

PRODUÇÃO DE NANOTUBO DE CARBONO POR PECVD

Andressa de Lima Oliveira Pinto¹;
Larissa Solano de Almeida²,
Marcos Dorigão Manfrinato³,
Luciana Sgarbi Rossino⁴

¹Aluna de Processos Metalúrgicos da Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales – Fatec Sorocaba; e-mail: andressa.limaop@gmail.com

²Aluna de Pós-Graduação do PPGCM da UFSCar, Campus Sorocaba; e-mail: solano.larissa@gmail.com

³Professora da Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales – Fatec Sorocaba; email: manfrinato.marcos@fatec.sp.gov.br

⁴Professora da Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales – Fatec Sorocaba; Professora Colaboradora do PPGCM da UFSCar, Campus Sorocaba; e-mail: luciana.rossino@fatec.sp.gov.br

Área do Conhecimento: Metalurgia de Transformação / Recobrimentos
Palavras-chave: Nanotubo de carbono; Catalisador; PECVD

INTRODUÇÃO

O nanotubo de carbono (NTC) é considerado como folhas de grafeno enrolada de em forma cilíndrica com a sua cavidade oca, possuindo diâmetros nanométrico e comprimentos micrometros, formando arranjo hexagonais. No Brasil, não existe indústria de produção de nanotubo de carbono sendo realizada somente em centro de pesquisas.

Os NTCs possuem propriedades mecânicas, elétricas, estruturais e térmicas muito boas e por isso o número de pesquisas aumentaram. Estas estruturas são empregadas em muitas áreas, uma vez que este material é mais resistente mecanicamente que o aço, apresentam mobilidade eletrônica mais elevada que o silício, condutividade térmica mais alta que o cobre, área superficial maior que a observada para o grafite e ainda é um material leve. (Vieira Segundo, 2016).

A técnica de Deposição química a vapor assistida por plasma (PECVD) é uma excelente alternativa para o crescimento dos nanotubos de carbono. Esta técnica começou a ser estudada com Ren et al (1998), o qual obteve sucesso no crescimento das nanopartículas (Roy, 2018; Hussain, 2015), além de ser uma técnica econômica e rápida.

OBJETIVOS

Esse trabalho tem como objetivo estudar a produção de nanotubos de carbono, entender o mecanismo de produção destas nanoestruturas, utilizar a tecnologia de plasma de baixa pressão para a produção destas estruturas em escala manométrica e verificar a viabilidade da produção de nanotubos de carbono pela técnica de PECVD.

METODOLOGIA

Para o desenvolvimento deste trabalho, utilizou-se a técnica PECVD, em que os substratos de estudo foram aço inox 306, níquel, cobre e titânio. A deposição do catalisador foi realizada pela oxidação das superfícies tratadas, com 93% de argônio e 7% de oxigênio. Para o crescimento dos NTCs nos substratos foi utilizado metano, hidrogênio e argônio.

Foi realizado um estudo sobre os parâmetros de tratamento na influencia do crescimento das nanoestruturas de carbono, em que foi variado a quantidade de argônio utilizada, sendo de 0, 0.190, 0.239, 0.390 e 0.439 torr e fluxo de metano e hidrogênio em 60, 90 e 120 sccm, diluído em 145 sccm de argônio. Todos esses tratamentos foram realizados com 30 minutos com uma tensão de 700V. Após os

tratamentos foi realizado caracterizações da produção do catalisador após oxidação das superfícies e caracterização das nanoestruturas de carbono produzidas.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

O MEV foi utilizado para analisar os substratos utilizados com e sem oxidação para caracterização das superfícies estudadas. Foi realizada a análise de EDS via MEV para analisar a composição química da superfície após modificação por oxidação a plasma dos substratos estudados, sendo avaliado a presença do oxigênio em todas as amostras. Para tanto, foi utilizado o equipamento de bancada marca Hitachi, modelo TM 3000, existente no Laboratório de Pesquisa de Bioenergia e Materiais Lignocelulósicos, da UFSCAR no Campus Sorocaba. O equipamento foi previamente calibrado com fita de cobre. O feixe de elétrons emitidos foi de 15 kV utilizando sinal de elétron retroespalhado.

