

# Síntese de óxido de grafeno para aplicação em supercapacitores de dupla camada elétrica

Pedro Leite Godinho, Daniel Vieira da Silva, Rubens Nunes de Faria Junior e Dolores Ribeiro Ricci Lazar

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

## INTRODUÇÃO

O grafeno é um nanomaterial de carbono com estrutura bidimensional organizada em arranjo hexagonal, com propriedades excepcionais, com o destaque para sua condutividade elétrica, que lhe garantem potencial para diversas aplicações tecnológicas tais como componentes de sensores, suportes eletrocatalíticos, membranas de células combustíveis e eletrodos de supercapacitores [1]. Um dos métodos mais amplamente utilizados para obtenção do material é a esfoliação química do grafite, baseada no método de *Hummers* [2]. A ampla utilização deste método se deve ao emprego de técnicas simples e de baixo custo, além dos mecanismos da reação serem bem conhecidos. Visando tornar o método mais seguro e reduzir seu impacto ambiental, ele sofreu diversas modificações [1,3].

## OBJETIVO

O objetivo da presente pesquisa é a avaliação preliminar do desempenho do óxido de grafeno (GO) como condutor elétrico em ligante condutor na confecção de eletrodos para supercapacitores eletroquímicos de dupla camada elétrica a base de carvão ativado. A síntese do material foi realizada utilizando o método de *Hummers* modificado por Marcano [3]. O material produzido e caracterizado será utilizado como precursor e base de comparação em pesquisas posteriores.

Preparou-se o óxido de grafeno (GO) a partir de grafite em pó com base no método

de *Hummers* aprimorado por Marcano et al.[4]. O procedimento experimental consistiu na mistura de ácidos sulfúrico e fosfórico, seguida da adição do grafite e do permanganato de potássio, e realizou-se a reação de oxidação do grafite sob constante agitação e aquecimento. Após resfriamento em banho de gelo, foi adicionado peróxido de hidrogênio para interrupção da reação de oxidação. Etapas de lavagem com água deionizada e solução de ácido clorídrico foram realizadas para eliminação de impurezas residuais e neutralização do pH. Foram realizadas duas etapas de lavagem com etanol para minimização dos aglomerados fortes. O sólido obtido foi seco à temperatura ambiente sob vácuo e desaglomerado em almofariz de ágata para caracterização. Realizou-se a produção do ligante condutor com a adição do material obtido à uma mistura de álcool isopropílico contendo dispersão aquosa de PTFE para suspensão em ultrassom de ponta. À suspensão do ligante condutor foi adicionado carvão ativado. O material foi então seco, pesado e utilizado na produção de dois discos de eletrodo em prensa hidráulica. Os eletrodos produzidos foram então submetidos à vácuo com aquecimento para retirada de material adsorvido e um sistema de supercapacitor eletroquímico de dupla camada elétrica foi produzido utilizando como eletrólito padrão solução aquosa de KOH 1. Outro supercapacitor foi produzido pelo mesmo método utilizando Carbono Vulcan em substituição do óxido de grafeno. Ambos supercapacitores foram caracterizados eletroquimicamente por voltametria cíclica e ciclos galvanostáticos.

Os resultados calculados para capacitância específica nas taxas de 1, 3, 5, 10, 30, 50, 100, 300  $\text{mV}\cdot\text{s}^{-1}$  (Figura 1) apresentam o supercapacitor com GO como tendo um desempenho inferior ao supercapacitor de referência. Uma comparação dos voltamogramas com taxa de varredura de  $1\text{mV}\cdot\text{s}^{-1}$  do supercapacitor produzido com GO e do supercapacitor produzido com Vulcan também foram produzidas (Figura 2), sendo possível perceber uma diferença considerável na área dos gráficos, a capacitância específica calculada para o GO sendo consideravelmente menor que a obtida no supercapacitor de referência (13,4 e  $42,5 \text{ F}\cdot\text{g}^{-1}$  respectivamente).

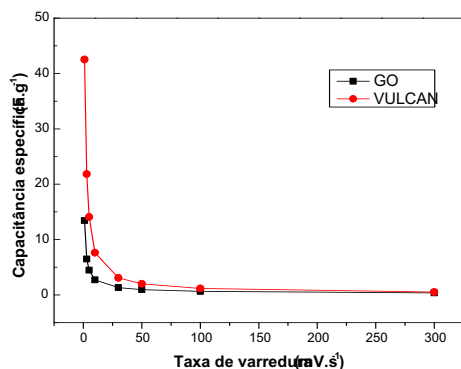


Figura 1, Comparação da variação da capacitância com a taxa de varredura

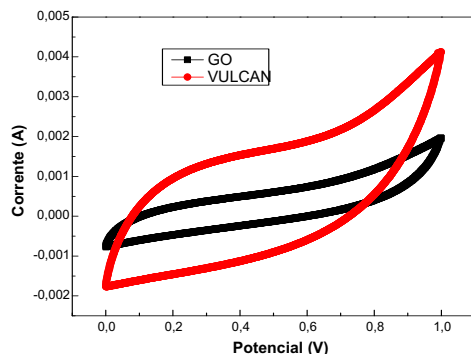


Figura 2, Comparação dos voltamogramas com taxa de varredura  $1\text{mV}\cdot\text{s}^{-1}$

Os resultados obtidos pela difração de raios X (DRX) e pela análise termogravimétrica (TGA) confirmam que o material sintetizado é óxido de grafeno, dada a presença dos picos e da decomposição térmica esperados do material. Os resultados obtidos para capacitância específica foram condizentes com a literatura, visto que o óxido de grafeno (GO) é um material isolante elétrico. A obtenção de propriedades eletroquímicas mais próximas ao grafeno pode ser obtida através da sua redução, produzindo óxido de grafeno reduzido (rGO). O material sintetizado será posteriormente reduzido com ácido ascórbico e funcionalizado com compostos nitrogenados, através de tratamento hidrotérmico, visando aprimorar suas propriedades eletroquímicas.

[1] Kumar, s. s. a.; Bashir, s.; Ramesh, k.; Ramesh, S. Journal of Materials Science, 57, p. 12236-12278. 2022.

[2] HUMMERS, W.S.; OFFEMAN, R.E. Preparation of graphitic oxide. Journal of American Chemical Society, v.80, n.6. p.1339, 1958. apud LIM et al. (ref 4)

[3] Marcano, D.C.; Kosynkin, D. V.; Berlin, J. M.; Sinitskii, A.; Sun, Z.; Slesarev, A.; Alemany, L.B.; Lu, W. Tour, J. M. ACS Nano, 4, p.806-814, 2010.

À CNEN/IPEN pelos recursos financeiros (Projeto Intercentros 2020.06.IPEN.05) e ao CNPq pela bolsa de iniciação científica PIBIC.