

## NANOCOMPÓSITO CONDUTOR A PARTIR DE CELULOSE E GRAFENO INDUZIDO POR LASER

LUCAS DA SILVA RODRIGUES<sup>1</sup>; BRUNO DA SILVEIRA NOREMBERG<sup>2</sup>;  
VERIDIANA GEHRKE<sup>2</sup>; GUILHERME KURZ MARON<sup>2</sup>; ÉRICA DA COSTA  
CAMPOS<sup>2</sup>; NEFTALÍ LENIN VILLARREAL CARREÑO<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas – *lucasdasilva.r@icloud.com*

<sup>2</sup> Universidade Federal de Pelotas – *bnoemberg@gmail.com; veridianagehrke@gmail.com;*  
*g\_maron@hotmail.com; eri-campos@hotmail.com*

<sup>3</sup> Universidade Federal de Pelotas – *neftali@ufpel.edu.br*

### 1. INTRODUÇÃO

Em razão da crescente preocupação com o aquecimento global, questões como a substituição da matriz energética mundial e redução da emissão de poluentes causadores do efeito estufa, resultam na busca por fontes renováveis e dispositivos de armazenamento de energia, que se tornaram o foco de pesquisa de diversos grupos ao redor do mundo (MILLER; HUA; TEZEL, 2018; MUZAFFAR et al. 2019).

Neste contexto, os supercapacitores se apresentam como dispositivos de armazenamento de energia que, dentre suas principais características, se destacam por apresentar alta densidade de potência, baixo tempo de carga e descarga, excelente durabilidade e estabilidade. Assim, os supercapacitores apresentam-se como dispositivos que preenchem a lacuna entre capacitores eletrolíticos e baterias (GONZÁLEZ et al. 2016; YAN et al. 2014).

Além disso, os mesmos apresentam aplicações diversas tais como em veículos elétricos, em sistemas de armazenamento de energia de alta demanda e demais aplicações industriais (MILLER; SIMON, 2008; YAN et al. 2014).

Em trabalhos anteriores do grupo de pesquisa, NOREMBERG et al. (2017); (2019), demonstraram que compósitos de celulose associados à nanomateriais a base de carbono apresentaram resultados promissores como supercapacitores e sensores de gás utilizando nanotubos de carbono, a partir disto, abre possibilidade para utilização de outros materiais, como o grafeno.

O grafeno, devido as suas excelentes propriedades mecânicas, elétricas e térmicas, apresenta em compósitos ótimos resultados em aplicações em supercapacitores (GÓMEZ et al. 2011; THESING et al. 2019). Uma das técnicas utilizadas para a síntese do mesmo é por meio da indução a laser que, permite uma síntese rápida, limpa e de baixo custo quando comparado as técnicas convencionais (YE; JAMES; TOUR, 2019).

Diante do exposto, este trabalho propõe utilizar grafeno obtido via indução a laser para a síntese de um nanocompósito celulose/grafeno e avaliar sua aplicação como supercapacitores.

### 2. METODOLOGIA

#### Obtenção do Grafeno

Para a preparação do grafeno, lâminas de vidros foram cobertas com fita Kapton® (DuPont, EUA) e tratadas em laser de CO<sub>2</sub> (VS3020, Visutec) em diferentes taxas de varredura e potências do laser. Após, as amostras foram submetidas a Espectroscopia Raman (Olympus,  $\lambda = 632,8\text{nm}$ , 10mW) a fim de determinar a qualidade do grafeno obtido, e então foi retirado da lâmina de vidro o material obtido e armazenou-se para os próximos processos

### Preparação dos eletrodos

Para a preparação do papel condutor, a metodologia foi baseada em métodos anteriormente descritos pelo grupo de pesquisa e expostos no trabalho de NOREMBERG et al., (2017); (2019). A polpa de celulose extraída do Eucalipto (doada por Celulose Riograndense) foi utilizada como fonte de celulose e Carboximetilcelulose sal sódico (CMC, Synth) atuando como agente plastificante, para melhorar às propriedades mecânicas do papel.

A solução A foi obtida pela dispersão de 100 mg do grafeno anteriormente obtido em 200 mL de água destilada utilizando um ultrassom de banho (25 kHz) por 30min. A solução B, foi preparada a partir da mistura de 200 mL de água destilada, 5 mL de ácido sulfúrico (Synth) e 400 mg de polpa de celulose.