Espectroscopia Raman

A caracterização dos NTC demanda a formação de espectros com a banda D, sendo um pico de alta intensidade existente no comprimento de onda em 1340 cm^{-1} , banda G com o pico de alta intensidade existente entre 1500 e 1600 cm^{-1} , banda D' que é uma banda fraca em aproximadamente 1620 cm^{-1} , banda G' com modo de segunda ordem entre 2450 e 2650 cm^{-1} e o modo de combinação da banda D e G entre 2775 e 2950 cm^{-1} (Jauris, 2011). A análise de Raman foi realizada com laser de argônio sintonizado no comprimento de onda de 514 nm , potência de 100% do total e $5\mu\text{m}$ de diâmetro do spot do laser. O equipamento utilizado na análise foi o espectrômetro Renishaw – inVia Raman Microscope do Instituto de Física da Cidade universitária “Zeferino Vaz” – UNICAMP. Os espectros obtidos passaram por deconvolução pelo software Fityk 0.9.8 e os dados extraídos foram analisados. Os gráficos foram gerados no software Origin 6.0.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Com os resultados obtidos, pode-se observar na figura 1, representado pelo substrato de níquel, que houve a formação de óxido metálico nas superfícies tratadas, os quais funcionaram como catalisador das nanoestruturas de carbono.

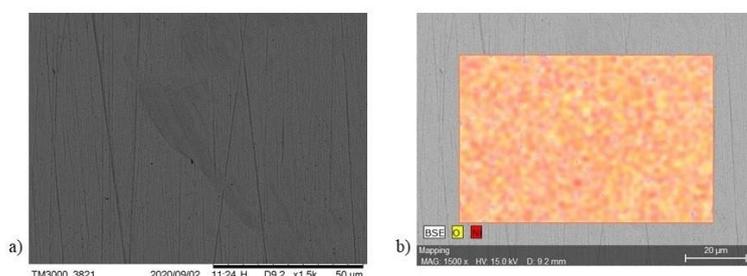


Figura 1 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do substrato níquel oxidado.

Com os estudos realizados pode-se observar que utilizando uma quantidade de 0,390 torr de argônio durante o crescimento foram obtidos resultados semelhantes a nanoestruturas cristalinas de carbono, como mostra a figura 2(a). Pode ser observada a presença das bandas D, G e G' com intensidade característica a estruturas de nanotubo de carbono. Foi observado que ao utilizar uma quantidade maior de argônio (0,390 torr) o espectro obtém uma forma mais cristalina, pois a separação entre as bandas D e G demonstra que o carbono não está amorfo. É possível observar também que para o substrato níquel o Raman obtido ficou semelhante a uma estrutura de óxido grafeno por conta da intensidade da Banda D e G e a banda G', sendo necessário a realização de outros métodos de caracterização para ter uma melhor análise.

Ao analisar o estudo do efeito dos fluxos de gases no crescimento das nanoestruturas de carbono foi possível observar que, com 90 sccm de metano e hidrogênio diluído em 145 sccm de argônio, como mostra na figura 2(b), houve as presenças das bandas D e G e em alguns substratos tem a presença da banda G', característicos a NTCs, indicando este como o melhor parâmetro de tratamento.

