

INTRODUÇÃO E OBJETIVO

A nanotecnologia é uma área muito interessante que vêm crescendo com a descoberta do seu alto potencial de aplicação para muitos ramos da indústria. Estes materiais possuem propriedades diferentes daquelas na escala macroscópica, e, portanto, a habilidade de sintetizar, controlar, medir e manipular estes materiais ainda está na fase de desenvolvimento.

O presente trabalho teve como objetivo sintetizar e caracterizar nanopartículas de Pd e de Co adsorvidas sobre carbono a fim de se obter materiais com potenciais aplicações e/ou características interessantes na área de materiais.

METODOLOGIA

A síntese das nanopartículas de Paládio e de Cobalto foram realizadas por precipitação em solução aquosa como exemplificado no esquema da Figura 1.

As condições da síntese estudadas foram:

- Proporções dos Reagentes/Aditivos;
- Meio aquoso ou meio alcóolico;
- Tipo de substrato;
- Modo de separação;
- Modo de secagem.

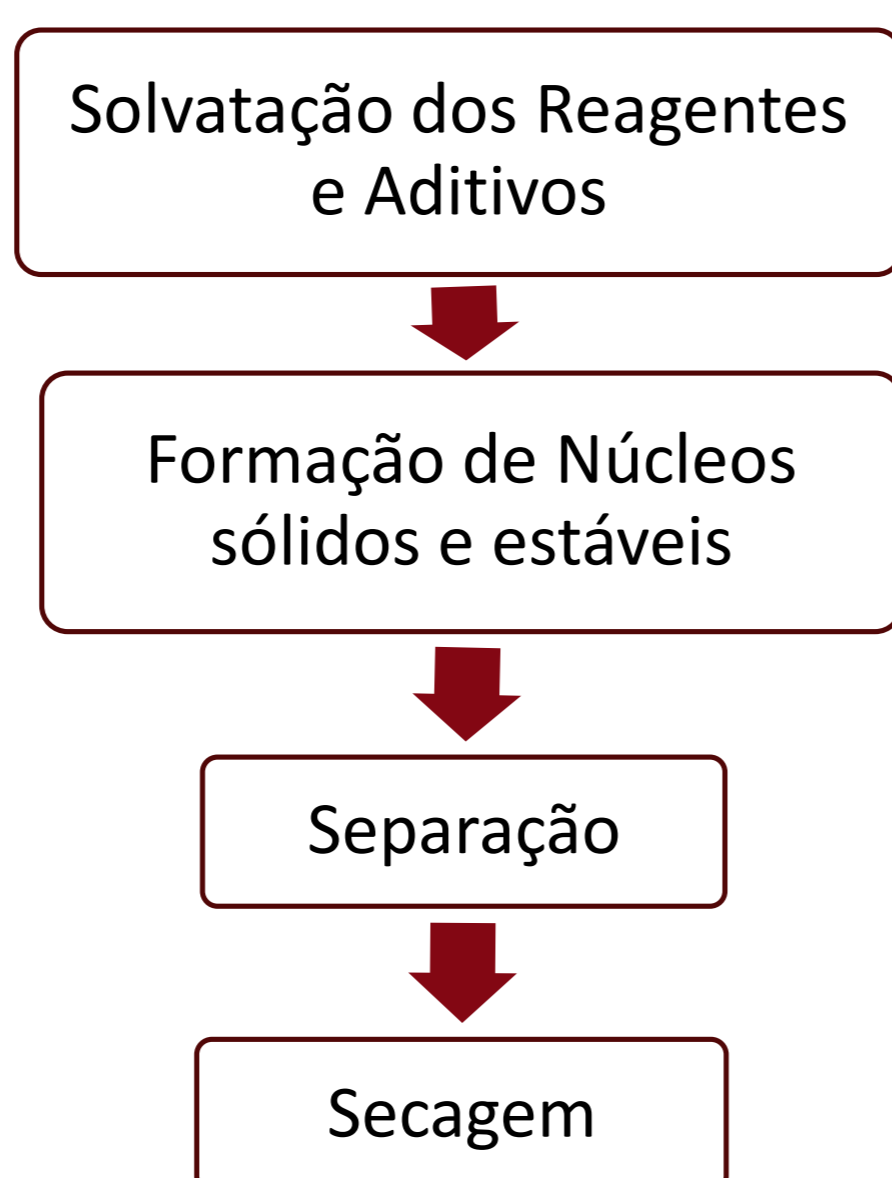


Figura 1. Esquemática da síntese

As amostras preparadas foram caracterizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), por Difração de raios-X (DRX) e por Espectroscopia de Fotoluminescência.

