

INSTITUTO FEDERAL DE MINAS GERAIS *CAMPUS* OURO PRETO
LICENCIATURA EM FÍSICA

Fellipe Augusto Santiago da Silva

**PRODUÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE GIPSITA POR ESFOLIAÇÃO EM MEIO
LÍQUIDO**

Ouro Preto
2024

FELLIPE AUGUSTO SANTIAGO DA SILVA

**PRODUÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE GIPSITA POR ESFOLIAÇÃO EM MEIO
LÍQUIDO**

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao
Curso de Licenciatura em Física do Instituto Fe-
deral de Minas Gerais *Campus* Ouro Preto para
obtenção do grau de licenciado em Física.

Orientadora: Prof^a Dr^a Elisângela Silva Pinto
Coorientadora: Prof^a Dr^a Mariana de Castro
Prado

Ouro Preto
2024

S586p

Silva, Fellipe Augusto Santiago da.

Produção de nanoestruturas de Gipsita por esfoliação em meio líquido
[manuscrito] / Fellipe Augusto Santiago da Silva. – 2024.
47 f. : il.

Orientadora: Elisângela Silva Pinto.

Coorientadora: Mariana de Castro Prado.

Trabalho de Conclusão de Curso (licenciatura) – Instituto Federal de
Minas Gerais. *Campus* Ouro Preto, 2024.

1. Nanociência. 2. Nanomateriais. 3. Gipsita. I. Pinto, Elisângela Silva.
II. Prado, Mariana de Castro. III. Instituto Federal de Minas Gerais.
Campus Ouro Preto. IV. Título.

CDU: 620.3

Catálogo: Kelly Cristiane Santos Morais - CRB-6/3217

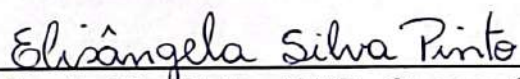
Fellipe Augusto Santiago da Silva

Produção de nanoestruturas de gipsita por esfoliação em meio líquido

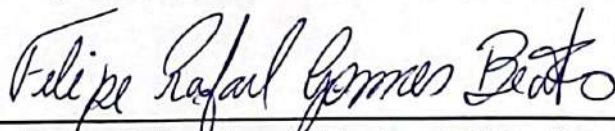
Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Licenciatura em
Física do Instituto Federal de Minas Gerais -
Campus Ouro Preto para obtenção do grau
de licenciado em Física.

Orientadora: Dra. Elisângela Silva Pinto
Co-orientadora: Dra. Mariana de Castro
Prado

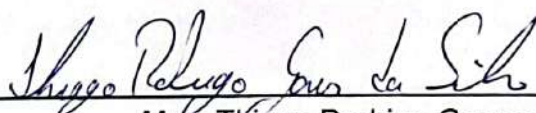
Aprovado em: 30/09/24 pela banca examinadora:



Dra. Elisângela Silva Pinto - IFMG - *Campus* Ouro Preto (Orientadora)



Msc. Felipe Rafael Gomes Beato – IFMG - *Campus* Ouro Preto



Msc. Thiago Rodrigo Gomes da Silva - UFOP

AGRADECIMENTOS

Ao Laboratório de Cristalografia do Departamento de Física da UFMG pelas análises de difração de raios X.

Ao CNPq, ao IFMG pelo apoio financeiro e ao Sr. Antônio Pinto G. L. Neto pelas amostras minerais.

Chegou, enfim, o momento de encerrar um ciclo marcado por alegrias e tristezas, por perdas e conquistas. Um ciclo que se consolida após uma jornada de intensas lutas e imensos esforços para alcançar lugares antes inexplorados e, muitas vezes, territórios onde poucos com a minha origem e realidade conseguiram chegar.

Cada espaço que alcancei e cada conquista que obtive, assim como as que ainda estão por vir, não são apenas fruto do meu esforço individual, mas resultado das contribuições, grandes e pequenas, de inúmeras pessoas que estiveram ao meu lado ao longo dessa caminhada.

Quero iniciar meus agradecimentos pela minha avó, Aparecida Epifania de Souza Santiago, que, junto com o TiLobi e meu tio, Danilo Reis Santiago, sempre me cobraram e me ensinaram a importância da responsabilidade, disciplina e comprometimento. Desde cedo, sua dedicação e cuidado foram exemplos que me guiaram. Com palavras sábias e lições de vida, minha avó sempre soube como me incentivar nos momentos difíceis, lembrando-me de nunca desistir dos meus sonhos. Sua presença constante e amor incondicional me deram a força necessária para enfrentar os desafios. Sou profundamente grato por tudo o que ela fez e continua fazendo por mim.

Um agradecimento especial à minha mãe, Leila Souza Santiago, que, além de sempre me cobrar e incentivar, ofereceu apoio incondicional. Sua paciência (e às vezes a falta dela) e dedicação foram essenciais para que eu enfrentasse os desafios com confiança. Cada palavra de motivação, cada conselho e até mesmo suas cobranças me ajudaram a crescer, manter o foco e seguir em frente, mesmo nos momentos mais difíceis. Tudo o que conquistei até hoje carrega uma parte do seu esforço, força e amor.

Agradeço também aos meus irmãos mais novos e melhores amigos, Bethânia Aparecida Santiago da Silva e Arthur Marco Santiago da Silva. Em diversos momentos, foram eles que me ajudaram com ideias, conversas e apoio, especialmente nos períodos mais desafiadores. Além de serem meus confidentes, suas presenças constantes trouxeram força e motivação. Seus conselhos, mesmo simples, foram essenciais em tempos de dúvida, e o carinho que demonstraram por mim foi uma das minhas maiores fontes de energia. Ambos são exemplos de determinação e coragem, inspirando-me em várias áreas da vida.

Agradeço ao Luis Felipe do Nascimento, que, na ausência de um pai biológico, tornou-se para mim um pai de coração. Sua presença em minha vida foi marcada por gestos de carinho e conselhos valiosos que me ajudaram a seguir em frente. Sua orientação e apoio me deram a segurança e a força que, muitas vezes, me faltaram. Sou eternamente grato por contar com sua presença em momentos cruciais da minha jornada.

Minha gratidão se estende aos professores e professoras do ensino fundamental e médio, que foram essenciais para o meu crescimento intelectual e como ser humano. Em especial, agradeço ao meu professor de Física do 2º e 3º anos do ensino médio, Marcos Rafael da Silva, atualmente técnico de laboratório no Pavilhão de Física do IFMG - Campus Ouro Preto. Sou grato por todo o apoio e confiança que ele depositou em mim em um dos momentos mais difíceis da minha vida. Saiba que você é uma referência do professor que eu almejo ser.

Aos meus amigos de infância, especialmente Ulisses Gomes, e aos amigos que fiz no SENAI, com destaque para Henrique Ferreira da Silva Júnior, meu sincero agradecimento. Meus profundos agradecimentos também vão para Alexia Cristina Oliveira Maia, Thainara de Souza Santos, Igor Ferreira Curvelo, Guilherme Milagres Viana e Polyana Gualberto Rodrigues Pombo, amizades preciosas que conquistei ao longo da minha trajetória no IFMG.

A amizade de vocês foi essencial não apenas durante minha jornada acadêmica, mas também em vários momentos da minha vida. Com a ajuda, generosidade e parceria de cada um, consegui superar obstáculos que, em muitos momentos, pareceram intransponíveis. Vocês sempre estiveram dispostos a me apoiar, seja com palavras de incentivo ou com ações práticas. Sem a presença de vocês, teria sido muito mais difícil concluir essa etapa. Suas amizades são presentes valiosos que levarei para sempre.

Agradeço imensamente à minha orientadora, Prof^ª. Dr^ª. Elisângela da Silva Pinto, por todas as oportunidades e por ser uma guia essencial durante minha trajetória acadêmica. Sua confiança, paciência e incentivo em cada etapa do curso foram cruciais para que eu continuasse a evoluir. Sob sua orientação, pude me envolver em projetos de iniciação científica e expandir meus horizontes, o que moldou profundamente meu desenvolvimento. Mais do que lições técnicas, você me ensinou sobre resiliência e dedicação, e por isso serei eternamente grato. Agradeço também a Prof^ª. Dr^ª. Mariana de Castro Prado, por ter me aceitado como orientando e por todo o conhecimento que me passou.

Minha gratidão também vai aos professores Luellerson Carlos Ferreira, Layla Júlia Gomes Mattos e Denise Conceição das Graças Ziviani, cujas orientações e exemplos foram essenciais não apenas para minha formação acadêmica, mas para meu crescimento como ser humano. Vocês me mostraram que o conhecimento vai além das fórmulas e teorias e me ensinaram sobre empatia, humildade e o verdadeiro papel de um educador. Serei eternamente grato por tudo o que me ensinaram.

Minha gratidão também vai para todos os alunos e alunas do 2º ano regular 09 e 07, assim como do 3º ano regular 04, 06, 07 e 08 da Escola Estadual Dom Silvério, além dos alunos e alunas do Pré-IFMG 2023 e Pré-ENEM 2022/2023. Vocês são uma constante fonte de inspiração para mim neste momento de encerramento.

Um agradecimento especial à Bianca Aparecida Cunha e Isabelle Soares de Souza Porto, alunas do 2º REG 09, e a Bianca Silva Barbosa, Álvaro Luiz Gomes da Silva, João Pedro dos Santos Martins e Italo Martins do Sacramento, alunos do 3º REG 08. As conversas, reflexões e aprendizados que tivemos me proporcionaram a certeza de que estou no caminho certo como

professor. A cada discussão e troca de ideias, vocês me fizeram perceber que o verdadeiro ensino vai além da sala de aula e que a educação é, de fato, transformadora. A presença de vocês sempre me impulsionou a ser melhor.

Por fim, quero destacar as alunas do 3º REG 06: Fernanda Kawani Silva Santana, Kezia Monique Santos da Silva, Micaele Da Silva Nogueira, Nathalia Santos de Jesus e Yasmin Luiza Pascoal Gonçalves, juntamente com a professora Thays Rocha Brandão Ferreira. A confiança e o apoio de vocês foram fundamentais para que conseguíssemos viabilizar nossa ideia quase insana de arrecadar fundos para lançar foguetes de garrafa PET no Rio de Janeiro. Nossa vitória, com a medalha de prata conquistada por duas equipes, é um feito inédito na história da Escola. Ver o sorriso de vocês ao conquistarem espaços que ninguém da nossa escola jamais imaginou alcançar foi uma das minhas maiores alegrias.

Infelizmente, chego a esse ponto da minha jornada acadêmica com sentimentos mistos. As frustrações com o curso de Física, que tantas vezes me fizeram questionar se deveria continuar, ainda são uma realidade presente. Em muitos momentos, senti que minhas forças estavam se esgotando e que as dificuldades pesavam mais que os sonhos que me trouxeram até aqui. Contudo, o brilho nos olhos de vocês, meninas, ao verem seus foguetes no ar, reacendeu a chama da motivação dentro de mim.

É com essa inspiração que sigo adiante, mesmo em meio a tantas dúvidas. Vocês são a razão pela qual ainda encontro forças para concluir essa etapa. A alegria e a determinação de vocês me fazem acreditar que, apesar de todos os obstáculos, vale a pena continuar. E é por vocês que vou finalizar esse curso, honrando tudo o que conquistamos juntos e levando comigo a certeza de que, não importa o quão difícil a caminhada seja, há sempre uma razão para seguir em frente.

Meu profundo agradecimento a todos que aqui foram mencionados por brilharem tanto e iluminarem essa jornada.

“Sempre fui sonhador, é isso que me mantém vivo.”
— Racionais MC’s, *A Vida é Desafio*

RESUMO

Este Trabalho de Conclusão de Curso aborda a produção e caracterização de nanomateriais de gipsita ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) utilizando o método de esfoliação em fase líquida. A nanociência e a nanotecnologia têm revolucionado a ciência e a tecnologia, permitindo manipular materiais na escala nanométrica, oferecendo propriedades únicas e aplicações inovadoras. Este trabalho é motivado pela busca por alternativas aos nanomateriais de grafeno e seus derivados, como o óxido de grafeno, para aplicações tecnológicas, considerando o custo e a abundância dos materiais. A gipsita é um mineral que possui propriedades peculiares, incluindo a facilidade de desidratação e reidratação, o que a torna valiosa nas indústrias da construção civil, medicina e agricultura. No entanto, seu potencial como nanomaterial ainda não foi amplamente explorado. O método de esfoliação em fase líquida é escolhido para a produção de nanomateriais de gipsita, pois é versátil, escalável e eficaz em uma variedade de materiais. Os objetivos deste trabalho incluem a otimização das rotas de esfoliação em fase líquida, a caracterização das nanoestruturas de gipsita obtidas por microscopia de varredura por sonda, e a análise estatística das dimensões dos nanomateriais produzidos em diferentes condições de esfoliação. As técnicas de caracterização incluem microscopia de varredura por sonda, com foco na microscopia de força atômica, e difração de raios-X. A difração de raios-X é empregada para caracterizar as amostras e confirmar a presença de gipsita. Ao produzir e caracterizar nanomateriais de gipsita, o estudo contribuirá para o avanço científico e tecnológico, oferecendo alternativas valiosas aos materiais atualmente utilizados. Além disso, a pesquisa também pode trazer benefícios econômicos para regiões onde a gipsita é extraída.

