3º CONGRESSO TUDO É CIÊNCIA: NO COMBATE À DESINFORMAÇÃO
X ENCONTRO DE EXTENSÃO UNIVERSITÁRIA DO UNIFOA
ORGANIZAÇÃO: UniFOA

Caracterização de grafeno em pó utilizando as técnicas de difração de raios x e microscopia eletrônica de varredura

Maria Gabrielle Assunção Gomes[1]; 0009-0008-6712-6691
Sandro Rosa Corrêa[1]; 0000-0001-8973-2002

1 – UniFOA, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda, RJ.
sandro.correa@foa.org.br

Resumo: Cada vez mais, vem aumentando a utilização do grafeno em meios industriais onde a necessidade de nanomateriais proporcione melhores propriedade térmicas, mecânicas, elétricas entre outras. As usinas siderúrgicas vêm produzindo este material com intuito de aplicá-lo em revestimentos de seus materiais, visando o aumento da resistência a corrosão. Este trabalho visa a caracterização de amostra em pó de grafeno utilizando as técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e difração de raios X (DRX). Os resultados mostram que o material recebido apresenta características de grafeno, entretanto, há a necessidade de realização do ensaio de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) para confirmar os resultados.

Palavras-chave: Óxido de Grafeno. Grafite. Nano material

INTRODUÇÃO

As pesquisas têm demonstrado grandes avanços tecnológicos quando se trata em escalas nanométricas. O grafeno por apresentar a espessura de um átomo de carbono, torna-o aplicável em diversos seguimentos de importância industrial nas áreas: mecânica, térmicas, elétricas entre outras. (HASAN, N.M; MARION, B.D.G, 2016). Este assunto vem apresentando destaque desde 2010, quando foi conferido o Prêmio Nobel de Física para André Geim e Konstantin Novoselov por seu trabalho inovador com o grafeno.

Este material consiste em uma folha plana de átomos de carbono em ligação sp2 densamente compactados e com espessura de apenas um átomo, reunidos em uma estrutura cristalina hexagonal onde se é possível obter excelentes propriedades de condutividade térmica, elétrica, alta resistência associado a baixa densidade. Estas propriedades têm tornado a sua utilização na indústria de instrumentação cada vez maior. (COOPER, D.R. et al., 2012). Entretanto o grande desafio do grafeno é a sua industrialização, pois sua reprodutibilidade e produção em larga escala ainda é limitada. (BADHULIKA, S., et al, 2015).

Os métodos químicos para produzir o óxido de grafeno foram todos desenvolvidos antes de 1960. O mais recente e mais comumente empregado é a técnica de Hummers (HUMMERS, W.S.; OFFEMAN, 1958). Esse processo trata o grafite em uma mistura anidra de ácido sulfúrico, nitrato de sódio e permanganato de potássio por várias horas, seguido da adição de água. O material resultante é o hidrato de óxido de grafite, que contém aproximadamente 23% de água. Estudos subsequentes de ressonância magnética nuclear e difração de raios X da estrutura do óxido de grafeno levaram a modelos bastante detalhados baseados em uma combinação de grupos hidróxido, carbonila, carboxila e epóxi ligados covalentemente à rede de grafeno. (HE, H. et al, 1998).

Compreensivelmente, o grau de oxidação afeta fortemente a condutividade elétrica e térmica no plano do óxido de grafeno. O aumento da introdução de grupos de oxigênio na rede de grafeno interrompe a hibridização de orbitais de elétrons. Os grupos epóxidos podem ser reduzidos por tratamento térmico ou reação com iodeto de

potássio (KI), levando a uma estrutura semelhante, onde apenas grupos hidroxila estão presentes. Isso leva a uma melhor condutividade elétrica e hidrofilicidade não afetada. Em cada caso, o procedimento requer um rígido controle de temperatura e longos tempos de reação de várias horas. (COOPER, D.R. et al, 2012).

