



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIAS PARA A SUSTENTABILIDADE- CCTS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS – PPGCM



## VII WORKSHOP DE PESQUISA E TECNOLOGIA EM CIÊNCIA DOS MATERIAIS

23 a 25 de outubro de 2019



# Livro de Resumos

Sorocaba 2019

## Realização



## Apoio



Sorocaba 2019

# Apresentação

O **VII Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais** tem como objetivo expor a produção científica do **Programa de Pós Graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM)** e promover a interação com outros programas da UFSCar e centros de pesquisa da região. O público alvo são alunos e pesquisadores das áreas de Química, Física, Engenharias e demais áreas correlatas à Ciências dos Materiais.

A primeira edição do evento foi realizada em 2013, e desde então, o evento tornou-se uma tradição anual, onde a comunidade local e regional têm oportunidade de se reunir para expor e discutir seus trabalhos, bem como criar e estreitar laços de colaboração científica.

Este ano, o evento recebeu palestrantes de universidades paulistas (como Unesp, USP, UFSCar - São Carlos, Unicamp, UNISO) e uma pesquisadora do estado do Paraná (UTFPR).

Nesta VII edição o evento contou com 82 participantes inscritos, além de 11 palestrantes e 3 professores ministrando o mini-curso.

Foram submetidos 55 resumos para apresentação, sendo 17 indicados para apresentação oral e 38 para pôster, divididos em 4 seções.

A Comissão Organizadora agradece o apoio das instituições que apoiaram o evento e o árduo trabalho da comissão de trabalho que tornaram o evento possível.

Esperamos nos encontrar novamente em 2020!

## **Comissão Organizadora**

- ❖ Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Adriana de O. D. Silva - UFSCar-Sorocaba
- ❖ Prof. Dr. Giovanni Pimenta Mambrini - UFSCar – Sorocaba
- ❖ Prof. Dr. Vagner Romito de Mendonça - IFSP Itapetininga

## **Comitê Científico**

- ❖ Prof. Dr. Airton Natanael Coelho Dias
- ❖ Prof Dr. Francisco Trivinho Strixino
- ❖ Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Jane Maria Faulstich de Paiva
- ❖ Prof. Dr. Vagner Roberto Botaro

## **Comissão de Trabalho**

- ❖ Amanda Sousa Martinez de Freitas - UNIFESP
- ❖ Ana Carolina Cugler Moreira - UFSCar - Sorocaba
- ❖ André Lopes Ferreira - UFSCar - Sorocaba
- ❖ Antônio Said Webbe Sales - UFSCar - Sorocaba
- ❖ Cristiane Carla Maciel - UNESP - Sorocaba
- ❖ Felipe Lopes Fonseca da Silva - Fater Sorocaba
- ❖ Jéssica de Souza Rodrigues - UFSCar - Sorocaba
- ❖ Larissa Mendes Mariano - UFSCar - Sorocaba
- ❖ Lucas Felipe de Lima - UFSCar-Sorocaba
- ❖ Marcos Dorigão Manfrinato - UFSCar-Sorocaba
- ❖ Uanderson Mezavilla Garcia- UFSCar Sorocaba

## Programa

Horário	23/10	24/10	25/10
8:30	<b>ABERTURA</b>		
9:00	<b>Multifunctional Interfaces</b> Prof. Dr. Antonio Riul Jr (Unicamp)	<b>Nanomateriais Bioativos</b> Prof. Dr. Paulo Noronha Lisboa Filho (Unesp – Bauru)	<b>Filmes à Base de Silício na Proteção de Superfícies Metálicas contra a Corrosão</b> Profa. Dra. Elidiane C. Rangel (Unesp – Sorocaba)
10:00	<b>Miméticos: uma rota para eletrodos descartáveis na quantificação de pesticidas?</b> Prof. Dr. Sergio A. S. Machado (IQSC – USP)	<b>Anodic oxides produced under a high electric field</b> Prof. Dr. Francisco T. Strixino (UFSCar Sorocaba)	<b>Biossensores baseados em Ressonância Plasmônica de Superfície (SPR)</b> Profa. Dra. Marystela Ferreira (UFSCar Sorocaba)
10:45	<b>CAFÉ</b>		
11:15	<b>Interação da Radiação com a Matéria: Absorção de Raios- X e a correlação entre Estrutura e Propriedades Físicas de Materiais Desordenados</b> Prof. Dr. Valmor Mastelaro (IFSC-USP)	<b>Nanotexturização eletroquímica de titânio em fluido corporal simulado e suas aplicações</b> Profa. Dra. Mariana de Souza Sikora (UTFPR)	<b>Development of nanocomposites for applications as active packaging and controlled release technology</b> Prof. Dr. Fauze Ahmad Aouada (Unesp – Ilha Solteira)
12:00	<b>ALMOÇO</b>		
14:00	<b>Pesquisa e Desenvolvimento em Modificação de polímeros: como alterar as propriedades de bulk e de superfície</b> Profa. Dra. Sandra Andrea Cruz (UFSCar – São Carlos)	<b>Produção de Nanocelulose bacteriana e suas aplicações</b> Profa. Dra. Angela F. Jozala (Uniso)	<b>MINI CURSO: Image J</b>  Prof. Dr. Jonathan Gazzola (UFSCar) Prof. Dr. Antonio Carlos Loureiro Lino (IAC) Prof. Dr. Inacio Maria Dal Fabbro (Unicamp)
15:00	<b>POSTER 1 + CAFÉ</b>	<b>POSTER 2 + CAFÉ</b>	
16:00- 18:00	<b>ORAL 1*</b>	<b>ORAL 2*</b>	

# Sumário

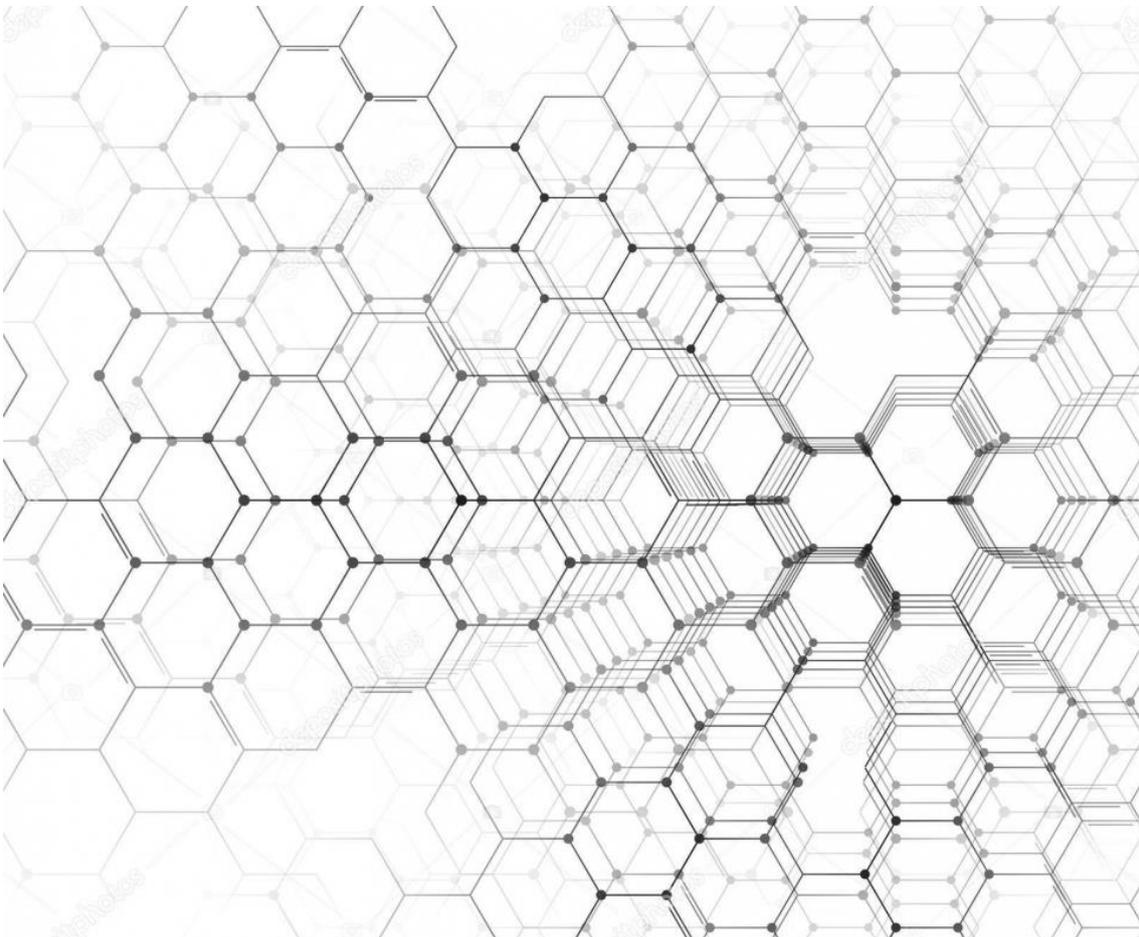
<b>Palestras Convidadas</b> .....	10
Multifunctional Interfaces .....	11
Miméticos: uma rota para eletrodos descartáveis na quantificação de pesticidas? .....	12
Interação da Radiação com a Matéria: Absorção de Raios-X e a correlação entre Estrutura e Propriedades Físicas de Materiais Desordenados.....	13
Pesquisa e Desenvolvimento em Modificação de polímeros: como alterar as propriedades de bulk e de superfície .....	14
Nanomateriais Bioativos .....	15
Anodic oxides produced under a high electric field .....	16
Nanotexturização eletroquímica de titânio em fluido corporal simulado e suas aplicações	17
Produção de Nanocelulose bacteriana e suas aplicações .....	18
Filmes à Base de Silício na Proteção de Superfícies Metálicas contra a Corrosão.....	19
“Biossensores baseados em Ressonância “Plasmônica de Superfície (SPR).....	20
Development of nanocomposites for applications as active packaging and controlled release technology.....	21
<b>Apresentações Orais</b> .....	22
Avaliação do processo duplex (nitrocementação a plasma + deposição de filme DLC) na resistência ao desgaste e à corrosão do aço AISI 4340.....	23
Degradação fotocatalítica de azul de metileno utilizando óxidos mistos de Nb e Al obtidos por oxidação eletrolítica à plasma (PEO).....	24
Fabricação e caracterização de microdispositivos capacitivos para análise de estruturas metalorgânicas de superfície .....	25
LbL Coating for Metallic Ions Adsorption.....	26
Caracterização por Análise Térmica Dinâmico-Mecânica de Filmes de Amido de Milho com Incorporação de Fibras de Bagaço de Cevada .....	27
Fracionamento da lignina kraft por solventes orgânicos: caracterização da lignina e frações obtidas .....	28

Produção de arcabouço poroso de Poli(PCLTMC) uretana e diferenciação celular em condrócitos em biorreator sob compressão mecânica .....	29
Obtenção de nanocelulose bacteriana de Kombucha .....	30
Layer-by-Layer nanostructured films of magnetite nanoparticles and polypyrrole towards synergistic effect on methylparaben electrochemical detection .....	31
Síntese de nanopartículas de ZrO <sub>2</sub> dopadas com molibdênio pelo método solvotérmico e aplicação na catálise de reações de esterificação .....	32
Space-charge distribution at the interface of organic materials with metals and insulators	33
Comparação do método químico e método à plasma no preparo de nanocompósitos de prata e nanocelulose.....	34
Electron transfer in different structure of DNA-AuNPs superlattice.....	36
Caracterização do comportamento oscilatório da liga de níquel-ferro utilizando a análise multivariada .....	36
Resistência à tração de diferentes tipos de tecidos de fibras de juta .....	38
Desafios no uso de polipropileno reciclado em aplicações automotivas internas .....	38
Hidrogel de fonte renovável empregado como fase estacionária em cromatografia de exclusão por tamanho para fracionamento da macromolécula de lignina .....	39
<b>Apresentações Pôster</b> .....	40
Síntese e caracterização da heteroestrutura SnO <sub>2</sub> /Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> aplicada na fotorredução de CO <sub>2</sub> .....	41
Síntese e Propriedades Fotocatalíticas de Heteroestruturas MoS <sub>2</sub> /TiO <sub>2</sub> .....	42
Efeitos da nitretação a plasma e do filme de carbono amorfo (a:C-H) aplicado ao aço 1020 desgastado por alumínio AA3104 .....	43
Análise de viabilidade econômica do uso de diversas fontes de biomassa para queima	44
Produção e Caracterização de Nanotubos de Carbono por PECVD .....	45
Estudo da resistência à oxidação isotérmica das superligas MAR-M246 convencional e modificada com nióbio em elevadas temperaturas .....	46
Sensor eletroquímico elaborado com a técnica LbL em eletrodo de ouro funcionalizado com nanopartículas de prata para a detecção de Glifosato.....	47
Síntese de nanopartículas de Nb <sub>2</sub> O <sub>5</sub> dopada com lantânio pelo método solvotérmico e aplicação na catálise de reações de esterificação .....	48
Microplásticos: Impacto Ambiental de Polímeros Fotodegradados .....	49

Síntese de nanopartículas de prata para a detecção de cádmio e chumbo .....	50
Síntese e Atividade Fotocatalítica de Heteroestruturas MoS <sub>2</sub> /ZnO.....	51
Construção de um biossensor eletroquímico para detecção de dopamina.....	52
Synthesis of Ag-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> produced by PEO for food packing applications .....	53
Revisão do estudo das propriedades de filmes de organossilicone depositados por PECVD em atmosfera de HMDSO e gases .....	54
Incorporação de agentes de liberação de fármacos em filmes de poli(adipato-co-tereftalato de butileno) pela técnica de Langmuir-Blodgett (LB) .....	55
Oxidação eletrolítica à plasma (PEO) de ligas de Al para obtenção de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> dopado com Zn .....	56
Investigation of Nanostructured Oxide Membranes for possible application in drug delivery, catalysis or sensor .....	57
Influência da granulometria na síntese de membranas de acetato de celulose de bagaço de cana-de-açúcar .....	58
Verificação do mecanismo de fotodegradação do corante Rodamina- B na presença da heteroestrutura e semicondutores.....	60
Space-charge and doping gradient in polypyrrole thin-film devices .....	60
Influência das condições experimentais na morfologia dos nanotubos de TiO <sub>2</sub> para aplicação em sistemas de liberação de substâncias.....	61
Caracterização e obtenção de nanocristais de celulose de diferentes estádios fenológicos da planta de milho (zea mays l.) .....	62
Obtenção de nanocelulose funcionalizada através da reação de oxipropilação.....	63
Avaliação Mecânica de Compósitos Poliméricos Termorrígidos Reforçados com Resíduos de Tecidos de Fibras de Vidro .....	64
Comparação de propriedades de impacto de misturas de PE/PP (reciclados) com resíduos de tênis .....	65
Thermal characterization of simvastatin incorporation to hydrogel based on pluronic f-127 for bone regeneration.....	67
Propriedades e aplicações de filmes de óxidos metálicos obtidos por oxidação eletrolítica à plasma e dopagem anódica utilizando resíduo de lama vermelha .....	67
Desenvolvimento de um biossensor óptico pela técnica de ressonância plasmônica de superfície (spr) para a determinação de creatina kinase (ck-mb).....	68
A influência dos extrativos no poder calorífico da Brachiaria sp.....	69

Interferência da posição do cadinho na determinação da norma ISO 18123 .....	70
Análise imediata da casca de Eucalyptus sp. in natura e de seus biochars produzidos em pirólise lenta .....	71
Interferência da posição do material na mufla a 300° C e a 600° C.....	72
Deposição de filmes de TiO <sub>2</sub> e BiVO <sub>4</sub> através de Plasma eletrolítico e sua aplicabilidade em fotocatalise heterogênea.....	73
Casca de Eucalyptus sp. para a produção de biochar .....	75
Estudos sobre a síntese de heteroestruturas MoS <sub>2</sub> /TiO <sub>2</sub> e sua aplicação em sistemas de interesse ambiental.....	75
Síntese de Heteroestruturas TiO <sub>2</sub> /BiVO <sub>4</sub> para aplicação em Fotocatalise Heterogênea	76
Comparação dos efeitos de TiO <sub>2</sub> -NTs sintetizados a partir da liga Ti6Al4V em condições potencioestáticas e galvanostáticas.....	77

# Palestras Convidadas



## **Multifunctional Interfaces**

Antonio Riul Jr

Instituto de Física 'Gleb Wataghin', UNICAMP, Department of Applied Physics

We will talk about the fabrication of hybrid nanostructures based on polymers, metallic nanoparticles and reduced graphene oxides (rGO) for the formation of self-healing, conductive interfaces. It is attractive from a technological point-of-view, as the next generation of wearable and implantable electronics requires flexibility, large area coverage, easy processing and good thickness control. Self-healing, conductive materials are indispensable elements for a new generation of electronic devices and they have attracted considerable attraction in multifunctional applications such as electronic skin (e-skin), healable batteries and *smart textiles*. The healing ability has been studied as a new functionality to be implemented in electronics in order to enhance lifetime and durability, with the possibility of being integrated into wearable devices for the continuous monitoring of human daily activities. Recently, we verified the importance of rGOs in the conduction and healing mechanisms of nanostructures formed by the layer-by-layer (LbL) technique. Here, we will show how it is being explored by us to find out a balance between electrical and mechanical properties in LbL multilayered nanostructures.

# MIMÉTICOS: UMA ROTA PARA ELETRODOS DESCARTÁVEIS NA QUANTIFICAÇÃO DE PESTICIDAS?

Sergio A. Spinola Machado<sup>1</sup>, Livia F. Sggobi<sup>2</sup>

1 - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo  
Av. do Trabalhador São-carlense, 400, Jardim Lutfalla, 13586-590 SP

2 - Instituto de Química, Universidade Federal de Goiás, Campus Samambaia, Avenida Esperança, s/n, Bloco IQ-1, CEP 74690-900 Goiânia, GO, Brasil.

**Resumo:** A quantificação de pesticidas em amostras de alimentos é um tema estratégico devido aos efeitos prejudiciais destas substâncias na saúde humana. A ANVISA propôs um projeto de longa duração, chamado PARA, com o objetivo de monitorar a quantidade de resíduos de pesticidas em vários tipos de frutas e legumes, em todo o território nacional. Entretanto, a dificuldade financeira e de execução das técnicas analíticas utilizadas (cromatografias gasosa e líquida) impõem um grande obstáculo para atingir estes objetivos. De fato, o último relatório disponível, deste programa, é de 2014, inútil para o controle diário de tais contaminantes. O uso de biossensores pode viabilizar este projeto da ANVISA, devido ao seu baixo custo e curto tempo de análise. Além disto, o uso de eletrodos descartáveis, como aqueles usados para quantificar glicose em diabéticos, é indicado para aumentar a reprodutibilidade das medidas. Entretanto, as enzimas (principalmente a acetilcolinesterase, a mais utilizada para a quantificação de organofosforados e carbamatos) são muito custosas e instáveis para a utilização em biossensores descartáveis. Assim, as moléculas miméticas são o caminho natural para estes dispositivos. Nesta apresentação, o desenvolvimento de moléculas orgânicas que possam hidrolisar a acetilcolina (substrato da enzima) no Grupo de Materiais Eletroquímicos e Métodos Eletroanalíticos, IQSC – USP, é apresentado. Os estudos se iniciaram com a síntese e caracterização do ácido 4-[(1E)etanohidrazonoil]benzóico para a esterase da acetilcolina. A molécula orgânica é fácil de sintetizar, barata e possui um sítio reacional parecido com o sítio ativo da enzima. Ela mostrou alguma atividade na hidrólise, porém a velocidade da reação foi muito menor que a da enzima correspondente. Os estudos continuaram com várias hidrazonas ( $\alpha$ -nucleófilos) porém com resultados similares. Para melhorar a velocidade da reação, uma nova classe de miméticos foi sintetizada pela modificação dos grupos funcionais do polímero poli(acrilamida), com grupos ácidos carboxílicos e hidroxâmicos. O polímero resultante, o polihidroxamicalcanoato (PHA), mostrou sítios reacionais com distâncias geométricas muito próximas da enzima acetilcolinesterase e uma capacidade de hidrólise da acetilcolina muito melhorada, com velocidades de reação muito maiores. A reatividade do PHA também foi inibida pela presença de pesticidas carbamatos e organofosforados, indicando a possibilidade da sua utilização como um mimético de baixo custo em biossensores eletroquímicos descartáveis. A interação entre os sítios ativos do polímero e a molécula alvo (acetilcolina e pesticidas) foi analisada por estudos teóricos.

## Agradecimentos:

Para o CNPq e a Fapesp (Processos No. 2013/17053-0, 2016/12759-0 e 2012/08750-6) pelo apoio financeiro.