Palavras-chave: Nanociência. Nanotecnologia. Gipsita. Nanomateriais. Esfoliação em fase líquida. Microscopia de varredura por sonda.

ABSTRACT

This thesis addresses the production and characterization of nanomaterials made from gypsum ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) using the liquid-phase exfoliation method. Nanoscience and nanotechnology have revolutionized science and technology by enabling the manipulation of materials at the nanoscale, providing unique properties and innovative applications. This work is motivated by the search for alternatives to graphene and its derivatives, such as graphene oxide, for technological applications, considering the cost and abundance of the materials. Gypsum is a mineral with peculiar properties, including ease of dehydration and rehydration, making it valuable in the construction, medical, and agricultural industries. However, its potential as a nanomaterial has not been widely explored. The liquid-phase exfoliation method is chosen for producing gypsum nanomaterials due to its versatility, scalability, and effectiveness across various materials. The objectives of this work include optimizing the liquid-phase exfoliation routes, characterizing the gypsum nanostructures obtained through scanning probe microscopy, and performing statistical analysis of the dimensions of the nanomaterials produced under different exfoliation conditions. Characterization techniques include scanning probe microscopy, focusing on atomic force microscopy, and X-ray diffraction. X-ray diffraction is employed to characterize the samples and confirm the presence of gypsum. By producing and characterizing gypsum nanomaterials, this study will contribute to scientific and technological advancement, offering valuable alternatives to currently used materials. Furthermore, the research may also provide economic benefits for regions where gypsum is extracted.

Keywords: Nanoscience. Nanotechnology. Gypsum. Nanomaterials. Liquid-phase exfoliation. Scanning probe microscopy.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Ilustração do <i>fulereno</i>	16
Figura 2 – Ilustração da proporção entre os diâmetros da Terra, da bola e do <i>fulereno</i> C-60.	17
Figura 3 – Escala comparativa de tamanhos, desde metros até a escala atômica.	17
Figura 4 – Esfoliação do grafite pelo método “ <i>Scotch-Tape</i> ”	20
Figura 5 – Esfoliação do grafite pelo método “ <i>LPE - Liquid Phase Exfoliation</i> ”	21
Figura 6 – gipsitas	24
Figura 7 – Gral de porcelana com um pistilo	25
Figura 8 – Pó de gipsita	25
Figura 9 – Peneira granulométrica MESH 200 (75 μ m)	26
Figura 10 – Esfoliação LPE em diferentes solventes	26
Figura 11 – Cuba ultrassônica	27
Figura 12 – Representação esquemática do LPE	27
Figura 13 – Representação esquemática da centrifugação	28
Figura 14 – Esquema descrevendo a relação entre a velocidade e tamanho dos nanomateriais	28
Figura 15 – Lâmina de Mica muscovita.	29
Figura 16 – Substrato de <i>Si/SiO₂</i>	29
Figura 17 – Estufa de esterilização e secagem	30
Figura 18 – Funcionamento do SPM.	31
Figura 19 – Microscópio de Varredura por Sonda.	31
Figura 20 – Difração de Raios X	32
Figura 21 – Imagens de AFM (2D e 3D da mesma região) das Nanogipsitas Rosa.	35
Figura 22 – Imagens de AFM (2D e 3D da mesma região) das Nanogipsitas Fibra.	35
Figura 23 – Imagens de AFM das Nanogipsitas (a) Gipsita Planar 1 h; (b) gipsita planar 2,5 h; (c) gipsita planar 5 h; (d) gipsita planar 10 h e (e) gipsita planar 20 h	37
Figura 24 – Imagens de AFM das soluções diluídas de (a) gipsita planar 1 h; (b) gipsita planar 2,5 h; (c) gipsita planar 5 h; (d) gipsita planar 10 h e (e) gipsita planar 20 h.	38
Figura 25 – Nanogipsita Fibra, Planar e Rosa diluída	41

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Média das dimensões das nanogipsitas.	40
Tabela 2 – Médias das dimensões das nanogipsitas fibra, planar e rosa.	43

LISTA DE GRÁFICOS

1	Difratograma das Amostras da gipsita fibra	33
2	Difratograma das Amostras da gipsita planar	33
3	Difratograma das Amostras da gipsita rosa	34
4	Resultados da DRX de gipsita Comparativo	34
5	Dispersão de altura das fitas de a) gipsita fibra e b) gipsita rosa.	36
6	Dispersão de comprimento das fitas de a) gipsita fibra e b) gipsita rosa.	36
7	Dispersão de largura das fitas de a) gipsita fibra e b) gipsita rosa..	36
8	Relação de Largura e Quantidade de fitas da gipsita planar.	39
9	Relação de Comprimento e Quantidade de fitas da gipsita planar.	39
10	Relação de Altura e Quantidade de fitas da gipsita planar.	39
11	Distribuição da Altura das Fitas de gipsita.	42
12	Distribuição do Comprimento das Fitas de gipsita.	42
13	Distribuição da Largura das Fitas de gipsita.	42

LISTA E ABREVIATURAS E SIGLAS

AFM - *Atomic Force Microscopy* (Tradução: Microscopia de Força Atômica)

CTAB - *Cetyltrimethylammonium Bromide* (Tradução: Brometo de Cetiltrimetilamônio)

DMF - *Dimethylformamide* (Tradução: Dimetilformamida)

DRX - Difração de Raios X

EFM - *Electrostatic Force Microscopy* (Tradução: Microscopia de Força Elétrica)

GO - *Graphene Oxide* (Tradução: Óxido de grafeno)

IPA - *Isopropyl Alcohol* (Tradução: Álcool Isopropílico)

LPE - *Liquid Phase Exfoliation* (Tradução: Esfoliação em Fase Líquida)

NPM - *N-methyl-2-pyrrolone* (Tradução: N-metil-2-pirrolidona)

rGO - *reduce Graphene Oxide* (Tradução: Óxido de Grafeno reduzido)

SC - *Sodium Cholate* (Tradução: Colato de Sódio)

SDBS - *Sodium Dodecyl Benzyl Sulfonate* (Tradução: Dodecil Benzenossulfonato de Sódio)

SDS - *Sodium Dodecyl Sulfate* (Tradução: Dodecil Sulfato de Sódio)

SPM - *Scanning Probe Microscopy* (Tradução: Microscópio de Varredura por Sonda)

Sumário

1	INTRODUÇÃO	16
2	OBJETIVOS	19
2.1	Objetivo Geral	19
2.2	Objetivos específicos	19
3	JUSTIFICATIVA	20
4	MATERIAIS E MÉTODOS	23
4.1	Gipsita	23
4.2	Preparação e esfoliação da gipsita	24
4.3	Caracterização da nanogipsita	28
4.3.1	<i>SPM</i>	30
4.3.2	<i>Difração de Raios-X</i>	32
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	33
5.1	Análise de Difração de raios X dos Minerais de Gipsitas	33
5.2	Caracterização Morfológica e Estatística das Nanofitas de gipsita rosa e fibra - Testes Iniciais	35
5.3	Efeito do Tempo de Sonicação na Estrutura da gipsita planar	37
5.4	Comparação dimensional das gipsitas fibra, rosa e planar após 10 h de sonicação	41
6	CONCLUSÃO	44
	REFERÊNCIAS	45

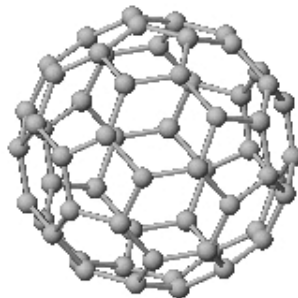
1 INTRODUÇÃO

Richard Feynman, uma das personalidades proeminentes na Física do século XX, se destacou como pioneiro ao abordar abertamente a ciência em escala nanométrica. Durante uma reunião de físicos no campus do Caltech, ele proferiu uma palestra icônica intitulada “*There’s plenty of room at the bottom*” (traduzida livremente como “Há muito espaço na base”), inspirando o desenvolvimento científico na produção do conhecimento no campo da nanociência (MARQUES, 2014).

Quando abordamos a nanociência e a nanotecnologia, é importante compreender a etimologia do prefixo “nano”, que deriva do grego “nánnos”, com o significado de “anão”. Essa etimologia nos leva a entender que a nanociência lida com materiais extremamente pequenos, mais especificamente na escala de um nanômetro, o que corresponde a um bilionésimo de metro ($1 \text{ nm} = 1 * 10^{-9}$ metros).

De acordo com Róz *et al.* (2015b), para termos uma ideia do tamanho de um nanomaterial, podemos estabelecer uma comparação entre o tamanho de uma bola de futebol e o planeta Terra. O diâmetro de uma bola de futebol é 10^8 vezes menor que o diâmetro da Terra. A mesma equivalência pode ser encontrada entre a bola de futebol e um *fulereno* C-60 (Figura 1), que é uma esfera com 60 átomos de carbono, de diâmetro de aproximadamente 1 nm. Esta equivalência é ilustrada na Figura 2.

Figura 1 – Ilustração do *fulereno*.



Fonte: Belandria (2008)

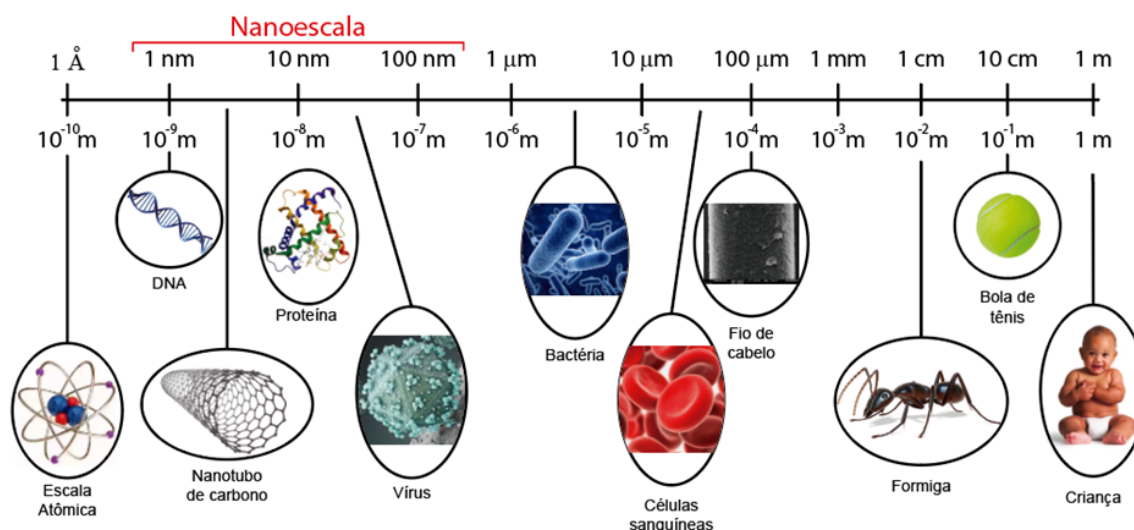
Figura 2 – Ilustração da proporção entre os diâmetros da Terra, da bola e do *fulereno* C-60.



Fonte: Adaptado de Róz *et al.* (2015b)

Outra maneira de visualizar a dimensão de um nanômetro está representada na Figura 3, onde é possível observar a escala que vai desde o tamanho de uma criança até a escala atômica. Isso nos ajuda a compreender que trabalhar com materiais na escala nanométrica representa um avanço significativo no desenvolvimento científico e tecnológico.

Figura 3 – Escala comparativa de tamanhos, desde metros até a escala atômica.



Fonte: Anchieta (2020)

Conforme Róz *et al.* (2015b) apontam, nanoestruturas, que são arranjos em uma escala minúscula, conhecida como nanoescala, situam-se entre as estruturas mais diminutas que a engenhosidade humana pode criar. A habilidade da humanidade em direcionar e manipular

essas nanoestruturas abre portas para a exploração de propriedades inéditas nos campos físico, biológico e químico, em sistemas de tamanho intermediário entre átomos e moléculas. Isso é especialmente aplicável a materiais fabricados em dimensões reduzidas.

No contexto de compreender um objeto como um nanomaterial, é relevante considerar que esses nanomateriais possuem tamanhos característicos tipicamente entre 1-100 nm (embora o limite máximo não seja rígido, podendo se estender a algumas centenas de nm) (MARQUES, 2014).

Com base nas possibilidades de manipulação de nanomateriais, e nas novas propriedades que novos nanomateriais podem possuir, este trabalho visou produzir estruturas nanométricas de minerais, com foco no avanço científico e tecnológico.

O objeto desta pesquisa foi estudar as propriedades de nanomateriais de Gipsita ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$) produzidos pelo método de esfoliação em fase líquida (LPE - *Liquid Phase Exfoliation*).

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo Geral

- Produzir e caracterizar novos nanomateriais obtidos através do mineral gipsita.