- I. As Imagens de MEV das nanopartículas foram realizadas no Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFRGS
- II. Os difratogramas de raios-X foram realizados no IF da UFRGS usando o equipamento Diffraktometer D500 Siemens com uma fonte de radiação Cu α (17,5 mA, 40 kV e $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$), do IF da UFRGS. Os difratogramas foram comparados com os apresentados na base de dados de cristalografia ICSD (Inorganic Crystal Structure Database) e partir dos mesmos, obteve-se os dados necessários para o cálculo do diâmetro de partícula.
- III. A espectroscopia por Fotoluminescência foi realizada no Laboratório de Espectroscopia de Elétrons do IF.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Dentre os resultados obtidos destaca-se:

A figura 2 apresenta o difratograma das amostras de nanopartículas de Pd suportadas em Vulcan em comparação com o difratograma do Pd massivo (PDF 5-681).

- ✓ Planos cristalinos associados a Pd que cristaliza na estrutura cúbica de face centrada com parâmetros de rede $a=b=c= 3,89 \text{ \AA}$.
 - ✓ Picos característicos em $2\theta=39,6^\circ; 46^\circ$ e $66,6^\circ$.
- A diferença observada está nas intensidades relativas e no alargamento dos picos de difração, o que sugere que a síntese realizada produziu nanopartículas de Pd.

