

Estudo por XPS de nanopartículas de níquel passivadas por etileno glicol e PVP.

Giselle G. do Couto¹ (PG), Dante H. Mosca² (PQ), Wido H. Schreiner² (PQ), Aldo J. G. Zarbin^{1*} (PQ).

*aldo@quimica.ufpr.br

¹ Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná, UFPR. CP 19081, 81531-990 Curitiba-PR.

² Departamento de Física, Universidade Federal do Paraná, UFPR. CP 19091, 81531-990 Curitiba-PR.

Palavras Chave: Nanopartículas de níquel, XPS, passivante.

Introdução

O interesse em estudar nanopartículas (NPs) metálicas se dá devido às propriedades únicas que estes materiais apresentam. O aspecto central para o estudo de NPs está relacionado com a síntese das mesmas, pois estas apresentam alta área superficial e normalmente tendem a se aglomerar durante a síntese. Para evitar essa aglomeração é preciso estabilizar as NPs. Para tanto pode-se adicionar à superfície das partículas um composto, denominado de passivante, que atua formando uma camada protetora e impede a aglomeração e crescimento descontrolado do material. Vários são os materiais que podem ser utilizados como passivantes, dentre eles podemos citar moléculas orgânicas com grupos polares e polímeros. O passivante estabiliza as NPs fazendo uso do efeito estérico, media o crescimento das mesmas e também influencia nas características do material obtido. Nesta linha os objetivos deste trabalho estão centrados no estudo de NPs de Ni passivadas por etileno glicol e PVP, utilizando a técnica de XPS.

Resultados e Discussão

Para a síntese das nanopartículas de níquel foram utilizados dois procedimentos experimentais: (i) **Amostra Ni-EG**: dissolução do precursor metálico $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em etileno glicol (EG) e aquecimento em temperatura de 196 °C. Assim que o sistema atingiu a temperatura foi feita adição de NaBH_4 sólido; (ii) **Amostra Ni-PVP**: foi realizado o mesmo procedimento que em (i), contudo a temperatura utilizada foi de 140°C e houve adição de PVP (polivinil pirrolidona), juntamente com o precursor metálico. Os picos alargados observados no DRX de ambas as amostras correspondem à formação de Ni metálico na fase cúbica de face centrada. O espectro IV da amostra **Ni-EG** mostra bandas características do EG e o da amostra **Ni-PVP** apresenta bandas referentes ao PVP, a passivação das amostras por EG e PVP, respectivamente. A análise XPS das amostras **Ni-EG** e **Ni-PVP** indicam através dos espectros 1s do carbono e do oxigênio a presença de PVP e EG na superfície das NPs. Os espectros do $\text{Ni}2p_{3/2-1/2}$ são dominados pela componente do Ni^{2+} , embora uma 29ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

componente na energia de ligação 853,2 eV, referente ao $\text{Ni}2p_{3/2}$ bulk esteja presente em baixa intensidade. Isto sugere que os átomos de Ni da superfície das NPs estão oxidados. No entanto, os espectros $\text{Ni}2p_{3/2-1/2}$ das amostras são diferentes entre si e diferentes do esperado para o NiO, indicando clara interação entre os passivantes e as NPs. O espectro do PVP puro, na região do C1s, apresenta duas componentes, uma referente ao carbono da carbonila em maior energia de ligação e outra referente aos demais átomos de carbono da estrutura polimérica mais baixa energia de ligação. O espectro C1s da amostra **Ni-EG** apresenta duas componentes, sendo um indício de que o EG está atuando como um ligante monodentado. O espectro C1s da amostra **Ni-PVP**, apresenta duas componentes referentes ao carbono do PVP e do EG, confirmando que o EG atua co-passivando as partículas nesta amostra. Os dados mais interessantes de XPS encontram-se na região do O1s. O espectro O1s do PVP puro apresenta uma componente espectral dominante referente ao oxigênio da carbonila. O espectro da amostra **Ni-EG** apresenta duas componentes referentes aos átomos de oxigênio do EG, confirmando a presença de EG atuando como ligante monodentado. Já o espectro da amostra **Ni-PVP** é dominado pela componente do PVP, deslocado 1,23 eV para energia de ligação mais altas, confirmando que a passivação ocorre de maneira forte e através dos átomos de oxigênio presentes no polímero.

Conclusões

Os resultados nos permitem concluir que as nanopartículas de Ni são passivadas por etileno glicol, através da interação de um único grupamento OH, e passivadas por PVP através da interação do oxigênio da carbonila do polímero com o Ni.

Agradecimentos

CNPq, CAPES, CME-UFPR, Rede de Materiais Nanoestruturados (MCT), CT-ENERG/CNPq, TWAS.