



Filmes flexíveis condutores à base de óxido de grafeno reduzido: investigação das propriedades elétricas sob diferentes condições de flexão

Palavras-Chave: Óxido de grafeno, Redução térmica, Condutividade elétrica, Strain

Autores(as):

Tharcilla Canato Batosti, FCA - UNICAMP

Prof^a. Dr^a. Ana Luiza C. Pereira (orientadora), FCA - UNICAMP

INTRODUÇÃO:

O grafeno é um nanomaterial bidimensional, com apenas um átomo de espessura, formado por átomos de carbono fortemente ligados em formato hexagonal, sua escolha para o projeto foi devido às suas características peculiares, como a boa resistência mecânica associada à flexibilidade do material, além de apresentar excelente mobilidade eletrônica e condutividade térmica [1,2].

Dos materiais relacionados ao grafeno, o óxido de grafeno reduzido vem sendo amplamente utilizado por ter diversas aplicabilidades e possibilidade de produção em larga escala [3,4]. Para obtê-lo, é necessário de início a produção do óxido de grafeno a partir do grafite, utilizando-se um forte oxidante e, em seguida, dispersão ultra-sônica, tendo como resultado a dispersão das monocamadas de óxido de grafeno [3,4]. Este óxido de grafeno não apresenta a condutividade elétrica do próprio grafeno, sendo um material isolante, então, para recuperá-la, é necessário reduzi-lo, formando o óxido de grafeno reduzido [3,4].

O óxido de grafeno reduzido pode fazer com que os polímeros tenham algumas de suas características melhoradas quando incorporado a eles, como as propriedades mecânicas, elétricas e térmicas, sendo que a incorporação nas concentrações e condições adequadas faz com que os polímeros se tornem eletricamente condutores [5,6].

Neste trabalho busca-se a produção e incorporação do óxido de grafeno reduzido a um filme polimérico flexível, podendo, assim, realizar as medições das propriedades elétricas das amostras produzidas quando estas estão sob diferentes condições de strain aplicado. Em particular, investigamos aqui se há variações na condutividade elétrica de filmes de óxido de grafeno reduzido depositados sobre filmes poliméricos quando sujeitos à flexão do material (bending strain) [7,8]. A investigação das propriedades elétricas destes materiais é de grande interesse para aplicações em

eletrônica flexível de alta performance, sensores resistivos, em impressão 3D com filamentos poliméricos condutores, ou ainda em eletrônica vestível [4,8,10].

METODOLOGIA:

O óxido de grafeno utilizado foi previamente sintetizado pelo grupo da prof^a. Ana Luiza Pereira utilizando-se o método de Hummers modificado [8,9]. Foi realizada a incorporação do óxido a grafeno a filmes poliméricos flexíveis (usamos folha de poliéster para transparência/retroprojeter), pelo método de drop coating [4,5,8]. É necessário deixar a amostra secar por, pelo menos, 48 horas.

O óxido de grafeno apresenta uma condutividade elétrica muito menor do que o grafeno propriamente dito, fazendo com que a redução seja necessária para trazer de volta suas propriedades elétricas [4]. O tipo de redução utilizado foi a redução térmica, para isso, as amostras são colocadas entre duas lamínulas de vidro e fixadas de forma que forme uma espécie de “sanduíche” [5]. O equipamento utilizado para a redução térmica foi o Hot Plate, nele foram feitas duas reduções, ambas com 225°C, porém a primeira com 45 minutos de redução e a segunda com 90 minutos, ambas virando o “sanduíche” na metade do tempo.

Agora, com o óxido de grafeno tendo recuperado suas medidas elétricas, é possível proceder com as medições elétricas. A metodologia de medição utilizada é chamada de método das quatro pontas, que apresenta alta precisão nos resultados. O sistema de quatro pontas utilizado é composto por uma fonte de corrente (Keithley, modelo 6220, fornecendo correntes até 100 mA) e um voltímetro (Keithley, modelo 2100 6 1/2), como mostra a Figura 1, ambos controlados por um software que fornece as curvas I-V em tempo real e permite realizar medidas em função do tempo. Nesse método são utilizados quatro contatos elétricos, sendo que os dois externos transportam corrente e os dois internos monitoram a tensão.