---

Email do autor correspondente: [sasmach@iqsc.usp.br](mailto:sasmach@iqsc.usp.br)

**Interação da radiação com a Matéria: Absorção de Raios-X e a correlação entre Estrutura e Propriedades Físicas de Materiais Desordenados**

Prof. Valmor Roberto Mastelaro

Instituto de Física de São Carlos - USP

O progresso alcançado na área de Ciência dos Materiais ocorreu em grande parte pelo uso de técnicas de caracterização estrutural como a difração de raios-X. Embora a aplicação desta técnica permitisse a determinação exata da estrutura de ordem de longo alcance (LRO) em materiais que têm uma estrutura perfeitamente regular, em alguns casos, a determinação da estrutura atômica "real" não pôde ser completamente descrita usando apenas esta propriedade. Entre estes casos, podem-se citar os materiais que apresentam uma desordem local em uma estrutura cristalina periódica com um elevado grau de simetria cristalina, materiais vítreos que apenas apresentam somente ordem a curta distância e materiais nanoestruturados, cuja ordem de longo alcance é limitada pelas dimensões de domínios estruturais que caracterizam o padrão de difração. Como as interações locais nesses casos determinam muitas de suas propriedades, a caracterização precisa da estrutura local torna-se essencial para uma melhor compreensão dessas propriedades, bem como para o desenvolvimento de novos materiais. Nesta palestra, serão apresentadas nossas principais contribuições através do uso da técnica de absorção de raios-X em relação ao estudo da estrutura local e eletrônica de diferentes tipos de materiais. Serão apresentados exemplos que permitiram uma compreensão mais detalhada da correlação entre propriedade e estrutura de materiais desordenados.

# **Pesquisa e Desenvolvimento em Modificação de polímeros: como alterar as propriedades de bulk e de superfície.**

Sandra Andrea Cruz<sup>1\*</sup>

\* sandra.cruz@ufscar.br

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus São Carlos, São Carlos – SP.

O emprego dos materiais poliméricos em diversos setores industriais depende, dentre diferentes fatores, das suas propriedades. Uma das grandes vantagens do uso destes materiais consiste na possibilidade de modificar suas características de bulk e de superfície, produzindo polímeros com propriedades específicas. Neste seminário serão abordados alguns aspectos sobre a modificação superficial à plasma, bem como a possibilidade de criação, por esta técnica, de estruturas bioinspiradas aplicáveis na área médica. Em outros casos, por exemplo, no emprego de materiais poliméricos reciclados, a viabilidade de aplicação em segmentos avançados de mercado só é possível por meio na modificação do seu bulk. A correlação entre a reciclabilidade e degradabilidade associado às suas propriedades físico-químicas será também apresentada.

## **Nanomateriais Bioativos**

Paulo Noronha Lisboa Filho

Grupo de Materiais Avançados - Departamento de Física - UNESP

No seminário serão abordados aspectos da interação de materiais nanoestruturados com o material biológico. Serão apresentadas as definições de biocompatibilidade e bioatividade e, diante de tais definições, as estratégias de uso de materiais em escala nanométrica para casos implantes odontológicos e ortopédicos em pacientes com comprometimento sistêmicos, tais como osteoporose e diabetes. Alguns casos estudados no nosso grupo serão apresentados como exemplos.

## **Anodic oxides produced under a high electric field**

Francisco Trivinho-Strixino\*

*Centro de Ciências e Tecnologias para a Sustentabilidade (CCTS),  
Departamento de Física, Química e Matemática (DFQM-So), Programa de  
Ciência dos Materiais (PPGCM\_So), Universidade Federal de São Carlos, 18052-  
780, Sorocaba, SP, Brazil*

*\*[fstrixino@ufscar.br](mailto:fstrixino@ufscar.br)*

A

Nowadays, oxide nanostructured materials find application in a wide variety of fields. There is a lot of synthetic routes and different properties find[1]. Valve metal anodization technique is an alternative method of anodization carried out in a high electric field[1]. For instance, depending on the experimental conditions, i.e., the anodization duration, the electrolyte composition and temperature, and the applied regime (constant I/V or pulsed modes), it is possible to modulate the morphology, structure, electrical and other properties of the produced material. If the anodization is carried out above the oxide breakdown potential, a crystallization and an anodic doping level of the oxide is achieved resulting in interesting properties. On the other hand, if the anodization is taken below the oxide breakdown potential, it is possible to control the oxide morphology in the nanometric scale, for instance the production of nanoporous anodic alumina (NAA) and the titanium oxide nanotubes.

In this presentation, it will be shown some examples of the above mention oxide production, particularly the Zr, Al and Ti anodization and some of targeted properties.

### *Acknowledgments*

We acknowledge financial support from the Brazilian agencies of FAPESP (Grant 2010/10813-0), CAPES and CNPq (Grant 443125/2014-7) and the LNNano facility for SEM characterizations.

### *References*

1. Trivinho-Strixino, F., J.S. Santos, and M. Souza Sikora, 3 - *Electrochemical Synthesis of Nanostructured Materials*, in *Nanostructures*, A.L. Da Róz, et al., Editors. 2017, William Andrew Publishing. p. 53-103.

## **Nanotexturização eletroquímica de titânio em fluido corporal simulado e suas aplicações**

Profa. Dra. Mariana de Souza Sikora

UTFPR

Óxidos podem ser crescidos sobre metais por diferentes técnicas, dentre estas destaca-se a técnica eletroquímica. Será discutida a modificação superficial de implantes de titânio a partir da nanotexturização em uma solução desenvolvida recentemente contendo fluido corporal simulado (patente solicitada). Esta solução, rica em íons permite o crescimento de nanoestruturas auto-organizadas a partir de 10 min de reação eletroquímica. As consequências da nanoarquitetura nas propriedades de materiais utilizados como implantes ósseos será discutida. Além disso, será abordado o uso destes biomateriais como dispositivos de liberação controlada de drogas e seus efeitos sobre bactérias patogênicas.

## **Produção de Nanocelulose bacteriana e suas aplicações**

## Filmes à Base de Silício na Proteção de Superfícies Metálicas contra a Corrosão

Rita de Cássia C. Rangel, Elidiane C. Rangel

*Laboratório de Plasmas Tecnológicos, Instituto de Ciência e Tecnologia de Sorocaba, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"*

Embora o aço carbono seja um material amplamente utilizado em esculturas, utensílios domésticos, instalações de transporte, materiais de construção e ferramentas, ele é facilmente oxidado na atmosfera. Para evitar esse problema, alguns trabalhos sugerem o desenvolvimento de revestimentos protetores, utilizando a técnica de deposição de plasma baseada em hexametildisiloxano, HMDSO. Alterando os parâmetros do plasma, é possível depositar filmes com características que variam de organossilicone à óxido de silício. Os filmes de óxido de silício são mais resistentes à corrosão do que os organossilicones, porém apresentam defeitos estruturais que afetam a eficiência e a estabilidade física da camada e, portanto, sua aplicação prática. A camada orgânica preenche os defeitos da camada inorgânica, impedindo a penetração de agentes corrosivos. Neste trabalho, camadas com composições químicas gradualmente alteradas entre o  $\text{SiO}_x$  e o  $\text{SiO}_x\text{C}_y\text{H}_z$  foram depositadas pela técnica de deposição de plasma usando HMDSO, Ar e  $\text{O}_2$ . Em um primeiro e segundo conjunto de experimentos, as condições de deposição foram variadas para obter as camadas inorgânicas e de organossilicone com as melhores propriedades de barreira. Posteriormente, com as melhores camadas individuais, as camadas graduais foram construídas. As condições do plasma foram inicialmente ajustadas para a obtenção de uma camada completamente de óxido de silício. Durante o processo de deposição, as condições do plasma foram variadas para aumentar gradualmente o conteúdo orgânico do filme. Investigou-se o efeito do número de camadas e da espessura das camadas graduais na resistência à corrosão do sistema. Espectroscopia de impedância eletroquímica, EIS e polarização potenciodinâmica foram utilizados para avaliar as camadas únicas e a proteção multicamada contra a corrosão. A molhabilidade da superfície foi avaliada por medidas de ângulo de contato. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizada para avaliar a microestrutura da superfície e o perfil multicamada. Espectroscopia de fotoelétrons de raios X, XPS e espectroscopia de infravermelho, FTIR, foram aplicadas para analisar a composição química e a estrutura molecular das camadas. A espessura dos filmes foi medida por perfilometria, enquanto a morfologia e rugosidade foram determinadas por microscopia de força atômica, AFM. Os melhores resultados de resistência à corrosão,  $R_t$ , do sistema gradual foram obtidos com uma camada de organossilício mais externa. O revestimento de aço carbono com o filme multicamada resultou em um aumento de 6 ordens de grandeza na resistência total à corrosão.

# **"Biossensores baseados em Ressonância Plasmônica de Superfície (SPR)"**

Marystela Ferreira<sup>\*</sup>

<sup>\*</sup> marystela@ufscar.br

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Nessa apresentação será abordado o desenvolvimento de biossensores pela técnica de ressonância plasmônica de superfície (SPR) modificando o sensor de ouro do SPR com diferentes materiais, destacando grafenos, antígeno-anticorpo, enzimas. Serão apresentados os principais resultados obtidos no grupo de pesquisa em Nanociência e Nanotecnologia aplicadas em Sensoriamento (GPNNS) da UFSCar/CCTS, bem como da literatura. A caracterização de biossensores pelo nosso grupo tem contribuído nos estudos relacionados a espectroscopia de SPR no Brasil.

## **Development of nanocomposites for applications as active packaging and controlled release technology**

Fauze Ahmad Aouada\*

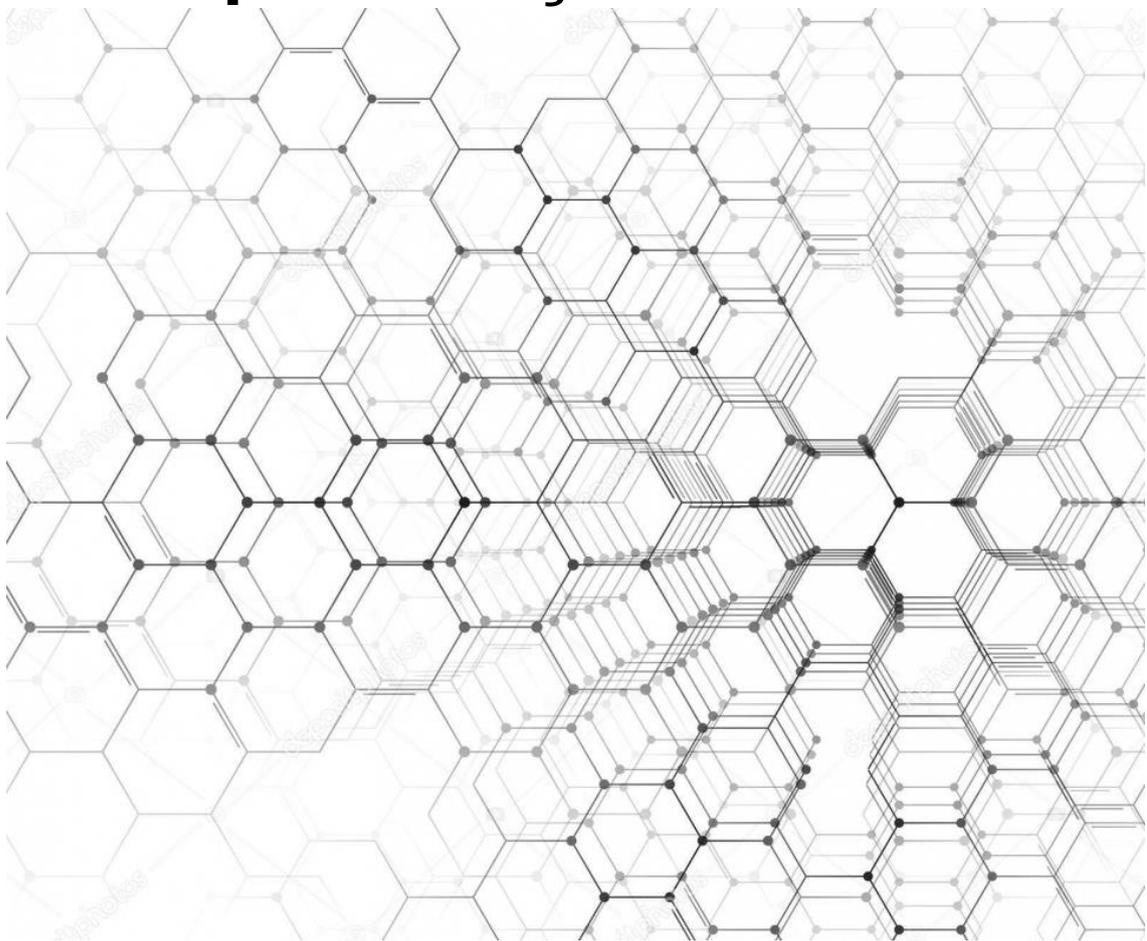
*Grupo de Compósitos e Nanocompósitos Híbridos (GCNH), São Paulo State University (Unesp), SP, Brazil.*

One of the lines of research developed in GCNH group is to develop films for active packaging [1]. Research on active packaging is currently of great interest, where one of the phases incorporates specific functions of sanitization, for example, bactericidal or bacteriostatic properties. The main concern is in preserving human health. On the other hand, the use of renewable natural resources in the preparation of new polymeric materials has main advantages, like renewable character, wide availability, low cost, and biodegradability. The preparation of films and packaging from natural polysaccharides is of great industrial interest. In this research, we have as main objective to produce active biodegradable nanocomposites containing natural polymers and nanoemulsions of different essential oil for application in the conservation of foods. Nanoemulsions is used in order to produce packages with improved properties (in relation to the properties of matrices without nanostructures) and active activities (bactericidal and/or bacteriostatic, as well as preservatives).

The other research line of the GCNH group is based on the controlled release technology (CRT) [2], which is a promising technology of health and preservation of the environment. CRT is very promising because it allows the maintenance of some solute concentrations, such as fertilizer or pesticide, within an ideal range avoiding inefficiency and toxicity problems, minimizing the environmental and health impacts and improving their efficiency. Thus, the replacement of conventional formulation agriculture inputs over CRT not only helps to avoid the remediation with excessive amounts of hazardous substances but also offers a good solution to this remediation. In this way, biodegradable, low toxicity, and cost materials with rapid absorption and desorption controlled capacity of water and solutes are possible candidates for these specific technological applications. The aim of this research is to study the applicability of the polymeric hydrogels as carrier vehicles in CRT of fertilizer, pesticides or drugs.

References: [1] Nunes, J. C.; Melo, P. T. S.; Aouada, F. A.; Moura, M. R. *Química Nova* 41, 1006 (2018); [2] Fernandes, R. S.; Moura, M. R.; Glenn, G. M.; Aouada, F. A. *Journal of Molecular Liquids* 265, 327 (2018).

# Apresentações Orais



## Avaliação do processo duplex (nitrocementação a plasma + deposição de filme DLC) na resistência ao desgaste e à corrosão do aço AISI 4340

Lucas A. P. Campos<sup>1\*</sup>, Larissa S. Almeida<sup>1</sup>, Marcos Dorigão Manfrinato<sup>2</sup>, Luciana S. Rossino<sup>1,2</sup>

\*lucasalmeidamk@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – FATEC Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: Tratamento de Superfície, Filmes Finos, Propriedades Tribológicas

Tratamentos duplex são realizados quando busca-se promover uma propriedade adicional a outro tratamento de superfície, afim de melhorar as propriedades tribológicas deste material, como exemplo, cita-se a deposição de filme Diamond-Like-Carbon (DLC) em superfícies nitrocementadas do aço AISI 4340. Os filmes DLC, embora apresentem propriedades interessantes como inércia química, alta dureza e baixo coeficiente de atrito, exibem defeitos no crescimento do filme, o que pode prejudicar a resistência à corrosão do material base [1]. Dessa forma, a nitrocementação a plasma tornou-se um tratamento promissor para melhorar a resistência à corrosão dos materiais ferrosos. O objetivo deste trabalho é estudar o efeito do tratamento duplex (nitrocementação + DLC) na resistência à corrosão e ao desgaste do aço AISI 4340. Realizou-se tratamentos de nitrocementação a plasma com mistura gasosa de 80% N<sub>2</sub> + 17% H<sub>2</sub> + 3% CH<sub>4</sub> a 525 °C por 5 horas, a deposição de filme DLC ocorreu com mistura gasosa de 90% CH<sub>4</sub> + 10% Ar a 200 °C por 2 horas com uma intercamada de silício amorfo depositada com mistura gasosa de 70% HMDSO + 30% Ar a 250 °C por 15 minutos, e o tratamento duplex foi realizado em ambas as condições de tratamento (Intercamada de silício + Filme DLC depositado sobre superfície nitrocementada). Conforme figura 1, os testes de microdesgaste abrasivo por esfera fixa mostraram que o material base apresentou volume de desgaste de  $9,05 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$ , o material nitrocementado apresentou volume de desgaste de  $2,13 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$ , o material com deposição de filme DLC apresentou um volume de desgaste de  $1,84 \times 10^{-4} \text{ mm}^3$  e o material tratado duplex mostrou um volume de desgaste de  $1,21 \times 10^{-3} \text{ mm}^3$ , demonstrando que o tratamento duplex melhorou a resistência ao desgaste do material quando tratado individualmente. Além disso, conforme figura 2, o tratamento duplex proporcionou o potencial de corrosão mais positivo (-91 mV), enquanto seu valor foi de -286 mV, -469 mV e -554 mV para o material nitrocementado, com deposição de filme DLC e material não tratado, respectivamente. Foi possível avaliar que o tratamento duplex proporcionou melhor resistência ao desgaste e induziu a maior resistência à corrosão do material do estudo.

Figura 1. Gráfico comparativo do volume de desgaste dos materiais com diferentes tratamentos

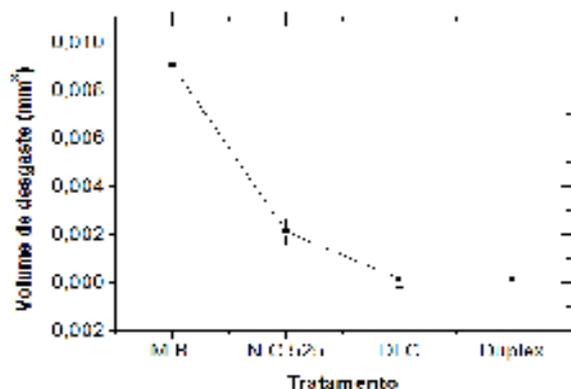
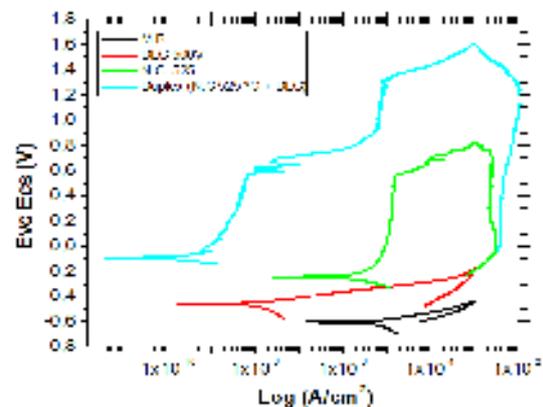


Figura 2. Curvas potenciodinâmicas de materiais com diferentes tratamentos



### Agradecimentos

CAPES (code 0001).

### Referências

ILIC, E.; et al. A methodology for characterizing the electrochemical stability of DLC coated interlayers and interfaces. *Surface & Coatings Technology*, Switzerland, p. 402-413, 25 jul. 2019.

# Degradação fotocatalítica de azul de metileno utilizando óxidos mistos de Nb e Al obtidos por oxidação eletrolítica à plasma (PEO)

Yasmin B. Pissolitto<sup>1</sup>, Maria A. C. Menck<sup>1</sup>, Janaína S. Santos<sup>1</sup>, Vagner R. de Mendonça<sup>2</sup>, Francisco Trivinho-Strixino\*

\*[fstrixino@ufscar.br](mailto:fstrixino@ufscar.br)

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, DFQM, PPGCM-So, Campus Sorocaba, 18052-780 Sorocaba-SP, Brazil.
2. Instituto Federal de Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP), Campus Itapetininga, 18202-000 Itapetininga-SP, Brazil

Palavras Chave: oxidação eletrolítica, plasma, anodização, alumínio, nióbio, fotocátalise.

A oxidação eletrolítica à plasma é uma técnica de tratamento de superfícies metálicas derivada do processo de anodização. Nesta técnica, descargas de plasma na superfície do metal e alto campo elétrico são responsáveis pela produção de uma espessa camada de óxido no metal [1]. Este revestimento de óxido apresenta alta resistência à corrosão e estabilidade térmica, aumentando as possíveis aplicações tecnológicas dos metais [2]. Nesta investigação, amostras de alumínio foram tratadas por PEO galvanostático (10 mA/cm<sup>2</sup>) em uma solução eletrolítica contendo oxaloniobato de amônio (NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>[NbO(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>3</sub>].3H<sub>2</sub>O) e hidróxido de amônio (NH<sub>4</sub>OH), para a obtenção de um filme cerâmico de óxidos mistos de alumínio e nióbio, possibilitando aplicação em fotocátalise heterogênea [3]. Um planejamento fatorial de 2<sup>2</sup> foi realizado para descrever os efeitos de duas variáveis: temperatura do eletrólito e teor de Nb no eletrólito, na morfologia e na microestrutura dos revestimentos sintetizados. Os revestimentos de óxido foram caracterizados por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia Dispersiva de Energia (EDS), Difratometria de Raios-X (DRX). Também foi realizada a medida de reflectância difusa do filme óxido, obtendo a partir das equações de Kubella Munk e Tauc, um valor homogêneo médio de band gap para as quatro amostras do planejamento fatorial. Por fim, foi realizado um teste inicial de porcentagem de degradação de azul de metileno, sendo realizados testes de 2 horas sob incidência de raios UV e utilizando solução de azul de metileno de concentração de 2,5 mg/L. Os efeitos obtidos pelo planejamento fatorial demonstraram que o Nb contido na solução eletrolítica influenciou significativamente os resultados analisados. Os resultados de band gap evidenciam o potencial fotocatalítico do material semiconductor sintetizado, enquanto os testes de degradação demonstram que, dentro dos parâmetros estudados, o óxido cerâmico pode causar degradação de azul de metileno de 55% a 70%.

