



Serviço Público Federal
Ministério da Educação
Fundação Universidade Federal de Mato Grosso do Sul



Curso de ENGENHARIA FÍSICA
Trabalho de Conclusão de Curso

Efeitos da incorporação de pontos de carbono sobre a matriz de óxido de grafeno reduzido no armazenamento de energia.

RAQUEL DE PAULA TERÊNCIO

Orientador: Prof. Dr. Diego Carvalho Barbosa Alves

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Engenharia Física do Instituto de Física (INFI), da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (UFMS).

Campo Grande – MS
Novembro/2025



Serviço Público Federal
Ministério da Educação
Fundação Universidade Federal de Mato Grosso do Sul



*“Se você não tivesse capacidade, Deus não te daria a
oportunidade. Seus medos você já conhece, experimente
suas coragens.”*

(Santa Teresinha do Menino Jesus)



AGRADECIMENTOS

Gratidão. Agradeço primeiramente a Deus, pela vida, pelas oportunidades concedidas, por me permitir estudar e realizar este trabalho. A Jesus Cristo e à minha Mãe Santíssima, Virgem Maria, por me fortalecerem em cada passo da minha jornada.

Aos meus pais, Artaxerxes Paulo Sandro Luiz Terêncio e Viviane Pires de Paula, que foram as mãos de Deus cuidando do meu caminho. Quando fecho os olhos, volto a ser criança, naquela mesinha da cozinha, com vocês ao meu lado, me incentivando a estudar. Agradeço por cada palavra de apoio e por sustentarem os passos que me levaram até essa conquista. À minha irmã, Maria Clara de Paula Terêncio, pelo companheirismo e carinho, sinto-me abençoada por ter você presente em todos os momentos da minha vida. E aos meus avós, que me ensinaram que a fé é o valor que multiplica todos os outros. Eu amo vocês.

Minha eterna gratidão aos professores que contribuíram para a minha formação, por cada aula ministrada e pelos valiosos ensinamentos compartilhados. Em especial, ao meu orientador, Dr. Diego Carvalho Barbosa Alves e ao professor Dr. Diogo Duarte dos Reis, pelo acolhimento e paciência em todos os momentos que precisei de suporte e apoio. A orientação e generosidade de vocês foram fundamentais na minha caminhada.

Ao professor Fabiano Vargas Pereira, do Departamento de Química, localizado na Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), por sintetizar os *carbon dots* e assim, colaborar na execução deste trabalho.

Aos técnicos de laboratório, Flávio Santana e Luiz Felipe Praça, pelo auxílio, paciência e colaboração durante as medições.

Aos colegas de laboratório, do grupo de Nanomateriais Aplicados e Dispositivos, pela contribuição nessa jornada e em especial, ao grupo de supercapacitores, pelo companheirismo durante a pesquisa.

E, por fim, minha gratidão à pequena Raquel. Espero que esteja orgulhosa de nós.



RESUMO

A transição para fontes de energia renovável aumenta a demanda por sistemas de armazenamento eficientes. Os supercapacitores se destacam nesse cenário devido à sua alta densidade de potência e longa vida útil, porém, sua baixa densidade de energia motiva a busca por novos materiais de eletrodo. Este trabalho investigou o potencial de compósitos de aerografeno (ArGO) e *carbon dots* (CDs) para superar essa limitação. Foram sintetizados aerografeno puro e compósitos com três diferentes teores de CDs (1%, 5% e 10%), submetidos a tratamento térmico e caracterizados morfologicamente por microscopia eletrônica de varredura (MEV). A performance eletroquímica foi avaliada por voltametria cíclica e ensaios de carga/descarga galvanostática em eletrólito de H_2SO_4 1M. Os resultados demonstram que o tratamento térmico e a incorporação de CDs otimizam significativamente o desempenho. Especificamente, o compósito com 10% de CDs submetido ao tratamento térmico atingiu uma capacitância específica de $625,13 \text{ F} \cdot \text{g}^{-1}$, mantendo a estabilidade eletroquímica. A análise do diagrama de Ragone confirmou o comportamento típico de supercapacitores, posicionando os materiais desenvolvidos como candidatos promissores para aplicação em dispositivos de armazenamento de energia de alta performance.

Keywords: Supercapacitor. Aerografeno. Pontos de Carbono. Desempenho Eletroquímico. Armazenamento de Energia.



ABSTRACT

The transition to renewable energy sources increases the demand for efficient energy storage systems. Supercapacitors stand out in this scenario due to their high power density and long cycle life; however, their low energy density motivates the search for new electrode materials. This work investigated the potential of aerographene (ArGO) and carbon dots (CDs) composites to overcome this limitation. Pure aerographene and composites with three different CDs mass ratios (1%, 5%, and 10%) were synthesized, subjected to thermal treatment, and morphologically characterized by scanning electron microscopy (SEM). The electrochemical performance was evaluated by cyclic voltammetry and galvanostatic charge/discharge tests in a 1M H₂SO₄ electrolyte. The results demonstrate that thermal treatment and the incorporation of CDs significantly optimize performance. Specifically, the composite with 10% CDs submitted to thermal treatment achieved a specific capacitance of 625.13 F·g⁻¹ while maintaining electrochemical stability. The Ragone plot analysis confirmed typical supercapacitor behavior, positioning the developed materials as promising candidates for application in high-performance energy storage devices.

Keywords: Supercapacitor. Aerographene. Carbon Dots. Electrochemical Performance. Energy Storage.



LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Modelo esquemático de um supercapacitor no estado carregado. Fonte: Adaptado de Drummond et al., 2019.....	14
Figura 2. Fluxograma de classificação de supercapacitores de acordo com o mecanismo de armazenamento de energia. Fonte: Adaptado de Şahin; Blaabjerg; Sangwongwanich, 2020.....	14
Figura 3. Representação dos tipos de supercapacitor; (a) capacitor de dupla camada elétrica, (b) pseudocapacitor e (c) supercapacitor híbrido. Fonte: Adaptado de Yang et al., 2022.....	16
Figura 4. Diagrama de Ragone para diferentes dispositivos de armazenamento de energia. Fonte: Adaptada de Jagadale et al., 2019.....	17
Figura 5. a) Estrutura básica do grafeno e formação de materiais grafíticos de diferentes dimensões, como b) fullereno, c) nanotubo e d) grafite. Fonte: Adaptado de Geim; Novoselov, 2007.....	18
Figura 6. Diferentes frações fluorescentes, após separação e purificação de nanotubos de carbono. Fonte: Adaptado de Xu et al., 2004.....	20
Figura 7. Esquema das abordagens de síntese de carbon dots, top-down e bottom-up. Fonte: Adaptado de Ross et al., 2020.....	21
Figura 8. Diferentes tipos carbon dots, pontos quânticos de grafeno (GQDs), pontos quânticos de carbono (CQDs), nanopontos de carbono (CNDs) e pontos de polímero carbonizados (CPDs). Fonte: Adaptado de Ozyurt et al., 2023.....	22
Figura 9. Síntese de CDs incorporados em ArGO, sendo a) solução de CDs com concentração de 2,5 mg/mL, b) GO com concentração de 4,95 mg/mL, c) reator sem tampa contendo os tubos com a solução de CDs e GO, d) reator com tampa, e) etapa de síntese na mufla, f) amostras sintetizadas, g) colocadas em microtubos Eppendorf, h) liofilizador e i) amostra liofilizada. Fonte: Imagem própria do autor.....	24
Figura 10. Etapas para a preparação dos eletrodos, sendo; a) disco de ArGO, b) barquinha com os discos de ArGO c) forno tubular e d) disco conectado ao eletrodo de carbono vítreo. Fonte: Imagem própria do autor.....	26
Figura 11. Equipamentos a) Sputter e b) Microscópio Eletrônico de Varredura, utilizados para a caracterização morfológica e c) amostras sobre os stubs e inseridas na câmara. Fonte: Imagem própria do autor.....	27
Figura 13. Célula eletroquímica de três eletrodos. Fonte: Imagem própria do autor.....	28
Figura 17. Comparação dos valores de a) capacitância específica e b) densidade de energia entre amostras tratadas e não tratadas termicamente, obtidos a $0,5 \text{ A} \cdot \text{g}^{-1}$, na janela de potencial de 0 V a -0,4 V. Fonte: Imagem própria do autor.....	38
Figura 18. Comparação do desempenho eletroquímico antes e após o tratamento térmico. a) Densidade de energia versus densidade de corrente. b) Curva de Ragone (densidade de energia versus densidade de potência).	



Fonte: Imagem própria do autor.....	40
Figura 19. Comparação dos valores de a) capacitância específica e b) densidade de energia entre amostras tratadas e não tratadas termicamente, obtidos a $0,5 \text{ A} \cdot \text{g}^{-1}$, na janela de potencial de 0 V a 0,4 V.	
Fonte: Imagem própria do autor.....	41
Figura 20. Comparação do desempenho eletroquímico antes e após o tratamento térmico. a) Densidade de energia versus densidade de corrente. b) Curva de Ragone (densidade de energia versus densidade de potência).	
Fonte: Imagem própria do autor.....	42
Figura 21. Diagrama de Ragone comparativo: posicionamento eletroquímico das amostras nas janelas de potencial negativa (0 V a -0,4 V, círculo verde) e positiva (0 V a 0,4 V, círculo vermelho) em relação a outras tecnologias de armazenamento de energia.	
Fonte: Adaptada de Jagadale et al., 2019.....	43



SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	9
2. OBJETIVOS.....	11
2.1. Objetivo Geral.....	11
2.2. Objetivos Específicos.....	11
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	12
3.1. Dispositivos de armazenamento de energia.....	12
3.1.1. Baterias.....	12
3.1.2. Capacitores e Supercapacitores.....	12
3.1.3. Comparação entre dispositivos.....	16
3.2. Nanomateriais de carbono.....	17
3.2.1. Grafeno.....	17
3.2.2. Pontos de carbono (carbon dots).....	19
4. METODOLOGIA.....	23
4.1. Síntese do aerografeno (ArGO).....	23
4.2. Incorporação com CDs.....	23
4.3. Preparação dos Eletrodos.....	24
4.3.1. Corte das amostras.....	24
4.3.2. Tratamento térmico.....	25
4.3.3. Preparação e Colagem das amostras.....	25
4.4. Caracterização dos materiais.....	26
4.4.1. Caracterização Morfológica.....	26
4.4.2. Caracterização Eletroquímica.....	27
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	32
5.1. Caracterização Morfológica.....	32
5.2. Caracterização Eletroquímica.....	33
5.2.1. Voltametria Cíclica (VC).....	33
5.2.1.1. Amostras não tratadas termicamente.....	33
5.2.1.2. Amostras tratadas termicamente.....	35
5.2.2. Carga e Descarga (GCD).....	36
5.2.2.1. Janela de potencial negativa.....	37
5.2.2.2. Janela de potencial positiva.....	40
6. CONCLUSÃO.....	45
7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	47



1. INTRODUÇÃO

O século XXI está marcado por fortes questões ambientais. No contexto de um mundo cada vez mais eletrificado, o armazenamento de energia sustentável tornou-se uma abordagem recorrente, devido às crescentes demandas energéticas ocasionadas pelo crescimento populacional e o avanço da industrialização, apresentando desafios para o desenvolvimento de tecnologias que realizam a conversão e armazenamento energético a partir de fontes renováveis [1]. Ao longo dos anos, as necessidades energéticas da sociedade contemporânea foram atendidas por combustíveis fósseis, fontes não renováveis que resultaram em alterações climáticas, com impactos ambientais severos, econômicos, além de serem recursos limitados. Os efeitos de seu consumo extensivo, levaram à busca de alternativas renováveis que minimizem ou eliminem a dependência de combustíveis fósseis, como energia solar e eólica [2]. No contexto mundial, a crescente utilização de fontes de energia renováveis resultou em uma profunda transição energética. Entretanto, essas fontes dependem significativamente das condições climáticas, impulsionando pesquisas e avanços no desenvolvimento e aperfeiçoamento de dispositivos e sistemas de armazenamento de energia. Os principais sistemas que realizam o armazenamento de energia são magnética, mecânica, eletroquímica e térmica [3, 4].

Dentre essas estratégias, o armazenamento eletroquímico de energia se destaca pela alta eficiência, versatilidade e aplicabilidade em escala, como no setor automotivo e eletrônica [5]. Esta categoria é dominada por duas classes principais de dispositivos: baterias, que oferecem alta densidade de energia para armazenamento de longo prazo; e os supercapacitores (ou capacitores eletroquímicos), combinando uma densidade de energia razoável com alta densidade de potência, longa vida útil e rápidos ciclos de carga e descarga [5, 6].

Neste contexto, o desenvolvimento de nanomateriais que possam ser usados como eletrodo de alto desempenho é crucial para superar as limitações atuais dos supercapacitores, principalmente no que se refere ao aumento da sua densidade de energia sem comprometer sua potência e durabilidade. Materiais carbonáceos nanoporosos, como o óxido de grafeno reduzido (rGO) autoestruturado na forma de aerogéis (aerografeno), emergem como candidatos promissores devido à sua alta área superficial, porosidade e estabilidade [4].



Assim, a incorporação de nanomateriais, como os *carbon dots* (CDs), apresenta um potencial significativo para modificar as propriedades eletroquímicas do rGO.

Diante desse panorama, este trabalho se propõe a investigar o potencial eletroquímico de compósitos de óxido de grafeno reduzido autoestruturado (aerografeno) e *carbon dots* como materiais de eletrodo para supercapacitores. Os caminhos metodológicos e os objetivos específicos que guiaram esta investigação são detalhados no capítulo a seguir.



2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Este trabalho, tem como objetivo estudar as características eletroquímicas como capacitância específica e densidade de energia de eletrodos de óxido de grafeno reduzido autoestruturado, puro e incorporado com *carbon dots*, quando aplicados como dispositivos supercapacitores.

2.2. Objetivos Específicos

Para a realização do objetivo geral, foram estabelecidos os seguintes objetivos específicos:

- i) Sintetizar o aerografeno (ArGO);
- ii) Sintetizar compósitos de aerografeno com incorporação de *carbon dots*, do tipo ACR, em diferentes incorporações (1%, 5% e 10%);
- iii) Realizar a caracterização morfológica dos materiais sintetizados;
- iv) Realizar a caracterização eletroquímica dos eletrodos produzidos, incluindo testes em diferentes janelas de potencial;
- v) Avaliar a influência do tratamento térmico no desempenho eletroquímico dos materiais;
- vi) Verificar se os eletrodos desenvolvidos apresentam comportamento característico de dispositivos supercapacitores.



