

Preparação de nanopartículas de ouro por radiação UV

Beatriz Naomy Watacabe e Jorge Moreira Vaz
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

Nanopartículas (NPs) de materiais metálicos são muito estudadas devido a suas características e propriedades únicas. Dentre estas, as nanopartículas de ouro tem destaque, pois possuem um amplo campo de aplicações[1]. Sendo que as principais aplicações estão na área de catálise, em diversos processos, como por exemplo, na purificação de gás hidrogênio obtido a partir da reforma a vapor de metano e/ou etanol. Muitas metodologias de sínteses de Au-NPs foram desenvolvidas, onde o mais comum são os métodos químicos, o método de síntese com a radiação UV produz Au-NPs com o mínimo de resíduos, esta é uma necessidade de diversas aplicações.

OBJETIVO

Estudar a influência de diferentes faixas de energia de radiação na região do ultravioleta para a redução de íons de ouro, observando assim a interferência no tamanho, morfologia e atividade catalítica.

METODOLOGIA

As nanopartículas de ouro foram preparadas em uma cubeta de quartzo de caminho óptico de 1 cm. Na cubeta foram adicionados 35 µL de uma solução aquosa de HAuCl₄ (28,68 mM), 14,76 µL de uma solução aquosa de citrato de sódio(170mM) e 2450 µL de água de osmose reversa. Após as adições, a solução é irradiada por uma lâmpada de xenônio de 35 watts em um período de 5 horas e mantida sobre agitação constante, o acompanhamento da formação das Au-NPs é feito *in situ*, por espectrofotometria na região do UV-Visível.

Foi analisada a utilização de filtros que permitem a passagem de faixas de comprimentos de onda, incidindo dessa forma faixas de energias diferentes sobre a amostra. Os filtros foram numerados e associados à sua energia passante correspondente, junto à largura de meia banda, respectivamente sendo filtro nº 1 com 313 +/- 100 nm, filtro nº 2 com 390 +/- 100 nm, filtro nº 3 com 450 +/- 100 nm e filtro nº4 com 540 +/- 100 nm.

O tamanho das Au-NPs foi estimado por espectrofotometria na região do UV-Visível[2] e o tamanho de cristalito e parâmetros de rede determinados por difração de raios X. A atividade catalítica das Au-NPs foi avaliada a partir da reação de hidrogenação do corante alaranjado de metila com borohidreto de sódio e monitorada por espectroscopia na região do UV-Visível.

RESULTADOS

A irradiação da solução de ouro (III), sem a presença de citrato de sódio, não possibilitou a formação de Au-NPs. Nos demais experimentos, com a presença de citrato, ocorreram a formação de Au-NPs que foram fortemente influenciadas pela faixa da radiação incidente em função do filtro utilizado. Na Figura 1 pode ser observada a variação do tamanho das Au-NPs em função do tempo e da faixa de comprimento de onda da radiação empregada. Como podemos observar na figura 1, a irradiação com a fonte Xe sem filtro ou com o filtro nº2 apresentam formação de Au-NPs de modo similar. Sua formação ocorre após 50 minutos de irradiação, com tamanhos da ordem de 100nm que vão diminuindo com a mesma

velocidade até atingir cerca de 50nm. Já sem a utilização de radiação ou empregando o filtro n°4 a formação das Au-Nps ocorre a partir de 125 minutos, porém seu tamanho final fica ao redor de 70nm. Para os filtros n° 1 e 3 a formação das Au-NPs ocorre a partir do 90 minutos e seu tamanho final fica ao redor de 60nm.

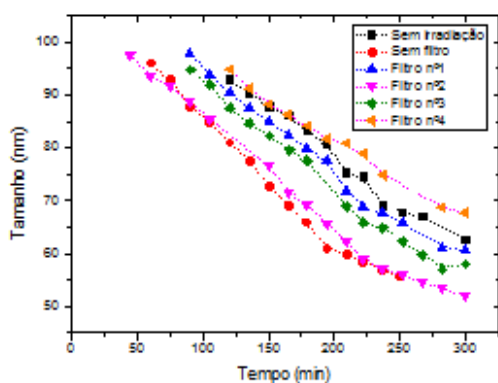


Figura 1. Acompanhamento dos tamanhos das Au-NPs *in situ* em função do tempo e da faixa de energia da radiação incidente.

Entretanto as Au-NPs preparadas, independente da faixa de radiação utilizada, após uma semana apresentavam sinais da formação de aglomerados que, com o passar do tempo, sedimentavam formando um corpo de fundo com coloração preta.

Os difratogramas obtidos para as Au-NPs apresentaram picos de reflexão e parâmetros de rede característicos para o sistema CFC (PDF 4-784). O tamanho de cristalito foi calculado empregando a equação de Debye-Scherrer[2] para o pico de reflexão no plano [111] e apresentou valores próximos a 12nm. Os valores são menores que os tamanhos das Au-NPs estimados por espectrofotometria UV-Vis[2], sugerindo que as nanopartículas preparadas são policristalinas.

As Au-NPs apresentaram baixa atividade catalítica na hidrogenação do corante alaranjado de metila. Este fato pode ser atribuído ao elevado tamanho das Au-NPs

preparadas, o que acarreta numa menor área superficial ativa.

CONCLUSÕES

A preparação de Au-NPs empregando radiação na faixa do UV-Vis pode ser uma boa alternativa aos processos tradicionais que usam reagentes químicos. O tamanho das Au-NPs é fortemente influenciado pela faixa de energia da radiação utilizada. Radiações na região de 390nm apresentaram tamanhos de Au-NPs ao redor de 50nm. Entretanto a atividade catalítica, no sistema estudado, foi aquém da esperada.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Amin M. A., Fadlallah S. A., Alosaimi G. S., Kandemirli F., Saracoglu M., Szunerits S., Boukherroub R., Cathodic activation of titanium-supported gold nanoparticles: An efficient and stable electrocatalyst for the hydrogen evolution reaction, *International Journal of Hydrogen Energy*, 41, 6326 – 6341 (2016).
- [2] Haiss W., Thanh N. T. K., Aveyard J., Fernig D. G., Determination of size and concentration of gold nanoparticles from UV-Vis spectra, *Anal. Chem.*, 79, 4215 – 4221 (2007).
- [3] Qazi S. J. S., Rennie A. R., Cockcroft J. K., Vickers M., Use of wide-angle X-ray diffraction to measure shape and size of dispersed colloidal particles, *Journal of Colloid and Interface Science*, 338, 105 – 110 (2009).

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq – Processo nº 113083/2015-7
FAPESP – Processos nº2014/09087-4 e 2014/50279-4