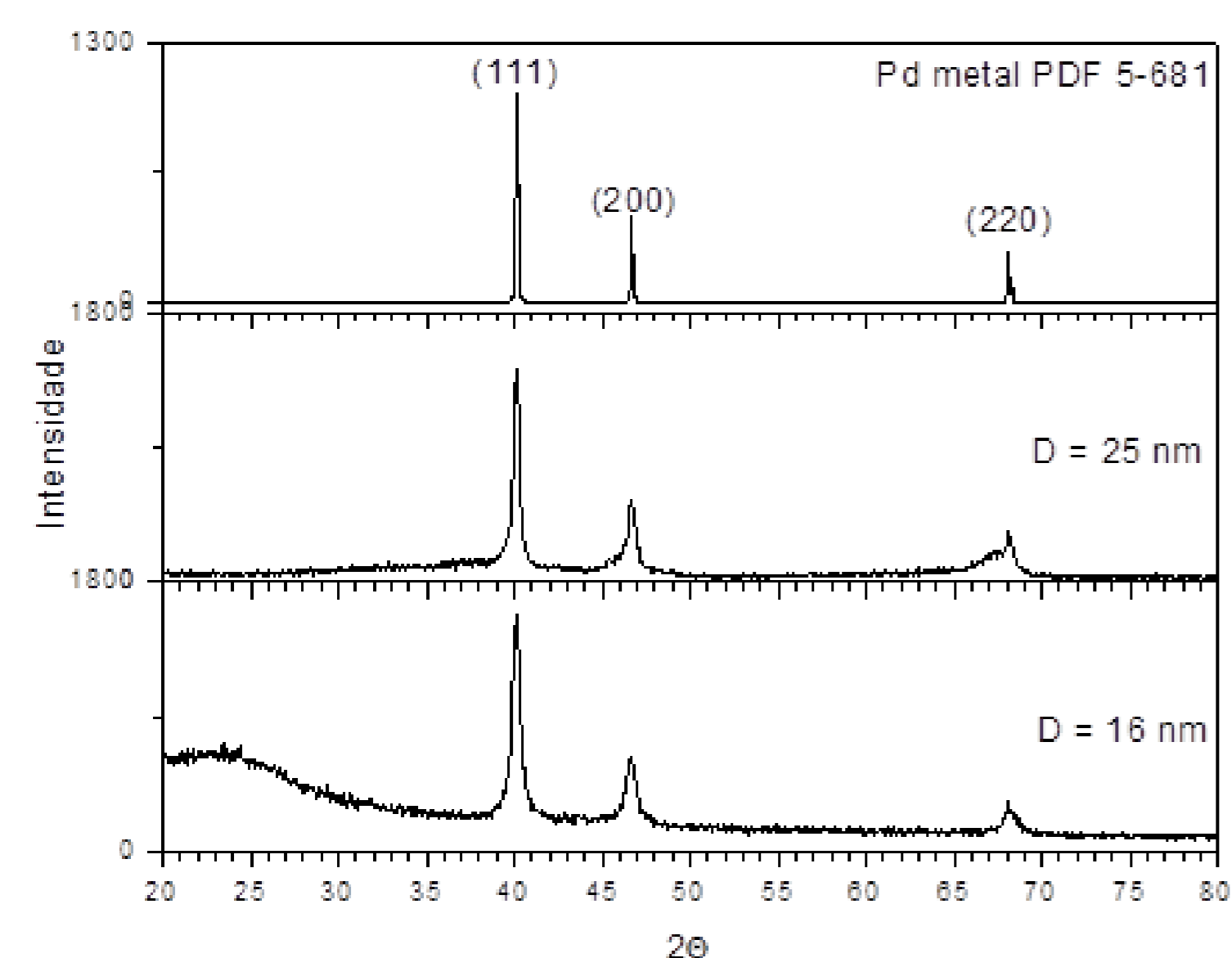


Figura 2. Difratograma das amostras de nanopartículas de paládio em Vulcan e de um padrão.

O diâmetro das partículas de Paládio calculado a partir dos difratogramas foi de 25 nm e de 16 nm. Modificações realizadas na síntese alteraram o diâmetro de partícula. Estes valores foram calculados através das equações 1 e 2 abaixo.

$$\lambda = 2d \sin\theta \quad (1)$$

$$D = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (2)$$

A Figura 3 mostra uma típica de Microscopia Eletrônica de Varredura para essas amostras. Podem ser observados aglomerados em escala micrométrica que são características do suporte de carbono (Vulcan).

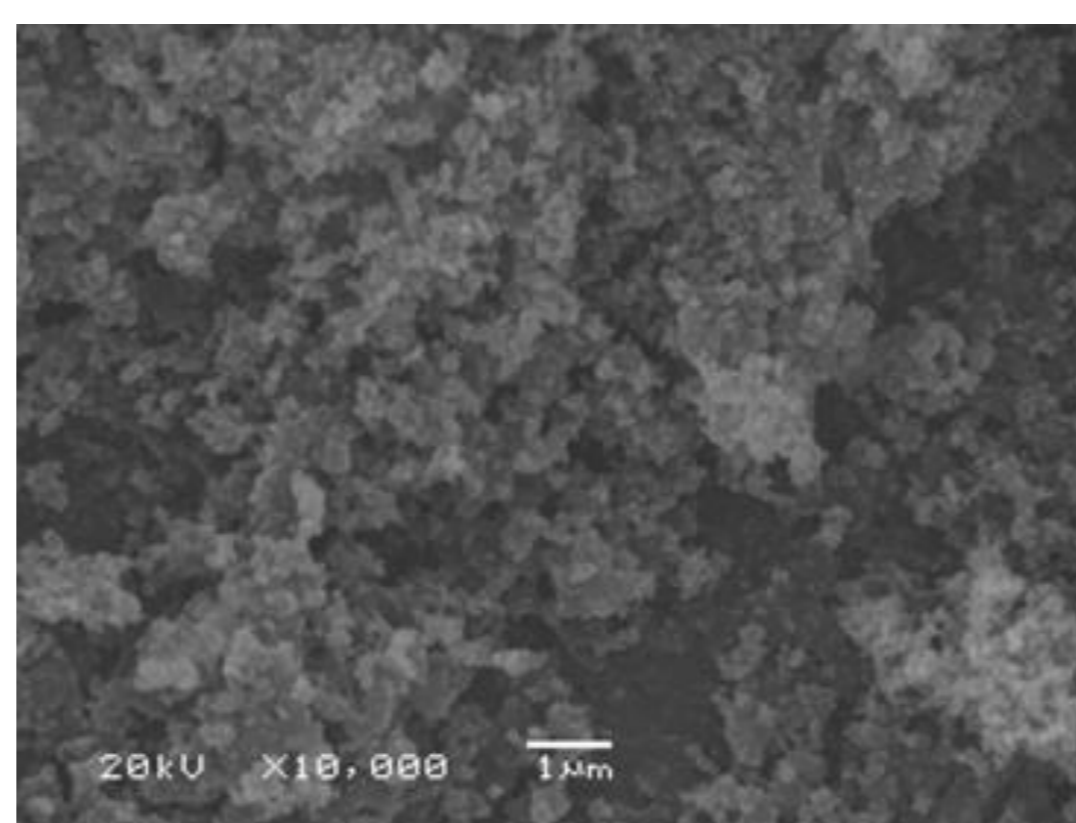


Figura 3. Imagem de MEV obtida da amostra de nanopartículas de paládio em Vulcan (13,5% Pd/Vulcan).