3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1. Dispositivos de armazenamento de energia

Entre os diversos sistemas capazes de armazenar energia, destacam-se os baseados em conversões eletroquímicas, aplicados em dispositivos eletroquímicos, como baterias e supercapacitores. Esses dispositivos acumuladores de energia eletroquímica, mesmo apresentando mecanismos distintos de armazenamento e conversão, possuem montagens similares, baseada em eletrodos imersos em uma solução eletrolítica [7]. Neste tópico, abordaremos os dispositivos de armazenamento de energia a seguir: baterias, capacitores e supercapacitores.

3.1.1. Baterias

As baterias são caracterizadas pelo acúmulo de energia através de reações químicas de oxirredução (redox), convertendo energia química em energia elétrica [7, 8]. De maneira simples, uma bateria (célula) consiste em dois eletrodos, constituídos de materiais distintos, imersos em um eletrólito condutor iônico e separados por um material poroso que evita o curto-circuito. O princípio de funcionamento baseia-se em reações redox espontâneas e reversíveis. Durante a descarga, o eletrodo negativo (ânodo) sofre oxidação, liberando elétrons para o circuito externo. Simultaneamente, o eletrodo positivo (cátodo) sofre redução, consumindo esses elétrons. Diferentemente dos supercapacitores, onde o armazenamento é predominantemente físico (formação de dupla camada elétrica), o processo em baterias envolve transformações químicas nos materiais dos eletrodos, com transferência de elétrons e, frequentemente, inserção/remoção de íons em sua estrutura (intercalação) [8, 9].

3.1.2. Capacitores e Supercapacitores

Os avanços tecnológicos permitiram a ampla adoção dos capacitores convencionais, tornando-os componentes essenciais no cotidiano humano. Esses dispositivos, são compostos por duas placas condutoras que são separadas por um material isolante (dielétrico). Com uma tensão aplicada ao capacitor, os elétrons se acumulam na placa negativa, tornando-a excessivamente carregada, enquanto uma deficiência de elétrons (carga positiva) é induzida na placa positiva. Essa separação de cargas opostas, sustentada pela presença do dielétrico que



impede um curto-circuito, gera um campo elétrico entre as placas, armazenando energia eletrostática de forma reversível [10]. Os capacitores convencionais possuem elevada densidade de potência, mas apresentam densidade de energia consideravelmente baixa, quando comparados às baterias.

Os capacitores eletroquímicos, ou supercapacitores, são dispositivos promissores que armazenam e liberam energia de forma rápida, combinando a alta densidade de potência de um capacitor, mas ainda modesta densidade de energia se comparado a uma bateria. Dentre as inúmeras vantagens, os supercapacitores apresentam baixo custo, alto ciclo de vida, fácil manutenção, elevada densidade de potência, carga/descarga rápida e são ecologicamente corretos [11 12]. Entretanto, apesar de seu desempenho superior aos capacitores convencionais, os supercapacitores apresentam densidade de energia inferior às baterias, o que justifica as inúmeras pesquisas em torno do aperfeiçoamento desses dispositivos.

Os supercapacitores são constituídos por dois eletrodos, um eletrólito, um separador que isola os dois eletrodos eletricamente e um coletor de corrente, conforme mostra o modelo esquemático apresentado na Figura 1 [14, 12]. A escolha do eletrólito adequado é fundamental, uma vez que, o desempenho do dispositivo está relacionado à condutividade do eletrólito, que facilita o transporte e adsorção de íons na superfície do eletrodo. Os eletrodos são considerados um dos componentes mais importantes em um supercapacitor, principalmente pela elevada área de superfície do material eletroativo [13]. Resumidamente, o aperfeiçoamento das características eletroquímicas de um supercapacitor depende do eletrólito, material de eletrodo e intervalo de potencial.

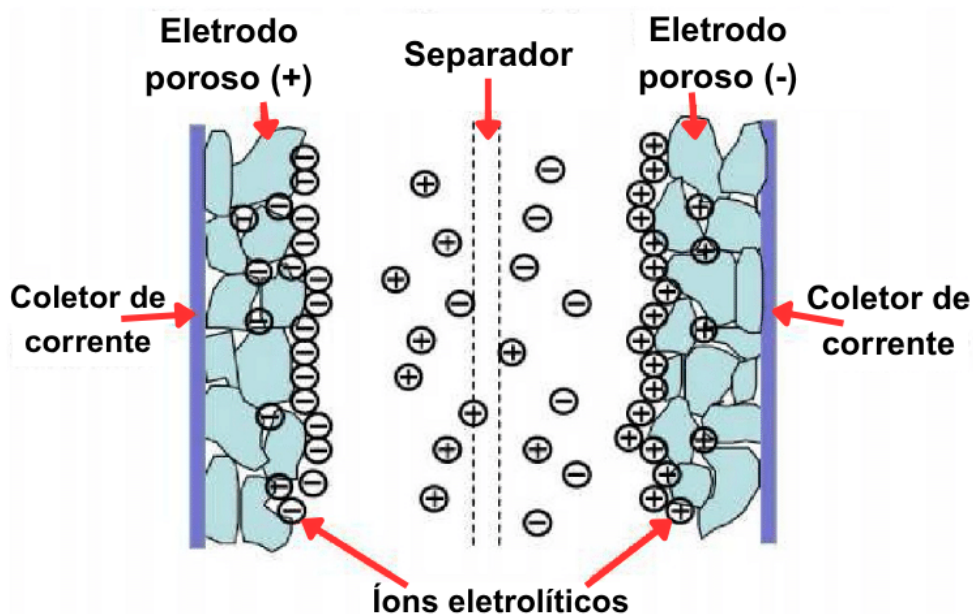


Figura 1. Modelo esquemático de um supercapacitor no estado carregado.
Fonte: Adaptado de Drummond et al., 2019.

Os supercapacitores são classificados em três categorias, sendo elas: pseudocapacitores, capacitores de dupla camada elétrica e capacitores híbridos, representados esquematicamente na Figura 2 [11, 15]. Os mecanismos de armazenamento de energia dependem dos materiais ativos implementados como eletrodos e ajudam na classificação do dispositivo [16].

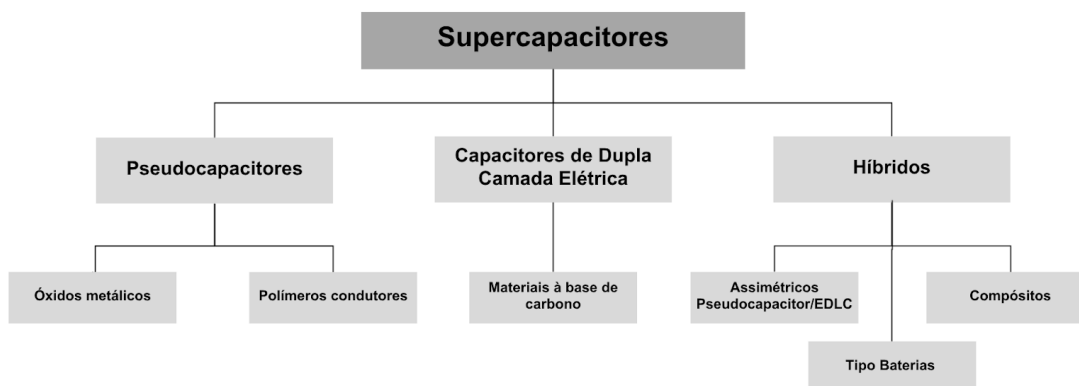


Figura 2. Fluxograma de classificação de supercapacitores de acordo com o mecanismo de armazenamento de energia.

Fonte: Adaptado de Şahin; Blaabjerg; Sangwongwanich, 2020.

Os pseudocapacitores armazenam energia, predominantemente, por meio de reações redox faradaicas, rápidas e reversíveis na superfície do eletrodo e coexistem com processos não-faradaicos [17, 18]. Assim, o armazenamento de cargas ocorre devido à transferência de



elétron na interface eletrodo/eletrólito, alcançando alta capacitância [19, 20]. Ao submeter o pseudocapacitor a uma determinada variação de potencial, ocorrem as reações oxidação/redução nos eletrodos, resultando na passagem da corrente faradaica pelo material do eletrodo e conseqüentemente, em valores elevados de capacitância e densidade de energia [21]. Entretanto, os pseudocapacitores apresentam baixa densidade de potência devido aos processos faradaicos lentos, em comparação aos não-faradaicos [22]. Os materiais de eletrodo comumente utilizados são óxidos metálicos, como dióxido de rutênio (RuO_2) [23], óxido de manganês (MnO_2) [24], assim como polímeros condutores, como a polianilina (PANI) [25] e polipirrol (PPy) [26].

Em capacitores de dupla camada elétrica (EDLC), a capacitância é obtida pelo acúmulo de carga eletrostática, na interface eletrodo/eletrólito. Desse modo, quando é aplicada uma diferença de potencial, os íons são adsorvidos na superfície do eletrodo devido às interações eletrostáticas, sem a ocorrência de reações redox ou transferências de cargas envolvidas e o armazenamento de energia ocorre pela separação de cargas e a formação da dupla camada de cargas opostas na interface entre o eletrodo e o eletrólito [27, 28]. Assim, os EDLCs apresentam dependência em relação a área superficial do eletrodo e à alta porosidade do material, uma vez que, essas propriedades influenciam nos valores da capacitância [17, 29]. Os EDLCs são, geralmente, constituídos de dois materiais à base de carbono utilizados como eletrodo, um eletrólito e um separador. A utilização de nanomateriais carbonáceos, como grafeno, aerogéis de carbono, nanotubos de carbono, entre outros, são considerados economicamente vantajosos, devido à ampla disponibilidade das fontes de carbono e relativo baixos custos de fabricação [27]. Como vantagem, os capacitores de dupla camada elétrica apresentam elevada densidade de potência, rápida capacidade de carga/descarga e longa estabilidade cíclica [30, 31].

Os supercapacitores híbridos são dispositivos que combinam os materiais aplicados em capacitores de dupla camada elétrica e pseudocapacitores, ou materiais do tipo bateria, em uma única célula e assim, armazenam energia elétrica através dos processos faradaicos e não-faradaicos [32, 33, 34]. Portanto, são capazes de proporcionar alta capacitância específica, característica de um pseudocapacitor e como um EDLC, apresentam elevada densidade de potência e estabilidade cíclica [35]. Os supercapacitores híbridos podem ser divididos em assimétricos, compósitos e tipo bateria. Os assimétricos empregam materiais à

base de carbono, característicos de capacitores de dupla camada elétrica, no eletrodo negativo e polímeros condutores ou óxidos metálicos no eletrodo positivo, materiais comuns em pseudocapacitores [10, 35]. Já os eletrodos de compósitos, apresentam materiais carbonáceos incorporados com materiais pseudocapacitivos no mesmo eletrodo, formando um compósito [10, 35]. Os híbridos tipo baterias, contêm um eletrodo com materiais comuns de supercapacitores e outro eletrodo com materiais aplicados em baterias [10, 35]. Essas combinações, melhoram a ampliação da faixa de potencial, estabilidade cíclica e permitem que os supercapacitores híbridos proporcionem valores de capacitância específica, densidade de energia e densidade potência superiores, quando comparados aos EDLCs e pseudocapacitores [27, 35].

Os tipos de supercapacitores, EDLCs, pseudocapacitores e híbridos podem ser identificados através da Figura 3 [36].

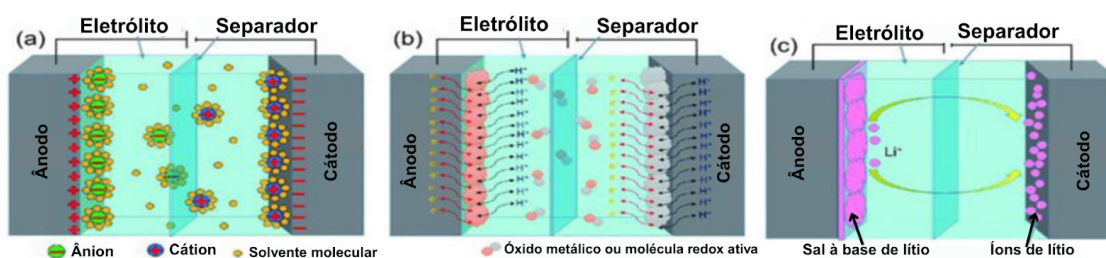


Figura 3. Representação dos tipos de supercapacitor; (a) capacitor de dupla camada elétrica, (b) pseudocapacitor e (c) supercapacitor híbrido.

Fonte: Adaptado de Yang et al., 2022.

3.1.3. Comparação entre dispositivos.

Devido à ampla variedade de dispositivos de armazenamento de energia, podem surgir dúvidas quanto aos critérios adequados de comparação. De modo geral, o desempenho dos dispositivos de armazenamento de energia pode ser avaliado pelo diagrama de Ragone, que relaciona a densidade de potência e a densidade de energia. Como exemplo, a Figura 4 apresenta o diagrama de Ragone associando os principais dispositivos de armazenamento de energia [37].

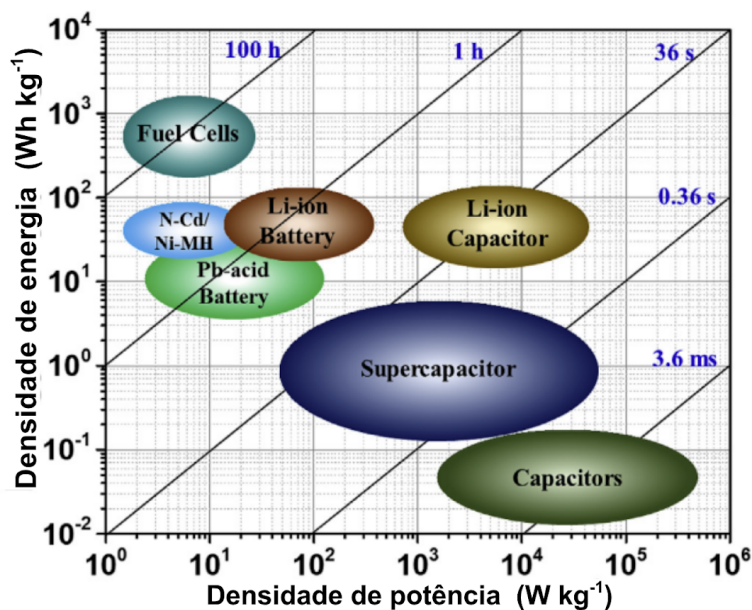


Figura 4. Diagrama de Ragone para diferentes dispositivos de armazenamento de energia.
Fonte: Adaptada de Jagadale et al., 2019.

Com este diagrama, fica evidente a comparação e a clara separação que existe entre cada categoria de dispositivos apresentados.

