

# Influência dos métodos de síntese de catalisadores suportados na obtenção de nanotubos de carbono por CVD

Ana Paula de Carvalho Teixeira<sup>1</sup>(PG)\*, Leandro Assis Magalhães<sup>1</sup> (IC), Clascídia Aparecida Furtado<sup>1</sup> (PQ), Adelina Pinheiro Santos<sup>1</sup> (PQ).

<sup>1</sup>Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, MG, Brasil; \*anapaula\_cta@yahoo.com.br

Palavras Chave: Nanotubos de Carbono, catalisadores suportados, impregnação, co-precipitação.

## Introdução

Os nanotubos de carbono (NCs) são hoje um dos nanomateriais mais estudados, tanto do ponto de vista de suas várias aplicações em nanotecnologia, quanto pela busca do entendimento da química e física de sistemas unidimensionais.

Um método utilizado para a síntese de NCs é a deposição química da fase vapor (CVD), o qual consiste na decomposição térmica de uma fonte de carbono na presença de nanopartículas metálicas. Essas nanopartículas podem ser formadas *in situ*, depositadas sobre substratos ou dispersas em uma matriz cerâmica<sup>[1]</sup>. A composição dos catalisadores e o método de preparação dos mesmos têm grande influência na síntese via CVD, uma vez que o diâmetro, número de paredes e a qualidade estrutural dos tubos formados depende diretamente das características das partículas catalisadoras, e da interação destas com o material suporte.

O presente trabalho consiste no estudo de catalisadores do tipo Fe/Mo suportados em MgO obtidos pelos métodos de co-precipitação e impregnação e sua influência nas características dos NCs sintetizados sobre esses sistemas.

## Resultados e Discussão

Foram empregadas duas rotas de preparação dos sistemas catalisadores: 1) método de co-precipitação de hidróxidos (Fe-Mo/MgO ppt.); 2) impregnação da matriz cerâmica com uma solução contendo sais metálicos (Fe-Mo/MgO imp.). Em ambas as rotas a seguinte razão molar foi utilizada: Fe/Mo/MgO = 1:0,35:11,5. Antes da síntese CVD, os sistemas foram calcinados a 500°C/1h. Os NCs foram crescidos em um forno horizontal a 900°C por 20 min, usando etileno (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>) como fonte de carbono e argônio (Ar) como gás de arraste. Com o intuito de verificar possíveis mudanças de fases dos catalisadores antes da entrada do hidrocarboneto no forno CVD, estes foram submetidos à mesma rampa de aquecimento até 900°C sob atmosfera controlada de Ar e mantidos nesta temperatura por 1 min.

O estudo DRX da amostra Fe-Mo/MgO imp mostrou a presença de duas fases: MgO e MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, sendo esta última formada em pequena extensão após o tratamento em Ar. Nenhuma fase de Mo foi observada. Já no difratograma da amostra Fe-Mo/MgO ppt, além das duas fases anteriores, uma terceira fase, identificada como um óxido duplo de

Fe e Mo: Fe<sub>2</sub>Mo<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, é formada durante o tempo de residência do catalisador no forno de reação.

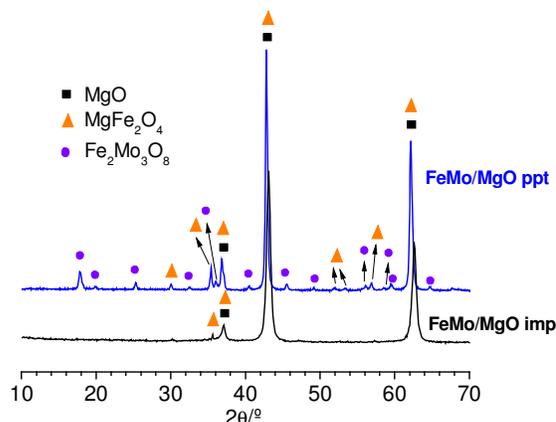


Figura 1. Difratogramas dos catalisadores, tratados a 900°C/Ar. (radiação síncrotron,  $\lambda=1,55017\text{\AA}$ )

O rendimento de carbono (calculado em relação à massa inicial de catalisador corrigida pela massa perdida durante o aquecimento) depende fortemente do tipo de catalisador, tendo sido de 92% para o catalisador obtido por co-precipitação e de 140% para o catalisador obtido por impregnação, revelando que o Fe está mais disponível no sistema obtido por impregnação. Foram observadas por MEV estruturas fibrosas mais espessas nas amostras crescidas sobre Fe-Mo/MgO ppt. O estudo Raman indica a presença de NCs de paredes simples e múltiplas em ambas as amostras.

## Conclusões

No sistema obtido por co-precipitação, duas fases de Fe são formadas durante o tempo de residência do catalisador no forno (MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, Fe<sub>2</sub>Mo<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), já no sistema obtido pelo método de impregnação, ocorre a formação de apenas da fase MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, provavelmente na superfície das partículas de MgO. O método de preparação dos catalisadores tem influência direta no tipo de estruturas carbônicas formadas e no rendimento da síntese de NCs.

## Agradecimentos

Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), CNPq, Fapemig, CNEN.

<sup>1</sup> Dresselhaus M. S., Jorio A., Carbon Nanotubes: Advanced topics in the structure, properties and applications, Springer, Berlin, 2008.