

## 1. INTRODUÇÃO

Nanotubos de carbono foram observados em 1991 por Sumio Iijima em uma das suas pesquisas sobre a produção de fulerenos. Eles são folhas de grafeno enroladas de maneira a formar uma peça cilíndrica. Possuem duas categorias: nanotubos de carbono de parede única e os nanotubos de carbono de paredes múltiplas (NTCPM). Os campos de aplicação tecnológica incluem as áreas de energia, aeroespacial, automotiva, médica e a indústria química. Há algumas métodos de síntese dos nanotubos: combustão, arco elétrico, arco elétrico a vácuo, ablação a laser e deposição química a vapor.

## 2. OBJETIVO

O Objetivo do trabalho consistiu em analisar a influência da temperatura no método de síntese por deposição química à vapor (CVD) variando de 850° a 900° C, visando a obtenção de nanotubos de qualidade com pouco ou quase nenhum carbono amorfo e em boa quantidade.

## 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O método de CVD consiste na deposição de um vapor ou gás contendo átomos de carbono, na presença de um catalisador metálico em atmosfera inerte. Neste estudo foram realizadas cinco sínteses por CVD, onde o único parâmetro de síntese modificado foi a temperatura, este foi variado em 10°C por síntese realizada, entre as temperaturas de 850° a 900°C. O catalisador Magnésio Ferrita (13 mg) foi introduzido numa barca de alumina e inserido num forno (Jung, modelo LT3 -9013) com câmara tubular horizontal de quartzo. O forno foi programado para aquecer até a temperatura desejada (850° a 900°C) (50°C/min) com fluxo contínuo de Ar (300 cm<sup>3</sup>/min). Para esta temperatura foi configurado um de patamar de 40 minutos. Ao atingir 600°C, o fluxo de Hidrogênio (30 cm<sup>3</sup>/min) é aberto; quando o forno chega a temperatura de patamar o Hexano (30 cm<sup>3</sup>/min) é aberto e o fluxo de Argônio é fechado. Ao final do tempo de patamar o Hexano é fechado e o Argônio é novamente aberto; no momento que o forno resfria até 500°C, o hidrogênio é fechado e apenas o Argônio permanece sendo passado. Em 100°C o Argônio é fechado e a amostra é retirada e, por fim, ela é pesada e guardada. Os pesos finais respectivos a estas amostras estão descritos na tabela 1.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Após ter feito a síntese e ter pesado foi possível observar que as amostras entre as temperaturas de 850°C a 870°C, apresentaram a maior produção em massa, com valores superiores a 100% de rendimento de peso em massa.

Os espectros Raman da figura 1 apresentam as bandas D e G ( $I_D/I_G$ ) na região de 1342 cm<sup>-1</sup> e 1572 cm<sup>-1</sup> respectivamente, caracterizando a presença de NTCPM para todas as amostras obtidas. A banda G' na região de 2715 cm<sup>-1</sup> identifica o grau de pureza dos NTCPM. Quanto maior a intensidade da banda G', maior o grau de pureza dos NTC, ou seja, menor a presença de carbono amorfo. Na mesma figura é possível observar os valores referente a razão ( $I_D/I_G$ ), a qual representa o grau de grafitação do material, ou seja, a quantidade de NTC na amostra. Quanto mais baixa for esta relação, maior será a quantidade de NTC presentes na amostra. Apartir destes valores pode-se concluir que entre as temperaturas de 850°C a 870°C ocorreu uma maior produção de NTCPM; a partir de 880°C ocorreu uma pequena diminuição na quantidade e na qualidade dos tubos produzidos. Isto ocorre devido ao aumento sofrido pela razão ( $I_D/I_G$ ) e por uma pequena diminuição de intensidade da banda G'.

Seguindo este raciocínio observou-se que a temperatura de 850° C, apresentou a melhor resposta, com relação ao aspecto de quantidade e qualidade. E esta amostra foi encaminhada para ser analisada por MEV e MET. As micrografias obtidas por MEV podem ser observadas na Figura 2 (a, b), e estas nos ajudam a validar os resultados previamente encontrados no espectro Raman (Figura 1a). Nestas micrografias é possível observar uma grande quantidade de NTCPM, quase nenhuma presença de carbono amorfo, e um ótima qualidade estrutural. Por fim, o MET permitiu observar que estes NTCPM possuem diâmetros da ordem 10nm a 100nm e de algumas dezenas de micrometros de comprimento, conforme pode ser observado pelas micrografias de transmissão das Figuras 2 c e d.