## Agradecimentos

Este trabalho recebeu recursos de agências de fomento brasileiras: FAPESP (#2010/10813-0), CNPq (#443125/2014-7 and #408250/2016-0) and CAPES (financial code 001). Agradecemos também ao CNPEM-LNNANO que fornece abertura para utilização do FE-SEM Quanta com EDS que permitiu caracterizações em alta resolução.

## Referências

- [1] Lu, X., et al., Plasma electrolytic oxidation coatings with particle additions – A review. *Surface and Coatings Technology*, 2016. 307: p. 1165-1182.
- [2] Barati, N., et al., Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> nanostructured coatings using DC plasma electrolytic oxidation to improve tribological properties of Al substrates. *Applied Surface Science*, 2015. 356: p. 927-934.
- [3] Arbu, Sudhir S., et al. "Preparation, characterisation and photocatalytic activity of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>/TiO<sub>2</sub> coupled semiconductor oxides." *Journal of Nanoengineering and Nanomanufacturing* 3.1 (2013): 79-83.

## Fabricação e caracterização de microdispositivos capacitivos para análise de estruturas metal-orgânicas de superfície

Ricardo Magno L. da Silva<sup>1,2</sup>, Tatiana P. Vello<sup>1,3</sup>, Luiz G. S. Albano<sup>1</sup>, Davi H. S. de Camargo<sup>1,2</sup>, Leirson D. Palermo<sup>1</sup>, Caíia C. Correa<sup>1</sup>, Carlos C. B. Bufon<sup>1,2,3\*</sup>.

\*cesar.bufon@lnnano.cnpem.br

1. Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) – Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), Campinas-SP, Brasil.

2. Faculdade de Ciências (FC) – Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (Unesp), Bauru-SP, Brasil.

3. Universidade Estadual de Campinas (Unicamp), Campinas-SP, Brasil.

Palavras Chave: SURMOFs, eletrônica híbrida, capacitores ultracompactos, nanomembranas, polarização.

Novos materiais são criados e modificados continuamente para incorporação em sistemas eletrônicos. Entre eles, as estruturas metal-orgânicas (MOFs) atraem crescente interesse pela aplicação na tecnologia de dispositivos de armazenamento de energia, devido ao seu arranjo estrutural, formação de nanoporos e grande área superficial [1]. No entanto, essa classe de materiais em geral não exibe grande condutividade elétrica ou altos valores de constante dielétrica [2], limitando parcialmente o sucesso de sua incorporação para atuar em dispositivos como, por exemplo, supercondutores ou indutores de carga. Um estudo mais abrangente desses novos materiais multifuncionais é necessário para otimizar sua aplicação na eletrônica [1], [3]. Neste trabalho, pela funcionalização de superfície com uma monocamada automontada (SAM), promovemos o crescimento de filmes finos de MOF bem aderidos ao substrato através da técnica de deposição camada-por-camada (LbL deposition). Essa categoria de MOF é denominada SURMOF [4], [5]. Dessa forma, promovemos a incorporação de filmes finos (~ 10 – 230 nm) do SURMOF HKUST-1 em capacitores planares e tubulares baseados em nanomembranas na microescala, para estudar suas propriedades de polarização como uma camada dielétrica em dispositivos funcionais. A variação da umidade na atmosfera onde foram realizadas as medidas elétricas promoveu uma variação considerável na impedância dos dispositivos, indicando que a porosidade do filme de SURMOF fabricado permitiu que as moléculas de água permeassem a camada dielétrica e participassem da polarização que ocorre entre os eletrodos. O material foi analisado em diferentes condições atmosféricas. A incorporação e caracterização do MOF em dispositivos funcionais reais ainda são pouco relatadas, apesar de sua importância na eletrônica. Este trabalho fornecerá novas informações das propriedades de SURMOFs, o que contribuirá com a eficiência de sua incorporação em dispositivos de armazenamento de energia, transistores e outras tecnologias na área da eletrônica [2]–[4].

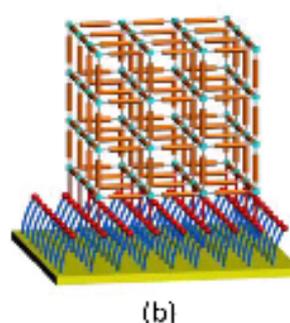
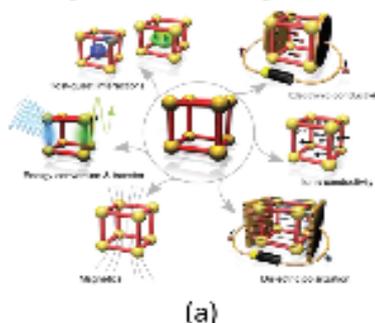


Figura 1: Representação da classe dos MOF com (a) propriedades a serem investigadas para aplicação na eletrônica, e (b) estrutura genérica do SURMOF. Fonte: adaptado de [2] e [5].

### Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001 e com apoio da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Fapesp 2014/ 25979-2). Agradecimentos ao POSMAT e ao LNNano/CNPEM.

### Referências

- [1] H. Gliemann e C. Wöll, “Epitaxially grown metal-organic frameworks”, *Mater. Today*, vol. 15, nº 3, p. 110–116, mar. 2012.
- [2] E. Redel, Z. Wang, S. Walheim, J. Liu, H. Gliemann, e C. Wöll, “On the dielectric and optical properties of surface-anchored metal-organic frameworks: A study on epitaxially grown thin films”, *Appl. Phys. Lett.*, vol. 103, nº 9, p. 091903, ago. 2013.
- [3] D. Xu *et al.*, “Flexible Quasi-Solid-State Sodium-Ion Capacitors Developed Using 2D Metal-Organic-Framework Array as Reactor”, *Adv. Energy Mater.*, vol. 8, nº 13, p. 1702769, maio 2018.
- [4] I. Stassen, N. Burch, A. Talin, P. Falcaro, M. Allendorf, e R. Ameloot, “An updated roadmap for the integration of metal-organic frameworks with electronic devices and chemical sensors”, *Chem. Soc. Rev.*, vol. 46, nº 11, p. 3185–3241, 2017.
- [5] Z. Gu, “Synthesis and Characterization of Surface Mounted Chiral Metal-Organic Frameworks”, p. 99.

# LbL Coating for Metallic Ions Adsorption

Jéssica Cristina de Almeida<sup>1\*</sup>, Marystela Ferreira<sup>2</sup>

\*j.cristinal@outlook.com

1. Paulista State University – UNESP, campus Bauru, POSMAT, Sorocaba - SP

2. Federal University of São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, PPGBMA, Sorocaba – SP.

Keywords: coating, Layer by Layer,  $\beta$ -cyclodextrin.

It is a common knowledge that heavy metals exposure is a health risk for all living beings, these metals are currently present as a contaminant in agriculture soil, groundwater, road dust, smoke, and others<sup>1,2</sup>. In addition of the exposure risks, the heavy metals presence can also interfere in some specific industrial processes. For this reason, the creation of a simple system, as a pipe coating, to adsorb remaining metallic ions from water can be an easy and smart solution, allowing applications from water and waste treatment stations to a simple pipe in a home water filter. The coating will be built on different substrates by using the "Layer by Layer" technique, a simple method of nanostructured films fabrication<sup>3</sup>. The materials selected to be immobilized on the substrates' surface are the sulfated  $\beta$ -Cyclodextrin (s $\beta$ CD) and the polyelectrolyte poly(allylamine hydrochloride), whose represents nontoxic and relatively low cost materials. The s $\beta$ CD presents the capacity of adsorption metallic ions in its cavity. The film with 5 bilayers was previously tested by electrochemical measurements with Cd<sup>2+</sup> and Cu<sup>2+</sup> ions solution, in different concentrations (figures 1 and 2), presenting prospective results. In this work, we will test the number of bilayers, the film's resistance to water flow, the adhesion in different substrates as PVC, silicon and metallic surfaces and its index of metallic species adsorption. The measurements will include SPR, for the thickness and water flow resistance; QCM for bilayers' growth; SEM for morphological studies and AFM for the films' deposition in different substracts.

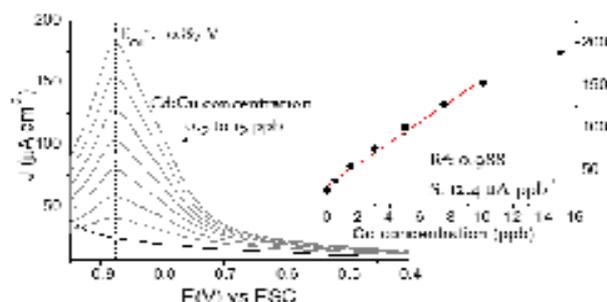


Figure 1. Electrochemical detection of Cd and Cu ions by square wave voltammetry at ppb concentrations; where  $R^2$  represents the correlation coefficient and  $S$  represents the sensitivity.

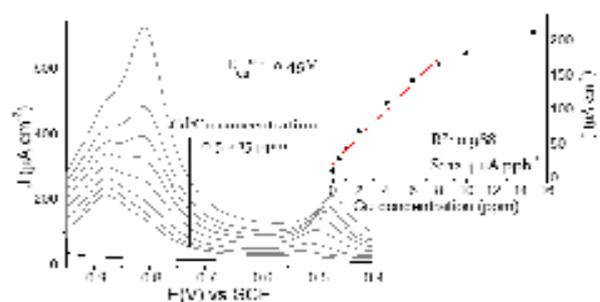


Figure 2. Electrochemical detection of Cd and Cu ions by square wave voltammetry at ppm concentrations; where  $R^2$  represents the correlation coefficient and  $S$  represents the sensitivity.

## Acknowledgments

FAPESP, CNPq, CAPES, PPGBMA e POSMAT.

## References

- 1 Wang, C. and Yu, C. X. Analytical Chemistry. 2013.
- 2 Glotov, N. V. et al. Journal of Nature Science and Sustainable Technology. 2017.
- 3 Decher, G. et al. Thin Solid Films. 1992.

## Caracterização por Análise Térmica Dinâmico-Mecânica de Filmes de Amido de Milho com Incorporação de Fibras de Bagaço de Cevada

Maria N. Castanho\*, Jane M. F. de Paiva

\*nataliancastanho22@gmail.com

Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais – PPGCM-So - Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: biopolímeros, amido de milho, bagaço de cevada, DMTA.

Devido a preocupações ambientais e econômicas, a utilização de recursos renováveis em diversas aplicações é cada vez mais necessária, aumentando assim o interesse no desenvolvimento de materiais biodegradáveis, por exemplo, a partir de biopolímeros de fontes renováveis. No caso, o amido é um recurso promissor para aplicações de biopolímeros devido à sua abundância, renovabilidade, baixo custo e termoplaticidade<sup>1</sup>. Porém, sua utilização geralmente é limitada, devido aos baixos valores de propriedades mecânicas. Através da adição de fibras vegetais à matriz, há possibilidade de se desenvolver compósitos com estrutura mais resistente, onde essas fibras possam atuar como agentes de reforço, melhorando as propriedades mecânicas do material devido à transferência da tensão mecânica da matriz para as fibras<sup>2</sup>. Assim, este trabalho teve como proposta, a utilização de fibras de bagaço de cevada, resíduo de indústria cervejeira, como carga em filmes poliméricos a base de amido de milho. O bagaço de cevada foi peneirado e incorporado em diferentes granulometrias (35, 60 e 100 mesh) e em diferentes quantidades (1, 2,5 e 5%), em um biopolímero base com 10% de amido de milho (Amilogil 2100) e 10% de glicerol, utilizando um aparelho micro-ondas para a gelificação do amido, por 7 minutos. Na sequência, os filmes de biocompósitos foram moldados por *casting*. Após a moldagem, os filmes foram submetidos à Análise Térmica Dinâmico-Mecânica (DMTA) em um intervalo de temperatura de -50 a 100°C, com razão de aquecimento de 5°C/min. Os filmes de biocompósitos contendo 2,5% de fibras de bagaço de cevada em granulometrias de 35 e 60 mesh foram os que apresentaram os maiores valores de módulo de armazenamento ( $E'$ ) e de perda ( $E''$ ) em relação ao filme sem adição de cevada. A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) de todos os filmes foi determinada em aproximadamente -46,7°C ( $\pm 1,8^\circ\text{C}$ ). A adição das fibras de bagaço de cevada tornou os filmes mais rígidos, mais resistentes mecanicamente, e não interferindo negativamente na estabilidade térmica.

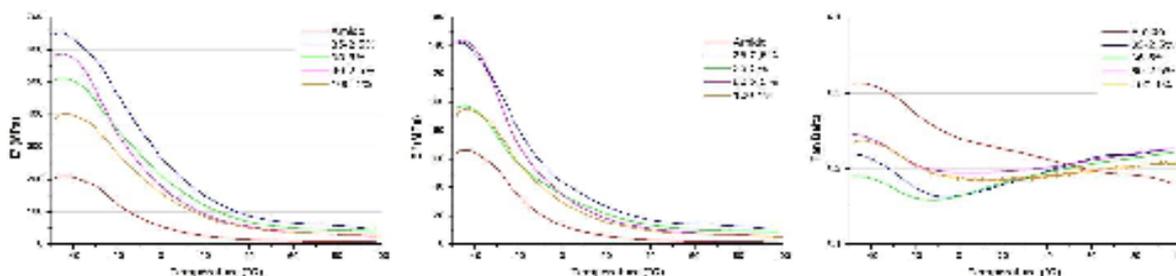


Figura 1: Curvas de módulo de armazenamento ( $E'$ ), módulo de perda ( $E''$ ) e Tan Delta dos filmes analisados.

### Agradecimentos

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM-So), à CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil – Código de Financiamento 001) pelo apoio financeiro. Ao Prof. Dr. Vagner R. Botaro por permitir a utilização do equipamento de DMTA. À cervejaria Bamberg (Votorantim-SP) pelo fornecimento do bagaço de cevada.

### Referências

- [1] Kim, H. Y., Jane, J. Lin, Lamsal, B. Ind Crop Prod. 2017, 95, 175.
- [2] Ali, A., Ali, S., Yu, L., et. al. J Appl Polym Sci. 2019, 136, 1.

## **Fracionamento da lignina kraft por solventes orgânicos: caracterização da lignina e das frações obtidas**

Luísa C. P. Araújo<sup>1\*</sup>, Vitor H. Lima<sup>1</sup>, Fábio M. Yamaji<sup>1</sup>, Vagner R. Botaro<sup>1</sup>

\*luisacarvalhoaraujo2@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: Lignina kraft, fracionamento da lignina, solventes orgânicos.

A lignina é uma macromolécula com estrutura amorfa e complexa, constituindo-se de cadeias aromáticas, e sendo parte da parede celular e lamela média da biomassa lignocelulósica. Estima-se que 98% da lignina extraída é utilizada para queima e geração de energia, na produção de celulose, e apenas 2% para aplicações. Muitas pesquisas tem focado no melhoramento da homogeneidade e redução de sua complexidade. Dentre os métodos utilizados, destaca-se o fracionamento com solventes orgânicos. No presente trabalho, foram caracterizadas as frações de lignina kraft (LK), obtidas pelo fracionamento sequencial com cinco solventes orgânicos: acetato de etila (F1), 2-butanona (F2), metanol (F3), acetona (F4) e dioxano/água 95:5 v/v (F5), respectivamente, nessa ordem de solubilidade [1]. Essa sequência permite extrair frações de baixa massa molar para massas molares mais altas, gradualmente, resultando em frações mais homogêneas, e consequentemente de maior aplicação em produtos. As frações foram caracterizadas por: Espectroscopia na região do infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), Cromatografia de permeação em gel (GPC) e Poder calorífico superior (PCS). O rendimento total em massa foi de 90,72%, variando de acordo com os fracionamentos entre 75 ~ 90%. Pela análise de FTIR destacou-se as bandas da estrutura da LK, como uma das principais em 1209 cm<sup>-1</sup>, essas bandas são de estiramento C-O de anéis guaiacilícos (G) e siringilícos (S). Além dos estiramentos em 1104 cm<sup>-1</sup>, 1044 cm<sup>-1</sup> e 911 cm<sup>-1</sup> indicando também a presença de grupos G-S, característicos da LK. O estiramento C-O de álcoois secundários em 1085 cm<sup>-1</sup>, expresso na fração F5. Os valores de massa molar (M<sub>w</sub>), em geral, apresentaram ordem crescente de F1 à F5. O poder calorífico superior (PCS) da LK foi de 24966 ± 88 J/g, sendo o menor 17891 ± 108 J/g (F5) e o maior 27051 ± 115 (F1), inversamente proporcional as massas molares das frações. Isso indica que as frações de menor PCS podem ser usadas para determinadas aplicações, uma delas como filmes antioxidantes, uma das possibilidades futuras desta pesquisa. Assim como, frações de maior PCS podem continuar sendo usadas na queima fornecendo energia para à indústria de papel de celulose.

### **Agradecimentos**

CAPES, Fapesp 2016/19896-2.

### **Referências**

[1] Park, S.Y.; Kim, J.Y. Youn, H.J., Choi, J.W. Int. J. Biol. Macromol. 2018, 106, 793-802.

## **Produção de arcabouço poroso de Poli(PCL-TMC)uretana e diferenciação celular em condrócitos em biorreator sob compressão mecânica**

Flavia Pedrini<sup>1\*</sup>, Rodrigo C. Gomes<sup>1</sup>, Moema Hausen<sup>2</sup>, Daniel Komatsu<sup>2</sup>, Adriana Motta<sup>2</sup>, Eliana Duek<sup>2</sup>

\*flaviampedrini@gmail.com

1. Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia e Biomonitoramento Ambiental (PPGBMA), Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Faculdade de Ciências Médicas e da Saúde (FCMS), Pontifícia Universidade Católica – PUC/SP, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: biomateriais, arcabouço poroso, poliuretana, células-tronco, biorreator

Atualmente, a utilização de biomateriais poliméricos biorreabsorvíveis para o desenvolvimento de estruturas porosas tridimensionais são consideradas excelentes alternativas frente aos materiais metálicos e cerâmicos. A classe das poliuretanas chama atenção pela facilidade na criação de poros e pelas propriedades mecânicas dos arcabouços produzidos por estes materiais. Por meio de técnicas conhecidas como lixiviação de partículas de sal, liofilização de soluções ou emulsões poliméricas, utilização de agente expander, dentre outras, pode-se gerar poros nos biomateriais, que para aplicações em engenharia tecidual é considerado fundamental. Sendo assim, utilizando a Poli(PCL-TMC)uretana previamente sintetizada, produziu-se um arcabouço poroso pelo processo de liofilização de solução, para o qual foi utilizado como solvente o 1,4-dioxano (Sigma-Aldrich) a uma concentração de 10% (m/m). A solução foi vertida em um molde cilíndrico de teflon com dimensões de 10 mm de diâmetro e 10 mm de altura, em seguida foi congelada e o conjunto foi submetido ao processo de liofilização por 24h. O processo de obtenção do arcabouço foi avaliado por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Tanto a superfície quanto a fratura criogênica demonstraram um padrão homogêneo e interconectado de poros com diâmetro médio de 36,55 µm na superfície e 38,10 µm na fratura do arcabouço. A fim de avaliar a eficiência do processo de produção de poros por liofilização no âmbito da viabilidade celular, realizou-se um ensaio de diferenciação de células-tronco mesenquimais (CTMs) em condrócitos em biorreator em modo de fluxo dinâmico/mecânico com aplicação intermitente de força compressiva de 1N nos arcabouços de Poli(PCL-TMC)uretana, durante 7 dias. A análise por Microscopia de Varredura Confocal a Laser (MVCL) evidenciou a adesão e migração das células condrogênicas ao longo da estrutura porosa do material (até 200µm de profundidade) e a síntese de biomoléculas pelas células diferenciadas, tais como agregana e colágeno tipo II. Quando submetidas à força compressiva ao longo do tempo observou-se decaimento celular. Entretanto, a matriz extracelular sintetizada pelas células permaneceu presente. Além disso, por meio deste ensaio foi possível verificar o comportamento de memória de forma da Poli(PCL-TMC)uretana. Nos primeiros dias de aplicação da força compressiva o material respondia à 1N, conforme estipulado para o ensaio. A partir do terceiro dia, no entanto, notou-se que o material respondia apenas à 0,85N. Após quatro dias sem aplicação de nenhuma força, voltou-se a aplicar a compressão dentro dos mesmos parâmetros e foi observado que o material voltou a responder à 1N de força, semelhante ao início do ensaio, demonstrando que o arcabouço de Poli(PCL-TMC)uretana foi capaz de retornar ao estado original. Logo, a partir do conjunto de resultados obtidos, fica evidente que embora a resistência da poliuretana à compressão seja parcialmente comprometida devido à sua porosidade, a interconectividade dos poros associada à sua propriedade de memória de forma sinaliza a viabilidade de sua aplicação como biomaterial em abordagens no campo da engenharia tecidual.

