

## **OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE GRAFITE EXPANDIDO A PARTIR DE GRAFITE COMERCIAL POR MÉTODO *IN SITU***

AUGUSTO HENRIQUE GOMBAR OLIVEIRA<sup>1</sup>, AMANDA DANTAS DE OLIVEIRA<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM – Universidade Federal de Pelotas – UFPEL, Pelotas-RS – [augusto.goh@hotmail.com](mailto:augusto.goh@hotmail.com)

<sup>2</sup> Universidade Federal de Pelotas – UFPEL - [amandaoliveira82@gmail.com](mailto:amandaoliveira82@gmail.com)

### **1. INTRODUÇÃO**

Nanocompósitos poliméricos são materiais que têm demonstrado melhorias substanciais nas propriedades mecânicas, físicas e térmicas com a adição de pequenas quantidades de carga, conhecidas como nanoreforço, reduzindo o peso final, simplificando muitas vezes o processo e criando novas aplicações para os polímeros (POTTS, 2011), além de apresentar como alternativas que permitam a utilização de produtos mais acessíveis economicamente que, com as técnicas de aperfeiçoamento adequadas, supram ou até mesmo superem as especificidades requeridas em diferentes áreas que utilizam o nanoreforço como uma solução, como por exemplo, nas áreas aeronáutica, aeroespacial, petroquímica, naval, bioengenharia, automobilística, construção civil, de artigos esportivos, entre outras (OSÓRIO, 2018).

Desta forma chegamos a grafite, quimicamente similar aos nanotubos de carbono, tem o potencial para ser uma excelente nanocarga, sob a forma de camadas individuais de grafeno ou agregados de nanolâminas (OSÓRIO, 2018). Devido à ligação química existente em suas camadas, além do espaçamento entre elas, o grafite natural não pode ser utilizado como nanocarga e, por esta razão, precisa ser modificado quimicamente. Por tal motivo, há uma demanda em métodos de produção de nanolâminas deste material comercial com o objetivo de sua obtenção de forma mais prática e, com isso, chegamos a este método de esfoliação química da grafite.

### **2. METODOLOGIA**

#### **2.1. ESFOLIAÇÃO QUÍMICA DA GRAFITE**

##### **2.1.1. GRAFITE INTERCALADO**

O método de esfoliação química é realizado através de tratamento químico com o objetivo de intercalar suas camadas com utilização de ácidos oxidantes. Primeiramente, 10,00 g de grafite em flocos são colocados em um Béquer de 600ml. Utilizando um Erlenmeyer de 125 mL se faz a medição dos ácidos, começando com o nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) em 30 mL que são depositados no Béquer, na sequência, considerando a proporção de 4:1v/v, são acrescentados 120 ml de ácido sulfúrico  $\text{H}_2\text{SO}_4$  colocado por partes com auxílio de um bastão de vidro para o escoamento do mesmo para o recipiente. A mistura fica em repouso por 24 horas para então ser agitada magneticamente sem aumento de temperatura. Em seguida, o processo de filtragem é realizado e o grafite intercalado é lavado com água deionizada em um funil de Büchner buscando o pH neutro. Por fim, o material é levado à estufa para secagem em um período de 3 horas a 100 °C para remover o excesso de água (CHEN, 2013).

### **2.1.2. GRAFITE EXPANDIDO**

A expansão do material ocorre após a esfoliação, onde é separado 1g de material, medidos em balança de precisão. O processo é realizado através do micro-ondas de síntese FE-1700, em ciclos de 5 minutos a 800°C, por apresentar maior expansão de volume aparente. A expansão resultou em um crescimento de 414,75%. O método foi realizado no laboratório CCAF, do campus Anglo/UFPEl.

### **2.1.3. NANOLÂMINAS DE GRAFITE**

Para obtenção das nanolâminas de grafite (Ngr), ou também nanolamelas de grafite expandido (NgrE), o grafite expandido é imerso em solução alcoólica 70% banhado em ultrassom (Unique – Modelo Derruptor 1000w, potência de 40 kHz) por 8 horas, finalizando o processo para a obtenção das nanolâminas com a função de quebrar definitivamente suas interações, uma vez que quando as ligações químicas são rompidas, tem como resultado um material com dimensões menores.

## **2.2. CARACTERIZAÇÃO DA GRAFITE**

### **2.2.1. ESPECTROSCOPIA INFRAVERMELHO**

Método aqui utilizado para analisar as interações de hidrogênio entre os grupos funcionais da grafite expandida a mudança de intensidade de bandas de absorção característica. Essa análise é realizada no Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais – CDC-Bio/UFPeI.

### 2.2.2. DIFRAÇÃO DE RAIOS-X

Através da técnica de Difração de Raios-X (DRX) pode-se avaliar a eficiência do método de conversão do grafite, bem como dados de distância interplanar e grau de esfoliação e a cristalinidade. O processo foi realizado em um difratômetro D8 ADVANCE BRUKER que utiliza Voltagem de 40kV, Corrente de 40mA, tubo de cobre (Cu) e comprimento de onda ( $\lambda$ ) de 1,5418Å no laboratório CEME-SUL, da FURG.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1 possível analisar o comportamento dos flocos de grafite após intercalados e expandidos. Através dos difratogramas ilustrados podemos analisar a existência de dois picos característicos de grafite no plano 26° e outro no 54°. O pico referente ao plano de maior intensidade, representa o plano c-axial, perpendicular aos planos hexagonais do grafite. Verificou-se também que o (nEG) a 800°C tem um pico característico a 26°, mantendo um comportamento semelhante ao anterior da síntese, o que prova que o ataque de ácidos não compromete o desempenho do material.

