



## Estudo da grafite expandida para utilização como nanoreforço em compósito carbono/carbono

DA SILVA, R S R.<sup>12</sup>, VERNASQUI, L G.<sup>13</sup>OISHI, S S<sup>1</sup>, FERREIRA, N G.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, SP, Brasil

<sup>2</sup>Aluno de Mestrado do curso de Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores - CMS.

<sup>3</sup>Aluno de Doutorado do curso de Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores - CMS

raissamirarochoa@gmail.com

---

Resumo: Uma contínua busca por melhoramento em materiais que visam aperfeiçoar qualidades e a diversificação de produtos pode exigir modificações na estrutura do material. A adição de materiais carbonosos em matrizes poliméricas é uma alternativa para um compósito com alto teor de carbono. Os materiais gráfiticos ganham destaque por serem de fácil obtenção, dentre eles encontra-se os compostos intercalados (CIG), mais especificamente o grafite expandido (GE), que se apresenta como nanolamelas de grafite e pode oferecer à matriz polimérica um reforço estrutural e de resistência térmica. Em busca de otimizar a obtenção de GE, foi escolhido o melhor tempo de expansão em 15 min a 500°C, de acordo com a microscopia eletrônica e o difratometria de raio-X.

---

**Palavras-chave:** Grafite Expandido; reforço estrutural, compósito de carbono.

### 1. Introdução

O aperfeiçoamento de materiais com finalidade de melhorar propriedades mecânicas, químicas e elétricas, pode ser alcançado com modificações estruturais, de forma a ampliar e maximizar seu uso nas mais diversas aplicações. Nesse âmbito, a adição de materiais carbonosos em matrizes poliméricas, originando materiais compósitos carbono/carbono, é uma alternativa que tem apresentado bons resultados.

A partir do grafite, forma anisotrópica de carbono, pode ser obtido o grafite expandido (GE). Considerado um composto intercalado de grafite (CIG), o GE é obtido a partir da adição química de um intercalante que, ao vaporiza-se e/ou se decompõe em moléculas menores, provoca um aumento entre as camadas de carbono, ou seja, expansão e formação da célula [Chung 2015]. A agitação adequada do GE proporciona sua esfoliação, resultando em uma forma de nanografite conhecida como nanoplaquetas de grafite.

Como o GE é constituído de folhas de grafeno, as ligações entre os carbonos formam hexágonos planares e resistentes, e esses planos sobrepostos interagem de forma mais fraca. Ainda, o aumento do espaçamento entre os planos de grafeno, tende a aumentar a área de possíveis reações, fazendo com que as nanolamelas obtidas a partir da esfoliação



do GE possam ser utilizadas como nanoreforço, inclusive para materiais carbonosos poliméricos[Corcuera et al. 2010].

Além dos reforços visarem um ganho na resistência mecânica e térmica, e na condutividade elétrica dos precursores poliméricos, pouco se sabe sobre o impacto dos nanoreforços na estrutura cristalina após o tratamento térmico. Dessa forma, este estudo tem como objetivo a caracterização estrutural e morfológica do grafite expandido para posterior aplicação como nanoreforço em compósito carbono/carbono aplicado como eletrodo.

## 2. Metodologia

O material grafitico de partida foi a grafite intercalada do tipo *Grafexp 95200-110*, cedido pela *Nacional de Grafite LTDA*, o qual fornece um índice de expansão de até 110mL/g (dados informados pela ficha técnica). A expansão do GI foi realizada por tratamento térmico em Mufla por: 10, 15 e 20 min a 500°C. O equipamento se encontra no LABEMAC- INPE.

Para encontrar a melhor condição de expansão, o GI, de massa 0,2g, foi exposto durante diferentes tempos (10, 15, e 20min) à temperatura de 500°C com a mufla pré-aquecida. A análise inicial, realizada pela pesagem em balança analítica e medida do volume em proveta, foi realizada no material antes e após aquecimento. A técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada com a finalidade de observar e comparar a estrutura morfológica do material. Além disso, a Difractometria de Raio-X (DRX) foi outra técnica utilizada por fornecer informações estruturais.

## 3. Resultados e Discussão

A escolha do tempo de expansão do grafite intercalado foi realizada baseada nos dados obtidos pelas caracterizações físicas e observáveis, como perda de massa e volume aparente. A Tabela 1 Tempos de expansão do grafite. Tabela 1 apresenta os dados de massa após tratamento térmico e volume final para cada tempo estudado. É observável que a reação de expansão térmica resultou em um volume aparente 5x maior para todos os tempos, em comparação com o material de partida (GI). No entanto, podemos observar um decréscimo de massa de 15, 17.5 e 20% para as amostras tratadas por 10, 15 e 20 minutos, o que pode ser explicado pela evaporação/degradação do intercalante encontrado no material de partida.

