

ANÁLISE DE NANOESTRUTURAS BIDIMENSIONAIS DE TALCO E GIPSITA PRODUZIDAS PELO MÉTODO DE ESFOLIAÇÃO EM FASE LÍQUIDA

FERNANDES, B. C. da C.¹; SOUSA, S. M.²; MORAIS H. L. O.³; PRADO, M. C.⁴; PINTO, E. S.⁵

1 Bethânia Carolina da Costa Fernandes, Bolsista (CNPq, FAPEMIG ou IFMG), Tecnologia em Conservação e Restauro, IFMG Campus Ouro Preto; costa.bethania@hotmail.com

2 Samuel Marques de Sousa, Estudante, Engenharia Civil, IFMG Campus Santa Luzia - MG;

3 Helane Lúcia Oliveira de Moraes, Técnica em Química, IFMG Campus Santa Luzia – MG

4 Mariana de Castro Prado, Pesquisadora e Docente UFOP, Campus Morro do Cruzeiro - MG

5 Elisângela Silva Pinto, Pesquisador do IFMG, Campus Ouro Preto; elisangela.pinto@ifmg.edu.br

RESUMO

Nos últimos anos tem crescido a busca pela utilização de materiais nanométricos. Isso se deve, sobretudo, ao fato de que eles podem apresentar novos comportamentos e/ou propriedades diferentes daquelas que geralmente apresentam em escala macroscópica. Nesse sentido, a obtenção de compósitos poliméricos melhorados via adição de materiais nanoestruturados tem se mostrado bastante promissora, podendo proporcionar grandes avanços em diversas áreas do conhecimento. Por meio deste projeto de pesquisa, pretendia-se, portanto, conhecer as propriedades de alguns materiais nanoestruturados, como o talco e a gipsita, obtidos a partir da esfoliação em fase líquida, e verificar se eles poderiam e de que forma contribuir em um produto compósito, ou seja, como material de reforço. Para tal, foi utilizado o equipamento de Microscopia de Varredura por Sonda, no modo de Força Atômica (AFM). O objetivo desta pesquisa foi caracterizar as estruturas bidimensionais de talco e gipsita obtidas através do método de esfoliação em meio líquido. Através de imagens de AFM foi possível confirmar que as estruturas bidimensionais de talco e gipsita foram obtidas pelas rotas de esfoliação testadas, obtendo estruturas de poucos nanômetros de espessura.

INTRODUÇÃO:

O “pontapé” para o desenvolvimento deste projeto de pesquisa partiu, dentre outras coisas, da ideia de que “os materiais em escala nanométrica podem apresentar novos comportamentos e/ou propriedades diferentes daquelas que geralmente apresentam em escala macroscópica” (DURÁN, et al. 2006, p. 15). De modo geral, os nanomateriais são aqueles que apresentam ao menos uma dimensão na faixa nanométrica.

Dentre os diversos tipos de nanomateriais, encontram-se os materiais bidimensionais. Os chamados “materiais 2D” podem ser obtidos por duas diferentes abordagens: síntese (*bottom-up*) ou a partir da esfoliação (*top-down*), seja ela química, mecânica, por intercalação de íons ou em fase líquida, com solventes ou surfactantes, por exemplo. Os materiais bidimensionais começaram a ser explorados a partir da obtenção do grafeno em 2004 (NOVOSELOV, 2004). O grafeno é um exemplo de material relativamente novo, obtido a partir da esfoliação do grafite, que já encontra diversas aplicações e que também serviu de inspiração para este trabalho.

Nesse contexto, destacou-se o talco, mineral aplicado em diversos setores e que, utilizando técnica similar aplicada anteriormente ao grafeno, pode ser mecanicamente esfoliado em flocos de uma ou mais camadas. Na sequência, estudos realizados com nanotalco mostraram resultados da mesma ordem de grandeza dos obtidos para o grafeno, especialmente no que se refere à sua resistência (dureza), favorecendo a sua associação a polímeros e proporcionando, possivelmente, grandes avanços em diversas áreas do conhecimento (ALENCAR *et al.*, 2015). Assim, o talco e a gipsita, além de serem pouco explorados na literatura, foram escolhidos pela facilidade de obtenção e em razão dos baixos custos. A isso, soma-se o fato de que o talco, particularmente, é tratado como rejeito de mineração em Minas Gerais.

