

DESENVOLVIMENTO DE MEMBRANAS COMPÓSITAS DE FIBRAS ELETROFIADAS E ÓXIDO DE GRAFENO

Giovanna Picoli Libel (PIBIC/CNPq/FA/Uem), Eduardo Radovanovic (Orientador), e-mail: picoligiovanna@gmail.com

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Ciências Exatas/Maringá, PR.

Ciências Exatas e da Terra / Química

Palavras-chave: eletrofiação, nanofibras, óxido de grafeno, filtração

Resumo: O processo de eletrofiação tem sido utilizado recentemente para a produção de nanofibras poliméricas, materiais de interesse com grande área superficial e porosidade. Quando combinadas com o grafeno em sua forma oxidada e suas propriedades estruturais, podem atuar como uma membrana capaz de impedir a passagem de moléculas e íons grandes, como sais, e permitir a passagem de água, funcionando como um filtro poderoso graças aos defeitos estruturais ocasionados durante a oxidação do grafite a óxido de grafeno. Pretendeu-se desenvolver nesta pesquisa uma membrana compósita que será testada no processo de dessalinização da água do mar.

Introdução

A água do mar constitui a maior parcela de água mundial. Porém, por conta do alto grau de salinidade, torna-se imprópria para consumo humano. Os recursos hídricos disponíveis de água potável não têm sido suficientes para a grande demanda da população. Pensando nisso, há tendências em realizar o tratamento da água marinha como alternativa para obtenção de água que possa ser consumida. O grafeno e a sua forma oxidada são materiais promissores que apresentam grande potencial de aplicação já testada para adsorção de gases e filtração (*D. Cohen-Tanugi and J. C. Grossman*). Obtido a partir da esfoliação do grafite, o grafeno possui uma estrutura bidimensional formada apenas por átomos de carbono e hidrogênio ligados por hibridização sp^2 , responsável por fornecer propriedades mecânicas e de condutividade térmica e elétrica inigualáveis, além da capacidade de atuar como membrana quando oxidado. Defeitos na sua cadeia gerados pela inserção de grupos oxigenados durante sua produção criam espaços nessa estrutura que possibilitam a passagem de moléculas pequenas como as de água e alguns gases, e barram moléculas maiores como íons. Nanofibras de polímeros produzidas pela técnica de eletrofiação podem servir de suporte para este material com capacidade filtrante. O equipamento de eletrofiação é composto por uma fonte de alta tensão, uma bomba de seringa e um anteparo coletor, conforme a Figura 1. As propriedades das fibras produzidas durante o processo de eletrofiação

podem variar de acordo com alguns parâmetros, que envolvem tanto as características da solução polimérica (concentração, viscosidade, condutividade), quanto os parâmetros operacionais escolhidos (tensão, velocidade de fluxo da solução, distância entre agulha e anteparo) e as condições ambientais (umidade, temperatura). (S. Thenmozhi *et al*).

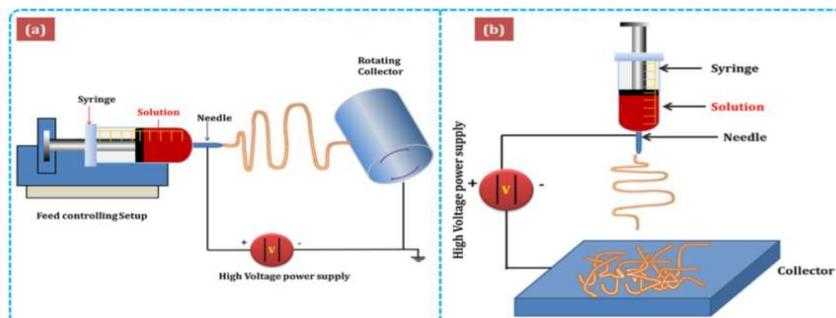


Figura 1 – Esquema do equipamento de eletrofiação utilizando a) anteparo rotatório e b) anteparo plano.

Pensando no potencial de aplicação dessa pesquisa, pretendeu-se realizar a incorporação do óxido de grafeno em nanofibras poliméricas obtidas pelo processo de eletrofiação, otimizando as propriedades e os parâmetros dos materiais e dos processos envolvidos para a formação de uma membrana com capacidade de atuar como filtro, que será testada futuramente.

Materiais e métodos

Síntese do Óxido de Grafeno

A síntese do óxido de grafeno foi feita pelo método de Hummers modificado, baseada na oxidação do grafite utilizando permanganato de potássio e ácido sulfúrico (J. H. Kang *et al.*). 2,1g de grafite do tipo flake foi levado à agitação magnética com 50mL de ácido sulfúrico à 0°C em banho termostatizado. Foi feita uma adição lenta de 6,16g de permanganato de potássio durante o intervalo de duas horas na mesma temperatura. Após esse tempo, a temperatura do sistema foi variada, sendo deixada duas horas em temperatura ambiente (20°C a 25°C) e mais duas horas entre 35° e 40°C. O material produzido foi lavado com água deionizada, e foram adicionados 5mL de peróxido de hidrogênio (H₂O₂ 30%) para a redução do permanganato remanescente à íons Mn⁺². Deixou-se a solução em repouso para sofrer decantação. Retirou-se seu sobrenadante e adicionou-se uma solução diluída de ácido clorídrico. Foram feitas várias lavagens com água, deixando o material decantar e removendo o sobrenadante para cada lavagem, até a neutralização da solução e a não separação visível das fases. O produto foi disperso em ultrassom de ponteira, congelado, liofilizado e posteriormente caracterizado por espectroscopia de infravermelho e difratograma de raios-X.