2.2 Objetivos específicos

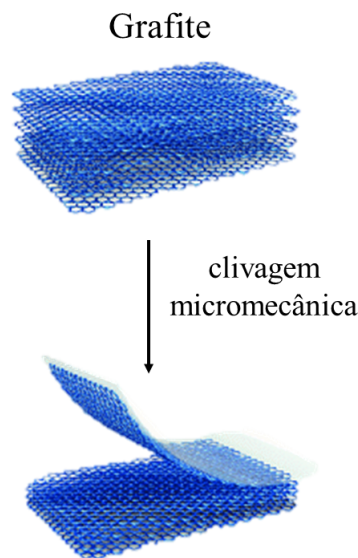
- Caracterizar as nanoestruturas de gipsita obtidas com técnicas de microscopia para esclarecer a dispersão de tamanhos dos flocos.
- Realizar análise estatísticas sobre as dimensões dos nanomateriais produzidos em diferentes tempos no ultrassom.

3 JUSTIFICATIVA

A produção e caracterização de novos nanomateriais coloca a Ciência na fronteira da transdisciplinaridade. Ao se trabalhar em nanoescala, pode-se miniaturizar materiais e dispositivos, além de possibilitar a criação de estruturas com organização molecular. Esses avanços têm impactado positivamente diversas áreas, como tecnologia da informação, medicina, meio ambiente, energia, entre outras (RÓZ *et al.*, 2015a). Esses impactos positivos decorrem das notáveis propriedades dos novos nanomateriais.

Entre os nanomateriais com grande potencial tecnológico, destaca-se o Grafeno, um material isolado inicialmente por Andre Geim e Jonstain Novoselov em 2004, através do método esfoliação mecânica “*Scotch-Tape*” (esfoliação por fita adesiva), conforme ilustrado na Figura 4. Método esse que consiste basicamente na fragmentação de uma superfície de grafite com auxílio de uma fita adesiva até a obtenção do grafeno (SINGH *et al.*, 2011). O grafeno é formado por uma camada monoatômica de carbono híbrido sp^2 contendo redes hexagonais conjugadas compactas, assemelhando-se a uma estrutura de colmeia (JÚNIOR; GONÇALVES, 2018).

Figura 4 – Esfoliação do grafite pelo método “*Scotch-Tape*”



Fonte: Adaptado de Wang, Narita & Müllen (2017)

De acordo com (WEI; KIVIOJA, 2013, pág. 2), “[...] tal hibridização de elétrons sp^2 deixa um elétron livre por átomo do carbono no orbital p localizado perpendicularmente ao plano hexagonal e oferece ao grafeno um enorme potencial”. Esse potencial é decorrente de suas notáveis propriedades, como alta condutividade, resistência mecânica, flexibilidade e resistência elétrica (SUN; WU; SHI, 2011).

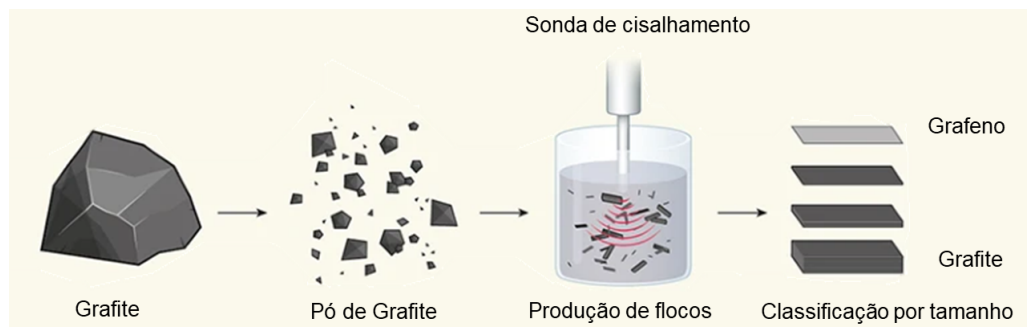
Como destacado por Priyadarsini *et al.* (2018), o grafeno, juntamente com seus derivados, como o óxido de grafeno reduzido (rGO - *reduced Graphene Oxide*) e o óxido de grafeno (GO - *Graphene Oxide*), tem encontrado aplicações na medicina com objetivo de entregar genes,

realizar biosensoriamento, bioimagem, tratamento de câncer, entrega de drogas de moléculas pequenas, e outros. Priyadarsini *et al.* (2018) afirmam que o uso do GO na entrega de drogas exibiu um efeito sinérgico, proporcionando uma maior eficácia. Esse fato, aliado à aplicação do grafeno em outras áreas, tem colocado esse material na vanguarda da pesquisa nos últimos anos.

No entanto, a produção deste nanomaterial e seus derivados sofrem pelo fato de que os métodos como o de esfoliação mecânica, que, apesar de produzirem materiais com mínimos defeitos na estrutura, não podem ser produzidos em escala comercial (CAMARGOS; SEMMER; SILVA, 2017).

Segundo Backes *et al.* (2017), o método de esfoliação em fase líquida (LPE - *Liquid Phase Exfoliation*) é mais versátil do que a esfoliação mecânica, ao ser aplicado em uma ampla gama de materiais, além de ampliar consideravelmente a produção de nanomateriais, reduzindo o custo operacional. Nesse processo, o material é reduzido a pó, em seguida, é disperso em um solvente orgânico ou solução aquosa de surfactante¹. Essa mistura é submetida à energia mecânica por uma máquina de cisalhamento ou ultrassom, resultando em nanomateriais, como ilustrado na Figura 5.

Figura 5 – Esfoliação do grafite pelo método “LPE - *Liquid Phase Exfoliation*”



Fonte: Adaptado de Bøggild (2018)

Apesar da redução de custos na produção de grafeno ao se utilizar essa técnica em vez do método de esfoliação mecânica, o custo elevado da extração do grafite, matéria-prima do grafeno, ainda mantém o processo de produção com um valor consideravelmente alto. Uma alternativa para isso é explorar novos nanomateriais que possam complementar ou até superar as propriedades do grafeno, mas com um custo mais acessível.

Um nanomaterial que vem sendo estudado e que está demonstrando ter propriedades notáveis, como grande resistência à ruptura, rigidez moderada e pequena energia de intercamada, facilitando sua esfoliação, é o talco presente na pedra-sabão (esteatito), cuja fórmula química é $Mg_3Si_4(OH)_2$. O talco é um material de baixo custo facilmente encontrado em Ouro Preto - MG e região, além de ser um lubrificante sólido de poucas camadas igual ao grafeno (ALENCAR *et al.*, 2015; TORRES; VARAJÃO; SABIONI, 2015).

¹ O surfactante, também chamado de tensoativo, é uma substância que diminui a tensão superficial do meio em que se dissolve e/ou a tensão interfacial com outras fases (EVERETT, 1972, p. 611 - 612).

Na visão de Mota *et al.* (2020), o talco é um nanomaterial que tem um grande potencial na obtenção de revestimentos compósitos aprimorados, com aplicações na biomedicina, especialmente em implantes dentários e ortopédicos.

Esse fato demonstra como a obtenção de novos nanomateriais contribui para o aprimoramento de aplicações tecnológicas e científicas, abrindo novas possibilidades e oportunidades de pesquisa. A busca por materiais alternativos ao grafeno, como o nanotalco presente na pedrasabão, pode ser promissora, oferecendo propriedades únicas com menor custo, impulsionando ainda mais a inovação e o progresso em diversas áreas.

As pesquisas em materiais na escala nanométrica demonstraram mudanças nas características físicas, químicas e morfológicas dos materiais, aumentando consideravelmente a resistência mecânica e aprimorando outras capacidades desses materiais, o que eleva seu valor comercial em função das qualidades excepcionais. Por isso, estudar um novo material que seja mais abundante, facilmente obtido na natureza e até então não estudado em nanoescala é de interesse tanto para a nanociência como para a nanotecnologia.

O presente trabalho busca compreender as características dos nanomateriais obtidos a partir da gipsita ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), mineral até então não estudado na forma de nanoestruturas, produzidas pelo método LPE. A gipsita é um sulfato de cálcio di-hidratado com características peculiares, destacando-se pela facilidade de desidratação e reidratação (LUZ; LINS, 2005). Essas propriedades são amplamente utilizadas na indústria da construção civil, especialmente na produção de gesso.

Assim, o estudo da gipsita torna-se uma oportunidade para identificar e explorar plenamente as potencialidades desse nanomaterial, abrindo novas perspectivas para pesquisa e inovação. Além disso, sua exploração pode trazer benefícios econômicos significativos para as regiões onde ocorre a extração desse material, como o Estado de Pernambuco, que abriga diversas reservas de gipsita na região do Sertão do Araripe (LUZ; LINS, 2005).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Gipsita

Conforme já relatado, a gipsita é um mineral composto por sulfato de cálcio di-hidratado ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), contendo 46,6% de trióxido de enxofre (SO_3), 32,5% de óxido de cálcio (CaO) e 20,9% de água (H_2O) (OLIVEIRA *et al.*, 2012). Encontrado em diversas regiões do mundo, o Brasil abriga seus maiores depósitos nas bacias sedimentares, como a Bacia Amazônica (Amazons e Pará), Bacia do Parnaíba (Maranhão e Tocantins), Bacia Potiguar (Rio Grande do Norte), entre outras (SOBRINHO *et al.*, 2001).

Segundo Luz & Lins (2005), a gipsita possui uma característica peculiar: a facilidade em desidratar e reidratar, podendo perder $\frac{3}{4}$ da água de cristalização durante a calcinação, convertendo em um sulfato hemidratado de cálcio ($CaSO_4 \cdot 1/2H_2O$). Esse sulfato hemidratado, ao ser misturado com água, pode ser moldado e trabalhado antes do endurecimento, adquirindo a consistência mecânica da forma estável reidratada.

Na forma calcinada, também conhecida como gesso, a gipsita encontra uma variedade de utilidades na construção civil, sendo utilizada para a confecção de pré-moldados, placas para rebaixamento de tetos, blocos para paredes divisórias, além de ser empregada em aplicações ortopédicas e odontológicas na área da medicina (LUZ; LINS, 2008).

Em sua forma de sulfato de cálcio di-hidratado ($CaSO_4 \cdot 2H_2O$), conforme Luz & Lins (2008) destaca, a gipsita tem aplicações na agricultura como agente corretivo de solos ácidos, fonte de cálcio, fertilizante em culturas específicas e condicionador de solos, proporcionando melhor permeabilidade, aeração, drenagem, penetração e retenção da água.

Esse mineral possui uma variedade de cores, podendo apresentar-se em tons que vão desde o branco até o laranja e o rosa, podendo até mesmo ser incolor. Neste projeto, buscamos compreender as características da gipsita em escala nanométrica, para o qual utilizamos três variedades, que chamaremos da seguinte forma: gipsita fibra (Figura 6a), gipsita planar (Figura 6b) e gipsita rosa (Figura 6c).

Figura 6 – gipsitas



Fonte: Geociências-USP (2020)

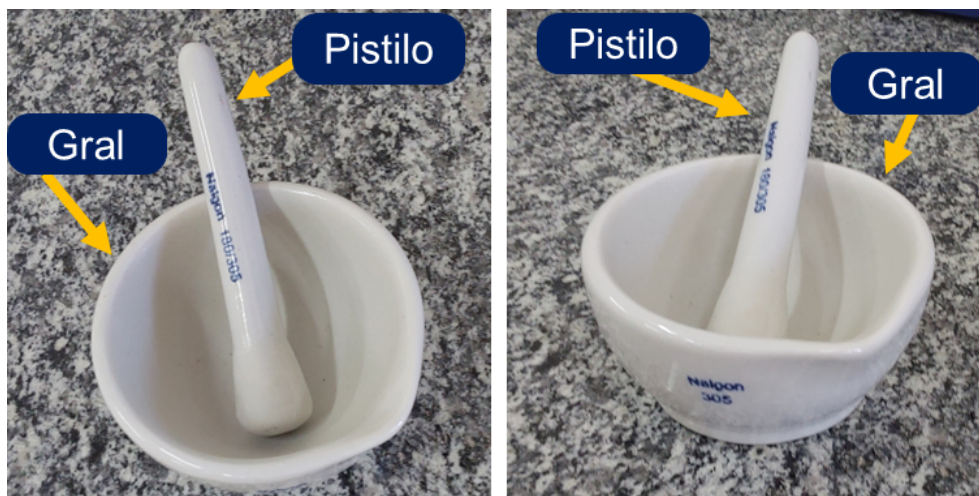
O que diferencia visualmente essas gipsitas é a coloração e o aspecto após o processo de moagem. A gipsita rosa destaca-se por sua coloração rosada, a gipsita fibra apresenta uma configuração que apresenta um hábito cristalino fibroso com coloração branca, e a gipsita planar destaca-se por sua configuração que aparenta ser a junção de um conjunto de placas incolores.

4.2 Preparação e esfoliação da gipsita

A produção de nanomateriais a partir da gipsita, utilizando o método LPE, segue três processos distintos. Inicialmente, é imperativo superar as ligações van der Waals entre as camadas, conferindo energia mecânica ao processo de esfoliação. Em seguida, conduz-se o processo de estabilização das nanolâminas, evitando sua reagregação, por meio de solventes ou surfactantes. Por último, realiza-se uma seleção quanto ao tamanho das nanolâminas (BACKES *et al.*, 2017).

Antes dessas etapas, há a necessidade de reduzir a granulometria da gipsita. O processo de cominuição inicia-se com uma ferramenta de impacto, martelo ou marreta, por exemplo. Na etapa seguinte, o material é triturado utilizando-se um gral (Almofariz) de porcelana com um pistilo (Figura 7), pressionando o material contra a parede do gral por meio de movimentos circulares. O gral de porcelana, segundo SILVA, CARDOSO & GUEDES (2013), é eficiente para comprimir materiais devido à sua superfície áspera.

