

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO PARA FUTURAS APLICAÇÕES AMBIENTAIS

TANYSE PARADA SAMPAIO¹; TÁSSIA PARADA SAMPAIO²; JORDANA MOREIRA SILVA³; CAIO CESAR NOGUEIRA DE MELO⁴; FERNANDO MACHADO MACHADO⁶;

¹*Universidade Federal de Pelotas – tanyse.sampaio@gmail.com*

² *Universidade Federal de Pelotas – tssiap.sampaio@gmail.com*

³ *Universidade Federal de Pelotas – jordanamsil@gmail.com*

⁴ *Universidade Federal de Pelotas – caio12cnm@hotmail.com*

⁵ *Universidade Federal de Pelotas - fernando.machado@ufpel.edu.br*

1. INTRODUÇÃO

O carbono é um material extremamente versátil, que pode se apresentar de diversas formas, dependendo do tipo de hibridização (sp^1 , sp^2 ou sp^3). Algumas das formas alotrópicas do C, que incluem materiais surpreendentes como, por exemplo os fulerenos, os nanotubos de carbono e a família do grafeno estão na vanguarda da alta tecnologia (MACHADO; BERGMANN, 2015). Essa última família se destaca devido as suas propriedades ímpares. Devido as suas propriedades estruturas e mecânicas o grafeno e sua família possuem diversas potenciais aplicações como, por exemplo, na produção de membranas, sensores flexíveis e nanocompósitos (MOHAN et al., 2018).

O óxido de grafeno (GO), estrutura 2D da família do grafeno, caracterizada por possuir um grande quantidade de grupos funcionais a base de oxigênio (carboxilas, carbonila, hidroxila e epóxi) ancorados em seu plano desperta elevado interesse na comunidade científica (MACHADO; BERGMANN, 2015). Tal interesse é justificado, pois esse nanomaterial possui alto módulo de elasticidade e elevada resistência mecânica (DE MELO et al., 2018).

No que diz respeito as propriedades de textura, o GO possui área superficial específica e estrutura de poros adequadas para ser aplicado como adsorvente (JAURIS et al., 2017) no processo de remoção de contaminantes emergentes (CE) presentes em meios hídricos (JAURIS et al., 2016). Entre os contaminantes emergentes, destacam-se, , devido a sua corriqueira detecção em corpos d'água, os interferentes endócrinos, corantes sintéticos e compostos farmacêuticos(MACHADO; BERGMANN, 2015).

Diante deste contexto, o presente trabalho possui como principal objetivo a obtenção e a caracterização de GO para futuras aplicações como adsorvente, na remoção de contaminantes emergentes a partir de soluções aquosas.

2. METODOLOGIA

O GO foi obtido em duas etapas, que são: obtenção do oxidação do grafite (Gr-O) e a esfoliação do Gr-O, gerando o GO. *i) Obtenção do Gr-O:* para a síntese do Gr-O foi utilizada a metodologia de Hummers modificada (JAURIS et al., 2016). Primeiramente, dilui-se 1 g de grafite em pó e 0,5 g de nitrato de sódio em 23 mL de ácido sulfúrico. Em seguida, adicionou-se a solução 3 g de permanganato de potássio, que foi mantida durante 60 min sob agitação constante. Após esse período foi adicionado 46 mL de água destilada, gota à gota, a solução e após 15 min foram adicionados mais 140 mL de água destilada e 10 mL de peróxido de hidrogênio (30% v/v). A solução foi mantida sob agitação

magnética por 30 min. Após esse processo o sólido obtido foi lavado diversas vezes em centrifuga até obter o pH neutro. *ii) Obtenção do GO:* Este processo tem como intuito separar as lamelas do Gr-O, dando origem ao GO. Para isso utilizou-se 0,2 g de Gr-O em 200 ml de água destilada, sob radiação ultrassônica durante 20 min. A solução obtida foi centrifugada à 5.000 rpm durante 45 minutos, para separar o sobrenadante (GO) e do precipitado (Gr-O e GO com muitas camadas).

