

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOLÂMINAS DE GRAFITE

NOREMBERG, Bruno S.¹; BOHNS, Fábio R.¹; GOUVÊA, Rogério A.¹; CAVA, Sérgio S.¹; CARREÑO, Neftalí¹

¹Universidade Federal de Pelotas/Engenharia de Materiais
BnoreMBERG@gmail.com

1 INTRODUÇÃO

A constante busca pela evolução e aperfeiçoamento dos materiais já existentes é um dos principais focos de inúmeras pesquisas existentes. Os avanços tecnológicos visam obter maior qualidade, durabilidade e agregar um maior valor comercial a produtos e tecnologias. Com isso o grafeno, o óxido de grafeno, e as nanolâminas de grafite são materiais de inúmeras e vantajosas qualidades que agregam tudo que se necessita para a realização de uma grande e promissora inovação tecnológica no ramo dos materiais, pois apresentam potenciais propriedades condutoras, mecânicas e elétricas

A obtenção mais viável destes materiais citados ocorre através da Grafita, um mineral macio também conhecido pelos nomes de grafite, carbono mineral e plumbagina, que ocorre em abundância em diversas partes do mundo. Ela tem sido usada há séculos nas mais variadas aplicações. Trata-se de uma das formas alotrópicas do carbono e é constituído de inúmeras folhas de grafenos interligadas entre si por forças de Van der Waals.

Grafeno é o nome dado a uma camada de átomos de carbono empacotados firmemente em uma rede bidimensional (2D) podendo gerar materiais grafíticos de todas dimensões. As camadas de carbono podem estar envolvidas nos fulerenos, serem enroladas nos nanotubos ou empilhadas na grafite. Estudos teóricos sobre o grafeno foram acompanhados por muitos anos e são amplamente utilizados para descrever propriedades de vários materiais baseados no carbono (Geim e Novoselov, 2007).

As propriedades da grafite na escala nanométrica tendem a melhorar quando comparadas com cargas convencionais de carbono como o negro de fumo e as fibras devido ao efeito de confinamento. O efeito de confinamento provoca alterações na condutividade elétrica da grafite e é mais pronunciado quanto menor o tamanho da partícula, pois a área superficial se torna maior, o que garante que os elétrons de condução, além de se movimentarem totalmente desimpedidos através dos planos do cristal, deslocam-se muito mais rapidamente (Geim e Kim, 2008).

Vislumbrando as potenciais propriedades destes materiais a base de carbono, pretende-se estudar a obtenção e caracterização de nanolâminas de grafite através da esfoliação química do grafite natural, com agentes intercalantes.

2 METODOLOGIA (MATERIAL E MÉTODOS)

Para a obtenção de folhas de grafite em dimensões nanométricas foi utilizado uma técnica de esfoliação química através da intercalação ácida do grafite natural (GRAFLAKE). O processo consiste basicamente em agitar uma mistura de grafite natural, ácido sulfúrico e ácido nítrico por 24 horas em um agitador magnético sem aquecimento, dentro de uma capela, pois a reação libera muitos vapores ácidos.

Para realizarmos a síntese intercalamos 5 gramas de grafite natural do tipo GRAFLAKE com 25mL de ácido nítrico e 100mL de ácido sulfúrico. Em seguida o material resultante (grafite intercalado com ácido) foi lavado com água de Mili-Q até a remoção do ácido em excesso, filtrado a vácuo, e seco, até que então o mesmo foi levado a um forno tubular INTI(Maitec), previamente aquecido, a temperatura de 1000° C por aproximadamente 30 segundos para sua expansão térmica. O processo de expansão térmica consiste em eliminar o ácido que está retido nos interstícios das folhas de grafeno que constituem o grafite natural. As altas temperaturas degradam rapidamente os ácidos presos entre as camadas, que forçam a quebra destas ligações fracas (Van der Waals) fazendo com que as mesmas se separem ou se afastem para que o ácido deixe os interstícios, originando assim o grafite expandido. A partir deste material é possível separar ainda mais as camadas de grafeno utilizando um ultrassom de ponta. Nesta etapa o grafite expandido é diluído em 20 mL de álcool etílico absoluto e então essa mistura é levada ao ultrassom de ponta (Sonics – Vibra Cell), onde sofre vibrações intensas oriundas da sonda, que acabam assim, quebrando as ligações de Van der Waals, que é responsável por manter unidas as camadas de grafeno que constituem o grafite. A quebra destas ligações ocorre utilizando 24% do potencial da sonda. Só assim teremos um material com características nanométricas, denominado nanolâminas de grafite, como também é conhecido o óxido de grafeno. Ao final da síntese, obtemos aproximadamente 1 g de material, que foi caracterizado através de técnicas como: Difratomia de raios-X(XRD-6000, Shimadzu) e análise microestrutural (MEV - SEM-550, Shimadzu) que. Também fizemos o acompanhamento das etapas da síntese, através da difratometria de raio-x e MEV de cada etapa (Grafite natural, intercalado, expandido e de nanolâminas de grafite). As etapas de obtenção das nanolâminas podem ser visualizadas no fluxograma tab.1.