Nesse sentido, a obtenção de compósitos poliméricos com propriedades térmicas e mecânicas melhoradas, sobretudo a partir de passivos ambientais locais, configura-se como uma ótima alternativa dos pontos de vista ecológico e econômico. É como unir o útil ao agradável, na medida em que se aproveita um material que pode estar sendo descartado de maneira indevida no meio ambiente e se favorece um setor que está em crescimento e promete lançar bons frutos.

Sendo assim, este trabalho se propôs a empreender análises de nanomateriais a fim de que eles pudessem ser utilizados como material de reforço para polímeros.

METODOLOGIA:

Para otimizar os processos de esfoliação em meio líquido foram preparadas diversas amostras com diferentes soluções (e concentrações), formas de deposição e secagem:

Amostra 1:

Substrato utilizado: vidro.

Solução: talco em Colato de Sódio (SC) – 1000 g sem diluir.

Método: Microgotejamento da solução (50 µl) com posterior aquecimento na placa a 150 °C durante 1 min e 30 s.

Amostra 2:

Substrato utilizado: vidro.

Solução: 5mg de SC 1000 g diluídos em 5 mg de água deionizada (DI) em agitador magnético por 2 min.

Método: Microgotejamento da solução (50 µl) com posterior aquecimento na placa a 150°C durante 1 min e 30 s.

Amostra 3:

Substrato utilizado: silício.

Solução: SC - 1000 g sem diluir.

Método: Após o microgotejamento da solução (50 µl) e posterior secagem na placa aquecedora, a amostra foi colocada de molho em água DI por aproximadamente 2 dias.

Amostra 4:

Substrato utilizado: silício.

Solução: talco esfoliado em butanona – 1000 g sem diluir.

Método: Microgotejamento da solução (50 µl) com posterior aquecimento na placa a 100 °C por 2 min.

Amostra 5:

Substrato utilizado: silício.

Solução: gipsita DMP – 750 g

Método: Microgotejamento da solução (50 µl) e secagem em estufa durante 1 h a 67 °C.

Amostra 6:

Substrato utilizado: silício.

Solução: gipsita DMP – 750 g

Método: Microgotejamento da solução (50 µl) e secagem em estufa por aproximadamente 2 h.

Amostra 7:

Substrato utilizado: silício.

Solução: gipsita Butanona – 1000 g

Método: Microgotejamento da solução (50 µl), molho em água DI e depois secada.

Após as deposições das soluções nos substratos, as amostras foram analisadas utilizando o Microscópio de Varredura por Sonda (SPM - do inglês *Scanning Probe Microscopy*). O SPM é um equipamento moderno que, com relação aos demais microscópios (óptico ou eletrônico), baseia-se em outro sentido: o tato. Já quando era possível incrementar ainda mais a visão humana, por se tratar de uma escala diminuta, desenvolveu-se uma ponta que interage ponto a ponto com a superfície da amostra, como se estivesse tateando-a, mapeando sua topografia e propriedades (elétricas, magnéticas, mecânicas, térmicas ou químicas), o que é considerado um enorme avanço para a ciência (FERNANDES et al., 2018).

De modo geral, o termo SPM abrange uma família de técnicas, as quais se baseiam no mesmo princípio de operação (Figura 1) e o que as diferencia é o tipo de interação ponta-amostra, que é alterada conforme as finalidades laboratoriais - neste trabalho, todas as análises foram realizadas no modo AFM (Microscopia de Força Atômica). Dentre as vantagens desse procedimento, destacam-se a obtenção de imagens tridimensionais de amostras que podem estar ambientadas no ar ou em meio líquido - sem a exigência de métodos específicos de preparação; e a altíssima resolução, que pode variar desde a escala micrométrica até a escala atômica (DURÁN et al., 2006).

A partir das imagens de AFM foi possível analisar as dimensões das estruturas de talco e gipsita obtidas através do método de esfoliação em meio líquido.