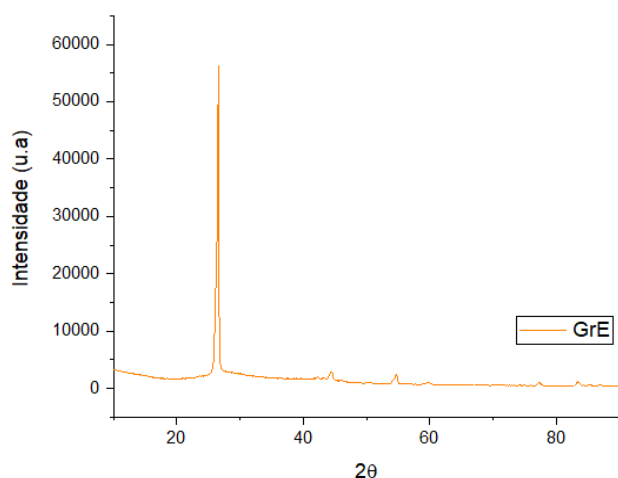


Figura 1-Difração de Raios-X (DRX) de GrE

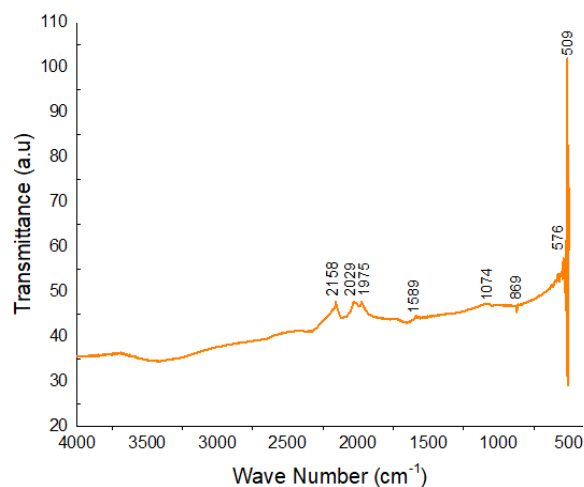


Figura 2- Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) de GrE

Já na Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), o espectro da grafite expandida foi obtido entre  $4000\text{ cm}^{-1}$  a  $500\text{ cm}^{-1}$ . As bandas  $3600\text{-}3400\text{ cm}^{-1}$  correspondem aos grupos OH-, enquanto nas bandas de, aproximadamente,  $2158\text{ cm}^{-1}$ ,  $2029\text{ cm}^{-1}$  e  $1975\text{ cm}^{-1}$  podem ser encontrados grupos de C-H<sub>2</sub>, enquanto que na banda de  $1589\text{ cm}^{-1}$  pode ser atribuído aos carbonos aromáticos presentes na estrutura do óxido de grafeno (ALAM et al., 2017), que está relacionada a estiramento dos grupos C-O, associada com álcoois e fenóis (MEHL et al., 2014). Já a banda encontrada em  $574\text{ cm}^{-1}$  e  $509\text{ cm}^{-1}$  pode ser atribuído à vibração de alongamento de C = C, como pode ser visto na Figura 2.

#### 4. CONCLUSÕES

O uso do grafite comercial como matéria-prima para obtenção da grafite expandida utilizando uma rota química é viável e pode servir para o desenvolvimento de novos materiais e dispositivos. Porém, um estudo com caracterizações será realizado após a incrementação em resina epóxi.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALAM, N.S.; KUMAR, L.; SHARMA, N.; - Synthesis of Graphene Oxide (GO) by Modified Hummers Method and Its Thermal Reduction to Obtain Reduced Graphene Oxide (rGO)". **Scientific Research Publishing**, v.6, p. 1-18, 2017.
- CHEN, G., WU, D., WENG, W., WU, C., Exfoliation of graphite flake and its nanocomposites. **Carbon**, vol 41. p. 619-621. 2013.
- MEHL, H.; MATOS, C.F.; NEIVA, E.G.C.; DOMINGUES, S.H.; ZARBIN, A.J.G. Efeito da variação de parâmetros reacionais na preparação de grafeno via oxidação e redução do grafite. **Química Nova**, v. 37, p.1639-1645, 2014.
- OSÓRIO, S., L., F. - **Avaliação do desempenho mecânico, elétrico e térmico da resina epóxi reforçada com nanotubos de carbono e grafeno para uso aeronáutico**. Dissertação de Mestrado. CEFET-MG. Belo Horizonte. 2018.
- POTTS, J.R., DREYER, D.R., BIELAWSKI, C.W., et al., Graphene-based polymer nanocomposites. **Polymer**, v. 52, pp. 5-25, 2011.