O grafite precursor e as amostras de GO obtidas foram caracterizadas estruturalmente por difração de Raio X (DRX). Para tanto, foi utilizado um difratômetro Philips, modelo X'pert MPD, equipado com tubo de cobre (radiação com $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), operando a 40 kV e 40 mA. Foram utilizados os seguintes parâmetros para análise: intervalo angular de varredura $5^\circ < 2\theta < 35^\circ$ e passos de 0,05° no período de 1 segundo por passo. Ainda, o grafite precursor e as amostras de GO obtidas forma caracterizadas via espectroscopia Raman, em um equipamento Renishaw modelo InVia, equipado com uma linha de excitação de Ar ($\lambda = 532 \text{ nm}$).

A verificação dos grupos funcionais presentes no grafite precursor e nas amostras de GO foi realizada através da técnica de Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transforma de Fourier (FTIR) com auxílio do equipamento Shimadzu no modelo IRPrestige-21, com transmitância de 400 cm^{-1} à 4000 cm^{-1} .

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1 (a) apresenta os difratogramas de Raio X do grafite precursor e do GO obtido. É notável a presença de um padrão de difração do grafite em aproximadamente $26,5^\circ$, referente ao conjunto de planos (001) (JCPDS 00-008-0415). Após os processos de oxidação e esfoliação, percebe-se a presença de um padrão de difração em $\sim 11^\circ$, atribuído ao plano (002) do óxido de grafeno (JAURIS et al., 2016). Esse fenômeno está relacionado diretamente pela inserção dos grupos funcionais oxigenados em sua estrutura. No entanto torna-se importante salientar a presença de um pequeno padrão de difração em aproximadamente 22° , que demonstra que a oxidação não foi completa (SHOJAEENEZHAD; FARBOD; KAZEMINEZHAD, 2017).

São apresentados na Figura 1 (b) os espectros Raman do grafite percursos e do GO. Para o GO, é observado um aumento da intensidade da banda D em relação ao espetro do grafite. Esse aumento é atribuído a desordem dos átomos de carbono (quebra de simetria sp^2) e a formação de defeitos na estrutura cristalina (KWON; LEE, 2015). A densidade dos defeitos pode ser calculada através da relação entre as intensidades das bandas D e G (I_D/I_G) (DING et al., 2014). O valor encontrado para o GO foi de 0,95 demonstrando a oxidação do grafite em pó quase completa. Esse fato pode ser observado a partir da visualização das bandas D e G, que visualmente estão quase equivalentes.

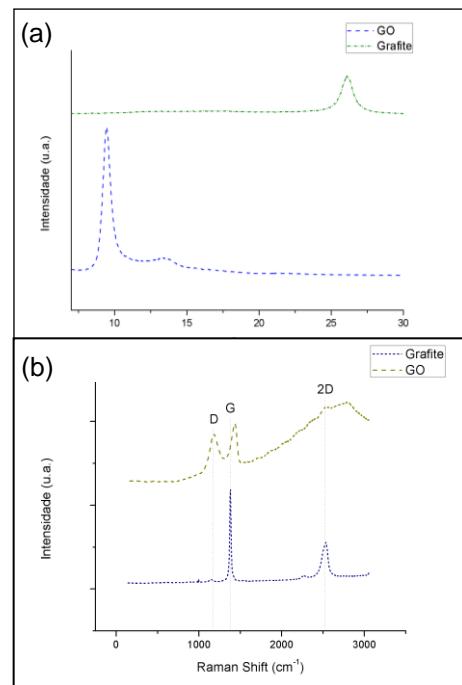


Figura 1 – (a) Difratogramas e
(b) espectros Raman do grafite e do GO.