Figura 7 – Gral de porcelana com um pistilo



Fonte: Autor (2023)

Durante a moagem, no gral, ocorre a formação de um pó fino de gipsita (Figura 8), até que o material alcance espessura inferior a $75\ \mu\text{m}$, passando pela peneira granulométrica MESH 200 (Figura 9).

Figura 8 – Pó de gipsita



Fonte: Autor (2023)

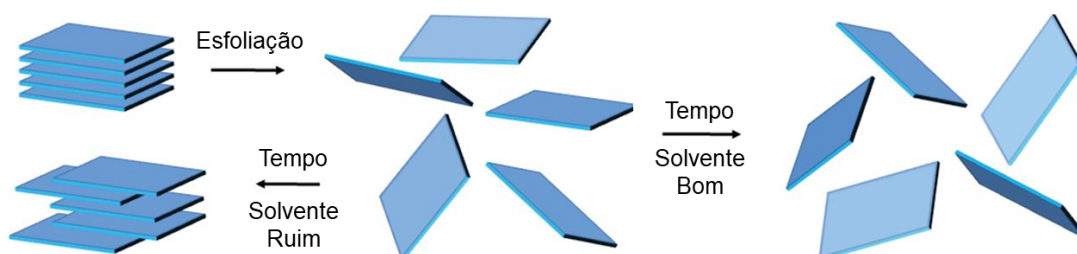
Figura 9 – Peneira granulométrica MESH 200 (75µm)



Fonte: Autor (2023)

Posteriormente, o material peneirado é imerso em um solvente, solução de surfactante ou polímero aquoso e submetido à ultrasonicação por banho — técnica utilizada nesta pesquisa — ou à ultrasonicação por sonicator de ponta¹, ou ainda à esfoliação por cisalhamento, utilizando misturadores de alto cisalhamento (BACKES *et al.*, 2017). A escolha de um solvente adequado para dispersar o pó de gipsita é crucial para garantir a estabilização e evitar a reagregação das nanolâminas, conforme ilustrado na Figura 10 (BACKES *et al.*, 2017; NICOLSI *et al.*, 2013).

Figura 10 – Esfoliação LPE em diferentes solventes

Fonte: Adaptado de Nicolosi *et al.* (2013)

Entre os solventes, os mais conhecidos por fornecer dispersões estáveis são o N-metil-2-pirrolidona (NMP - *N-methyl-2-pyrrolidone*), N-ciclo-2-pirrolidona (*N-cyclo-2-pyrrolidone*), dimetilformamida (DMF - *dimethylformamide*), dimetilsulfóxido (DMSO - *dimethylsulfoxide*) e o álcool isopropílico (IPA - *isopropyl alcohol*). Algumas alternativas conhecidas para esses solventes são os surfactantes em uma solução aquosa, como colato de sódio (SC - *sodium cholate*) ou sais biliares relacionados, dodecil benzenossulfonato de sódio (SDBS - *sodium dodecyl benzyl sulfonate*), dodecil sulfato de sódio (SDS - *sodium dodecyl sulfate*) como surfactantes aniônicos, brometo de cetiltrimetilamônio (CTAB - *cetyltrimethylammonium bromide*) como

¹ O sonicator de ponta aplica ondas ultrassônicas diretamente na amostra, com maior intensidade, ideal para processos como quebra de partículas. Já o banho ultrassônico é menos intenso e atua de forma indireta, sendo usado para tratamentos mais suaves e uniformes.

surfactante catiônico ou Triton X100 ou Brij como representantes não iônicos (BACKES *et al.*, 2017).

Para a esfoliação da gipsita, optou-se pelo solvente DMF, cuja fórmula química é $HCON(CH_3)_2$, utilizando 60 mg de gipsita para cada 10 ml de DMF. O processo de esfoliação foi realizado por sonicação em banho (Figura 11), com controle rigoroso do tempo de sonicação e da temperatura da solução, utilizando gelo para evitar superaquecimento. O superaquecimento pode resultar em menor concentração dispersa e levar à degradação química. O controle do tempo de sonicação é determinante para o tamanho das nanolâminas. Nesta pesquisa, diversas amostras foram produzidas com tempos variados, visando identificar o padrão de tamanhos das diferentes nanolâminas.

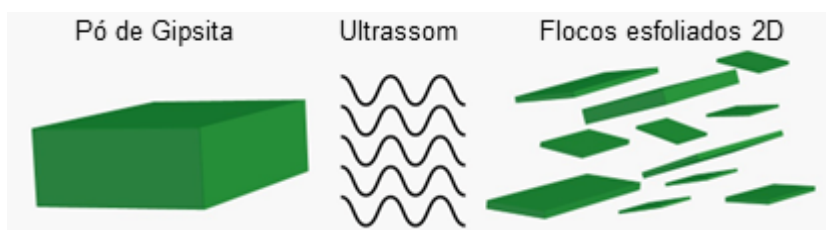
Figura 11 – Cuba ultrassônica



Fonte: Autor (2023)

Nessa etapa, além da estabilização, o solvente também tem a função de transmitir a energia mecânica gerada pela sonicação na cuba ultrassônica. O pó de gipsita, com dimensões da ordem de 75 micrômetros, ao ser exposto à energia mecânica, leva à delaminação de suas camadas, conforme demonstrado na Figura 12 (SOUSA *et al.*, 2023).

Figura 12 – Representação esquemática do LPE

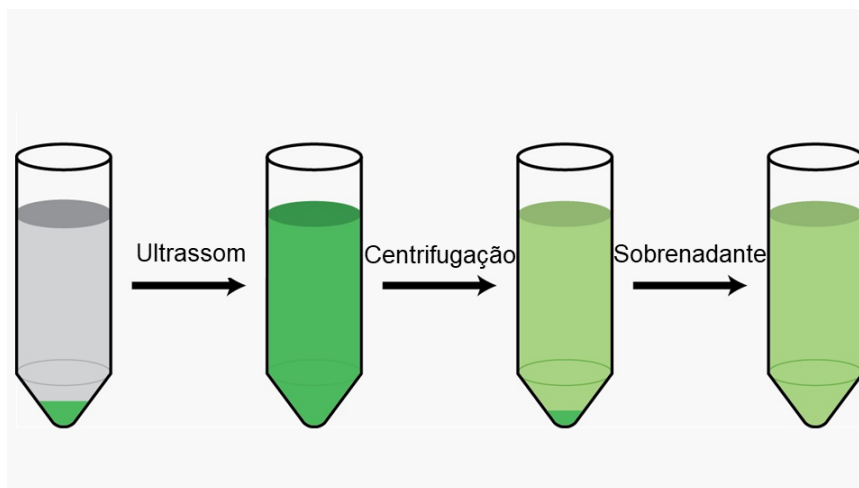


Fonte: Adaptado de Sousa *et al.* (2023)

Por fim, para realizar uma seleção eficiente de tamanhos, é essencial remover os materiais que não foram adequadamente esfoliados. Para essa separação entre materiais menores e maiores, a solução resultante da sonicação é submetida à centrifugação. A força centrífuga

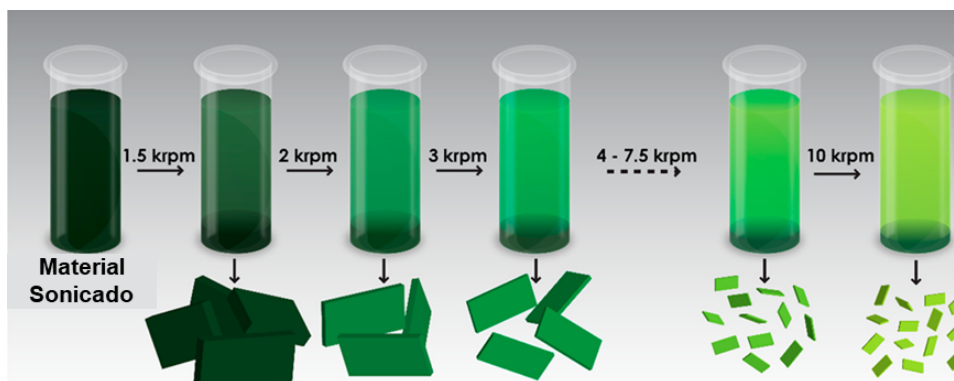
relativa (RCF – *Relative Centrifugal Force*), ou força g, é calculada pela equação $RCF = (RPM)^2 \times 1,118 \times 10^{-5} \times r$, cuja unidade é g. Para que o procedimento seja eficaz, o tempo e a velocidade de rotação devem ser suficientemente longos, permitindo que a maioria dos materiais maiores sedimente no fundo do frasco, conforme ilustrado nas Figuras 13 - 14.

Figura 13 – Representação esquemática da centrifugação



Fonte: Adaptado de Sousa *et al.* (2023)

Figura 14 – Esquema descrevendo a relação entre a velocidade e tamanho dos nanomateriais



Fonte: Adaptado de Backes *et al.* (2016)

Nesta pesquisa, utilizamos exclusivamente o material sobrenadante dos materiais que foram sonicados por 1 h, 2,5 h, 5 h, 10 h, 20 h e 20,5 h, e centrifugados por 1 h a 1000 g². Essa escolha se deve ao fato de que esse sobrenadante contém os nanomateriais com as menores espessuras, que são o foco desta investigação.

4.3 Caracterização da nanogipsita

Para a caracterização dos nanomateriais derivados da gipsita, é essencial iniciar selecionando o substrato onde a amostra será depositada para análise. Neste projeto, optou-se pelo uso

² A unidade de medida da RCF é g que equivale à aceleração da gravidade na superfície da Terra.

de Si/SiO_2 e da mica muscovita.

Conforme observado por Oliveira *et al.* (2022), a mica muscovita (Figura 15) é um mineral notável pela clivagem extremamente plana de suas superfícies, tornando-a geralmente incolor, embora impurezas possam conferir tons de salmão, rosa ou castanho. Devido à sua superfície lisa, a mica muscovita desponta como um substrato atraente para a deposição de nanomateriais, simplificando as análises.

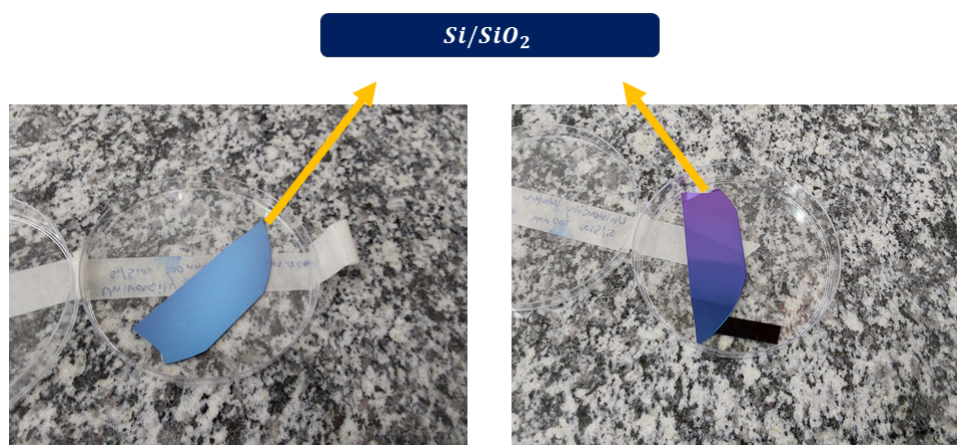
Figura 15 – Lâmina de Mica muscovita.



Fonte: Autor (2023)

O substrato de Si/SiO_2 (Figura 16) dopado é composto por uma camada de silício (Si) revestida por uma fina camada de óxido de silício (SiO), também conhecido como sílica. Esse substrato exibe uma superfície excepcionalmente plana, ideal para a deposição de nanomateriais.

Figura 16 – Substrato de Si/SiO_2



Fonte: Autor (2023)

Após a seleção do substrato, o sobrenadante da amostra centrifugada é uniformemente depositado sobre ele por meio do gotejamento da solução com uma pipeta. Em seguida, o conjunto é levado a uma estufa de esterilização e secagem (Figura 20), mantida a uma temperatura de 50-70 °C (BACKES *et al.*, 2017). Essa etapa visa assegurar a presença exclusiva dos nanomateriais sobre o substrato. É importante ressaltar que, nesta pesquisa, apenas as amostras de gipsita

rosa e fibra que foram sonicados por 20,5 h passaram por esse processo de secagem na estufa; as demais amostras foram secadas com um fluxo contínuo de gás nitrogênio sobre a amostra depositada, devido à agilidade no processo de secagem.