Cada vez mais, vem aumentando a utilização do grafeno em meios industriais onde a necessidade de nanomateriais proporcione melhores propriedade térmicas, mecânicas, elétricas entre outras. As usinas siderúrgicas vêm produzindo este material com intuito de aplicá-lo em revestimentos de seus materiais, visando o aumento da resistência a corrosão.

Este trabalho tem como objetivo a caracterização de amostra de grafeno em pó utilizando as técnicas de difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

MÉTODOS

A amostra em forma de pó foram fornecidas por uma empresa do setor metalmecânico obtidas a partir da síntese do grafite.

As amostras foram caracterizadas por difração de raios X (DRX). As medidas foram efetuadas a temperatura ambiente utilizando radiação de CuKα, tensão de 40 kV, corrente de 30 mA, no difratômetro da marca Shimadzu modelo XRD-6100. As condições de medições foram $10° < 2\theta < 80º$, com passo angular de 0,02° e tempo de 0,60 segundos.

Os resultados encontrados neste trabalho foram identificados utilizando os padrões obtidos no software Crystallographica Search-Match (CSM). Nas análises das amostras foi obtido difratograma a partir dos sinais dos detectores eletrônicos de radiação, pelas reflexões contendo os picos correspondentes aos planos (h,k,l) de difração da radiação da estrutura do grafeno

Além do gráfico, obteve-se um arquivo de dados do difratômetro das intensidades relativas (a.u.), para cada posição 2θ e seu resultado confrontados à base de dados do software Crystallographica Search-Match (CSM)

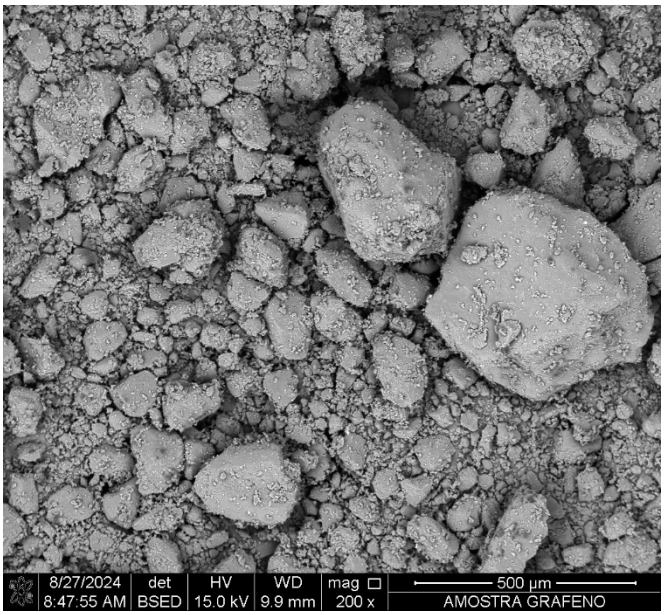
Para o ensaio de microscopia eletrônica por varredura (MEV) foi utilizado o equipamento microscópio eletrônico de varredura de fabricação FEI Company, modelo Quanta 3D FEG, integrado ao sotware XT Microscope Control.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados dos ensaios de MEV mostram uma textura esponjosa similar ao encontrado (BAGOJI et al, 2016), Figura 1.

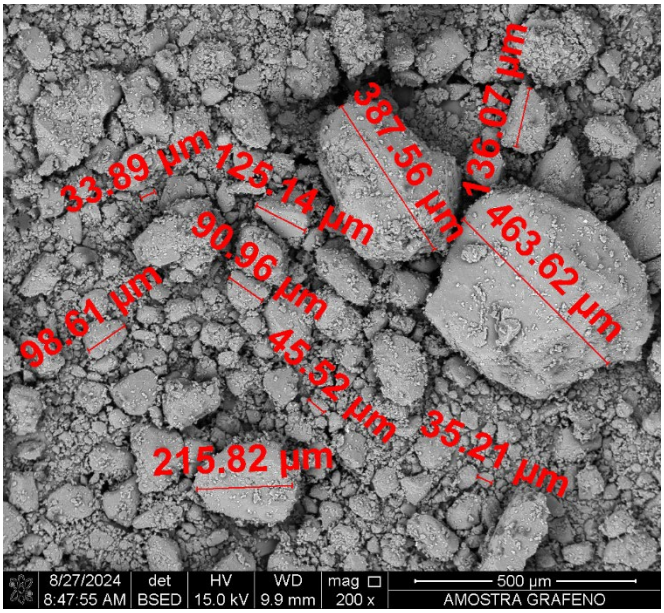
Observamos particulados em formas retangulares e com tamanhos variados entre 33,89 e 463,62 µm.

