

# Nanodomínios de carbono grafítico suportados em sílica mesoporosa: Um estudo do controle do teor de carbono e tamanho pelo protocolo de síntese

Mathias Strauss (PQ), João Paulo Vita Damasceno (IC), Italo Odone Mazali\* (PQ)

Laboratório de Materiais Funcionais - Instituto de Química - Universidade de Campinas – UNICAMP.  
Campinas, São Paulo, Brasil, C.P. 6154, CEP 13083-970. \*mazali@iqm.unicamp.br

Palavras Chave: sílica mesoporosa, grafeno, nanomateriais.

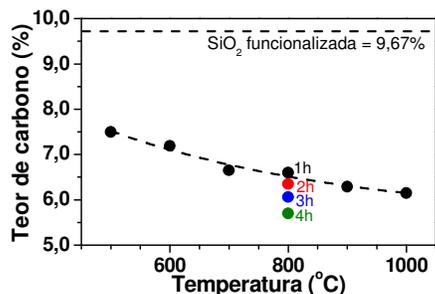
## Introdução

Neste trabalho são estudados sistemas químicos integrados (SQI) baseados em nanodomínios de grafeno suportados em sílica mesoporosa (TLC Kieselgel 60 H). Os materiais são preparados a partir da funcionalização de uma sílica mesoporosa comercial com 2,3-diidroxinaftaleno (DN) por uma reação de desidratação. As amostras são então pirolisadas sob atmosfera de N<sub>2</sub> em temperaturas de 500 a 1000 °C por 1 a 4 h<sup>[1]</sup>. Os materiais finais foram caracterizados por análise elementar CHN, termogravimetria, RMN <sup>13</sup>C e espectroscopia Raman. Foram estabelecidas correlações entre o protocolo de síntese (tempo e temperatura de pirólise do material funcionalizado), a concentração de carbono e o tamanho dos domínios grafíticos obtidos no material final.

## Resultados e Discussão

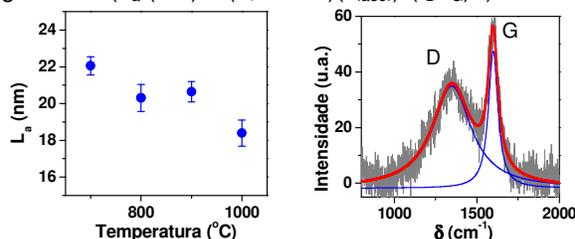
A curva termogravimétrica do material pós-funcionalização analisado sob atmosfera de ar sintético mostra que a decomposição das moléculas orgânicas ocorre em 400-700 °C. Já sob atmosfera inerte (N<sub>2</sub>) observa-se uma perda de massa gradual entre 400 e 1000 °C atribuída a eliminação de resíduos orgânicos por rotas não oxidativas.

A análise elementar CHN dos materiais pirolisados (Fig.1) mostra que a %C suportado diminui em função do aumento da temperatura e do tempo de pirólise, em concordância com o perfil observado no TGA-N<sub>2</sub>. Estes resultados mostram que o protocolo de síntese é capaz de controlar o teor de carbono suportado na matriz mesoporosa durante a etapa de pirólise.



**Fig 1.** Teor de carbono da SiO<sub>2</sub> funcionalizada pós-pirólise em diferentes temperaturas e tempos. Os resultados de RMN <sup>13</sup>C dos materiais pirolisados em diferentes temperaturas mostram a formação de

domínios de carbono grafítico a partir de 700 °C, onde os espectros passam a mostrar apenas um pico largo entre 110 e 150 ppm característico destas espécies. Materiais tratados abaixo desta temperatura apresentam apenas os picos característicos das moléculas de DN. Os espectros Raman (Fig.2) dos materiais pirolisados (>700 °C) apresentam as bandas D e G em ~1350 e ~1600 cm<sup>-1</sup> respectivamente, confirmando a formação de carbono grafítico na matriz de SiO<sub>2</sub>. A partir da equação proposta por Pimenta *et al.*<sup>[2]</sup> e o ajuste Lorentziano dos picos foram calculados os valores de L<sub>a</sub> correspondentes ao diâmetro dos domínios grafíticos ( $L_a \text{ (nm)} = (2,4 \cdot 10^{-10}) (\lambda_{\text{laser}})^4 (I_D/I_G)^{-1}$ ).



**Fig 2.** Valores de L<sub>a</sub> para os materiais pirolisados em diferentes temperaturas. Espectro Raman de um dos materiais que apresenta carbono grafítico.

Observa-se que o tamanho dos domínios de carbono grafítico diminui com o aumento da temperatura de pirólise o que pode estar relacionado com a perda de carbono evidenciada nas análises de CHN. O tamanho dos cristalitos obtidos indica que as espécies de carbono formadas tem o seu tamanho controlado pelos mesoporos da SiO<sub>2</sub>.

## Conclusões

Nanodomínios de carbono grafítico foram obtidos no interior da SiO<sub>2</sub> mesoporosa. Estas espécies de carbono são formadas na pirólise da SiO<sub>2</sub> funcionalizada com DN a temperaturas acima de 700 °C. O teor de carbono diminui com o aumento da temperatura e tempo de pirólise, levando a diminuição dos domínios de carbono grafítico. Estes materiais serão aplicados em sensores eletroquímicos.

## Agradecimentos

FAPESP (Proc. No 2012/20511-7), CNPq, CAPES e LMEOA/IQ/UNICAMP.

<sup>1</sup> Kwon, T.; Micropor. Mesopor. Mater. **2010**, *132*, 421.

<sup>2</sup> Pimenta, M. A.; Phys. Chem. Chem. Phys. **2007**, *9*, 1276.