



Livro Resumo 2025

PROGRAMA INSTITUCIONAL DE BOLSAS DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA

XXXI Seminário Anual PIBIC
XXII Seminário Anual PROBIC
XV Seminário Anual PIBITI



26 e 27 de novembro de 2025



MINISTÉRIO DA
CIÊNCIA, TECNOLOGIA
E INOVAÇÃO



Síntese de nanoestruturas de grafeno: determinação experimental de parâmetros operacionais da etapa de moagem

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, diversas modificações tem sido propostas [1,3].

OBJETIVO

O objetivo desta pesquisa é determinar experimentalmente os parâmetros mais adequados para a utilização do moinho de bolas planetário na desaglomeração de nanoestruturas de grafeno, em substituição ao método manual anteriormente realizado em almofariz de ágata. A síntese foi realizada pelo método de *Hummers* modificado por *Marcano* [3]. Foram avaliados a eficiência da moagem, o grau de contaminação e a perda de material durante a operação.

METODOLOGIA

Preparou-se o óxido de grafeno (GO) a partir de grafite em pó com base no método de *Hummers* aprimorado por *Marcano et al.* [3].

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 solução de ácido clorídrico e água deionizada foram realizadas para eliminação de impurezas residuais e neutralização do pH. Duas etapas de lavagem com etanol foram conduzidas para minimização dos aglomerados fortes. O sobrenadante obtido nas etapas de lavagem com etanol foi seco em estufa e posteriormente desaglomerado em moinho de bolas planetário, utilizando esferas de aço inoxidável de 5 mm de diâmetro e almofariz do mesmo material, com capacidade de 80 mL. Foram avaliados os seguintes parâmetros: velocidade rotacional (em rotações por minuto), tempo de moagem, número de repetições e a aplicação de ciclos em operação reversa. Após a moagem, o material desaglomerado foi separado das esferas por lavagem com ciclohexano e novamente seco em estufa. A caracterização foi realizada por difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) acoplada à espectroscopia de energia dispersiva (EDS).

RESULTADOS

TABELA 1. Avaliação do parâmetro: velocidade

Amostra	Massa inicial (g)	Massa final (g)	Velocidade da moagem (rpm)	Varição mássica (%)
rGO 200	0,142	0,122	200	-13,8
rGO 300	0,104	---	300	---
rGO 400	0,099	0,092	400	-7,1

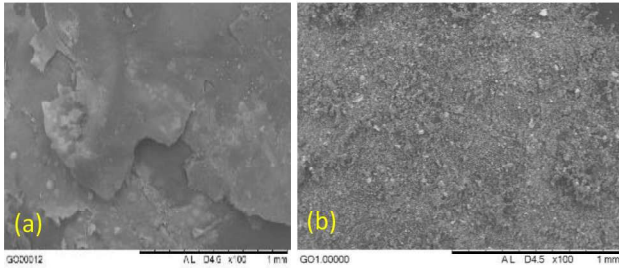


Figura 1. Imagens de MEV do rGO: (a) pré-moagem e (b) após moagem a 300 rpm.

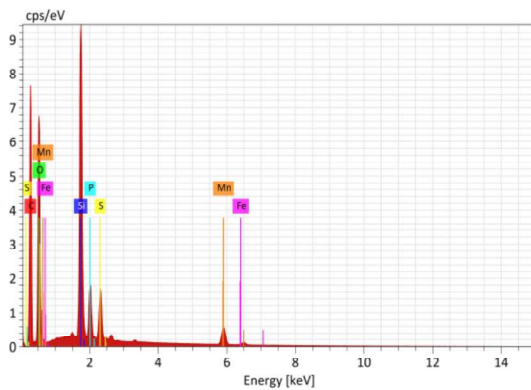


Figura 2. Espectro de EDS do rGO antes da moagem.

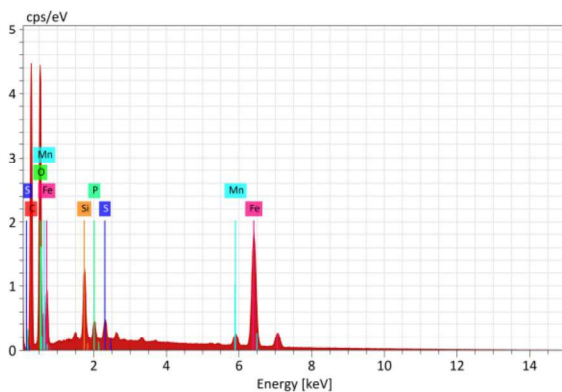


Figura 3. Espectro de EDS do rGO após moagem a 300 rpm.

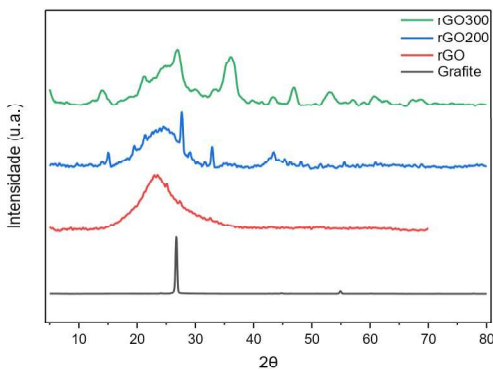


Figura 4. Difratogramas de DRX do grafite e das amostras de rGO (sem moagem, 200 e 300 rpm).

Na Figura 1(a), observa-se as estruturas em forma de folhas, típicas das nanoestruturas de grafeno, os resultados do processo de moagem são observáveis na Figura 1(b). Na Figura 3, observa-se a presença dos traços de Fe, anteriormente ausentes no espectro da Figura 2. Na Figura 4, difratogramas do material precursor das nanoestruturas (Grafite) e do rGO obtido.

CONCLUSÕES

Os resultados obtidos por difração de raios X (DRX) confirmam que o material sintetizado é rGO, dada a presença dos picos característicos. Os resultados obtidos por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) apontam uma maior presença de ferro na amostra moída, resultado esperado em decorrência do uso do moinho com esferas de aço. A contaminação e as perdas mássicas resultantes do uso do moinho são aceitáveis, sua maior eficiência em tempo, menor dependência do fator humano e uma maior homogeneidade das amostras produzidas justificam seu uso em detrimento ao método anterior.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [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.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

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