Figura 1 – Imagens de MEV do pó de grafeno recebido.



Fonte: Autores (2024).

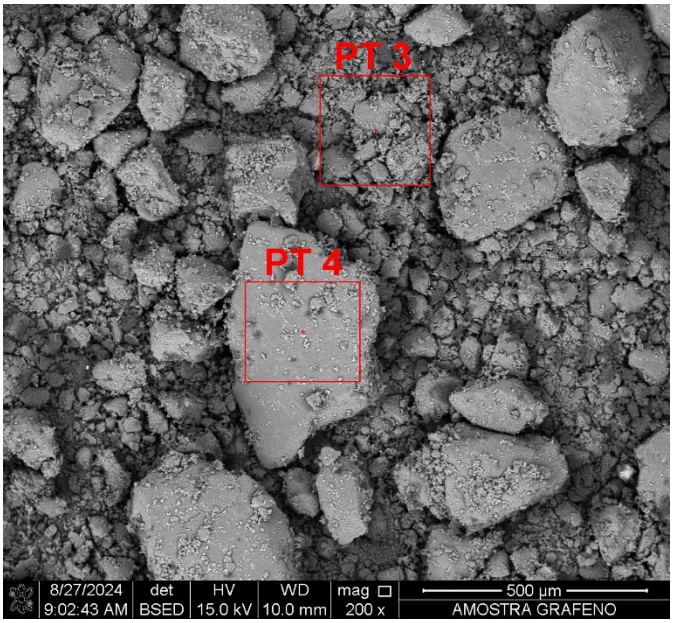
Figura 2 – Medições dos tamanhos das partículas do pó de grafeno no MEV.



Fonte: Autores (2024).

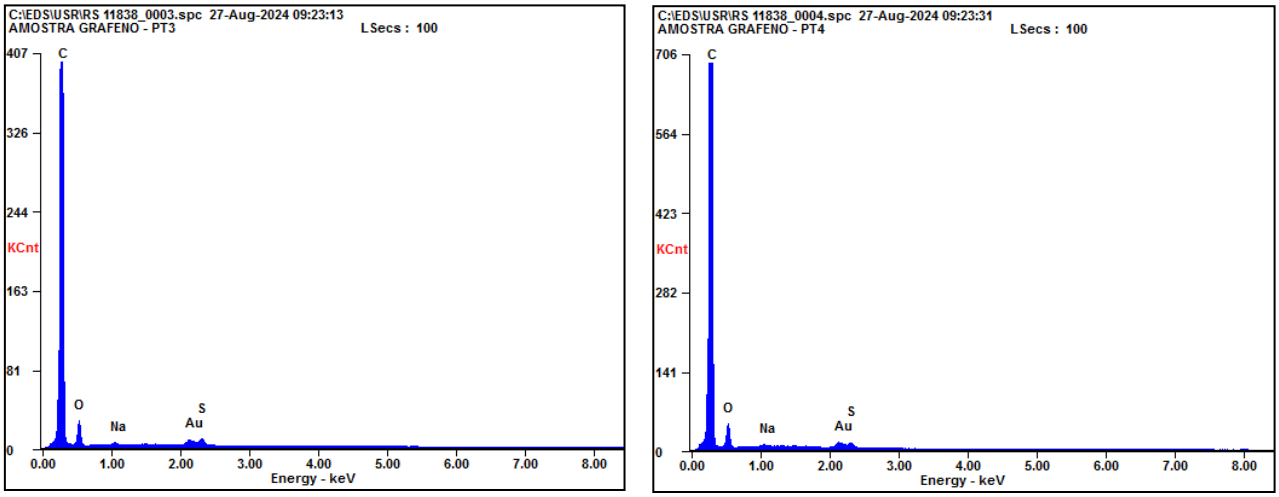
Utilizando o detector de energia dispersiva de raios X (EDS), observamos a presença de carbono e oxigênio, figura 3 e figura 4. A presença de sódio pode ter sido por contaminação na manipulação da amostra.