### **Agradecimentos**

Os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo suporte financeiro.

## Obtenção de Nanocelulose Bacteriana de Kombucha

Thaís S. de Góes<sup>1\*</sup>, Aparecido J. de Menezes<sup>1</sup>, Marcelo A. Pereira-da-Silva<sup>2</sup>, Iolanda C.S. Duarte<sup>1</sup>, Adriana O. Delgado-Silva<sup>1</sup>

thaisgoes\_ufscar@hotmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Instituto de Física de São Carlos- IFSC/USP, São Carlos-SP, Brazil

Palavras Chave: nanocelulose, celulose bacteriana, kombucha, nanofibra.

Atenção especial tem sido dada nos últimos anos à busca por materiais sustentáveis que ofereçam menores impactos ao meio ambiente. Dessa forma, destaca-se a celulose, polímero natural abundante e presente a partir de diferentes fontes renováveis sejam vegetais ou microbianas. As últimas são capazes de produzir a chamada celulose bacteriana (CB), com vantagens como: ausência de lignina e hemiceluloses quando comparada às vegetais. As CB também apresentam resistência à tração, elasticidade, durabilidade, cristalinidade, é biodegradável, atóxica e biocompatível [1]. Uma fonte ainda pouco explorada de CB são as membranas de Kombucha, subproduto dessa bebida milenar, consideradas películas celulósicas que podem ser obtidas por meio de fermentações de chá preto ou verde [2]. Com isso, o objetivo deste estudo foi a obtenção e a caracterização de nanocelulose bacteriana (NCCB), a partir de membranas de celulose bacteriana de Kombucha (MCBK) cultivadas em chá verde e sacarose, via reação hidrolítica. As MCBK foram produzidas por meio de um consórcio simbiótico de leveduras e bactérias, cultivadas pela fermentação de chá verde e sacarose, a partir de um pré-inocúlo da própria MCBK, mantidos em estufa a 35° graus por 21 dias. As membranas foram então submetidas a um processo de purificação com água destilada e hidróxido de sódio (NaOH) [3]. As suspensões de NCCB foram obtidas mediante reação de hidrólise ácida das MCBK, com ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) a 64% e 50°C, variando o tempo reacional, seguida do processo de diálise até pH neutro [1]. As membranas antes e após purificação foram caracterizadas mediante as técnicas de microscopia de força atômica (AFM), microscopia de varredura (MEV), espectroscopia de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e Difração de Raio-X (DRX). As NCCB foram caracterizadas pela técnica de AFM. Análises de AFM revelaram a morfologia das estruturas das MCBK em longas cadeias fibrosas, que se apresentaram aglomeradas e entrelaçadas. Os espectros obtidos por FTIR evidenciam as seguintes bandas de absorção: 3375 cm<sup>-1</sup> (grupos OH), 2895 cm<sup>-1</sup> (alongamento do C-H), 1650 cm<sup>-1</sup> (grupo C=O) e 1540 cm<sup>-1</sup> (grupo NH), que apresentaram modificações na comparação dos espectros da MCBK purificadas com água e com NaOH. Nas medidas de DRX para as MCBK observaram-se três principais picos em  $2\theta = 14,7^\circ$ ;  $16,5^\circ$  e  $22,8^\circ$ , correspondentes às estruturas (-1 0 1), (1 0 1) e (0 0 2). As intensidades relativas variaram após o processo de purificação, indicando alteração na cristalinidade. Por fim, as imagens morfológicas obtidas das NCCB evidenciaram nanofibrilas de diâmetro da ordem de 7-16nm e comprimento da ordem de micrometros em uma estrutura não linear, com aspecto ondulado, e nenhuma observação de existência de nanoagulhas. A resistência das nanofibrilas ao ataque hidrolítico e sua morfologia associados aos resultados de DRX sugerem que a cristalinidade do material confere elevada resistência mecânica ao mesmo, o que pode impulsionar seu uso como reforço na produção de nanocompósitos.

### Agradecimentos

Capes, PPCGM, IFSC/USP São Carlos, LNNano.

### Referências

- [1] Lima, R.L. et al. Cellulose nanocrystals from bacterial cellulose. *Química Nova*, 1-8, 2015.
- [2] Dima, S.O. et al. Bacterial Nanocellulose from Side-Streams of Kombucha Beverages Production: Preparation and Physical-Chemical Properties. *Polymers*, 1-24, 2017.
- [3] JAYABALAN, Rasu et al. *A Review on Kombucha Tea-Microbiology, Composition, Fermentation, Beneficial Effects, Toxicity, and Tea Fungus*. *Comprehensive Reviews In Food Science And Food Safety*, [s.l.], v. 13, n. 4, 538-550, 2014.

## Layer-by-Layer nanostructured films of magnetite nanoparticles and polypyrrole towards synergistic effect on methylparaben electrochemical detection

Lucas F. Lima<sup>1\*</sup>, Elisabete A. Pereira<sup>1</sup>, Marystela Ferreira<sup>1</sup>

\*lucasflima14@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Keywords: methylparaben, electrochemical sensor, Layer-by-Layer, polypyrrole, magnetite nanoparticles

Parabens are esters derived from para-hydroxybenzoic acid used as antimicrobials and bactericides in cosmetics, personal hygiene and cleaning products, food and medicines. Methylparaben (MeP) is the most common, its use can cause cancer in womb and ovary, endometriosis and other hormonal problems in women [1]. Side effects have been observed due to the bioaccumulation of these compounds in the mammary region. Breast milk is in most cases the only source of newborn feeding and it has an average of  $22.0 \mu\text{g L}^{-1}$  of MeP. This value is considered risky since the acceptable amount of parabens for children is  $10.2 \text{ ng kg}^{-1}$  [2,3]. Based on this problem, the present work has as objective the detection of MeP in samples of urine and breast milk statistical comparing between the electroanalytical method of Differential Pulse Voltammetry (DPV) and the official method of Capillary Electrophoresis (CE). The magnetite nanoparticles presence with polypyrrole (MNP/Ppy)<sub>3</sub> on gold substrate surface (Au), allowed the increased charge transfer rate of the target molecule. The size of the MNP was carried out by SEM, SPR, and XDR with an average diameter of  $16.28 \pm 2.48 \text{ nm}$ . Besides, there was linear growth and good interaction between MNP and Ppy in film LbL, shown in UV-vis spectra. The DPV method detected MeP in urine and breast milk in a range of  $3.28 \times 10^{-6} - 131.45 \times 10^{-6} \text{ mol L}^{-1}$  and limits of detection (LOD) were  $3.75 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$  and  $7.11 \times 10^{-8} \text{ mol L}^{-1}$ , respectively. Both methods were compared by statistical method Miller-Miller. The good linearity obtained indicating that the electrochemical sensor and the analytical method have very close results, showing good accuracy between both methods, which allows discussion upon the use of electroanalytical methods as alternative forms of official analysis methods in biological fluids containing MeP.

### Acknowledgment

L. F. Lima thanks Fapesp number process 2018/04081-8 and Capes for the scholarship grant and Ferreira, M. (Fapesp 2016/19387-0) and the Laboratory of Microfabrication of LNNano/CNPEM-(Campinas, Brazil) for the collaboration in the Au electrodes manufacture.

### References

- [1] W. Huo, W. Xia, C. Wu, Y. Zhu, B. Zhang, Y. Wan, A. Zhou, Z. Qian, Z. Chen, Y.J. Jiang, H. Liu, J. Hu, B. Xu, S. Xu, Y. Li, *Env. Pollut.* 233 (2018) 872-879
- [2] A. Myridakis, E. Fthenou, E. Balaska, M. Vakinti, M. Kogevinas, *E.G. Env. Int.* 83 (2015) 1–10.
- [3] L. Cheng, B. Zhang, W. Huo, Z. Cao, W. Liu, J. Liao, W. Xia, S. Xu, Y. Li, *Int. J. of Hyg. and Env. Health.* 220 (2017) 984–989.

## **Síntese de nanopartículas de ZrO<sub>2</sub> dopadas com molibdênio pelo método solvotérmico e aplicação na catálise de reações de esterificação**

Guilherme Manassés Pegoraro<sup>1\*</sup>, Giovanni Miraveti Carriello<sup>1</sup>, Giovanni Pimenta Mambrini<sup>1</sup>

\*guilherme.ms.pegoraro@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: *Nanopartículas, dióxido de zircônio, catálise*

Recentes avanços na área da nanotecnologia e materiais nanoestruturados vêm permitindo o desenvolvimento de novas tecnologias. Exemplos mais significativos são aplicações na área de eletrônica, catálise, sensores, dentre outras. Especificamente, uma das classes de materiais que vêm se mostrando mais promissoras são nanopartículas de óxidos metálicos. Entre os métodos modernos para alterar as propriedades desses óxidos, pode-se destacar a dopagem de seus nanomateriais, que muitas vezes acabam por demonstrar propriedades físico-químicas alteradas. O dióxido de zircônio, especificamente, tem sido muito utilizado nos ramos da catálise, sensores de oxigênio e pilhas a combustível de óxido sólido [1]. Essas áreas podem ser diretamente relacionadas com a tecnologia de ponta e setores ativos da economia, despertando interesse científico e industrial. Ressalta-se que existe uma grande variedade de métodos utilizados para sintetizar nanopartículas, sendo estas dopadas ou não. No entanto, nem todos são simples e baratos. Logo, faz-se necessário o desenvolvimento de técnicas com bom custo-benefício tanto para síntese quanto para dopagem desses materiais. Com base nesses aspectos, o presente trabalho tratou-se da síntese de nanopartículas de dióxido de zircônio e sua dopagem com molibdênio por meio do método solvotérmico, utilizando álcool benzílico como solvente. Para isso, foram utilizadas duas rotas, em uma das quais se aqueceu o frasco reacional com uma chapa de aquecimento a temperaturas de 140°C e 170°C. Outros parâmetros variados nas sínteses da chapa de aquecimento foram o tempo, de 48 horas e 72 horas, a quantidade de zircônio, entre 30 mmol e 60 mmol e a concentração de íons cloreto, de 500 ppm e 1000 ppm. A segunda rota de síntese envolveu um aparelho de micro-ondas caseiro de 2,45 GHz, no qual foram realizadas quatro sínteses utilizando uma concentração cinco vezes maior de zircônio e de cloreto, além da temperatura de 170°C. O tempo de reação foi drasticamente reduzido a 10 e 20 minutos. Em uma dessas sínteses, se introduziu molibdato de amônio, visando a dopagem com molibdênio. Após as sínteses das nanopartículas de zircônia, as mesmas foram aplicadas como catalisadoras da reação de esterificação entre álcool etílico e ácido oleico. Para essas reações, se utilizou o tempo de 1 hora e a temperatura de 60°C em uma chapa de aquecimento. A proporção de catalisador utilizada foi de 1% e 3% em massa em relação ao ácido oleico. Os produtos de reação foram caracterizados por espectroscopia na região do infravermelho, indicando que houve, respectivamente, uma taxa de conversão de 17,9% e 18,4%, em comparação à conversão de 13,4% sem nenhum catalisador. As nanopartículas foram caracterizadas por difratometria de raios-X, indicando que não possuíam estrutura cristalina e eram amorfas. Correlacionando essas características com a literatura [2,3], a cristalização do material pode ser a chave para que as nanopartículas atuem como catalisadoras, a qual pode ser induzida pela intensificação de parâmetros de reação como a temperatura e o tempo. Além disso, pode-se afirmar que a redução do tempo de reação total observada na síntese com o micro-ondas pode ser um grande facilitador para a produção e a pesquisa desses materiais. Em suma, neste trabalho foram preparados materiais amorfos nanoestruturados de ZrO<sub>2</sub> e testadas as suas atividades catalíticas frente à reação de esterificação.

### **Referências**

1. ATKINS, P.; JONES, L. **Princípios de Química: Questionando a Vida Moderna e o Meio Ambiente**, 5ª Edição, Editora Bookman, Porto Alegre, 2012.
2. DWIVEDI, R. et al. Microwave Assisted Sol-gel Synthesis of Tetragonal Zirconia Nanoparticles. **Journal of Alloys and Compounds**, Volume 509, 6848-6851, 2011
3. ZABETI, M.; DAUD, W. M. A. W.; AROUA, M. K. Activity of solid catalysts for biodiesel production: A review. **Fuel Processing Technology**, Volume 90, 770-777, 2009.

## Space-charge distribution at the interface of organic materials with metals and insulators

Carlos V. S. Batista<sup>1,2\*</sup>, Leandro Mercos<sup>1</sup>, Davi H. S. de Camargo<sup>1</sup>, Carlos A. R. Costa<sup>1</sup>,  
and Carlos C. Bof Bufon<sup>1,2</sup>.

\*carlos.batista@lnnano.cnpem.br

1. Brazilian Nanotechnology National Laboratory (LNNano), Brazilian Center for Research in Energy and Materials (CNPem), 13083-970 Campinas, SP, Brazil

2. Postgraduate Program in Materials Science and Technology (POSMAT), São Paulo State University (UNESP), 17033-360 Bauru, SP, Brazil

*Keywords: hybrid interfaces, organic semiconductor, AFM, KPFM.*

An obstacle for the development and improvement of devices based on organic materials is related to the complexity of the interface formed between such materials and substrates of different natures. Recent scientific efforts have demonstrated different ways to access properties derived from both the alignment and the continuity of the electrostatic potential at these interfaces. Here we present a detailed investigation of the electrostatic potential at four different surfaces: (i) metallic, (ii) insulating (thin and thick films), (iii) organic on metallic substrate and (iv) organic on an insulating substrate. Each surface was analyzed using atomic force and Kelvin probe force microscopies techniques. As a result, this project shows a map of the electrostatic potential at the organic/inorganic interfaces and the charge distribution along the surfaces and interfaces involved. The variation of the charge distributions was correlated to both the different organic materials' thicknesses evaluated (from 2 to 32 nm) and the nature of the substrates used (insulating or conductive). Parameters and electronic properties of the active materials such as carrier density and Fermi level were also calculated.

### Acknowledgments

The authors acknowledge LNNano/CNPem for the advanced infrastructure and technical support. Authors also acknowledge FAPESP (14/25979-2, 16/25346-5, and 18/18136-0), and CNPq (408770/2018-0 and 153282/2018-5) for financial support. C.C.B.B also acknowledges the support of CNPq and FAPESP (Brazil) through Inomat, National Institute (INCT) for Complex Functional Materials (CNPq 465452/2014-0, FAPESP 14/50906-9). C.C.B.B. is a productivity research fellow from CNPq (305305/2016-6).

## Comparação do método químico e método à plasma no preparo de nanocompósitos de prata e nanocelulose.

Larissa M. M. Matsuda<sup>1\*</sup>, Adriana O. Delgado-Silva<sup>1</sup>, Aparecido J. de Menezes<sup>1</sup>, Nilson C. Cruz<sup>2</sup>, Elidiane C. Rangel<sup>2</sup>

\*larissa.mariana.mendes@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Universidade Estadual Paulista “Julio de Mesquita Filho” – Instituto de Ciência e Tecnologia, Sorocaba-SP

Palavras Chave: Processo à plasma, síntese de nanopartícula e efeito antimicrobiano.

A celulose por se tratar de um material biodegradável, flexível e com boa resistência mecânica, vem despertando grande interesse em estudos, pois é um biopolímero de fonte renovável e amplamente disponível na natureza. Ela pode ser utilizada em diversas aplicações, como nas indústrias têxteis, de papel e embalagens, na produção de sensores e biossensores e como matriz em compósitos. Neste contexto o presente trabalho tem como objetivo confeccionar e caracterizar nanocompósitos de nanocelulose (NC) contendo prata. Duas rotas foram investigadas: (i) filmes compósitos de nanocelulose contendo nanopartícula de prata (AgNPs) sintetizadas quimicamente e (ii) incorporação da prata por meio do processo de *sputtering* a partir do pó de nitrato de prata (AgNO<sub>3</sub>). Os filmes nanocompósitos foram confeccionados a partir de uma suspensão de nanocelulose, utilizando um sistema de filtração à vácuo. Por sua vez as AgNPs, foram sintetizadas por redução química com citrato de sódio (Na<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>) e incorporadas aos filmes, imediatamente após a síntese, utilizando o mesmo sistema de filtração à vácuo. Outro método realizado foi o processo de *sputtering* a partir do sal de nitrato de prata colocado no porta-amostras inferior do reator a plasma. Para o tratamento investigou-se o uso de gás argônio e uma mistura de argônio e oxigênio (90% e 10%, respectivamente). O plasma foi excitado pela aplicação de rádio frequência de 13,56 MHz, potência de 150 a 200 W, e tempo de tratamento de 60 a 90 min, com pressão de trabalho da ordem de 9,4 Pa. Após a deposição, as amostras foram caracterizadas com difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS) e análise microbiológica. Os resultados obtidos para o DRX foram semelhantes nas duas rotas estudadas mostrando os mesmos ângulos de difração em 14, 16 e 22°, na análise MEV também houve semelhança, com observação de homogeneidade na morfologia de todas as amostras sintetizadas via rota 1, enquanto que para a rota 2 verificou-se uma mudança morfológica dependente dos parâmetros do tratamento. A análise pela técnica EDS, realizada para rota 2, indicou variação do teor de prata na superfície das membranas de 3,6 a 31% de prata dependendo dos parâmetros. Na análise microbiológica para ambas as rotas não foi observado crescimento de colônias bacterianas nas placas indicando a atividade antimicrobiana dos filmes nanocompósitos. Portanto, os resultados confirmam a incorporação da prata pelo método de *Sputtering* a partir do nitrato de prata, concordando com os resultados dos nanocompósito confeccionados com a síntese química das AgNPs. Entretanto é necessário avançar no estudo dos parâmetros do processo a plasma, analisando a diminuição do tempo de tratamento e o aumento da potência da rádio frequência.

### Agradecimentos

CNPq-Capes e Laptec-Unesp Sorocaba

## Electron transfer in different structure of DNA-AuNPs superlattice

Lory Cantelli Carossi <sup>1\*</sup>, Sérgio Kogikoski Jr<sup>1</sup> e Lauro T. Kubota<sup>1</sup>

\*lorycantelli@yahoo.com.br

1. Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP

Palavras Chave: *superlattice structure, DNA, electron transfer*

DNA-based nanotechnology has attracted attention due to its several characteristics such as unique programmability and self-assembling, which lead to different properties. The conductivity of DNA has been investigated with controversial results. DNA sequences can be used for the fabrication of nanodevices, which can serve as base for various applications such: energy storage systems, nanomachines and biosensors (1), which its conductivity is a fundamental property. DNA-mediated nanoparticle superlattice crystallization allows the creation of self-assembled structures where nanoparticles behave as atoms in a process called "programmable atom equivalent" (2). Herein we used this strategy to obtain superlattices of gold nanoparticles (AuNP) self assembled with DNA to investigate the electron transfer through the superlattice structure. In Fig. 1 (A) is illustrated a scheme of DNA-AuNPs superlattice with 4 layers, Fig. 1(B) and Fig. 1(C) show the electron transfer in methylene blue (MB) intercalated in DNA superlattice rich in AT rich in CG, respectively. Fig. 1(D) shows the variation of apparent kinetic constant,  $k_{app}$ , for MB in the DNA-AuNPs structure for different layers (1-10 layers). The  $k_{app}$  increases with the number of layers for the two types of DNA one rich in AT and other in CG, however for DNA-AuNPs superlattice rich in AT,  $k_{app}$  is almost three times greater than  $k_{app}$  for DNA-AuNPs superlattice rich in CG, this may be related to the different kinetic behavior between DNA-AuNPs superlattice rich in CG and rich in AT, which can be related to different MB intercalation processes, through the interaction between A-T and C-G. Fig. 1 (E) shows the variation in the number of electrons involved in the redox process of MB for the cited structures. The redox processes for MB in DNA-AuNPs rich in CG and rich in AT are different. For DNA-AuNPs superlattice rich in CG, an electron transfer reaction with less than 1e- was observed, which is similar to the redox process for intercalated species. For DNA-AuNPs superlattice rich in AT two different processes are observed, for the first layers, 1e- transfer reaction occurs and for the last layers a complete 2e- transfer reaction occurs characteristic for electrochemistry of free MB. These results suggest the formation of hybrid structures with good ordering and high conductivity, with potential to be used as new platforms for biosensor and electrochemically active nanomachine.

