

Purificação de nanotubos de carbono via radiação microondas

Vinícius G. de Castro ^{*1}(IC), Aline M. F.Lima ¹(PQ), Letícia M. Costa ¹(PQ), Glauro G. Silva ¹(PQ)

*viniciusgomide@hotmail.com

¹Departamento de Química, ICEx, UFMG. Av. Antônio Carlos, 6627, Pampulha, Belo Horizonte, MG, Brasil.

Palavras Chave: Nanotubos de carbono, purificação, radiação microondas.

Introdução

Os nanotubos de carbono (NTC) têm atraído grande interesse científico e tecnológico, devido a sua combinação única de propriedades térmicas, elétricas e mecânicas. No entanto, seus métodos de síntese resultam em impurezas, como as partículas metálicas, carbono amorfo e partículas de grafite e fulereno, que podem afetar significativamente suas propriedades.

Neste trabalho, foram estudados diferentes métodos de purificação de nanotubos de camada simples (SWNT), utilizando a radiação microondas a fim de se reduzir o tempo de purificação e os danos à estrutura dos NTC. A eficiência dos tratamentos foi analisada por termogravimetria (TG) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Resultados e Discussão

Os SWNT produzidos por descarga por arco fornecidos pela empresa Carbolex, Inc. (EUA) foram dispersos inicialmente em três diferentes soluções: 1) HNO₃ 6M; 2) HCl 6M/H₂O₂ 30% v/v e 3) NH₄OH 25% v/v / H₂O₂ 30% v/v. As dispersões foram sonicadas utilizando um banho ultrassônico e refluxadas em forno microondas adaptado por 1h em cada etapa, dando origem aos tratamentos de 1 a 3 reportados neste trabalho.

A Tabela 1 apresenta os dados obtidos a partir da análise das linhas Gaussianas usadas para ajustar as curvas derivadas termogravimétricas (DTG). A curva DTG dos SWNT não purificados foi ajustada com duas linhas Gaussianas, sendo a segunda atribuída à presença de SWNT, com largura de meia altura de 37°C, característica da largura de decomposição de fase relativamente homogênea¹. A primeira linha do ajuste pode estar relacionada a oxidação de carbonos amorfos. A curva DTG para o SWNT após o tratamento 1 apresentou largura de meia altura de 30°C e o resíduo metálico foi reduzido sete vezes (5%). Entretanto as imagens MEV mostraram que o material purificado apresenta parcela de carbono em forma não tubular. Os tratamentos 2 e 3 apresentaram uma redução no resíduo para 15 e 33%, respectivamente.

No tratamento 4, foram adicionados aos SWNT apenas 200µL de cada uma das seguintes soluções: HCl 6M, H₂O₂ 30% v/v e NaClO 2,0-2,5%. Os nanotubos foram submetidos à radiação

microondas por 30 minutos dentro de um esterilizador próprio para microondas². Os resíduos foram reduzidos para 23% em relação aos SWNT não purificados.

Tabela 1. Resíduos e linhas Gaussianas de SWNT obtidas a partir da DTG (em atmosfera de ar sintético e razão de aquecimento 5°C/min).

Amostra	1 ^a	2 ^a	Resíduo (%)
	Gaussiana	Gaussiana	
SWNT não purificado	P ₁ = 363°C L ₁ = 65°C A ₁ = 40%	P ₁ = 415°C L ₁ = 37°C A ₁ = 15%	36
Tratamento 1	*	P ₁ = 467°C L ₁ = 30°C A ₁ = 47%	5
Tratamento 2	P ₁ = 426°C L ₁ = 40°C A ₁ = 40%	P ₁ = 504°C L ₁ = 68°C A ₁ = 21%	15
Tratamento 3	P ₁ = 337°C L ₁ =110°C A ₁ = 20%	P ₁ = 383°C L ₁ = 66°C A ₁ = 29%	33
Tratamento 4	P ₁ = 365°C L ₁ =60°C A ₁ = 32%	P ₁ = 444°C L ₁ =85°C A ₁ = 34%	23

P= Pico; L= Largura de meia altura A= Área; As áreas não somam 100% em todos os casos em virtude de perdas de massa em outras faixas de temperatura.

*Perdas significativas de massa ocorrem na faixa de temperatura de ambiente até 350°C, provavelmente associadas à oxidação de carboxilas funcionalizadas no material carbonáceo.

As micrografias das amostras, após todos os tratamentos, apresentaram além de SWNT, materiais carbonáceos e resíduos metálicos, sendo em menor quantidade para os SWNT submetidos ao tratamento 1.

Conclusões

O tratamento com ácido nítrico levou à produção de um material com menor quantidade de resíduos metálicos, mas não favoreceu a separação dos diferentes carbonáceos. O tratamento 4 será otimizado em virtude de vantagens experimentais tais como menor quantidade de solventes e redução do tempo de tratamento.

Agradecimentos

Fapemig, Rede Nacional de Pesquisa em Nanotubos de Carbono.

¹Trigueiro, J.P.C. e colaboradores. *J. Nanosci. Nanotechnol.* **2007**, 7, 3477.

²Matos, W.O. e colaboradores. *10th Rio Symposium on Atomic Spectrometry*, **2008**, Salvador, BA, OP12.