

Síntese e caracterização de nanobiomateriais a base de óxido de grafeno reduzido para biofuncionalização de superfícies

Franciele de Matos Peixoto¹; Ingrid Russoni e Lima²; Bonifácio de Oliveira Fialho²; Yutao Xing³; Gláucio Soares da Fonseca⁴.

¹Universidade Federal Fluminense, Departamento de Engenharia Mecânica; ²Universidade Federal Fluminense, Departamento de Engenharia Metalúrgica; ³Universidade Federal Fluminense, Instituto de Física de Niterói, Laboratório LAMAR. ⁴Universidade Federal Fluminense, Departamento de Engenharia Metalúrgica e Mecânica.

Palavras chave: *Grafeno; rGO; Caracterização; nanobiomateriais.*

INTRODUÇÃO

A pesquisa de nanopartículas e nanocompósitos de grafeno tem se tornado cada vez maior e presente na atualidade, pois têm sido observadas suas funções aplicadas a diversos materiais, assim como aplicações na área tecnológica. A fabricação de materiais à base de grafeno de alto desempenho tem sido objeto de vários experimentos para explorar suas amplas características, sendo candidatos adequados para nanofluidos pois possuem excelentes propriedades físicas e alta condutividade térmica, atuam como nanofuncionalizadores de superfície, além de possuírem excelentes propriedades mecânicas. Um estudo realizado conclui-se que os nanomateriais de grafeno melhoram significativamente a condutividade térmica do fluido base em 1,2 a 83,4%¹.

O presente trabalho tem como objetivo desenvolver e sintetizar nanopartículas entre óxido de grafeno reduzido (rGO) e nanopartículas de prata (AgNPs) a partir de processos top-down² e com base no método de Hummers com o objetivo de sintetizar, obter as nanopartículas testar a degradação e compressão além de caracterizá-las por caracterização físico-química.

METODOLOGIA

A primeira fase do projeto se deteve ao desenvolvimento de um protocolo inovador a partir de alguns métodos como o de obtenção da síntetização do óxido de Grafeno Reduzido (rGO) no método de Hummers. A síntese inicia-se em um béquer de 1L contendo 250 mL de ácido sulfúrico concentrado e 12 g do pó de grafite puro em agitação até ficar homogêneo e levado ao freezer por 20 minutos. Após a retirada do freezer, o béquer foi colocado no banho de gelo e no agitador magnético, 30 g de cromato de potássio foram adicionados em pequenas quantidades mantendo na agitação por 30 minutos. Retirado do banho a agitação continuou por mais 30 minutos, 400 mL de água destilada foram adicionadas (com cuidado) por 20 minutos e depois água destilada gelada foram adicionadas até completar 900 mL do béquer de 1L. Ainda sob agitação, 100 mL de peróxido de hidrogênio (30%) foram adicionados, mantendo por 30 minutos. Em seguida, a centrifugação foi utilizada para decantar e retirar o líquido e após esse processo foram adicionados ácido clorídrico (5%) até completar 1 L e novamente decantar e retirar o líquido. Foram realizadas três lavagens com água destilada, onde foram adicionados água destilada até completar 1 L, e novamente com o auxílio da centrifuga, decantar e retirar o líquido. A mistura foi colocada no ultrassom por 10 minutos. Para obtenção do óxido de grafeno reduzido, foi adicionado ácido ascórbico em um béquer com 200 mL de água destilada, o óxido de grafeno foi incorporado a essa mistura e colocado para aquecer e agitar até a solução se tornar preta. A mistura foi decantada e colocada na estufa para secar.

Na segunda fase foi realizada a caracterização físico-química e ensaio de degradabilidade dos materiais óxido de grafeno reduzido (rGO) e rGO contendo nanopartículas a fim de avaliar a perda de massa (teste de degradabilidade)³, cada material foi analisado com dois solventes - água destilada e acetato de potássio com pH 5,0 - analisadas em 1, 7,14, 21, 30, 60, 90 e 180 dias seguindo a Norma ISO 10993-5 (2009). Foi realizado o Ensaio de Compressão utilizando corpo de prova confeccionado na forma de pastilhas a partir das nanopartículas de grafeno e grafeno contendo nanopartículas nas dimensões de 12 mm por 5,3 mm em uma velocidade de ensaio de 0,003 mm s⁻¹ utilizando uma máquina de teste universal EMIC (DL 2000).

