

PRODUÇÃO DE MICRO E NANOESFERAS DE CARBONO POR ARCO ELÉTRICO EM MEIO AQUOSO¹

PRODUCTION OF CARBON MICRO- AND NANOSPHERES BY ELECTRIC ARC IN AN AQUEOUS MEDIUM

**Claudír Gabriel Kaufmann Junior², Henrique Shibata Yanaguibashi³,
Robson Dalla Nora⁴ e Sergio Roberto Mortari⁵**

RESUMO

Neste trabalho, apresenta-se um procedimento técnico para a produção de microesferas e nanoesferas de carbono, utilizando a técnica de arco elétrico em meio aquoso. As amostras produzidas foram obtidas tanto com uso de corrente alternada (AC) quanto com corrente contínua (DC). Em ambas utilizou-se uma intensidade de corrente de 50 A e melhores resultados foram obtidos com o uso de corrente AC. Após a produção, as esferas produzidas foram purificadas por tratamento térmico e caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Palavras-chave: Nanociências, Nanomateriais de Carbono, MEV.

ABSTRACT

This paper presents a technical procedure to produce carbon micro- and nanospheres by electric arc in an aqueous medium. The samples produced were obtained using both with alternating current (AC) and direct current (DC). In both it was used a current intensity of 50 A and the best results were obtained with the use of AC current. After the production, the spheres produced were purified by thermal treatment and characterized by scanning electronic microscopy (SEM).

Keywords: *Nanosciences, Carbon Nanomaterial, SEM.*

¹ Trabalho de Iniciação Científica - Centro Universitário Franciscano.

² Aluno do Mestrado Acadêmico em Nanociências - Centro Universitário Franciscano. E-mail: gabrielkgodines@hotmail.com

³ Colaborador. Mestre em Nanociências - Centro Universitário Franciscano.

⁴ Colaborador. Acadêmico do Curso de Engenharia Ambiental e Sanitária - Centro Universitário Franciscano.

⁵ Orientador - Centro Universitário Franciscano.

INTRODUÇÃO

A nanotecnologia vem sendo o foco de diversas pesquisas tornado-se uma verdadeira revolução na ciência e tecnologia, sendo encontrada em diversos produtos no mercado. Como definição, entende-se por nanotecnologia a manipulação de estruturas em nanoescala, na ordem de tamanho de átomos e moléculas (CORBETT et al., 2000). A manipulação nesta ordem de grandeza despertou uma série de estudos nas áreas de saúde, computação, física, química, materiais, entre outras. Já para área de nanomateriais, a maioria dos trabalhos de obtenção referem-se à produção de nanofilamentos (nanotubos, nanofibras e nanofios) de carbono, contudo as microesferas e nanoesferas de carbono possuem propriedades semelhantes a essas estruturas supracitadas. Elas podem ser aplicadas como biosensores, catalisadores, moldes para síntese de biomateriais e entre outras aplicações (CASTRO; CASTRO; ANDRADE, 2009).

Microesferas são estruturas com diâmetros acima da ordem de 1µm, já as nanoesferas são estruturas concêntricas com diâmetro entre 50 nm e 1µm. As nanoesferas são consideradas estados intermediários entre os fulerenos e seus derivados (SERP; FEURER; KALCK et al., 2001). A produção destas estruturas geralmente é realizada pela técnica de deposição química a vapor (CVD) - essa técnica trabalha com a decomposição de gases contendo átomos de carbono, sobre catalisadores (Fe, Co e Ni). Segundo a literatura, quando se utiliza temperaturas entre 450°C e 950°C são produzidos nanotubos de carbono, e ao utilizar temperaturas superiores a 1100°C se produzem microesferas, nanoesferas e nanocebolas (KANG; WANG, 1996).

Neste trabalho, objetivou-se a produção de micro e nanoesferas de carbono, utilizando a técnica de arco elétrico em meio aquoso, com a sublimação de átomos de carbono dispensando a utilização de catalisador (KIANG et al., 1993; BIRÓ et al., 2003; TREVISAN, 2009). O material produzido foi purificado por tratamento térmico e caracterizado por microscopia eletrônica de varredura (MEV).