Figura 17 – Estufa de esterilização e secagem



Fonte: Autor (2023)

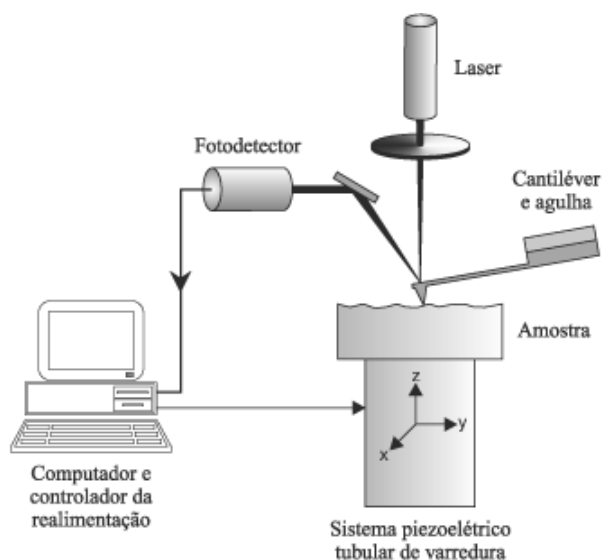
Uma vez que os nanomateriais estão depositados sobre o substrato, livre de líquidos, é realizada a caracterização desses materiais. Dada a diminuta escala desses materiais, na ordem de 10^{-9} metros, é imprescindível a utilização de equipamentos capazes de visualizar o que o microscópio óptico não alcança.

Um equipamento que possibilita a visualização desses nanomateriais é o Microscópio de Varredura por Sonda (SPM - *Scanning Probe Microscopy*), que será descrito na seção 4.3.1

4.3.1 SPM

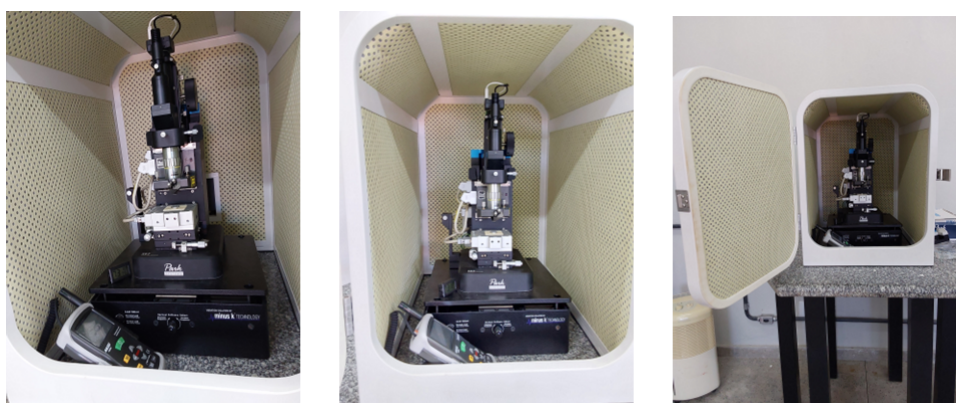
Conforme explicado por Pinto (2005), o termo SPM engloba um conjunto de técnicas de microscopia, incluindo a microscopia de força elétrica (EFM - *Electrostatic Force Microscopy*), microscopia de força atômica (AFM - *Atomic Force Microscopy*) e outras. O que caracteriza todas essas técnicas e as une sob a família SPM são as configurações comuns que compartilham. Elas analisam materiais de maneira similar a um processo tátil, conforme a representação na Figura 18, onde a partir da interação entre a ponta do SPM e a amostra, são obtidas as topografias ou outras propriedades das superfícies dos nanomateriais sob inspeção.

Figura 18 – Funcionamento do SPM.

Fonte: Herrmann *et al.* (1997)

Nesta pesquisa, para a caracterização, foi utilizada a técnica de AFM. Essa técnica se caracteriza por ter uma sonda que, ao se aproximar da superfície da amostra, gera forças de interação sonda-amostra e faz a alavanca defletir. Esta deflexão é monitorada por um fotodetector à medida que a sonda varre a superfície. O sinal de deflexão da alavanca pode ser utilizado pelo computador para gerar um mapa da topografia da superfície da amostra, bastando fazer uma conversão da variação do sinal no detector em variação de altura na amostra, conforme demonstrado na Figura 19 (PINTO, 2005).

Figura 19 – Microscópio de Varredura por Sonda.



Fonte: Autor (2023)

Finalmente, após a análise pela técnica AFM, é realizada uma análise estatística das dimensões dos nanomateriais através das imagens, utilizando o *software Gwyddion*. O *Gwyddion* desenvolvido com o objetivo de visualizar e analisar os dados de técnicas de microscopia de varredura por sonda.

Utilizando o AFM Park XE 70 em modo de contato intermitente, as análises das amostras produzidas confirmaram a formação das nanoestruturas monodimensionais de gipsita por meio da técnica de LPE. Além disso, foi possível realizar uma análise estatística das dimensões dessas nanoestruturas, evidenciando como a dispersão varia com a alteração de parâmetros, como o tempo de esfoliação.

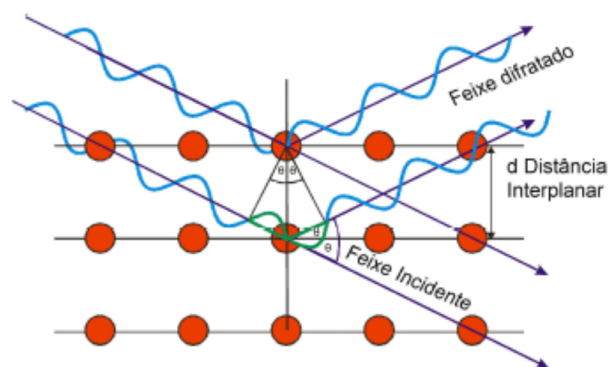
4.3.2 Difração de Raios-X

Uma técnica empregada na caracterização dos minerais de gipsita foi a difração de raios-X (DRX). Por meio dessa técnica, foram obtidos dados que incluem informações sobre a matriz cristalográfica dos minerais utilizados, permitindo a identificação dos tipos de constituintes mineralógicos presentes na amostra (NASCIMENTO-DIAS, 2021).

Segundo Gobbo (2003) essa técnica se baseia na incidência de radiação sobre uma amostra na qual os átomos estão organizados de maneira periódica no espaço, uma característica das estruturas cristalinas. Quando a radiação atinge a amostra, ocorre a difração dos fótons, que compõem o feixe difratado, seguindo direções de espaçamento que obedecem à Lei de Bragg (Figura 23), podendo ser descrita pela seguinte equação:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

Figura 20 – Difração de Raios X



Fonte: JÚNIOR *et al.* (2014)

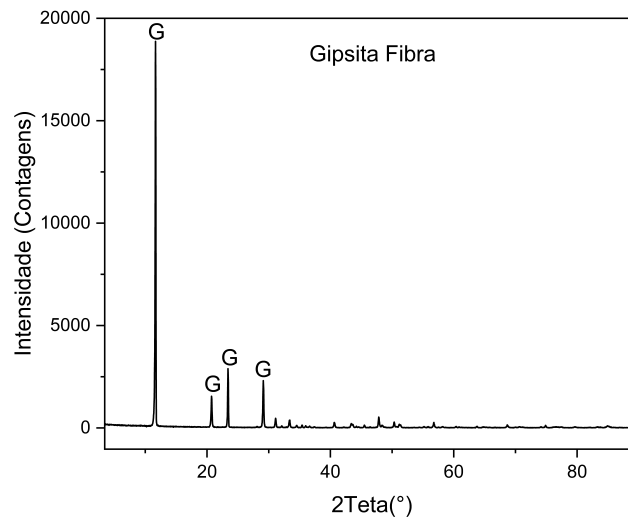
Por meio da análise do difratograma, registra-se cada pico, e esses picos representam a intensidade da radiação difratada por um conjunto de planos cristalinos que possuem a mesma distância interplanar. Conforme Gobbo (2003) explica, o difratograma pode ser comparado a uma impressão digital que permite identificar as fases cristalinas presentes na amostra, proporcionando a confirmação de qual mineral está presente no material analisado.

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1 Análise de Difração de raios X dos Minerais de Gipsitas

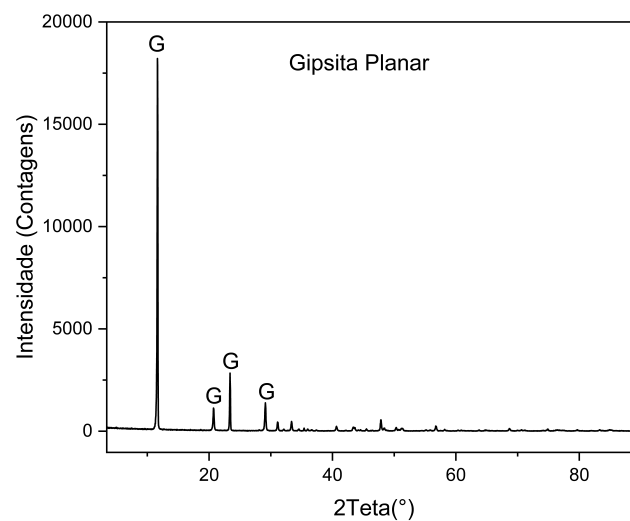
No início deste trabalho, foi realizada uma análise utilizando a técnica de difração de raios-X (DRX) com o objetivo de confirmar que o material em estudo era, de fato, gipsita. Os resultados da DRX geraram Gráficos 1-3, da gipsita fibra, planar e rosa, respectivamente.

Gráfico 1 – Difratoograma das Amostras da gipsita fibra



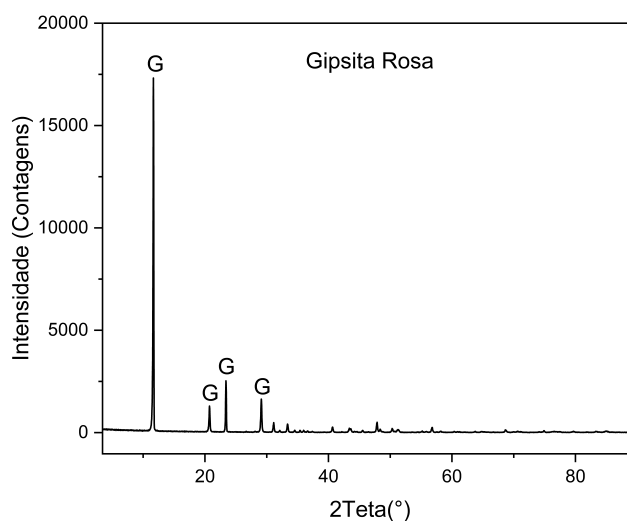
Fonte: Autor, 2024.

Gráfico 2 – Difratoograma das Amostras da gipsita planar



Fonte: Autor, 2024.

Gráfico 3 – Difratoograma das Amostras da gipsita rosa

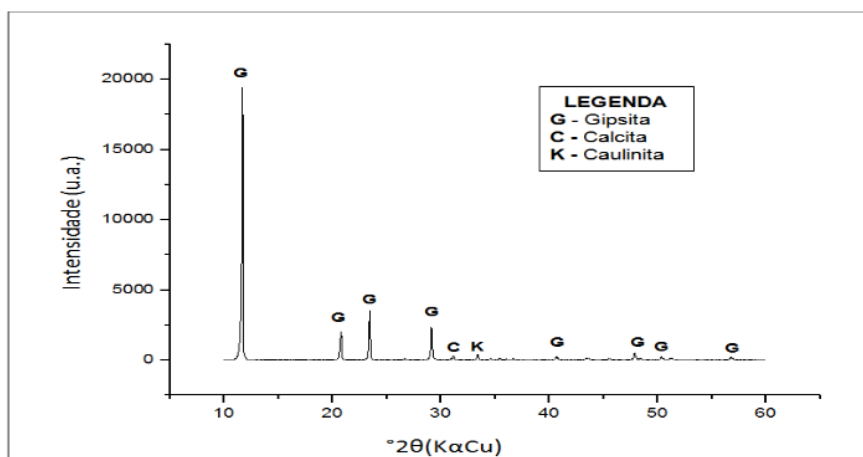


Fonte: Autor, 2024.

Observando os Gráficos 1, 2 e 3, é possível identificar picos de intensidade característicos da gipsita nos três minerais analisados. Esses picos, quando comparados com dados da literatura, como o estudo de Boeyens & Ichharam (2002), confirmam a identificação do material como gipsita.

A confirmação da presença de gipsita também é evidente ao comparar os Gráficos 1, 2 e 3 com o Gráfico 4, produzido pelo pesquisador Silva *et al.* (2017). Nesse comparativo, observamos que os picos de intensidade da gipsita se repetem, reforçando a conclusão de que o material analisado corresponde à gipsita.

Gráfico 4 – Resultados da DRX de gipsita Comparativo



Fonte: Silva *et al.* (2017)

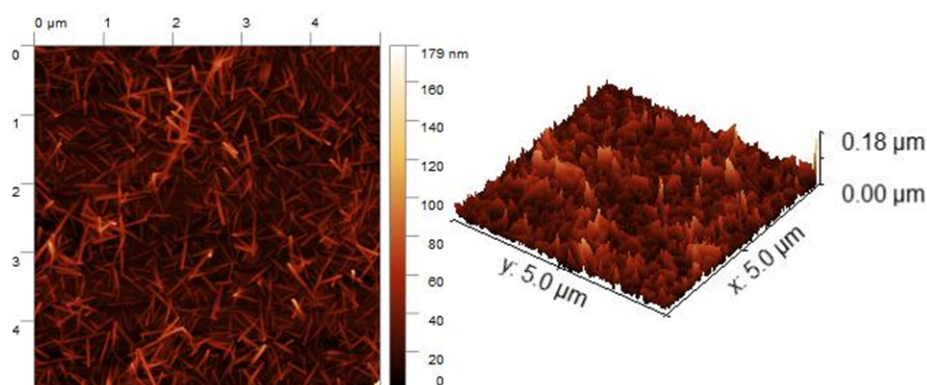
5.2 Caracterização Morfológica e Estatística das Nanofitas de gipsita rosa e fibra - Testes Iniciais

Após a etapa de difração de raios-X (DRX), que confirmou que o material em estudo era de fato gipsita, foram preparadas amostras utilizando as variedades gipsita rosa e gipsita fibra. Para cada amostra, foi produzida uma solução contendo 10 ml de DMF (dimetilformamida) e 60 mg de pó de gipsita.

