

PREPARAÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFITE PARA PRODUÇÃO DE COMPÓSITOS Cu/TiO₂/RGO

Eduardo Sbardellati Barbieri (PIBIC/CNPq/FA/UEM), Jean C. M. Vicentini,
Fernanda R. G. Branco da Silva e Mara H. N. Olsen Scaliante (Orientadora),
E-mail: mhnoscaliante2@uem.br

Universidade Estadual de Maringá/Centro de Tecnologia (CTC)/Maringá, PR.

Engenharias – Engenharia Química

Palavras-chave: grafeno, método de Hummers, oxidação.

Resumo

O presente projeto pretende contribuir para o desenvolvimento de compósitos de dióxido de titânio em óxido de grafeno como fotocatalisadores eficientes na fotorredução do dióxido de carbono por irradiação solar. Desta forma, o presente trabalho apresentou como objetivo avaliar a metodologia de síntese do óxido de grafeno a partir do método de Hummers utilizando folhas de grafite. Tal metodologia destaca-se na literatura como simples e em etapa única, porém, dependente da granulometria do grafite. O trabalho partiu da reprodução do método conforme literatura e observou a necessidade de reavaliar quantidade de permanganato de potássio utilizado, ácido sulfúrico, bem como, parâmetros como temperatura, tempo de síntese e técnica de lavagem. Foi possível observar a necessidade de alteração na razão permanganato de potássio/grafite, tempo e temperatura reacional para obter óxido de grafeno. O óxido de grafeno reduzido foi obtido empregando-se suco de limão como agente redutor. A síntese dos compósitos ainda está sendo realizada a partir da inserção de sais de cobre e óxido de titânio no óxido de grafeno reduzido (RGO).

Introdução

Fotocatalisadores como o dióxido de titânio (TiO₂), óxidos metálicos e compósitos carbonados têm mostrado potencial para fotorredução de CO₂ sob irradiação solar. Espera-se que o uso do óxido de grafeno como suporte melhore o desempenho de redução do CO₂. As excelentes propriedades do grafeno tornam-no um material promissor em várias áreas de aplicação, porém, o método de obtenção do grafeno de do óxido de grafeno reduzido (RGO) é extremamente importante. O óxido de grafeno reduzido, pode ser produzido de várias formas, seguindo diversos métodos, como por esfoliação mecânica, deposição química a vapor, crescimento epitaxial, esfoliação térmica e por métodos químicos.

Um fator importante é que a produção de óxido de grafeno reduzido (RGO) utiliza agentes redutores químicos agressivos e nocivos à saúde humana. Por isso, a aplicação de agentes oxidantes ecológicos para reduzir

o óxido de grafeno à RGO, tais como fitoextrato de suco de limão é uma alternativa bastante promissora.

Desta forma o presente trabalho tem como objetivo investigar a síntese de óxido de grafeno a partir de ajustes técnicos do método de Hummers.

Materiais e métodos

Com base no método de Hummers (HUMMERS & OFFEMAN, 1958) a seguinte metodologia foi proposta para obtenção do óxido de grafeno.

3 g de grafite em flocos foram dispersos em 180 mL de H_2SO_4 concentrado, por 30 minutos. Então, 15g de $KMnO_4$ foram adicionados lentamente à mistura, mantida em banho de gelo em temperatura abaixo de $20^\circ C$, pois, a mistura de H_2SO_4 e $KMnO_4$ é altamente explosiva. Após a adição do permanganato de potássio, a mistura foi deixada reagindo por 30 minutos. Em seguida, a solução foi aquecida à $40^\circ C$ e mantida por 5 horas, que foi o tempo de oxidação mais adequado encontrado. Logo após, a reação foi levada novamente em banho de gelo para manter a temperatura entre 30 a $40^\circ C$ e iniciou-se a adição de 180 mL de água por gotejamento. A solução foi transferida para um béquer de 1,8 L e adicionou-se água deionizada até o volume do béquer. Em seguida, 18 mL de H_2O_2 foram adicionados à solução, que foi deixada reagindo por cerca de 10 min. Nessa etapa a mistura passou de uma cor amarronzada para um amarelo vivo (Figura 1). Para o término da etapa de reação, foram adicionados 10mL de HCl concentrado e a mistura descansou por cerca de 20 horas.