Em seguida, adicionou-se a solução A em B obtendo a solução resultante que foi agitada à 85 °C por 3 horas, seguida de um banho ultrassônico (25 kHz) a 65 °C por 3 horas. Posteriormente, a dispersão foi filtrada e lavada com água destilada até que seu pH fosse neutro. A pasta resultante e os 100 mg de CMC, foram então novamente dispersos em 100 mL de água destilada utilizando um banho ultrassônico (25 kHz) por 30 minutos para formar a dispersão final (aproximadamente 6 mg/mL).

Para a preparação dos eletrodos 1mL da solução final foi gotejada em cada coletor de corrente ( $2\text{cm}^2$ ), de aço inoxidável e posteriormente secou-se em estufa a 60°C por 24h.

### Caracterizações

Para avaliar as características físicas e morfológicas do papel obtido, foram utilizadas as seguintes técnicas, Microscopia eletrônica de varredura (MEV) (SSX-550, Shimadzu) e difração de raios-x (DRX) (XRD-6000, Shimadzu).

Em relação às medidas eletroquímicas, utilizou-se um potenciómetro/galvanômetro (Compacstat.e, IVIUM) nas análises de voltametria cíclica (VC) e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE). A análise de carga e descarga galvanostática (CDG) foi realizada em uma unidade de fonte e medida (2651A, Keithley).

Cabe ressaltar que, todas as medidas foram feitas em uma célula eletroquímica de dois eletrodos e, utilizou-se como separador uma membrana polimérica Celgard 3501 e 200 $\mu\text{L}$  de [Bmin][NTf<sub>2</sub>] como eletrólito.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

No estudo preliminar, foram sintetizados diferentes filmes de grafeno avaliando influência da potência do laser e a velocidade de gravação dos filmes. As melhores amostras foram selecionadas com base na sua condutividade, medida de maneira simples com um multímetro, e assim os melhores resultados foram caracterizados por espectroscopia Raman, para determinar a qualidade do grafeno obtido, os resultados e as condições estão descritos na tabela 1 e seus espectros na figura 1 (a).

Tabela 1 – Parâmetros utilizados nos testes para a síntese do grafeno utilizando diferentes potências do laser.

Potência do laser (W)	Velocidade de gravação (mm/s)	$I_{2D}/I_G$
3,48	100	0,856
3,52	100	0,870
3,56	100	0,877

Com base na relação da intensidade da banda 2D ( $2699\text{ cm}^{-1}$ ) pela banda G ( $1583\text{cm}^{-1}$ ), podemos concluir que obteve-se um grafeno de multi camadas, como descrito na literatura em outros trabalhos que utilizam a indução a laser em polímeros como rota de obtenção de grafeno (CHYAN et al. 2018; DOSI et al. 2019).

