

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO REDUZIDO PARA APLICAÇÃO FUTURA EM IMPLANTES NO TRATAMENTO DE DEFEITOS ÓSSEOS

BRUNO ARRUDA CALDAS¹; TANYSE PARADA SAMPAIO²;
TIAGO MORENO VOLKMER³

¹Universidade Federal de Pelotas – brunoar.caldas@gmail.com;

²Universidade Federal de Pelotas – tanyse.sampaio@gmail.com;

³Universidade Federal de Pelotas – tiagovolkmer@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

O Grafeno, após a sua primeira obtenção, gerou milhares de pesquisas relacionadas, desde a otimização de processos de produção (LINGAMDINNE et al. 2018; STANKOVICH et al. 2007) à utilização desse “pó de ouro” em inúmeras aplicações, como dispositivos eletrônicos (GILJE et al. 2007), em biotecnologias (WANG et al. 2011), eletrodos finos e transparentes (CAI et al. 2009), entre muitas outras aplicabilidades.

Suas propriedades vêm sendo estudadas desde a metade do século passado (GEIM & NOVOSELOV 2010), sendo a principal fonte de interesse da quantidade de investimentos relacionados ao mesmo. O grafeno se destaca por possuir propriedades como alto módulo de elasticidade (1 TPa) (BOLOTIN et al. 2008), alta área superficial (2630 m²/g) (MOROZOV et al. 2008), condutividade térmica ~5000 W.m⁻¹.K⁻¹ (BALANDIN et al. 2008), transmitância óptica de aproximadamente 97,7% e boa condutividade elétrica (LI et al. 2009), as quais motivam o interesse do mundo acadêmico e empresas de desenvolvimento tecnológico, com o intuito de desenvolver tecnologias e aplicações para este material.

Pesquisas apontam que o óxido de grafeno reduzido (rGO) tem grande potencial de aplicação na área de biomateriais (CHUNG et al. 2013), por apresentar biocompatibilidade e possuir relativamente baixa citotoxicidade (GIES et al. 2019), característica essa que está relacionada a fatores como: metodologia utilizada para a obtenção do rGO, morfologia do grafite e a proporção do mesmo em peso. Estes fatores foram levados em consideração na determinação do procedimento utilizado.

De acordo com o artigo (VOLKMER et al. 2013) em que foi avaliada a biocompatibilidade e a citotoxicidade do cimento de fosfato tricálcico para implantes in situ, há a possibilidade do aumento das propriedades mecânicas com a adição de um elemento de reforço. Desta forma, o rGO pode vir a ser utilizado como carga/reforço pois tem a probabilidade de aumentar o módulo de elasticidade e a área superficial, bem como a aplicabilidade do cimento de fosfato tricálcico sem comprometer as suas características de biocompatibilidade e bioatividade.

Dessa forma, o objetivo deste projeto é sintetizar e caracterizar o óxido de grafeno reduzido, a partir do método de Hummers modificado (ALAM et al. 2017), para a posterior aplicação do mesmo como material de reforço em cimento de fosfato tricálcico.

2. METODOLOGIA

Foram utilizados 1 g de grafite em flakes (Graflake, Sigma-Aldrich) e 60 g de cloreto de sódio, macerados com auxílio de um almofariz e pistilo para reduzir o tamanho de grão e aumentar a área superficial. Em sequência se deu início a síntese para a obtenção do óxido de grafite. A primeira etapa foi adicionar 1 grama de grafite em flakes, 0,5 gramas de nitrato de sódio (VETEC) e 3 gramas de permanganato de potássio (LABSYNTH).

Um vidro balão foi suspenso por uma haste de suporte e colocado dentro de um recipiente de vidro com água à temperatura ambiente, controlada por termômetro e com a adição de gelo para diminuir a temperatura da reação sempre que necessário. Esse recipiente foi posto em cima do agitador magnético e foi adicionada uma barra magnética (peixinho) dentro do vidro balão. Todo este equipamento estava inserido dentro de uma capela em funcionamento, a fim de exaurir os gases nocivos derivados da reação e contra possíveis explosões.