Foi realizada a Microscopia eletrônica de Transmissão (MET) com alta resolução (HR) (JEOL JEM-2100F), a morfologia das nanopartículas que opera a 200 kV com uma pistola de emissão de campo e preparo seguindo o protocolo do LAMAR-UFF em capturas por grades de Cu.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

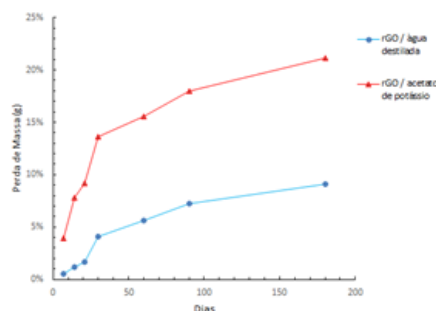
O ensaio de compressão seguiu a normatização da ASTM aplicada em pastilhas com área de 0,000113 m², no ensaio das pastilhas contendo nanopartículas de grafeno foi encontrada uma carga de força máxima de



0,00013 Mpa; enquanto no ensaio das pastilhas contendo nanopartículas de grafeno e nanoprata foi encontrada uma carga de força máxima de 0,0029 Mpa.

O teste de degradabilidade apresentou perda de massa (em porcentagem) ao longo do tempo, gerando o gráfico da Figura 1. Com a análise do gráfico foi possível observar que o óxido de grafeno reduzido (rGO) teve perda progressiva ao longo do tempo, no meio de água destilada a perda foi menor do que no meio de acetato de potássio, o que sugere que o acetato de potássio se mostrou mais crítico para o Óxido de grafeno reduzido.

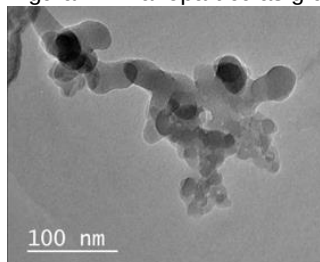
Figura 1 – Perda de massa relacionado a dois solventes



Fonte: Próprio autor.

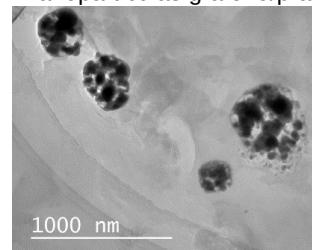
Os resultados comprovaram a obtenção das nanopartículas obtidas pela análise de MET a partir da metodologia inédita e inovadora desenvolvida. Mostrou-se a obtenção de nanopartículas com o diâmetro máximo menor que 100 nm o que contribui para seu efeito biofuncional de superfície, desta maneira, pode-se verificar nas figuras 2 e 3 a obtenção de nanopartícula de grafeno com diâmetro menor que 100 nm em formato elipsóide (Figura 2) e a nanopartícula em nanobiocompósitos de grafeno-prata com diâmetro e formato ovóide menor que 200nm e com a presença de espécime menor que 200 nm (Figura 3), diâmetros próximos também foram obtidos por Lyubutin⁴.

Figura 2 – Nanopartículas grafeno



Fonte: Próprio autor.

Figura 3 – Nanopartículas grafeno/prata



Fonte: Próprio autor.

CONCLUSÕES

Foi possível obter e caracterizar as nanopartículas e nanocompósitos por ferramentas de caracterização. A análise de MET comprovou o diâmetro e morfologia. O ensaio de compressão do corpo de prova contendo as nanopartículas apresentou um perfil do tipo fratura frágil. E o ensaio e degradação com base na norma 10993-5 evidenciou que as mesmas nanopartículas são sujeitas a efeitos de intempéries e lixiviação quando submetidas a situações extremas. Conclui-se ser possível desenvolver uma metodologia de síntese inovadora de maneira viável com perspectiva de aplicação futura em diferentes áreas e também como agente funcionalizador de superfícies.

AGRADECIMENTOS

À PROPPI UFF em apoio ao Pós-Doc, aos Laboratórios de ensaios mecânicos da UFF, ao Laboratório de sistema multifásicos, ao laboratório Lamar-UFF e ao PPGEM-UFF.

REFERÊNCIAS

- [1] LIN, H. *et al.* Recent advances in thermal conductivity and thermal applications of graphene and its derivatives nanofluids. **Applied Thermal Engineering**, v. 218, p. 1-27, 2023.
- [2] KUMAR, *et al.* Top-down synthesis of graphene: A comprehensive review. **FlatChem**, v. 27, p. 100224, 2021.
- [3] CARVALHO, H. **Estudo da degradação de lentes de contato**. 98 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica). Escola de Engenharia Industrial Metalúrgica de Volta redonda, Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda, 2018.
- [4] LYUBUTIN, I. S.; BASKAKOV, A.O.; STARCHIKOV, S. S. Synthesis and characterization of graphene modified by iron oxide nanoparticles, **Materials Chemistry and Physics**, v. 219, p. 411-420, 2018.