**Tabela 1 Tempos de expansão do grafite.**

Tempo de expansão a 500 °C	Massa após 500 °C	Volume
0 min	0,200g	1mL
10 min	0,170g	5 mL
15 min	0,165g	5,3 mL
20 min	0,160g	5,2 mL

De forma complementar, observa-se na imagem de microscopia eletrônica de varredura (MEV) da Figura 1 Micrografias com ampliação de 1000x. a) Grafite t=0min, b) GE t=10min, c) GE t=15min e d) GE t=20min. Figura 1, que a expansão do grafite promove maior área de possíveis reações, além de deixar mais expostas as folhas de



grafeno que o compõe. Além disso, a técnica citada proporciona visualizar a modificação da estrutura morfológica do grafite intercalado para o grafite expandido, o que foi observado também por Sengupta et al [Sengupta et al. 2011].

É possível observar que o grafite intercalado apresenta aglomerados de folhas de grafeno, estrutura floculada(A) que é expandida através do tratamento térmico que ocorre quando a amostra de GI é exposta à alta temperatura por um curto período de tempo. Durante o tratamento, seu componente intercalante (geralmente utiliza-se o ácido sulfúrico ou fosfórico) é degradado com a temperatura, resultando em um aumento no espaçamento vertical entre esses planos de grafeno contidos em cada floco de GI. Partindo da Figura 1, ainda pode-se analisar comparativamente os tempos de tratamento: nas imagens em que o tempo de exposição à temperatura é maior, 15 e 20 minutos (C e D), observamos a separação desses planos de grafeno, em forma de “sanfona” com aparência de uma folha bem fina e quase transparente, de maneira que percebe-se que a expansão é favorecida com o tempo de exposição à temperatura. Ao contrário disso, a amostra B não se apresenta muito expandida, devido ao tempo insuficiente da expansão. Ainda, pode-se observar que o tempo de 20min apresenta uma superfície atacada, que pode ser explicado por não ser tratada em atmosfera inerte.

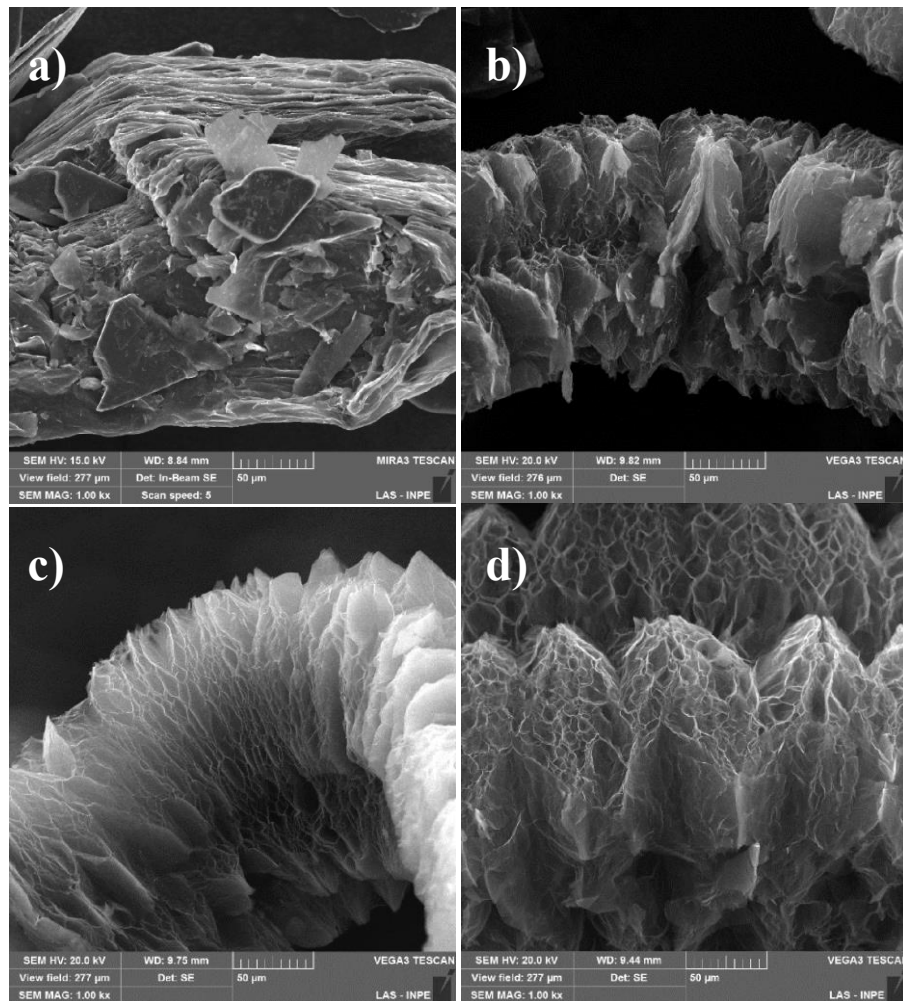


Figura 1 Micrografias com ampliação de 1000x. a) Grafite t=0min, b) GE t=10min, c) GE t=15min e d) GE t=20min.

