

Estudo da modificação morfológica do hexaniobato lamelar esfoliado com n-butilamina e hidróxido de tetrabutilamônio (TBAOH)

Ana L. Shiguihara^{1,2} (PQ)*, Claudio H. B. Silva² (PG), Jorge Amim Júnior¹ (PQ), Denise F. S. Petri² (PQ), Marcia L. A. Temperini² (PQ), Vera R. L. Constantino² (PQ). *alshiguihara@gmail.com

¹ Universidade Federal do Rio de Janeiro, Campus Macaé, Macaé-RJ, Brasil.

² Universidade de São Paulo, Instituto de Química, São Paulo-SP, Brasil.

Palavras Chave: hexaniobato, esfoliação, nanopartículas

Introdução

O controle de parâmetros como tamanho e morfologia das nanopartículas é importante no desenvolvimento de materiais como filmes finos, nanoestruturas organizadas, sensores, cápsulas para espécies moleculares, entre outros.

Estudos de esfoliação do hexaniobato lamelar com hidróxido de tetrabutilamônio (TBAOH) mostram que a variação do pH altera a forma das partículas: em pH igual a 7 ocorre o enrolamento das lamelas com formação de *nanoscrolls*; em pH básico, as lamelas se desenrolam; e em pH ácido (em torno de 1), as partículas se agregam^{1,2}. O hexaniobato lamelar, $K_4Nb_6O_{17}$, é formado por lamelas carregadas negativamente e duas regiões interlamelares, preenchidas por íons potássio, para manter a eletroneutralidade do sistema.

O presente trabalho teve como objetivo investigar a influência de dois agentes esfoliantes, *n*-butilamina (Butil) e TBAOH, na morfologia das nanopartículas produzidas pela esfoliação do hexaniobato ácido ($H_2K_2Nb_6O_{17}$). Para tanto, uma quantidade fixa de $H_2K_2Nb_6O_{17}$ foi suspensa em solução de Butil e TBAOH na razão molar [Agente Esfoliante/ H^+ -niobato] igual a 0,50 e 0,75, respectivamente. A fração esfoliada obtida da Butil teve o pH alterado para 3, 4, 5, 6 e 7. As amostras esfoliadas nos respectivos pHs foram divididas em duas partes, sendo que uma delas foi centrifugada e o sólido esfoliado isolado caracterizado por espectroscopia Raman e microscopia eletrônica de varredura (MEV), com esta última análise também realizada para a amostra esfoliada com TBAOH. As alíquotas não centrifugadas foram caracterizadas por microscopia de força atômica (AFM). A análise do tamanho das partículas produzidas com Butil e TBAOH foi feita utilizando a técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS). As caracterizações das amostras esfoliadas com TBAOH por Raman e AFM estão em andamento.

Resultados e Discussão

As imagens de MEV das amostras esfoliadas com Butil e pH alterado mostram que as partículas se encontram majoritariamente na forma de placas (Figura 1a). Os espectros Raman apresentaram

variações significativas somente no conjunto de bandas entre 800 e 1000 cm^{-1} , região referente à intercalação de prótons³.

Os resultados iniciais de DLS e AFM corroboram com o resultado obtido. A Butil favorece a formação de partículas na forma de placas, polidispersas, com tamanho médio de 153 nm. As partículas esfoliadas em TBAOH se apresentam na forma monodispersa, com tamanho médio igual a 68 nm e formação de estruturas encaracoladas (Figura 1b). A diferença de tamanho entre as partículas pode estar relacionada com a formação dos *nanoscrolls*, ou seja, quanto menor a partícula, maior a tendência para formação das estruturas encaracoladas.

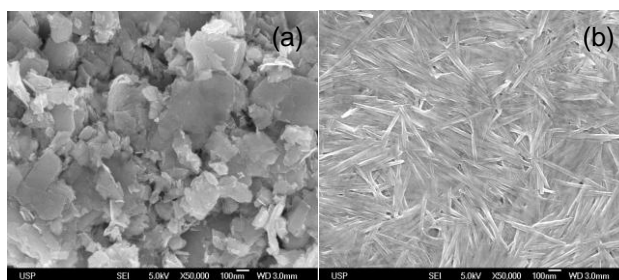


Figura 1. MEV das amostras de $H_2K_2Nb_6O_{17}$ esfoliadas com: (a) Butil (pH 7) e (b) TBAOH.

Conclusões

O tamanho e a morfologia das nanopartículas do hexaniobato dependem do agente de esfoliação utilizado: a Butil promove a formação de partículas maiores, polidispersas e na forma de placas; enquanto que o TBAOH, partículas menores, monodispersas e encaracoladas.

Agradecimentos

FAPESP, CNPq, NAP-NN (USP).

¹ Saupe, G. B.; Waraksa, C. C.; Kim, H. N.; Han, Y. J.; Kaschak, D. M. e Mallouk, T. E. *Chem. Mater.* **2000**, *12*, 1556.

² Shiguihara, A. L.; Bizeto, M. A. e Constantino, V. R. L. *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* **2007**, *295*, 123.

³ Bizeto, M. A.; Leroux, F.; Shiguihara, A. L.; Temperini, M. L. A., Sala, O. e Constantino, V. R. L. *J. Phys. Chem. Solids* **2010**, *71*, 560.