Figura 3 – Localização das análises por EDS no MEV



Fonte: Autores (2024).

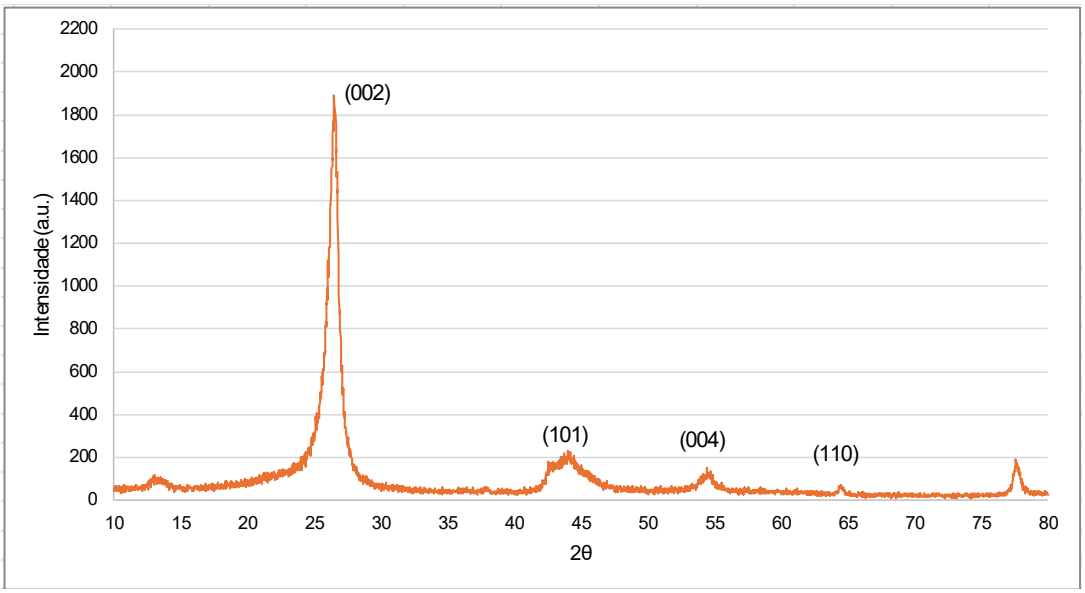
Figura 4 – Análise de diferentes particulados de grafeno no EDS.



Fonte: Autores (2024).

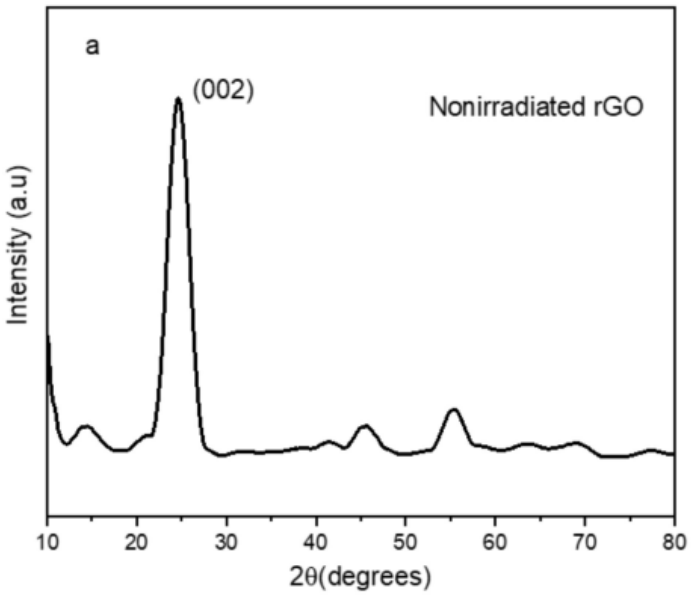
Quando analisamos o difratômetro do grafeno, figura 5, observamos que os picos apresentam semelhança ao grafite. Entretanto, quando comparamos com o Rahman e Siburian, observamos similaridade e um pico 2θ em 13,2º que indica ser grafeno, figura 6. (RAHMAN, K.R. et al, 2021; SIBURIAN, R. et al, 2018)