Essa solução passou por um processo de sonicação por 20,5 h, controlando sua temperatura, e posteriormente foi centrifugada a 1000 g por 1 h. Após esses processos, a Gipsita foi depositada sobre o substrato de Si/SiO_2 , permanecendo na estufa a 60°C por 1 h.

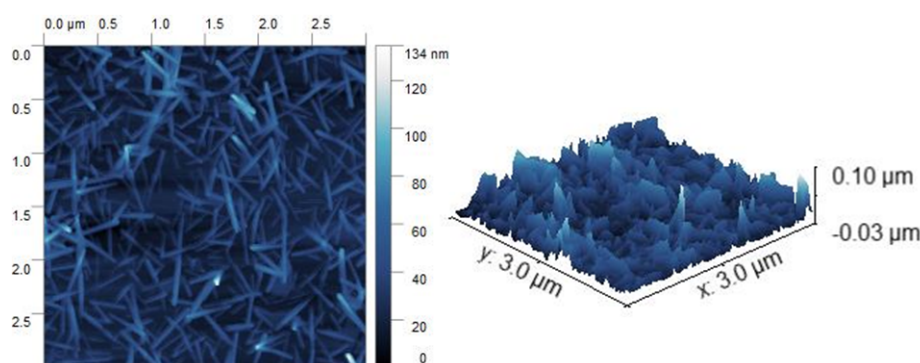
Ao término dessas etapas, foram obtidas as imagens de AFM das Figuras 21 e 22.

Figura 21 – Imagens de AFM (2D e 3D da mesma região) das Nanogipsitas Rosa.



Fonte: Autor (2023)

Figura 22 – Imagens de AFM (2D e 3D da mesma região) das Nanogipsitas Fibra.



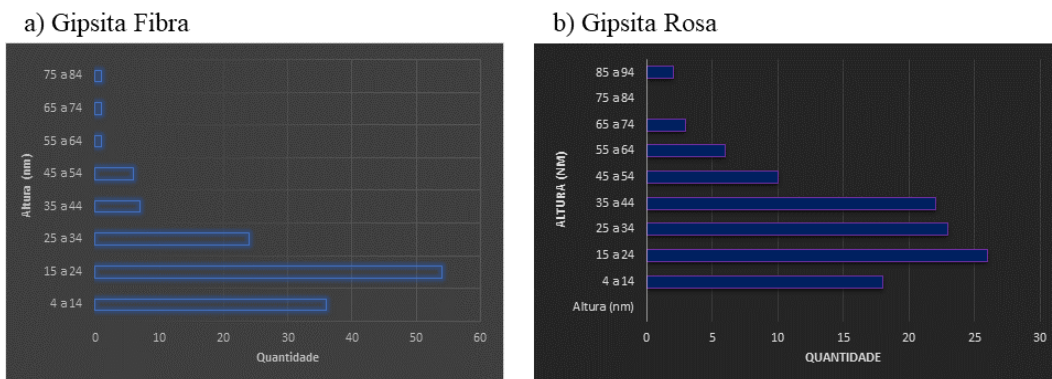
Fonte: Autor (2023)

Observando as imagens da Figuras 21 e 22, verifica-se que essas gipsitas, ao passarem pelo processo de esfoliação nessas especificações, produzem nanofitas¹. Essas nanofitas foram submetidas a uma análise estatística, na qual foram coletadas e analisadas as medidas de altura,

¹ As nanofitas ou fitas são distintas pela sua considerável extensão longitudinal em contraste com sua reduzida largura. Enquanto isso, os nanoflocos ou flocos se destacam pela sua dimensão significativa tanto em comprimento quanto em largura.

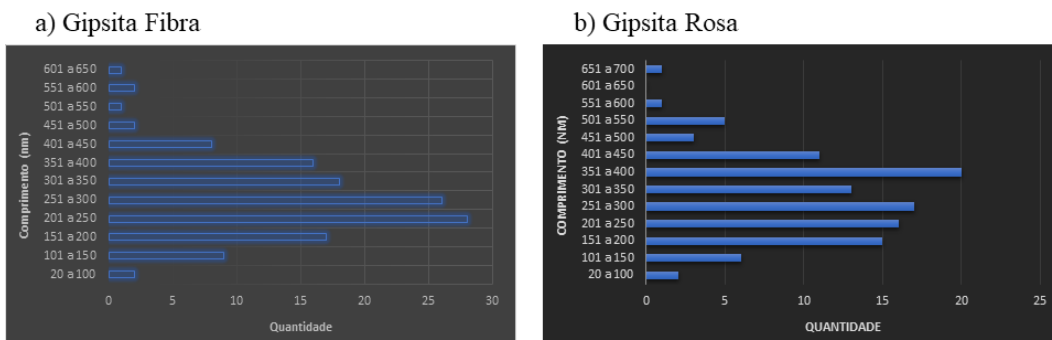
comprimento e largura de cerca de 130 fitas de gipsita fibra e 110 fitas de gipsita rosa, resultando nos Gráficos 5-7

Gráfico 5 – Dispersão de altura das fitas de a) gipsita fibra e b) gipsita rosa.



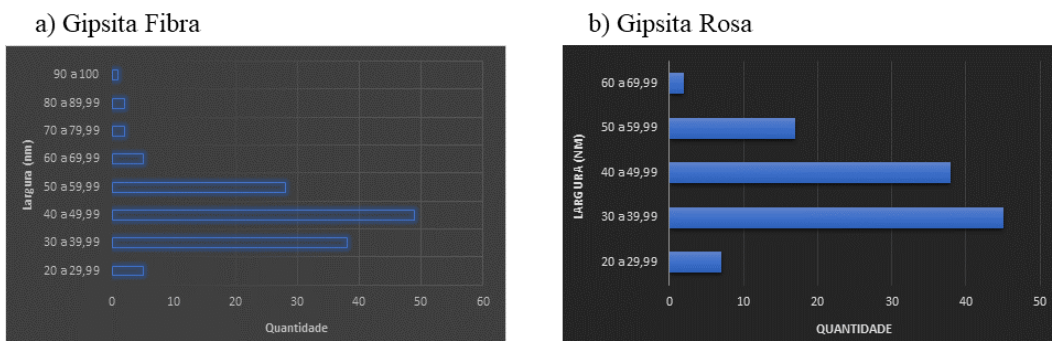
Fonte: Autor (2023)

Gráfico 6 – Dispersão de comprimento das fitas de a) gipsita fibra e b) gipsita rosa.



Fonte: Autor (2023)

Gráfico 7 – Dispersão de largura das fitas de a) gipsita fibra e b) gipsita rosa..



Fonte: Autor (2023)

Após esse processo de coleta, foi possível determinar que a gipsita fibra apresenta uma altura média de 22,28 nm, comprimento médio de 278,90 nm e largura média de 45,52 nm. Já a gipsita rosa possui uma altura média de 31,63 nm, comprimento médio de 302,27 nm e largura média de 40,97 nm.

A partir desses dados, pode-se concluir que o comprimento e a altura médios da gipsita rosa são maiores que os da gipsita fibra. Esse fato facilitou o processo de análise estatística das fitas de gipsita fibra em comparação com as de gipsita rosa. No entanto, devido à alta aglomeração

de fitas, os dados relativos à altura podem estar superdimensionados, sendo necessário realizar novos testes para reduzir essa aglomeração.

Outra conclusão é que o DMF se mostrou um bom solvente orgânico para ser utilizado no processo de preparação das amostras de gipsita. Com base nesses resultados, foram realizados outros testes com as gipsitas rosa, fibra e planar, repetindo a técnica de esfoliação em fase líquida (LPE) e variando os tempos de sonicação, a fim de identificar padrões de dimensão das gipsitas de acordo com a variação do tempo.

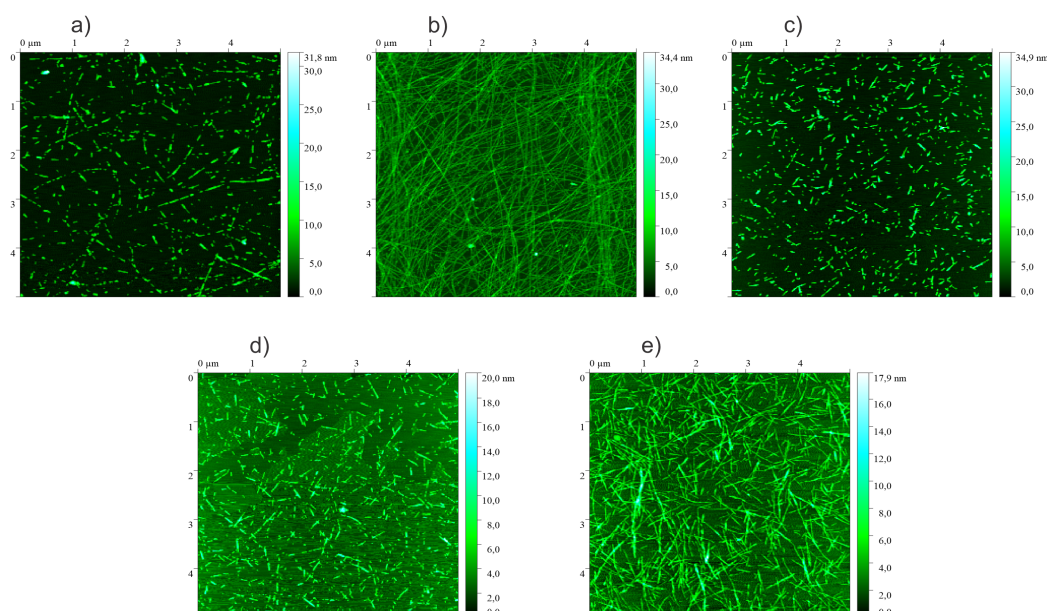
5.3 Efeito do Tempo de Sonicação na Estrutura da gipsita planar

Prosseguindo com os estudos sobre a produção de nanomateriais a partir da gipsita, novas amostras foram preparadas utilizando gipsita planar, com uma concentração de 10 ml de DMF para 60 mg de pó de gipsita.

Diferente das amostras anteriores, preparadas com gipsita rosa e fibra, essas amostras foram submetidas a diferentes tempos de sonicação: 1 h, 2,5 h, 5 h, 10 h e 20 h. Além disso, houve modificações no processo de preparação: as amostras foram depositadas em mica, em vez de Si/SiO_2 , e o procedimento de secagem foi realizado utilizando fluxo de nitrogênio, em vez de estufa.

As imagens obtidas por AFM dessas amostras são apresentadas na Figura 23

Figura 23 – Imagens de AFM das Nanogipsitas (a) Gipsita Planar 1 h; (b) gipsita planar 2,5 h; (c) gipsita planar 5 h; (d) gipsita planar 10 h e (e) gipsita planar 20 h



Fonte: Autor (2024)

A análise destas imagens revela que, embora materiais em escala nanométrica tenham sido obtidos em todos os tempos de sonicação, a alta aglomeração dos mesmos impede a realização

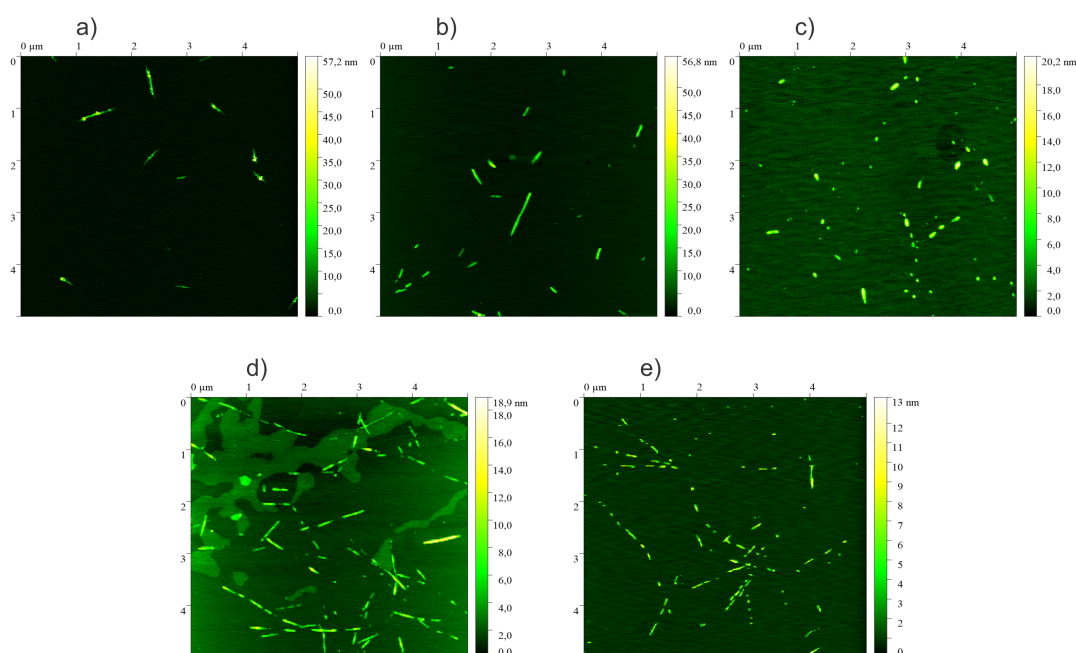
de análises estatísticas precisas das suas dimensões.

