

## SÍNTESE DE ÓXIDO DE GRAFENO EMPREGANDO O MÉTODO DE HUMMERS MODIFICADO

Isabela Ganassin (PIBIC/CNPq/FA/Uem), Oswaldo C. Motta Lima  
(Orientador), Sérgio H. B. Faria (Coorientador); e-mail: ocmlima@uem.br

Universidade Estadual de Maringá / Centro de Tecnologia / Maringá-PR

### Engenharias II ; Engenharia Química

**Palavras-chave:** grafeno, síntese, caracterização

### Resumo:

O material sintetizado e caracterizado nesse projeto é o óxido de grafeno, material extremamente fino, com espessura monoatômica de carbono. Sendo assim, estamos falando de um material composto por duas camadas sobrepostas, mas sem volume entre si e constituído unicamente por átomos de carbono (algumas impurezas presentes ocasionam defeitos na estrutura bidimensional). Atualmente, processos vêm sendo pesquisados para um aumento de escala na produção do óxido de grafeno. Em escala laboratorial, são empregados 3 métodos, sendo o método de Hummers e Offeman (1985), com algumas modificações, o mais utilizado. Sendo assim, neste trabalho as partículas de óxido de grafeno foram sintetizadas a partir do grafite e por meio do método de Hummers modificado. O material produzido foi analisado a partir de caracterização, MEV e FT-IR, a fim de conhecer as características do óxido de grafeno, para posterior uso em outras aplicações.

### Introdução

O grafeno é o material mais fino e resistente que se conhece (Geim, 2009). Este material é constituído por um plano monoatômico de carbono e possui área específica teórica elevada ( $2630 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$ ).

Quando o grafeno é oxidado, este apresenta grupos carboxílicos em suas extremidades e grupos hidróxi ou epóxi na sua superfície, sendo então denominado de óxido de grafeno. A introdução via oxidação química de grupos funcionais (carbonila, hidroxila e peroxila) entre as camadas de grafite ocasiona o descamamento monocamada do grafeno oxidado, pelo enfraquecimento das forças de van der Waals existentes entre os átomos de carbono.

O óxido de grafeno (GO) é sintetizado por três métodos diferentes: método de Brodie; método de Staudenmaier; ou pelo método de Hummers (Hummers e Offeman, 1958).

### Materiais e métodos

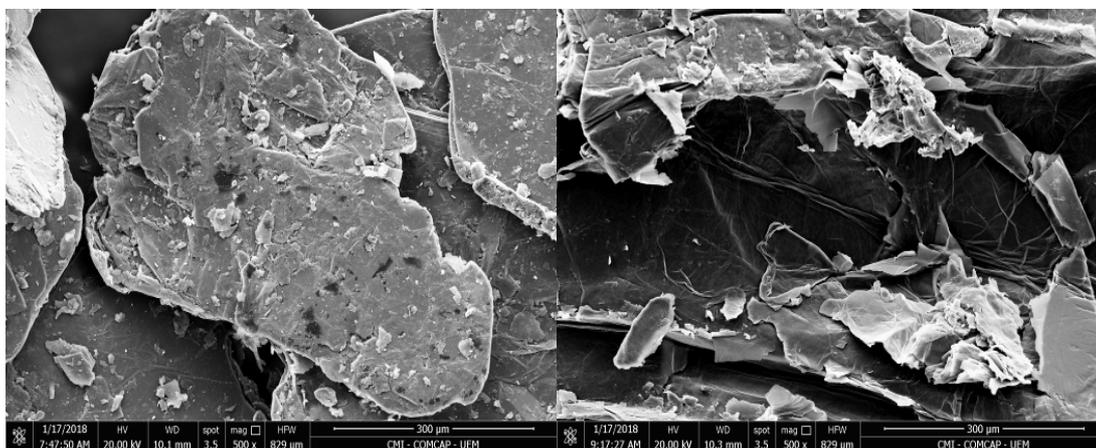
O óxido de grafeno foi obtido a partir do método de Hummers modificado, englobando primeiramente a etapa de pré-oxidação do grafite. Assim, o grafeno

pré oxidado foi utilizado na etapa de oxidação gerando o óxido de grafeno (GO). A fim de estudar as características deste material, foi feito a microscopia eletrônica de varredura (MEV) em microscópio Superscan SS550 (Shimadzu) e espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), em espectrofotômetro FTIR BOMEN modelo MB-100C26 acoplado ao Platinum ATR (Attenuated Total Reflectance). Antes da análise de FTIR, a amostra foi misturada com KBr, formando uma pastilha após prensagem.

## Resultados e Discussão

A síntese do óxido de grafeno foi realizada a partir do método de Hummers (1958), modificado. Assim, o processo foi dividido em duas etapas: pré-oxidação e oxidação. A pré-oxidação consistiu na separação das muitas camadas de grafeno que compõem o grafite, por ação química do ácido sulfúrico. Já na etapa da oxidação, o óxido de grafite foi transformado em óxido de grafeno, havendo a incorporação de grupos reativos de oxigênio, como carbonil, carboxil, epóxi, entre outros.