MATERIAIS E MÉTODOS

ARCO ELÉTRICO EM MEIO AQUOSO

O reator utilizado neste trabalho divide-se em três partes: mecânica, elétrica e *software*. A parte mecânica entende-se pelas estruturas metálicas, pinças e motores; a eletrônica é composta pela interface paralela e as controladoras do motor de passo; já a parte de *software* serve para gerenciar o sistema. O reator pode funcionar com corrente alternada ou com corrente contínua e utiliza eletrodos de grafite como percussores de carbono. O arco elétrico é gerado quando os eletrodos de grafite se aproximam (1mm) (KAUFMANN, 2012). Na figura 1, apresenta-se um desenho demonstrando os componentes do sistema proposto.

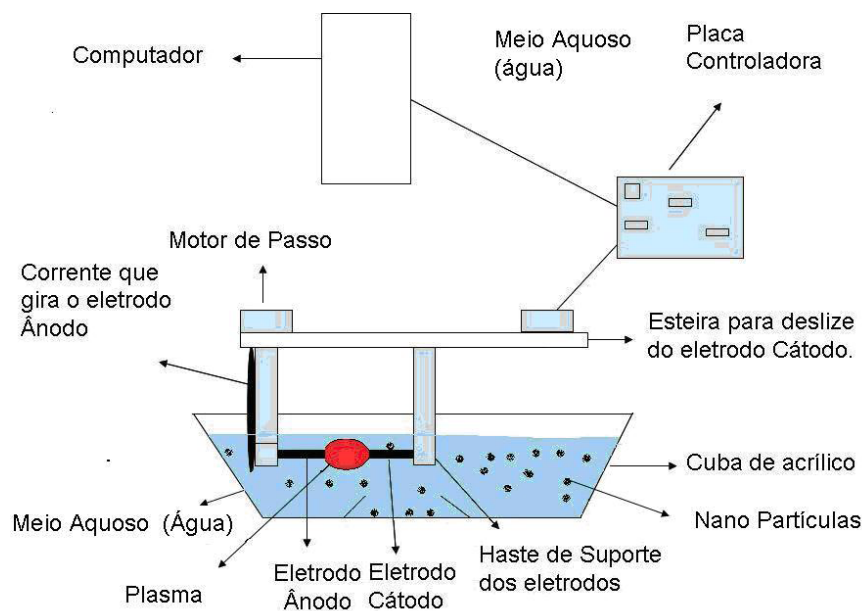


Figura 1 - Esquema do reator utilizado na produção de NTC por arco elétrico em meio aquoso (KAUFMANN, 2012).

ELETRODO DE GRAFITE

O eletrodo utilizado foi uma barra de grafite (lápiz) adquirida no comércio local, marca Faber-Castell (Pitt graphite pupe 2900 6B), fabricada em Stein/Nürnberg/Germany. Apresentam baixa condutividade, possuem 175 mm de comprimento e diâmetro interno de 4 mm, conforme apresentados na figura 2. Este grafite apresenta as seguintes características:

i) Teor de umidade (1,0 g à 100°C durante 1 hora) de 0,16%;

ii) Teor de voláteis à 600°C (1,0 g durante 10 minutos) de 13,39%, e o teor à 1000°C (1,0 g durante 3 minutos), sem corrente de oxigênio e utilizando a mesma amostra de 600°C de 12,43%;

iii) Teor de carbono à 1000°C (1,0 g, durante 10 minutos), com corrente de oxigênio de 49,06%.

A análise realizada por Difração de Raios X indicou apenas carbono na amostra, acredita-se que o teor de voláteis à 1000°C devido a algum polímero para conformação e resistência mecânica do grafite, uma vez que o mesmo é utilizado como lápis para escrita e desenho. Ocorreu a formação de negro fumo (carbono amorfo) no tubo de combustão, e também o resíduo do que ficou no cadinho, após a análise, manteve a forma e a consistência. Esta caracterização foi realizada na empresa Nacional de Grafite Ltda, Itapecirica/MG.