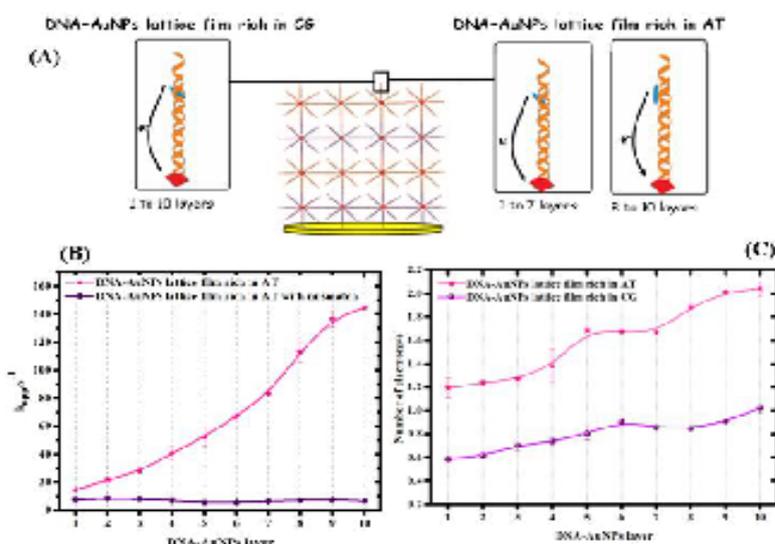


Figure 1: (A) Schematic representation of 4-layer lattice DNA-AuNPs; DNA-mediated ET between electrode and MB in the structure of for DNA rich in GC and AT (C); Relation between  $k_{app}$  of MB at a function of layers (D) and (E) number of electrons for the redox process of MB at a function of layer of DNA-AuNPs for DNA-AuNPs superlattice rich in AT and CG.

Acknowledgment CNPq, Fapesp e Capes

References:

1. Kogikoski, S.; Paschoalino, W. J.; Kubota, L. T., *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 2018, 108, 88-97.
2. Kogikoski, S.; Kubota, L. T., *Electrochemistry Communications*

## Caracterização do comportamento oscilatório da liga de níquel-ferro utilizando a análise multivariada

Caio G. P. dos Santos, Bianca T. Kitagaki, Gabriela Rodrigues, Raphael Nagao\*

\*nagao@unicamp.br

Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas – SP.

Palavras Chave: instabilidade dinâmica, eletrodissolução oscilatória, ligas metálicas, planejamento fatorial

As instabilidades dinâmicas em sistemas eletroquímicos têm sido estudadas de maneira sistemática para diversos sistemas e podem trazer informações importantes sobre os mecanismos das reações. As oscilações são um tipo de instabilidade dinâmica e ocorrem com frequência durante a eletrodissolução de metais, como níquel, ferro e cobre, entre outros.<sup>1</sup> O estudo do comportamento oscilatório estende-se para ligas metálicas e tem mostrado que ocorre um efeito sinérgico entre os metais presentes na liga.<sup>2</sup> A caracterização da eletrodissolução oscilatória em ligas metálicas pode ser feita de forma sistemática utilizando a análise multivariada, no qual consiste em estudar o comportamento de duas ou mais variáveis simultaneamente. O tipo de análise utilizada será o planejamento fatorial de forma a quantificar o efeito sinérgico no sistema eletroquímico.<sup>3</sup> Será utilizado inicialmente um planejamento fatorial 2<sup>3</sup> levando-se em conta os níveis máximo e mínimo para cada um dos parâmetros. Neste trabalho será estudado o comportamento oscilatório da liga de níquel e ferro ao variar a composição de ferro no material, a resistência aplicada ao sistema e a concentração do eletrólito. Como consequência, determinar a contribuição destes parâmetros para a variação na frequência de oscilação. Para a realização dos experimentos é utilizada uma célula eletroquímica convencional de vidro de três eletrodos. Os eletrodos de trabalho utilizados são feitos de níquel, ferro e uma liga Ni-Fe (80-20), todos com diâmetro de 0,5 cm embutido em teflon com formato cilíndrico e o eletrólito é uma solução de ácido sulfúrico. O eletrodo de trabalho é usado no modo rotatório com velocidade de 500 rpm para evitar o acúmulo de bolhas. Além disso utiliza-se o eletrodo saturado de calomelano (SCE) como eletrodo de referência e uma folha de platina como contra eletrodo. A Figura 1 apresenta as séries temporais obtidas a partir da cronoamperometria utilizando H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 M como eletrólito. A série temporal em azul é referente ao níquel e apresenta oscilações *quasi-harmônicas*, a liga Ni-Fe 80-20 (em vermelho) apresenta oscilações do tipo relaxação e em preto a série temporal do ferro apresenta oscilações que podem ser caracterizadas como caóticas. As diferenças no comportamento oscilatório de cada um dos eletrodos depende do mecanismo das reações que ocorrem no eletrodo, e para a liga a resposta obtida mostra um efeito sinérgico entre as reações que ocorrem no níquel e no ferro<sup>2</sup>. A próxima etapa do trabalho consiste em determinar os níveis máximos e mínimos para cada um dos parâmetros de interesse e analisa-los utilizando o planejamento fatorial. Espera-se obter como resposta o efeito causado para cada um dos parâmetros, determinar se estes efeitos são significativos e, além disso, se estes levam a valores positivos ou negativos na frequência de oscilação.

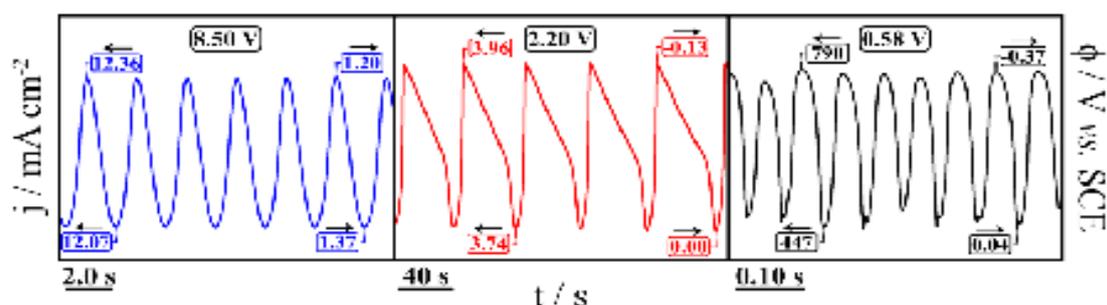


Figura 1 – Séries temporais obtidas utilizando H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1 M, para níquel (em azul), Ni-Fe 80-20 (em vermelho) e Fe (em preto).

### Agradecimentos

CAPES, CNPq, SAE e Fapesp: #16/01817-9, #18/21619-2 e #19/03963-0.

### Referências

- [1] Hudson, J. L.; Tsotsis, T. T. *Chem. Eng. Sci.* 1994, 49, 1493-1572.
- [2] dos Santos, C. G. P.; Machado, E. G.; Kiss, I. Z.; Nagao, R. *J. Phys. Chem. C* 2019, ASAP.
- [3] Kitagaki, B. T.; Pinto, M. R.; Queiroz, A. C.; Breikreitz, M. C.; Rossi, F.; Nagao, R. *Phys. Chem. Chem. Phys.* 2019, 21, 16423-16434.

## Resistência à tração de diferentes tipos de tecidos de fibras de juta

Meire N. Hosokawa<sup>1\*</sup>, Vinicius C. Leme<sup>1</sup>, Jane M. F. de Paiva<sup>1</sup>

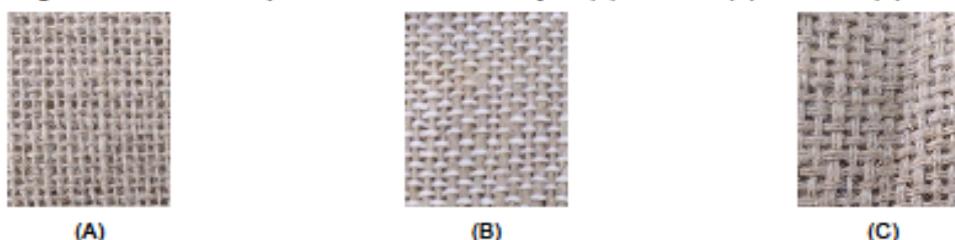
\*meirehosokawa@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: fibras de juta, tecidos, fios, resistência à tração.

A crescente preocupação ambiental tem atraído o interesse de algumas indústrias, por exemplo, automotiva, de embalagens e de construção para utilizar materiais que possam substituir as fibras sintéticas convencionais. No caso de compósitos poliméricos, a utilização de fibras de origem vegetal como reforço é uma alternativa devido às propriedades de resistência específica, biodegradabilidade, baixo peso, baixo custo, características renováveis, além de serem menos abrasivas aos equipamentos de processamento. Pode-se incorporar esse reforço no compósito na forma de fibras longas, curtas, mantas ou tecidos. O uso de tecidos em compósitos tem se tornado bastante atraente, pois possibilita a fabricação de peças/produtos com formas complexas, além de serem mais eficientes na transferência dos esforços mecânicos da matriz polimérica para as fibras. Dentro deste contexto, foi avaliada a resistência a tração do tecido e do fio que forma o tecido de três tipos comerciais de tecidos de fibras de juta (Figura1): F9 (juta com fio simples no urdume e trama), I33 (juta no urdume e algodão na trama) e 2x2 (juta com fios duplos no urdume e na trama). Para os fios, dez amostras foram retiradas de cada tecido, cortados no comprimento de 250mm, e testadas de acordo com parâmetros da norma ASTM D2256-10. Para os ensaios de tração foi utilizada uma máquina universal de ensaios mecânicos com célula de carga de 500kgf e velocidade de ensaio de 1,25mm/min. Do tecido I33 foram retirados somente fios de fibras de juta. Para o ensaio dos tecidos foi utilizada a norma ASTM D5035-11; dez corpos de prova de cada tecido foram cortados nas dimensões de 25mm de largura e 150mm de comprimento e ensaiados no mesmo equipamento, com célula de carga de 500kgf e velocidade de ensaio de 300mm/min. Posteriormente, todos os resultados dos ensaios de tração foram submetidos a análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey para comparação das médias. A análise de variância ao nível de significância de 5% e teste de Tukey mostrou que não houve diferença significativa nos valores de força máxima e deformação específica para os diferentes tipos de fios de fibras de juta, enquanto para as variáveis tensão máxima e módulo de elasticidade houve diferença significativa. Os fios de fibras de juta com maior resistência a tração foram os tipos I33 e 2x2 cujos valores foram  $188,4 \pm 46,9$  MPa e  $213,5 \pm 39,0$  MPa, respectivamente, enquanto o fio do tecido F9 atingiu  $145,0 \pm 28,2$  MPa. Esses valores são superiores aos encontrados em outros trabalhos da literatura [1]. Essa diferença pode estar associada ao diâmetro e a quantidade de monofilamentos torcidos nos fios de juta. Nas curvas de tensão-deformação, após atingir as tensões máximas foi possível observar um aspecto de pós-ruptura descontínua, que pode ser atribuído a não homogeneidade das tensões entre as fibras constituintes do fio, ocasionando a ruptura das fibras mais tensionadas. Considerando o ensaio realizado nos tecidos de fibras de juta, a análise de variância e teste de Tukey mostraram diferenças significativas entre os três tipos de tecidos. O tecido com maior resistência à tração foi o tipo 2x2 ( $121,57 \pm 8,97$  MPa), seguido pelo tecido I33 ( $108,73 \pm 9,57$  MPa) e F9 ( $71,68 \pm 5,07$  MPa). Isso significa que mesmo sendo todos tecidos do tipo plano (*plain weave*), o arranjo como é confeccionado altera a resistência à tração do tecido. Assim, no caso do tecido tipo 2x2, os fios duplos na trama e no urdume garantem que o tecido seja mais resistente à tração do que o tecido F9 que possui trama e urdume com fio simples. No caso do tecido I33, os fios de algodão não atuam como elemento de reforço adicional para o tecido, mas auxiliam no alinhamento dos fios de fibras de juta.

Figura1: Fotografias dos diferentes tipos de tecidos de fibras de juta. (A) tecido F9; (B) tecido I33; (C) tecido 2x2.



Agradecimentos

À CAPES

Referência

[1] Arunavathi, S.; Eithiraj, R.D.; Veluraia, K. AIP Conf. Proc. 2017, 1832.

## Desafios no uso de polipropileno reciclado em aplicações automotivas internas

Karen S. Prado\*, Márcia A. S. Spinacé

\*karen.prado@ufabc.edu.br

Universidade Federal do ABC – UFABC, Santo André – SP.

Palavras Chave: polipropileno, reciclagem, aplicações automotivas internas

Desde a década de 1980, o polipropileno (PP) está entre os principais materiais utilizados na fabricação de componentes automotivos internos, como o painel de instrumentos e outros componentes a ele acoplados. Nos últimos anos, tem se tornado crescente o interesse por parte da indústria automotiva no uso de polímeros reciclados nestas aplicações devido às suas vantagens ambientais e econômicas, onde o custo do polímero reciclado pode ser até 40% inferior ao do polímero virgem [1]. Entretanto, embora promissor, o uso de polímeros reciclados nestas aplicações ainda apresenta desafios tecnológicos, relacionados aos requisitos de desempenho e segurança que inviabilizam o uso deste material para algumas aplicações. Neste contexto, o objetivo desse trabalho foi avaliar a viabilidade de utilização de compostos de polipropileno reciclados (rPP), provenientes majoritariamente da indústria automobilística, para a fabricação de componentes automotivos internos. As propriedades químicas, térmicas e mecânicas de rPP foram caracterizadas por meio de FTIR, TGA, DSC e ensaios de HDT, tração, flexão e impacto, além da caracterização do odor e da emissão de voláteis do material. Os principais compostos voláteis responsáveis pelo odor de rPP foram identificados usando técnicas analíticas avançadas como cromatografia gasosa bidimensional acoplada com espectrômetro de massas e detector olfatométrico. Verificou-se que as propriedades críticas de rPP, ou seja, que não atenderam às especificações da indústria automotiva para fabricação de componentes automotivos internos, foram os módulos de tração e flexão, temperatura de deflexão térmica sob tensão de 0,45 MPa, odor e emissão de voláteis. Visando melhorar as propriedades de rPP foram adicionados diferentes teores de talco (15, 20, 22, 25 e 30 % em massa) e um aditivo antifogging na amostra com 22% de talco (R22-a). Observou-se melhoria significativa nas propriedades mecânicas do material, e as duas formulações com melhores propriedades (rPP com 30% de talco e R22-a) foram avaliadas para a fabricação de componentes automotivos internos como o canal de distribuição de ar e a caixa de porta luvas. Verificou-se que R22-a apresentou propriedades satisfatórias para ser utilizado em aplicações com baixa solicitação mecânica como a caixa de porta luvas, porém nenhuma amostra se mostrou viável para uso em componentes automotivos internos onde há circulação de ar, como o canal de distribuição de ar. Isto acontece pois compostos voláteis benzênicos, fenólicos e halogenados (Fig. 1), originados principalmente da degradação de aditivos comumente utilizados em componentes automotivos e da contaminação dos resíduos poliméricos durante a reciclagem, foram identificados como os principais responsáveis pelo odor de rPP, podendo trazer riscos à saúde dos ocupantes do veículo. Por isso, novas análises quantitativas devem ser realizadas a fim de verificar a potencial toxicidade destes compostos, antes da implementação de rPP em aplicações automotivas internas onde haja circulação de ar.

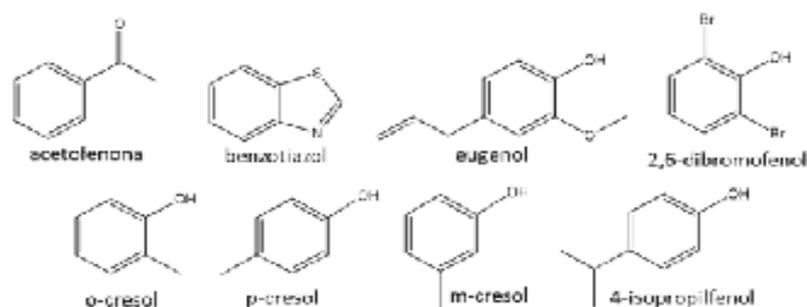


Fig. 1. Compostos voláteis benzênicos, fenólicos e halogenados liberados por rPP.

### Agradecimentos

À General Motors do Brasil (especial a Adelchi Tiboni e Sérgio Pereira), Friedrich-Alexander Universität (em especial a Prof. Dra. Andrea Büttner e Miriam Strangl) e ao CNPq (Proc. 142130/2015-0 e 165412/2015-1).

### Referências

[1] Fernandes, B. L.; Domingues, A. J. *Polímeros*, 2007, 17, 85-87.

## **Hidrogel de fonte renovável empregado como fase estacionária em cromatografia de exclusão por tamanho para fracionamento da macromolécula de lignina**

Jéssica S. Rodrigues<sup>1\*</sup>; Joelen O. da Silva<sup>1</sup>; Roberta R. de Freitas<sup>2</sup>; Karina P. do Carmo<sup>2</sup>; Vagner R. Botaro<sup>12</sup>

\*jessica\_rodrigues@yahoo.com.br

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP, Ouro Preto - MG

**Palavras-chave:** Hidrogel, Acetato de celulose, Fracionamento, GPC, Lignina.

Atualmente, não há referências literárias brasileiras acerca de patentes de géis empregados como fase estacionária em cromatografia de permeação em gel. Contudo, no ano de 2014, um hidrogel, o HEDTA, foi sintetizado através do entrecruzamento do acetato de celulose (AC) e dianidrido do etilenodiaminotetracético ácido (EDTAD), na presença de trietilamina como catalisador. Além de se tratar de um gel biodegradável, biocompatível e oriundo de fonte renovável, possui fácil obtenção e baixo custo [1]. E ainda, a complexidade em separar frações homogêneas de lignina em escalas industriais é um fator restritivo em muitas aplicações em razão da sua estrutura heterogênea e extremamente complexa [2]. Dessa forma, o HEDTA foi empregado como fase estacionária, em cromatografia de permeação em gel (GPC) em escala preparativa, com a finalidade de se obter frações homogêneas de lignina acetossolve extraída do bagaço de cana-de-açúcar. A extração da lignina foi realizada através do processo de polpação acetossolve do bagaço pré-tratado, para obtenção da lignina com maior grau de pureza possível. O pré-tratamento do bagaço foi realizado mediante a extração de extrativos solúveis em água quente e extração de extrativos solúveis em solventes orgânicos. Para a síntese do HEDTA, o acetato de celulose foi previamente solubilizado em dimetilformamida e então foi adicionado ao dianidrido de EDTA ácido (EDTAD) também dissolvido em dimetilformamida, como catalisador da reação foi utilizada a trietilamina para esterificação e entrecruzamento entre os grupos hidroxilas livres presentes no acetato de celulose e no EDTAD. O hidrogel de acetato de celulose foi passado em peneira granulométrica para homogeneização da granulometria. A solução de lignina em THF previamente preparada foi passada pela coluna de separação contendo o hidrogel intumescido, em THF, com o intuito de gerar frações de tamanhos moleculares diferentes de lignina. As frações de lignina obtidas no processo foram caracterizadas por Espectroscopia de absorção na região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), cujos resultados corroboraram para o reconhecimento do uso do HEDTA como fase estacionária em cromatografia por Exclusão de Tamanho. Foi comprovado o fracionamento da lignina de acordo com seu volume hidrodinâmico, onde as frações de maior massa molar média ponderada, 1026 g/mol, apresentaram maior velocidade de deslocamento dentro da coluna de separação do que as de menor massa molar média ponderada, 661 g/mol, assim como descrito em trabalhos com outros hidrogéis na literatura. A partir das análises realizadas, foi comprovada a aplicabilidade do HEDTA como fase estacionária em GPC em escala preparativa, possibilitando estudos relacionados ao desenvolvimento de novos produtos utilizando tamanhos específicos de moléculas de lignina.

