

FUNCIONALIZAÇÃO DE NANOLÂMINAS DE GRAFENO (NG) COM GRUPOS CARBOXÍLICOS (NG-COOH)

Andressa Siqueira Xavier ⁽¹⁾; Sandra Lúcia Nogueira ⁽²⁾

⁽¹⁾ Graduanda em Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas - UNIPAM.
andressasx@unipam.edu.br.

⁽²⁾ Professora do curso de Engenharia Química - Centro Universitário de Patos de Minas – UNIPAM.
sandraln@unipam.edu.br

1. INTRODUÇÃO

Um dos avanços recentes na área da engenharia é o estudo de métodos de síntese de materiais nanométricos. Dentre esses materiais, destaca-se o grafeno e seus agregados, que são derivados do grafite. Em relação à sua produção, o método que vem ganhando maior destaque é o método de esfoliação química do grafite, também conhecido como método de Hummers (SOUZA, 2014). Este método apresenta como vantagens o elevado rendimento, a fácil processabilidade do material formado, o baixo custo e a possibilidade de obtenção de diferentes formas de grafeno, tais como as nanolâminas de grafeno (NG).

Embora as expectativas sejam altas e a importância do estudo desses materiais ser tão antecipada, o contexto ainda é de possibilidades, potencialidades e de estudos aplicados concomitantes a estudos fundamentais, considerando que nenhuma das aplicações de nanolâminas de grafeno encontra-se já em escala de produção. As principais dificuldades confrontadas estão nos processos de síntese, purificação e manipulação dessas nanoestruturas de carbono, no sentido de se conseguir isolar quantidades suficientes com qualidade estrutural e com seletividade química (ANDRADA, 2007).

Dentro desse contexto, a funcionalização de nanomateriais promove o melhoramento de suas propriedades, fazendo com que a processabilidade desses materiais seja aumentada. A inserção de funcionalidades carboxílicas na superfície desses materiais também é uma área que vem ganhando destaque e até pouco tempo era praticamente inexplorada (YANG et al., 2008).

Com base no exposto, propôs-se nesse estudo a síntese de NG pelo método da esfoliação química, a otimização das suas aplicações através da funcionalização com grupos carboxílicos e a caracterização de sua estrutura, visando investigar a eficiência do grupo funcional inserido.

2. MATERIAL E MÉTODOS

Toda parte experimental do trabalho foi realizada nos laboratórios do UNIPAM.

2.1 PRODUÇÃO DE NG E OXIDAÇÃO

A esfoliação química do grafite para produção de nanolâminas de grafeno ocorreu nas seguintes etapas: partiu-se de uma mistura 4:1 contendo ácido sulfúrico (PA), ácido nítrico (PA) e 20g de grafite comercial. A mistura foi submetida a uma agitação mecânica seguida de repouso até a decantação. Nessa primeira etapa obteve-se o grafite intercalado (GI). Em seguida, retirou-se o excesso de sobrenadante e realizou-se a diluição da solução de GI decantada seguida de filtração a vácuo. O grafite intercalado foi aquecido a 1000°C durante 30s. Após esse tratamento térmico obteve-se o grafite expandido (GE). Com o GE obtido, fez-se uma suspensão de álcool etílico 70% submersa em um banho de ultrassom durante 8h. Em seguida filtrou-se a solução e repetiu-se o processo de secagem, resultando em (NG) (Adaptado de Silva e Scarpin (2013)).

Para receber o grupo funcional -COOH- promoveu-se a oxidação das NG, que foi realizada com uma mistura de ácidos fortes que criaram defeitos na estrutura da superfície das NG, fazendo com que ficassem aptas para se ligar ao grupo funcional inserido.

