

"PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS DE COMPOSTOS DE GRAFITE INTERCALADOS".

A. A. Bernussi⁺, M. P. da Silva* e G. M. Gualberto.

Universidade Estadual de Campinas - "IFGW" -
13.100 - Campinas - SP

Foram obtidas amostras de Compostos de Grafite Intercalados (CGI's), utilizando-se o método de fase gasosa a duas temperaturas.

As amostras de grafite e os materiais intercalantes (CoCl_2 , FeCl_3 e AlCl_3) foram colocados em tubos de ensaio, fazendo-se uso de um sistema de vácuo para limpeza e controle de pressão do gás Cl_2 no interior desses tubos.

Diferentes gradientes de temperatura, tempo de intercalação, além de diferentes concentrações dos materiais intercalantes, determinam o estágio n (número de camadas de grafite entre duas de intercalante) dos compostos de grafite intercalados.

A determinação do estágio obtido é feita através de técnicas de difração de Raio-X.

Compostos de Grafite Intercalados

* DFTE - UFRN - PICD

+ Bolsista - FAPESP

1- INTRODUÇÃO

Existem vários métodos de preparação de amostras de Compostos de Grafite Intercalados - CGI's^{1,2,3} entre os quais se incluem o eletroquímico, o de intercalação líquida e o mêtodo de Fase Gasosa a duas Temperaturas. Em todos os métodos usados, os parâmetros importantes são: a temperatura de intercalação, a pressão de vapor, as propriedades físicas e químicas do intercalante e as características do material hospedeiro.

No presente trabalho utiliza-se como hospedeiro o grafite tipo HOPG (Highly Oriented Pyrolytic Graphite) por ser este um material altamente orientado ao longo do eixo-c embora, as camadas planares consistam de uma série de pequenos cristais orientados ao acaso, com aproximadamente 1 μ m de diâmetro médio. Os planos apresentam portanto, uma estrutura mosaica possuindo em média 19 de desvio.

O grafite pode ser intercalado com reagentes sólidos, líquidos ou gasosos embora, o uso do método de fase gasosa a duas temperaturas seja o mais usado para a obtenção de amostras com estágio n (número de camadas de grafite entre duas de intercalado) bem definido.

Devido à grande reatividade de muitos dos compostos intercalantes, a preparação da amostra se faz em ampolas fechadas, contendo além do grafite e do intercalante, um gás à baixa pressão para facilitar o processo de intercalação.

2- O MÉTODO "FASE GASOSA À DUAS TEMPERATURAS"

No método fase gasosa à duas temperaturas, o intercalante é aquecido a uma temperatura típica T_i enquanto o grafite, que se encontra na outra extremidade da ampola é aquecido a uma temperatura T_g ($T_g > T_i$). O estágio n final do composto de grafite intercalado é controlado pela diferença de temperatura $T_g - T_i$ assim como pelo tempo em que o sistema permanece no tratamento térmico.

3- PREPARAÇÃO

a. Preparação do CGI-CoCl₂

Para a obtenção do CGI-CoCl₂, o grafite e o CoCl₂ em pó, são colocados em extremidades diferentes de um tubo de ensaio. Por sua vez, este tubo está conectado a um Sistema de Vácuo primário Edwards rod. ED50 (fig. 1) o qual possui duas funções principais: a primeira é a limpeza do sistema e a segunda, controlar a pressão final do gás Cl₂ no tubo de ensaio.

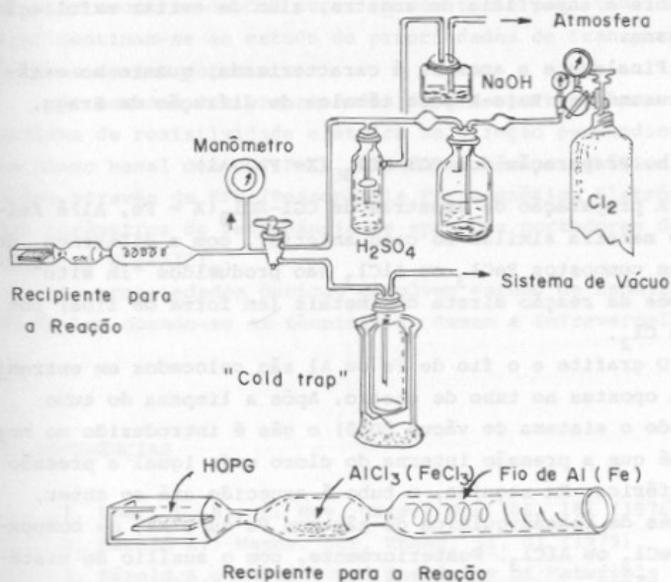


Fig. 1 - Esquema para a preparação dos C.G.I.