Figura 5 – Difratograma da amostra de grafeno



Fonte: Autores (2024).

Figura 6 – Difração de raios X óxido de grafeno



Fonte: RAHMAN, K.R. et al (2021).

CONCLUSÕES

Os resultados parciais mostram que a amostra recebida apresenta características de grafeno, porém necessita da realização da análise de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FT-IR) para se ter a confirmação se material é realmente grafeno ou grafite.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FOA pela bolsa de pesquisa nº 92676 para o projeto de pesquisa de iniciação cientifica (PIBIC).

REFERÊNCIAS

BADHULIKA, S.; TERSE-THAKOOR, T.; VILLARREAL, C.; MULCHANDANI, A. Graphene hybrids: synthesis strategies and applications in sensors and sensitized solar cells. **Front Chem**. 2015 Jun 30;3:38. DOI: 10.3389/fchem.2015.00038. PMID: 26176007; PMCID: PMC4485227.

BAGOJI, DR. A.; NANDIBEWOOR, S. T. (2016). Electrocatalytic redox behavior of graphene film towards acebutolol hydrochloride determination in real samples. **New J. Chem**.. 2016 Vol. 40. DOI: 10.1039/C5NJ03655K. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/295247319_Electrocatalytic_redox_behavior_of_graphene_film_towards_acebutolol_hydrochloride_determination_in_real_samples#fullTextFileContent. Acesso em 20 set. 2024.

COOPER, D.R. et al. Experimental Review of Graphene, **International Scholarly Research Notices**, vol . 2012 , Artigo ID 501686 , 56 páginas , 2012 . https://doi.org/10.5402/2012/501686

HASAN, N. M.; MARION, B. D. G. Grafeno: Inovações, Aplicações e sua Comercialização. Interfaces Científicas - **Exatas e Tecnológicas**, [S. l.], v. 2, n. 1, p. 29–40, 2016. DOI: 10.17564/2359-4942.2016v2n1p29-40. Disponível em: https://periodicos.set.edu.br/exatas/article/view/2778. Acesso em: 21 jun. 2023.

HE, H., et al. A new structural model for graphite oxide, **Chemical Physics Letters**, vol. 287, nº. 1-2, pp. 53-56, 1998.

HUMMERS, W.S.; OFFEMAN, R. E. Preparation of Graphitic Oxide. **Journal of the American Chemical Society**, v. 80, n. 6, p. 1339, 1958. DOI: 10.1021/ja01539a017

RAHMAN, K.R.; KOK, K.Y.; WONG, W.Y.; YANG, H.; LIM, K.L. Effect of Iron Loading on the Catalytic Activity of Fe/N-Doped Reduced Graphene Oxide Catalysts via Irradiation. ***Appl. Sci.*** 2021, *11*, 205. https://doi.org/10.3390/app11010205. Disponível em: https://www.mdpi.com/2076-3417/11/1/205. Acesso em 20 ago. 2024.

SIBURIAN, R.; SIHOTANG, H.; RAJA, S. L.; SUPENO, M.; SIMANJUNTAK, C. New Route to Synthesize of Graphene Nano Sheets. **Orient J Chem** 2018; 34(1). Disponível em: http://www.orientjchem.org/?p=42711. Acesso em 20 ago. 2024.