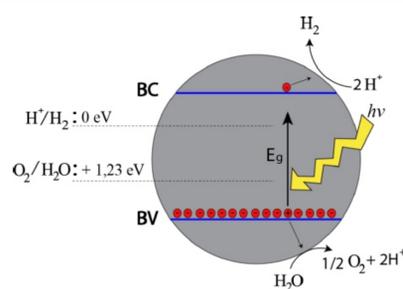
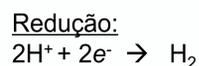
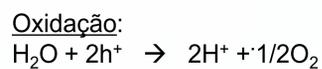


# Nanotubos de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> Obtidos por Anodização e sua Eficiência na Produção de Hidrogênio

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

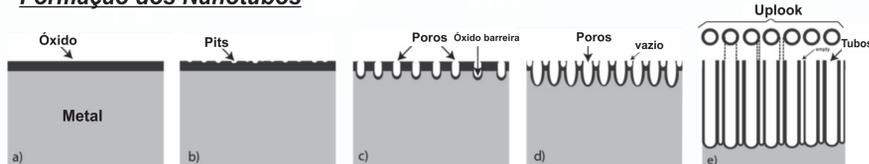
## INTRODUÇÃO

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 semiconductor é irradiado com luz UV, elétrons são injetados da banda de valência para a banda de condução do semiconductor. Os elétrons foto gerados na banda de condução reduzem a água para formar H<sub>2</sub>, enquanto as lacunas na banda de valência oxidam a água para formar O<sub>2</sub>. Devido a sua alta energia de gap (3.8 a 4.0), Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> tem se mostrado um eficiente foto catalisador na reação de *water splitting* por irradiação UV.



Os nanotubos de óxido de tântalo (NTs Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) foram preparados por anodização em uma solução de HF e H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. O controle da temperatura do eletrólito durante o processo de anodização forneceu dois tipos de geometria dos NTs Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, soltos e aderidos ao substrato, como reportado recentemente.<sup>1</sup>

### Formação dos Nanotubos



Nanotubos de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> produzidos por anodização são amorfos, necessitando tratamento térmico para obter uma fase cristalina. O tratamento térmico dos NTs foi realizado num forno com temperatura de 800°C por 1 hora, obtendo-se uma fase cristalina ortorrômbica.

## MÉTODOS EXPERIMENTAIS

### Preparação dos NTs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Os NTs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram preparados por anodização de placas de tântalo metálico em um eletrólito composto por H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 1% vol. HF + 4% água deionizada a 50V variando-se o tempo de anodização. Os nanotubos preparados a 50°C (banho de ultrassom) podem ser facilmente removidos do substrato de Ta.



Figura 1. Célula de anodização.

### Medidas da atividade foto catalítica

Os nanotubos obtidos por anodização e cristalizados foram aplicados na reação de *water splitting*. A reação fotocatalítica foi realizada num reator de quartzo de parede dupla contendo uma solução aquosa de etanol (agente de sacrifício) e NTs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. A temperatura do sistema foi mantida constante a 25°C. Antes da irradiação, o sistema foi desairado por vácuo/Ar para remover quaisquer outros gases. O conjunto foi iluminado por uma lâmpada de Hg-Xe de 240W. Os produtos gasosos da reação fotocatalítica (H<sub>2</sub>, CO, CO<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> e C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) foram quantificados por cromatografia gasosa.



Figura 2. Reator de Quartzo (20 mL).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

### Caracterização dos NTs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

A morfologia dos NTs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET), e a área superficial específica por BET. A estrutura cristalina dos NTs, por Difração de Raio-X (DRX).

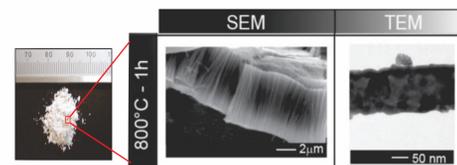


Figura 3. Imagens de MEV e MET dos NTs Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a 800°C por 1 hora.

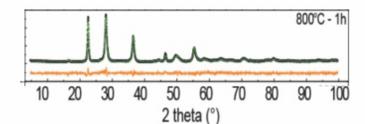


Figura 4. Espectro de DRX de NTs Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> cristalinizados a 800°C - 1h.

A área superficial dos NTs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> a 800°C por 1h foi de 19,8 m<sup>2</sup>/g

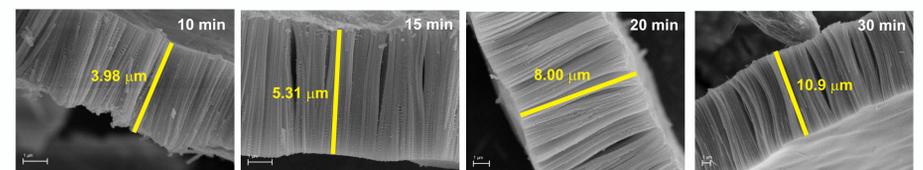


Figura 5. Variação do comprimento do NT de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> de acordo com o tempo de anodização.

### Efeito da Concentração de Etanol na Fotoprodução de H<sub>2</sub>

A otimização da concentração de etanol para produção de H<sub>2</sub> foi realizada utilizando-se uma concentração de 1mg/ml de NTs/solução (água/Δetanol). As concentrações de etanol avaliadas foram: 5, 10, 25, 35, 60, 80%. Como pode ser visto na figura 6 abaixo, a concentração de etanol para a maior taxa de produção de H<sub>2</sub> foi de 25%, resultando em 31,1 µmol.h<sup>-1</sup> de H<sub>2</sub>.

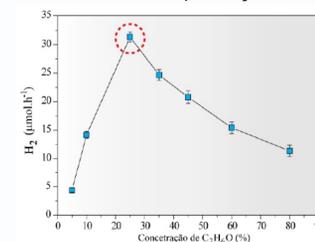


Figura 6. Taxas de produção de H<sub>2</sub> em diferentes concentrações de etanol.

### Efeito da concentração de Massa de NTs na Fotoprodução de H<sub>2</sub>

Para avaliar o efeito da concentração de massa dos NTs de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> na fotogeração de H<sub>2</sub>, partiu-se da condição de concentração de etanol que resultou em maior produção de H<sub>2</sub> (25%). Foi realizada uma varredura nas seguintes concentrações de NT/solução: 0.125, 0.25, 0.5, 0.75, 1.0, 2.0, 3.0 e 5.0 mg/mL. A taxa de produção de H<sub>2</sub> atingiu um máximo na produção para o valor de 1mg/mL, correspondente a 39,2 µmol.h<sup>-1</sup>.

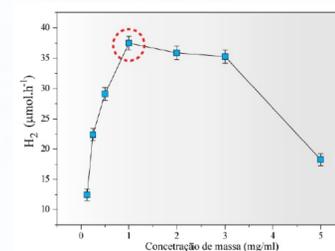


Figura 7. Efeito da concentração de massa de NT na fotogeração de H<sub>2</sub>.

## Conclusões

A melhor condição encontrada para o sistema de anodização foi utilizando uma tensão de 50 V por 10 minutos, que proporcionou NTs com cerca de 4 micrometros de comprimento.<sup>1</sup> Já para o sistema de fotocatalise, o melhor resultado obtido para produção de H<sub>2</sub> foi utilizando 25% de etanol em água e 1 mg de NT por 1 mL de solução.

## Referências:

1. R.V. Gonçalves et al. Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 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