Foi adicionado no balão o grafite e o nitrato de sódio, junto à 23 ml de ácido sulfúrico (LABSYNTH) e foi acrescentado muito lentamente o permanganato de potássio. Processo que ficará sob constante agitação durante 60 minutos.

A segunda etapa foi medir em proveta 46 ml de água destilada e adicionar “gota a gota”. Durante esse processo é importante verificar se o peixinho está funcionando e se a água está em temperatura ambiente.

A última etapa executada consistia em adicionar 140 ml de água destilada e 10 ml de peróxido de hidrogênio (10% v/v) (LABSYNTH), aguardar 30 minutos e colocar toda a solução em bquer para que o sólido decantasse.

Em seguida, deu-se início à lavagem, onde foi necessário dividir o sólido igualmente em tubos falcon de 50 ml e acrescentar água destilada para que os falcons fiquem com o mesmo peso. Posteriormente, os falcons foram levados a centrífuga (YKA, modelo YK G1) e centrifugados a 5000 rpm durante 10 minutos. Após o término do procedimento foi medido o pH da solução e foi retirada a água sobrenadante dos falcons, onde foram preenchidos e pesados novamente com água destilada. Esse processo foi realizado até que o pH da solução ficasse aproximadamente 5. Por fim, o óxido de grafite foi colocado em um bquer, para armazená-lo.

A obtenção do óxido de grafeno começou pela separação de 1ml de óxido de grafite na proporção de 100 ml de água destilada. Essa solução foi sonicada em um ultrassom de ponta durante 180 minutos, processo esse que era interrompido a cada 30 minutos para a troca da água do sonicator, que costuma aquecer durante o processo. Essa solução foi adicionada em tubos falcons e levada a centrífuga durante 45 minutos à 5000 rpm.

Por fim, os sobrenadantes das soluções centrifugadas foram secos à 60°C durante 30 minutos em estufa, onde ocorreu o processo de redução térmica do óxido de grafeno.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Entre as análises e caracterizações comumente utilizadas para indicar o óxido de grafeno reduzido serão feitas, futuramente, o difratograma de raios X e espectroscopia raman. Até o momento presente deste trabalho somente a análise de espectroscopia no infravermelho (FTIR) foi realizada. A espectroscopia de infravermelho, mostrada na Figura 1, indica a presença e a composição de grupos funcionais na amostra.

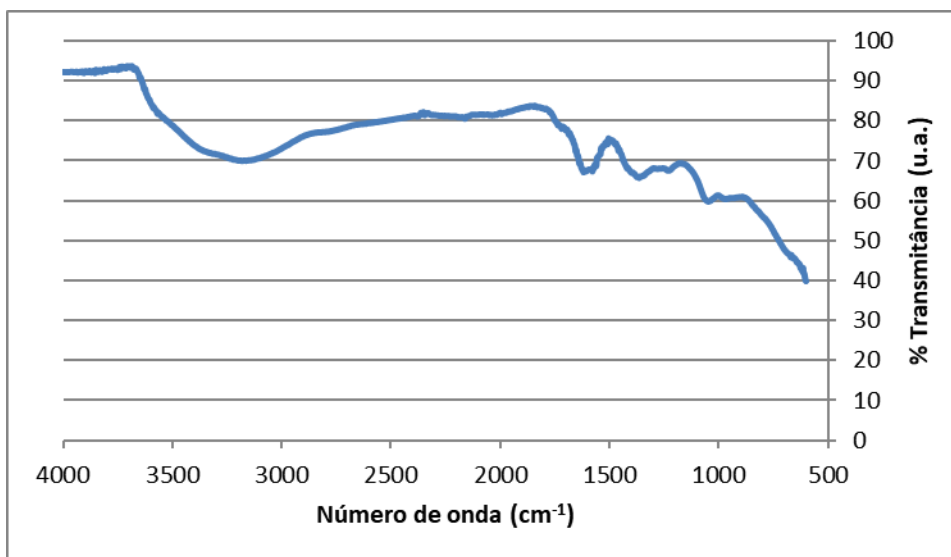


Figura 1: Espectroscopia de infravermelho do rGO.

