



# PRODUÇÃO DE GRAFENO EM ESCALA PILOTO POR ESFOLIAÇÃO ELETROQUÍMICA

Pedro Caliel Andrade de Faria<sup>1</sup>, Maria Eliana Camargo Ferreira<sup>2</sup>, Natália Ueda Yamaguchi<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Acadêmico do Curso de Engenharia de controle e automação, Campus Maringá-PR, Universidade Cesumar - UNICESUMAR. Bolsista ICETI-UniCesumar. pedrocaliel42@gmail.com

<sup>2</sup>Doutoranda do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Universidade Estadual de Maringá, UEM, Campus Maringá-PR. camargo\_ferreira@hotmail.com

<sup>3</sup>Orientadora, Doutora, Docente no Curso de Mestrado em Tecnologias Limpas, Campus Maringá-PR, Universidade Cesumar - UNICESUMAR. Pesquisadora do Instituto Cesumar de Ciência, Tecnologia e Inovação – ICETI. natalia.yamaguchi@unicesumar.edu.br

## RESUMO

O grafeno é um material com propriedades únicas, como alta condutividade elétrica e térmica, e por isso acaba possuindo uma grande variedade de aplicações. Mesmo sendo um material com diversas aplicações na ciência, ainda existem barreiras a serem rompidas quanto à sua síntese, o grafeno é um material que começou a ser explorado em 2004, sendo assim, sua aplicação em larga escala ainda é um desafio, devido ao alto custo e complexidade dos processos envolvidos, no entanto, o conjunto de técnicas que possui potencial para a síntese de grafeno em grande escala são as técnicas de *top-down* (de cima para baixo). Dentro desse conjunto de técnicas, destaca-se a esfoliação eletroquímica, uma promissora técnica que tem sido estudada na literatura científica, a pesquisa proposta tem como objetivo principal sintetizar grafeno pela abordagem de esfoliação eletroquímica anódica, para isso, será realizada uma minuciosa pesquisa de literatura a respeito dessa técnica. O grafite será adotado como ânodo e o processo de esfoliação ocorrerá a partir da aplicação de uma tensão com corrente contínua, seguido de ultrassom para suspender as folhas de grafeno produzidas. Os resultados serão então analisados para avaliar o rendimento, tudo isso poderá contribuir para o avanço na produção de grafeno em quantidade suficiente para aplicações comerciais, impulsionando ainda mais o desenvolvimento e uso desse material revolucionário em diversas áreas, como eletrônica, energia, medicina, tratamento de água e muitas outras.

**PALAVRAS-CHAVE:** Grafite; Síntese em larga escala; *Top-down*.

## 1 INTRODUÇÃO

Em 2004 os pesquisadores Andre Geim e Konstantin Novoselov conseguiram sintetizar o grafeno, um material bidimensional (2D), constituído por uma monocamada plana de átomos de carbono, sintetizaram desgastando uma folha de grafite, com uma fita adesiva, porém esse método produz pouco grafeno, incapacitando a produção em grande escala (NOVOSELOV et al., 2004). Graças a estrutura do grafeno ser única, o mesmo contém propriedades como, boa resistência mecânica, altas condutividades elétricas e térmicas e flexibilidade inerente (SUN, 2011).

Devido a essas propriedades, o grafeno se tornou um material destaque na ciência, com mais de 50 aplicações revolucionárias, como em transistores, dispositivo eletrônicos portáteis, sistema de armazenamento de energia eletroquímica, e ainda possui um potencial de ser o substituto do silício e cobre (MENDONÇA, 2018). E por ter muitas aplicações na indústria, pesquisadores de todo o mundo vem estudando novas alternativas para síntese do grafeno em larga escala, elas foram separadas nas abordagens *bottom-up* (de baixo para cima) e o *top-down* (de cima para baixo) (KUMAR et al., 2021).

As abordagens *bottom-up* estão relacionadas as sínteses do grafeno de alta qualidade, porém de baixa escala e de alta complexidade, já as abordagens *top-down* estão



relacionadas a fragmentação do material (grafite) até chegar na escala desejada, esse método produz em uma escala maior e de baixo custo, porém com uma qualidade inferior aos processos *bottom-up* (FIM, 2012). Apesar disso, as indústrias vêm apostando nos processos *top-down* para produção em larga escala, entre essas diversas abordagens se encontra a esfoliação eletroquímica (KUMAR et al., 2021).