Figura 2 - Imagem fotográfica das barras de grafite utilizadas como eletrodos (Faber Castell, 6B), na produção de microsferas e nanosferas de carbono por arco elétrico em meio aquoso.

FONTE DE CORRENTE CONTÍNUA E ALTERNADA

Utilizou-se como fonte de corrente, para gerar o plasma entre os eletrodos, um aparelho de solda (Modelo BX250TN, Marca Boxer) com corrente alternada o qual, quando alimentado em 220 V, fornece uma corrente que chaveada por traps varia de 50 a 250 A. Para gerar corrente contínua, foi utilizado um aparelho de solda (Modelo IT-6250/220M, Marca Gladiator) que, quando alimentado em 220 V, fornece uma corrente que varia de 10 a 150 A.

PROCESSO DE PRODUÇÃO DAS MICRO E NANOESFERAS DE CARBONO

O processo de obtenção das microsferas e nanosferas por arco elétrico em meio aquoso consiste em: o eletrodo catodo (-) móvel aproxima-se do ânodo (+) fixo. Quando os eletrodos encontram-se a uma distância de aproximadamente 1,0 mm gera-se o plasma (temperatura em torno de 4000°C), que sublima o carbono do ânodo. No procedimento, os eletrodos são submergidos em água deionizada em uma cuba (em acrílico, com dimensões de 200 mm de altura, 300 mm de comprimento, 120 mm de largura e com uma capacidade de trabalho para 4 litros). O eletrodo ânodo, durante o processo, permanece girando em seu eixo, sem movimento horizontal, enquanto o cátodo se aproxima horizontalmente. No procedimento, foi utilizado uma corrente de 50 A com velocidade de aproximação e de giro dos eletrodos $1,0 \text{ Hz}\cdot\text{s}^{-1}$, corrente AC e DC.

PURIFICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO MATERIAL

No final da síntese, o material produzido foi decantado, seco em estufa (105°C) e peneirado para retirar lascas de grafite provenientes da quebra dos eletrodos. O restante do material produzido

foi purificado por tratamento térmico. Para esse tratamento, as amostras foram colocadas em recipientes de cerâmica e submetidas a aquecimento em forno tubular, a uma temperatura de 450°C, passando ar atmosférico, por 2 horas.

As amostras obtidas foram caracterizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura em um equipamento marca FEI (Explore Discover Resolver) e modelo Inspect F50.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A síntese, utilizando corrente AC, produziu microesferas e nanoesferas de carbono. Estas estruturas foram também evidenciadas pelos autores SERP e colaboradores (2000) e também Castro, Castro e Andrade (2009). Nas figuras 3 e 4, apresentam-se micrografias de MEV do material produzido.

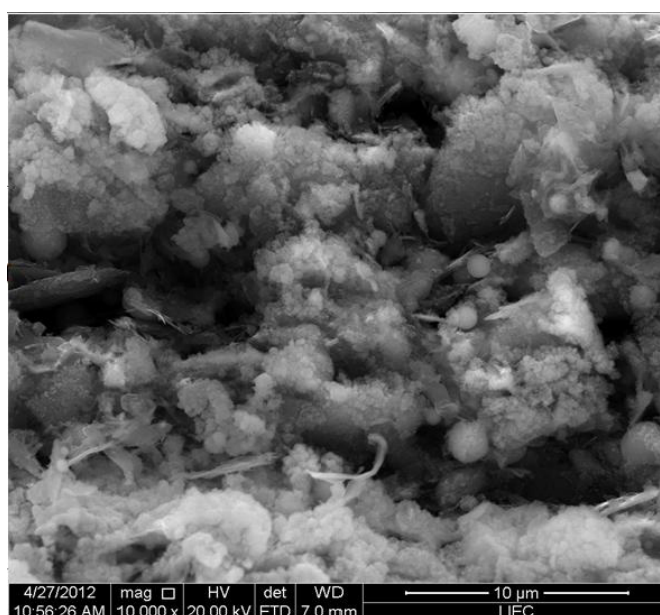


Figura 3 - Micrografia de MEV da amostra produzida com uma corrente AC e 50 A.