Após comparar os dados obtidos da análise de FTIR com a literatura (JOHRA & JUNG 2015), em que foi realizada a redução hidrotérmica do GO, o espectro de infravermelho, análise que foi efetuada nesse trabalho mostra que o pico de alta intensidade 3425 cm^{-1} e outros picos de baixa intensidade em 1736 , 1396 , 1215 e 1045 cm^{-1} correspondem a grupos -OH , carbonos grafíticos e grupos C-OH terciários. Por fim, ao comparar os dados em gráfico do GO e o óxido de grafeno reduzido hidrotérmicamente, observou-se que o rGO teve um decréscimo da intensidade dos picos, indicando a decomposição dos grupos carboxílicos.

Portanto, a análise feita de FTIR em comparação com a literatura, indica que foi obtido o óxido de grafeno reduzido, porém, mais estudos serão realizados para confirmar a obtenção do mesmo.

4. CONCLUSÕES

A partir da metodologia proposta, há indicação de que se obteve o óxido de grafeno reduzido, conforme indicado pela espectroscopia de infravermelho, porém, mais estudos deverão ser realizados para confirmar a obtenção do rGO e determinar seu potencial para ser utilizado como reforço de cimentos de fosfato de cálcio aplicados como biomaterial.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALAM, S.N., SHARMA, N. & KUMAR, L., 2017. Synthesis of graphene oxide (GO) by modified hummers method and its thermal reduction to obtain reduced graphene oxide (rGO). **Graphene**, 6(01), pp.1–18.
- BALANDIN, A.A. et al., 2008. Superior thermal conductivity of single-layer graphene. **Nano letters**, 8(3), pp.902–907.
- BOLOTIN, K.I. et al., 2008. Ultrahigh electron mobility in suspended graphene. **Solid State Communications**, 146(9-10), pp.351–355.
- CAI, W. et al., 2009. Large area few-layer graphene/graphite films as transparent thin conducting electrodes. **Applied Physics Letters**, 95(12), p.123115.
- CHUNG, C. et al., 2013. Biomedical applications of graphene and graphene oxide. **Accounts of chemical research**, 46(10), pp.2211–2224.
- GEIM, A.K. & NOVOSELOV, K.S., 2010. The rise of graphene. In Nanoscience and Technology: A Collection of Reviews from Nature Journals. **World Scientific**, pp. 11–19.
- GIES, V. et al., 2019. The impact of processing on the cytotoxicity of graphene oxide. **Nanoscale Advances**, 1(2), pp.817–826.
- GILJE, S. et al., 2007. A chemical route to graphene for device applications. **Nano letters**, 7(11), pp.3394–3398.
- JOHRA, F.T. & JUNG, W.-G., 2015. Hydrothermally reduced graphene oxide as a supercapacitor. **Applied Surface Science**, 357, pp.1911–1914.
- LI, X. et al., 2009. Transfer of large-area graphene films for high-performance transparent conductive electrodes. **Nano letters**, 9(12), pp.4359–4363.
- LINGAMDINNE, L.P. et al., 2018. Process optimization and adsorption modeling of Pb (II) on nickel ferrite-reduced graphene oxide nano-composite. **Journal of Molecular Liquids**, 250, pp.202–211.
- MOROZOV, S. et al., 2008. Giant intrinsic carrier mobilities in graphene and its bilayer. **Physical review letters**, 100(1), p.016602.
- STANKOVICH, S. et al., 2007. Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide. **carbon**, 45(7), pp.1558–1565.
- VOLKMER, T. et al., 2013. Novel method for the obtainment of nanostructured calcium phosphate cements: Synthesis, mechanical strength and cytotoxicity. **Powder technology**, 235, pp.599–605.
- WANG, Y. et al., 2011. Graphene and graphene oxide: biofunctionalization and applications in biotechnology. **Trends in biotechnology**, 29(5), pp.205–212.