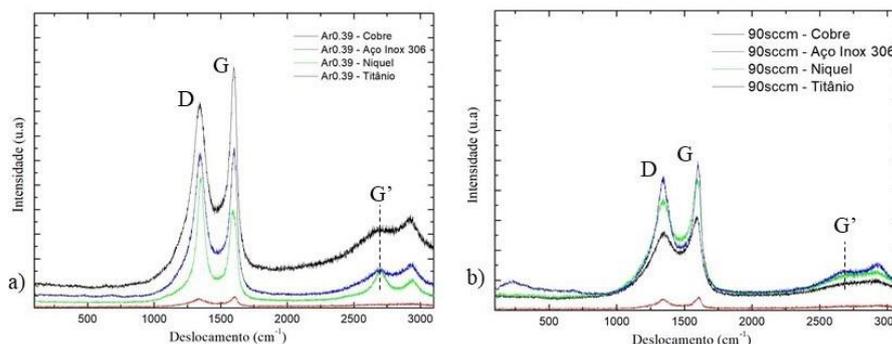


Figura 1: (a) Espectro Raman do crescimento dos NTCs com 0,390 torr de argônio. (b) Espectro Raman do crescimento dos NTCs com fluxo de gás de 90 sccm de metano e hidrogênio.

É possível observar que para o substrato de aço 304 não houve intensidades características a nanoestruturas e não houve uma separação relativa entre as bandas, caracterizando a formação de estrutura de carbono amorfo.

Já para os outros substratos é notável a presença das bandas características das estruturas de carbono, em que a banda D é um pouco menor que a banda G e uma separação entre elas, evidenciando a formação de estrutura de carbono cristalino.

CONCLUSÕES

Conclui-se que a presença do argônio na etapa do crescimento é necessária para se obter estruturas cristalinas de carbono, pois sem o argônio forma-se estruturas de carbono amorfo, não sendo característico dos NTCs. A utilização de 0,390 torr de argônio foi o fluxo que produziu melhores resultados com espectro semelhantes as nanoestruturas cristalinas. Foi possível observar também que no substrato níquel foi obtido uma estrutura característica de grafeno, porém são necessários outros métodos de caracterizações para se confirmar a afirmação feita.

Para o fluxo de gás com 90 sccm de metano e hidrogênio, não se obteve uma alta intensidade nas bandas D e G, porém obteve a separação entre elas, com a banda D em intensidade menor que a banda G, cujo comportamento do espectro é característico da formação de carbono cristalino.

Com isso, conclui-se que é possível a obtenção de estruturas de NTCs e grafeno pela técnica PECVD de forma rápida, econômica e menor temperatura que o método convencional.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

DEDAVID, B. A.; Gomes, C. I.; Machado, G. Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras: materiais poliméricos, metálicos e semicondutores [recurso eletrônico] – Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. 6 p. ISBN: 978-85-7430-70 - Edição do CEMM - Centro de Microscopia e Microanálises do IDÉIAPUCRS - Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento.

HUSSAIN, S.; Amade, R.; Javer, E.; Bertan, E. Growth and plasma functionalization of carbon nanotubes. *Journal of Cluster Science*, v. 26, n. 2, p. 315–336, 2015.

JAURIS, I.; Kaulfmann, C. G.; Silva, A. P. T.; Villalba, B. T.; Dias, Y. P.; Alves, M. P.; Raffin, R.; Moreira, C.; Fagan, S. B. Produção de nanotubos de carbono via técnica de deposição química de vapor. *DiscScientia. Serie: Ciências Naturais e Tecnológicas*, v. 12, n.1, p. 125-137, 2011.

ROY, A.; Das, D. Low temperature growth of carbono nanotubes by microwave plasma stimulated by CO₂ as weak oxidant and guide by shadow masking. *Diamond and Related Materials*. V. 88, p. 204-214, 2018.

VIEIRA SEGUNDO, J. E. D.; Vilar, E. O. Grafeno: uma visão sobre propriedade, mecanismos de produção e potenciais aplicações em sistemas energéticos. Revista Eletrônica de Materiais e Processamento, v. 11, n. 2, p. 54-67, 2016.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer ao Instituto de Física da Cidade universitária “Zeferino Vaz” – UNICAMP e ao Laboratório de Pesquisa de Bioenergia e Materiais Lignocelulósicos, da UFSCAR no Campus Sorocaba por disponibilizarem os equipamentos, e ao CNPq que concedeu a bolsa durante o desenvolvimento da pesquisa.

(Número do processo – 163857/2019-9)