

# Estudo da variação da razão de concentração de citrato de sódio e ouro na preparação de nanopartículas de ouro com radiação UV.

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

## INTRODUÇÃO

Nanopartículas de materiais metálicos são muito estudadas devido a suas características e propriedades únicas [1]. Dentre estas, as nanopartículas de ouro (Au-NPs) destacam-se pelo amplo campo de aplicações[1]. Sendo as principais aplicações na catálise de diversos processos, como na purificação de gás hidrogênio obtido a partir da reforma a vapor de metano e/ou etanol. Metodologias de sínteses de Au-NPs foram desenvolvidas, onde o usual são os métodos químicos. O método que utiliza radiação UV produz Au-NPs com o mínimo de resíduos, esta é uma necessidade de diversas aplicações.

## OBJETIVO

O presente estudo tem objetivo de estudar qual a influência na formação, no tamanho, na morfologia e na estabilidade das Au-NPs, através da variação de razões de citrato de sódio e ouro precursor diante da radiação na região do ultravioleta para a redução dos íons de ouro.

## METODOLOGIA

As nanopartículas de ouro foram preparadas em uma cubeta de quartzo de caminho óptico de 1 cm. Na cubeta foram adicionados uma solução aquosa de  $\text{HAuCl}_4$  (28,68 mM), uma solução aquosa de citrato de sódio(170mM) e água de osmose reversa. O volume utilizado de cada reagente variou de acordo com a razão da concentração de citrato e ouro precursor estudado. Após as adições, a

solução foi 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.

O tamanho das Au-NPs foi estimado por espectrofotometria na região do UV-Visível **Erro! Fonte de referência não encontrada.** e o tamanho de cristalito e parâmetros de rede determinados por difração de raios-X[4]. 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 [5].

## RESULTADOS

O trabalho avaliou a influência das razões de concentrações de citrato de sódio e ouro precursor. As razões estudadas foram: 1; 1,5; 2,5; 10; 15; 20; 25; 50 e 100. Por monitoramento *in situ*, foi possível calcular o tamanho das Au-NPs no tempo de formação, analisando o comportamento das diferentes razões. Era esperado que o aumento de citrato adicionado causaria maior estabilidade das Au-NPs, pelo fato do citrato atuar como agente complexante e estabilizante. Porém os resultados obtidos demonstram que quanto maior a razão de citrato/Au, maior é o tamanho de Au-NPs obtido.

Dentre as condições estudadas quanto à estabilidade das Au-NPs, podem-se destacar as razões 1,5 e 2,5. Em razões grandes como 100 e 50, as nanopartículas

em suspensão cresceram e se aglomeraram de tal forma que sedimentaram, deixando assim, a amostra sem Au-NPs em suspensão, o que impossibilita a caracterização.

A relação dos tamanhos obtidos com o espectrofotômetro apresenta uma tendência de melhores resultados em razões citrato/Au baixas, entre 1,5 e 10, com tamanhos que variam de 50 a 63 nm, com destaque a razão de 1,5. Já os tamanhos de cristalitos obtidos pelo difratômetro variam entre 7 e 13 nm com uma tendência positiva na razão de 1,5. A falta de compatibilidade se dá pela diferença das leituras dos aparelhos, esta comparação indica a policristalinidade das Au-NPs.

As imagens de microscopia de transmissão reforçam os valores obtidos. Nos tamanhos obtidos por UV-Vis, o modelo matemático aplicado faz a análise baseada no tamanho dos aglomerados de Au-NPs em suspensão e os interpretam como esferas perfeitas, que representam o tamanho da Au-NPs. Já o difratômetro compreende como o tamanho de cristalito, cada esfera disforme que compõe o aglomerado, e mesmo quando consideramos o erro dos modelos matemáticos, os valores são coerentes entre si.

A razão de citrato/Au também altera a morfologia das Au-NPs, em razões menores elas apresentam uma orientação de crescimento em volta do núcleo mais linear, um crescimento de planos. Em razões maiores este crescimento é disforme e arredondado.

A aplicação em catálise confirmou a expectativa, de que quanto menor for o tamanho da nanopartícula formada maior será sua área superficial, aumentando a superfície de contato, justificando sua capacidade como catalisador através do alto valor de taxa de descoloração.

## CONCLUSÕES

O método proposto apresentou de forma geral nanopartículas na forma de grandes aglomerados, fortemente influenciados pela razão citrato/Au, que tendem a diminuir ao longo do tempo. Razões de citrato/Au altas não apresentam estabilidade formando grandes aglomerados que acabam sedimentando. Razões mais baixas levam a formação de nanopartículas e/ou aglomerados menores com maior atividade catalítica e maior estabilidade.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Rafique M., Rafique M.S., Butt S.H., Kalsoom U., Afzal A., Anjum S., Usman A., Optik, nº134, p. 140 – 148, 2017.
- [2] Amin M. A., Fadlallah S. A., Alosaimi G. S., Kandemirli F., Saracoglu M., Szunerits S., Boukherroub R., International Journal of Hydrogen Energy, nº41, p. 6326 – 6341, 2016.
- [3] Haiss W., Thanh N. T. K., Aveyard J., Fernig D. G., Analytical Chemistry, nº 79, p. 4215 – 4221, 2007.
- [4] Qazi S. J. S., Rennie A. R., Cockcroft J. K., Vickers M., Journal of Colloid and Interface Science, nº 338, p. 105 – 110, 2009.
- [5] Vidhu V. K., Philip D., Micron, nº56, p. 54 – 62, 2014.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

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