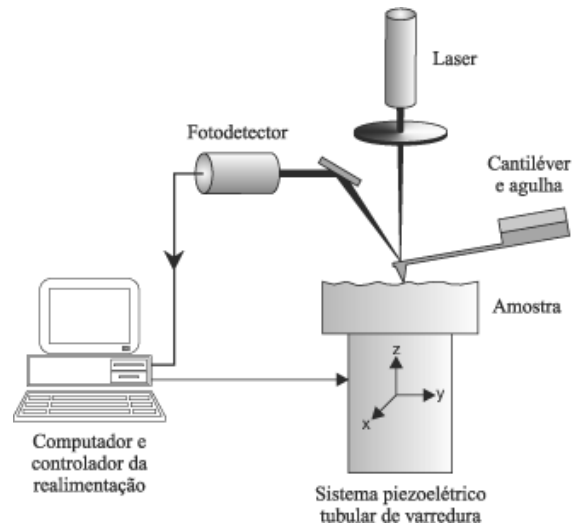


Figura 1: Ilustração do princípio de funcionamento do microscópio de varredura por sonda.
Fonte: Fernandes *et. al.*, 2018.

RESULTADOS E DISCUSSÕES:

Como mencionado anteriormente, foram preparadas diversas amostras, com diferentes formas de deposição e secagem, e alguns resultados dessas análises poderão ser vistos nas imagens de AFM (Figuras 2 e 3).

Inicialmente, os obstáculos estavam relacionados à alta concentração das soluções, o que acabou dificultando a caracterização do material. Além dos impasses na escolha da ponta do equipamento (em decorrência do contato com o substrato e/ou possíveis vibrações que possam ocorrer durante os testes), encontrar a diluição “perfeita” e as melhores formas de deposição da solução foram o nosso maior desafio. A saída foi, portanto, a realização de várias tentativas até que se alcançasse um resultado satisfatório, ou seja, uma referência para as demais análises.

Na Figura 2 encontram-se imagens de AFM representativas de nanoestruturas de talco obtidas através do método de esfoliação em meio líquido. As regiões mais claras representam regiões mais altas na amostra.

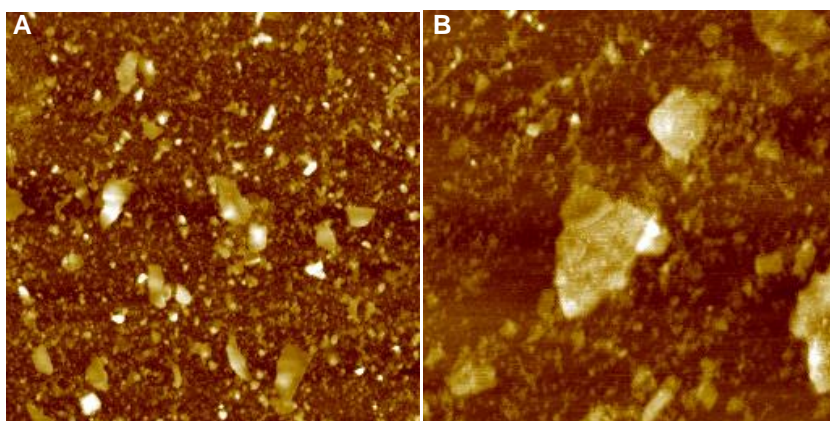


Figura 2: Imagens de AFM da solução de talco da A) amostra 1 e B) amostra 2.

Tamanho das imagens: $4 \mu\text{m}^2$.

Fonte: Autoras.

Na Figura 3 encontram-se imagens de AFM representativas de nanoestruturas de gipsita obtidas através do método de esfoliação em meio líquido. As regiões mais claras representam regiões mais altas na amostra. É possível observar que a gipsita se esfolia em forma de agulhas.