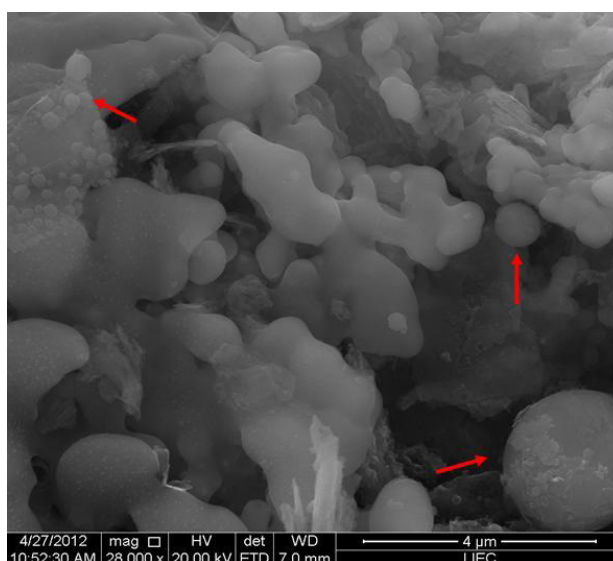


Figura 4 - Micrografia de MEV da amostra produzida com uma corrente AC e 50 A, com destaque para as microesferas e nanoesferas.

Com uso de corrente DC, após a análise das micrografias de MEV, foi possível evidenciar a produção de microsferas e nanoesferas. Na figura 5, é possível visualizar o material produzido com corrente DC e 50 A, com destaque para as nanoesferas produzidas. Já a figura 6 destaca a microsferas produzidas.

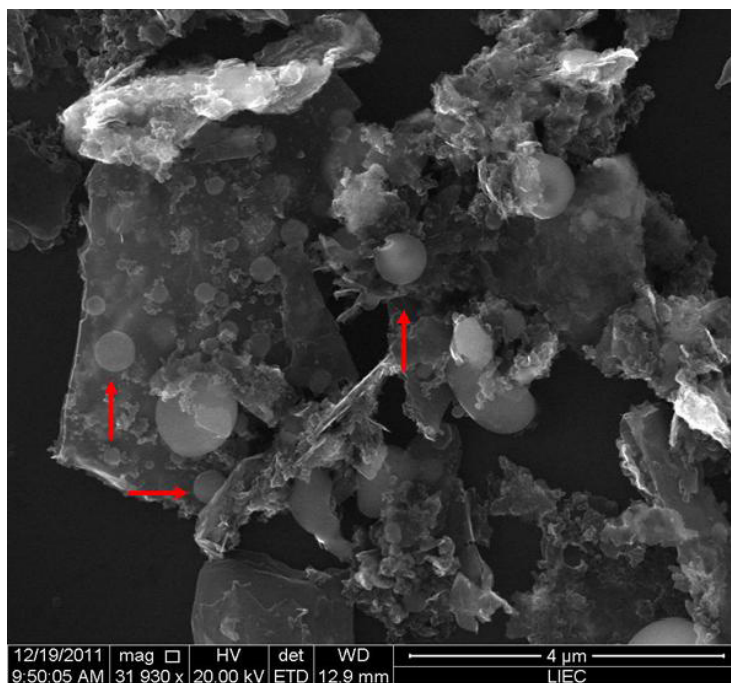


Figura 5 - Micrografia de MEV da amostra produzida com uma corrente DC e 50A, com destaque para as nanoesferas.

