

Nanoplacas hexagonais de hidróxidos de cobalto e níquel obtidas através de síntese hidrotérmica

Nathália M. Carneiro* (PG), Fernando A. Sigoli (PQ) e Italo O. Mazali (PQ)

nathaliacarneiro@iqm.unicamp.br

Laboratório de Materiais Funcionais- LMF - Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, CEP 13083-970, Campinas, SP

Nanopartícula, Morfologia, Síntese Hidrotérmica

Introdução

O controle do tamanho e morfologia dos materiais é um fator determinante nas pesquisas de nanociência e busca de novas propriedades. Destacam-se os metais de transição como Co e Ni, que possuem importante aplicação eletroquímica e catalítica quando na forma de hidróxidos com diferentes morfologias reportadas na literatura. Dentre os vários métodos, a síntese hidrotérmica se destaca por apresentar um controle efetivo sobre tamanho e forma, controle da incorporação de impurezas no produto, homogeneidade, menor tempo e temperatura de reação.

Resultados e Discussão

O procedimento de síntese consistiu na dissolução de 1 mmol de MCl_2 ($M = Co$ e/ou Ni) e 3 mL de trietilamina em água deionizada com agitação. A mistura foi então transferida para uma autoclave de teflon, a qual foi preenchida com água deionizada até 80 % de seu volume e tratada a 160 °C por 24 h sem agitação. O sólido obtido foi lavado e centrifugado sucessivamente com água deionizada e etanol anidro, posteriormente foi seco sob vácuo a 60 °C durante 6 h. A síntese a partir de $CoCl_2$ apresenta picos de XRD em 19,1°; 32,5°; 37,9°; 51,4°; 57,9°; 61,6° (2θ) correspondentes a fase $\beta-Co(OH)_2$ (JCPDS 421467) com tamanho médio de cristalito calculado pela lei de Scherrer ($k/\lambda B \cdot \cos\theta$) de 37 nm. O produto de $NiCl_2$ apresenta estrutura isomórfica com picos em 19,2°; 33,0°; 38,54°; 52,0°; 59,0°; 62,6° (2θ) correspondentes a $Ni(OH)_2$ (JCPDS 14117) e tamanho médio de cristalito de 39 nm. Devido a pequena variação no raio iônico, mesmo estado de oxidação, mesmo tipo de sistema cristalino e pouca diferença de eletronegatividade a mistura 1:1 dos reagentes leva a formação de solução sólida, com picos em posições intermediárias ao $\beta-Co(OH)_2$ e $Ni(OH)_2$ com tamanho médio de cristalito de 30 nm. A formação de hidróxido é corroborada pelos dados de FTIR, principalmente pela presença de uma banda fina em 3635 cm^{-1} atribuída à água em sítio cristalográfico bem definido comum nos três espectros. Outras bandas são atribuídas à moléculas de água adsorvidas na superfície na região de 3441 cm^{-1} e

1650 cm^{-1} . Estão presentes bandas específicas da ligação Co-O em 494 cm^{-1} , ligação Ni-O em 443 cm^{-1} e 537 cm^{-1} . Na mistura observa-se novamente a contribuição dos dois metais. As imagens de SEM apresentam placas finas hexagonais com distribuição de tamanho e forma praticamente homogênea cujo tamanho médio entre arestas opostas de 230 nm e espessura média é de 18 nm para $Co(OH)_2$ e 120 nm x 15 nm para $Ni(OH)_2$.

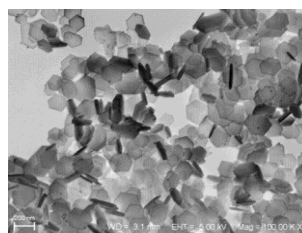


Figura 1. Nanoplacas hexagonais de $Co(OH)_2$.

Quanto à morfologia da mistura, há a formação de placas hexagonais com arestas de tamanhos diferentes. Essa irregularidade nas placas deve estar diretamente relacionada com o processo de nucleação e crescimento das partículas aliada ao produto de solubilidade de cada espécie. A nucleação deve ter início na superfície dos discos de $Ni(OH)_2$, pois ele apresenta um produto de solubilidade de $5,48 \times 10^{-16}$, que é menor do que o produto de solubilidade do $Co(OH)_2$ de $5,92 \times 10^{-15}$.

Conclusões

Nanoplacas hexagonais de hidróxidos com uma distribuição homogênea e espessura da ordem de nanômetros podem ser obtidas através de síntese hidrotérmica. A mistura de cloreto de cobalto e níquel resulta na preservação da morfologia com pequenas distorções no tamanho das arestas dos hexágonos possivelmente devido à diferença no produto de solubilidade dos respectivos hidróxidos que influenciam o processo de nucleação e crescimento das nanoplacas.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES, CNPq, FAPESP e INOMAT.