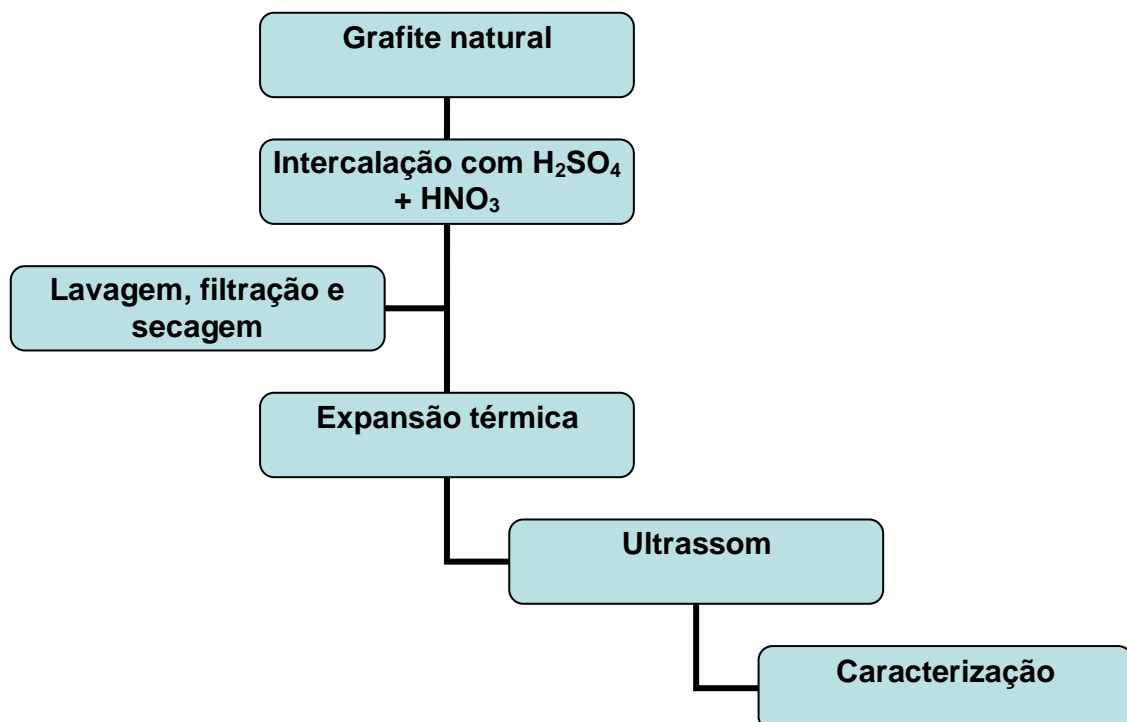


Tabela 1 - Fluxograma das etapas da obtenção de nanolâminas de grafite

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Através do processo de intercalação ácida do grafite natural conseguimos obter aproximadamente 1 grama de nanolâminas. A obtenção foi acompanhada através de difratometria de raios-X onde então conseguimos observar o afastamento e separação das camadas do grafite natural. Podemos perceber a modificação do material através da alteração da cristalinidade do mesmo, isso, pois quanto mais afastadas as camadas, maior será o comportamento amorfo deste. Com a tab. 1 podemos perceber que houve um aumento da distância entre as lâminas de grafeno, porém o tamanho de cristalito diminuiu. O grafite expandido apresenta um tamanho de 335,261 nm enquanto o das nanolâminas é de 262,787 nm. Isso se deve ao fato de que as ligações entre os cristais foram rompidas durante os processos físicos e químicos, gerando assim um material com menor número de folhas de grafeno empilhadas