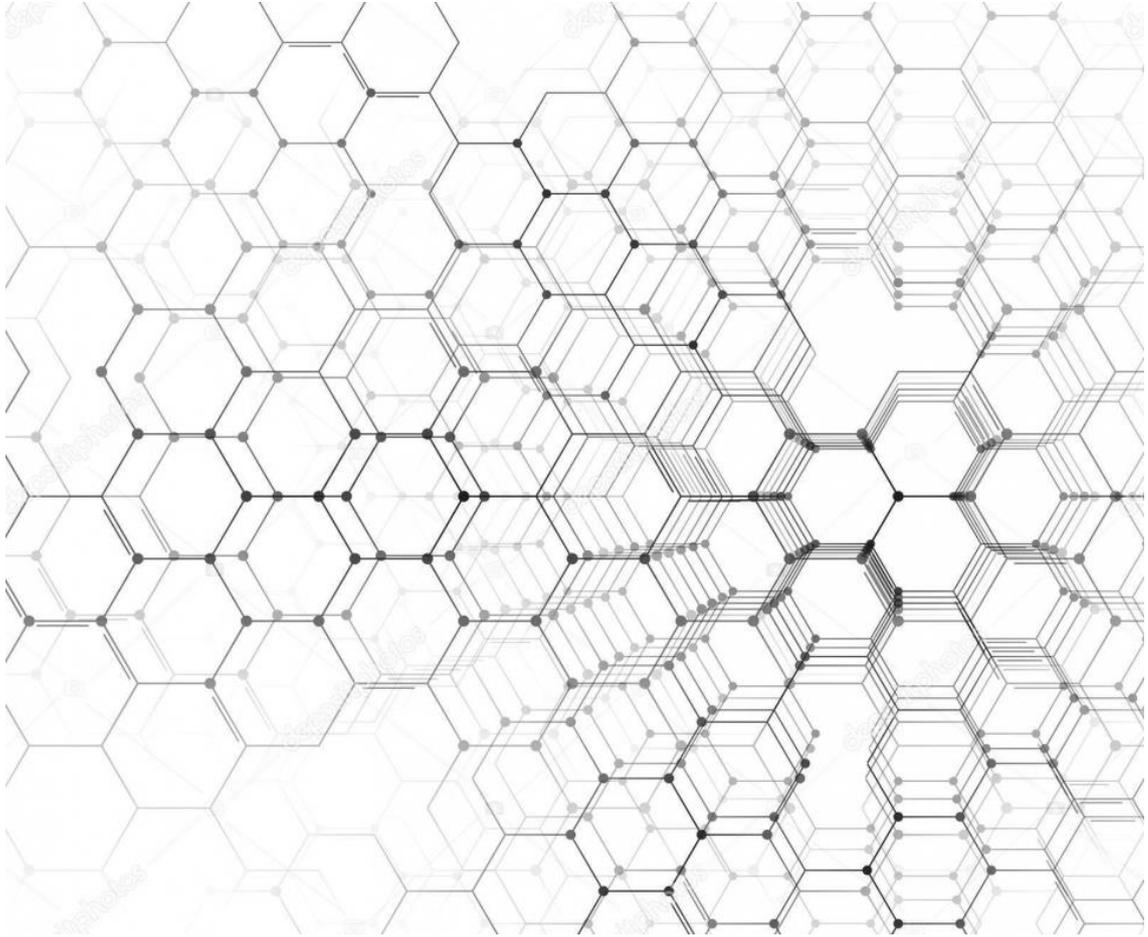
### **Agradecimentos**

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Número do Processo: 1887180 (JSR). E, também, ao processo nº 2016/19896-2, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP).

### **Referências**

- [1] SENNA, A. M.; NOVACK, K. M.; BOTARO, V. R. Carbohydrate Polymers, 2014, 114, 260–268.
- [2] LEIBBRANDT, N.H., KNOETZE, J.H., GÖRGENS, J.F. Biomass and Bioenergy, 2011, 35, 5, 2117–2126.

# Apresentações Pôster



# Síntese e caracterização da heteroestrutura SnO<sub>2</sub>/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> aplicada na fotorredução de CO<sub>2</sub>

Thaís Ap. Rodrigues<sup>1\*</sup>, Vagner R. de Mendonça<sup>1,2</sup>, Douglas M. da S. D. Duque<sup>2</sup>

\*thaisaprodriques3@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Instituto Federal de São Paulo - IFSP - campus Itapetininga, Itapetininga – SP.

Palavras Chave: fotocatalise heterogênea, heteroestruturas, tratamento de efluentes, nióbio.

**Resumo:** Nas últimas décadas, com o crescente aumento populacional, inúmeras tecnologias surgiram para tentar sanar todas as demandas necessárias, porém isso resultou em diversos problemas ambientais. Um deles é a excessiva emissão do gás Dióxido de Carbono (CO<sub>2</sub>), um dos gases responsáveis pelo efeito estufa (GEE), efeito este que, junto com outros fatores, vem acarretando aquecimento global [1]. Uma maneira de minimizar esses efeitos é por meio da Fotocatalise Heterogênea, processo que consiste na excitação de um elétron em um semicondutor, gerando um par elétron-buraco, responsável pela degradação de compostos orgânicos. O semicondutor mais utilizado nesse processo é o TiO<sub>2</sub>, contudo como o Brasil é o maior produtor de Nióbio do mundo, e existe incentivo governamental para agregar valor científico e econômico para esse material [2], o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> se tornou alvo de pesquisa, pois pode ser obtido através dos resíduos da indústria e possui propriedades semelhantes ao TiO<sub>2</sub>. Um dos obstáculos para aplicação da Fotocatalise Heterogênea é a alta taxa de recombinação do par elétron-buraco, sendo assim a formação de heteroestruturas se torna bem vista, já que se pode aumentar a velocidade da reação ao diminuir a taxa de recombinação. Para obtenção do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi utilizado o precursor Oxalato Amoniacal de Nióbio (NH<sub>4</sub>H<sub>2</sub>[NbO(C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)<sub>3</sub>].nH<sub>2</sub>O). Este foi dissolvido em solução de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> e tratado hidrotermicamente a 150 °C durante 24 h [3]. O SnO<sub>2</sub> foi sintetizado utilizando-se SnCl<sub>2</sub> dissolvido em C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH. Após completa dissolução, água foi adicionada sob agitação constante, resultando na precipitação do material [4]. Para a síntese da heteroestrutura o mesmo processo realizado na obtenção do Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foi repetido, contudo foi acrescentado o SnO<sub>2</sub>. Os testes de fotocatalise heterogênea foram realizados no fotoreator sob radiação UV. Para a análise dos produtos formados foi utilizado a cromatografia gasosa (Varian, CP-3800) composto por um detector de ionização de chama (FID) para identificação e quantificação de produtos como metano, metanol, etanol e ácido fórmico. Dentre as caracterizações realizadas estão o MEV-EDS/FEG; DRX; BET; FTIR e Raman. Essas análises permitiram concluir que há um certo grau de cristalinidade nas amostras, em especial na heteroestrutura, contribuindo para seu potencial fotocatalítico e os dados de MEV-EDS apontaram a presença do SnO<sub>2</sub> e Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, assim sendo, a formação da heteroestrutura aconteceu. Nos estudos de Fotorredução, a heteroestrutura apresentou melhores resultados, mas o Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> puro, já demonstrou resultados interessantes. Portanto, pode-se concluir que o método de síntese utilizado, apresentou bons resultados, visto que houve a conversão do CO<sub>2</sub> em outros produtos, em quantidades significativas, além disso, as tentativas de formação de heteroestruturas utilizando SnO<sub>2</sub>/Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> apresentaram um potencial interessante.

## Agradecimentos

CNPq, Fapesp (proc. no. 2017/17553-3), CAPES, CBMM e a Embrapa- Instrumentação.

## Referências

- [1]Emissões Totais. Disponível em: [http://plataforma.seeg.eco.br/total\\_emission](http://plataforma.seeg.eco.br/total_emission), acesso em: 10 de junho de 2019.
- [2] DE LIMA, J. M. G. *Relatório Técnico 20- Perfil da Mineração do Nióbio*, Ministério de Minas de Energia, 2010.
- [3]LOPES, O. F.; PARIS, E. C.; RIBEIRO, C. Synthesis of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoparticles through the oxidant peroxide method applied to organic pollutant photodegradation: A mechanistic study. *Science Direct*, v. 144, p. 800-808, 2014.
- [4] LEITE, E. R.; LEE, E. J. H.; GIRALDI, T. R.; PONTES, F. M.; LONGO, E. A simple and novel method to synthesize doped and undoped SnO<sub>2</sub> nanocrystal sat room temperature. *J. Nanosci. Nanotechnol.*, v. 4, n. 7, p 774-778, 2004.

## Síntese e Propriedades Fotocatalíticas de Heteroestruturas MoS<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub>

Bruna P. de Albuquerque<sup>1\*</sup>, Douglas M. da Silva Del Duque<sup>1</sup>, Vagner R. de Mendonça<sup>1</sup>

\*bruna.proenca99@outlook.com

1. Instituto Federal de São Paulo - IFSP - campus Itapetininga, Itapetininga – SP.

MoS<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub>, efluentes, fotocatalise, Pechini.

**Introdução:** Desde a Revolução Industrial, as ações do homem perante à natureza têm sido cada vez mais insustentáveis. Gerando, dentre inúmeros tipos de poluição, o aumento exponencial dos poluentes orgânicos na água. Os Processos Oxidativos Avançados, são processos que se baseiam na geração de radicais livres, que possui alto poder oxidante e pode promover a degradação de vários compostos poluentes eficientemente. Dentre esses processos, a fotocatalise é a que encontrou maior uso: é uma reação química que imita a fotossíntese das árvores para absorver e transformar os poluentes em elementos não nocivos. Por exemplo, o TiO<sub>2</sub>, semiconductor mais estudado no processo, apresenta como limitante elevada taxa de recombinação das cargas e necessidade de utilização de energia UV. Uma forma de superar estes problemas é pela formação de heteroestruturas. Neste cenário se insere o MoS<sub>2</sub>, que possui estrutura adequada para interação com contaminantes, assim como baixo custo. Baseado nisso, este projeto consiste em técnicas para desenvolver heteroestruturas contendo MoS<sub>2</sub> e TiO<sub>2</sub>. **Objetivos:** Este projeto apresenta como objetivo principal a síntese de heteroestruturas contendo MoS<sub>2</sub> e TiO<sub>2</sub>, visando sanar as limitações de ambos. E estudar métodos de síntese e testar sua eficácia por meio de ensaios fotocatalíticos frente à remoção de dois corantes (Azul de metileno e Rodamina B). **Metodologia:** Foram realizadas sínteses a partir do método dos precursores poliméricos (Pechini) variando as proporções entre Mo/Ti sendo elas: 1:1, 1:5, 1:10, 1:20, 1:50. Finalmente, os testes das amostras foram realizados baseando-se na remoção dos corantes, após submetê-los a radiação UV. **Resultados:** Foi observadas diferentes desempenhos fotocatalíticos entre elas, sendo que a que apresentou melhores resultados foi a amostra 1:10, cuja degradação foi de mais de 70% em 150 minutos frente à degradação do corante RhB e 40% MB. Enquanto que, diante da degradação do corante MB a amostra 1:1 se sobressaiu (cerca de 80% do corante foi degradado). **Resultados e Conclusão:** Assim, concluímos que: os nanocompósitos MoS<sub>2</sub> / TiO<sub>2</sub> resultantes exibem alta capacidade de remoção (degradação e adsorção) tanto pelo processo de fotocatalise heterogênea quanto por adsorção na catalisação da degradação MB e RhB sob irradiação UV-vis, superando os materiais puros.

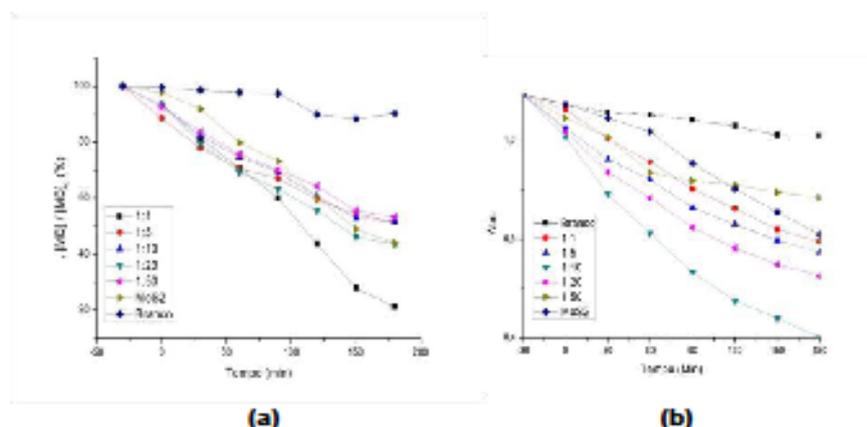


Figura 1: Decaimento da concentração do corante com tempo de exposição ao UV na presença das heteroestruturas: a) MB 5mg/L; b) RhB 5mg/L.

### Agradecimentos

Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) – processo #2019/01608-9; Instituto Federal de São Paulo – Campus Itapetininga e Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) – processo 409904/2016-3.

Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM)

## Efeitos da nitretação a plasma e do filme de carbono amorfo (a:C-H) aplicado ao aço 1020 na resistência ao desgaste em alumínio AA 3104

Fábio Soares<sup>\*1</sup>, Larissa S. de Almeida<sup>1,2</sup>, Marcos M. Dorigão<sup>2</sup>, Jonathan Gazzola<sup>1</sup>, Luciana S. Rossino<sup>1,2</sup>

\*fabio.soares.fs@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Faculdade de Tecnologia de Sorocaba - FATEC- campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: Diamond-like Carbon, Nitretação a plasma, Desgaste, Aço 1020, Alumínio AA3104

O alumínio AA 3104 é amplamente utilizado para o armazenamento de alimentos, pois é uma liga versátil e de fácil formação mecânica. O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência ao desgaste de ferramentas de corte feitas de aço contendo 0,2% C, utilizadas para realizar essas conformações na liga de alumínio AA 3104, comparando duas técnicas de melhorias aplicadas à ferramenta: nitretação a plasma e a deposição de filme a-C:H. Os filmes de a-C:H foram realizados por PECVD nas amostras de aço 1020 após uma ablação prévia. Para a nitretação foi utilizada uma pressão de gás contendo vazão de 750 sccm com proporções de 20% de N<sub>2</sub> e 80% de H<sub>2</sub> a 400°C, 500°C e 600°C durante 5 horas, além de outro grupo com uma atmosfera mais rica em nitrogênio, com 92%, 80% e 60% N<sub>2</sub> a uma temperatura de tratamento de 550°C. Para a adesão do filme a-C:H uma interface de silício foi depositada através de hexametildisiloxano como gás precursor. O filme de a-C:H foi produzido com fluxo gasoso de 30 sccm, sendo 90% CH<sub>4</sub> e 10% Ar como parâmetros de deposição. A ferramenta nitretada apresentou uma rugosidade média de 124,2 nm após a difusão do nitrogênio no material base, enquanto que a ferramenta com filme a-C:H apresentou rugosidade média de 56,4 nm. A microscopia eletrônica de varredura mostrou uma formação de camada de nitreto, onde confirmou-se a presença da fase Fe<sub>4</sub>N através da difratometria de raio-X. A espectroscopia Raman mostrou a banda G a 1600 cm<sup>-1</sup> no filme a-C:H, contendo ligações sp<sup>2</sup> e sp<sup>3</sup>. Após o tratamento e as caracterizações, ambas as ferramentas foram submetidas às mesmas condições de desgaste por atrito na liga AA 3104, levando-se em consideração uma força normal de 12N por 11000 ciclos cada. Os tratamentos a plasma aumentaram significativamente a resistência ao desgaste do material. Usando softwares de imagens aplicado à técnica de moiré os resultados mostraram que o volume de desgaste sofrido pela ferramenta produzida com a-C:H foi menor quando comparado à ferramenta nitretada, devido à baixa rugosidade do filme, resultado também observado pelo microdesgaste abrasivo por esfera rígida. O baixo coeficiente de atrito proporcionou uma vida útil maior à ferramenta de aço 1020, tornando a técnica de a-C:H uma escolha mais viável em relação a nitretação a plasma como método de melhoria a resistência ao desgaste contra o alumínio AA 3104.

Fig 1. Dependência da rugosidade em relação a temperatura para uma concentração de gás de 20%N<sub>2</sub>;80%H<sub>2</sub>

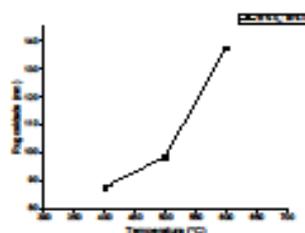
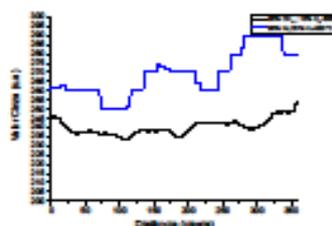


Fig 2. Perfil do desgaste através da escala cinza para a amostra de DLC (90%CH<sub>4</sub>;10%H<sub>2</sub>- 600V) e nitretada (80%N<sub>2</sub>;20%H<sub>2</sub> 550°C)



## **Análise de viabilidade econômica do uso de diversas fontes de biomassa para queima**

Adriana A. Areias<sup>1\*</sup>, Fábio M. Yamaji<sup>1</sup>, José César Cruz Júnior<sup>1</sup>

\*adriana.areias@yahoo.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: *biomassa, energia, custo, logística, mercado.*

O aproveitamento energético da biomassa está sendo cada vez mais difundido pelas indústrias a fim de reduzirem seus custos de produção, o que contribui para solucionar a diminuição do descarte de resíduos no meio ambiente. Atualmente é mais comumente o uso de biomassa em indústrias para cogeração de energia, como no caso dos setores sucoenergético, arrozeiro, de papel e celulose, entre outros. Todavia, existe uma demanda crescente por outros setores para compra de biomassa para geração de energia térmica e elétrica. Este trabalho teve como objetivo analisar diferentes fontes de biomassa para geração de energia em uma empresa situada na Região Metropolitana de Sorocaba (RMS). Para cumprir este objetivo, foram analisados para cada tipo de biomassa: 1) as propriedades energéticas; 2) a logística de fornecimento; 3) mercado e 4) custo. Dentre as biomassas escolhidas neste trabalho para análise foram: a serragem, o cavaco, o briquete, a lenha e a floresta em pé de eucalipto e a casca de arroz. Os materiais que apresentaram menor custo de energia foram o cavaco, a tora e lenha de eucalipto, e os materiais que tiveram maior impacto com o custo do transporte foram a serragem, o cavaco e a casca de arroz. A partir das análises, considerando diversos fatores (em relação ao custo de energia e também de quantidade ofertada para atender a demanda diária da empresa que é de 200 toneladas), concluiu-se que o cavaco, a serragem, a tora e a lenha apresentam vantagens que dependem da aplicação e da distância que são ofertados. Para um raio de 100 km, é viável a utilização do cavaco; para 200 km é viável a utilização do cavaco e da tora; para o raio de 300 km é viável utilizar a serragem e a tora; para 400 km, o cavaco, a tora e a lenha. Para os raios de 500 km e 600 km, o cavaco, a lenha e a tora são viáveis de serem utilizados. Deve-se salientar, a partir destas conclusões, que a depender do uso, é mais viável o cavaco, pois é um material a granel que possui granulometria favorável para ser utilizado em um processo automatizado de alimentação de caldeiras.

### **Agradecimentos**

Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

# Produção e Caracterização de Nanotubos de Carbono por PECVD

Larissa S. Almeida<sup>1\*</sup>, Marcos D. Manfrinato<sup>1,2</sup>, José Roberto R. Bortoleto<sup>3</sup>, Luciana S. Rossino<sup>1,2</sup>

\*luisiano.larissa@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales – FATEC Sorocaba, Sorocaba – SP.

3. Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: Nanotubos de carbon, PECVD, Metano, Acetileno e Cânfora.

Os nanotubos de carbono são constituídos por folhas fechadas de grafeno em forma de tubo, com diâmetro de nanômetros e comprimento em micrometros, formando arranjos hexagonais. Que desperta grande interesse devido a sua resistência mecânica maior que o aço, mas com menor densidade, suportar cem mil vezes mais a densidade de corrente elétrica do que o cobre e exibe estabilidade térmica até 3700°C [1]. Para o crescimento dos nanotubos é necessário um catalisador, como silício e/ou metais de transição, como níquel, ferro e cobalto [2]. Um dos métodos mais promissores para o crescimento dos nanotubos é o método de deposição química a vapor assistida por plasma (PECVD), devido à temperatura para o crescimento ser menor do que em outros métodos. O objetivo desse trabalho é produzir e caracterizar os nanotubos de carbono por PECVD, estudando os catalisadores e os parâmetros para o crescimento. Os catalisadores serão produzidos por três métodos diferentes: síntese de nanopartículas metálicas pelo método poliol, deposição de filme fino utilizando sistema de sputtering por RF-magnetron (Fe, Ni e Cu) e injeção do catalisador junto com o gás precursor de produção dos nanotubos. O crescimento dos nanotubos será através da utilização dos precursores metano (CH<sub>4</sub>), acetileno (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>), e cânfora (C<sub>10</sub>H<sub>16</sub>O) por PECVD. As técnicas para a caracterização dos nanotubos são difração de raios-X (DRX), Espectroscopia Raman, Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM) e Ângulo de contato.

## Agradecimentos

CAPES, LabTES - Fatec-Sorocaba e LIFS - Unesp campus Sorocaba.

## Referências

[1] Herbst, M. H.; Macedo, M. I. F.; Rocco, A. M. Tecnologia dos nanotubos de carbono: tendências e perspectivas de uma área multidisciplinar. Química Nova, v. 27, n. 6, p. 988-992, 2004.

[2] Teixeira, A. P. C. Síntese de Nanotubos de carbono por CVD utilizando catalisadores à base de ferro e molibdênio suportados em materiais cerâmicos. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia das Radiações, Minerais e Materiais) – Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, UFMG, Belo Horizonte, MG, 2010.

