

OBTENÇÃO FACIL E RAPIDA DE OXIDO DE GRAFENO REDUZIDO UTILIZANDO GLICOSE COMO REAGENTE REDUTOR.

Leonardo Vidal Zancanaro¹, Guilherme Oliveira Vargas², Theodoro da Rosa Salles³, Franciele da Silva Bruckmann⁴, Sergio Roberto Mortari⁵ e Cristiano Rodrigo Bohn Rhoden⁶

RESUMO

No presente trabalho foi utilizado um método desenvolvido por Salles, adaptando Hummers para a síntese do Óxido de grafeno (GO) que posteriormente passou por um processo de redução para a formação do óxido de grafeno reduzido (rGO) com uma abordagem ambientalmente sustentável, utilizando a glicose como reagente redutor. A caracterização do GO e rGO foram realizadas por meio de espectroscopia de difração de raios-x (DRX) e espectroscopia de infravermelho por transformada de fourier (FTIR), que mostraram a redução no espaço entre as camadas do GO utilizado como reagente de partida, indicando a formação de rGO caracterizada pela remoção dos grupos funcionais oxigenados presentes no óxido de grafeno.

Palavras-chave: nanomateriais; sustentável; redução química.

1. INTRODUÇÃO

O grafeno é um dos materiais mais promissores da atualidade. É um material 2D formado apenas por ligações de carbono hibridizados e apresenta um átomo de espessura. Possui várias características, que incluem alta área de superfície específica, condutividade térmica, resistência mecânica, mobilidade e estabilidade química (RHODEN et al. ,2021). Com essas propriedades o material oferece um grande leque de aplicações como em optoeletrônicos, supercapacitores, sensores,

¹Autor/Apresentador – Acadêmico do curso de Engenharia Química– Universidade Franciscana-UFN. E-mail: leo.jvidal@gmail.com

²Colaboradores. Acadêmicos do curso de Engenharia Química- Universidade Franciscana-UFN. E-mail: guilhermevargas2727@gmail.com, theodoro.rsalles@gmail.com,

³Mestranda do Programa de Pós-graduação em Nanociências- Universidade Franciscana-UFN. E-mail: francielebruckmann2@gmail.com e

⁵Professor do Programa de Pós-graduação em Nanociências- Universidade Franciscana-UFN mortari@ufn.edu.br

⁶Orientador – Professor do Programa de Pós-graduação em Nanociências- Universidade Franciscana-UFN. E-mail: cristianorbr@gmail.com

nanocompósitos, captação de energia, biomédica, fotocatálise, purificação de água, etc (WEI. et al, 2017). O óxido de grafeno é um material bidimensional derivado do grafeno que apresenta grupos funcionais oxigenados em sua estrutura como, C- OH, OH, C=O e os grupos COOH, ligados à sua cadeia carbônica. O GO é obtido pela esfoliação química do grafeno com o uso de ácidos fortes e oxidantes. (SALLES. Et al, 2020). O óxido de grafeno tem grande importância, pois tem baixo custo de produção, inúmeras aplicações e possibilidade de transformação em grafeno reduzido. Um dos métodos mais comuns para a produção de grafeno envolve a oxidação inicial de grafite para óxido de grafite e depois por sua esfoliação para óxido de grafeno (GO), seguido pela redução do óxido de grafeno para folhas rGO (ZHENG. et al, 2015). O rGO é um nanomaterial derivado do grafeno que possui uma elevada área superficial, estabilidade química e grande difusão de ligações π -conjugadas.

O GO pode ser reduzido a rGO de diferentes formas, como: tratamento por micro-ondas, redução química, redução a laser, foto redução, redução eletroquímica e redução hidrotérmica (VELASCO-SOTO. et al, 2015). A proposta deste trabalho é a obtenção fácil e barata de óxido de grafeno reduzido de forma sustentável utilizando glicose como reagente redutor que é de fácil acesso e não tóxico.

