

## **CARACTERIZAÇÃO DE NANOLÂMINAS DE GRAFENO (NG) PRODUZIDAS PELO MÉTODO DA ESFOLIAÇÃO QUÍMICA**

<sup>1</sup>Andressa Siqueira Xavier, <sup>2</sup>Douglas Fonseca Galvão, <sup>3</sup>Dayane Rodrigues de Alcantara, <sup>4</sup>Mateus Nascentes de Moraes, <sup>5</sup>Tainah Satiko Tsuge Garcia, <sup>6</sup>Sandra Lúcia Nogueira

<sup>(1)</sup> Graduando em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM. andressasqx@hotmail.com.

<sup>(2)</sup> Graduando em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas – UNIPAM douglasgalvao.eq@hotmail.com

<sup>(3)</sup> Graduando em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM. dayaneralcantara21@gmail.com.

<sup>(4)</sup> Graduando em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM. mateusndemoraes@gmail.com.

<sup>(5)</sup> Graduando em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM. tainah.garcia@outlook.com.

<sup>(6)</sup> Professora do curso de Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas – UNIPAM. sandraln@unipam.edu.br.

### **1. INTRODUÇÃO**

O grafite natural como ocorre na natureza não pode ser utilizado como nanocarga devido à ligação química existente em suas camadas, bem como ao espaçamento entre elas. Por esta razão precisa ser modificado quimicamente (GOPAKUMAR, 2004).

As nanolâminas de grafeno são compostas de carbonos constituídos por camadas com espessura atômica extraídas do grafite. Elas são consideradas um dos materiais mais finos no que diz respeito a sua estrutura, e que apresentam flexibilidade, transparência, impermeabilidade e condutividade elétrica. Além disso, também apresentam um grande potencial de condução térmica e são mais duras e resistentes que diamante (CORREA, 2010).

Deste modo, este trabalho objetiva a obtenção e caracterização de nanolâminas de grafeno através da esfoliação química, propondo mudanças no processo desenvolvido por SILVA e SCARPIN, 2013 visando melhor aproveitamento, menor tempo produção e maior qualidade do produto final.

### **2. MATERIAL E MÉTODOS**

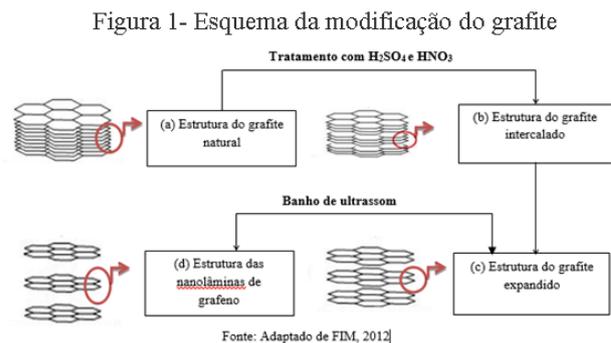
As nanolâminas foram obtidas no laboratório de química analítica do Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM, através do seguinte procedimento:

**Grafite Intercalado (GI):** Partiu-se de uma mistura 4:1 contendo ácido sulfúrico (PA), ácido nítrico (PA) e 20g de grafite comercial. A solução foi submetida a uma agitação mecânica seguida de repouso até a decantação. Nessa primeira etapa obteve-se o GI.

**Grafite Expandido (GE):** Retirou-se o excesso de sobrenadante e realizou-se a diluição da solução de GI decantada seguida de filtração a vácuo. O grafite intercalado foi aquecido a 1000°C durante 30s. Após esse tratamento térmico obtém-se o GE.

**Nanolâminas de Grafeno (NG):** Com o GE obtido, fez-se uma suspensão de álcool etílico 70% submersa em um banho de ultrassom durante 8h. Em seguida filtrou-se a solução e repetiu-se o processo de secagem, resultando em NG. As etapas de transformação do grafite em NG estão esquematizadas na figura 1.

