



## ESTUDO DA OBTENÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFITE A PARTIR DE MOAGEM MECÂNICA DE GRAFITE COMERCIAL

Alex Gomes PEREIRA<sup>1</sup>

1. Centro Universitário São Lucas, Porto Velho, Rondônia, Brasil.

\*Autor correspondente: alex.pereira@saolucas.edu.br

Com a consolidação e o crescimento acelerado da nanociência e nanotecnologia, diferentes procedimentos físicos, químicos e mecânicos foram desenvolvidos para a preparação de materiais nanométricos. Entre os métodos, o mecânico, usualmente chamado de moagem de alta energia (MAE), destaca-se por ser de fácil manuseio, eficiência e rapidez para a obtenção de pós nanométricos. Os moinhos de alta energia produzem ação de cisalhamento ou impacto sobre as partículas dos materiais por meio de bolas com o pó em alta velocidade gerando um refinamento constante do material (MURTY e RANGANATHAN, 1998; CERQUEIRA, 2014). Como resultado tem-se a redução do tamanho das partículas e variação estrutural das partículas (SURYANARAYANA, 1994; SURYANARAYANA, 2004). Esta técnica foi desenvolvida por volta de 1996 no Laboratório de Pesquisa INCO onde Paul D. Merica, cujo objetivo era produzir dispersão de óxido reforçada em uma superliga à base de níquel para aplicações em turbinas a gás (MURTY e RANGANATHAN, 1998). Salienta-se, conforme a literatura, a escassez de trabalhos relacionados à obtenção do óxido de grafite por meio do moinho de bola de alta energia (HEBM) do tipo SPEX, em que são encontrados poucos correspondentes. Para se ter uma ideia das pesquisas utilizando o moinho vibratório SPEX no Brasil, foi realizado um levantamento na página do Portal de Periódicos CAPES/MEC. Como resultado verifica-se apenas a pesquisa realizada por Junior, realizada em 2019, na Universidade Federal do Amazonas. A pesquisa de Junior (2019) buscou sintetizar o grafite comercial empregando o moinho de alta energia SPEX para obtenção do grafeno para aplicação em supercapacitores. Neste aspecto, a presente pesquisa tem como objetivo obtenção do óxido de grafite por meio da MAE, mesmo

# 2ª MOSTRA DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SÃO LUCAS



entendendo que haja a constatação de que as questões do procedimento e da teoria ainda não foram suficientemente aprofundadas na literatura especializada. A metodologia proposta para a execução deste trabalho consistiu em utilizar a técnica de MAE como rota de estudo para a obtenção do óxido de grafite. Nesse contexto, estudou-se a sua redução por meio dos seguintes tempos de moagem: 15 minutos, 30 minutos, 1 hora e 4 horas. O processo de moagem teve início com a pesagem da amostra, e na sequência inseriu-se o material (4 gramas) no recipiente cilíndrico ( $D = 2 \frac{1}{4}''$  e  $h = 3''$ ) com capacidade de carga de até 10 gramas, juntamente com duas esferas de aço de  $\frac{1}{2}$  polegada para, então, dar início ao processo cominuição/amorfização mecânica. Para investigação morfológica das amostras de grafite utilizou-se a análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para isto, foi usado um microscópio de varredura, marca TESCAN, modelo VEGA 3 SBH, sob tensão de aceleração de 15 kV. As análises foram realizadas no Laboratório Temático de Microscopia Eletrônica e Nanotecnologia (LTMN) do Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA). A técnica de difratometria de raio-x foi utilizada para a caracterização da estrutura cristalina do precursor (material sem moagem) e pós moídos em diferentes tempos (15 minutos, 30 minutos, 1 hora e 4 horas). As amostras foram analisadas por um difratômetro PANalytical, modelo Empyrean, com radiação de Cu-K $\alpha$  (1.541838 Å), operando com tensão de 40 kV e intensidade da corrente de 40 mA. Com faixa de varredura de  $10^\circ < 2\theta < 80^\circ$  de  $2\theta$ , e com taxa de  $0,02^\circ/\text{min}$ . As preparações e medidas de DRX das amostras foram realizadas no Laboratório de Materiais (LabMat) da Universidade Federal do Amazonas (UFAM). A partir dos resultados de DRX e MEV, o processo de moagem perturbou a ordem estrutural do grafite precursor, no qual foi possível observar uma progressiva mudança na estrutura do grafite, conforme o aumento do tempo de moagem, em que o processo de cominuição mecânica perturbou a ordem estrutural do precursor, fato observado pela redução gradativa do tamanho médio de cristalitos na direção perpendicular aos planos basais e do grau de grafitação e aumento da área superficial específica, conforme o aumento do tempo de moagem mecânica. Embora sejam perceptíveis as mudanças estruturais, conforme o aumento do tempo de

# 2ª MOSTRA DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SÃO LUCAS



moagem mecânica, nenhum tempo estudado foi capaz de esfoliar e separar as camadas de grafite completamente.

**PALAVRAS-CHAVE:** Óxido De Grafite. Microscopia Eletrônica De Varredura. Difractometria De Raio-X. Grafite.