Caracterização de nanotubos de carbono purificados produzidos por decomposição de C_2H_4 em catalisadores Fe-Mo/MgO

Ana Paula de C. Teixeira[1] (IC), Adriana S. Ito[1] (IC), José D. Ardisson[1] (PQ), Edelma E. da Silva[2] (PG), André S. Ferlauto[2] (PQ), Rodrigo G. Lacerda[2] (PQ), Renato de Mendonça[1] (PQ), Waldemar A. A. Macedo[1] (PQ), Clascídia A. Furtado[1] (PQ), Luiz O. Ladeira[2] (PQ), Adelina P. Santos[1]* (PQ).

*[1]Serviço de Materiais e Combustível Nuclear - CDTN/CNEN - *(adelina@cdtn.br); [2]Departamento de Física - UFMG*
Palavras Chave: *nanotubos de carbono, síntese CVD, purificação de nanotubos).*

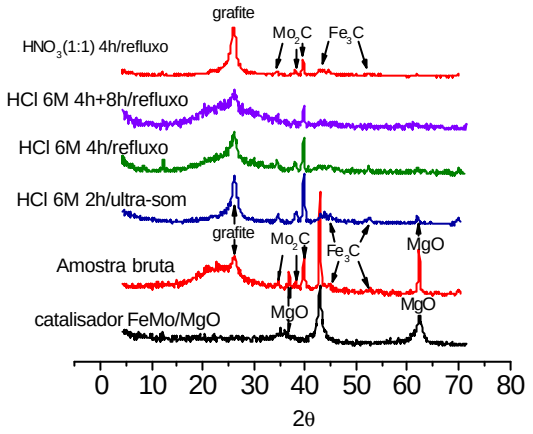
Introdução

Os métodos de síntese de nanotubos de carbono (NCs) em larga escala geram amostras de dimensões e composições variadas, com teor de impurezas que podem atingir até 80% em massa, dependendo do método utilizado. Faz-se necessário então uma etapa de purificação para que sejam eliminados subprodutos de síntese como carbono amorfo e nanocarbonos, bem como partículas de metais de transição (catalisadores) e de cerâmicas (suporte), se for o caso[1]. O presente trabalho traz resultados de um estudo de purificação que vem sendo realizado no grupo de Manipulação Química de Nanotubos de Carbono do CDTN/CNEN em amostras de SWNTs sintetizados no Lab. de Nanomateriais do Depto de Física da UFMG. As amostras são obtidas pela técnica CVD (deposição química da fase vapor), utilizando-se catalisador bimetálico Fe/Mo suportados em óxido de magnésio e etileno (C_2H_4), como fonte de carbono[2]. Os NCs foram submetidos a tratamentos ácidos sob diferentes condições para eliminação da matriz cerâmica e de fases dos catalisadores, identificadas neste trabalho como carbetos e óxidos de Fe (Mössbauer) e carbetos de Mo (difração de raios X). Além destas técnicas, as impurezas foram caracterizadas por análise térmica (teor total), espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS), fluorescência de raios X e microanálise por espectroscopia de dispersão de energia (EDS). A qualidade estrutural dos nanotubos foi avaliada por espectroscopia Raman.

Resultados e Discussão

A caracterização da composição da amostra bruta revelou 50% de impurezas com a presença de C, Mg, Fe e Mo, além de traços de Ca, Ti e Zn. A purificação das amostras seguiu quatro rotas: 1- HCl 6M por 4 h sob refluxo; 2- HCl 6M por 4h e em seguida por mais 8h sob refluxo; 3- HCl 6M por 2 h sob banho de ultrassom; 4- HNO_3 (1:1) por 4h sob refluxo. Todos os tratamentos foram eficientes para a remoção do MgO, entretanto, a rota 02 apresentou melhor resultado para a remoção de Fe e Mo. Uma análise detalhada realizada por espectroscopia Mössbauer e difração de raios X mostrou que os tratamentos levam à eliminação dos óxidos de Fe, mas não dos carbetos de Fe e Mo (Fig. 01). Observou-se por XPS apenas um sinal pequeno de Fe e nenhum de Mo nas amostras bruta e purificadas. Este fato é uma forte indicação de que as partículas metálicas estão encapsuladas, provavelmente por multicamadas grafíticas, o que dificulta o ataque ácido e sua remoção. O estudo Raman evidenciou que os tratamentos empregados não introduzem grande quantidade de defeitos na superfície dos tubos, mas promovem a eliminação seletiva de tubos dependente da natureza do ácido e da condição de tratamento (ultrassom ou refluxo).

Figura 02 – Difratogramas de raios X do catalisador e



de amostras bruta e purificadas

Conclusões

A purificação de amostras de NCs preparados por CVD com o sistema Fe-Mo/MgO tem sido estudada sistematicamente. O óxido de Mg é eliminado facilmente com tratamentos ácidos leves, entretanto resíduos de Fe e Mo persistem devido à formação de partículas muito estáveis de carbetos, encapsuladas por camadas grafíticas.

Agradecimentos

CNPq, Fapemig, Instituto de Nanociências.

[1] Haddon, R. C.; Sippel, J. ; Rinzler, A. G.; .Papadimitrakopoulos, F. *MRS Bull.* **2004**, April, 353.
[2] Liu, B. C.; Lyu, S. C.; Jung, S. I.; Kang, H. K.; Yang, C.-W.; Park, J. W.; Park, C. Y.; Lee, C. J. *Chem. Phys. Lett.* **2004**, *383*, 104.