

Nanotubos de carbono: purificação e caracterização por oxidação a temperatura programada (TPO)

Cristiane A. da Silva (PG)¹, Maria Iaponeide F. Macêdo (PQ)^{1,2}, Neocir da Silva (PG)¹, Ana M. Rocco¹ (PQ), <amrocco@eq.ufrj.br>

¹ Grupo de Materiais Condutores e Energia, Escola de Química, UFRJ ^{1,2}, Centro Universitário Estadual da Zona Oeste-UEZO- Campo Grande, 23070-200, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

Palavras Chave: nanotubos de carbono, purificação, TPO

Introdução

As propriedades estruturais, mecânicas, eletrônicas, entre outras, dos nanotubos de carbono (NTC), estimulam seu uso em um vasto campo de aplicações avançadas em nanotecnologia. Entretanto, a pureza das amostras é essencial para garantir os resultados. Normalmente, além do catalisador metálico têm-se outras formas de carbono como o amorfo e grafite. A purificação de amostras de NTC é considerada fundamental para obter materiais com características controladas para aplicação e normalmente consiste de três etapas: eliminação do suporte, das partículas metálicas e do carbono amorfo.¹

Neste trabalho, um experimento de TPO (Oxidação a Temperatura Programada) acoplado a um espectrômetro de massas foi realizado em amostras de NTC com o objetivo de estudar o comportamento frente ao O₂ das diferentes formas de carbono, NTC, grafite e amorfo. A análise foi realizada da temperatura ambiente a 1000°C a uma taxa de 10°C/min com um fluxo de 10mL/min de uma mistura gasosa de 5% de O₂/He.

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra em (a) os perfis de TPO das amostras originais de NTC com os catalisadores utilizados NTC/Ce(Ni_{0,5}Co_{0,5})₅, NTC/Ce₃(Ni_{0,5}Co_{0,5}), e a amostra purificada NTC/Ce₃(Ni_{0,5}Co_{0,5}), e em (b), (c) e (d) as curvas da decomposição em funções primitivas Gaussianas de cada uma das curvas de TPO, respectivamente. A decomposição foi realizada para quantificar os diferentes tipos de carbono. A purificação da amostra NTC/Ce₃(Ni_{0,5}Co_{0,5}) foi realizada por refluxo em solução aquosa HCl 3 mol/L¹ e a amostra foi analisada por microscopia eletrônica de transmissão e EDS. Os metais catalisadores estão presentes em concentração menor que 1%, não detectável pelo EDS. Observa-se no TPO da amostra de NTC/Ce(Ni_{0,5}Co_{0,5})₅ dois picos, um centrado em 447°C atribuído a perda do carbono menos estável (amorfo), e o outro em 655°C atribuído a perda de carbonos mais estáveis (grafite e NTC). No TPO da amostra Ce₃(Ni_{0,5}Co_{0,5}) observa-se um pico centrado em 487°C atribuído a perda de carbono menos estável (amorfo), e o segundo em 742°C atribuído a perda de diferentes tipos de carbonos mais estáveis (NTC e grafite). Nos perfis do TPO das amostras originais observa-se diferença significativa nas proporções dos tipos distintos de carbono, havendo uma inversão de intensidade entre o primeiro e o segundo pico das curvas de TPO para as duas amostras. A concentração do metal utilizado na síntese influencia na produção dos diferentes tipos de carbono e no deslocamento dos picos. A sua presença, mesmo em concentrações baixas pode também levar uma fração dos NTC perfeitos a reagirem com o O₂ em temperaturas mais baixas, como 460 °C.

O tratamento ácido da amostra de NTC promoveu a solubilização de boa parte do carbono amorfo como observado no TPO. Porém, deve-se notar que a forma

e a posição do pico do TPO pode variar com alterações na composição do catalisador, da cinética do processo de oxidação e da quantidade de carbono na superfície.

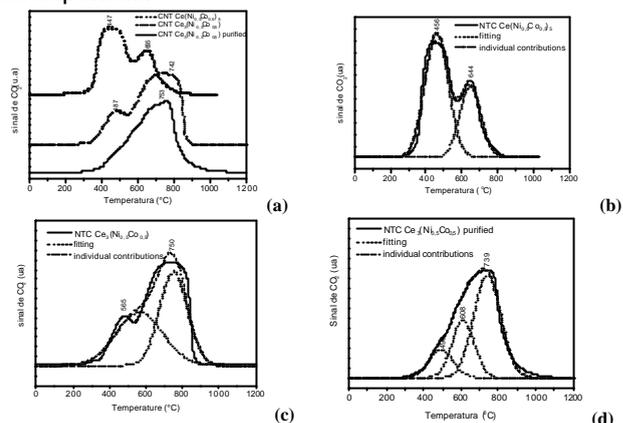


Figura 1. Curvas de TPO: (a) espécies de carbono presentes nas amostras de NTC, (b) e (c) decomposição das curvas de TPO das amostras de NTC originais Ce(Ni_{0,5}Co_{0,5})₅ e Ce₃(Ni_{0,5}Co_{0,5}) e (d) decomposição da curva de TPO da amostra de NTC/Ce₃(Ni_{0,5}Co_{0,5}) tratada com HCl 3 mol/L.

A Tabela 1 mostra os percentuais dos diferentes tipos de carbonos presentes nessas amostras, de acordo com as contribuições obtidas pela decomposição em funções primitivas gaussianas.

Tabela 1. Percentuais dos diferentes tipos de carbono em cada amostra de NTC.

Amostra	Porcentagem dos diferentes tipos de carbono			
	Carbono amorfo	Grafite	NTC	NTC + Grafite
NTC/Ce(Ni _{0,5} Co _{0,5}) ₅ original	65,9	—	—	34,1
NTC/Ce ₃ (Ni _{0,5} Co _{0,5}) original	45,5	—	—	54,5
NTC/Ce ₃ (Ni _{0,5} Co _{0,5}) tratada	14,5	58,50	27,0	—

Conclusões

As análises de TPO mostraram que quanto maior a quantidade de catalisador utilizado na síntese do NTC, maior o percentual de carbono amorfo na amostra. Por TPO e TEM observou-se que os NTC e o grafite são difíceis de separar.

Agradecimentos

CNPq (CT Energ 2003/2004), FAPERJ, NUCAT, Grupo de Combustíveis Alternativos, IFGW (UNICAMP) pelas amostras

¹Silva, C.A., Macêdo, M.I.F., Rocco, A.M. SBPM AT-2006.