3.2. Nanomateriais de carbono

3.2.1. Grafeno

Existe uma diversidade de nanomateriais de carbono, tais como o grafeno, nanotubo de carbono, óxido de grafeno e seus derivados, fulereno e outros [38]. A idéia deste tópico é comentar um pouco sobre alguns deles, além de reforçar que cada um deles tem nome, formato e características físicas e/ou químicas distintas. O grafeno, por exemplo, é um nanomaterial bidimensional, composto por uma camada de átomos de carbono com hibridização sp^2 , dispostos em uma estrutura hexagonal, base fundamental para a formação de materiais grafiticos que se apresentam em diferentes dimensões (Figura 5a), exemplificados como fulereno (0D) (Figura 5b), nanotubos de carbono (1D) (Figura 5c), ou empilhado em grafite (3D) (Figura 5d) [38, 39]. Esse alótropo de carbono, tem impulsionado inúmeras pesquisas, após o isolamento em forma de monocamada, através da esfoliação mecânica, em 2004, pelos físicos André Geim e Konstantin Novoselov [40].

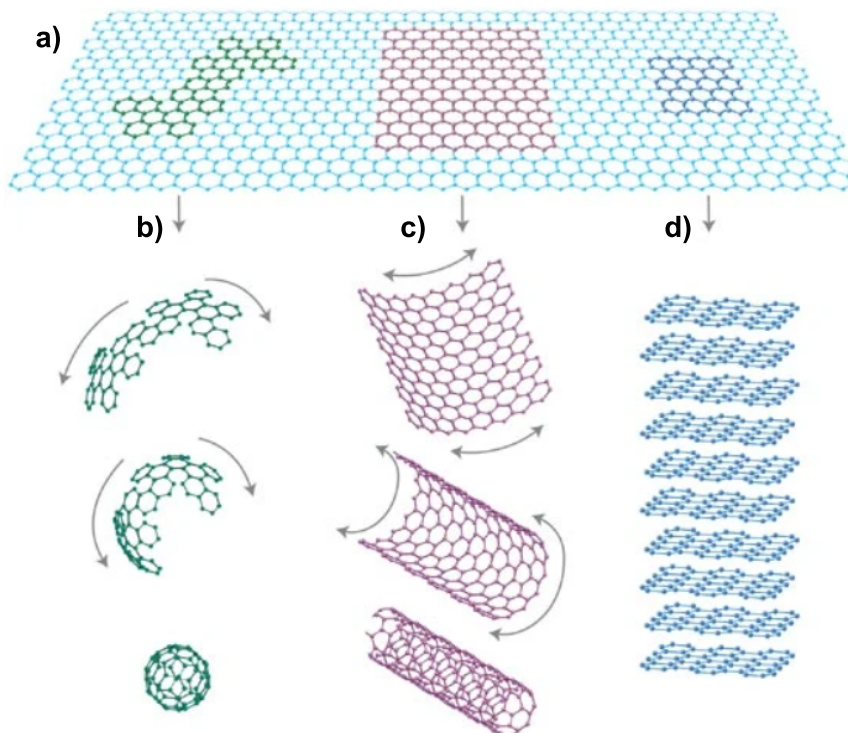


Figura 5. a) Estrutura básica do grafeno e formação de materiais grafiticos de diferentes dimensões, como b) fulereno, c) nanotubo e d) grafite.

Fonte: Adaptado de Geim; Novoselov, 2007.

O crescente interesse da comunidade científica sobre o grafeno, é devido às excelentes propriedades, como a elevada estabilidade e condutividade térmica de aproximadamente $5000 \text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\text{K}^{-1}$ a temperatura ambiente [41], excelente mobilidade eletrônica, $(250.000 \text{ cm}^2\cdot\text{V}^{-1}\text{s}^{-1})$ [42] e a combinação de sua leveza e flexibilidade, com uma excepcional rigidez mecânica, tornando-o promissor em inúmeras aplicações [39]. Essas propriedades foram estudadas, de modo que, o grafeno pode ser utilizado em painéis solares, produção de tintas, sensores, em aplicações médicas, entre outros [43].

O grafeno apresenta um potencial considerável para aplicação como material de eletrodo em dispositivos de armazenamento de energia. No entanto, dois grandes obstáculos impedem sua utilização em larga escala: os desafios inerentes à sua produção massiva e, principalmente, a falta de sítios ativos em sua superfície, decorrente da estabilidade das ligações sp^2 na rede carbonácea [44, 45, 46].

Uma alternativa bastante explorada é o óxido de grafeno reduzido (rGO), que apresenta uma condutividade inferior ao grafeno, mas que ainda garante seu uso como



eletrodo condutor. Antes de se obter o rGO, é necessário sintetizar o óxido de grafeno (GO) [46].

Diversos métodos de síntese foram desenvolvidos para a obtenção do óxido de grafeno. Entretanto, a esfoliação química pelo método modificado de Hummers é o mais difundido e utilizado atualmente [44, 45, 46]. Além da esfoliação química do grafite ser economicamente viável, quando comparada às demais técnicas, permite a produção em larga escala [43]. O método modificado de Hummers usa agentes oxidantes fortes, como ácido sulfúrico (H_2SO_4) e permanganato de potássio (KMnO_4), para separar as camadas do grafite, oxidando-as e deixando a superfície das monocamadas repletas com grupos funcionais oxigenados e falhas em sua rede hexagonal [46]. Os grupos funcionais presentes, interferem nas propriedades elétricas do material, reduzindo sua condutividade elétrica [47]. Assim, para restaurar parcialmente sua condutividade, é preciso realizar a redução do óxido de grafeno. Uma alternativa para a remoção dos grupos funcionais contendo oxigênio, acontece por meio de agentes redutores ou submetendo o material ao tratamento térmico, para então ser denominado óxido de grafeno reduzido [48]. Ademais, o processo de obtenção do rGO utilizando ácido ascórbico, que é um agente redutor fraco, apresenta a vantagem de sua reação não produzir gases tóxicos, sendo ecologicamente amigável [49].

O rGO apresenta uma vantagem distintiva: sua superfície pode ser facilmente funcionalizada com uma variedade de materiais, como nanopartículas metálicas, óxidos, polímeros e outros grupos funcionais. Essa versatilidade permite ajustar precisamente suas propriedades para otimizar o desempenho em aplicações específicas [49]. O grande potencial do rGO para dispositivos de armazenamento de energia é corroborado pela vasta literatura científica, que documenta milhares de estudos dedicados a diferentes estratégias de funcionalização para essa finalidade [26, 32, 39].

3.2.2. Pontos de carbono (*carbon dots*)

Os pontos de carbono ou *carbon dots*, “CDs”, são nanopartículas com morfologia quase esférica e natureza não-cristalina predominante, com tamanho inferior a 10 nm [50]. Esses nanomateriais possuem um núcleo carbonoso, de hibridização sp^2/sp^3 [51]. Sua superfície, dependendo dos precursores de sua síntese, pode apresentar grupos funcionais que

facilitam a adsorção de íons e que contribuem para suas propriedades ópticas e eletrônicas [51, 52].

Os *CDs* foram descobertos acidentalmente em 2004, por Xu e demais colaboradores, após a separação e purificação de nanotubos de carbono de parede única, utilizando a técnica de eletroforese em gel [53]. Nesse contexto, foram observados nanotubos de parede simples e nanopartículas de carbono esféricas presentes no material. As estruturas foram caracterizadas, sendo submetidas a um comprimento de onda de excitação de 365 nm, apresentando fluorescências nas cores verde-azul, amarelo e laranja, como mostra a Figura 6 [53].

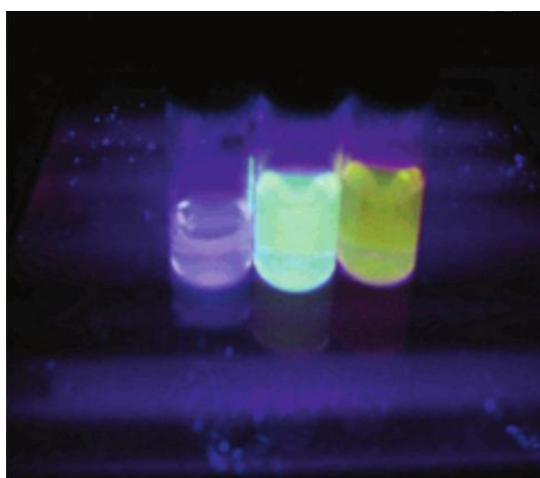


Figura 6. Diferentes frações fluorescentes, após separação e purificação de nanotubos de carbono.
Fonte: Adaptado de Xu et al., 2004.

Os *carbon dots*, portanto, correspondem a uma classe de nanomateriais com propriedades únicas, que resultaram em um crescente interesse da comunidade científica e com grande potencial de aplicação em demandas tecnológicas atuais, como sensores, bioimagem, fotocatalise, dentre outros [54]. Assim, os pontos de carbono apresentam biocompatibilidade, baixa toxicidade, custo de produção relativamente baixo, fácil sintetização, solubilidade em água, dentre outras excelentes vantagens [54, 55]. Os *CDs*, apresentam inúmeras propriedades quando incorporados em outras nanoestruturas, como alta área superficial ativa e melhor interação entre eletrodo e eletrólito, devido à presença de grupos funcionais em sua superfície, melhorando o desempenho de dispositivos supercapacitores [52].

Os métodos de síntese dos *CDs*, assim como a escolha de seus precursores, impactam diretamente nas propriedades e formação das estruturas finais [50]. As metodologias de sintetização, são divididas em *top-down* e *bottom-up*. O método *top-down*, consiste na formação de *CDs* através de estruturas maiores de carbono como hastes de grafite, grafeno e nanotubos de carbono, ao serem reduzidas em pequenos fragmentos de escala nanométrica, pelos métodos de ablação a laser, descarga de arco, oxidação eletroquímica, entre outros [56, 57]. O método *bottom-up* consiste na formação das nanopartículas a partir de precursores moleculares. Para essa abordagem, os *CDs* podem ser obtidos por reação ultrassônica, síntese por micro-ondas e tratamento hidrotérmico [56, 57].

A Figura 7 mostra as metodologias de síntese de *CDs*, *top-down* e *bottom-up* [58].

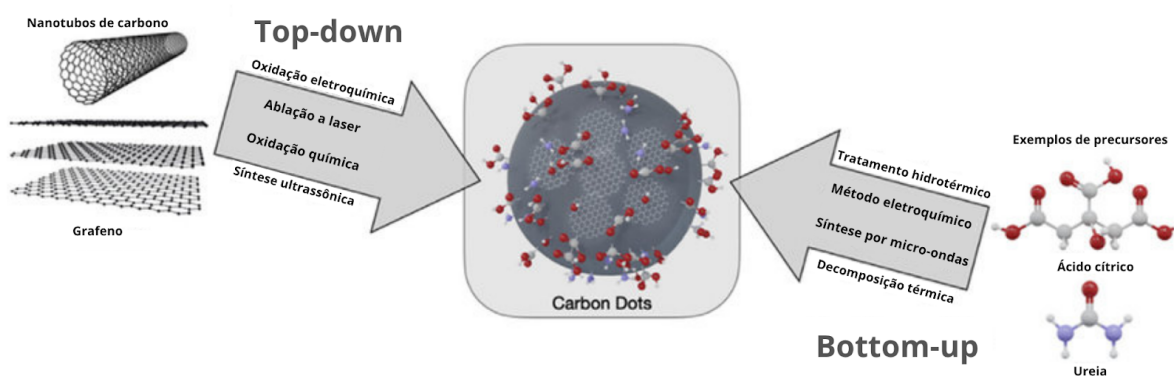


Figura 7. Esquema das abordagens de síntese de *carbon dots*, *top-down* e *bottom-up*.
Fonte: Adaptado de Ross et al., 2020.

Os *CDs* são divididos de acordo com a estrutura do núcleo, formada através das diferentes abordagens de preparação, sendo pontos quânticos de grafeno (*GQDs*), pontos quânticos de carbono (*CQDs*), nanopontos de carbono (*CNDs*) e pontos de polímero carbonizados (*CPDs*). Os *GQDs* possuem um núcleo com poucas camadas de grafeno e grupos funcionais conectados nas bordas. Já os *CQDs*, apresentam redes cristalinas em sua estrutura e grupos funcionais em sua superfície. Os *CNDs* também apresentam superfície decorada de grupos funcionais, mas são compostos de carbono amorfo e ausência de rede cristalina. Os *CPDs*, possuem estruturas híbridas, constituídas por cadeias poliméricas ou polímeros lineares reticulados em torno dos núcleos de carbono, com baixa carbonização [56, 59]. Os *GQDs* e *CQDs* possuem efeitos de confinamento quântico devido à morfologia e composição do núcleo. Enquanto os *GQDs* são anisotrópicos, com dimensões laterais

inferiores a 10 nm e maiores que a altura, os *CQDs* são nanopartículas quase-esféricas [60]. Essas características morfológicas contribuem para a fotoluminescência como principal propriedade, além dos estados de superfície e presença de defeitos [60, 61].

A Figura 8 mostra a classificação dos diferentes tipos de *CDs* [62].

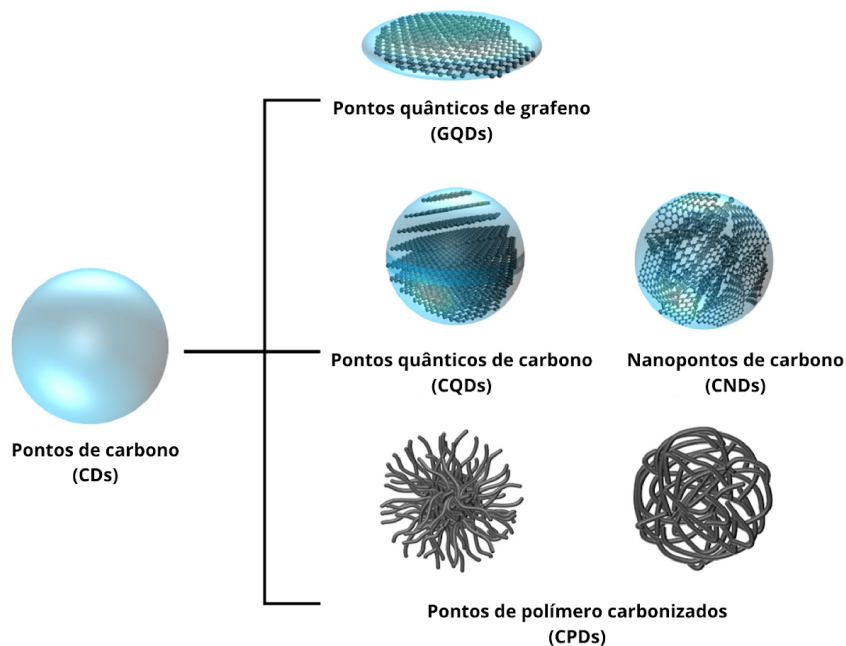


Figura 8. Diferentes tipos *carbon dots*, pontos quânticos de grafeno (*GQDs*), pontos quânticos de carbono (*CQDs*), nanopontos de carbono (*CNDs*) e pontos de polímero carbonizados (*CPDs*).