2. METODOLOGIA

O óxido de grafeno foi sintetizado através do método reportado por Salles e colaboradores (2021) pela oxidação e esfoliação química do grafite. Inicialmente grafite (1 g) e ácido sulfúrico 98% (60 ml) foram adicionados em um béquer (500 ml) sob agitação magnética (150 rpm) e a mistura mantida sob agitação a 20°C por 20 minutos. Sequencialmente, o permanganato de potássio (6 g) foi adicionado lentamente, durante um período de 20 minutos. Posteriormente, a reação foi aquecida a 40°C por 4 horas e deixada sob agitação durante a noite em temperatura ambiente. Em seguida, 180 ml de água destilada foram gotejados no sistema reacional e mantido por mais 1 h a 40 °C. Sequencialmente 300mL de água destilada foram adicionados a solução lentamente. Por fim, foram adicionados 10 mL de H₂O₂ 35% para redução das espécies químicas Mn (VII).

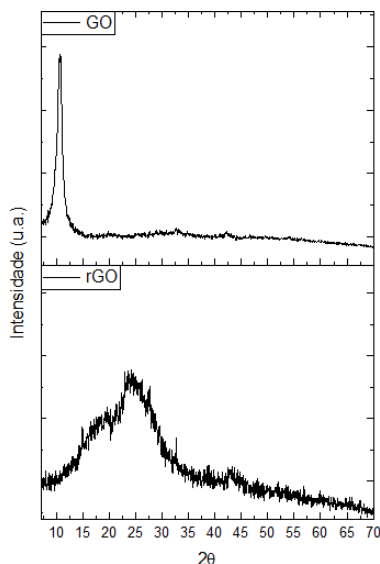
Para purificação, o GO é lavado duas vezes com água destilada e posteriormente com uma solução de HCl 10% para remover qualquer íon metálico residual. A última etapa do processo é a lavagem do material até atingir o pH em torno de 7 (PENG et al., 2015). Por fim o produto foi levado para secar na estufa a 60°C por 24 horas. (PAULCHAMY. Et al.2015).

A redução do oxido de grafeno, foi realizada partindo-se de 200 mg de GO em pó, 100 mL de água ultrapura em um balão de fundo redondo e o pH ajustado para 9,5. Esta mistura foi imediatamente levada para tratamento ultrassônico durante 1 hora. Em seguida foi adicionada 50 mg de glicose e o balão foi mantido sob refluxo a 95 °C durante 4 horas, com auxílio de um condensador de refluxo para não haver redução de volume. Após este período o material reduzido é levado para um béquer e lavado até atingir o pH neutro. O rGO por ser altamente hidrofóbico irá se depositar no fundo do béquer. Após, o sobrenadante é descartado e o material lavado com acetona para remover qualquer presença de água e levado para secar na estufa.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os padrões do DRX do GO e do rGO são mostrados na figura 1, para o GO existe uma difração nítida e marcante em $2\theta \approx 10,5^\circ$ com uma distância entre as camadas de aproximadamente 8,69 Å. Essa distância entre as camadas denota a presença dos grupos funcionais hidroxila, carboxila, epóxi entre elas (RHODEN et al., 2021). Já no DRX do rGO é possível verificar a presença dos picos estreitos em $2\theta \approx 25^\circ$ e $2\theta \approx 45^\circ$ que verifica a redução do GO. Também é possível analisar a diminuição entre as camadas do rGO para 3.65 Å, sugerindo a efetiva redução do GO (CUI et al., 2011).

Figura 1.



Fonte: Compilação do autor.

A figura 2 mostra o Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) do GO e rGO. No espectro do óxido de grafeno o pico de absorção em 3416 cm^{-1} correspondentes as vibrações de alongamento O-H, em 2904 cm^{-1} denota o alongamento vibracional de CH_2 , 1751 cm^{-1} indica a vibração de alongamento das ligações de C=O do grupo COOH e em 1443 cm^{-1} corresponde o alongamento vibracional de C=C. As bandas em 1254 e 1048 cm^{-1} , correspondem as vibrações das ligações de C-OH e C=O em grupos alcóxi e epóxi, respetivamente. (BHARGAVA; KHAN, 2018). Após a redução do GO os picos são deslocados ligeiramente e sua intensidade é reduzida significativamente ou suprimida, e são observadas as bandas em 1590 cm^{-1} das ligações, C-C, 1362 cm^{-1} grupos C-OH e 1057 cm^{-1} C-O do rGO.(ZHANG. Et al. 2016)