Para superar esse obstáculo e possibilitar as análises estatísticas, novas amostras foram produzidas utilizando os mesmos procedimentos e a mesma proporção de DMF e pó de gipsita. Entretanto, antes da deposição na mica, a solução foi diluída com DMF para reduzir a concentração de materiais e, conseqüentemente, a aglomeração. Foram realizados testes de diluição com o objetivo de obter imagens com aglomeração minimizada, permitindo assim as análises estatísticas necessárias.

Os testes mostraram que, para a gipsita planar sonicada por 20 h, a diluição ideal foi de 20 partes de DMF para uma parte da solução obtida após a sonicação e centrifugação. Para as amostras de gipsita planar sonicadas por 10 h, 5 h, 2,5 h e 1 h, a diluição ideal foi de 10 partes de DMF para uma parte de solução.

O resultado dessa diluição pode ser observado nas seguintes imagens de AFM da Figura 24.

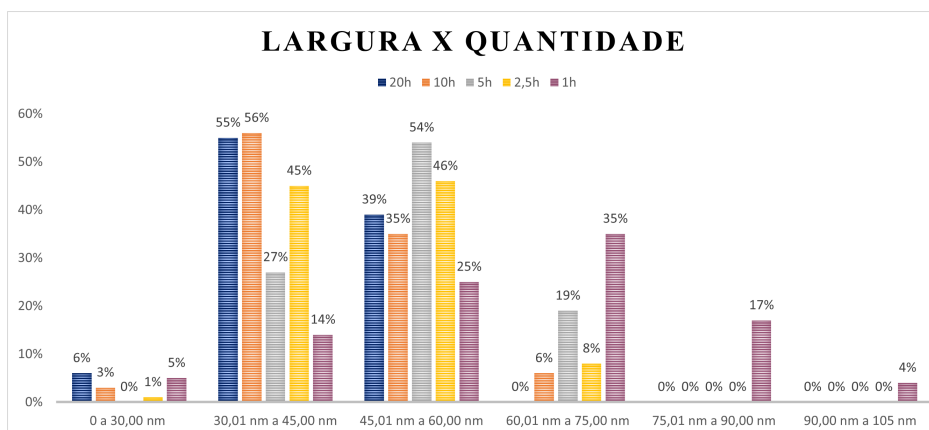
Figura 24 – Imagens de AFM das soluções diluídas de (a) gipsita planar 1 h; (b) gipsita planar 2,5 h; (c) gipsita planar 5 h; (d) gipsita planar 10 h e (e) gipsita planar 20 h.



Fonte: Autor (2024)

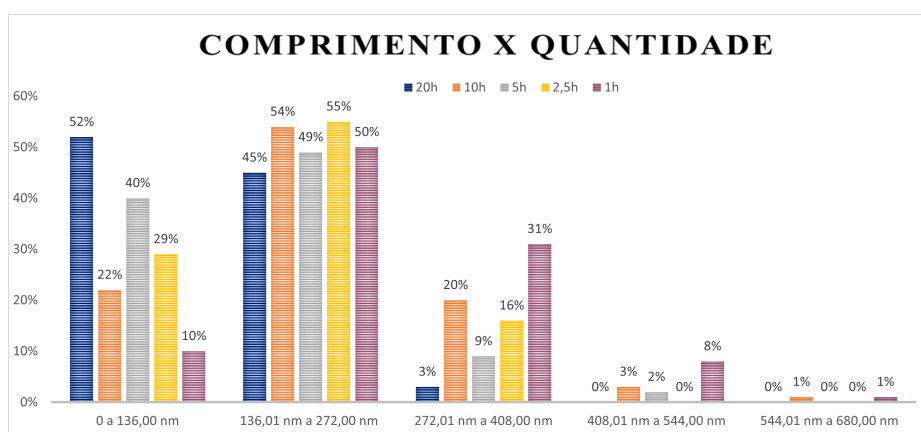
Com essas novas imagens de AFM foi possível visualizar que houve uma grande diminuição de materiais aglomerados, tornando possível a análise estatística que resultou nos Gráficos 8-10. Para todas as amostras foram analisadas as dimensões de 100 fitas nas imagens de AFM.

Gráfico 8 – Relação de Largura e Quantidade de fitas da gipsita planar.



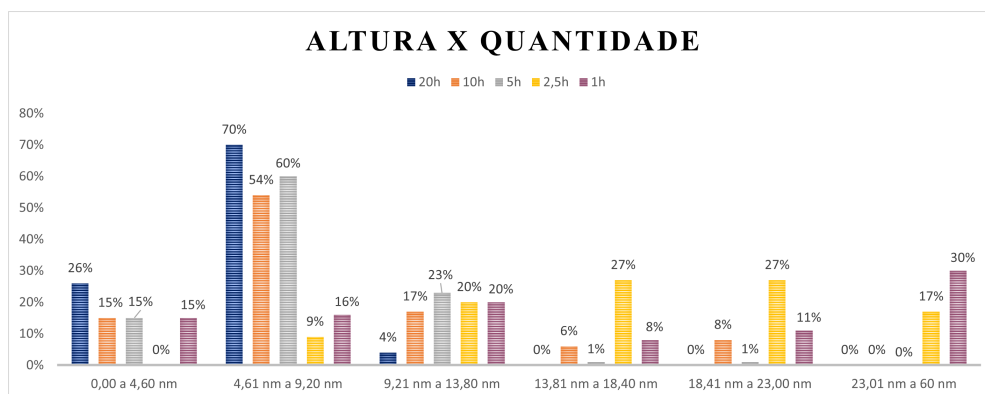
Fonte: Autor (2024)

Gráfico 9 – Relação de Comprimento e Quantidade de fitas da gipsita planar.



Fonte: Autor (2024)

Gráfico 10 – Relação de Altura e Quantidade de fitas da gipsita planar.



Fonte: Autor (2024)

Para a maioria das nanofitas produzidas com os tempos de sonicação de 2,5 h a 20 h, a largura está entre 30,0 e 60,0 nm. Somente as nanofitas produzidas com 1 h de sonicação que a

maioria tem largura de 60,0 a 75,0 nm. (Gráfico 8).

Com exceção das nanofitas produzidas com o tempo de sonicação de 20 h que tem a maioria das estruturas com comprimento abaixo de 136,0 nm, todas as outras nanoestruturas possuem comprimento majoritário na faixa de 136,0 a 272,0 nm (Gráfico 12).

Com relação à altura das nanofitas, observa-se que para os tempos de 20, 10 e 5 h de sonicação a predominância das alturas é na faixa de 4,6 a 9,2 nm. Estruturas com alturas menores que 4,6 nm são mais encontradas nas amostras produzidas com 20 h de sonicação e estruturas mais altas que 23,0 nm são encontradas somente nas amostras com menor tempo de sonicação (2,5 e 1 h) (Gráfico 13).

Os três gráficos ilustram que, com o aumento do tempo de sonicação, ocorre uma redução nas três dimensões dos nanomateriais.

A análise dessas medidas permitiu calcular as médias das dimensões (altura, largura e comprimento) das nanogipsitas obtidas a partir da gipsita planar em diferentes tempos de sonicação (Tabela 1).

Tabela 1 – Média das dimensões das nanogipsitas.

Tempo (h)	MÉDIA		
	Altura (nm)	Comprimento (μm)	Largura (nm)
20,0	6 \pm 2	0,14 \pm 0,05	43 \pm 8
10,0	9 \pm 5	0,21 \pm 0,10	46 \pm 9
5,0	8 \pm 3	0,18 \pm 0,08	52 \pm 9
2,5	18 \pm 7	0,18 \pm 0,07	47 \pm 8
1,0	18 \pm 14	0,26 \pm 0,10	61 \pm 17

Fonte: Autor (2024)

Após a análise dos dados apresentados na Tabela 1, pode-se observar uma tendência clara de diminuição das dimensões das nanogipsitas conforme o tempo de sonicação aumenta. Essa redução progressiva pode ser atribuída ao efeito mais intenso da sonicação sobre as partículas ao longo do tempo, resultando na fragmentação e esfoliação das nanocamadas de gipsita.

Esse comportamento é particularmente relevante, pois indica que o controle preciso do tempo de sonicação permite ajustar as dimensões finais dos nanomateriais, o que pode ser explorado para aplicações específicas que exigem características dimensionais distintas.

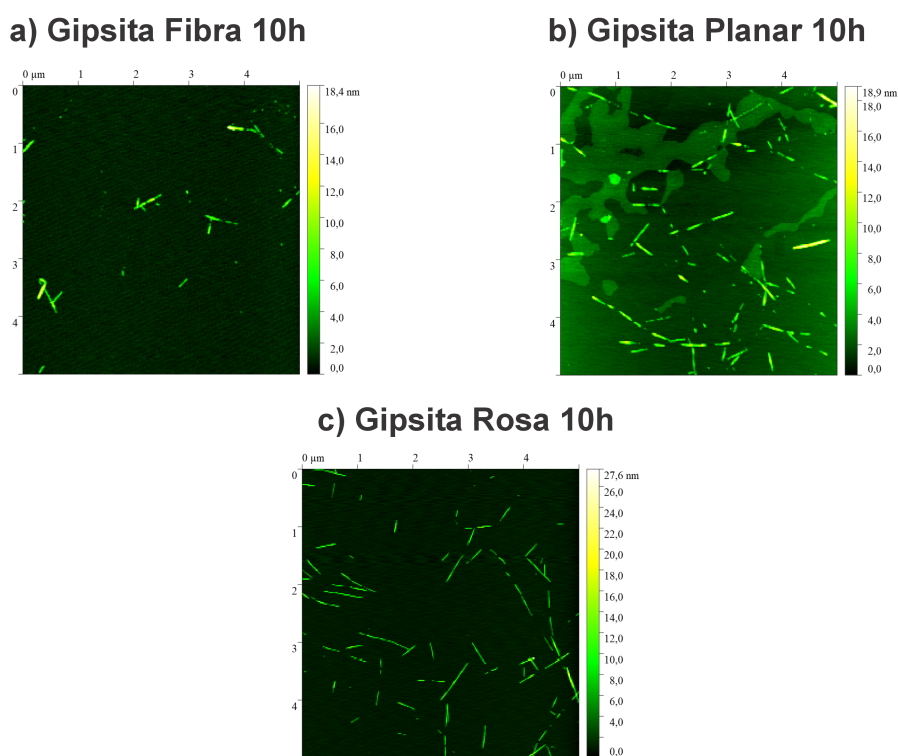
5.4 Comparação dimensional das gipsitas fibra, rosa e planar após 10 h de sonicação

Na etapa final deste trabalho, foi realizada uma comparação entre as diferentes variedades de gipsita (fibra, rosa e planar) após um tempo de sonicação de 10 horas, com o objetivo de verificar a existência de padrões dimensionais entre elas.

Para essa comparação, foram preparadas soluções com 10 ml de DMF e 60 mg de pó de gipsita. Após o processo de sonicação de 10 h e centrifuga a 1000 g por 1 h, a solução foi diluída em uma proporção de 1 parte da solução para 10 partes de DMF. Em seguida, a amostra foi depositada em mica e soprada com nitrogênio gasoso.

As imagens resultantes de AFM são apresentadas na Figura 25.

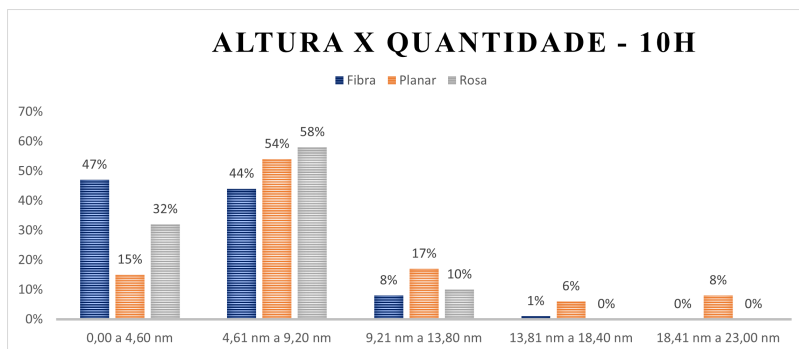
Figura 25 – Nanogipsita Fibra, Planar e Rosa diluída



Fonte: Autor (2024)

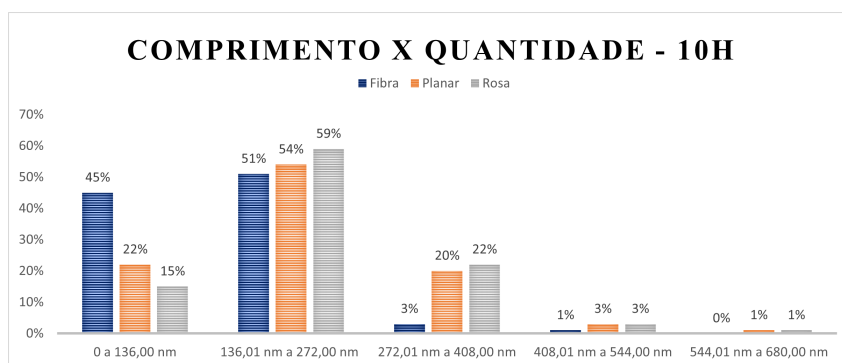
Com essas imagens, foi possível realizar uma análise estatística das dimensões de Altura, Comprimento e Largura dos nanomateriais. Os resultados dessas análises são apresentados nos Gráficos 11-13.