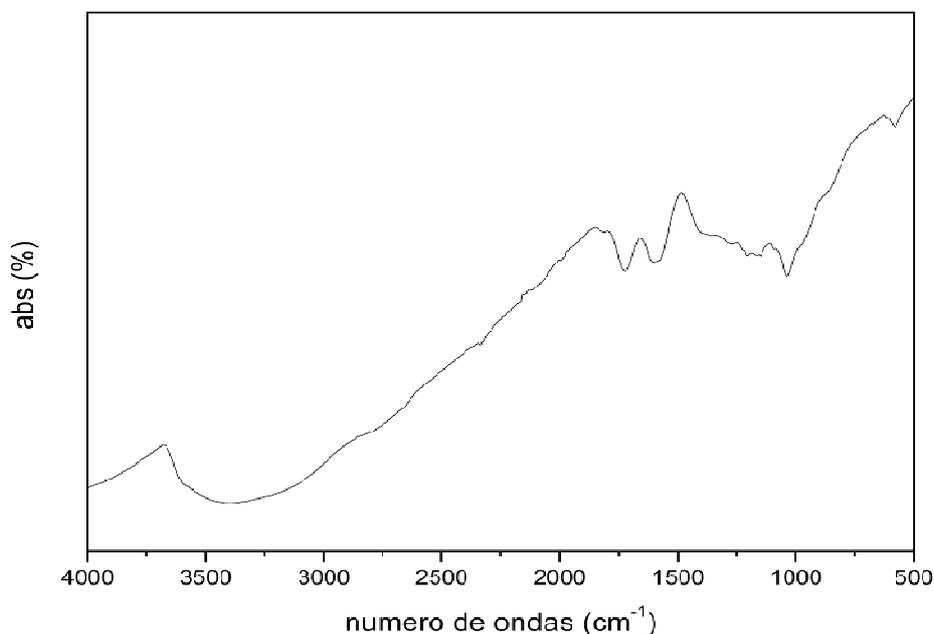
Durante o projeto, foram ajustadas as metodologias para produção do óxido de grafeno e, em seguida, produzidas quantidades do mesmo a fim de estudar as características deste material. Além disso, foi realizada uma primeira caracterização, na qual foi verificada a morfologia superficial do óxido de grafeno por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e as imagens registradas são apresentadas na Figura 1.



**Figura 1.** Micrografias do grafeno obtidas em microscópio eletrônico de varredura.

A partir da Figura 1, é possível verificar que o óxido de grafeno é constituído por uma superfície irregular, com grande área superficial, apresentando uma estrutura de escamas e multicamadas dobradas. É possível observar estruturas menores semelhantes a folhas amassadas (Saiphaneendra et al., 2017), que são as estruturas de nanofolhas do óxido de grafeno. Estruturas similares foram encontradas em micrografias obtidas por Yao et al. (2014), que utilizou a mesma metodologia empregada neste trabalho.

No que diz respeito ao FTIR, a Figura 2 representa os resultados obtidos nesta caracterização.



**Figura 2.** Espectroscopia no infravermelho do grafeno.

Conforme a Figura 2, pode-se verificar que, no óxido de grafeno, as bandas mais pronunciadas foram para os grupos carboxila C=O ( $1723\text{ cm}^{-1}$ ), C=C aromático ( $1621\text{ cm}^{-1}$ ), epóxi C-O ( $1220\text{ cm}^{-1}$ ) e alcóxi C-O ( $1043\text{ cm}^{-1}$ ). A apresentação de grupos funcionais contendo oxigênio, tais como C=O e C-O, confirma que o grafite foi efetivamente oxidado em GO. Além disso, a presença dos grupos C=C também indica que, mesmo com o grafite sendo oxidado, a estrutura principal foi mantida (Song, Wang e Chang, 2014).

## Conclusões

A partir das sínteses e caracterizações realizadas, foi possível aperfeiçoar o Método de Hummers modificado para a obtenção de óxido de grafeno. Por meio das caracterizações, pôde ser observada sua estrutura superficial e sua estrutura molecular melhor entendida.

## Agradecimentos

CNPq e DEQ UEM

## Referências

GEIM, A. K. Graphene: Status and Prospects. *Science*, v. 324, p. 1530-1534, 2009.

HUMMERS, W. S.; OFFEMAN, R. E. Preparation of Graphitic Oxide. Journal of Analytical Chemistry Society, v. 80, p. 1339, 1958.

SAIPHANEENDRA B, SAXENA T, SINGH AS, MADRAS G, SRIVASTAVA C Synergistic effect of co-existence of hematite ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) and magnetite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) nanoparticles on graphene sheet for dye adsorption. Journal of Environmental Chemical Engineering, v. 5, p. 26-37, 2017.

SONG, J.; WANG, X.; CHANG, C. Preparation and Characterization of Graphene Oxide. Journal of Nanomaterials, v. 2014, p. 1-6, 2014.

YAO, Y.; CAI.; LU, F.; WEI, F.; WG, X.; WANG, S. Magnetic recoverable  $\text{MnFe}_2\text{O}_4$  and  $\text{MnFe}_2\text{O}_4$  graphene hybrid as heterogeneous catalysts of peroxymonosulfate activation for efficient degradation of aqueous organic pollutants. Journal of Hazardous Materials, v. 270, p. 61-70, 2014

Peng, W.; Li, H.; Liu, Y.; Song, S. Adsorption of methylene blue on graphene oxide prepared from amorphous graphite: Effects of pH and foreign ions. Journal of Molecular Liquids, 2016.