

ESTUDO DA OBTENÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO TRIDIMENSIONAL PARA APLICAÇÕES ELETROQUÍMICAS

MARCELO MARTINEZ FERNANDES¹; JOSÉ HENRIQUE ALANO²; MARCELO DOURADO MONCKS³; BRUNO DA SILEIRA NOREMBERG⁴; NEFTALÍ LENIN VILLARREAL CARREÑO⁵

¹*Universidade Federal de Pelotas - UFPel – marcelomartinez1419@gmail.com*

²*Universidade Federal de Pelotas - UFPel – henrique.al@gmail.com*

³*Universidade Federal de Pelotas - UFPel – marcelo.monks@anhanguera.com*

⁴*Universidade Federal de Pelotas – UFPel - bnoreemberg@gmail.com*

⁵*Universidade Federal de Pelotas – UFPel – nlv.carreno@gmail.com*

1. INTRODUÇÃO

No mundo de hoje, as pesquisas científicas e tecnológicas em diversos campos estão enfrentando grandes desafios com o desempenho, funcionalidade e durabilidade dos materiais. Entre os mais pesquisados, estão os materiais a base de carbono, como carvão ativado, nanotubos de carbono e grafeno (CHABOT et al., 2014).

O óxido de grafeno (GO), uma classe desses materiais a base de carbono, chama muito à atenção como uma alternativa viável principalmente em aplicações importantes, tais como armazenamento e conversão de energia, detecção, catálise, transistores e polímeros compósitos (KAMAT, 2011). A sua estrutura é composta de átomos de carbonos ligados entre si e grupos funcionais oxigenados, como os grupos carboxil (- COOH), e carbonila (- C = O) localizados nas bordas da folha e grupos epóxi (C - O - C) e hidroxila (- OH), localizados de preferência no plano basal (GUPTA et al., 2013).

O óxido de grafeno (GO) material tem demonstrado uma série de propriedades extremamente interessantes, que o faz desse material um dos candidatos mais promissores para integrar a nova geração de materiais eletrônicos. Entre tais propriedades destacam-se: alta mobilidade eletrônica a temperatura ambiente ($15000 \text{ cm}^2 \text{ Vs}$), condutividade térmica de 5000 W/mK , baixa resistividade elétrica ($10^{-6} \Omega/\text{cm}$), alta transparência ótica, modulo de Young da ordem de 1 Tpa e elevada área superficial ($2600 \text{ m}^2/\text{g}$) (SINGH et al., 2011).

Os grupos que contém funcionam como sítios para uma variedade de reações de modificação de superfície. Porém, devido à interrupção da estrutura eletrônica conjugada da folha de grafeno, o GO torna-se um material eletricamente isolante devido ao grande número de defeitos introduzidos na sua estrutura. Com isso, uma etapa de redução é necessária para restaurar a sua estrutura eletrônica (KIM et al., 2010). Esta etapa pode ser feita por tratamento químico com agentes redutores como hidrazina, Tiuréia, entre outros (CHUA e PUMERA, 2014).

Com isso, é interessante o uso de um agente redutor, para aperfeiçoar essas propriedades eletrônicas. Para isso, foi utilizado o método descrito por HUANG e colaboradores (2014), onde a redução acontece com a ajuda do reagente EDTA (ácido etilenodiamino tetra-acético), devido a algumas vantagens que este oferece, como menor gasto de tempo na redução, baixo custo, podendo a solução com EDTA ser utilizada diversas vezes.

Com base nesse contexto, o objetivo desta pesquisa é a obtenção do óxido de grafeno tridimensional ou reduzido (RGO), com a finalidade para aplicações eletroquímicas.

2. METODOLOGIA

2.1. OBTENÇÃO ÓXIDO DE GRAFENO

O óxido de grafeno será obtido através de síntese seguindo a metodologia descrita na literatura baseada no método de Hummers e Offmann (1958). Uma solução de 23 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado é adicionada a 1,0 g de grafite em pó. A mistura é homogeneizada a 0 °C por 15 minutos em agitação magnética. Posteriormente, adiciona-se 0,5 g de nitrato de sódio ($NaNO_3$), seguido pela adição cuidadosa de 3 g de permanganato de potássio ($KMnO_4$) com a temperatura abaixo dos 20 °C, e em seguida, a mistura é mantida sob agitação por 30 minutos a temperatura ambiente. Após isso, adiciona-se 46 mL de água deionizada, onde se observa a elevação da temperatura entre 80 a 90 °C. Após mais 15 minutos de agitação, a reação é terminada adicionando 140 mL de água destilada e 10 mL de solução de peróxido de hidrogênio (H_2O_2). O sólido é separado por centrifugação a 4.000 rpm por 5 minutos e lavado com água destilada para remover impurezas, tais como íons sulfato (SO_4^{2-}) e íons permanganato (MnO_4^-). Esse procedimento será repetido por mais nove vezes. O óxido de grafite obtido da centrifugação é então misturado com 250 mL de água e sonicado em ultrassom de banho por 2 horas, para a sua exfoliação. Após esta etapa, obtém-se o óxido de grafeno (GO), que então é centrifugado por 4000 rpm por 5 minutos e colocado para secar na estufa a 50°C por 72 horas.