Fonte: Adaptado de Ozyurt et al., 2023.

Os supercapacitores apresentam inúmeras vantagens como alto ciclo de vida e elevada densidade de potência. Entretanto, a baixa densidade de energia limita a ampla adoção desses dispositivos para o armazenamento de energia [63]. A construção de eletrodos à base de pontos de carbono, como material ativo ou compósitos, é uma alternativa para aprimorar o desempenho eletroquímico, devido às propriedades associadas aos *CDs*, como a presença de grupos funcionais, alta área superficial, excelente condutividade eletrônica e melhora o contato entre o eletrodo e eletrólito [64, 65]. Os *CDs*, quando incorporados em grafeno, se distribuem entre as camadas de grafeno, diminuindo o empilhamento das folhas e aumentando a distância entre elas, resultando em valores elevados de capacitância específica, densidade de energia e densidade de potência [66].



4. METODOLOGIA

O estudo dos efeitos da incorporação de pontos de carbono, conhecidos e referenciados neste texto como *carbon dots* (*CDs*), foi realizado variando a percentagem dos *CDs*, do tipo ACR, em relação ao óxido de grafeno durante a formação do aerografeno (ArGO). As proporções em massa de 1, 5 e 10% de *CDs* foram usadas. É importante mencionar que os *CDs* foram cedidos pelo Professor Fabiano Vargas do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais. Para verificar o estado de redução do ArGO após a incorporação dos *CDs*, parte do material passou por tratamento térmico a 200°C, identificado como tratado termicamente (TT), a outra parte foi estudado sem passar pelo tratamento térmico, identificado como não tratado termicamente (NT). Os métodos de síntese e de caracterização morfológica e elétrica das amostras serão descritos a seguir.

4.1. Síntese do aerografeno (ArGO)

O ArGO foi preparado usando uma solução de óxido de grafeno (GO), sintetizado pelo método de Hummers modificado, com concentração correspondente a 4,95 mg/mL. A solução disposta em um béquer, passou pelo banho ultrassônico, durante 15 minutos. Em seguida, foi acrescentado o agente redutor (ácido ascórbico) e encaminhada ao agitador magnético, por 15 minutos. Ao final do processo, a solução foi distribuída em oito recipientes posicionados em um cilindro de Teflon e, posteriormente colocados em um forno, tipo mufla, da marca EDG Equipamentos, modelo EDG10P-S. Após o processo de síntese, foram obtidas as amostras em formato de esponja. As amostras foram submersas em água deionizada, a qual foi renovada regularmente para remover qualquer solvente que tenha ficado na estrutura. Após o processo de lavagem, a estrutura formada foi congelada com nitrogênio líquido e levada ao liofilizador, fabricado pela empresa JJ Científica, linha LJJ, por 24 horas. A desidratação da amostra usando o liofilizador preserva a estrutura da amostra.

4.2. Incorporação com *CDs*

Foi preparada uma solução base de *CDs* com concentração de 2,5 mg/mL (Figura 9a). Para as amostras contendo 1, 5 e 10% de *CDs*, foram utilizados 0,2 (zero vírgula dois), 1 (um)

e 2 (dois) mL da solução base, respectivamente. Após a adição dos *CDs* à solução de GO, o mesmo processo de formação do ArGO foi reproduzido, mostrado na Figura 9.

A Figura 9 mostra todas as etapas mencionadas anteriormente, para a síntese do ArGO incorporado com *CDs*.

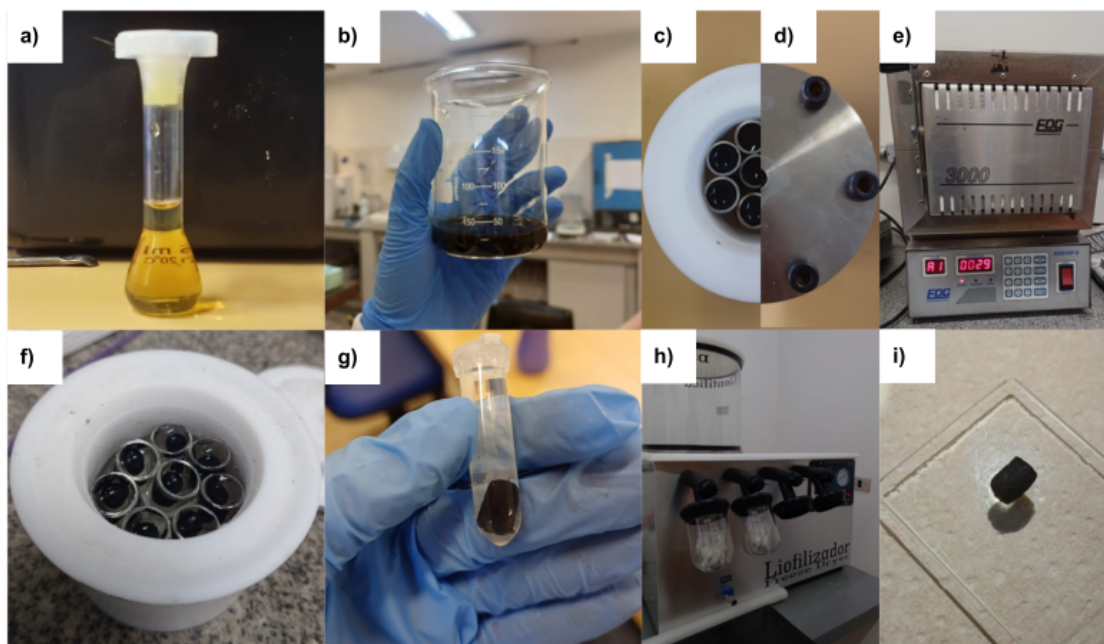


Figura 9. Síntese de *CDs* incorporados em ArGO, sendo a) solução de *CDs* com concentração de 2,5 mg/mL, b) GO com concentração de 4,95 mg/mL, c) reator sem tampa contendo os tubos com a solução de *CDs* e GO, d) reator com tampa, e) etapa de síntese na mufla, f) amostras sintetizadas, g) colocadas em microtubos Eppendorf, h) liofilizador e i) amostra liofilizada.

Fonte: Imagem própria do autor.

4.3. Preparação dos Eletrodos

4.3.1. Corte das amostras

As esponjas formadas têm o formato cilíndrico. Para a preparação dos eletrodos, o material foi prensado e recortado em formato de disco. O procedimento consistiu no posicionamento da esponja entre dois substratos de vidro plano e pressionados usando um objeto de 500 g, durante 5 minutos. Assim, a esponja admite um formato plano e laminar, facilitando seu recorte padronizado. O recorte foi realizado utilizando um punção de aço inox de seção transversal circular de área 0,225 cm², as amostras foram cortadas e padronizadas em formato de disco.



4.3.2. Tratamento térmico

As amostras foram posicionadas em uma “barquinha” de cerâmica e levadas ao forno tubular, marca Barnstead/Thermolyne, modelo F21100, sob fluxo de nitrogênio de 0,4 L/min. Então, foram submetidas ao tratamento térmico a 200 °C, por 1 hora, com rampa de aquecimento de 5 °C/min.

4.3.3. Preparação e Colagem das amostras

Antes da preparação do eletrodo, a massa de cada amostra foi aferida e uma fotografia da sua seção transversal reta foi tirada. Assim, com o auxílio do software ImageJ, a área geométrica do disco, bem como sua espessura, puderam ser calculadas e, determinou-se a densidade volumétrica do material, volume e altura, parâmetros que são essenciais para a realização da caracterização eletroquímica.

Cada disco foi conectado ao eletrodo de carbono vítreo usando uma tinta condutora à base de carbono da marca NanoView. Após vigorosa agitação da tinta, uma gota foi depositada sobre o carbono vítreo e em seguida, o disco de ArGO foi colocado em contato e levemente pressionado, deixando secar por 30 minutos antes de começar o experimento.

Vale salientar que, para cada amostra submetida ao tratamento térmico a 200°C, há uma amostra de comparação correspondente, sem tratamento térmico. Assim, a diferença entre elas foi exclusivamente a realização do tratamento térmico.

A Figura 10 mostra o ciclo completo com todas as etapas descritas anteriormente, desde o recorte ao disco de ArGO sobre o carbono vítreo.

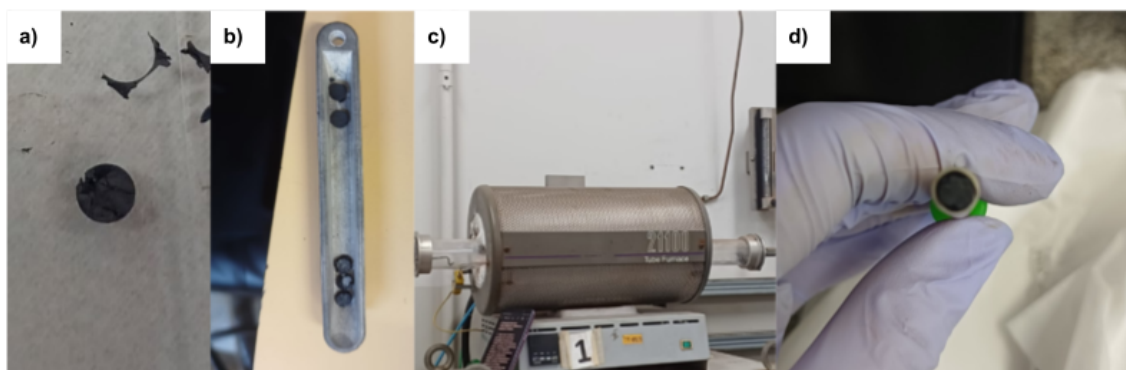


Figura 10. Etapas para a preparação dos eletrodos, sendo; a) disco de ArGO, b) barquinha com os discos de ArGO c) forno tubular e d) disco conectado ao eletrodo de carbono vítreo.

Fonte: Imagem própria do autor.

4.4. Caracterização dos materiais

4.4.1. Caracterização Morfológica

A caracterização morfológica foi realizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), fabricado pela JEOL, modelo JSM-6380LV com tensão de aceleração de 15 kV. A preparação das amostras ocorreu da seguinte forma: coladas sobre fitas dupla face de carbono para fixação e revestidas com uma fina camada de ouro através do equipamento auxiliar Sputter, fabricado pela Denton Vacuum, modelo Desk III. Foram analisadas as amostras de ACR-NT (1, 5 e 10%), para comparar a porosidade e o tamanho de poros, além obter informações sobre o aspecto das folhas das esponjas. A preparação e aquisição das imagens ocorreram no Laboratório Multiusuário de Análises de Materiais (MULTILAM) do Instituto de Física (INFI-UFMS).

As Figuras 11a), 11b) e 11c) mostram respectivamente o Sputter, o MEV e as amostras sobre os o substrato metálico (*stubs*) antes de serem inseridos na câmara do MEV.

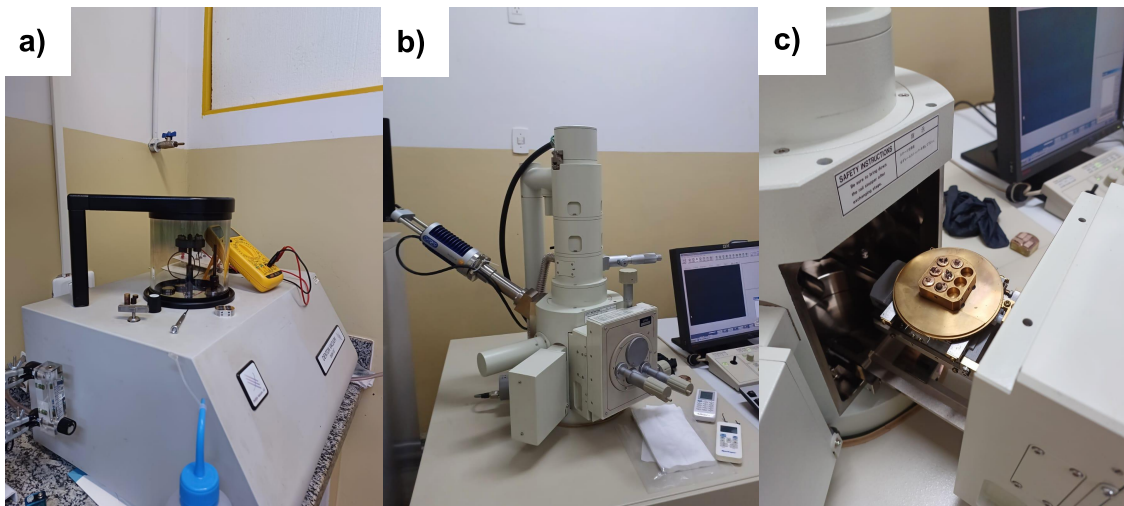


Figura 11. Equipamentos a) Sputter e b) Microscópio Eletrônico de Varredura, utilizados para a caracterização morfológica e c) amostras sobre os stubs e inseridas na câmara.

Fonte: Imagem própria do autor.

4.4.2. Caracterização Eletroquímica

A caracterização eletroquímica foi realizada com o potenciostato da marca CorrTest e modelo CS310, utilizando o software CS Studio 5. Foram realizados os testes de voltametria cíclica (VC) e carga e descarga galvanostática (GCD). O equipamento e o software, estão apresentados pela Figura 12.

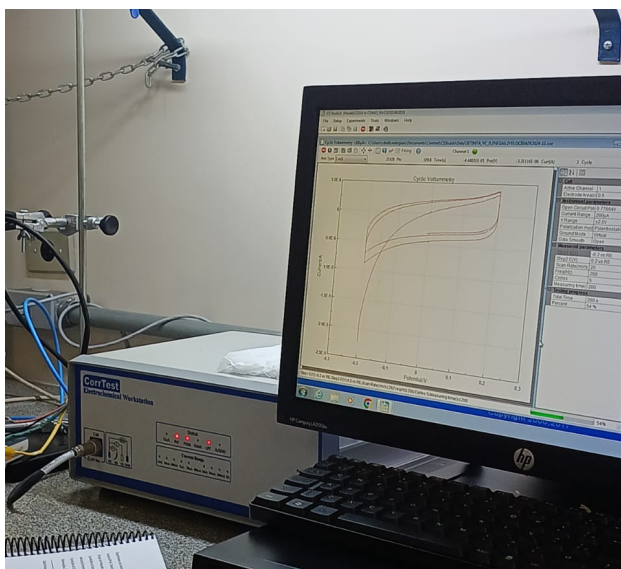


Figura 12. Potenciostato e software utilizado para a caracterização eletroquímica.

Fonte: Imagem própria do autor.

Foi utilizada uma célula eletroquímica de três eletrodos, o eletrodo de trabalho que possui um disco de carbono vítreo de 4 mm de diâmetro, o contra eletrodo de platina e o eletrodo de referência de prata. A Figura 13 mostra a célula montada com os três eletrodos.