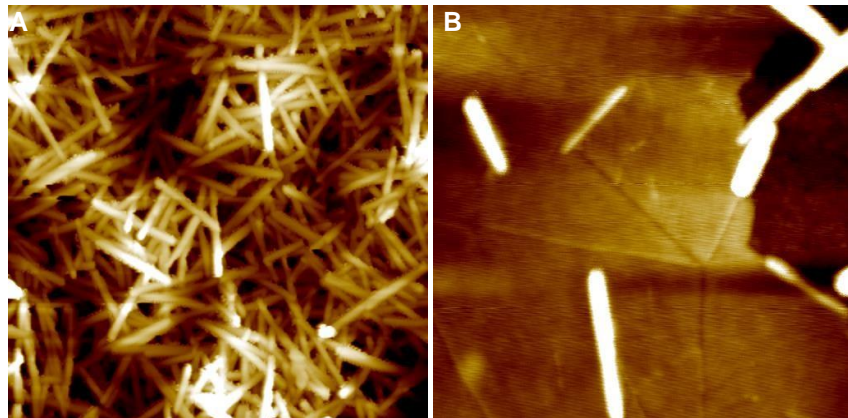


Figura 3: Imagens da solução de gipsita (diferentes regiões - amostra 6) obtidas no equipamento de SPM. Tamanho das imagens: 4 μm^2 (A) e 1 μm^2 (B).
Fonte: Autoras.

Para um melhor resultado, foi realizada uma estatística: cerca de 130 fitas (da solução de gipsita) foram analisadas e os resultados, em conformidade com os seguintes aspectos: altura, largura e comprimento, podem ser vistos na Figura 4.

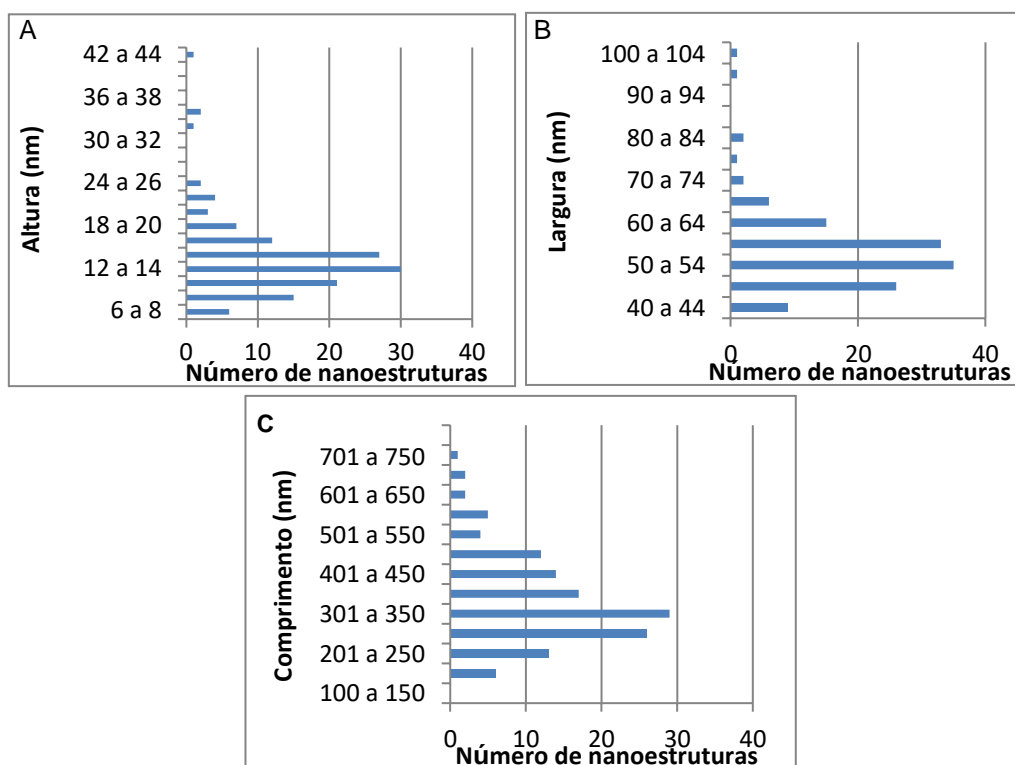


Figura 4: Dispersão de A) altura; B) largura e C) comprimento das fitas de gipsita - amostra 6.
Fonte: Autoras.

As dimensões médias foram 14,4 nm; 55,1 nm e 359 nm, para altura, largura e comprimento respectivamente.

Em uma segunda etapa, foram realizadas estatísticas com outras duas soluções de gipsita (60 mg para 10 ml de butanona - amostra 7), também preparadas no laboratório da UFMG, mas, desta vez, com intervalos maiores, de 5 e 10h (no ultrassom). Para tal, o equipamento deveria ter em torno de 2/3 da capacidade de água preenchida e os frascos colocados nas garras, de modo que ficassem bem presos e não encostassem

nas laterais ou no fundo da cuba. E as amostras foram, então, centrifugadas por 2 horas a 1000 g. Em seguida, pipetou-se em torno de 7 mL do sobrenadante sobre um frasco e seguiu-se a deposição da solução esfoliada no substrato de SiO₂, o qual foi tratado, isto é, deixado submerso em água DI e, posteriormente, secado. Os resultados da estatística podem ser comparados nas Figuras 5-7.