Amostra	2 θ	Distância entre camadas
GRAFLAKE	26,550	3.434Å
Expandido	26,536	3.448Å
Nanolâminas	26,406	3.452Å

Tabela 1: Resultados obtidos no raio-X

Com a utilização dos MEV, obtemos as seguintes micrografias demonstradas na fig. 1, através delas podemos obter um valor aproximado do tamanho de partícula obtido, no caso das nanolaminas de grafite este valor foi de aproximadamente 250 nm de espessura

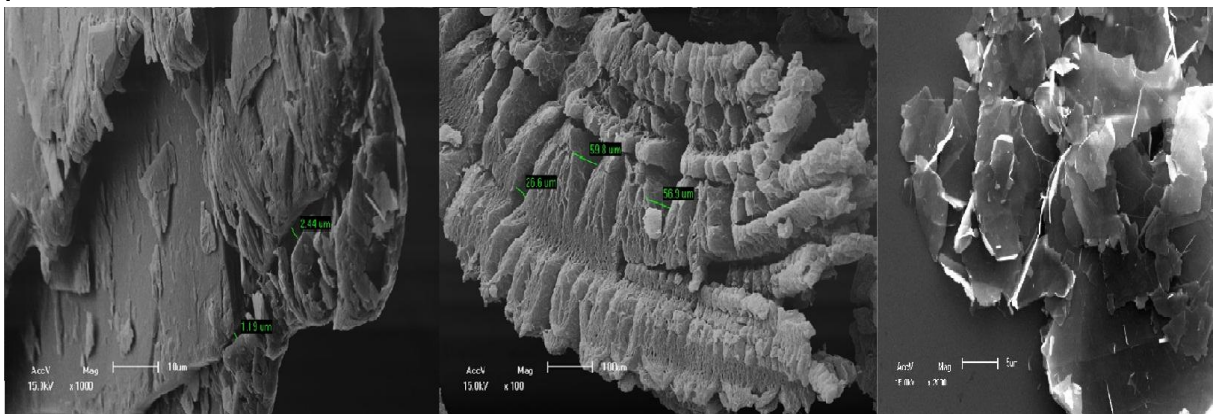


Figura 1: Micrografia do grafite natural, expandido e das nanolâminas

4 CONCLUSÃO

É muito indefinido o conceito de material nanométrico, sendo esta definição de muita controvérsia entre diversos pesquisadores. Com isso, para afirmarmos que o material obtido é de dimensões nanométricas seria necessário caracterizar o material com outras técnicas, como por exemplo, o potencial RAMAM e a microscopia eletrônica de tunelamento, pois não é possível afirmar apenas com a microscopia eletrônica de varredura quem o material apresenta dimensões nanométricas. Porém, ao final do processo, conseguimos obter um material de

dimensões bem reduzidas, que em alguns casos poderia inclusive ser denominado de material nanométrico. A qualidade do material obtido pode ser comprovada através das caracterizações realizadas, como a redução do tamanho de cristalito obtida através da análise de difração de raio-x, que mostra uma significativa redução do material bem como um afastamento entre as suas camadas. Outro fator importante que nos ajuda a confirmar a obtenção de nanolâminas são as micrografias que nos permite ter uma noção mais aproximada do tamanho real das partículas obtidas.

Com isso podemos concluir que o material obtido é realmente nanolâminas de grafite que podem ser aplicadas em diversos meios para agregar propriedades condutoras, elétricas e mecânicas. A continuidade deste trabalho se embasara nas propriedades mecânicas das nanolâminas e sua associação com materiais poliméricos a fim de gerar compósitos com uma melhor resistência mecânica.

5 REFERÊNCIAS

CHEN, Guohua. Exfoliation of graphite flake and its nanocomposites. **Carbon**, v. 41, p. 619-621, 2003

CHEN, Guohua et al. Preparation and characterization of graphite nanosheets from ultrasonic powdering technique. **Carbon**, v. 42, p. 753-759, 2004.

GEIM, A.K.; Novoselov, K.S. The rise of graphene. **Nature Materials**, v. 6, p. 183-191, 2007

GEIM, Andre K.; Kim, Philip. A versatilidade do carbono. **Scientific American Brasil**, v. 72, p. 80-87, Maio 2008

GHENO, Grasiela. **Preparação de nanolâminas de grafite e síntese de Nanocompósitos de polianilina**. Janeiro de 2010. Dissertação de mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais - Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul – Porta Alegre – Janeiro de 2010