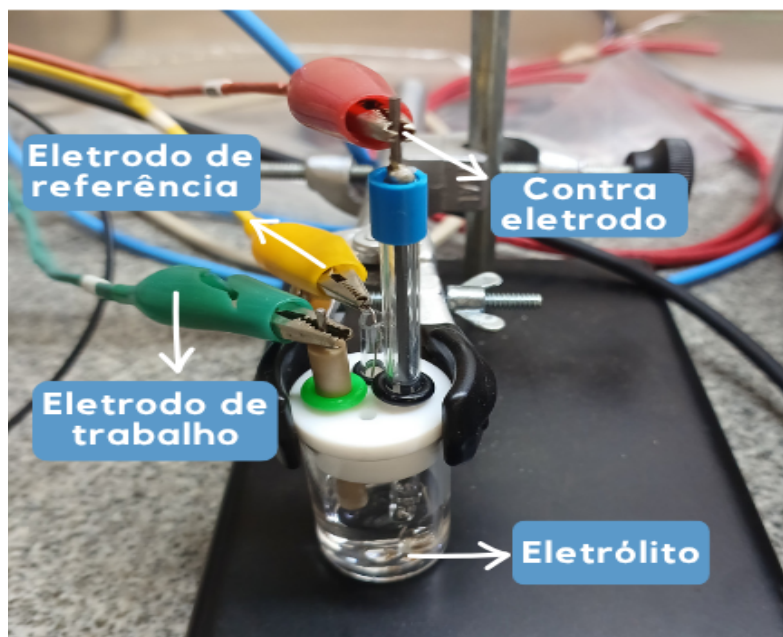


Figura 13. Célula eletroquímica de três eletrodos.
Fonte: Imagem própria do autor.

Foi utilizado o eletrólito de ácido sulfúrico 1M (H_2SO_4). A caracterização iniciou com a espectroscopia de impedância para verificar a estabilidade e o contato elétrico do disco de ArGO com o carbono vítreo. Em seguida, a voltametria cíclica foi realizada para a identificação da janela de potencial e, investigar as capacitâncias específicas variando a velocidade de varredura. As velocidades de varredura utilizadas na voltametria cíclica foram 2, 5, 10, 20, 50 e 100 $\text{mV}\cdot\text{s}^{-1}$ e determinada a capacitância específica. Para comparação entre as demais amostras, foi adotado a velocidade de 2 $\text{mV}\cdot\text{s}^{-1}$.

Para um capacitor ideal, a capacitância é dada pela Equação 1:

$$C = \frac{Q}{\Delta V} \quad (1)$$

A capacitância específica, corresponde a capacitância normalizada pela massa, de acordo com a Equação 2:



$$C_s = \frac{Q}{m \times \Delta V} \quad (2)$$

Sabendo que, $I = Q/t$, temos, de acordo com a Equação 3:

$$Q = I \times t \quad (3)$$

Podemos reescrever a Equação 2, dada pela Equação 4:

$$C_s = \frac{I \times t}{m \times \Delta V} \quad (4)$$

Dividindo o numerador e denominador por t , temos a Equação 5:

$$C_s = \frac{I}{m \times (\Delta V/t)} \quad (5)$$

Sendo $\Delta V/t$, denominada velocidade de varredura correspondente a voltametria cíclica. Escrevendo $k = \Delta V/t$ e isolando I , a Equação 6 é dada por:

$$I = C_s \times m \times k \quad (6)$$

A partir da curva de voltametria cíclica, podemos observar que a corrente muda de acordo com a variação de potencial. Dessa forma, a Equação 7 será:



$$\int_{V_1}^{V_2} I(v)dv = \int_{V_1}^{V_2} (C_s \times m \times k)dv \quad (7)$$

Podemos observar que, a integral corresponde a área da curva de voltametria cíclica. Dessa integral, temos que, m , k e C_s são constantes. Portanto, a área é dada pela Equação 8:

$$A = C_s \times m \times k \times (V_2 - V_1) \quad (8)$$

Carregando, temos que, A_1 , de acordo com a Equação 9:

$$A_1 = C_s \times m \times k \times (V_2 - V_1) \quad (9)$$

Descarregando, temos que, A_2 , de acordo com a Equação 10:

$$A_2 = C_s \times m \times k \times (V_1 - V_2) \quad (10)$$

Fazendo $A = A_1 - A_2$, temos que a área é dada pela Equação 11:

$$A = 2[C_s \times m \times k \times (V_2 - V_1)] \quad (11)$$

Isolando C_s , o desempenho do eletrodo contendo os materiais estudados, utilizando o método de voltametria cíclica, é determinado a partir do cálculo da capacitância específica, de acordo com a Equação 12 [67]:



$$C_s = \frac{A}{2 \times m \times k \times \Delta V} \quad (12)$$

Onde, C_s é a capacitância específica, em $F \cdot g^{-1}$, m é a massa ativa do material, em gramas, k é velocidade de varredura, em $mV \cdot s^{-1}$ e ΔV é a janela de potencial, em volts.

Os testes de carga e descarga foram realizados para as densidades de corrente correspondentes a 0,1, 0,5 e 1 $A \cdot g^{-1}$, na janela de potencial encontrada durante a voltametria cíclica de 2 $mV \cdot s^{-1}$. Durante o experimento, foi preciso verificar se havia formação de bolhas. O cálculo da capacitância específica, através das curvas de carga e descarga, é dado pela Equação 13 [68]:

$$C_s = \frac{I \times \Delta t}{m \times \Delta V} \quad (13)$$

Onde, C_s é a capacitância específica, em $F \cdot g^{-1}$, I é a corrente aplicada, em ampère, Δt é o tempo de descarga, em segundos, ΔV é a janela de potencial, em volts e m é a massa ativa do material, em gramas. Desse modo, é possível determinar a densidade de energia e densidade de potência, a partir das curvas de GCD, de acordo com as Equações 14 e 15, respectivamente [68]:

$$E_g = \frac{C_s \times (\Delta V)^2}{2 \times 3,6} \quad (14)$$

$$P_g = \frac{E_g \times 3600}{\Delta t} \quad (15)$$



Onde E_g é a densidade de energia, em $\text{Wh}\cdot\text{kg}^{-1}$ e P_g é a densidade de potência, em $\text{W}\cdot\text{kg}^{-1}$.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1. Caracterização Morfológica

A Figura 14 mostra três imagens obtidas pelo MEV, correspondentes a ACR-NT (não tratada termicamente) nas proporções de 1, 5 e 10%, respectivamente. Com a magnificação de 2000x é possível observar as folhas de ArGO formando uma estrutura porosa, com bordas irregulares e enrugadas. Apesar de não ser possível visualizar os CDs devido a baixa resolução do MEV, é possível observar que existe uma mudança na densidade de número de poros por unidade de área entre as estruturas formadas, principalmente quando houve a incorporação de 5 e 10% dos CDs (Figuras 14b e 14c, respectivamente).

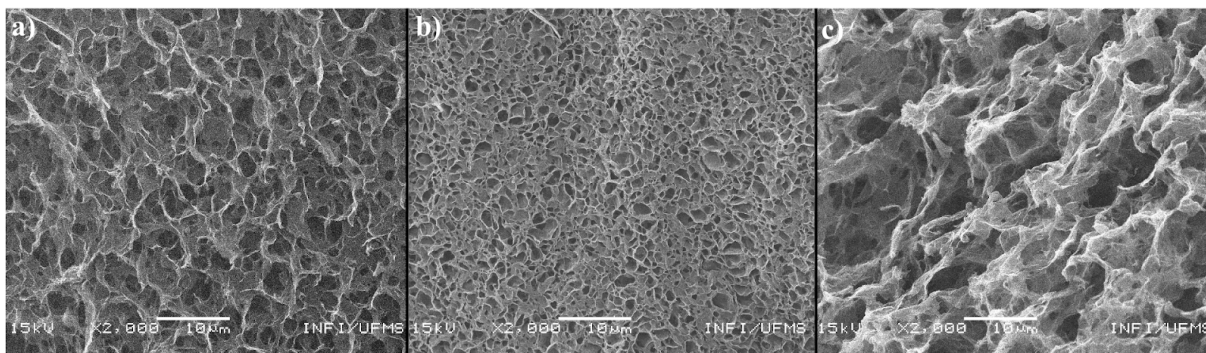


Figura 14. Imagens de MEV na magnificação de 2000x das amostras a) A1, b) A5 e c) A10, respectivamente, não tratadas termicamente.

Fonte: Imagem própria do autor.

Para identificar a porosidade das estruturas, as amostras de ArGO foram levadas para a análise BET (Brunauer, Emmett e Teller), no entanto, não foi possível obter resultados confiáveis. O equipamento necessita de uma quantidade mínima de massa, 100 mg, para fornecer os dados e o volume do recipiente do equipamento não comportava o volume de ArGO para esta quantidade de massa.



5.2. Caracterização Eletroquímica

Após o corte e formato de disco, as amostras apresentaram de forma padronizada uma área geométrica de $0,225 \text{ cm}^2$. A massa dos discos variaram entre 1 e 1,5 mg. Foram fixadas duas janelas de potencial, uma do lado positivo, entre 0 e 0,4 V e outra do lado negativo, entre 0 e -0,4 V, para as amostras não tratadas e tratadas termicamente.

5.2.1. Voltametria Cíclica (VC)

5.2.1.1. Amostras não tratadas termicamente

A Figura 15, mostra as voltametrias cíclicas e capacitâncias específicas obtidas das ACR-NT, nas proporções 1, 5 e 10% em relação à massa de óxido de grafeno, respectivamente. Para fins comparativos, foram apresentados também, os voltamogramas do eletrodo contendo apenas ArGO. Foram analisadas as janelas de potencial negativa (Figuras 15a e 15b e positiva (Figuras 15c e 15d).

Para o lado negativo, a Figura 15a mostra um perfil retangular, tipicamente encontrado para um eletrodo com comportamento capacitivo, exceto para a ACR-NT(A5) que apresentou um perfil resistivo majoritário. O mesmo padrão se repetiu para o lado positivo da janela de potencial (Figura 15c) e, em ambos os casos, pode-se observar que a ACR-NT(A10) apresentou a maior área da curva VC, quando comparada às amostras ACR-NT(A1) e ACR-NT(A5). Embora o perfil seja parecido para os lados positivo e negativo da janela de potencial, o lado positivo apresentou maior densidade de corrente, e quando comparado ao eletrodo de ArGO, a área da curva da ACR-NT(A10) sempre se mostrou superior.

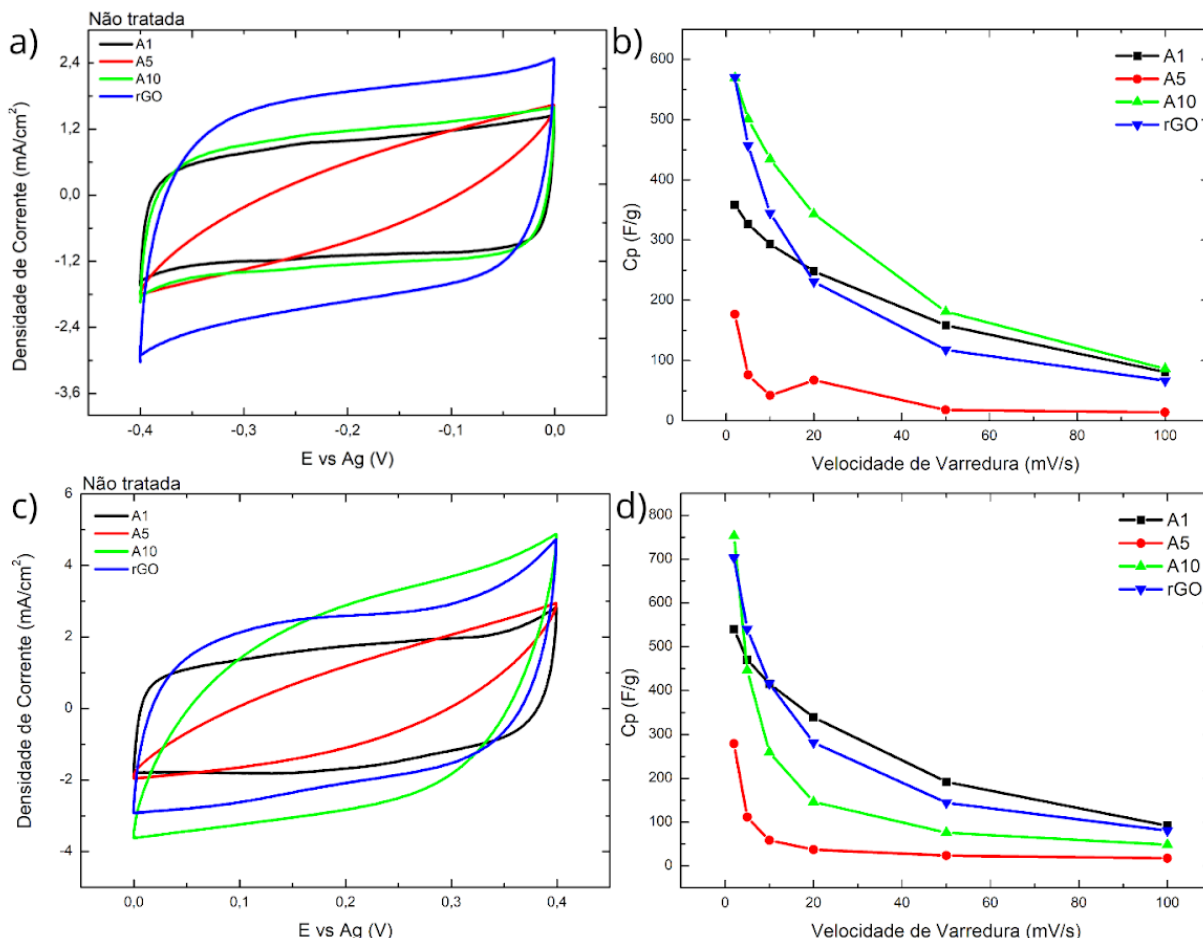


Figura 15. Caracterização eletroquímica da ACR-NT e ArGO; a) voltametria cíclica das amostras A1, A5, A10 e ArGO e b) capacitância específica em função da velocidade de varredura, para a janela de potencial negativa, c) voltametria cíclica das amostras A1, A5, A10 e ArGO e d) capacitância específica em função da velocidade de varredura, para a janela de potencial positiva.

Fonte: Imagem própria do autor.