Utilizando os resultados obtidos por DRX, foi calculado o tamanho dos cristalitos,  $L_a$  [Takai et al. 2003]. Observa-se na Tabela 2 que entre o tempo de 10 e 15min ocorreu uma diminuição no tamanho do cristalito ( $L_a$ ), efeito causado pelo aumento da desordem. Ainda, ao compararmos o tempo de 15 e 20 min, observa-se que o valor de  $L_a$  foi pouco variável, o que não justifica o tratamento térmico de maiores duração que 15min. O fenômeno da desordem é importante para a dispersão do material grafítico na resina, proporcionando maior área de possíveis interações, importante para aplicação como incremento em materiais polimérico.

A distância interplanar ( $d_{002}$ ) e o tamanho de empilhamento dos planos lamelares ( $L_c$ ), que foram calculados por meio da medida da largura a meia altura da banda principal de difração ( $W_{1/2}$ ), e da posição angular da intensidade máxima de reflexão, pelas equações de TAKAI et al. (Takai et al. 2003), não apresentaram mudanças significativas entre as três amostras expandidas a diferentes tempos. Dessa maneira a escolha do tempo de expansão foi motivada apenas pelas conclusões obtidas através da Figura 1, a qual apresenta integridade do material com o tratamento durante 15min.



Tabela 2 Dados comparativos de DRX do GI e GE

	Intercalado	10min	15min	20min
<b>2θ 002</b>	26,37	26,4	26,4	26,4
<b>2θ 100</b>	44,4	44,28	44,38	44,29
<b>W1/2 (°) 002</b>	0,66	0,54	0,55	0,58
<b>W1/2 (°) 100</b>	0,67	1,69	1,86	1,76
<b>W1/2 rad 002</b>	0,012	0,009	0,009	0,0101
<b>W1/2 (rad) 100</b>	0,012	0,029	0,032	0,030
<b>d002 (nm)</b>	0,338	0,337	0,337	0,338
<b>Lc (nm)</b>	12,147	14,882	14,533	13,856
<b>La (nm)</b>	26,094	10,312	9,431	9,936

#### 4. Conclusão

De acordo com os dados obtidos de tamanho de cristalito e distância interplanar dos materiais expandidos, mostrados pelo DRX, e levando em consideração às imagens apresentadas no MEV, o tempo de expansão de melhor resultado foi o de 15min, já que com duração de tratamento térmico maior, o material começa a apresentar sinais de ataque e ainda, não apresenta variação significativa em propriedades estruturais para tempos maiores. Esse estudo se faz importante para otimizar o processo e garantir as propriedades cristalinas do GE. O GE será utilizado como incremento de nanoreforço em matriz polimérica, visando o aumento de interações entre polímero e o aditivo, no intuito de melhorar propriedades eletrônicas, mecânicas e térmicas para aplicação em eletrodos analíticos.

*Agradecimentos: CNPq, CAPES.*

#### Referências

- Chung, D. D.L. 2015. "A Review of Exfoliated Graphite." *Journal of Materials Science* 51(1): 554–68.
- Corcuera, V C, L C Pardini, E C Garcia, and A C Prado. 2010. "Caracterização Térmica de Materiais Obtidos Por Compactação de Grafite Expandida." *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo* 29(2): 47–60. <http://www.sbvacu.org.br/rbav/index.php/rbav/article/view/542/892>.
- Sengupta, Rajatendu, Mithun Bhattacharya, S. Bandyopadhyay, and Anil K. Bhowmick. 2011. "A Review on the Mechanical and Electrical Properties of Graphite and Modified Graphite Reinforced Polymer Composites." *Progress in Polymer Science*



**9º Workshop em Engenharia e Tecnologia Espaciais**

15 e 16 de Agosto de 2018

36(5): 638–70. <https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S0079670010001231>.

Takai, Kazuyuki et al. 2003. “Structure and Electronic Properties of a Nongraphitic Disordered Carbon System and Its Heat-Treatment Effects.” *Physical Review B* 67(21): 214202. <https://journals.aps.org/prb/pdf/10.1103/PhysRevB.67.214202> (May 9, 2019).