Devido ao seu potencial de aumento de escala, a esfoliação eletroquímica também é de grande interesse para a comercialização do grafeno. Comparado a outros métodos, o método de esfoliação eletroquímica é mais acessível, podendo ser realizado em condições mais amenas, além de ser mais ecológico e requer menos tempo de processamento. Este método geralmente envolve o uso de um eletrólito aquoso ou sólido e corrente elétrica para fornecer esfoliação estrutural ou expansão de grafite/grafeno em um ânodo ou cátodo de grafite a granel (KUMAR et al., 2021).

O material a granel em camadas tal qual o grafite, tem fortes ligações covalentes no plano, mas fracas ligações fora do plano, esse material permanece unido pelas interações de Van Der Waals, que podem ser facilmente esfoliadas e resultarem em materiais 2D atômica e finos, a partir da “quebra” dessas ligações fracas por meio da introdução de cátions ou ânions sob alta carga negativa/positiva (YANG et al., 2019). Os grupos de oxigênio, tem propriedades elétricas e a espessura dos materiais 2D esfoliados e podem ser ajustados alterando os fatores eletroquímicos ou o tipo de eletrólito (YANG et al., 2019). Vários materiais de grafeno, como grafeno puro, óxido de grafeno (GO), grafeno funcionalizado, grafeno dopado com heteroátomo e materiais híbridos/compósitos à base de grafeno, podem ser obtidos selecionando precursores, eletrólitos, agentes intercalantes e agentes co-intercalados apropriados (KUMAR et al., 2021).

Segundo Yu (2015) a esfoliação anódica é o método mais promissor entre os métodos de esfoliação eletroquímica devido à sua alta eficiência de esfoliação, o mecanismo de esfoliação anódica envolve a intercalação de ânions e compostos co-intercalados no grafite. Durante o processo de esfoliação, uma corrente positiva extrai elétrons do ânodo de trabalho de grafite, gerando assim uma carga positiva. Essa carga impulsiona a intercalação de espécies aniônicas volumosas (por exemplo, ânions de sulfato), o que aumenta o espaçamento de intercalação entre as folhas de grafeno e, portanto, auxilia na esfoliação final das folhas.

Desta forma, entender o processo e fazer a síntese de grafeno por esfoliação eletroquímica, pode gerar a fabricação de novos dispositivos eletrônicos e de alta performance, sensores mais sensíveis, materiais compósitos mais fortes e resistentes, além de aplicação em energia, por ser um possível substituto do cobre e silício (componente importante na microeletrônica, na fabricação de semicondutores). Portanto, a síntese de grafeno por esfoliação eletroquímica tem o potencial de contribuir significativamente para o avanço da ciência e para o bem-estar da sociedade como um todo.

A pesquisa tem como objetivo determinar o rendimento da esfoliação eletroquímica, realizar a espectrofotometria para analisar a qualidade do grafeno e comparar os resultados com a bibliografia.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Após o levantamento bibliográfico, serão adquiridos os materiais necessários para realizar a esfoliação eletroquímica anódica, que compreendem dois bastões de grafite de 3,7g que serão ambos o ânodo e o cátodo da reação, e ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) 95-98%.

Serão utilizados os equipamentos e vidrarias do Laboratório Interdisciplinar de Análises Biológicas e Químicas (LIABQ - Unicesumar), dentre eles, uma fonte de alimentação Minipa MPC3006D, uma balança de precisão (PRACTIUM, 224-10 BR), um



banho ultrassom (QUIMIS, Q335D), uma centrífuga (KASVI, K14-4000), uma estufa (SolidSteel, SSA-150L), béqueres de 250ml ou 100ml e para manusear o processo espátulas, um papel filtro de 14 micrômetros, e um espectrofotômetro UV-Vis (BEL, SP 2000 UV).

O processo de esfoliação eletroquímica será realizado de acordo com metodologia proposta por Pereira et al. (2019) e Ferreira (2022). Inicialmente será preparado um eletrólito de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ , Synth, 95-98%) de 0,5 M com 50ml de água destilada, logo em seguida usaremos 2 bastões de grafite de aproximadamente 3,7 gramas um como cátodo e outro como ânodo na solução, em uma distância de aproximadamente 3 cm entre eles. Em seguida será aplicada uma tensão em corrente contínua de +6.5V por 60 minutos, O processo resultará em um precipitado e um sobrenadante, os quais serão submetidos ao processo de ultrassom por 30 minutos, ocasionando uma suspensão nas folhas de grafeno produzidas e uma nova esfoliação no grafite não suspenso.