Figura 1 - Fonte de corrente e voltímetro utilizado na medição do sistema de quatro pontas

Foi cortada uma parte do filme reduzido e, com isso, pode-se conectar as quatro pontas (contatos elétricos) nele. Para se ter um melhor controle do grau de flexão, as duas pontas da

extremidade (por onde a corrente é injetada) foram posicionadas perpendicularmente às extremidades menores da amostra e as duas internas (onde a diferença de tensão é medida) foram posicionadas na lateral maior da amostra, como na Figura 2.



Figura 2 - Representação da posição das quatro pontas na amostra com a amostra na posição 0°

Foram realizadas medidas elétricas para três diferentes configurações, a primeira foi feita com a amostra sem nenhum tipo de deformação, essa posição foi chamada de 0° (zero graus), ela pode ser observada na Figura 2. A segunda configuração foi chamada de 90° (noventa graus), pois entre as pontas mais externas forma-se um ângulo de 90°, como na Figura 3. A terceira foi chamada de 180° (cento e oitenta graus), pois as duas pontas externas se encontravam, gerando um movimento de 180° em relação à primeira posição, esta pode ser observada na Figura 4.

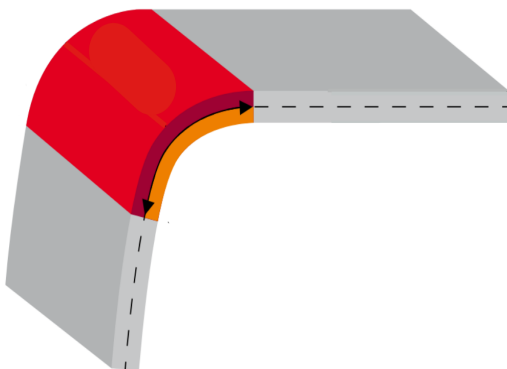


Figura 3 - Representação da posição de 90°

Fonte: Figura adaptada da referência 7



Figura 4 - Posição 180°

RESULTADOS E CONCLUSÕES:

Dessa forma, para cada posição da amostra (0° , 90° e 180°) a medida elétrica foi realizada, sendo que a resistência elétrica para cada uma das posições é obtida através do coeficiente angular da reta formada pelos pontos no gráfico de tensão x corrente (curva I-V). Nota-se na Figura 5 o comportamento ôhmico para todos os três casos, uma vez que as curvas I-V se mostraram perfeitamente lineares para qualquer dos graus de flexão da amostra. Nota-se também a excelente estabilidade da condução elétrica quando o filme é sujeito às diferentes condições de flexão, devido à similaridade das três curvas.