Em (a) observa-se que o grafite é composto por infinitas camadas de átomos de carbono com espaços nanométricos entre si. O tratamento químico pela adição dos ácidos concentrados acrescido de intensa agitação promove além da purificação, a oxidação do grafite, provocando o espaçamento das nanolâminas que formam a estrutura do GI (b). Quando o GI sofre um tratamento térmico drástico, os agentes intercalantes são volatilizados fragilizando as ligações e fazendo com que ocorra a expansão entre as camadas, resultando no GE (c). Com as interações enfraquecidas, o GE é submetido ao banho ultrassônico para sua quebra definitiva. As ligações  $\pi$  quebradas interagem formando com a ligação  $\sigma$  uma dupla ligação entre carbonos, formando a estrutura das NG (d) (JANUARIO, 2014).



### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para confirmar o desenvolvimento das NG, as amostras foram caracterizadas por sua dispersão e por seu espectro RAMAN característico. A figura 2 a seguir representa a diferença de dispersão das

Figura 2: Dispersão em banho ultrassônico, NG à esquerda e grafite natural à direita.



amostras em meio surfactante, após o banho de ultrassom. A amostra 1 que está à esquerda contém as NG e a amostra 2, grafite natural, ambas em meio surfactante à mesma concentração. Nota-se que a amostra 1 apresentou uma eficiente dispersão, devido a sua leveza, homogeneidade e baixa densidade, comprovando assim a formação das NG. Já a amostra 2, os flocos de grafite permaneceram inertes no fundo do vidro, ficando evidente a diferença entre as duas amostras.

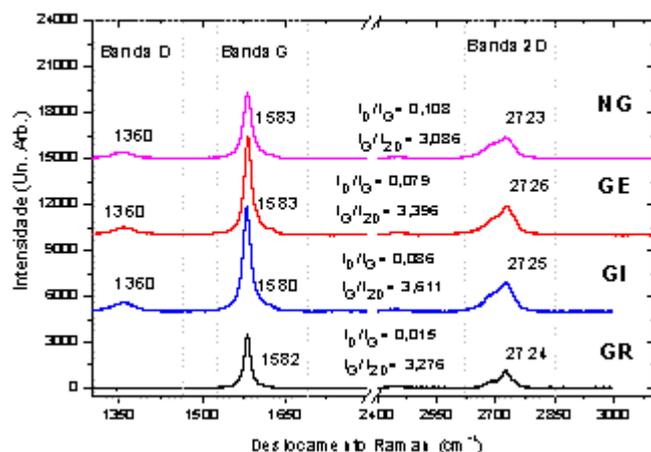
A espectroscopia RAMAN é uma técnica de caracterização estrutural e eletrônica muito utilizada nos materiais carbonosos (CHILDRES et AL, 2010). Sendo assim, através desta técnica torna-se possível identificar a produção de nanolâminas de grafeno - NG.

A figura 3 apresenta os espectros Raman para o grafite comercial - GR, utilizado como precursor nas esfoliações em estudo, grafite intercalado – GI (tratamento com ácido), grafite expandido – GE (tratamento térmico) e das nanolâminas de grafeno – NG. Todos os espectros exibem picos característicos na região entre 1200 e 3000  $\text{cm}^{-1}$  para energia de excitação do laser de argônio em 514 nm (2,41 eV). As bandas encontradas neste intervalo são conhecidas como banda D (1200 a 1400  $\text{cm}^{-1}$ ), banda G (1500 a 1650  $\text{cm}^{-1}$ ) e banda 2D (2600 a 2750  $\text{cm}^{-1}$ ).

A banda G relaciona as vibrações C-C do grafite, as quais estão presentes nos materiais de carbono. Por outro lado, a banda D tem relação com a desordem da estrutura hexagonal do grafite. Na figura 3 apresentada nota-se que o sinal da banda D é mais intenso referente ao grafite tratado, GI e GE e também das NGs indicando materiais estruturalmente mais desorganizados. Isso se deve ao processo de esfoliação química do grafite que introduz defeitos em sua estrutura cristalina.

De acordo com a literatura, (FERRARI et al, 2006 e 2010), o valor de  $I_D/I_G$  próximo de zero é um indicativo de um material gráfitico cristalino, porém quando esse valor aumenta, o material gráfitico perde sua cristalinidade e torna-se estruturalmente mais desorganizado.