Processo de Eletrofiação

Um equipamento *home made* foi utilizado para a realização da técnica de eletrofiação foi montado, baseando-se na Figura 1a. As seringas com a solução polimérica e de óxido de grafeno foram acopladas separadamente na bomba. Utilizou-se uma solução do polímero ECOVIO, que posteriormente, foi testada variando-se os diversos parâmetros que envolvem o processo de eletrofiação. As melhores condições obtidas foram estabelecidas para a continuação da pesquisa, sendo estas organizadas na Tabela 1. A solução de óxido de grafeno foi preparada com concentração 0,1 mg/mL em água e submetida aos mesmos parâmetros estabelecidos. As fibras formadas foram analisadas através de microscopia eletrônica de varredura.

Concentração do ECOVIO	Tensão	Fluxo de Vazão	Distância Agulha – Coletor
15% m/v de polímero (85% clorofórmio/15% DMSO)	14 kV	0,5 mL/h	13,0 cm – 15,0 cm

Tabela 1 – Propriedades da solução polimérica e parâmetros de eletrofiação.

Resultados e Discussão

As análises de espectroscopia de infravermelho do óxido de grafeno indicam a presença de sinais provenientes de estiramentos característicos de grupos oxigenados incorporados no grafite como hidroxilas, carbonilas e grupamentos epóxi em torno de 3150 cm^{-1} , 1728 cm^{-1} e 1228 cm^{-1} respectivamente. Estes grupos são responsáveis por alterar a organização do grafite, gerando maior espaçamento entre suas folhas, como pode ser observado no difratograma de raios-X (J. H. Kang *et al.*). Há uma diminuição significativa do pico em torno de 27° característico da estrutura lamelar do grafite, indicando a sua desorganização pelo processo de oxidação; ao mesmo tempo há um surgimento de um pico em torno de $8,3^\circ$, sinal mais deslocado para a esquerda quando comparado aos valores esperados pela literatura para o óxido de grafeno, o que pode significar uma maior separação entre as folhas de grafeno pelo alto grau de oxidação e uma esfoliação mecânica mais efetiva durante o processo. Pode-se perceber através das imagens de microscopia eletrônica de varredura, a formação e o espaçamento entre as folhas de óxido de grafeno produzidas e sua incorporação no polímero, envolvendo as nanofibras geradas.

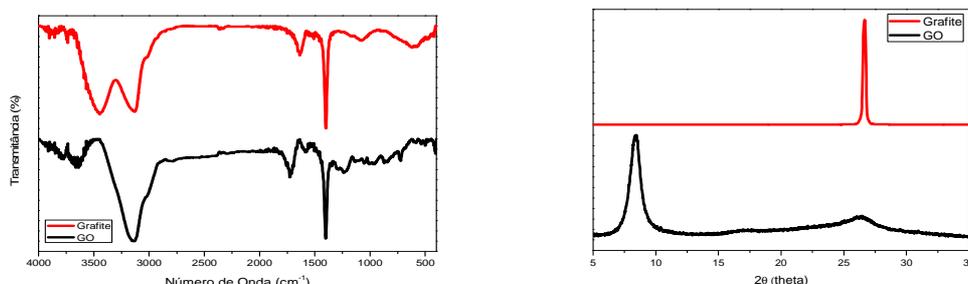


Figura 2 – Espectro de infravermelho (FTIR) e difratograma de raio-x do grafite e óxido de grafeno produzido.

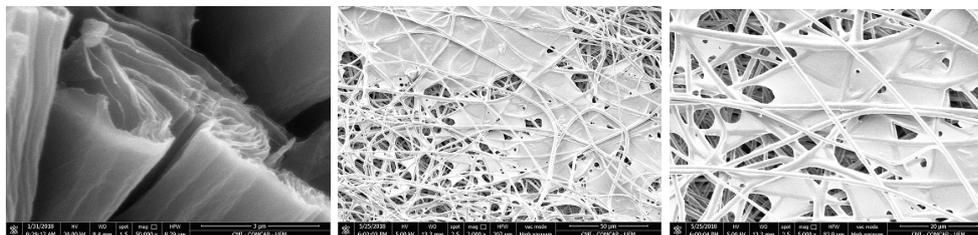


Figura 3 – Imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de óxido de grafeno e sua incorporação em nano fibras poliméricas.

Conclusões

Pôde-se incorporar o óxido de grafeno, que possui capacidade de atuar como material filtrante, nas nanofibras de polímero. A membrana formada poderá ser submetida a testes de filtragem a fim de verificar seu potencial de reter sais presentes na água.

Agradecimentos

Meus agradecimentos a CAPES/CNPq, a Universidade Estadual de Maringá, ao Laboratório de Química de Materiais e Sensores (LMSen); ao meu orientador, pelo total suporte acadêmico, apoio e incentivo na área de pesquisa.

Referências

- D. Cohen-Tanugi and J. C. Grossman, “**Water Desalination across Nanoporous Graphene,**” *Nano Lett.*, vol. 12, no. 7, pp. 3602–3608, Jul. 2012.
- J. H. Kang *et al.*, “**Hidden Second Oxidation Step of Hummers Method,**” *Chem. Mater.*, vol. 28, no. 3, pp. 756–764, Feb. 2016.
- S. Thenmozhi, N. Dharmaraj, K. Kadirvelu, and H. Y. Kim, “**Electrospun nanofibers: New generation materials for advanced applications,**” *Mater. Sci. Eng. B*, vol. 217, pp. 36–48, Mar. 2017.