Gráfico 11 – Distribuição da Altura das Fitas de gipsita.



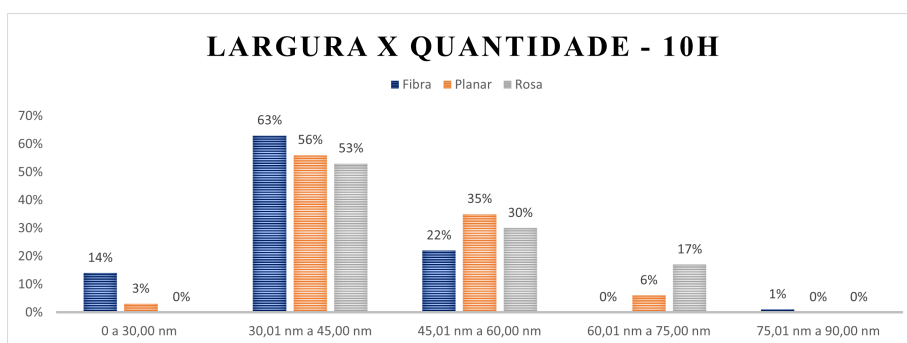
Fonte: Autor (2024)

Gráfico 12 – Distribuição do Comprimento das Fitas de gipsita.



Fonte: Autor (2024)

Gráfico 13 – Distribuição da Largura das Fitas de gipsita.



Fonte: Autor (2024)

Ao analisar esses gráficos, é possível identificar uma padronização nas concentrações de nanomateriais, com as alturas variando entre 4,6 nm e 9,2 nm, comprimentos entre 136,0 nm e 272,0 nm, e larguras entre 30,0 nm e 45,0 nm. Essa consistência sugere que, independentemente do tipo de gipsita utilizado, as dimensões dos nanomateriais produzidos tendem a seguir padrões estatísticos semelhantes.

Esses achados são corroborados pelos dados apresentados na seguinte tabela:

Tabela 2 – Médias das dimensões das nanogipsitas fibra, planar e rosa.

Gipsita	MÉDIA		
	Altura (nm)	Comprimento (μm)	Largura (nm)
Fibra	5 ± 2	$0,16 \pm 0,6$	40 ± 8
Planar	9 ± 5	$0,21 \pm 0,10$	46 ± 9
Rosa	6 ± 2	$0,22 \pm 0,09$	47 ± 11

Fonte: Autor (2024)

Ao analisar as médias das dimensões (altura, comprimento e largura) de cada tipo de gipsita, observasse que, embora as medidas não sejam idênticas, o desvio padrão entre as dimensões é próximo, sugerindo que as variações são mínimas e que os valores dimensionais se assemelham.

Entre as três variedades de gipsita, as amostras de gipsita rosa e planar apresentam padrões dimensionais mais próximos, especialmente quando se considera os valores médios de comprimento e largura.

6 CONCLUSÃO

Os resultados experimentais mostraram uma correlação clara entre o tempo de sonicação e as dimensões dos nanomateriais: com o aumento do tempo de sonicação, observa-se uma redução significativa na altura, comprimento e largura das nanofitas de gipsita. Esses achados sugerem que o controle preciso do tempo de sonicação é crucial para a obtenção de nanomateriais com dimensões específicas, o que pode ser explorado em diversas aplicações tecnológicas.

Inicialmente, nosso objetivo era a produção de materiais bidimensionais de gipsita. No entanto, com o avanço dos testes e análises realizadas ao longo do estudo, constatamos que os nanomateriais obtidos não se encaixam na definição de bidimensionais, mas sim de unidimensionais. Apesar de diversas tentativas, não conseguimos produzir estruturas verdadeiramente bidimensionais. Esse resultado, embora não tenha atingido o objetivo original, nos trouxe uma compreensão mais profunda das limitações e comportamentos da gipsita no processo de esfoliação em fase líquida, o que abre portas para novos estudos e abordagens que possam contornar esses obstáculos.

Por fim, o trabalho evidencia que é possível produzir nanomateriais a partir da Gipsita de forma que pode ser reproduzida em escala industrial utilizando o método de esfoliação em fase líquida (LPE - *Liquid Phase Exfoliation*) e o dimetilformamida (DMF - *Dimethylformamide*) como solvente.

REFERÊNCIAS

- ALENCAR, A. B. *et al.* Experimental and theoretical investigations of monolayer and few-layer talc. **2D Materials**, IOP Publishing, v. 2, n. 1, p. 015004, 2015.
- ANCHIETA, F. **Nanotecnologia: uma breve introdução**. 2020. Disponível em: <https://www.linkedin.com/pulse/nanotecnologia-uma-breve-introdu%C3%A7%C3%A3o-felipe-anchieta/?originalSubdomain=pt>. Acesso em: ago. 2023.
- BACKES, C. *et al.* Guidelines for exfoliation, characterization and processing of layered materials produced by liquid exfoliation. **Chemistry of materials**, ACS Publications, v. 29, n. 1, p. 243–255, 2017.
- BACKES, C. *et al.* Production of highly monolayer enriched dispersions of liquid-exfoliated nanosheets by liquid cascade centrifugation. **ACS nano**, ACS Publications, v. 10, n. 1, p. 1589–1601, 2016.
- BELANDRIA, E. **Propiedades vibracionales de nanotubos de carbono de doble pared vacíos y rellenos con Se, Te, Fe, HgTe, PbTe, CdSe y PbL2 (Propriétés vibrationnelles des nanotubes de carbone de double parois vides et remplies de Se, Te, Fe, HgTe, PbTe, CdSe et PbL2)**. Tese (Doutorado) — Université de Toulouse, Université Toulouse III-Paul Sabatier, 2008.
- BOEYENS, J. C. A.; ICHHARAM, V. V. H. Redetermination of the crystal structure of calcium sulphate dihydrate, caso4 · 2h2o. **Zeitschrift für Kristallographie - New Crystal Structures**, v. 217, n. JG, p. 9–10, 2002. Disponível em: <https://doi.org/10.1524/ncrs.2002.217.jg.9>.
- BØGGILD, P. The war on fake graphene. **Nature**, v. 562, p. 502–503, out. 2018. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/d41586-018-06939-4> Acesso em: ago. 2023.
- CAMARGOS, J. S. F.; SEMMER, A. de O.; SILVA, S. N. da. Características e aplicações do grafeno e do óxido de grafeno e as principais rotas para síntese. **The Journal of Engineering and Exact Sciences**, v. 3, n. 8, p. 1118–1130, 2017.
- EVERETT, D. H. Manual of symbols and terminology for physicochemical quantities and units, appendix ii: Definitions, terminology and symbols in colloid and surface chemistry. **Pure and Applied Chemistry**, De Gruyter, v. 31, n. 4, p. 577–638, 1972.
- GEOCIÊNCIAS-USP, I. de. **Gipsita - Materiais Didáticos**. 2020. Disponível em: <https://didatico.igc.usp.br/minerais/sulfatos/gipsita/>. Acesso em: ago. 2023.
- GOBBO, L. d. A. **Os compostos do clínquer Portland: sua caracterização por difração de raios-X e quantificação por refinamento de Rietveld**. Tese (Doutorado) — Universidade de São Paulo, 2003.
- HERRMANN, P. S. *et al.* Scanning force microscopy: a powerful tool on the study of polymers. **Polímeros**, SciELO Brasil, v. 7, p. 51–61, 1997.
- JÚNIOR, E. R. G.; GONÇALVES, V. S. Grafeno e suas aplicações no desenvolvimento de inovações tecnológicas: uma análise bibliométrica. **Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia**, v. 10, p. 81–81, 2018. ISSN 1984-5693.
- JÚNIOR, L. d. M. C. *et al.* **Síntese e caracterização de óxidos magnéticos diluídos nanoestruturados preparados por moagem mecânica**. Universidade Federal de Alfenas, 2014.

- LUZ, A. B. d.; LINS, F. A. F. **Rochas & minerais industriais: usos e especificações**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2005. Gipsita p. 449–470.
- LUZ, A. B. d.; LINS, F. A. F. **Rochas & minerais industriais: usos e especificações**. Rio de Janeiro: CETEM/MCT, 2008. v. 2. Gipsita p. 449-470.
- MARQUES, E. F. Da nanociência à nanotecnologia. **Revista de Ciência Elementar**, Casa das Ciências, v. 2, n. 3, 2014.
- MOTA, L. M. *et al.* Soapstone reinforced hydroxyapatite coatings for biomedical applications. **Surface and Coatings Technology**, Elsevier, v. 397, p. 126005, 2020.
- NASCIMENTO-DIAS, B. L. do. Aplicação da difração de raios x para caracterização mineralógica de meteoritos: Conceitos físicos e os processos experimentais. **Revista Brasileira de Física Tecnológica Aplicada**, v. 8, n. 2, 2021.
- NICOLOSI, V. *et al.* Liquid exfoliation of layered materials. **Science**, American Association for the Advancement of Science, v. 340, n. 6139, p. 1226419, 2013.
- OLIVEIRA, F. M. d. C. *et al.* Características mineralógicas e cristalográficas da gipsita do araripe. **HOLOS**, v. 5, p. 71–82, nov. 2012. Disponível em: <https://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/1140> Acesso em: ago. 2023.
- OLIVEIRA, J. N. d. S. R. *et al.* **Influências do tipo de sonda, substrato e meio circundante nas curvas de força de adesões por AFM**. Universidade Federal de Alagoas, 2022.
- PINTO, E. S. **Nanolitografia por Microscopia de Varredura por Sonda**. Tese (Doutorado) — Dissertação de Mestrado em Física, Universidade Federal de Minas Gerais . . . , 2005.
- PRIYADARSINI, S. *et al.* Graphene and graphene oxide as nanomaterials for medicine and biology application. **Journal of Nanostructure in Chemistry**, Springer, v. 8, p. 123–137, 2018.
- RÓZ, A. L. D. *et al.* **Grandes áreas da nanociência – princípios e aplicações: Volume 2**. Rio de Janeiro: Elsevier, 2015a.
- RÓZ, A. L. D. *et al.* **Nanoestruturas – Princípios e Aplicações: Volume 1**. Rio de Janeiro: Elsevier, 2015b.
- SILVA, E.; CARDOSO, G.; GUEDES, L. Análise comparativa da qualidade de homogeneização em gral de porcelana e em saco plástico na manipulação de pós. **REVISTA ELETRÔNICA DE FARMÁCIA DAS FACULDADES**, v. 3, n. 1, p. 5, 2013.
- SILVA, K. K. de M. *et al.* Caracterização química e mineralógica dos resíduos da mineração de gipsita no semiárido pernambucano. **HOLOS**, v. 6, p. 194–200, dez. 2017. Disponível em: <https://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/6456>.
- SINGH, V. *et al.* Graphene based materials: past, present and future. **Progress in materials science**, Elsevier, v. 56, n. 8, p. 1178–1271, 2011.
- SOBRINHO, A. *et al.* Balanço mineral brasileiro. **Departamento Nacional de Produção Mineral–DNPM**, 2001. Recife, PE. Gipsita p. 1–23.

SOUSA, S. M. *et al.* Liquid phase exfoliation of talc: effect of the medium on flake size and shape. **Beilstein Journal of Nanotechnology**, Beilstein-Institut, v. 14, n. 1, p. 68–78, 2023.

SUN, Y.; WU, Q.; SHI, G. Graphene based new energy materials. **Energy & Environmental Science**, Royal Society of Chemistry, v. 4, n. 4, p. 1113–1132, 2011.

TORRES, H. S. S.; VARAJÃO, A. F. D. C.; SABIONI, A. C. S. Technological properties of ceramic produced from steatite (soapstone) residues–kaolinite clay ceramic composites. **Applied Clay Science**, Elsevier, v. 112, p. 53–61, 2015.

WANG, X.-Y.; NARITA, A.; MÜLLEN, K. Precision synthesis versus bulk-scale fabrication of graphenes. **Nature Reviews Chemistry**, Nature Publishing Group UK London, v. 2, n. 1, p. 0100, 2017.

WEI, D.; KIVIOJA, J. Graphene for energy solutions and its industrialization. **Nanoscale**, Royal Society of Chemistry, v. 5, n. 21, p. 10108–10126, 2013.