Após os procedimentos de limpeza do sistema, o gás Cl_2 é introduzido no tubo até que a pressão interna seja de aproximadamente 400 Torr. Em seguida, o tubo é selado com a ajuda de um maçarico e depois levado a um forno de duas zonas onde é submetido ao tratamento térmico.

Das condições de temperatura e tempo desse tratamento térmico, dependerá o estágio n requerido para a amostra.

Uma vez que o processo de intercalação foi completado, a ampola e seu conteúdo são resfriados. Esse processo deve ser lento e cuidadoso, primeiro resfriando-se o tubo de ensaio na extremidade oposta àquela onde se encontra o grafite intercalado. Este procedimento é necessário para que a pressão de vapor do intercalante diminua e este não condense sobre a superfície da amostra, além de evitar exfoliação da mesma.

Finalmente a amostra é caracterizada, quanto ao estágio, usando-se Raio-X pela técnica de difração de Bragg.

b. Preparação dos CGI- XCl_3 (X= Fe, Al)

A preparação de amostras de CGI- XCl_3 (X = Fe, Al) é feita de maneira similar ao caso anterior, com a diferença de que os compostos FeCl_3 ou AlCl_3 são produzidos "in situ" através da reação direta dos metais (em forma de fios) com o gás Cl_2 .

O grafite e o fio de Fe ou Al são colocados em extremidades opostas no tubo de ensaio. Após a limpeza do tubo (usando o sistema de vácuo ED50) o gás é introduzido no mesmo até que a pressão interna do cloro seja igual a pressão atmosférica. Em seguida, o tubo é aquecido até se obter, através de reação química do gás com Fe ou o Al, os compostos FeCl_3 ou AlCl_3 . Posteriormente, com o auxílio do sistema de vácuo, a pressão do gás Cl_2 na ampola é reduzida para aproximadamente 600 Torr no caso do FeCl_3 e para aproximadamente 400 Torr, no caso do AlCl_3 . Nesta fase, o tubo é selado e o seu conteúdo é depois submetido a tratamento térmico.

4- CONCLUSÕES

Diferentes estágios são obtidos para as amostras de grafite intercalados com os compostos CoCl_2 , FeCl_3 e AlCl_3 utilizando-se o procedimento descrito neste trabalho.

Apesar deste método ser o mais usual e eficiente para a preparação dos CGI's, grande parte das amostras obtidas apresentam estágios mistos (n é variável para uma mesma amostra). Isto se explica por vários fatores: inhomogeneidade do processo de difusão do material intercalante, defeitos provenientes de deslocamentos nos planos do grafite e o próprio processo de resfriamento que provoca exfoliação e tensões superficiais na amostra.

As amostras de CGI puras (n constante para cada amostra) destinam-se ao estudo de propriedades de transporte e ópticas destes materiais.

Os estudos das propriedades de transporte compreendem medidas de resistividade elétrica na direção perpendicular ao plano basal dos CGI- FeCl_3 usando-se vários estágios e medidas através de RPE (Ressonância Paramagnética Eletrônica) dos parâmetros de ressonância de spin dos portadores de condução em CGI- AlCl_3 .

As propriedades ópticas envolvem estudo de Espalhamento de Luz usando-se as técnicas de Raman e Infravermelho.

5- REFERÊNCIAS

1. Ebert L. B.; A. Rev. Mater. Sci. 06, 181 (1976)
2. Hérold A.; Mater. Sci, Engng, 31, 01 (1979)
3. Hérold A.; Physics and Chemistry of Materials with Layered Structures, vol. 6 ed. F. Lévy pp. 323