Depois do processo de ultrassom, iremos levar para uma centrífuga por 15 mim para fazer a separação da amostra, em seguida será realizado o processo de purificação, onde a solução será filtrada no papel de 14 micrômetros, e depois secada em uma estufa por 12h a 60°, posteriormente será avaliado o rendimento do grafeno com auxílio de uma balança de precisão. Os dados obtidos serão analisados visando determinar se o processo utilizado de esfoliação eletroquímica possui viabilidade, com o rendimento do mesmo, e fazer a caracterização do grafeno para ver sua qualidade comparada a literatura e ainda possibilidade de realizar repetições do processo para garantir a validade dos resultados obtidos.

### 3 RESULTADOS ESPERADOS

Espera-se que a síntese de grafeno por esfoliação eletroquímica do grafite apresente um rendimento considerável, ou seja, uma quantidade significativa obtida na produção de grafeno, e que a caracterização do grafeno confirme a suas características, sua qualidade e que o mesmo apresente boa viabilidade de produção.

### REFERÊNCIAS

FERREIRA, I. R.S. **Influência da adição de Grafeno, obtido por esfoliação eletroquímica, nas propriedades térmicas e mecânica do Polipropileno.** Trabalho de Conclusão de Curso (TCC), Engenharia de Energia, Universidade Federal do Pampa, p.79, 2022.

KUMAR, N. SALEHIYAN, R., CHAUKE, V., BOTLHOKO, O. J., SETSHEDI, K., SCRIBA, M., MASUKUME, M., RAY, S.S. **Top-down synthesis of graphene: A comprehensive review.** FlatChem, v. 27, p. 100224, 2021.

KUMAR, N., SRIVASTAVA, V. C. **Simple synthesis of large graphene oxide sheets via electrochemical method coupled with oxidation process.** ACS omega, v. 3, n. 8, p. 10233-10242, 2018.

MENDONÇA, L. H. P. **Grafeno e a sua Produção a Partir da Grafita Natural.** Monografia, Escola de Engenharia da Universidade Federal de Minas Gerais, 2018. Disponível em: <http://www.demin.ufmg.br/tcc/00007.pdf>. Acesso em: 12 jul. 2023



MORALES, G. M., SCHIFANI, P., ELLIS, G., BALLESTEROS, C., MARTÍNEZ, G., BARBERO, C., SALAVAGIONE, H.J. **High-quality few layer graphene produced by electrochemical intercalation and microwave-assisted expansion of graphite.** Carbon, v. 49, n. 8, p. 2809-2816, 2011.

PEREIRA, E. L. **Compósitos de óxido de grafeno e polianilina obtidos “in situ” por via eletroquímica.** Dissertação, Ciências em Materiais para Energia, Universidade Federal de Itajubá – UNIFEI 2022.

PEREIRA, Nelson Gustavo Alves. **Síntese, modificação química e caracterização de óxido de grafeno preparado via eletroquímica.** Dissertação, Ciência em Materiais para Engenharia, Universidade federal de Itajubá, 2019.

SOUSA, Nei Carlos Oliveira. **Esfoliação eletroquímica de grafite natural com eletrólito multifuncional para obtenção de estruturas de grafeno.** 2018. Dissertação (Engenharia de Materiais) - Universidade Presbiteriana Mackenzie, São Paulo.

SU, C., LU, A., XU, Y., CHEN, F., Khlobystov, A.N., Li, L. **High-quality thin graphene films from fast electrochemical exfoliation.** ACS nano, v. 5, n. 3, p. 2332-2339, 2011.

YANG, Y. HOU, H., ZOU, G., SHI, W., SHUAI, H., LIB, J., JI, X. **Electrochemical exfoliation of graphene-like two-dimensional nanomaterials.** Nanoscale, v. 11, n. 1, p. 16-33, 2019.

YU, P., LOWE, S.E., SIMON, G.P., ZHONG, Y.L. **Electrochemical exfoliation of graphite and production of functional graphene.** Current opinion in colloid & interface science, v. 20, n. 5-6, p. 329-338, 2015.