

Estudo de Nanotubos de Carbono Modificados Quimicamente por Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios-X

Daniel Andrada (PG), Henriete S. Vieira (PQ), Renato de Mendonça (PQ), Adelina P. Santos (PQ)
Maximiliano D. Martins (PQ), Waldemar A. A. Macedo (PQ), Clascídia A. Furtado (PQ).

Email: clas@cdtn.br

Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear, CDTN/CNEN, Belo Horizonte/MG.

Palavras-Chave: nanotubo de carbono, funcionalização, XPS.

Introdução

Por apresentarem propriedades eletrônicas, térmicas, estruturais, mecânicas e químicas excepcionais, os nanotubos de carbono (NC) estão sendo considerados um dos mais notáveis nanomateriais, de grande impacto científico e tecnológico [1]. Entretanto, os maiores desafios no estudo e exploração de tais propriedades estão em manipular moléculas isoladas de nanotubo. Em geral, os métodos de síntese de NC geram amostras complexas, com amplas distribuições de diâmetro e quiralidade e diferentes teores de impurezas diversas, como carbono amorfo, suporte cerâmico, carbetos metálicos e nanopartículas metálicas.

A funcionalização covalente de NC mostra-se como uma estratégia importante, que pode levar à obtenção de amostras puras, com especificidade química e separadas por tipos [2]. Como os sítios quimicamente reativos na molécula de NC são poucos (< 5 m/m (%)) e os derivados obtidos são na maioria das vezes insolúveis, a caracterização da ocorrência de reações químicas em moléculas de NC, bem como dos produtos obtidos, não é trivial. Neste trabalho, apresentamos um trabalho sistemático de caracterização de NCs funcionalizados com grupos contendo oxigênio por espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-X (XPS, XRay Photoelectron Spectroscopy), auxiliado por resultados de FTIR e titulometria ácido-base. XPS fornece dados sobre a composição atômica da superfície, a identificação elementar, o estado químico e o número de coordenação dos átomos localizados próximos à superfície de um material, com sensibilidade para investigar mudanças sutis no ambiente químico da superfície de NC [3,4].

Resultados e Discussão

Amostras de NC de paredes simples (SWNT, single-wall nanotube) sintetizadas pelo método de arco elétrico foram submetidas a processos oxidativos térmico (aquecimento a 350°C em atmosfera de ar seco) e químico (digestão em H₂O₂, HNO₃ e H₂SO₄). Sob essas condições, espera-se que grupos contendo oxigênio liguem-se aos átomos de

carbono das extremidades e àqueles localizados em defeitos estruturais ao longo da parede dos tubos, diminuindo o caráter sp² e aumentando o caráter sp³ das ligações C-C nos NC. Essas variações foram claramente observadas nos espectros de XPS das amostras de SWNT. Como exemplo, a Fig. 1 apresenta em detalhe os espectros XPS na região dos sinais do carbono (C1s) da amostra bruta (a) e após tratamento químico (b). O ajuste das curvas indica a presença de outros picos, além do pico principal do carbono C1s, em torno de 284,6 eV [3,4]. Esses picos foram identificados como contribuições de carbonos oxidados (grupos GO; C=O e O-C=O), presente em maior quantidade na amostra de SWNT oxidada (Fig. 1b). A principal diferença observada entre as amostras oxidadas por tratamentos diferentes, está na razão sp²/sp³ obtida para o carbono. A área sob os picos está relacionada à quantidade relativa da funcionalidade na amostra.

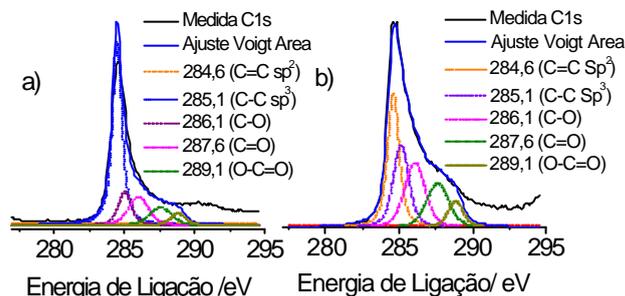


Fig. 1. a) Sinal do C1s da amostra de nanotubo bruta, e b) após tratamento químico.

Conclusões

Nossos resultados demonstram que através de XPS foi possível caracterizar o estado químico de átomos carbono em amostras de NC e ainda acompanhar a evolução de reações químicas realizadas na superfície dos mesmos, através da modificação das quantidades relativas de carbono sp²/sp³ e dos sítios de carbono oxidados.

Agradecimentos

CNPq, FAPEMIG, Instituto do Milênio de Nanociência, CNEN.

¹ M. Terrones, *Int. Mat. Rev.* 49(6) 325-377 (2004).

² S. Banerjee, T. Hemraj-Benny, and S. S. Wong, *Adv. Mater.* 2005, 1, 17.

³ Okpalugo, T.I.T; Papakonstantinou, P.; Murphy, H.; McLaughlin, J e Brown, N.M.D. *Carbon* **2005**, 43, 2951-2959;

⁴ Lee, W.H., Kim, S.J.; Lee, W.J., Lee, J.G., Haddon, R.C, Reucroft, P.J, *Applied Surface Science.* **2001**, 181, 121-127.