Os valores de capacitância específica em função da velocidade de varredura podem ser observados nas Figuras 15b) e 15d), lado negativo e positivo da janela de potencial, respectivamente. Para a velocidade de varredura de $2 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$, pode-se comparar os valores das capacitâncias específicas das ACR-NT (A1, A5 e A10) e ArGO, respectivamente, para o lado negativo $358, 176, 569$ e $569 \text{ F} \cdot \text{g}^{-1}$, para o lado positivo $540, 279, 753$ e $703 \text{ F} \cdot \text{g}^{-1}$. Houve um ganho significativo da capacitância específica para o lado positivo da janela de potencial, indicando que o eletrodo ACR-NT armazena mais carga do lado positivo. Com o aumento da velocidade de varredura, a relação de transporte de íons e troca de carga mudam, chegando a cair mais drasticamente para a ACR-NT (A10) do lado positivo que no negativo. Comparando a ACR-NT (A10) e ArGO para a velocidade de $100 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$, os valores da capacitância voltam a ficar próximos, 87 e $67 \text{ F} \cdot \text{g}^{-1}$ para o lado negativo, e 49 e $81 \text{ F} \cdot \text{g}^{-1}$ para o positivo.

5.2.1.2. Amostras tratadas termicamente

A Figura 16, apresenta as voltametrias cíclicas e capacitâncias específicas correspondentes às ACR-TT, com as proporções 1, 5 e 10% de CDs em relação à massa de óxido de grafeno. A curva de voltametria cíclica do eletrodo contendo apenas ArGO foi usada como parâmetro comparativo. Conforme realizado anteriormente, foram analisadas as janelas de potencial negativa (Figuras 16a e 16b) e positiva (Figuras 16c e 16d).

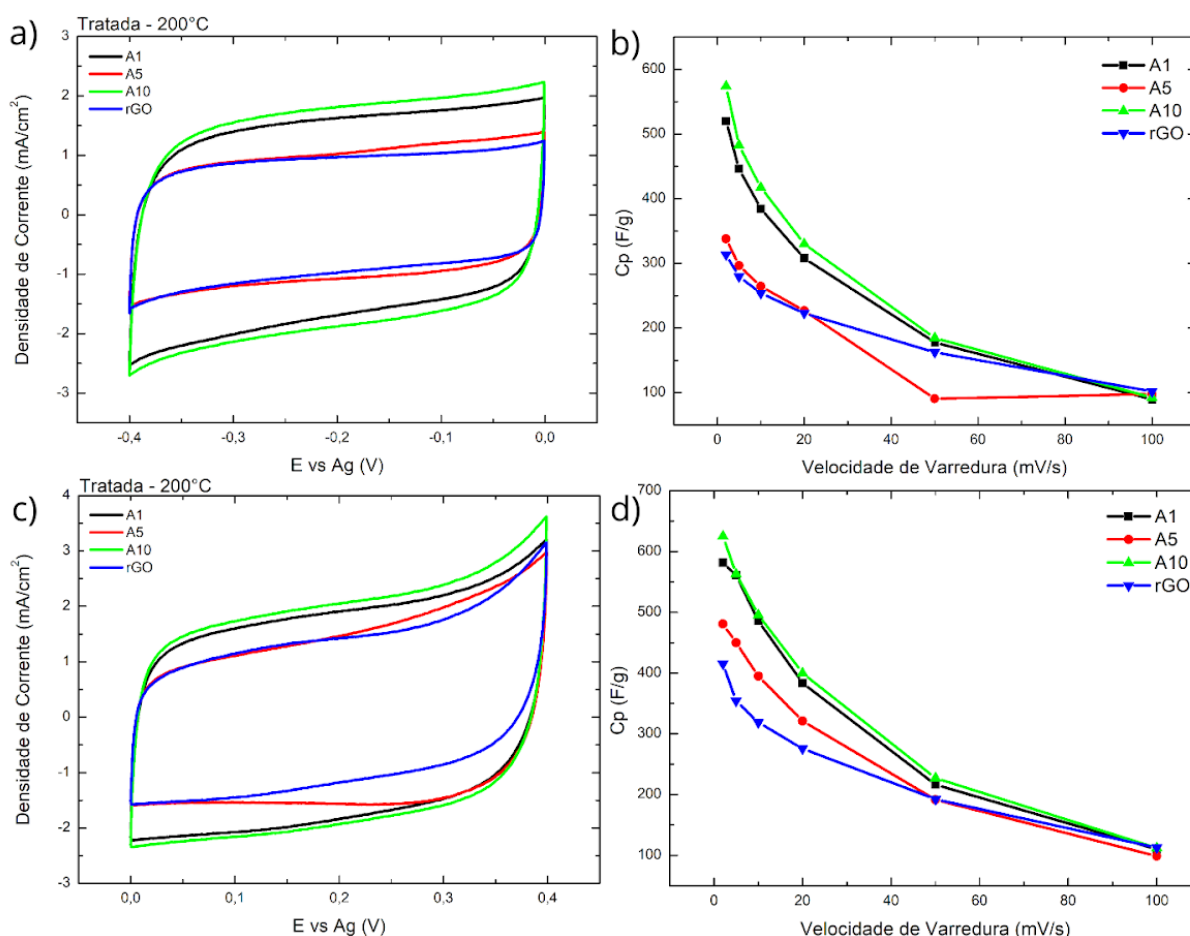


Figura 16. Caracterização eletroquímica da ACR-TT e ArGO; a) voltametria cíclica das amostras ACR-TT (A1, A5, A10) e ArGO; b) capacitância específica em função da velocidade de varredura na janela de potencial negativa; c) voltametria cíclica das amostras ACR-TT (A1, A5, A10) e ArGO e; d) capacitância específica em função da velocidade de varredura na janela de potencial positiva.

Fonte: Imagem própria do autor.

As Figuras 16a e 16c apresentam o perfil retangular, conforme espera-se para eletrodos com comportamento capacitivo, mas agora, todas as amostras que passaram pelo tratamento térmico, apresentaram este perfil. Pode-se observar que a ACR-TT(A10) e a ACR-TT(A1) apresentaram as maiores áreas correspondentes aos voltamogramas para as duas



janelas estudadas, seguidas da ACR-TT(A5) e ArGO. Observando apenas esses dois gráficos das Figuras 16a e 16c, que estão normalizados pela área, percebe-se que para a janela de potencial positiva temos maior densidade de corrente novamente, o que, por si só, já é um indicativo de que este é o lado em que o eletrodo desempenha melhor funcionamento. Além disso, poderíamos entender que as curvas com maior área apresentariam maior capacitância, no entanto, precisamos normalizar pela massa, o que nos leva a análise das Figuras 16b e 16d.

As Figuras 16b e 16d, temos os valores da capacitância específica, em função das diferentes velocidades de varredura, para a janela de potencial negativa e positiva, respectivamente. Para a velocidade de varredura de $2 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$, os valores das capacitâncias específicas das ACR-TT (A1, A5 e A10) e rGO, foram, 520, 338, 574 e $313 \text{ F}\cdot\text{g}^{-1}$ (para o lado negativo) e 581, 480, 625 e $415 \text{ F}\cdot\text{g}^{-1}$ (para o lado positivo). O lado positivo da janela de potencial apresentou um aumento significativo da capacitância específica. Ao analisar a curva completa, passando agora para velocidades de varredura maiores, os valores de capacitância específica diminuem consideravelmente, efeito esperado por causa da limitação da velocidade de transporte e difusão de íons. Assim, as capacitâncias convergem para valores próximos de $100 \text{ F}\cdot\text{g}^{-1}$, em $100 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$, independente da janela usada ou do tipo de amostra. Porém, fica claro que existem diferenças entre as amostras antes de chegar ao ponto de maior velocidade de varredura, exceto para as amostras ACR-TT (A1 e A10), que apresentaram valores das capacitâncias específicas muito próximos para cada velocidade de varredura submetida.

Os resultados indicam que houve uma melhora significativa após a incorporação dos CDs na estrutura do ArGO, principalmente após o tratamento térmico. Entretanto, ainda não foi possível explicar o motivo da similaridade entre as ACR-TT (A1 e A10) após o tratamento térmico, observado nas Figuras 16b e 16d.

5.2.2. Carga e Descarga (GCD)

A caracterização eletroquímica por ciclagem galvanostática de carga e descarga, permite analisar o desempenho e comportamento de dispositivos elétricos em sua operação. Assim, é possível determinar a capacitância específica, densidade de energia e densidade de potência considerando o processo de carga e descarga. Os valores obtidos por meio da caracterização, podem diferir daqueles obtidos por voltametria cíclica, uma vez que as taxas



de variação do potencial geralmente são diferentes. Além disso, o controle de carga e descarga é dado pela corrente estipulada. Portanto, a caracterização por ciclagem galvanostática, foi realizada considerando as densidades de corrente correspondentes a 0,1, 0,5 e 1 $\text{A}\cdot\text{g}^{-1}$, para as janelas de potencial de 0 V a -0,4 V (negativa) e 0 V a 0,4 V (positiva).

5.2.2.1. Janela de potencial negativa

A análise e comparação da capacitância específica e da densidade de energia foram realizadas a uma densidade de corrente de 0,5 $\text{A}\cdot\text{g}^{-1}$, sendo um valor padrão para a caracterização e comparação de materiais. A Figura 17 compara a capacitância específica e a densidade de energia das amostras tratadas e não tratadas termicamente, medidas a 0,5 $\text{A}\cdot\text{g}^{-1}$ em uma faixa de potencial de 0 V a -0,4 V.

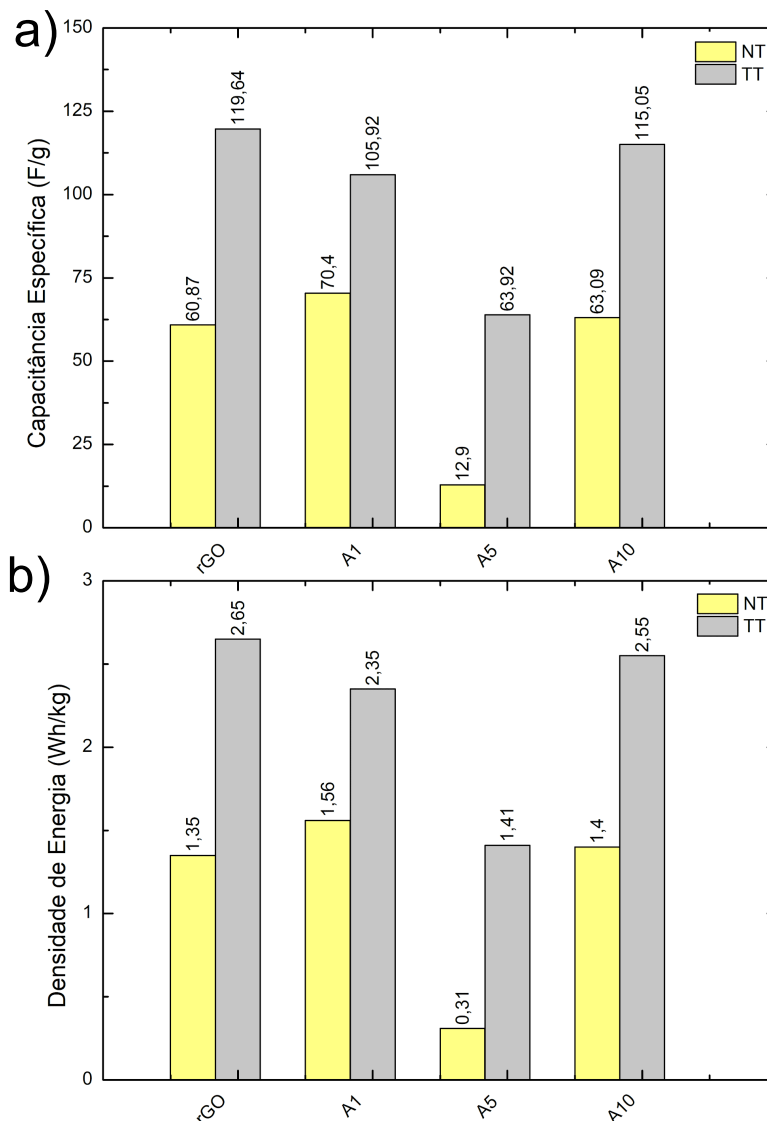


Figura 17. Comparação dos valores de a) capacitância específica e b) densidade de energia entre amostras tratadas e não tratadas termicamente, obtidos a $0,5 \text{ A} \cdot \text{g}^{-1}$, na janela de potencial de 0 V a -0,4 V.

Fonte: Imagem própria do autor.

O tratamento térmico promoveu uma melhoria significativa no desempenho eletroquímico dos materiais, elevando tanto a capacitância específica quanto a densidade de energia, em concordância com os dados de voltametria cíclica. Entretanto, a amostra com 5% de CDs, mesmo após o tratamento, resultou em valores inferiores de ambas as propriedades. Este comportamento é provavelmente atribuído à presença de poros fechados e baixa rugosidade, observadas na caracterização morfológica, características essenciais para a maximização da capacitância.



Em comparação, as amostras com 1% e 10% de CDs exibiram ganhos significativos após o tratamento térmico, com um aumento de 50% e 82%, respectivamente. Entretanto, seus valores permaneceram inferiores aos do ArGO puro, que obteve um aumento correspondente a 97%, após o tratamento térmico. Quando analisadas as amostras não tratadas termicamente, os compostos com 1% e 10% de CDs apresentaram capacitância específica e densidade de energia ligeiramente maior em relação ao ArGO, sendo 70,40, 63,09 e 60,87 $F \cdot g^{-1}$ e 1,56, 1,40 e 1,35 $Wh \cdot kg^{-1}$, para ACR-NT(A1, A10) e ArGO, respectivamente.

A Figura 18a exibe a densidade de energia, em função da densidade de corrente para as amostras antes e após o tratamento térmico. Observa-se um comportamento em declínio da densidade de energia com o aumento da densidade de corrente, uma tendência consistente com as características dos materiais previamente discutidos.

O gráfico de Ragone (Figura 18b), representado em escala logarítmica dupla (log-log), demonstra uma relação aproximadamente linear entre a densidade de energia e a densidade de potência. Este comportamento é esperado, uma vez que, no modelo matemático aplicado, o tempo de descarga é cancelado, resultando em uma dependência direta controlada principalmente pela corrente aplicada, pela tensão de operação e pela massa do eletrodo.