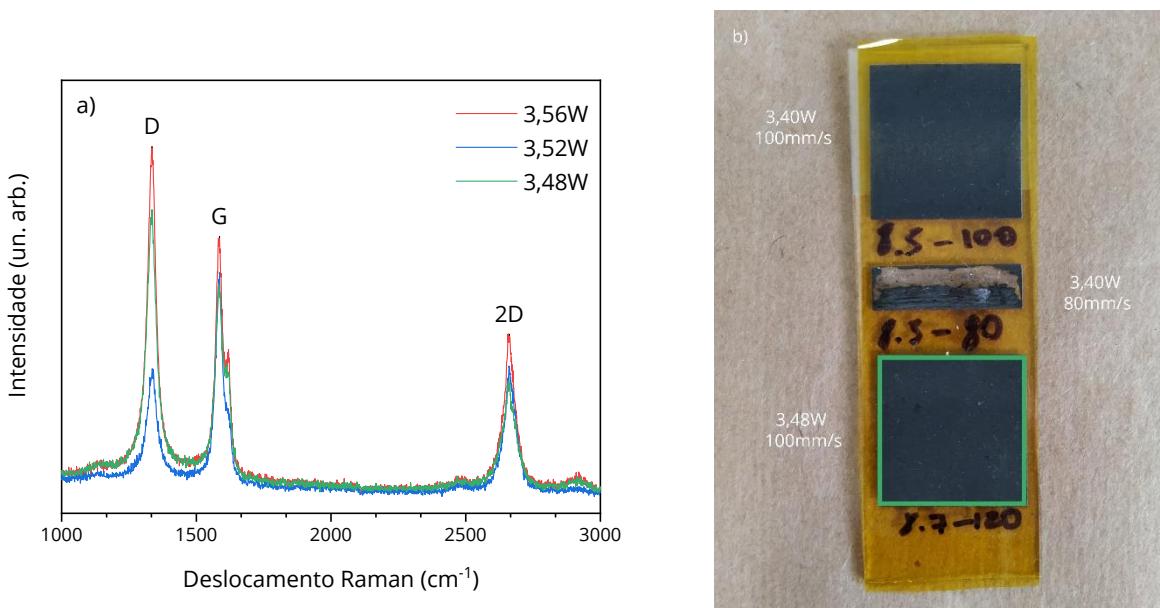


Figura 1 – a) Espectros Raman das amostras sintetizadas de acordo com potência utilizada no laser; b) Fotografia das amostras após a síntese, destaque em verde para a amostra que foi realizada espectroscopia Raman.

Além disso, a maior intensidade da banda G em relação a banda D ( $1349\text{ cm}^{-1}$ ), obtida na amostra utilizando potência de 3,52W, que é preferível, por sugerir a formação de grafeno policristalino multicamada (DOSI et al., 2019; WALL, 2011). Ademais, notou-se que o grafeno obtido pode ser facilmente raspado do substrato, para ser utilizado nas demais etapas na forma de pó, como ilustrado na figura 1 (b).

#### 4. CONCLUSÕES

Nesta fase do trabalho a obtenção do grafeno por meio da indução a laser se mostrou eficiente, permitindo obter o material necessário para as próximas etapas do trabalho, onde espera-se obter um papel condutor que apresente boa condutividade e bom desempenho como supercapacitor.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- CHYAN, Y. et al. Laser-Induced Graphene by Multiple Lasing: Toward Electronics on Cloth, Paper, and Food. **ACS Nano**, v. 12, n. 3, p. 2176–2183, 2018.
- DOSI, M. et al. Ultrasensitive Electrochemical Methane Sensors Based on Solid Polymer Electrolyte-Infused Laser-Induced Graphene. **ACS Applied Materials and Interfaces**, v. 11, n. 6, p. 6166–6173, 2019.
- GÓMEZ, H. et al. Graphene-conducting polymer nanocomposite as novel electrode for supercapacitors. **Journal of Power Sources**, v. 196, n. 8, p. 4102–4108, 2011.
- GONZÁLEZ, A. et al. Review on supercapacitors: Technologies and materials. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 58, p. 1189–1206, 2016.
- MILLER, E. E.; HUA, Y.; TEZEL, F. H. Materials for energy storage: Review of electrode materials and methods of increasing capacitance for supercapacitors. **Journal of Energy Storage**, v. 20, n. August, p. 30–40, 2018.
- MILLER, J. R.; SIMON, P. Materials science: Electrochemical capacitors for energy management. **Science**, v. 321, n. 5889, p. 651–652, 2008.
- MUZAFFAR, A. et al. A review on recent advances in hybrid supercapacitors: Design, fabrication and applications. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 101, p. 123–145, 2019.
- NOREMBERG, B. S. et al. From banana stem to conductive paper: A capacitive electrode and gas sensor. **Sensors and Actuators, B: Chemical**, v. 240, p. 459–467, 2017.
- NOREMBERG, B. S. et al. Renewable supercapacitors based on cellulose/carbon nanotubes/[Bmim][NTf<sub>2</sub>] ionic liquid. **MRS Communications**, p. 1–4, 2019.
- THESING, A. et al. Tunable graphene oxide inter-sheet distance to obtain graphene oxide-silver nanoparticle hybrids. **New Journal of Chemistry**, v. 43, n. 3, p. 1285–1290, 2019.
- WALL, M. **The Raman Spectroscopy of Graphene and the Determination of Layer Thickness**. Disponível em:  
[https://tools.thermofisher.com/content/sfs/brochures/AN52252\\_E\\_1111\\_LayerThkns\\_H\\_1.pdf](https://tools.thermofisher.com/content/sfs/brochures/AN52252_E_1111_LayerThkns_H_1.pdf).
- YAN, J. et al. Recent advances in design and fabrication of electrochemical supercapacitors with high energy densities. **Advanced Energy Materials**, v. 4, n. 4, 2014.
- YE, R.; JAMES, D. K.; TOUR, J. M. Laser-Induced Graphene: From Discovery to Translation. **Advanced Materials**, v. 31, n. 1, p. 1–15, 2019.