

A importância do processamento na redução térmica do Óxido de grafeno

Jorge Costa Silva Filho e Hidetoshi Takiishi
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

INTRODUÇÃO

A possibilidade de reduzir efetivamente óxido de grafeno (GO) em óxido de grafeno reduzido (rGO), mantendo ao mesmo tempo propriedades eletrônicas, é uma questão desafiadora para a ciência na qual espera-se utilizar toda a versatilidade do grafeno em eletrônica e optoeletrônica. Este sucesso em aplicações comerciais dos nanomateriais está relacionado com a eficácia em sintetizar, caracterizar, e produzir materiais de elevada performance e qualidade em escala industrial [1].

OBJETIVO

Neste projeto, o GO foi sintetizado pelo método Hummers modificado, e estudou-se por meio do tratamento térmico a redução do GO em rGO, variando temperatura, tempo e velocidade de aquecimento.

METODOLOGIA

O óxido de grafeno foi sintetizado a partir do pó do grafite (Merck Millipore com 99,99% de pureza) utilizando o método de Hummers modificado. Foram separadas 3 amostras de óxido de grafeno em pó para o experimento na seguinte sequência: rGO1 = 0,055 g, rGO2 = 0,050 g e rGO3 = 0,053 g, as amostras foram submetidas à uma pressão de 10 kPa nas seguintes condições: i) rGO1: temperatura de 200°C, com rampa de aquecimento de 10°/min e tempo de 30 minutos, ii) rGO2: temperaturas de 100 e 200°C, com rampas de aquecimento de 2 e 20°C/min, com tempos de 10 e 30 minutos, iii) rGO3: temperaturas de 100,150 e 200°C, com

rampas de aquecimento de 2,10 e 20°C/min, durante os tempos de 20, 10 e 30 minutos

RESULTADOS

Na caracterização por meio do método de FTIR, no caso do GO (Figura 1) demonstra os picos em: 3477,99 cm^{-1} referente a intensidade da banda característica de OH; 2362,76 e 234,41 cm^{-1} correspondem às vibrações de deformação axial de duplas e triplas ligações; 1715,51 cm^{-1} (C=O) os grupos carbonilas; 1619,62 cm^{-1} (C=C), dos alcenos conjugados, onde sua intensidade média é fraca; 1381,33 cm^{-1} (CH_3) que é a deformação angular; 1054,88 cm^{-1} (C-O) de álcoois [2].

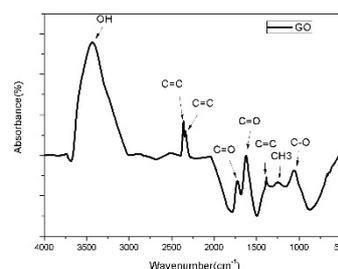
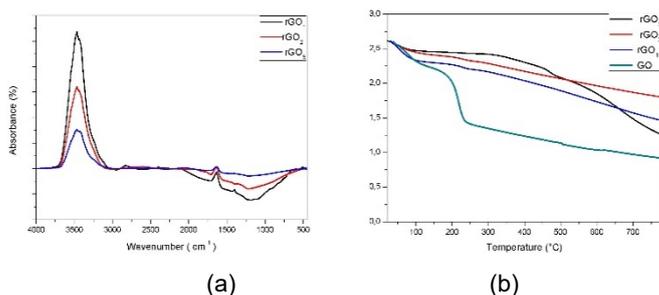


Figura 1: FTIR de GO

Após o tratamento térmico (Figura 2), a intensidade da absorção 3477,99 cm^{-1} (hidroxila) diminui para as amostras de rGO (Figura 2a), ou seja, a intensidade relacionada a este pico característico da hidroxila reduz, comprovando a redução térmica do GO [3], e TGA (Figura 2b), demonstram que o GO é termicamente instável, e começa a perder massa à 100°C devido à evaporação de voláteis e moléculas de água adsorvida nas camadas da folha GO. A maior perda de massa

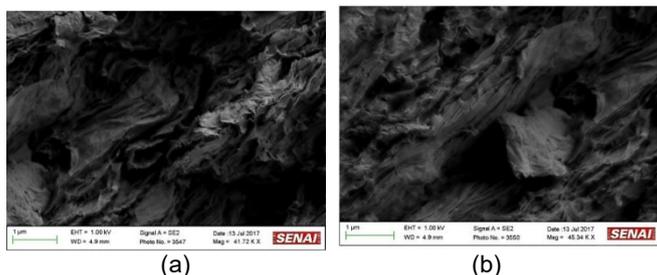
ocorre a 200°C devido à remoção de grupos funcionais contendo oxigênio tais como: -OH, Epóxi e COOH, obtendo-se o CO, o CO₂ e vapor de água como subprodutos do processo de redução [4].

Figura 2: a) FTIR e b) TGA das amostras: GO, rGO₁, rGO₂ e rGO₃



As micrografias de GO e rGO são apresentadas na Figura 3a e 3b, onde podem ser observadas estruturas finas e flexíveis das folhas de GO e rGO. Este filme GO tem uma estrutura esponjosa, a qual é uma indicação de que a grafite foi expandida durante o processo de oxidação. Isto é devido ao oxigênio e aos grupos funcionais presentes no óxido de grafite, o qual quando esfoliado resulta na formação de GO [5].

Figura 3: Micrografia: a) GO e b) rGO



CONCLUSÕES

A síntese de GO e posteriormente a redução de GO em rGO, foi confirmada por meio das técnicas de (TGA, FTIR e

MEV_FEG) onde foi observado a diminuição dos grupos funcionais contendo oxigênio e estruturas finas e flexíveis do GO e rGO.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] LARCIPRETE, R. FABRIS, S. SUN, T. LACOVIG, P. BARALDI, A. LIZZIT, S. Dual Path Mechanism in the Thermal Reduction of Graphene Oxide. *J. Am. Chem. Soc.*, v.133, p. 17315-17321, 2011.

[2] MARASCHIN, TG. Preparação de Óxido de Grafeno e Óxido de Grafeno Reduzido e dispersão em matriz polimérica Biodegradável. PUC do Rio Grande do Sul. Porto Alegre, 2016

[3] OSSONON, BD. BÉLANGER, D. Synthesis and characterization of sulfophenyl-functionalized reduced graphene oxide sheets. *RSC Advances*, v.7, p.27224-27234, 2017.

[4] CENT, D. FENG, H. LI, J. Graphene Oxide: Preparation, Functionalization, and Electrochemical Applications. *Chemical Reviews*, v.112, p.6027-6053, 2012.

[5] OSSONON, BD. BÉLANGER, D. Synthesis and characterization of sulfophenyl-functionaized reduced graphene oxide sheets. *RSC ADV.* v.7, p.27224, 2017.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPQ (Processo Universal 800837 / 2014-2), o Centro de Ciência e Tecnologia de Materiais (CCTM), ao Doutorando Edson Pereira Soares do Laboratório de Materiais Magnéticos do IPEN, ao prof. Edson Togmi do Senai pelas micrografias realizadas, à prof. Dr^a Solange Sakata e o IPEN-CNEN / SP para o suporte financeiro e infraestrutura disponibilizados para a realização deste projeto