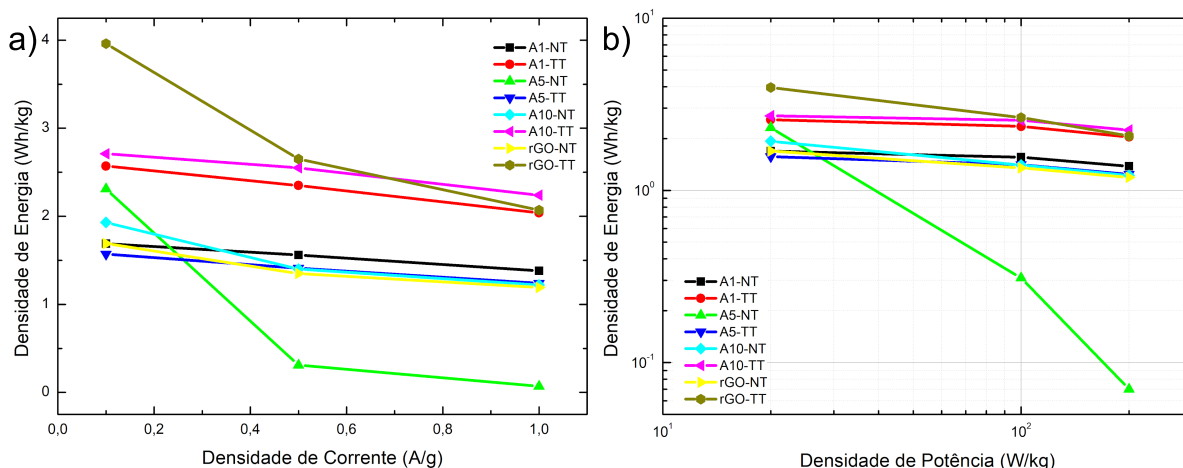


Figura 18. Comparação do desempenho eletroquímico antes e após o tratamento térmico. a) Densidade de energia versus densidade de corrente. b) Curva de Ragone (densidade de energia versus densidade de potência).
Fonte: Imagem própria do autor.

Conforme evidenciado em ambos os gráficos, as amostras termicamente tratadas atingem as maiores densidades de energia, corroborando a conclusão de que o tratamento térmico otimiza o desempenho eletroquímico dos materiais de eletrodo estudados.

5.2.2.2. Janela de potencial positiva

A Figura 19 compara os valores de capacitância específica e densidade de energia, obtidos a $0,5 \text{ A} \cdot \text{g}^{-1}$ na janela de potencial positiva (0 V a 0,4 V), para as amostras antes e após o tratamento térmico. A análise das Figuras 19a e 19b revela que, após o tratamento térmico, os eletrodos de ArGO puro e ACR-TT(A1) sofreram uma degradação no desempenho eletroquímico em comparação com as amostras ACR-TT(A5) e ACR-TT(A10). Especificamente, o ArGO tratado e o ACR-TT(A1) registraram reduções de 43% e 28%, respectivamente, na capacitância específica, acompanhadas de queda na densidade de energia.

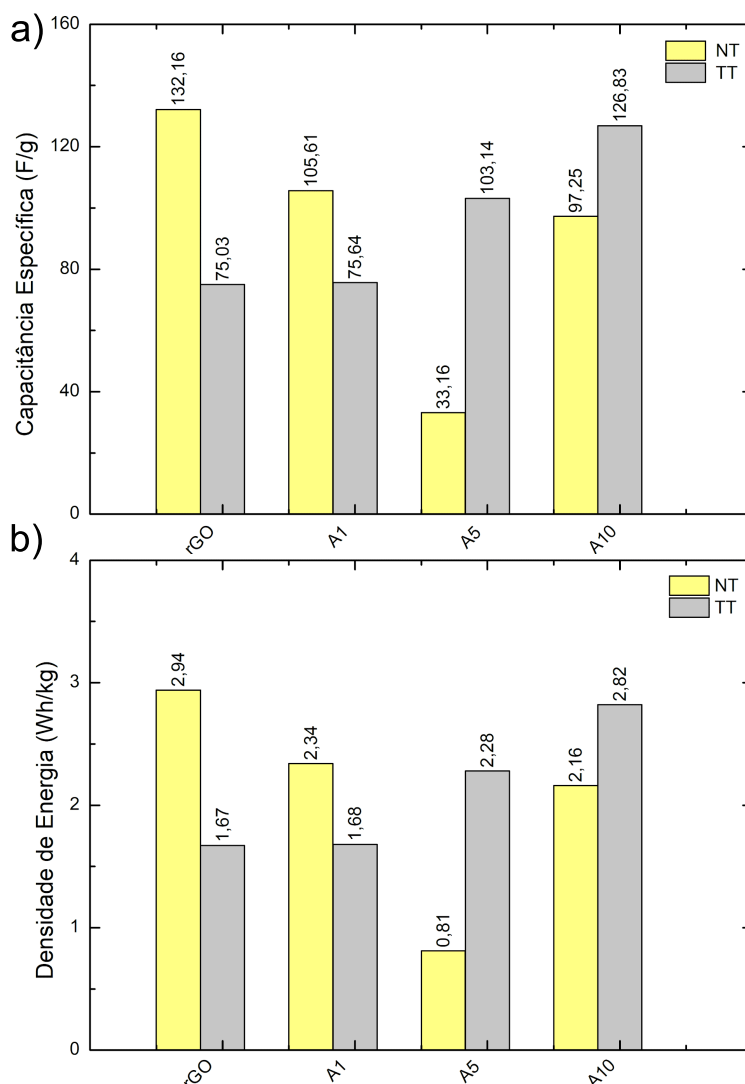


Figura 19. Comparação dos valores de a) capacitância específica e b) densidade de energia entre amostras tratadas e não tratadas termicamente, obtidos a $0,5 \text{ A} \cdot \text{g}^{-1}$, na janela de potencial de 0 V a 0,4 V.
Fonte: Imagem própria do autor.

Em contraste, a amostra ACR-TT(A5) exibiu um aumento de 211% em sua capacitância específica após o tratamento, indicando uma interação sinérgica significativa entre os CDs e a matriz de ArGO nesta faixa de potencial. A amostra ACR-TT(A10) também foi amplamente beneficiada, apresentando um incremento de 30% na capacitância específica e uma alta densidade de energia, o que a posiciona como a composição de melhor desempenho na janela positiva.

A Figura 20a ilustra o comportamento da densidade de energia em função da densidade de corrente. Observa-se o declínio característico da densidade de energia com o aumento da densidade de corrente. Um comportamento atípico é notado para as amostras de



ArGO (tratada e não tratada) e para a ACR-TT(A10), que, a $0,1 \text{ A} \cdot \text{g}^{-1}$, apresentam valores inferiores aos das demais amostras. Este fenômeno indica que pode ter ocorrido algum evento experimental neste ponto que implicou em densidades de corrente muito baixas e, com a corrente total suficientemente pequena influenciando significativamente a medição, mascarando o valor real da carga armazenada e, conseqüentemente, afetando o cálculo da capacitância e da densidade de energia para este ponto.

A Figura 20b, exibe o diagrama de Ragone, em escala logarítmica dupla (log-log) para a janela de potencial positiva corresponde a 0 V e 0,4 V.

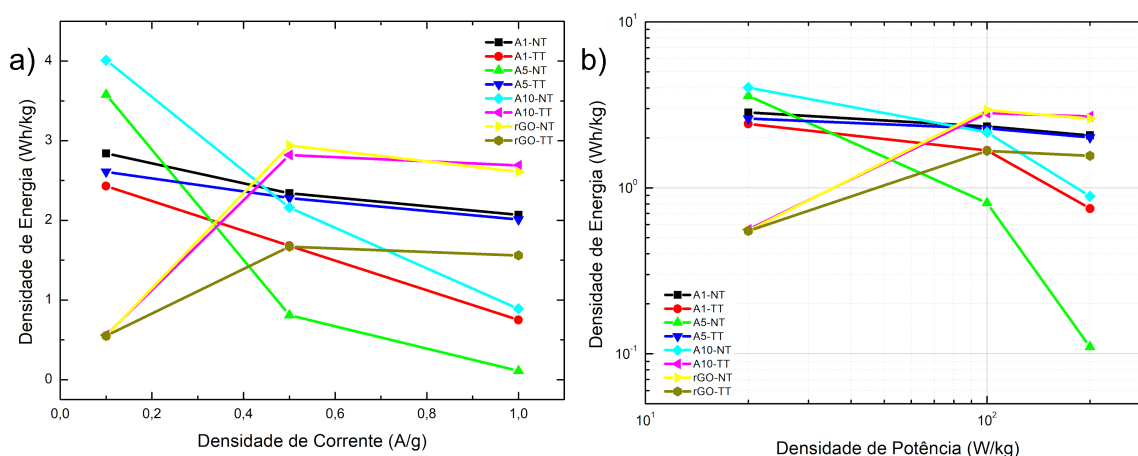


Figura 20. Comparação do desempenho eletroquímico antes e após o tratamento térmico. a) Densidade de energia versus densidade de corrente. b) Curva de Ragone (densidade de energia versus densidade de potência).
Fonte: Imagem própria do autor.

A posição dos materiais desenvolvidos no diagrama de Ragone (Figura 21) permite contextualizar seu desempenho em relação a outras tecnologias de armazenamento de energia. O gráfico apresenta os resultados das amostras de aerografeno incorporadas com pontos de carbono para as janelas de potencial de 0 V a -0,4 V (círculo verde) e de 0 V a 0,4 V (círculo vermelho). A aglomeração dos pontos na região característica dos supercapacitores confirma que os materiais sintetizados exibem um comportamento de armazenamento de energia típico desses dispositivos.

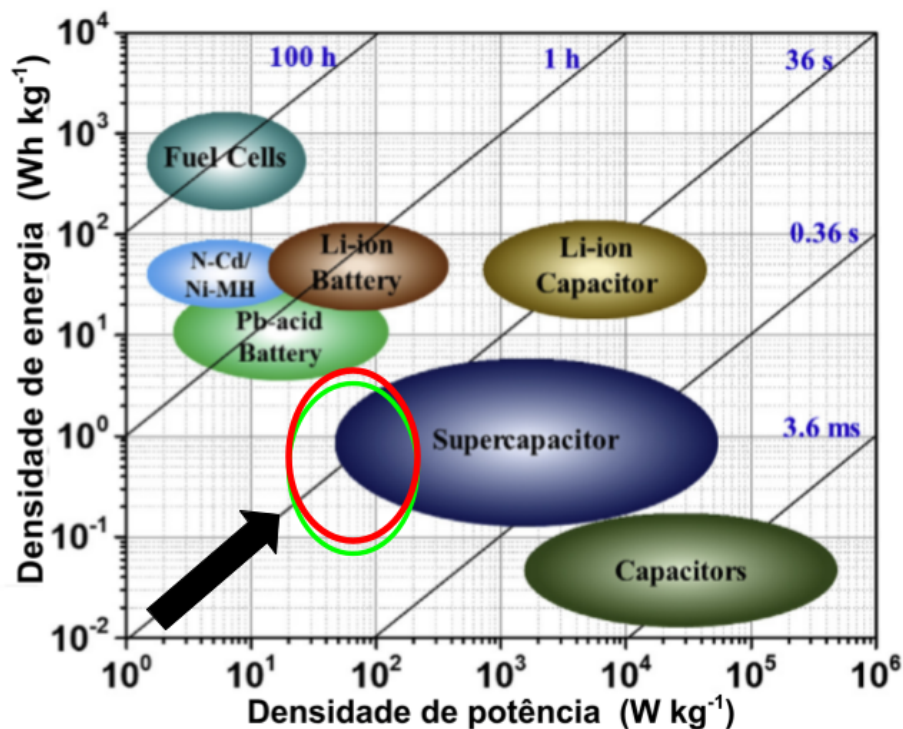


Figura 21. Diagrama de Ragone comparativo: posicionamento eletroquímico das amostras nas janelas de potencial negativa (0 V a -0,4 V, círculo verde) e positiva (0 V a 0,4 V, círculo vermelho) em relação a outras tecnologias de armazenamento de energia.
Fonte: Adaptada de Jagadale et al., 2019.

A análise eletroquímica nas janelas de potencial negativa (0 V a -0,4 V) e positiva (0 V a 0,4 V) permitiu uma caracterização abrangente do desempenho dos materiais à base de aerografeno (ArGO) e pontos de carbono (CDs). De forma geral, os resultados consolidam o tratamento térmico como um protocolo determinante para a otimização das propriedades dos eletrodos avaliados neste trabalho.

De modo mais específico, verificou-se que:

Na janela negativa, o tratamento térmico beneficiou significativamente a maioria das composições, com destaque para as amostras com 1% e 10% de CDs, que apresentaram os melhores desempenhos em capacitância específica e densidade de energia.

Na janela positiva, observou-se um comportamento distinto. Enquanto as amostras com 5% e 10% de CDs foram fortemente potencializadas pelo tratamento, registrando aumentos drásticos de mais de 200% e 30% em capacitância, respectivamente, em contraste, o ArGO puro e a amostra com 1% de CDs tiveram seu desempenho comprometido após o



processo térmico. Este resultado evidencia que os mecanismos de otimização são sensíveis ao potencial de operação.

O diagrama de Ragone (Figura 21) corrobora conclusivamente a natureza supercapacitiva dos materiais desenvolvidos, posicionando-os adequadamente em relação a tecnologias consagradas. A comparação entre as janelas confirma que a escolha da faixa de potencial é um parâmetro crítico, com a janela positiva se mostrando especialmente vantajosa para composições específicas (como A5 e A10).

Portanto, os resultados demonstram com clareza a correlação entre processamento (tratamento térmico), composição (% de CDs) e propriedades finais, fornecendo um roteiro valioso para a construção de eletrodos com desempenho sob medida para aplicações específicas em armazenamento de energia. Esta triagem detalhada nas duas janelas de potencial constitui uma base para as conclusões finais e recomendações que se seguem.



6. CONCLUSÃO

Este trabalho investigou as características eletroquímicas do óxido de grafeno reduzido autoestruturado (aerografeno), puro e incorporado com *carbon dots* (ACR), para aplicação como material de eletrodo em supercapacitores. Para isso, foram sintetizados e caracterizados materiais de ArGO puro e ArGO com três diferentes teores de incorporação de CDs (1%, 5% e 10%), os quais foram analisados em suas condições tratada e não tratada termicamente, submetidos a caracterizações morfológicas e eletroquímicas em duas janelas de potencial distintas (0 V a -0,4 V e 0 V a 0,4 V).

Os resultados demonstraram que a incorporação de CDs e o tratamento térmico são fatores cruciais para otimizar o desempenho eletroquímico. Especificamente, constatou-se que: i) A amostra ACR-A10 (10% de CDs) não tratada termicamente destacou-se na janela de potencial positiva, apresentando a maior capacitância específica do estudo ($753 \text{ F}\cdot\text{g}^{-1}$); ii) Após o tratamento térmico, a mesma amostra (ACR-TT-A10) manteve um desempenho superior ($625 \text{ F}\cdot\text{g}^{-1}$), um contraste marcante com o ArGO puro, cuja capacitância específica foi significativamente reduzida pelo mesmo processo para $415 \text{ F}\cdot\text{g}^{-1}$. Além disso, para a densidade de corrente de $0,1 \text{ A}\cdot\text{g}^{-1}$, obteve, resultado na carga/descarga galvanostática, densidade de energia de $4 \text{ Wh}\cdot\text{kg}^{-1}$, evidenciando que o carregamento lento favorece o armazenamento de energia.