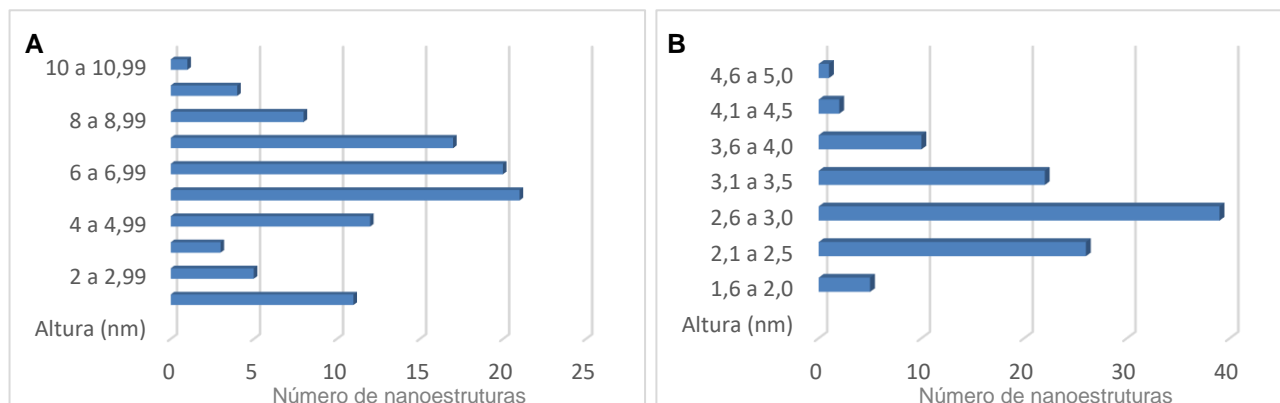


Figura 5: Dispersão de altura das fitas de gipsita das amostras 7, para A) 5 h e B) 10 h. Fonte: Autoras.

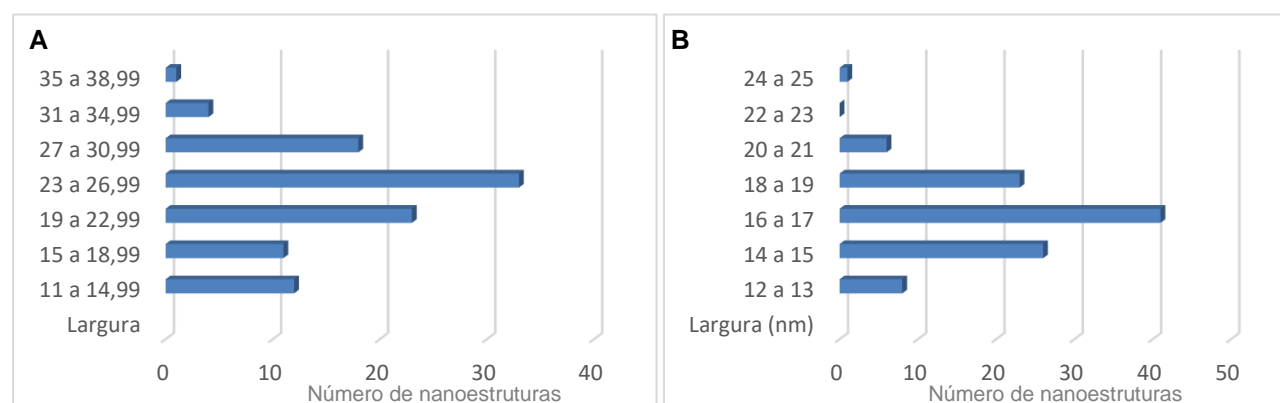


Figura 6: Dispersão de largura das fitas de gipsita das amostras 7, para A) 5 h e B) 10 h. Fonte: Autoras.