Os óxidos foram separados por centrifugação (10000 rpm por 7 min) e lavados com água deionizada. Após Difração de Raios X, constatou-se a necessidade de ajuste na etapa de lavagem, executando-a repetidamente até pH neutro. Secou-se a amostra em estufa e conduziu-se a esfoliação em ultrassom em tempos de 60 a 120 min. O material foi seco em estufa a $60^\circ C$.

A investigação da síntese foi conduzida mediante análise de DRX e microscopia eletrônica de varredura.

Resultados e Discussão

Neste trabalho, foram analisados os produtos provenientes da síntese do óxido de grafeno, propostos pelo método de Hummers e dos produtos após a secagem. Em geral, houve bom rendimento em relação à síntese do óxido de grafeno, visto que todos os passos foram revisados até se chegar a um tempo de oxidação ótimo, de 5 horas, com quantidades de reagentes específicos e temperaturas ideais, de cerca de $40^\circ C$, onde de início verificou-se que o método original utilizava uma temperatura mais elevada, de cerca de $95^\circ C$. Para isso, foi realizado um planejamento experimental onde as temperaturas de oxidação e o seu respectivo tempo foram variados com o objetivo de identificação das etapas cruciais e a padronização da

síntese. Com o planejamento experimental, a síntese foi então padronizada e seus resultados foram condizentes com o método descrito no item anterior.

A primeira observação para constatar o sucesso do método empregado foi com relação à coloração da mistura reacional conforme observado na Figura 1 (a). Entretanto, o difratograma apresentou elevada quantidade de sobrenadante conforme apresentado na Figura 1 (b).

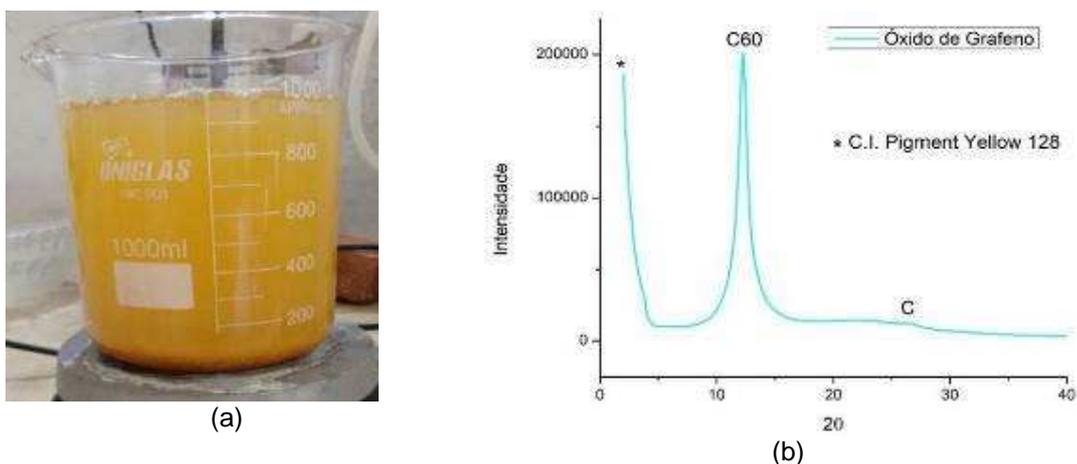


Figura 1 – (a) Mistura reacional indicando a formação de óxido de grafeno e (b) Difratograma do material precipitado (óxido obtido em (a)).

Apesar do pico característico do óxido em 14° foi possível constatar que a lavagem do material precipitado conforme indicação do método original não havia sido satisfatória. Procedeu-se a lavagem repetidamente até que pH fosse neutro.

A Figura 2 (a) apresenta o difratograma isento dos contaminantes. Observa-se, porém, um pico característico de enxofre e provavelmente devido a descontrole da temperatura reacional.