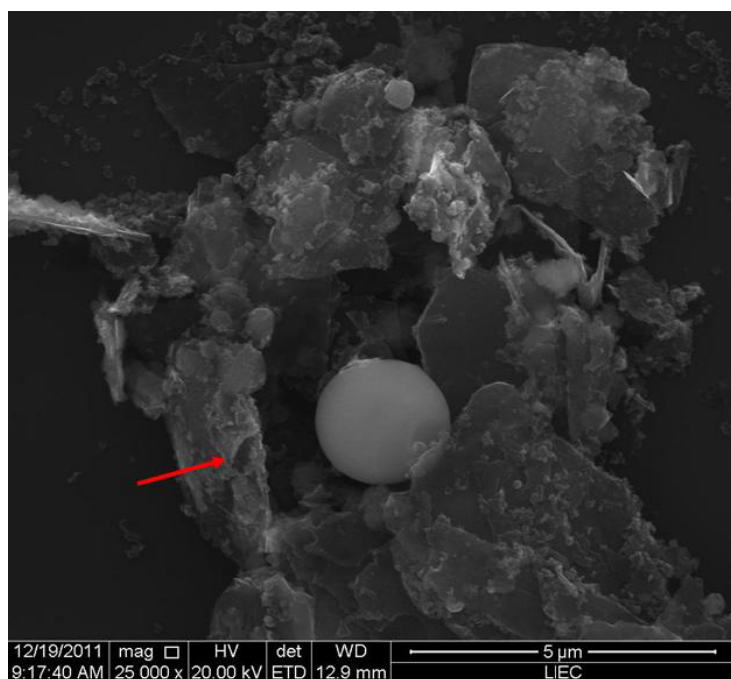


Figura 6 - Micrografia de MEV da amostra produzida com uma corrente DC e 50 A, em destaque uma microsfera.

Pode-se observar com as micrografias de MEV que a corrente alternada apresentou uma maior produção de microsferas e nanoesferas, e pouca quantidade de grafite residual. Este resultado também foi constatado no trabalho realizado por BIRÓ et al. (2003), quando produziam nanotubos de

carbono. Desta forma, pode-se constatar que a corrente AC é mais indicada para o sistema de produção de microesferas e nanoesferas de carbono.

Pelo procedimento, não é possível produzir nanotubos de carbono, pois este grafite apresenta uma baixa condutividade, a qual dificulta a sublimação do carbono, produzindo apenas nano e microesferas.

CONCLUSÃO

Visando a produção de microesferas e nanoesferas de carbono, foram avaliados dois tipos de correntes diferentes (AC/DC). Conclui-se pelas micrografias de MEV que para ambas as correntes foram produzidas micro e nanoesferas. Contudo, a produção com corrente alternada (AC) demonstra-se mais eficaz quando comparada a corrente contínua (DC).

REFERÊNCIAS

BIRÓ, L. P. et al. Continuous carbon nanotube production in underwater AC electric arc- by arc discharge . **Chemical Physics Letters**, v. 372, p. 399-402, 2003.

CASTRO, A. T.; CASTRO, L. D.; ANDRADE, C. T. Emprego de Subprodutos da Produção de Piches de Petróleo na Síntese de Nanoesferas de Carbono. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 19, p. 344-346, 2009.

CORBETT, J. et al. Nanotechnology: International Developments and Emerging Products. CIRP Annals - **Manufacturing Technology**, v. 49, p. 523-545, 2000.

KANG, Z. C.; WANG, Z. L. Mixed-valent oxide-catalytic carbonization for synthesis of monodispersed nano sized carbon spheres. **Philosophical Magazine Part B**. v. 73, p. 905-929, 1996.

KAUFMANN, C. G. JR. **Síntese de Nanotubos de Carbono em meio aquoso**. 2012. 100f. Dissertação (Mestrado de Nanociências), curso de pós-graduação em nanociências, Centro Universitário Franciscano - UNIFRA, Santa Maria, 2012.

KIANG, C. H. et al. Cobalt-catalysed growth of carbon nanotubes with single-atomic-layer walls. **Nature**, v. 363, p.605 – 607, 1993.

SERP, P. H. et al. Chemical vapour deposition process for the production of carbon nanospheres. **Carbon**, v. 39, p. 615-628, 2001.

TREVISAN, L. S. **Reator de arco elétrico submerso em meio líquido para síntese de nanotubos de carbono**. 2009. 56f. Dissertação (Mestrado de Nanociências), curso de pós-graduação em nanociências, Centro Universitário Franciscano - UNIFRA, Santa Maria, 2009.