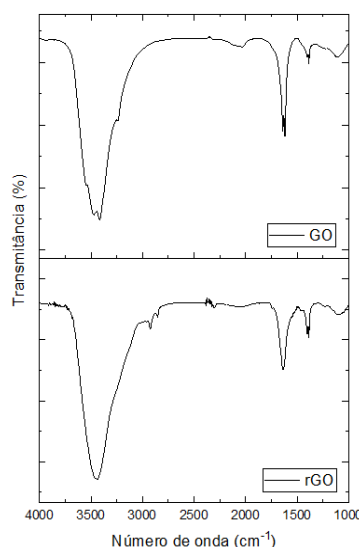


Figura 2.

Fonte: Compilação do autor.

4. CONCLUSÃO

Por meio das análises de FTIR e DRX, podemos concluir que o processo de redução do óxido de grafeno em óxido de grafeno reduzido teve êxito, redução está evidenciada pela diminuição no espaço entre as camadas do GO para o rGO o que confirma a redução do material utilizando a glicose como reagente redutor. O rGO apresenta várias imperfeições em sua estrutura devida a remoção dos grupamentos funcionais em sua estrutura. Posteriormente serão feitos ensaios adsorptivos no Laboratório de materiais magnético nanoestruturados (LaMMaN) para comprovar a eficácia do rGO para remoção de metais pesados, pesticidas, e fármacos de águas residuais.

AGRADECIMENTOS

CAPES, CNPq, FAPERGS e Universidade Franciscana

REFERÊNCIAS

BHARGAVA, R.; KHAN, S. Enhanced optical properties of Cu₂O anchored on reduced graphene oxide (rGO) sheets. *Journal of Physics: Condensed Matter*, v. 30, n. 33, p. 335703, 2018.

CUI, P. et al. One-pot reduction of graphene oxide at subzero temperatures. **Chemical Communications**, v. 47, n. 45, p. 12370-12372, 2011.

PAULCHAMY, B.; ARTHI, G.; LIGNESH, B. D. A simple approach to stepwise synthesis of graphene oxide nanomaterial. **Journal of Nanomedicine & Nanotechnology**, v. 6, n. 1, p. 1 - 4, 2015.

PENG, L. et al. An iron-based green approach to 1-h production of single-layer graphene oxide. **Nature communications**, v. 6, n. 1, p. 1-9, 2015.

RHODEN, C. R. B. et al. Study from the influence of magnetite onto removal of hydrochlorothiazide from aqueous solutions applying magnetic graphene oxide. **Journal of Water Process Engineering**, v. 43, p. 102262, 2021.

SALLES, T. et al. Graphene oxide optimization synthesis for application on laboratory of Universidade Franciscana. **Disciplinarum Scientia| Naturais e Tecnológicas**, v. 21, n. 3, p. 15-26, 2020.

VELASCO-SOTO, M. A. et al. Selective band gap manipulation of graphene oxide by its reduction with mild reagents. **Carbon**, v. 93, p. 967-973, 2015.

WANG, T. et al. Synthesis of graphene/ α -Fe₂O₃ composites with excellent electromagnetic wave absorption properties. **RSC Advances**, v. 5, n. 74, p. 60114-60120, 2015.

WEI, M. et al. Engineering reduced graphene oxides with enhanced electrochemical properties through multiple-step reductions. **Electrochimica Acta**, v. 258, p. 735-743, 2017.

ZHANG, W. et al. In situ preparation of cubic Cu₂O-RGO nanocomposites for enhanced visible-light degradation of methyl orange. **Nanotechnology**, v. 27, n. 26, p. 265703, 2016.

ZHENG, F. et al. Charge transfer from poly (3-hexylthiophene) to graphene oxide and reduced graphene oxide. **RSC advances**, v. 5, n. 109, p. 89515-89520, 2015.