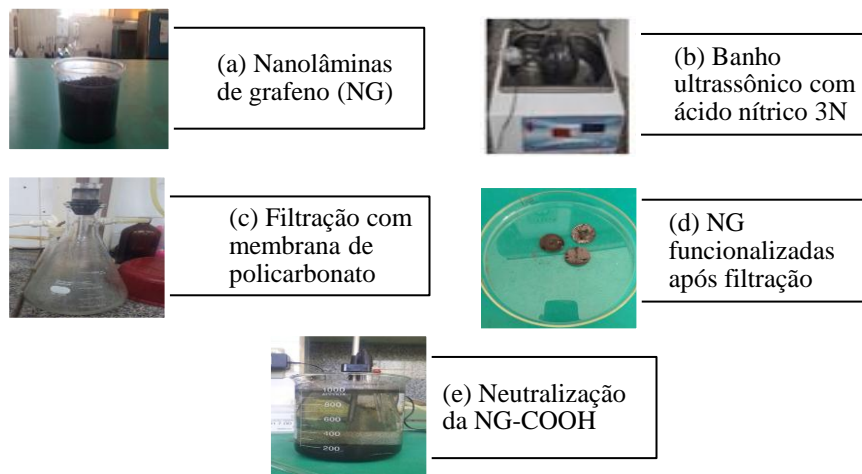
2.2 FUNCIONALIZAÇÃO DAS NG COM GRUPOS CARBOXÍLICOS -COOH-

A um balão de fundo redondo de 1 L, contendo 500 mg da amostra obtida na etapa anterior (NG oxidada), adiciona-se 500 mL de solução 3N de ácido nítrico. O balão é vedado e submetido à sonificação em banho por 15 horas. Após este período, a mistura é resfriada à temperatura ambiente, diluída com água destilada e filtrada sob vácuo, em membrana de policarbonato de 0,45 µm de poro. Lava-se exaustivamente com água destilada, com solução diluída de NaOH e novamente com água destilada até pH neutro. O resíduo é seco em estufa à vácuo, à temperatura de 120°C, por 12 horas (adaptado de Hu et al., 2003). Após esse processo obtém-se nanolâminas de grafeno carboxiladas (NG-COOH).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As configurações dos materiais produzidos e funcionalizados foram modificadas de acordo com cada etapa, no que se trata de arranjo estrutural e propriedades. A figura 1 apresenta imagens das etapas de produção e funcionalização das NG.

Figura 1 - Fluxograma das etapas de produção e funcionalização das NG



Fonte: Autoria própria (2017)

A imagem apresentada em (a) mostra o produto final obtido da esfoliação química do grafite (NG). Para a sua funcionalização, as NG foram submetidas ao banho ultrassônico com ácido nítrico (b). A mistura dessa etapa foi filtrada à vácuo em membrana de polycarbonato (c) resultando em NG-COOH (d). Ao fim do processo a amostra foi neutralizada (e). Previamente, observando a imagem apresentada em (e), é possível notar que houve modificação da estrutura e das propriedades do grafite, uma vez que o produto final (NG-COOH) apresentou baixa solubilidade em água (o produto ficou decantado no fundo do béquer).

As amostras finais da etapa de produção (NG) e da etapa de funcionalização (NG-COOH) foram submetidas a uma dispersão com surfactante em meio aquoso, após banho ultrassônico de 2 horas, ambas em mesma concentração. Ao final desse processo, mediu-se a condutividade elétrica das amostras em um condutivímetro. Os resultados estão apresentados na tabela 1.

Tabela 1: Valores de condutividade elétrica após dispersão em banho ultrassônico

Amostra	Temperatura (C°)	Condutividade (mS/cm)
NG	25,50	2,60
NG-COOH	25,00	13,05

Fonte: Autoria própria (2017)

Pelas medidas da tabela, constatou-se um aumento de condutividade de 10,45 mS da amostra de NG para a amostra de NG-COOH. Esse aumento pode ser explicado pela inserção de defeitos no ataque com ácido nítrico e pela adesão molecular do grupo carboxílico, fazendo com que a estrutura química das NG se modifique.

Segundo Ribeiro (2010), a presença de grupos carboxílicos em nanoestruturas reduz as forças de Van der Waals, o qual facilita a separação de suas camadas, aumentando sua troca iônica e consequentemente os valores de sua condutividade elétrica, fazendo com que sirvam como pontos de ancoramento de estruturas moleculares ou nanopartículas (aumento da reatividade).

4. CONCLUSÕES

- (i) obteve-se êxito na produção das NG, com otimização do método e viabilidade econômica;
- (ii) a funcionalização com grupos carboxílicos conferiu à estrutura maior condutividade elétrica e consequentemente maior reatividade;
- (iii) a partir das propriedades detectadas na estrutura das NG-COOH, propõe-se o estudo de suas potenciais aplicações em diversos campos da engenharia.

REFERÊNCIAS

- ANDRADA, D-M. Funcionalização de Nanotubos de Carbono com Grupos contendo Nitrogênio e Enxofre. Dissertação (Mestrado) - Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear- CDTN, UFMG, Belo Horizonte, 2007.
- HU, H. et al. Nitric acid purification of single-walled carbon nanotubes. *Journal of Physical and Chemistry B*, v.107, n.50, p.13838 - 13842, 2003.
- SILVA, C. R.e SCAPIN, K. Síntese do Grafeno e Produção de Nanocompósitos Poliméricos. Trabalho de conclusão de curso - Centro Universitário das Faculdades Associadas de Ensino – UNIFAE, 2013.
- SOUZA, E.a. T. de. Relatório do Projeto Submetido ao MackPesquisa. Campinas: Mackgrape, 2014.
- YANG, F. O. et al. Chemical Functionalization of Graphene Nanoribbons by Carboxyl Groups on Stone-Wales Defects. *J. Phys. Chem. C*, v.112, p. 12003–12007, 2008.