2.2. REDUÇÃO DO ÓXIDO DE GRAFENO

Para a redução do óxido de grafeno em 3D no formato de uma esponja, é utilizado 100 mg de óxido de grafeno dispersos em 50mL de água destilada por ultrassom de banho. Após obter uma mistura homogênea, são adicionados 600mg de ácido EDTA e dispersos até tornar uma mistura completa. Depois disso a amostra é colocada em uma estufa de aquecimento a 95~100°C estável por 4 horas. Depois a solução com EDTA é retirado, ficando somente óxido de grafeno tridimensional (RGO) no recipiente utilizado. A solução com EDTA será reutilizada outras vezes enquanto que o RGO é seco em temperatura ambiente. O RGO obtido então é preparado para avaliar suas propriedades eletroquímicas.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Primeiramente, para a síntese de GO, foi feita análise de difração de raio-X (DRX), onde se obteve o seguinte difratograma da amostra na Figura 1:

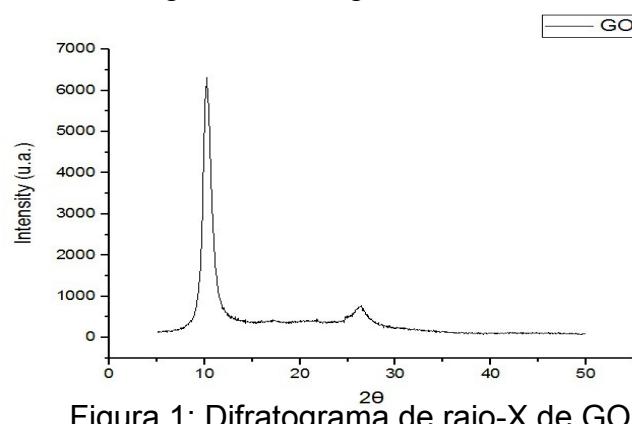


Figura 1: Difratograma de raio-X de GO.

Na Figura 1, podem-se observar dois picos, onde o primeiro é aproximadamente $2\theta=10,6^\circ$ distribuído no plano (002), onde esse pico é característico de óxido de grafeno (GO). Já o segundo é em aproximadamente $2\theta=27^\circ$, onde esse pico representa uma porção de grafite que não foi oxidado completamente.

4. CONCLUSÕES

A síntese do GO foi obtida com sucesso, uma vez que foi obtido um excelente rendimento do óxido. Porém, uma parte do grafite não foi completamente oxidado. Isso pode ocorrer devido ao erro de proporção dos reagentes ou até mesmo alguma impureza no meio reacional. Ainda precisa-se melhorar o método de síntese para a completa oxidação do GO para assim poder realizar melhor o processo de redução do GO. Vale ressaltar que esse material depois de reduzido será caracterizado para avaliar suas propriedades estruturais e eletrônicas para suas aplicações eletroquímicas.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CHABOT, V.; HIGGINS, D.; YU, A.; XIAO, X.; CHEN, Z.; ZHANG, J. A review of graphene and graphene oxide sponge: material synthesis and applications to energy and the environment. **Energy e Environmental Science**, v.7, p.1564-1596, 2014.
- CHUA, C.K.; PUMERA, M. Chemical reduction of graphene oxide: a synthetic chemistry viewpoint. **Chemical Society Reviews**, v.43, n.1, p.291-312, 2014.
- GUPTA V.K.; SALEH, T.A. Scorption of pollutants by porous carbon, carbon nanotubes and fullerene. **Environmental Science and Pollution Research**, v.20, p.2828–2843, 2013.
- HUANG, Y.; LI, C.; LIN, Z. EDTA-induced self-assembly of 3D graphene and its superior adsorption ability for paraquat using a teabag. **ACS Applied Materials e Interfaces**, v.6, p.19766-19773, 2014.
- HUMMERS, W. S.; OFFEMAN, R. E. Preparation of graphitic oxide. **Journal of the American Chemical Society**, v.80, p.1339-1339, 1958.
- KAMAT, P. V. Graphene-based nanoassemblies for energy conversion. **Physical Chemistry Letters**, v.2, n.3, p.242-251, 2011.
- KIM, T.Y.; LEE, H.W.; STOLLER, M.; DREYER, D.R.; BIELAWSKI, C.W.; RUOFF, R.S.; et al. High performance supercapacitors based on poly(ionic liquid)-modified graphene electrodes. **ACS Nano**, v.5, n.1, p.436-442, 2010.
- SINGH, V.; JOUNG, D.; ZHAI, L.; DAS, S.; KHONDAKER, S.I.; SEAL, S. Graphene based materials. Past, present and future. **Progress in Materials Science**, v.56, n.8, p.1178-271, 2011.