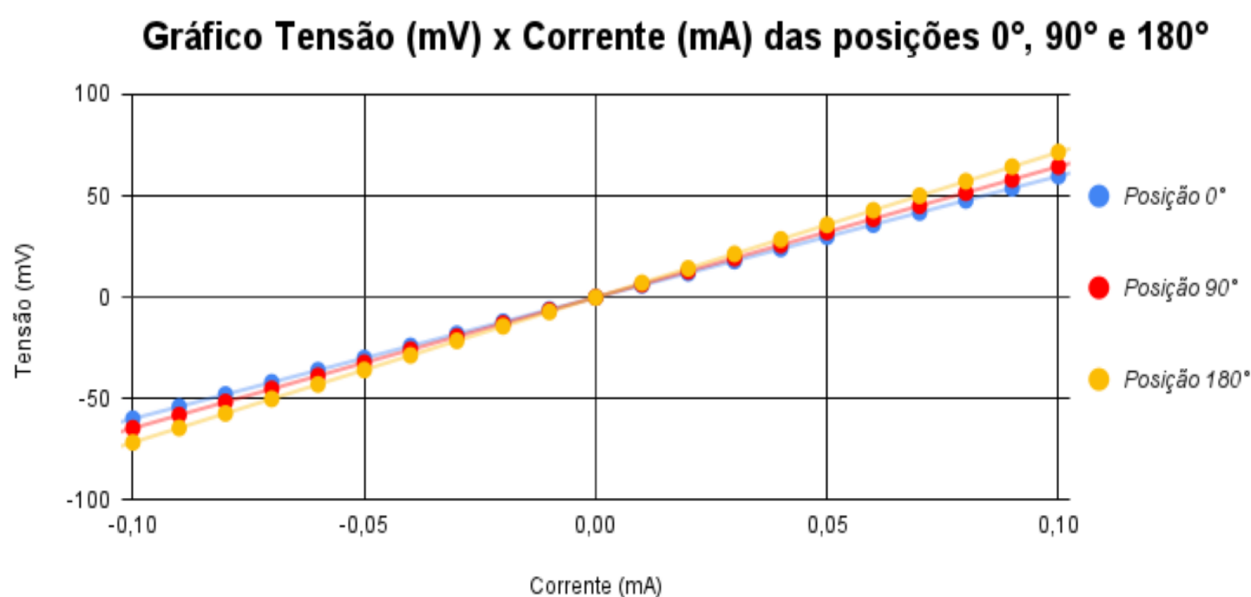


Figura 5 - Gráfico tensão x corrente das 3 posições (flexões) estudadas. As linhas contínuas indicam os ajustes lineares feitos para as flexões nas cores correspondentes.

Fonte: Autoral

Com isso, tem-se que para a amostra na posição plana (0°) a resistência elétrica é de 598Ω , quando flexionada a 90° , a resistência é de 645Ω e para flexão de 180° é de 715Ω . Ou seja, conforme a flexão da amostra aumenta, a resistência elétrica fica bastante estável, apresentando apenas um ligeiro aumento. Isso pode ser entendido por conta do ligeiro afastamento entre os flakes de óxido de grafeno reduzido, que conduzem eletricidade, reduzindo ligeiramente a percolação elétrica, consequentemente, aumentando a resistência.

Contudo, com os resultados obtidos, pode-se notar que a variação de resistência elétrica entre as três posições de flexão da amostra é muito pequena (menos de 20% de aumento), ou seja, a amostra sofre grandes deformações mecânicas (no caso, flexões com ângulos bastante acentuados) e mesmo assim apresenta excelente estabilidade elétrica, conseguindo manter muito bem a sua capacidade de condução elétrica. Isso faz do material um bom candidato para aplicações em eletrônica flexível ou mesmo dispositivos eletrônicos vestíveis (*wearable electronics*)

BIBLIOGRAFIA

- [1] K. S. Novoselov et al., "Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films" *Science* 306, 666 (2004).
- [2] A. K. Geim and K. S. Novoselov, "The rise of graphene", *Nature Materials*, 6,183 (2007).
- [3] A. Santhiran, P. Iyngaran, P. Abiman and N. Kuganathan, "Graphene Synthesis and Its Recent Advances in Applications", *Journal of Carbon Research*, 7, 76 (2021).
- [4] A. T. Smith, A. M. LaChance, S. Zeng, B. Liu and L. Sun, "Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposites", *Nano Materials Science* 1, 31 (2019).
- [5] E. Demarchi, "Compósito polimérico condutor: Síntese e caracterização de membranas de policaprolactona revestidas de óxido de grafeno reduzido ", *Dissertação de Mestrado, FCA-Unicamp - Limeira, SP* (2023).
- [6] V. B. Mohan et al. "Graphene-based materials and their composites: A review on production, applications and product limitations" *Composites Part B* 142, 200 (2018).
- [7] T. Kim, J. Lee, Y. Kim, Y. Joo, B. Kim and B. Kim, "Bending Strain and Bending Fatigue Lifetime of Flexible Metal Electrodes on Polymer Substrates", *Materials* 12, 2490 (2019).
- [8] T. T. Tung, M. T. Tran, A. L.C. Pereira, C. M.B. Cordeiro, D. D. Nguyen, N. Tai, V. V. Tran, C. Hsu, P. Joshi, M. Yoshimura, J. F. Felleri, M. Castro, K. Hassan, M. J. Nine, N. Stanley and D. Losic "Graphene woven fabric-polydimethylsiloxane piezoresistive films for smart multi-stimuli responses" *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces* 221, 112940 (2023).
- [9] D. C. Marcano et al. "Improved Synthesis of Graphene Oxide", *ACS Nano* 4, 4806 (2010).
- [10] A. Razaq, F. Bibi, X. Zheng, R. Papadakis, S. H. M. Jafri and H. Li "Review on Graphene-, Graphene Oxide-, Reduced Graphene Oxide-Based Flexible Composites: From Fabrication to Applications", *Materials* 15, 1012 (2022).