Figura 3 – Espectro Raman para as amostras GR, GI, GE e NG.





Baseado nesses valores, que também estão apresentados na figura 3,  $ID/IG = 0.015$  confirma-se o elevado grau de cristalinidade do grafite. Entretanto, os valores de  $ID/IG$  bem próximos para GI, GE e NG revelam a presença de uma maior quantidade de defeitos estruturais.

A segunda ordem da banda D, ou seja, a banda 2D, é uma das mais importantes do espectro Raman, pois é a partir dela que torna-se possível a identificação de nanolâminas de grafeno no material e sobretudo, a quantidade de nanolâminas (FERRARI et al, 2006 e 2010). Assim, o número de camadas pode ser obtido a partir da razão das intensidades da banda 2D e da banda G (valor  $IG/I2D$ ). Na figura nota-se que o espectro que apresentou menor valor para a razão  $IG/I2D$  foi a amostra de NG.

A partir desses resultados, é possível concluir que houve a formação de nanolâminas pela esfoliação de grafite, pois os espectros das amostras analisadas apresentam características estruturais diferentes de um material gráfitico natural.

#### **4. CONCLUSÕES**

- (i) as mudanças da metodologia não afetaram a produção, e sim proporcionaram uma melhoria no processo, com uma maior economia de água e otimização;
- (ii) o objetivo de produzir NG foi confirmado pela boa dispersão das moléculas das nanolâminas em meio surfactante;
- (iii) a caracterização por Espectroscopia Raman, detectou através da estrutura eletrônica do grafeno, a dependência com o número de camadas das nanolâminas produzidas, reafirmando sua obtenção eficaz;
- (iv) obteve-se um rendimento de 74%, concluindo que a esfoliação química do grafite mostra-se como uma possível rota para a preparação de NG em escala industrial;

#### **REFERÊNCIAS**

COMPTON, O. C.; NGUYEN, S. T. Graphene oxide, highly reduced graphene oxide, and graphene: versatile building blocks for carbon-based materials. *Small* (2010), 711-723.

CHILDRES, I.; JAUREGUIB, L. A.; PARKB, W.; CAOAB, H.; CHEN, Y. P. Raman spectroscopy of graphene and related materials. Chapter 19 (2010).

CORREA D. R. N. A síntese do Grafeno: O premio Nobel de Física de 2010 – 2010



FERRARI, A. C.; MEYER, J. C.; SCARDACI, V.; CASIRAGHI, C.; LAZZERI, M.; MAURI, F.; PISCANEC, S.; JIANG, D.; NOVOSELOV, K. S.; ROTH, S. and GEIM, A. K. Raman Spectrum of Graphene and Graphene Layers. PRL (2006).

FERRARI, A. C.; MEYER, J. C.; SCARDACI, V.; CASIRAGHI, C.; LAZZERI, M.; MAURI, F.; PISCANEC, S.; JIANG, D.; NOVOSELOV, K. S.; ROTH, S. and GEIM, A. K. The Raman Fingerprint of Graphene. (2010) FIM, A. C. Síntese e Propriedades de Nanocompósitos de Polietileno/Nanolâminas de Grafeno Obtidos Através de Polimerização In Situ. 2012. 90p. Tese (Doutorado) – Faculdade de Ciência dos Materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2012.

GOPAKUMAR, T. G.; PEGÉ, D. J. Y. S. Polym. Eng. Sci, 2004, 44, 1162.

JANUARIO, A. C.; REMÉDIO, B. R.; SOUZA, R. A.; "Produção de grafeno pelo método da esfoliação química e suas potenciais aplicações", p. 13392-13398. In: Anais do XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química – COBEQ 2014- [BlucherChemicalEngineeringProceedings, v. 1, n. 2]. São Paulo: Blucher, 2015.

SILVA, C. R. e SCAPIN, K. Síntese do Grafeno e Produção de Nanocompósitos Poliméricos. Trabalho de conclusão de curso - Centro Universitário das Faculdades Associadas de Ensino – UNIFAE, 2013.