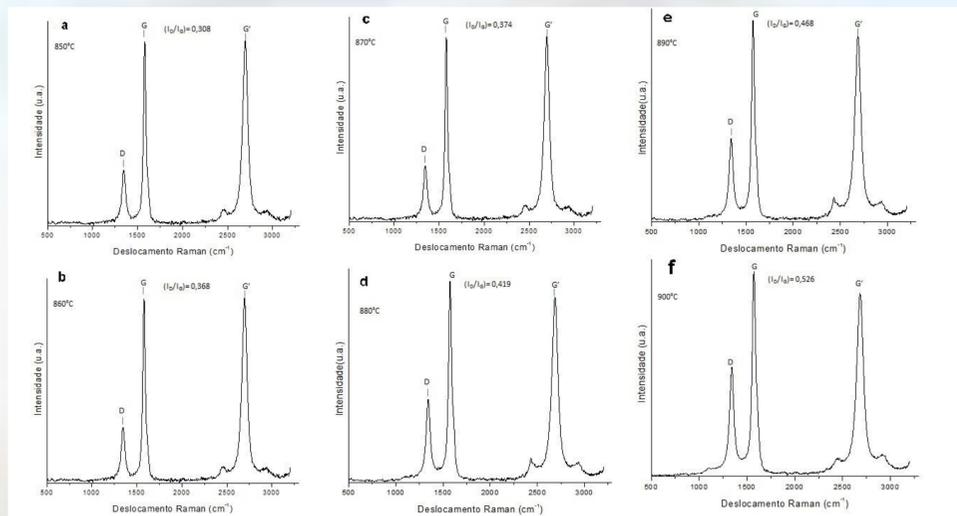


Figura 1: Raman das amostras pelas temperaturas: (a) 850° C , (b) 860°C, (c) 870°C, (d) 880°C, (e) 890°C e (f) 900°C.

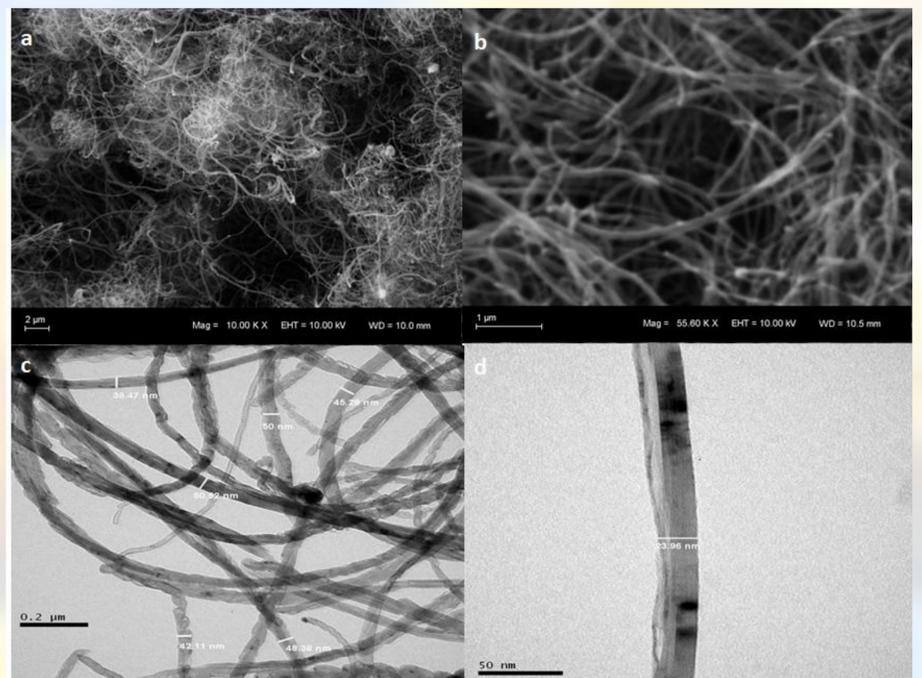


Figura 2: (a) e (b) Micrografias MEV da amostra 850°C, (c) e (d) Micrografias MET da mostra 850°C

Tabela1: Massa obtidas nas sínteses.

	Massa Inicial (g)	Massa Final (g)	Diferença de Massa (g)
<b>850°C</b>	0,013	0,227	0,214
<b>860°C</b>	0,013	0,207	0,194
<b>870°C</b>	0,013	0,147	0,134
<b>880°C</b>	0,013	0,103	0,090
<b>890°C</b>	0,013	0,095	0,082
<b>900°C</b>	0,013	0,097	0,084

## 5. CONCLUSÕES

Tendo em vista as análises realizadas sobre espectros Raman, concluiu-se que a temperatura está diretamente correlacionada à qualidade dos NTCPM e quantidade de material obtido pelo método CVD. Por sua vez, as análises micrográficas realizadas na amostra de 850°C comprovaram a presença de NTCPM de qualidade e a baixa quantidade de carbono amorfo, validando as observações obtidas pelos espectros Raman.

## 6. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem o suporte: CNPq, CAPES, ANP e UFRGS.