

# Caracterização de materiais à base de grafeno sintetizados a partir de diferentes fontes de grafite

Laura Falcão Castro, Pedro Vitor Duarte da Cruz,  
Rafael Nogueira Bonifácio e Dolores Ribeiro Ricci Lazar  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

## INTRODUÇÃO

O grafeno é um nanomaterial de estrutura bidimensional formado por átomos de carbono, organizados em arranjo hexagonal, com propriedades físicas superlativas, com o destaque para sua condutividade elétrica. Essa característica lhe garante diversas aplicações tecnológicas tais como componentes de sensores, suportes eletrocatalíticos, membranas de células combustíveis e eletrodos de supercapacitores [1].

Uma das maneiras de obtenção de compostos de grafeno é a esfoliação química do grafite, baseada no método de *Hummers*. A aplicação deste método se deve ao baixo custo de produção e ao emprego de técnicas simples, além da reação ter sido amplamente estudada. Neste método obtém-se o óxido de grafeno (GO) que é um isolante elétrico. Para a recuperação da sua condutividade elétrica, é necessário que haja sua redução, obtendo-se o produto denominado óxido de grafeno reduzido (RGO). Recentemente, este método foi modificado visando torná-lo ambientalmente amigável [1, 2].

## OBJETIVO

A presente pesquisa tem com objetivo a avaliação da influência da granulometria e morfologia do grafite na estrutura cristalina, morfologia e defeitos nas folhas de óxido de grafeno reduzido (RGO). A estrutura cristalina do óxido de grafeno (GO) também foi avaliada. Utilizou-se para síntese o método de *Hummers* modificado por Marcano et. al. [2], seguido de redução com ácido ascórbico [3].

## METODOLOGIA

A pesquisa foi realizada utilizando-se grafite na forma de flocos (Sigma-Aldrich) e grafite em pó (Synth). De maneira sucinta, a reação de esfoliação/oxidação consistiu na adição do grafite a uma mistura de ácido sulfúrico e fosfórico e permanganato de potássio, mantendo-se o sistema reacional a 50 °C por 12 horas, sob agitação. Após resfriamento adicionou-se água oxigenada para interromper a oxidação. As suspensões foram submetidas a etapas de centrifugação/lavagens com água destilada e ácido clorídrico para eliminar impurezas metálicas e neutralizar o sobrenadante. A centrifugação foi realizada em ciclos de 1 h a 8000 rpm. Na última etapa de lavagem utilizou-se etanol para minimizar a agregação do produto (GO), o qual foi seco em estufa, desagregado em almofariz e reduzido a 90 °C por uma hora, com solução de ácido ascórbico [3]. Novas etapas de centrifugação, lavagens, secagem e desagregação das amostras de RGO foram realizadas. Os produtos foram caracterizados por difração de raios X (Multiflex, Rigaku), espectroscopia Raman (Horiba Scientific MacroRam) e microscopia eletrônica de transmissão (JEM-2100, Jeol).

## RESULTADOS

Os resultados de difração de raios X (Figura 1) indicam que o GO obtido a partir de grafite em flocos apresenta contaminantes que não foram eliminados nas etapas de lavagem. Por outro lado, o GO proveniente do grafite em pó é mais puro. Após a redução, as amostras obtidas a partir das duas fontes de grafite são constituídas por mistura de GO e RGO, comprovada pela

presença dos picos em  $2\theta$  próximos a 12 e 25 graus, respectivamente. Os espectros de Raman (Figura 2) das amostras obtidas após redução mostram a presença das bandas D e G próximas a  $1350$  e  $1600\text{ cm}^{-1}$ , respectivamente. A maior intensidade relativa da banda D indica a presença de defeitos nesses materiais [4]. Observa-se nas imagens de microscopia eletrônica de transmissão (Figura 3) que a esfoliação foi possível com as duas matérias-primas (grafite em flocos e particulado). A análise qualitativa das imagens mostrou que as folhas obtidas a partir de flocos são maiores.

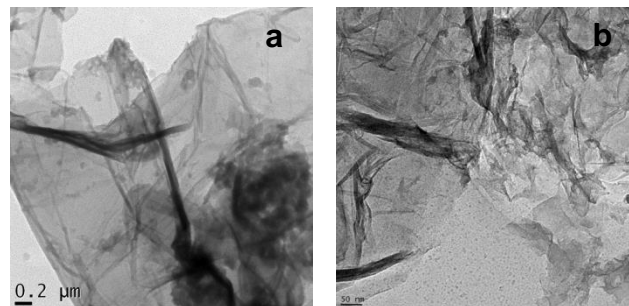


Figura 3: Imagens de microscopia eletrônica de transmissão do RGO proveniente do grafite em flocos (a) e grafite particulado (b)

## CONCLUSÕES

O processo de esfoliação/oxidação/redução de diferentes fontes de grafite mostrou-se eficiente para obtenção de mistura de GO/RGO. O uso de grafite particulado facilita a remoção de contaminantes metálicos no processo de lavagem e permite a obtenção de folhas de menor dimensão.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Kumar, s. s. a.; Bashir, s.; Ramesh, k.; Ramesh, S. Journal of Materials Science, 57, p. 12236-12278. 2022.
- [2] Marcano, D.C.; Kosynkin, D. V.; Berlin, J. M.; Sinitskii, A.; Sun, Z.; Slesarev, A.; Alemany, L.B.; Lu, W. Tour, J. M. ACS Nano, 4, p.806-814, 2010.
- [3] Zhang, J.; Yang, H.; Shen, G.; Cheng, P.; Zhang, J.; Guo, S. Chemical Communications, 7, p. 1112-1114, 2010.
- [4] Hu, Y.; Song, S.; Lopez-Valdivieso, A. Journal of Colloid and Interface Science, v. 450, p. 68-73, 2015.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

À CNEN/IPEN pelos recursos financeiros (Projeto Intercentros 2020.06.IPEN.05) e Bolsa PROBIC

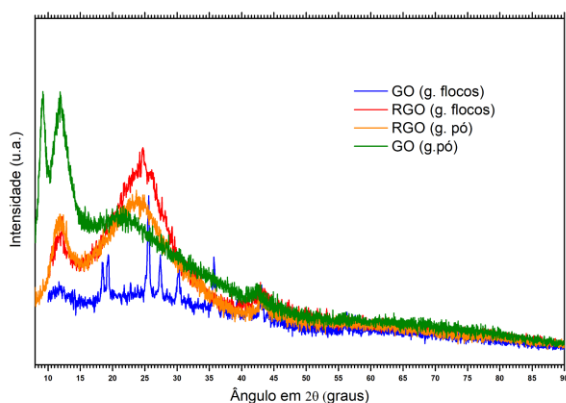


Figura1: Difratogramas de raios X das amostras de GO e RGO.

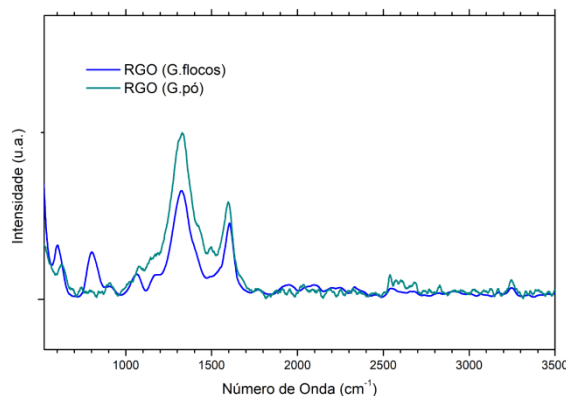


Figura 2: Espectros de Raman das amostras de RGO.