Em resposta aos objetivos gerais e específicos deste trabalho, temos que: as características eletroquímicas do ArGO são significativamente moduladas pela incorporação de CDs e pelo tratamento térmico. A caracterização morfológica e eletroquímica revelou uma correlação direta entre a estrutura do material e seu desempenho. A janela de potencial positiva foi a mais apropriada para ArGO com incorporação de CDs. Por fim, os ensaios de voltametria cíclica, carga/descarga galvanostática e a análise do diagrama de Ragone confirmaram que os materiais desenvolvidos exibem o comportamento típico de dispositivos supercapacitores.



Portanto, este trabalho não apenas valida a estratégia de incorporação de *carbon dots* no aerografeno como uma rota promissora para o desenvolvimento de eletrodos de alto desempenho para supercapacitores, mas também avança no entendimento ao demonstrar que a combinação entre uma composição otimizada e uma janela de potencial específica é a chave para maximizar o desempenho, tanto em capacitância quanto em densidade de energia, de eletrodos para supercapacitores.



7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] OLABI, A. G. et al. Supercapacitors as next generation energy storage devices: Properties and applications. **Energy**, v. 248, p. 123617, 1 jun. 2022.
- [2] SAYED, E. T. et al. Renewable Energy and Energy Storage Systems. **Energies**, v. 16, n. 3, p. 1415, jan. 2023.
- [3] OLABI, A. G.; ABDELKAREEM, M. A. Energy storage systems towards 2050. **Energy**, v. 219, p. 119634, 15 mar. 2021.
- [4] LIU, C. et al. Advanced Materials for Energy Storage. **Advanced Materials**, v. 22, n. 8, p. E28–E62, 2010.
- [5] DETKA, K.; GÓRECKI, K. Selected Technologies of Electrochemical Energy Storage—A Review. **Energies**, v. 16, n. 13, p. 5034, jan. 2023.
- [6] DAR, M. A. et al. Advancements in Supercapacitor electrodes and perspectives for future energy storage technologies. **International Journal of Hydrogen Energy**, v. 70, p. 10–28, 12 jun. 2024.
- [7] WINTER, M.; BRODD, R. J. What Are Batteries, Fuel Cells, and Supercapacitors? **Chemical Reviews**, v. 104, n. 10, p. 4245–4270, 1 out. 2004.
- [8] BAGOTSKY, V. S.; SKUNDIN, A. M.; VOLFKOVICH, Y. M. **Electrochemical Power Sources: Batteries, Fuel Cells, and Supercapacitors**. [s.l.] John Wiley & Sons, 2015.
- [9] DELL, R. M.; DELL, R.; RAND, D. A. J. **Understanding Batteries**. [s.l.] Royal Society of Chemistry, 2001.
- [10] JALAL, N. I.; IBRAHIM, R. I.; OUDAH, M. K. A review on Supercapacitors: types and components. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 1973, n. 1, p. 012015, ago. 2021.
- [11] ŞAHİN, M. E.; BLAABJERG, F.; SANGWONGWANICH, A. A Review on Supercapacitor Materials and Developments. **Turkish Journal of Materials**, v. 5, n. 2, p. 30 dez. 2020.
- [12] IRO, Z. S.; SUBRAMANI, C.; DASH, S. S. A Brief Review on Electrode Materials for Supercapacitor. **International Journal of Electrochemical Science**, v. 11, n. 12, p. 10628–10643, 1 dez. 2016.
- [13] MENDHE, A.; PANDA, H. S. A review on electrolytes for supercapacitor device. **Discover Materials**, v. 3, n. 1, p. 29, 26 out. 2023.



- [14] DRUMMOND, R. et al. Overcoming diffusion limitations in supercapacitors using layered electrodes. **Journal of Power Sources**, v. 433, p. 126579, 1 set. 2019.
- [15] SILVA XAVIER, F. F. **Desempenho eletroquímico e caracterização de compósitos condutores MnCo₂O₄,5@PPi, Bi₂O₃@PPi e NTC@Ppi como eletrodos em supercapacitores**. Mestrado em Química—Uberlândia: Universidade Federal de Uberlândia, 20 fev. 2018.
- [16] RIAZ, A. et al. Review on Comparison of Different Energy Storage Technologies Used in Micro-Energy Harvesting, WSNs, Low-Cost Microelectronic Devices: Challenges and Recommendations. **Sensors**, v. 21, n. 15, p. 5041, jan. 2021.
- [17] REZENDE, I. H. W. S.; BORGES, L. E. P.; PEREIRA, R. P. Supercapacitores: Revisão. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 15, p. e226111537069–e226111537069, 15 nov. 2022.
- [18] KHOT, M.; KIANI, A. A review on the advances in electrochemical capacitive charge storage in transition metal oxide electrodes for pseudocapacitors. **International Journal of Energy Research**, v. 46, n. 15, p. 21757–21796, 2022.
- [19] VERMA, S. et al. **Multidimensional Nanomaterials for Supercapacitors: Next Generation Energy Storage**. [s.l.] Bentham Science Publishers, 2024.
- [20] KARTHIKEYAN, S. et al. Supercapacitor: Evolution and review. **Materials Today: Proceedings**, v. 46, p. 3984–3988, 2021.
- [21] PRASANKUMAR, T. et al. Pseudocapacitors. Em: **Supercapacitors for the Next Generation**. [s.l.] IntechOpen, 2021.
- [22] PATOWARY, B. B.; BRAHMA, D.; MONDAL, A. Study of RuO₂- and MnO₂-based electrode materials and their performance review in conjunction with PANi for supercapacitor applications. **Ionics**, v. 31, n. 1, p. 67–115, 1 jan. 2025.
- [23] SRIDHAR, D. et al. Carbon nano-fiber forest foundation for ruthenium oxide pseudo-electrochemical capacitors. 26 maio 2020.
- [24] IVANOVA, A. G. et al. Development and Research of Electroactive Pseudocapacitor Electrode Pastes Based on MnO₂. **Glass Physics and Chemistry**, v. 46, n. 1, p. 96–101, 1 jan. 2020.
- [25] KIM, G. et al. Deposition of polyaniline nanofibers on activated carbon textile for high-performance pseudocapacitors. **Carbon Letters**, v. 34, n. 9, p. 2411–2419, 1 nov. 2024.
- [26] MANDAL, P. et al. Fabrication of Graphene-Fe₃O₄-Polypyrrole based ternary material as an electrode for Pseudocapacitor application. **Materials Today: Proceedings**, International



Conference on Advances in Construction Materials and Structures. v. 65, p. 1001–1010, 1 jan. 2022.

[27] BANERJEE, S. et al. Recent advancement of supercapacitors: A current era of supercapacitor devices through the development of electrical double layer, pseudo and their hybrid supercapacitor electrodes. **Journal of Energy Storage**, v. 108, p. 115075, 1 fev. 2025.

[28] ŞAHİN, M. E.; BLAABJERG, F.; SANGWONGWANICH, A. A Comprehensive Review on Supercapacitor Applications and Developments. **Energies**, v. 15, n. 3, p. 674, jan. 2022.

[29] SHARMA, P.; KUMAR, V. Current Technology of Supercapacitors: A Review. **Journal of Electronic Materials**, v. 49, n. 6, p. 3520–3532, 1 jun. 2020.

[30] MOLAHALLI, V. et al. Past decade of supercapacitor research – Lessons learned for future innovations. **Journal of Energy Storage**, v. 70, p. 108062, out. 2023.

[31] ASBANI, B. et al. High temperature solid-state supercapacitor designed with ionogel electrolyte. **Energy Storage Materials**, v. 21, p. 439–445, set. 2019.

[32] OYEDOTUN, K. O. et al. Advances in Supercapacitor Development: Materials, Processes, and Applications. **Journal of Electronic Materials**, v. 52, n. 1, p. 96–129, 1 jan. 2023.

[33] NAJIB, S.; ERDEM, E. Current progress achieved in novel materials for supercapacitor electrodes: mini review. 6 ago. 2019.

[34] DA SILVA, L. M. et al. Reviewing the fundamentals of supercapacitors and the difficulties involving the analysis of the electrochemical findings obtained for porous electrode materials. **Energy Storage Materials**, v. 27, p. 555–590, 1 maio 2020.

[35] PERSHAANAA, M. et al. Every bite of Supercap: A brief review on construction and enhancement of supercapacitor. **Journal of Energy Storage**, v. 50, p. 104599, 1 jun. 2022.

[36] YANG, Y. et al. Application of the Supercapacitor for Energy Storage in China: Role and Strategy. **Applied Sciences**, v. 12, n. 1, p. 354, jan. 2022.

[37] JAGADALE, A. et al. Lithium ion capacitors (LICs): Development of the materials. **Energy Storage Materials**, v. 19, p. 314–329, maio 2019.

[38] GEIM, A. K.; NOVOSELOV, K. S. The rise of graphene. **Nature Materials**, v. 6, n. 3, p. 183–191, mar. 2007.

[39] AL FARUQUE, M. A. et al. A Review on the Production Methods and Applications of Graphene-Based Materials. **Nanomaterials**, v. 11, n. 9, p. 2414, set. 2021.



- [40] NOVOSELOV, K. S. et al. Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. **Science**, v. 306, n. 5696, p. 666–669, 22 out. 2004.
- [41] ZHU, Y. et al. Graphene and Graphene Oxide: Synthesis, Properties, and Applications. **Advanced Materials**, v. 22, n. 35, p. 3906–3924, 2010.
- [42] CHEN, L. et al. A general way to manipulate electrical conductivity of graphene. **Chemical Engineering Journal**, v. 462, p. 142139, 15 abr. 2023.
- [43] URADE, A. R.; LAHIRI, I.; SURESH, K. S. Graphene Properties, Synthesis and Applications: A Review. **JOM**, v. 75, n. 3, p. 614–630, 1 mar. 2023.
- [44] BHUYAN, MD. S. A. et al. Synthesis of graphene. **International Nano Letters**, v. 6, n. 2, p. 65–83, 1 jun. 2016.
- [45] MBAYACHI, V. B. et al. Graphene synthesis, characterization and its applications: A review. **Results in Chemistry**, v. 3, p. 100163, 1 jan. 2021.
- [46] SOFIA, J.; SEMMER, A.; SILVA, S. 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, 15 dez. 2017.
- [47] DREWNIAK, S. et al. Studies of Reduced Graphene Oxide and Graphite Oxide in the Aspect of Their Possible Application in Gas Sensors. **Sensors**, v. 16, n. 1, p. 103, jan. 2016.
- [48] KONIOS, D. et al. Dispersion behaviour of graphene oxide and reduced graphene oxide. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 430, p. 108–112, 15 set. 2014.
- [49] RAZAQ, A. et al. Review on Graphene-, Graphene Oxide-, Reduced Graphene Oxide-Based Flexible Composites: From Fabrication to Applications. **Materials**, v. 15, n. 3, p. 1012, jan. 2022.
- [50] LIU, Y. et al. Advances in carbon dots: from the perspective of traditional quantum dots. 4 jun. 2020.
- [51] SCHIAVON, M. A.; MACHADO, W. S.; LIMA, L. C. DE O. Pontos de Carbono: Síntese Química, Propriedades e Aplicações – Uma Revisão: Carbon Dots: Chemical Synthesis, Properties and Applications – a review. **Revista Virtual de Química**, v. 15, n. 6, 20 dez. 2023.
- [52] PERMATASARI, F. A. et al. Carbon-Based Quantum Dots for Supercapacitors: Recent Advances and Future Challenges. **Nanomaterials**, v. 11, n. 1, p. 91, jan. 2021.
- [53] XU, X. et al. Electrophoretic Analysis and Purification of Fluorescent Single-Walled Carbon Nanotube Fragments. **Journal of the American Chemical Society**, v. 126, n. 40, p. 12736–12737, 1 out. 2004.



- [54] KANG, Z.; LEE, S.-T. Carbon dots: advances in nanocarbon applications. 25 out. 2019.
- [55] KHAN, Z. G.; PATIL, P. O. A comprehensive review on carbon dots and graphene quantum dots based fluorescent sensor for biothiols. **Microchemical Journal**, v. 157, p. 105011, 1 set. 2020.
- [56] CUI, L. et al. Carbon Dots: Synthesis, Properties and Applications. **Nanomaterials**, v. 11, n. 12, p. 3419, dez. 2021.
- [57] XIA, C. et al. Evolution and Synthesis of Carbon Dots: From Carbon Dots to Carbonized Polymer Dots. **Advanced Science**, v. 6, n. 23, p. 1901316, 2019.
- [58] ROSS, S. et al. The analytical and biomedical applications of carbon dots and their future theranostic potential: A review. **Journal of Food and Drug Analysis**, v. 28, p. 678–696, 2 dez. 2020.
- [59] ZHAI, Y. et al. Carbon Dots as New Building Blocks for Electrochemical Energy Storage and Electrocatalysis. **Advanced Energy Materials**, v. 12, 30 dez. 2021.
- [60] RU, Y.; WATERHOUSE, G. I. N.; LU, S. Aggregation in carbon dots. **Aggregate**, v. 3, n. 6, p. e296, 2022.
- [61] VERVALD, A. et al. Toward Carbon Dots from Citric Acid and Ethylenediamine, Part 1: Structure, Optical Properties, Main Luminophore at Different Stages of Synthesis. **Carbon Trends**, v. 19, p. 100452, 1 abr. 2025.
- [62] OZYURT, D. et al. Properties, synthesis, and applications of carbon dots: A review. **Carbon Trends**, v. 12, p. 100276, 1 set. 2023.
- [63] LIU, J.; LI, R.; YANG, B. Carbon Dots: A New Type of Carbon-Based Nanomaterial with Wide Applications. **ACS Central Science**, v. 6, n. 12, p. 2179–2195, 23 dez. 2020.
- [64] LIU, Y. et al. A review of carbon dots and their composite materials for electrochemical energy technologies. **Carbon Energy**, v. 3, n. 5, p. 795–826, 2021.
- [65] GENC, R. et al. High-Capacitance Hybrid Supercapacitor Based on Multi-Colored Fluorescent Carbon-Dots. **Scientific Reports**, v. 7, n. 1, p. 11222, 11 set. 2017.
- [66] SUCHITRA, V. C. et al. Graphene electrodes decorated with starch-derived carbon dots for flexible supercapacitors. **Current Applied Physics**, v. 81, p. 57–65, 1 jan. 2026.
- [67] SHARMA, S.; CHAND, P. Supercapacitor and electrochemical techniques: A brief review. **Results in Chemistry**, v. 5, p. 100885, jan. 2023.
- [68] HE, L. et al. A Low-Cost Zn-Based Aqueous Supercapacitor with High Energy Density. **ACS Applied Energy Materials**, v. 2, n. 8, p. 5835–5842, 26 ago. 2019.