Na Figura 2, é apresentado o espectro via FTIR das amostras de grafite e do GO. Verifica-se uma banda em torno de 3600 cm^{-1} , que é atribuída ao grupo funcional hidroxila ($\text{C}-\text{OH}$), que pode estar relacionada a umidade presente na amostra no momento da análise. Os outros picos destacados na Figura 2 estão relacionados aos grupos funcionais presentes no plano basal do GO, destacam-se o grupo carbonila ($\text{C}=\text{O}$) em 1716 cm^{-1} , carbono aromático ($\text{C}=\text{C}$) em 1587 cm^{-1} , grupo carboxila (OH) em 1380 cm^{-1} e grupos alcóxi em 1030 cm^{-1} (DING et al., 2014). Comparando os espectros do grafite e do GO obtido, verifica-se que esses grupos funcionais não estão presentes no espectro do grafite, demonstrando a eficiente oxidação do material precursor.

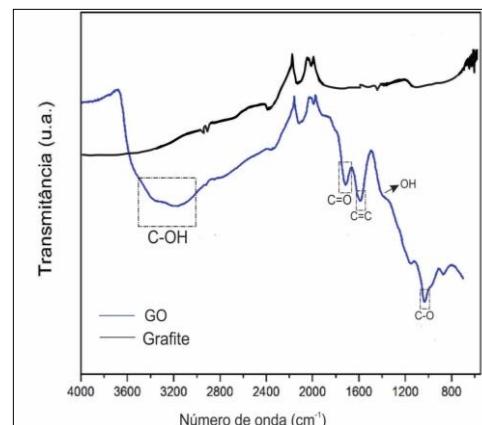


Figura 2 – Espetroscopia de Infravermelho do grafite e do GO.

4. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos-pode-se concluir que a metodologia aplicada é adequada para obtenção de GO com elevada qualidade. Essa afirmação é comprovada a partir dos resultados estruturais obtidos via DRX e espectroscopia Raman. A partir da análise via FTIR, foi possível comprovar a inserção de grupos funcionais oxigenados no plano basal do GO no momento da oxidação do grafite. Desta forma é possível dizer que o GO obtido, depois um estudo aprofundado para aplicação, pode ser utilizado como adsorvente para contaminantes emergentes.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- DING, P.; SU, S.; SONG, N.; TANG, S.; LIU, Y.; SHI, L. Highly thermal conductive composites with polyamide-6 covalently-grafted graphene by an in situ polymerization and thermal reduction process. **Carbon**, v. 66, p. 576–584, 2014.
- JAURIS, I. M.; MATOS, C. F.; SAUCIER, C. et al. Adsorption of sodium diclofenac on graphene: a combined experimental and theoretical study. **Physical Chemistry Chemical Physics** v. 18, p. 1526-1536, 2016.
- DE MELO, C. C. N. et al. Analysis of nonisothermal crystallization kinetics of graphene oxide - reinforced polyamide 6 nanocomposites. **Thermochimica Acta**, v. 667, p. 111–121, 2018.
- JAURIS, I. M. et al. Adsorption of anti-inflammatory nimesulide by graphene materials: A combined theoretical and experimental study. **Physical Chemistry Chemical Physics**, v. 19, n. 33, p. 22099–22110, 2017.
- MACHADO, F. M.; BERGMANN, C. P. Carbon Nanomaterials as Adsorbents for Environmental and Biological Applications. In: 1. ed. New York City: Springer International Publishing, 2015. p. 11–32.
- MOHAN, V. B. et al. Graphene-based materials and their composites: A review on production, applications and product limitations. **Composites Part B: Engineering**, v. 142, n. December 2017, p. 200–220, 2018.
- SHOJAEENEZHAD, S. S.; FARBOD, M.; KAZEMINEZHAD, I. Effect of initial graphite particle size and shape on oxidation time in graphene oxide prepared by Hummers' method. **Journal of Science: Advanced Materials and Devices**, 2017