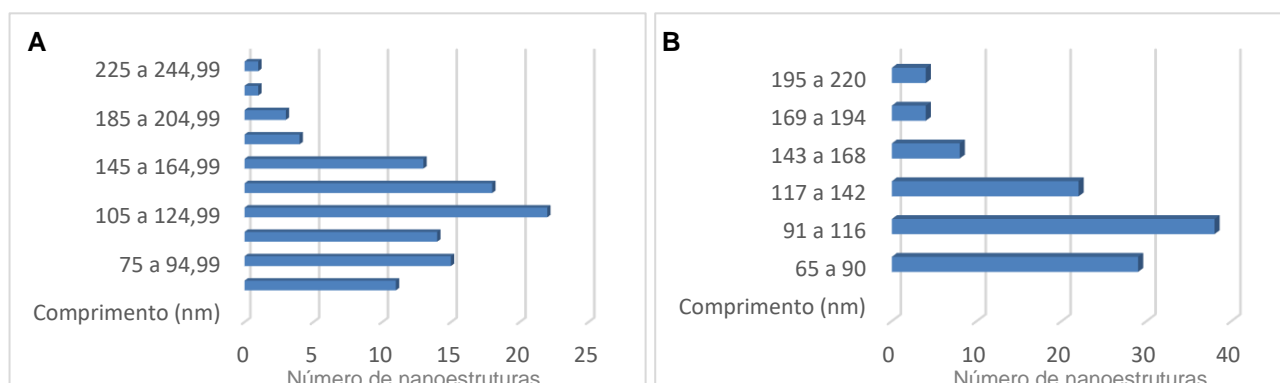


Figura 7: Dispersão de comprimento das fitas de gipsita das amostras 7, para A) 5 h e B) 10 h. Fonte: Autoras.

A Tabela I apresenta as dimensões médias das análises das fitas de gipsita, obtidas de amostras preparadas conforme amostras 6 e 7.

Tabela I: Dispersão das dimensões médias das nanogipsitas.

Amostras	Altura (nm)	Largura (nm)	Comprimento (nm)
Amostra 6	14,4	55,1	359
Amostra 7 - 5 h centrifugação	5,7	23,0	119,5
Amostra 7 - 10 h centrifugação	2,9	16,9	114,3

Percebe-se através das Figuras 4-7 e dos dados da Tabela I, que as amostras produzidas com a butanona (amostra 7) são menores e com menores alturas e que o tempo de ultrassom também influencia no tamanho das nanofitas, sendo que com maior tempo de ultrassom (10 h), as estruturas produzidas foram mais finas, mais estreitas e de menor comprimento.

CONCLUSÕES:

Os processos de esfoliação em fase líquida do talco e da gipsita mostraram-se eficientes, sendo possível obter estruturas nanométricas bidimensionais desses materiais, confirmadas pelas imagens de AFM das estruturas.

Para as nanofitas de gipsita observou-se que com o surfactante butanona e mais tempo de ultrassom, as nanoestruturas produzidas são mais finas e menores.

Como continuação deste trabalho, novas análises nas nanoestruturas de gipsita precisam ser realizadas para saber se as mesmas possuem propriedades mecânicas de interesse para a utilização das mesmas como reforço para filmes poliméricos.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS:

- ALENCAR, A. B., BARBOZA, A. P. M., ARCHANJO, B. S., CHACHAM, H., NEVES, B. R. A. *2D Materials: Experimental and theoretical investigations of monolayer and few-layer talc*, 2015. Disponível em: IOPscience.
- DURÁN, N.; MATTOSO, L. H. C.; MORAIS, P. C. de. *Nanotecnologia: introdução, preparação e caracterização de nanomateriais e exemplos de aplicação*. Artliber: São Paulo, 2006, 208 p.
- FERNANDES, B. C. da C., PINTO, E. S., CARDOSO, F. de P., VILLAS BÔAS, P. de M. G. D. *Relatório Final: Aplicações de microscopia de varredura por sonda em Conservação e Restauro e Mineração*. IFMG – Campus Ouro Preto, 2018.
- NOVOSELOV, K. S. *et al.* Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. *Science* 22, v. 306, Issue 5696, pp. 666-669, 2004.

AGRADECIMENTOS:

Ao IFMG - Campus Ouro Preto pelo apoio financeiro.