmico. A temperatura ideal para manter a forma tubular dos NTs de Ta₂O₅ foi de 800°C por 1 hora. Os NTs de Ta₂O₅ têm apresentado uma alta atividade catalítica para *water splitting* cuja eficiência para produção de hidrogênio é maior com NTs cristalinos do que com NTs amorfos.

Referências:

1. R.V. Gonçalves et al. Ta₂O₅ Nanotubes Obtained by Anodization: Effect of Thermal Treatment on the Photocatalytic Activity for Hydrogen Production, *JPCC*, 2012
2. A. Fujishima, K. Honda, *Nature*, 1972, 238, 37