As amostras de nanopartículas de cobalto apresentaram os seguintes difratogramas:

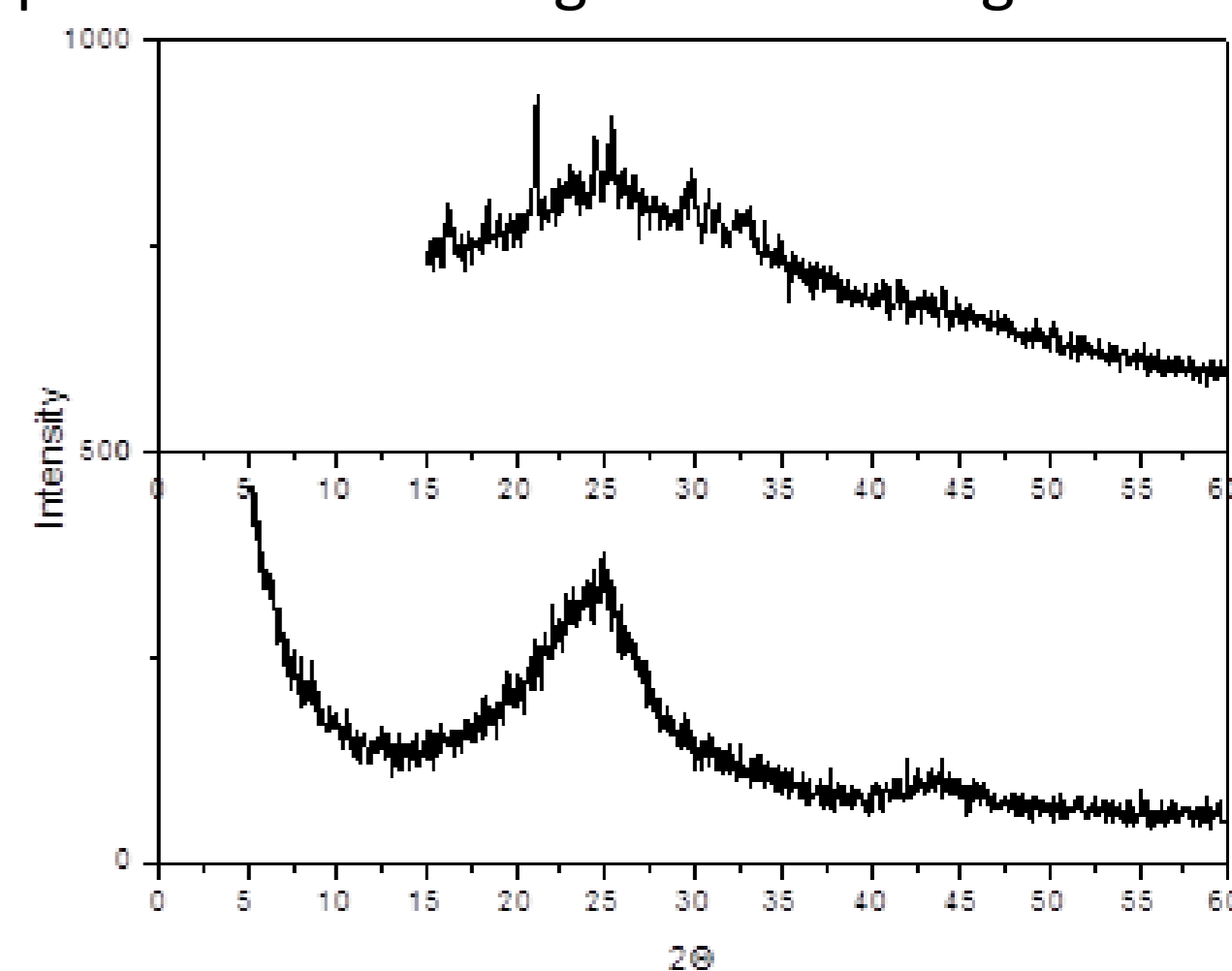


Figura 4. Difratograma das amostras de nanopartículas de cobalto sobre Vulcan.

O difratograma inferior apresenta dois picos bastante largos característicos do Vulcan. No difratograma superior são observados picos que se sobrepõem aos do substrato e que correspondem a uma mistura de óxidos.



Figura 5. Amostra sobre placa de vidro para análise de DRX.

A ausência de picos característicos do cobalto no primeiro difratograma pode ser devido à baixa concentração de nanopartículas.

CONCLUSÃO

A metodologia de síntese de nanopartículas de Pd utilizando ácido ascórbico como agente redutor, centrifugação como método de separação e secagem à vácuo como modo de secagem foi adequada para a produção de nanopartículas de Pd. A alteração dos parâmetros de síntese conduziu à redução no tamanho das partículas.

A síntese de nanopartículas de cobalto, no entanto, ainda precisa de um estudo mais aprofundado das condições de síntese e no modo de estabilização das mesmas.