## Estudo da resistência à oxidação isotérmica da superliga MAR-M246 modificada com nióbio em elevadas temperaturas

Renato Baldan<sup>1\*</sup>, Artur Mariano de Sousa Malafaia<sup>2</sup>

\*renato.baldan@unesp.br

1. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (UNESP) – Câmpus de Itapeva

2. Departamento de Engenharia Mecânica - Universidade Federal de São João del Rei

Palavras Chave: nióbio, superliga, oxidação isotérmica, MAR-M246

As superligas possuem um grande número de elementos de liga em teores apreciáveis. Dentre eles, o que merece destaque nacional é o nióbio, pois o Brasil é o maior produtor de minério de nióbio e possui a maior reserva mineral de nióbio do mundo. O consumo de nióbio em superligas é de aproximadamente 26% [1,2]. Nos últimos anos, a resistência à oxidação em altas temperaturas tornou-se um fator primordial para as superligas de níquel e o conhecimento dos aspectos básicos durante a oxidação destes materiais é de fundamental importância para os requisitos de projeto e aplicação. Em virtude disso, os objetivos do presente trabalho são avaliar e correlacionar a microestrutura da superliga à base de níquel MAR-M246 modificada com nióbio após ensaios de oxidação isotérmica. Os ensaios de oxidação isotérmica foram realizados em 800 e 1000 °C por um período de até 240 horas ao ar estático. Os cálculos termodinâmicos utilizados neste trabalho foram realizados utilizando o software JmatPro com base de dados específica para ligas à base de níquel versão 7. As amostras foram caracterizadas utilizando a técnicas de microscopia eletrônica de varredura com EDS. Os resultados obtidos mostram que os elementos Cr, Al, Ni, Co e W estão presentes na camada óxida. Além disso, o Al está mais presente na camada mais interna e o Cr nas regiões mais externas. Não foi observada oxidação significativa de nióbio.

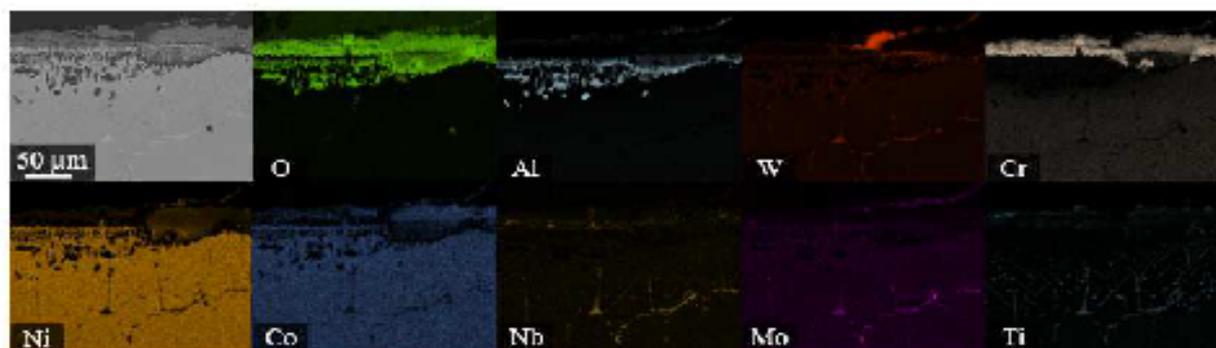


Fig. 1: Mapeamento por EDS da seção transversal da superliga MAR-M246(Nb) após oxidação a 1000 °C por 240h.

### Agradecimentos

À Fundação de Amparo e Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pelo financiamento do projeto 2018/07802-9.

### Referências

- [1] PEREIRA JÚNIOR, R.F. Nióbio. In: RODRIGUES, A.F.S. Economia mineral do Brasil. Brasília-DF: DNPM, 2009.
- [2] PAPP, J. F. Niobium (Columbium). Mineral Commodity Summaries 2011, U.S. Geological Survey, p. 110-111, Reston, Virginia, 2011.

## **Sensor eletroquímico elaborado com a técnica LbL em eletrodo de ouro funcionalizado com nanopartículas de prata para a detecção de Glifosato.**

Antonio S. W. Sales<sup>1\*</sup>, Marystela Ferreira<sup>1</sup>

\*said.webbe@hotmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: Layer-by-Layer, NPs metálicas, Herbicida, Sensor eletroquímico

A pressão pelo aumento de produção de alimentos gerada pelo crescimento populacional aliada com o interesse econômico de corporações ligadas ao agronegócio faz do mercado de pesticidas e herbicidas um atrativo com negócios em bilhões de dólares anuais. Sementes geneticamente modificadas (GMs) resistentes ao herbicida Glifosato ampliam o problema referente a questões de saúde humana e contaminação ambiental. Em 2015 a Organização Mundial de Saúde (OMS) [1] reavaliou a monografia do herbicida Glifosato (Gli) elevando sua classificação à potencial causador de câncer em seres humanos. Esta preocupação da OMS faz com o que Brasil publique a Consulta Pública nº 813 referente a manutenção da atual monografia do Gli como não tóxico aos seres humanos. Inúmeros são os estudos científicos internacionais que conectam o herbicida Gli a problemas graves de saúde humana, desde câncer à reprodução. Portanto, é de suma importância a detecção dos níveis de Gli e seu metabólito primário em alimentos e no meio ambiente. Assim, este projeto propõe o desenvolvimento de um sensor eletroquímico em substrato de ouro funcionalizado com nanopartículas [2] de prata para a detecção do herbicida Glifosato. As nanopartículas serão sintetizadas pela redução do nitrato de prata pelo citrato de sódio e estabilização das nanopartículas com amônia. A sensibilidade do sensor será caracterizada pela eletroquímica, com as técnicas voltametria cíclica, onda quadrada e de pulso diferencial, a espectroscopia complementar a análise fornecendo informações a respeito da funcionalização do substrato, onde propõe-se as técnicas UV-Vis e FTIR.

### **Agradecimentos**

À CAPES, pelo apoio financeiro com a manutenção da bolsa de auxílio.

À Professora Dra. Marystela Ferreira, pela orientação científica.

### **Referências**

[1] IARC WORKING GROUP ON THE EVALUATION OF CARCINOGENIC RISKS TO HUMANS. **Some organophosphate insecticides and herbicides**. [s.l: s.n.]. v. 112

[2] LUO, X. et al. Application of Nanoparticles in Electrochemical Sensors and Biosensors. **Electroanalysis**, v. 18, n. 4, p. 319–326, fev. 2006.

# Síntese de nanopartículas de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dopada com lantânio pelo método solvotérmico e aplicação na catálise de reações de esterificação

Giovanni Miraveti Carriello<sup>1\*</sup>, Guilherme Manassés Pegoraro<sup>1</sup>, Giovanni Pimenta Mambri<sup>1</sup>

\*giovannimiraveti@gmail.com

1. DFQM/CCTS - Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: *Nanopartículas, óxido de nióbio, catálise*

A nanotecnologia vem crescendo nos últimos anos devido aos interessantes materiais e aplicações que as pesquisas nessa área estão a desenvolver materiais com novas propriedades, apenas alterando o tamanho das partículas para a escala nanométrica várias propriedades do material se alteram, como por exemplo, a superfície de contato [1]. Dentre os materiais estudados há o pentóxido de nióbio, que já encontra aplicações tecnológicas em sua forma macroestruturada, porém as pesquisas deste material nanoestruturado ainda está em estágio inicial. Entre essas propriedades podem-se citar várias aplicações na eletrônica, tais como diodos emissores e supercapacitores, e na química como catalisador em reações orgânicas [2]. Além disso, o Brasil possui atualmente a maior reserva mineral conhecida de nióbio entre todos os países, sendo estipulado que mais de 90% da reserva mundial do nióbio esteja localizada no Brasil [3]. Frente a isso ainda se tem os lantanídeos, em especial no caso o lantânio, que ultimamente se vem investigando aplicações catalíticas para a dopagem com ele, tal como a reações de síntese de ésteres [4]. Visto esses pontos este trabalho desenvolveu a síntese de nanoestruturas de pentóxido de nióbio dopadas com lantânio pelo método solvotérmico com álcool benzílico utilizando a chapa de aquecimento e o micro-ondas de 2,45 GHz (comprimento do forno micro-ondas doméstico) visando a aplicação em catálise da reação de esterificação. Reação esta que está sendo de suma importância para a sociedade atual devido a síntese de biocombustíveis. Os ensaios realizados em chapa de aquecimento foram realizados com um tratamento quimiométrico, variando a temperatura (140 °C ou 180°C), tempo de reação, (24s ou 72h) e a concentração de NbCl<sub>5</sub> (0,0006 mol/L ou 0,0012 mol/L). Foram feitos três ensaios em forno de micro-ondas, sendo que duas utilizaram NbCl<sub>5</sub>, uma com concentrações de 0,0006 mol/L e duas 0,0030 mol/L, sendo uma dessas dopada com 2% em mol de La(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O. Realizaram-se os testes catalíticos utilizando amostra com material amorfo, amorfo dopado com lantânio e uma sem catalisador, com cinco vezes, em massa, de etanol em relação ao ácido oleico, durante 1 hora à 80 °C em uma manta de aquecimento, os quais havia uma amostra sem catalisador e as demais utilizando óxido de nióbio dopada com lantânio amorfa e nanopartículas de pentóxido de nióbio. Nos testes foi variado a massa de catalisador em relação a massa de ácido oleico (1% ou 3%). Sem catalisador a taxa de conversão dos produtos para reagentes foi de 19,4%, com o catalisador amorfo as taxas foram de 30,7% e 40,0%, quando o material amorfo está dopado com lantânio há um aumento de 2% em sua taxa de conversão em comparação ao material não dopado. O material cristalino apresentou taxas de 17,2% 17,5%, valores menores que o teste sem catalisador. Para a obtenção de pentóxido de nióbio amorfo a síntese assista por micro-ondas 2,45 GHz se apresentou mais eficaz e rápida do que utilizando aquecimento com uma chapa. Em resumo, neste trabalho foram sintetizadas amostras de Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> nanoestruturadas, amorfas e cristalinas, e testadas suas atividades catalíticas frente à reação de esterificação.

## Referências

- [1] RÓZ, A. L. D. et al. Nanoestruturas: Princípios e aplicações. 1 ed. Rio de Janeiro. Elsevier Editora Ltda. Coleção Nanociência e Nanotecnologia. 2015. v.1, p. 3-33.
- [2] RANI, R. A. et al. Thin films and nanostructures of niobium pentoxide fundamental properties, synthesis methods and applications. **Journal of Materials Chemistry**. Chicago, Ano 02, n.2, p. 15883-15703. Julho de 2014. Chicago
- [3] BRITTES, Tamires Luara de Oliveira. Et al. Panorama nacional do nióbio entre os anos de 2010 a 2014. Revista Científica Multidisciplinar Núcleo do Conhecimento. São Paulo, Ano 03, Ed. 09, Vol. 08, pp. 29-37 Setembro de 2018.
- [4] LERTOANYAOIRNCHAU, Boontawee et al. Lanthanum-doped mesoporous strontium titanate for transesterification of palm oil with methanol to fatty acid methyl esters. TOKYO CONFERENCE ON ADVANCED CATALYTIC SCIENCE AND TECHNOLOGY. Tóquio. Japão. 2018

1

Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM)

## Microplásticos: Impacto Ambiental de Polímeros Fotodegradados

Ana Carolina Cugler Moreira<sup>1</sup>, Flávio Sampaio de Campos Rodrigues<sup>1</sup>, Sandro Donnini Mancini<sup>2</sup>, Walter Ruggeri Waldman<sup>1\*</sup>

\*walter.waldman@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – campus Sorocaba.

Palavras Chave: Polipropileno, Digestão, Degradação, Microplástico.

Plásticos vem sendo estudados pelo impacto ambiental que vem causando, uma vez que quando descartados no meio eles não desaparecem. Com o passar do tempo eles degradam e fragmentam em pedaços cada vez menores, microplásticos (MP), e por conta dos tamanhos que esses materiais podem assumir, muitos animais os consomem, seja de forma direta quando confundido com alimentos, ou de forma indireta quando ingerem alimentos contaminados com microplásticos (1). Uma forma de quantificar os MP ingeridos por animais, principalmente em invertebrados, é através de processos oxidativos avançados (POA), onde é utilizado de seu caráter oxidativo para separar a matéria orgânica de fragmentos plásticos (2). Neste trabalho foi estudado a possível interação entre os POAs, e seus parâmetros, com polímeros com ou sem níveis de degradação avançados. Foram utilizados como POA a reação Fenton e solução alcalina e para verificação dos parâmetros foi utilizada água deionizada. Foi observado variações superficiais nas amostras com níveis de degradação avançados após os ensaios e para as amostras sem ou com pouca degradação foi apresentada pouca ou nenhuma variação. Com isso foi possível confirmar a interação que os POAs tem com os materiais degradados e, portanto, que esse tipo de ensaio pode interferir na estimativa de MP em animais. Com esses resultados é possível colocar em uma perspectiva mais adequada a pesquisa feita com invertebrados que tiveram polímeros degradados como parte de sua dieta, uma vez que há a possibilidade dos POA aumentarem ainda mais a fragmentação de plásticos degradados, estipulando erroneamente a quantidade real de MP em animais.

### Agradecimentos

A CAPES, pelo financiamento, processo 1774198. À UFSCar, pelo suporte laboratorial. LNNano, pelas micrografias. À PUC, pela análise por FTIR.

### Referências

1. Lambert S. Environmental Risk of Polymers and their Degradation Products. University of York; 2013.
2. Munno K, Helm PA, Jackson DA, Rochman C, Sims A. Impacts of temperature and selected chemical digestion methods on microplastic particles. Environ Toxicol Chem. 2018;37(1):91–8.

# Síntese de nanopartículas de prata para a detecção de cádmio e chumbo

Leonardo J. Quintero D<sup>1\*</sup>, Marystela Ferreira<sup>1</sup>

[\\*leoquin3834@gmail.com](mailto:leoquin3834@gmail.com)

*1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba - SP*

*Palavras Chave: Nanopartículas de Prata, Metais Pesados, filmes automontados*

Os metais pesados como ferro, selênio, arsênio, cádmio e chumbo são necessários para a vida devido suas características. Infelizmente, em altas doses podem ser prejudiciais à saúde, portanto é essencial desenvolver métodos práticos, rápidos, sensíveis e reprodutíveis para a detecção precisa desses metais. Os metais pesados geralmente estão presentes sob sua forma iônica ( $Hg^{2+}$ ,  $Pb^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ), portanto, eles podem ser detectados no metal correspondente em um eletrodo modificado. Nesse trabalho utilizaremos o eletrodo de ITO (óxido de estanho dopado com índio) modificado por nanopartículas de prata através da técnica automontagem (filmes *Layer-by-Layer*) que formarão a unidade sensorial. A Voltametria de Onda Quadrada (SWAS, do inglês, *Square Wave Anodic Stripping*) será utilizada para estudarmos a influência do tamanho das nanopartículas nos filmes finos e a eficiência na detecção de metais, tais como cádmio e chumbo. Por outro lado, é bem conhecido que o método de síntese das nanopartículas afetam sua forma e tamanho. Neste trabalho pretende-se sintetizar nanopartículas de prata de diferentes tamanhos usando o método proposto por L. F. Gorup et al.<sup>1</sup>. Este método consiste em estabilizar as nanopartículas de prata por adição do amônio, usando o Método de Síntese de Turkevich. Os filmes serão caracterizados por Espectroscopia UV-Vis, FTIR e análises morfológicas. Esses filmes consistirão na unidade sensorial para a detecção de metais em águas.

## Referências

- (1) Luiz F. Gorup, Elson Longo, Edson R. Leite, Emerson R. Camargo  
*Journal of Colloid and Interface Science* 360 (2011) 355

## Agradecimentos:

Capes, CNPq e Fapesp (2016/19387-0).

## Síntese e Atividade Fotocatalítica de Heteroestruturas MoS<sub>2</sub>/ZnO

Rafael A. F. Ribeiro<sup>1\*</sup>, Douglas M. da Silva Del Duque<sup>1</sup>, Vagner R. de Mendonça<sup>1,2</sup>

\*rafaelantonio2328@gmail.com

1. Instituto Federal de São Paulo – IFSP – campus Itapetininga, Itapetininga – SP.

2. PPGCM – Universidade Federal de São Carlos – UFSCar – campus Sorocaba, Sorocaba – SP

Palavras Chave: Fotocatálise Heterogênea, Heteroestrutura, ZnO, MoS<sub>2</sub>

**Introdução:** O crescimento da população mundial levanta vários questionamentos como a necessidade inegável de um desenvolvimento econômico, mas também vem a preocupação com a sustentabilidade desse desenvolvimento. Um dos graves problemas ambientais é a contaminação de águas potáveis por compostos orgânicos proveniente de efluentes industriais e agrícolas [1]. Dentre os métodos de tratamento de efluentes orgânicos, destacam-se os Processos Oxidativos Avançados (POA's), principalmente por conta de sua simplicidade e alta eficiência na degradação destes contaminantes [2]. Uma variante dos POA's é a geração de radicais através da ativação fotoquímica de semicondutores nanoestruturados, processo este denominado Fotocatálise Heterogênea [3]. Assim, tem-se o desafio de se desenvolver metodologias de síntese de heteroestruturas que combinem um maior tempo de vida das cargas fotogeradas com sua ativação na região visível do espectro. Uma possibilidade de heteroestrutura viável para a aplicação em fotocatalise heterogênea é o sistema MoS<sub>2</sub>/ZnO. **Objetivos:** Objetivo principal é a síntese de heteroestruturas contendo MoS<sub>2</sub> em conjunto com o ZnO, e a aplicação destes em processos de fotocatalise heterogênea para degradação de contaminantes orgânicos em água. **Metodologia:** Foram trabalhadas sínteses pelo método dos precursores poliméricos variando as proporções de MoS<sub>2</sub>/ZnO em 1:1, 1:10, 1:100. Também foi estudado o momento de inserção do MoS<sub>2</sub> na síntese buscando uma melhora na dispersão dos óxidos. Para o teste, as amostras foram colocadas em béqueres com corante MB e observado seu poder de degradação sobre a radiação UV. **Resultados e Conclusão:** A heteroestrutura ZnO/MoS<sub>2</sub> se apresenta mais fotoativa na proporção em que tenha mais ZnO, como mostrado na Figura 1. Porém, não é observado um ganho de eficiência comparado aos materiais puros. Problemas de dispersão do sulfeto de molibdênio, que exige que seja carregado com etanol, pode ser um fator deletério para a síntese. Alternativas estão sendo desenvolvidas, como se tratar termicamente ambos separadamente e depois uni-los para formação da heteroestrutura em sistema hidrotérmica, buscando-se uma efetiva formação de heteroestrutura.

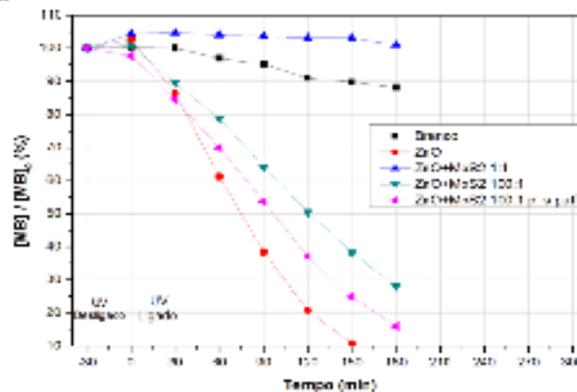


Figura 1: Decaimento percentual da concentração de MB com o tempo sob radiação UV na presença dos materiais sintetizados.

### Agradecimentos

IFSP-Itapetininga pela bolsa concedida no programa PIBIFSP, LaFCaH e ao CNPq (409904/2016-3).

### Referências

- [1] NAKATA, K.; FUJISHIMA, A. "TiO<sub>2</sub> photocatalysis: design and applications" *J. Photochem. Photobiol. C* 2012, 13, 189.
- [2] ANDREOZZI, R.; CAPRIO, V.; INSOLA, A.; MAROTTA, R. "Advanced oxidation process (AOP) for water purification and recovery" *Catal. Today* 1999, 53, 51.
- [3] LINSEBIGLER, A. L.; LU, G.; YATES, J. T. "Photocatalysis on TiO<sub>2</sub> surfaces: principles, mechanisms and selected results" *Chem. Rev.* 1995, 95, 735.

## Construção de um biossensor eletroquímico para detecção de dopamina

Jennifer de Pontes Medrades<sup>1\*</sup>, Marystela Ferreira<sup>1</sup>

\*jennifer.medrades@gmail.br, marystela@ufscar.br

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: depressão, dopamina, biossensor, flavina-adenina dinucleotídeo

A depressão é uma doença neurológica que atinge milhões de pessoas no mundo e é uma das principais causas de morte por suicídio, especialmente em pessoas jovens. Seu diagnóstico e tratamento são complexos por ser uma doença multifatorial. Em termos biológicos, a depressão é causada por deficiência nos níveis de dopamina (DA) no organismo, logo o monitoramento desses índices é de grande importância para o diagnóstico rápido e monitoramento da doença. Os biossensores são uma boa alternativa para a detecção de biomoléculas por serem extremamente sensíveis e seletivos. O projeto tem como objetivo a fabricação de um biossensor eletroquímico para a detecção de DA. O biossensor será fabricado sobre um substrato de ouro, modificado com uma camada de 11-MUA, uma tricamada LbL de polieletrólitos catiônico e aniônico, PEI e PVS respectivamente, e nanopartículas de ouro funcionalizadas com moléculas de flavina-adenina dinucleotídeo (FAD) (NELSON; COX, 2014). O FAD é um transportador de elétrons presente na respiração celular e que funciona como cofator de algumas enzimas. Ele está presente no sítio ativo da Monoamina oxidase (MAO), uma enzima responsável pela degradação da DA no organismo, enquanto o FAD age como receptor de elétrons e auxilia nesse processo. As nanopartículas de ouro foram sintetizadas pela técnica de redução com NaBH<sub>4</sub>, estabilizadas com glutationa e funcionalizadas com o FAD. Sua caracterização pelo UV-Vis apresentou a banda de absorvância da faixa de 520 nm, e mais 4 bandas referentes à absorvância do FAD em 205, 260, 365 e 450 nm. O biossensor também será caracterizado pelas técnicas de fluorescência, espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR), microscopia eletrônica de transmissão (MET), Microscopia de força atômica (AFM) (definir essas siglas), voltametria cíclica e impedância elétrica.

