

Síntese química do grafeno em interfaces líquido-líquido

Laís C. Lopes (PG), Aldo J.G. Zarbin (PQ)*

*aldozarbin@ufpr.br

Universidade Federal do Paraná (UFPR), Departamento de Química, Curitiba, PR, Brasil

Palavras Chave: grafeno, síntese química, interface líquido-líquido.

Abstract

Chemical synthesis of graphene at liquid-liquid interfaces. Novel route to graphene from benzene, obtained as thin films at a water/benzene dynamic interface.

Introdução

O grafeno é um material bidimensional constituído por uma única camada de átomos de carbono com hibridização sp^2 . Existem diferentes formas de obtenção do grafeno, entre elas a síntese química, que é considerada promissora para a produção em larga escala, e por permitir um elevado controle sobre a estrutura do grafeno. No entanto, a insolubilidade das espécies envolvidas no meio reacional conforme as folhas de grafeno vão sendo formadas corresponde a um forte obstáculo no desenvolvimento de rotas sintéticas para grandes folhas de grafeno. Uma alternativa para superar tal inconveniente pode ser através da síntese química em interfaces líquidas. O GQM-UFPR desenvolveu uma rota interfacial inédita que tem se mostrado promissora no preparo de filmes finos de grafeno, nanotubos de carbono e outros materiais difíceis de serem processados.^[1-3] A viabilidade da rota interfacial para a preparação de grafeno por via química foi demonstrada recentemente pelo grupo.^[5] Assim, esse trabalho tem por objetivo estudar a síntese química interfacial do grafeno a partir do benzeno, a fim de controlar cada etapa deste processo para melhorar a qualidade do grafeno obtido.

Resultados e Discussão

As amostras foram obtidas em um sistema água/benzeno (10 mL de cada), onde 2g de $FeCl_3$ anidro foi adicionado continuamente em porções de 100 mg a cada 2 minutos. O sistema foi mantido sob agitação magnética por 3 horas. Em seguida, a agitação foi cessada e espontaneamente um filme cinza e contínuo foi formado na interface. O filme passou por sucessivas etapas de limpeza para remoção das espécies de Fe^{3+} . Primeiramente a fase aquosa foi trocada por água ultrapura, seguida por solução de NH_4OH (20% v/v) e a fase orgânica por tolueno a fim de manter a interface. Para garantir uma remoção mais efetiva do óxido de ferro foi adaptado o método DCO (ditionito-carbonato-ácido oxálico)^[5]. Por fim, o filme fino foi removido em diferentes substratos e caracterizado por UV-VIS, Raman, TEM, MEV, EDS, raio-X e AFM.

O espectro UV-Vis do filme (Fig. 1a) apresenta uma banda em 610 nm que é atribuída à goetita e hematita, indicando que não houve remoção total das partículas de óxido de ferro mesmo após a limpeza pelo método DCO. Pode-se observar ainda, a transição $\pi-\pi^*$ característica do grafeno em 265 nm, sendo sua ocorrência também confirmada por espectroscopia Raman (Fig. 1b) pela presença das bandas D, G e 2D.

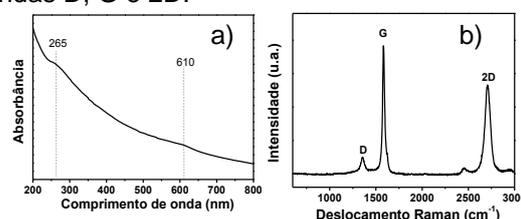


Figura 1. a) Espectro UV-Vis e b) espectro Raman (linha de excitação 514,5 nm) do grafeno obtido.

Pelas imagens de MEV e TEM (Fig. 2a e 2b), podemos observar a presença de folhas de grafeno amassadas e a presença de partículas de óxido de ferro remanescentes. Os valores das espessuras obtidos por AFM (Fig. 2c) mostraram a presença desde grafeno monocamadas até multicamadas.

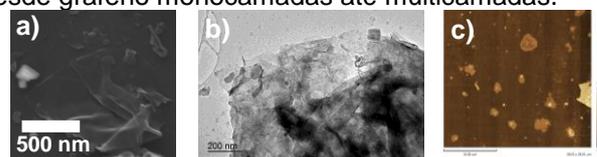


Figura 2. a) Imagens de MEV, b) TEM e c) AFM do grafeno obtido.

Conclusões

A rota interfacial é inovadora, versátil e inédita e o grafeno foi quimicamente obtido na forma de filme fino e transparente com sucesso, apresentando-se ser um material de alta qualidade e com folhas na ordem de até 500 nm.

Agradecimentos

Os autores agradecem a Capes, CNPq e NENNAM (F. Araucária/CNPq).

¹ Salvatierra, R. V., Oliveira, M. M., Zarbin, A. J. G., Chem Mater, **2010**, 22, 5222.

² Souza, V.H.R. Mohallen, M.M, Zarbin, A.J.G. J. Power Sources, **2014**, 260, 34.

³ Salvatierra, R.V, Cava, C.E, Roman, L.S, Oliveira, M.M, Zarbin, A.J.G, Chem. Commun., **2016**, 52, 1629.

⁴ Salvatierra, R.V, Souza, V.H.R, Matos, C.F, Oliveira, M.M, Zarbin, A.J.G, Carbon, **2015**, 93, 924.

⁵ Varadachari, C., Goswami, G., Ghosh, K. Clay Research, **2007**, 25, 1.