

Preparação e caracterização de óxido de grafeno modificado com 3-aminopropiltrimetóxisilano a partir de tubos de grafite reciclados

Álison Gomes Paulino¹ (PG)*, César Ricardo Teixeira Tarley^{1,2} (PQ) e Mariana Gava Segatelli¹ (PQ)

*gomes.alp@hotmail.com

¹Universidade Estadual de Londrina (UEL), Departamento de Química. Rodovia Celso Garcia Cid, km 380, CEP 86050-482, Londrina-PR.

²Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) de Bioanalítica, Departamento de Química Analítica - Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Cidade Universitária Zeferino Vaz s/n, CEP 13083-970, Campinas-SP.

Palavras Chave: grafeno, modificação, silano, APTMS, tubo de grafite.

Introdução

O grafeno, uma rede carbonos sp^2 bidimensional, tem se mostrado um material promissor, devido a sua elevada área superficial teórica ($2630 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$), inércia e estabilidade química, o que o torna interessante como adsorvente.¹ A modificação é principalmente realizada a partir do seu óxido, por conter sítios reativos na sua superfície, como grupamentos epóxido e hidroxila. A partir do óxido de grafeno preparado em trabalho anterior,² foi realizada a modificação do mesmo com um agente de acoplamento, o 3-aminopropilmetóxisilano (APTMS), com o intuito de ancorar grupamentos contendo nitrogênio na superfície. O produto da modificação será utilizado futuramente na obtenção de um material impresso bidimensionalmente, para determinação seletiva de íons metálicos. A modificação foi realizada por um método adaptado da literatura,³ onde o óxido de grafeno, OG, adicionado a tolueno e APTMS foi mantido sob refluxo por 12h, posteriormente lavado com etanol, resultando no material OGN. O produto foi caracterizado por espectroscopia vibracional no infravermelho (IV) e termogravimetria (TG), sendo os resultados analisados em relação à ocorrência de modificação.

Resultados e Discussão

O espectro do material de partida, OG, apresentou bandas correspondentes a grupamentos contendo oxigênio, como álcool, epóxido e ácido carboxílico. As bandas referentes ao álcool são aquelas em 1165 , 1115 e 1040 cm^{-1} , da ligação C-O/C-O-C. As bandas em 1220 , 1055 e 870 cm^{-1} referem-se ao $\nu_{\text{C-O}}$ do epóxido, enquanto aquela em 1715 cm^{-1} , ao $\nu_{\text{ass}}\text{C=O}$ do ácido carboxílico. O espectro do produto, OGN, não apresentou a maioria das bandas do OG, especialmente daquelas referentes ao ácido carboxílico. O novo material se mostrou menos hidrofílico, dado a menor intensidade da banda em 3435 cm^{-1} , mas a água adsorvida ainda dificulta a distinção entre bandas de O-H da água ou de álcool. Esta banda também impossibilitou

confirmar a presença da ligação N-H, do APTMS, já que sua largura sobrepôs a região onde esta se encontraria, $3400\text{-}3300 \text{ cm}^{-1}$. No espectro do OGN foram encontradas novas bandas referentes aos $\nu_{\text{C-N}}$ (1197 cm^{-1}), $\nu_{\text{Si-O-C}}$ (1108 cm^{-1}), $\nu_{\text{Si-O-Si}}$ (1040 cm^{-1}), e Si-O (773 , 680 cm^{-1}). O TG revelou 2 perfis distintos para OG e OGN, entre 20 e 900°C , sendo este último mais termicamente estável. Os resultados para o OG revelaram três eventos de degradação térmica, com diferentes perdas de massa, liberando no final CO, CO₂ e vapor de água.⁴ Já o OGN apresentou 5 eventos, liberando também vapor de água, assim como moléculas de APTMS fracamente ligadas à superfície do material.⁵ Os eventos correspondentes à degradação de grupamentos com oxigênio não aparecem no TG do OGN, indicando que estes são quase inexistentes no novo material, comprovando que parte deles foi utilizada para modificação com APTMS.

Conclusões

O óxido de grafeno modificado com APTMS foi obtido, e as análises de IV e TG indicaram que o método foi eficaz, comprovando a modificação pela diminuição de grupamentos contendo oxigênio e pelo aparecimento de grupamentos contendo silício e nitrogênio, presentes no APTMS. Como consequência da modificação, houve diminuição de hidrofiliabilidade e aumento da estabilidade térmica. A síntese do óxido de grafeno impresso com Cd²⁺ para posterior avaliação dos materiais quanto à adsorção e seletividade, está em fase de preparação.

Agradecimentos

UEL, CNPq, CAPES, ESPEC-UEL.

¹ Chang, H. e Wu, H. *Energy Environ. Sci.* **2013**, *6*, 3483.

² Paulino, Á. G.; Segatelli, M. G. e Tarley, C. R. T. *Anais do XXI Encontro de Química da Região Sul*, Maringá, Brasil, **2014**.

³ Wang, X.; Xing, W.; Zhang, P.; Song, L.; Yang, H. e Hu, Y. *Compos. Sci. Technol.* **2012**, *72*, 737.

⁴ Marcano, D. C.; Kosynkin, D. V.; Berlin, J. M.; Simitkii, A.; Sun, Z.; Slesarev, A.; Alemany, L. B.; Lu, W. e Tour, J. M. *ACS Nano* **2010**, *4*, 4806.

⁵ Scheibe, B.; Borowiak-Palen, E. e Kalenczuk, R. J. *J. Alloys Compd.* **2010**, *500*, 117.