

Contribuição à análise da composição de amostras de nanotubos de carbono por termogravimetria de alta resolução.

Glaura Goulart Silva(PQ), glaura@qui.ufmg.br

Departamento de Química, ICEx, UFMG, Campus Pampulha, C.P. 702, Belo Horizonte, 31270-901. Tel: 31 34995768

Palavras Chave: nanotubos de carbono, termogravimetria de alta resolução

Introdução

Nanotubos de carbono (CNT) podem ser produzidos majoritariamente como um tubo único (single-walled carbon nanotube – SWCNT), como dois tubos coaxiais (DWCNT) ou múltiplos tubos (MWCNT). Os processos de síntese levam em geral a uma mistura de tipos de tubos com diferentes dimensões, além de impurezas como carbono amorfo, partículas grafíticas, fulerenos e resíduo do metal catalisador. Quantificar a formulação de uma determinada amostra de nanotubo de carbono tem se mostrado um desafio considerável para a área. Um dos objetivos do trabalho recentemente realizado em nosso grupo tem sido a aplicação da análise termogravimétrica de alta resolução (HRTG) como recurso alternativo para, em conjunto com análises espectroscópicas e microscópicas, produzir uma avaliação quantitativa da composição de amostras de nanotubos de carbono. Neste trabalho será exemplificado o método empregado para três amostras comerciais: SWCNT (Carbolex)¹, DWCNT² e MWCNT³ (dois últimos Nanocyl).

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra a faixa de decomposição típica de amostras de nanotubos de carbono com quantidades variáveis de impurezas e que sofreram diversos tipos de tratamentos de purificação¹. A faixa de temperatura mostrada na Figura 1 é baseada em um conjunto de estudos realizados por TG e conduzidos a 5°C min⁻¹ em atmosfera de ar. Em uma faixa tão ampla de decomposição os eventos associados à degradação das diversas formas de carbono ficam sobrepostos.

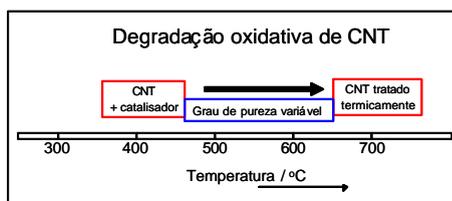


Figura 1. Faixa de degradação oxidativa de nanotubos de carbono¹.

A Figura 2 exemplifica o tipo de programa de temperatura aplicado na HRTG e a análise do

resultado obtido no caso de uma amostra de DWCNT.

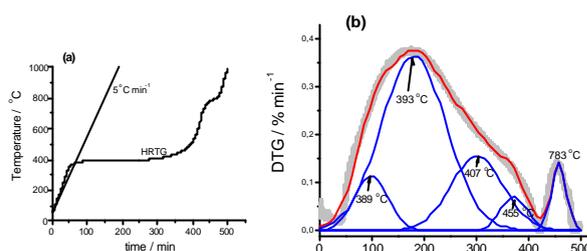


Figura 2. Análise de termogravimetria de alta resolução (HRTG) de uma amostra de DWCNT².

As Gaussianas utilizadas no ajuste do resultado na Figura 2(b) foram atribuídas às seguintes frações do material: i) 389°C – 10% de carbono amorfo sobreposto à degradação de CNTs; ii) 393°C e 407°C decomposição de 55% e 20% de CNTs com pequena diferença de reatividade; iii) 455°C – ~5% de partículas grafíticas; iv) 783°C – ~5% de SWCNT de espessura reduzida; e v) resíduo óxido do catalisador ~5%. Estas atribuições só foram possíveis em função do estudo microscópico detalhado (por TEM) e da análise de espectros Raman realizados em paralelo.

Conclusões

O método de HRTG contribui efetivamente para uma análise quantitativa da composição de amostras de CNT de pureza variável. Para tal, este método deve ser utilizado em conjunto com técnicas espectroscópicas e microscópicas.

Agradecimentos

O principal colaborador dos trabalhos relatados neste resumo é o mestre em química A.W. Musumeci. Outros colaboradores são os co-autores dos artigos citados. Os resultados foram obtidos durante um ano sabático realizado na “Queensland University of Technology”- Brisbane - Austrália, financiado pela Capes.

¹ Musumeci A.W.; Silva G.G.; Martens W.N.; Waclawik E.R.; Frost R.L. *J. Therm. Anal. Calorim.* **2007**, in press.

² Silva G.G.; Musumeci A.W.; Liu J.-W.; Liu H.-W.; Waclawik E.R.; George G.A.; Frost. R.L. *Carbon*, submetido **2007**.

³ Musumeci A.W.; Silva G.G.; Liu J.-W.; Martens W.N.; Waclawik E.R.; *Polymer* **2007**, in press.