### Agradecimentos

O presente trabalho está sendo realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – código de financiamento 001 e Fapesp (2016/19387-0).

### Referências

DAVID L. NELSON; MICHAEL M. COX. **Princípios de Bioquímica Lehninger**. 6ª edição ed. [s.l.] artmed, 2014.

## Synthesis of Ag-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> produced by PEO for food packing applications

Andressa Rodrigues<sup>1</sup>, Janaina S. Santos<sup>1</sup>, Mariana S. Sikora<sup>2</sup> e Francisco Trivinho-Strixino<sup>1\*</sup>

\*fstrixino@ufscar.br

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Pato Branco - PR.

Keywords: Plasma Electrolytic Oxidation, silver, alumina coatings

Plasma Electrolytic Oxidation (PEO) is an electrochemical technique used to produce oxide ceramic coatings over valve metals. PEO treatment enhances the corrosion and wear resistance properties. The metal is anodized under high electric field and complex process that combines oxide film formation, dissolution and dielectric breakdown. When the oxide coating reaches a thickness critical value one can observe plasma microdischarges over the electrode surface and potential oscillations corresponding to cyclic oxide destruction and formation process[1]. In this study, technical Al alloy was galvanostatically anodized under PEO condition applying 20mA/cm<sup>2</sup>. Ag<sup>+</sup> ions were added in the electrolytic during anodization as an attempt for incorporation of this element in oxide surface to promote bactericidal effect. The galvanostatic anodization curves were used as a diagnostic to evaluate the formation of Ag-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings in one-step anodization using different anodization times: 20 and 60 minutes. The oxide films were characterized by Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) that revealed an irregular porous structure with cracks on the surface. Semi-quantitative analysis from EDS showed an increase of Ag content with a shorter anodization time. Furthermore, anodic stripping experiments were performed to verify the silver release from the coating in samples immersed in controlled solutions after three months of exposure.

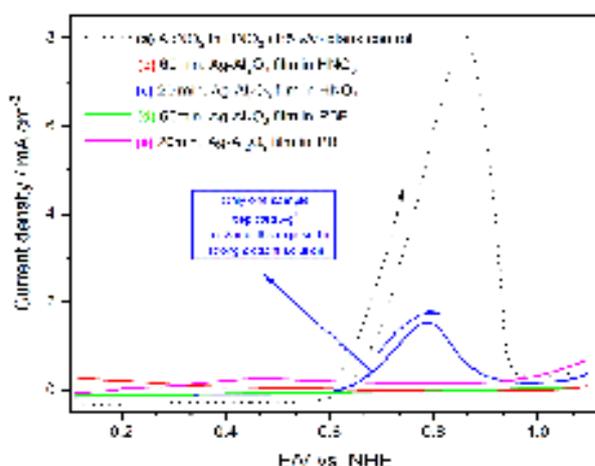


Figure 1: Anodic stripping of silver in (a) Ag<sup>+</sup>/HNO<sub>3</sub> solution; (b) and (c) Ag-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film produced with 20 and 60 minutes of anodization and subsequent immersed in HNO<sub>3</sub> 0.1mol.L<sup>-1</sup>; (d) and (e) Ag-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film produced with 20 and 60 minutes of anodization and subsequent immersed in PBF. All measurements carried out at room temperature and 100mV/s.

### Acknowledgments

This work was supported by Brazilian Research Funding Agencies: FAPESP (#2010/10813-0), CNPq (#443125/2014-7 and #408250/2016-0) and CAPES (financial code 001). We also want to thank CNPEM-LNNANO that provided the SEM facility for EDS and high-resolution characterization.

### References

[1] Yerokhin, A.L., et al., Plasma electrolysis for surface engineering. Surface and Coatings Technology, 1999. 122(2-3): p. 73-93

# REVISÃO DO ESTUDO DAS PROPRIEDADES DE FILMES DE ORGANOSILICONE DEPOSITADOS POR PECVD EM ATMOSFERA DE HMDSO E GASES

Amanda S. M. de Freitas<sup>1</sup>, Cristiane C. Maciel<sup>2</sup>, Jéssica S. Rodrigues<sup>3</sup>, Adriana O. D. Silva<sup>3</sup>, Elidiane C. Rangel<sup>2</sup>

\*amandasq@hotmail.com

1. Universidade Federal de São Paulo - UNIFESP, campus São José dos Campos, São José dos Campos – SP.

2. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" – UNESP, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

3. Universidade Federal de São Carlos - UFSCar, campus de Sorocaba, Sorocaba – SP.

**Palavras Chave:** HMDSO<sup>1</sup>, PECVD<sup>2</sup>, Organossilicone<sup>3</sup>, Filmes finos<sup>4</sup>, Propriedades<sup>5</sup>

O presente trabalho tem por objetivo realizar uma revisão de artigos publicados nos últimos anos, contemplando o período de 2018 a 2019, que utilizaram da técnica de deposição química de vapor assistida a plasma (PECVD), empregando como precursor gasoso o hexametildisiloxano (HMDSO), combinado com outros gases, tais como oxigênio, argônio, nitrogênio e entre outros, com o intuito de produzir filmes finos de organossilicone [1]. Estudos utilizando o HMDSO como precursor gasoso para a formação dos filmes, foram escolhidos devido a sua alta pressão de vapor, que facilita o emprego na técnica de PECVD e alta taxa de deposição apresentada por esse precursor, o que aumenta as possibilidades de ajustes das propriedades e da natureza química do revestimento final depositado [2]. Os filmes de cobertura produzidos nos 32 trabalhos revisados apresentaram a capacidade de modificar as propriedades dos substratos tratados, tanto para substratos poliméricos, metálicos, tecidos e membranas. Foram estudadas modificações quanto as propriedades de barreira: ao oxigênio, a água, ao fogo, a voláteis e a líquidos tóxicos, além de propriedades anticorrosiva, óptica, mecânica, de permeação a gases, fluidez, antimicrobiana, adesiva, umectante e protetiva. Os materiais tratados podem ter diversas aplicações nas áreas biomédica, energética, óptica, sensores, sistemas de separação e multifuncionais. Também foram apresentadas nos artigos científicos analisados nesse copilado de estudos, as tendências atuais de uso da combinação da técnica de PECVD e seus parâmetros, em diversas composições de atmosfera de HMDSO/Gases. As modificações desejadas mais estudadas e as aplicações promissoras dessa área de pesquisa também foram contempladas pela revisão bibliográfica do tema, que mostrou uma gama imensa de aplicações e de possibilidades de utilização desses filmes de cobertura nos mais diversos substratos. Na maioria dos artigos envolvendo a propriedade de molhabilidade os autores utilizaram da técnica de plasma revisada neste trabalho visando aumentar a hidrofobicidade e aumento da energia da superfície para diversas aplicações. Películas protetoras, também, foram amplamente estudadas com o intuito de aumentar a resistência a barreira em numerosos materiais, sendo essa uma das propriedades mais publicadas nos últimos anos. Estudos dedicados ao desenvolvimento alternativo de técnicas para reduzir ou prevenir o processo de corrosão em superfícies metálicas, também foram abordados utilizando a técnica em questão. Ainda, foi possível encontrar resultados que retratam uma melhor compreensão do efeito da umidade na tensão residual de revestimento poliméricos pela metodologia aqui empregada. O estudo promissor desta técnica juntamente com os materiais escolhidos pode trazer novas ideias, além de proporcionar o estudo mais abrangente do assunto em questão.

## Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Número do Processo: 1687163 (ASMF), 1687180 (JSR) e 1687173 (CCM).

## Referências

[1] GOSAR, Ž. et al. Deposition of SiO<sub>x</sub>CyHz Protective Coatings on Polymer Substrates in an Industrial-Scale PECVD Reactor. *Coatings*, v. 9, n. 4, p. 234, 2019.

[2] REIS, M. C. et al. Surface characteristics and optical properties of plasma deposited films on indirect aesthetic restorative dental materials. *Surface and Coatings Technology*, v. 348, p. 55–63, 2018.

## Incorporação de agentes de liberação de fármacos em filmes de poli(adipato-co-tereftalato de butileno) pela técnica de Langmuir-Blodgett (LB)

Cristiane C. Maciel<sup>1\*</sup>, Marystela Ferreira<sup>2</sup>

\*kriscarla91@hotmail.com

1. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" – UNESP, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

**Palavras Chave:** PBAT, Fibroína, Filmes nanoestruturados, Técnica Langmuir-Blodgett (LB).

Filmes finos nanoestruturados são de grande importância para o desenvolvimento de em diferentes áreas de aplicação, exemplificando uso em biotecnologia, eletrônica, entre outras. Para a produção de filmes finos nanoestruturados existem duas técnicas (dentre outras) que podem ser utilizadas, as quais são aLbL (Layer-by-Layer), que descreve a adsorção de camadas alternadas de polycations e poliânions em substrato sólido com superfície eletricamente carregada e LB (Langmuir-Blodgett), que consiste em obter filmes por transferência da interface ar-água para substratos sólidos, que podem ser obtidos por imersão e emersão sucessiva do substrato [1]. Nesse projeto utilizaremos um polímero, para a produção do filme LB, que consiste em um polímero biodegradável e biocompatível chamado PBAT (poli (adipato-co-tereftalato de butileno)). Para a liberação de fármacos será utilizado o polímero natural conhecido tradicionalmente como fibroína e que apresenta um grande potencial para utilização como biomaterial, devido à sua resistência mecânica, biocompatibilidade e biodegradabilidade [2]. Para caracterização dos filmes serão utilizadas técnicas como Difração de raios-X (DRX), Microscopia de ângulo de Brewster (do inglês, Brewster Angle Microscopy), Espectroscopia de infravermelho reflexão-absorção com polarização-modulada (do inglês, polarization-modulated infrared reflection-adsorption spectroscopy), FTIR (Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier), Espectroscopia Raman, MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura), MET (Microscopia Eletrônica de Transmissão). Além das técnicas de morfologia e espectroscopia, utilizaremos técnicas eletroquímicas para a caracterização elétrica do sistema. O presente projeto busca o desenvolvimento de adesivos biocompatíveis com base polimérica do poli (adipato-co-tereftalato de butileno), utilizando como agente de liberação controlada de fármaco a fibroína, utilizando a técnica de produção de filmes finos LB (Langmuir-Blodgett) e posteriormente o uso do sistema *drug delivery*, para a liberação de princípios ativos como antibióticos, quimioterápicos, anti-inflamatórios e antifúngicos, para diversos tipos de aplicações dérmicas.

### Agradecimentos

FAPESP processo 2016/19387-0, CNPq e Capes.

### Referências

- [1] FERREIRA, M. et al. Técnicas de caracterização para investigar interações no nível molecular em filmes de Langmuir e Langmuir-Blodgett (LB). **Química Nova**, v. 28, n. 3, p. 502–510, 2005.
- [2] ALTAMAN, G. H. et al. Silk-based biomaterials. **Biomaterials**, v. 24, p. 401–416, 2003.

## Oxidação eletrolítica à plasma (PEO) de ligas de Al para obtenção de $Al_2O_3$ dopado com Zn

Gabriel M. R. Martins<sup>1</sup>, Janaina S. Santos<sup>1</sup> e Francisco Trivinho-Strixino<sup>1\*</sup>

\*fstrixino@ufscar.br

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: PEO, alumina, dopagem, fotocatalise, bactericida

A técnica PEO é um processo derivado da anodização convencional que é realizado em alto campo elétrico, cujo objetivo é formar uma camada de óxido sobre a superfície de metais e ligas, melhorando sua resistência mecânica e proteção à corrosão [1]. Neste método, os filmes de óxido formados atingem um potencial de ruptura dielétrica, rompendo o filme passivo e liberando energia que é então dissipada na forma de calor e luz por meio de descargas elétricas de alta energia térmica e de curto tempo vida distribuídas por toda a superfície em tratamento [1]. O óxido de zinco apresenta propriedades bactericidas e sua toxicidade ainda é pouco compreendida, mas é observado uma atividade do composto frente a bactérias gram-positivas e gram-negativas. Por ser um semicondutor do tipo n com um amplo band gap e uma alta energia de ligação, o óxido de zinco pode ser aplicado como um fotocatalisador. O objetivo do trabalho é o estudo das condições de anodização em regime de PEO para incorporação de Zn em ligas de alumínio. Os filmes serão obtidos a partir da oxidação anódica do substrato metálico preparado, em regime galvanostático, em um reator de anodização com camisa de vidro para banho termostatizado e encaixe para dois contra eletrodos de platina. A metodologia se baseia na caracterização do material obtido, variando os parâmetros para a otimização do processo de síntese dos revestimentos anódicos, trabalhando com os fatores de densidade de carga, pH, temperatura, composição e concentração do eletrólito. Também analisando o filme de óxido formado sobre o substrato e a concentração e distribuição de óxido de zinco e óxido de alumínio em sua composição, sua morfologia, topologia e possíveis propriedades fotocatalíticas e antimicrobianas. Além disso, será realizado o estudo do envelhecimento do eletrólito, para obter o número de vezes que o eletrólito pode ser utilizado no processo de síntese de forma efetiva. Está sendo realizado o estudo com diferentes eletrólitos em duas ligas de alumínio, com uma delas sendo para uso comercial em embalagens alimentícias. Como resultados iniciais, é possível identificar um comportamento diferente de anodização em regime de PEO, utilizando diferentes condições de anodização, da liga comercial alimentícia em relação à uma liga com maior pureza. Além disso, encontra-se dificuldade na incorporação do zinco no óxido de alumínio, podendo estar relacionado com sua estabilidade como complexo no eletrólito.

### Referências

[1] Yerokhin, A. L.; Nie, X.; Leyland, A.; Matthews, A. e Doney, S. J. Surf. Coat. Technol. 1999, 122, 73.

## Investigation of Nanostructured Oxide Membranes for possible application in drug delivery, catalysis or sensor

Uanderson Mezavila Garcia<sup>1</sup>, Francisco Trivinho-Strixino<sup>1</sup>

\*fstrixino@ufscar.br

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: Anodization, Nanotubes (TiO<sub>2</sub>TNs), Nanoporous Anodic Alumina (NAA)

The high demand for high precision, small size, multifunctional and low cost materials has drawn researchers' attention to the development of new nanostructured materials with properties of interest. Nanoporous Anodic Alumina (NAA)<sup>1</sup> and Titania Nanotubes (TiO<sub>2</sub>TNs)<sup>2</sup> stand out for their potential for applications in multiple areas, including sensors, controlled release systems and photocatalysis. In this context, the project proposal is the development of ordered nanometric (porous) alumina membranes capable of responding to stimuli of substances present in its high surface area. Another proposal is the use of Titania nanostructures (nanotubes) for storage and controlled release of substances of interest. The samples will be synthesized in a specific reactor with supercooling system, anodizing one side of the sample, leaving the other side to create a metallic contact for characterization by electrochemical impedance spectroscopy (EIS). This type of reactor allows investigation of the temperature at the exact time of manufacture, allowing localized refrigeration in the sample. Purity grade Al (99.998%) and surgical grade Ti (99.8%) will be used. The samples will also be morphologically characterized by SEM Scanning Electron Microscopy, which will be analyzed by the Image J ® e Gwyddion ® software. The synthesis of the membranes will be performed by varying parameters such as potentiostatic and galvanostatic mode, electrolyte temperature, electrolyte type, sample temperature, voltage variation for potentiostatic mode and current density variation for galvanostatic mode. Nanotube samples will be annealed to crystallize in anatase phase or a mixture of anatase and rutile without significant change in morphology. Later, it will be characterized by X-ray Diffraction. For electrochemical characterization a Metrohm ® potentiostat will be used, where equivalent circuit and transmission lines models will be used to extract information regarding to transport kinetic in confined geometry materials (nanoporous or nanotubes). The study using transmission line modeling is necessary because the ionic transport in the porous film is distributed along the pore walls, under great interference of the barrier layer and the electrolyte<sup>2</sup>.

### Acknowledgments

This work was supported by Brazilian Research Funding Agencies: FAPESP (#2010/10813-0), CNPq (#443125/2014-7 and #408250/2016-0) and CAPES (financial code 001). We also want to thank CNPEM-LNNANO that provided the SEM facility for EDS and high-resolution characterization.

### References

- [1] YEROKHIN, A.; KHAN, R. H. U. Surface Engineering of Light Alloys: Woodhead Publishing, 2010.83-109.
- [2] HILARIO, F.; Roche, V.; Moreira, A. J. e Nogueira, R. P Electrochimica Acta 253 (2017) 599–608

## Influência da granulometria na síntese de membranas de acetato de celulose de bagaço de cana-de-açúcar

Joelen Osmari da Silva<sup>1\*</sup>, Jéssica Souza Rodrigues<sup>1</sup>, Vagner Roberto Botaro<sup>1,2</sup>  
\*joelenosmari@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Universidade Federal de Ouro Preto – UFOP, Ouro Preto - MG

**Palavras chave:** bagaço de cana-de-açúcar, granulometria, acetato de celulose, membranas

A cana-de-açúcar, cujo nome científico é *Saccharum officinarum L.*, é atualmente um dos principais produtos agrícolas utilizados como fonte de biomassa para geração de energia alternativa, contudo, poderia ser utilizado para a fabricação de produtos com maior valor agregado<sup>[1]</sup>. Há diversos trabalhos em literatura que apresentam separação da biomassa, transformação dos materiais lignocelulósicos em derivados e suas aplicações, contudo, não há estudos que demonstrem a eficiência dos processos químicos utilizados para produção de derivados destes resíduos de forma mais detalhada, principalmente em relação à granulometria. Sendo assim, este trabalho apresenta um estudo sobre o impacto da granulometria do bagaço de cana-de-açúcar na obtenção de membranas de acetato de celulose. Para obtenção do acetato de celulose, o bagaço de cana-de-açúcar foi peneirado e separado em granulometrias de 20, 35 e 60 mesh, cujas fibras foram submetidas aos processos de retirada de extrativos solúveis água quente, retirada de extrativos solúveis em solventes orgânicos, polpação acetossolve, branqueamento com clorito de sódio, acetilação pela reação heterogênea e confecção das membranas por *casting*. As fibras presentes nas três granulometrias escolhidas foram caracterizadas quimicamente, as polpas branqueadas tiveram sua alvura determinada e as amostras obtidas em todas as etapas do processamento foram caracterizadas por FTIR (Espectroscopia de absorção no infravermelho com Transformada de Fourier) para verificar diferenças entre os grupos químicos presentes. Os acetatos de celulose obtidos tiveram seu grau de substituição determinados por retrotitulação, assim as massas moleculares médias foram calculadas. O grau de polimerização e as massas molares viscosimétricas médias das polpas branqueadas e dos acetatos de celulose foram determinados por viscosimetria. A transparência das membranas e a presença de lignina como contaminante foi determinada por UV-VIS (Espectroscopia de absorção no ultravioleta e visível). Foi possível verificar que a granulometria interfere diretamente nos processos químicos e que as fibras de maior granulometria (20 mesh) obtiveram melhor processamento e conseqüentemente, membranas mais resistentes e transparentes. No entanto, as fibras de 60 mesh apresentaram maior grau de substituição e massa molecular média, verificando assim, que a facilidade de processamento, verificada a partir das fibras de 20 mesh, permite a obtenção de acetatos com menos contaminantes como lignina e conseqüentemente resultam em membranas mais resistentes mesmo com massas moleculares menores. As massas moleculares médias calculadas foram 248,2 g/mol, 246,0 g/mol e 279,8 g/mol para os acetatos obtidos a partir das fibras de 20 mesh, 35 mesh e 60 mesh, respectivamente.

### Referências

[1] CARASCHI, J. C.; FILHO, S. P. C.; CURVELO, A. A. S. Preparação e caracterização de polpas para dissolução obtidas a partir de bagaço de cana-de-açúcar. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, jul/set de 1996.

# Verificação do mecanismo de fotodegradação do corante Rodamina-B na presença da heteroestrutura e semicondutores.

Rafaella Hissae Koga<sup>\*1</sup>, Vagner R. de Mendonça<sup>1,2</sup>, Douglas Del Duque<sup>1</sup>

\*rafa\_hissae@hotmail.com

1. Instituto Federal de São Paulo - IFSP - campus Itapetininga, Itapetininga – SP.

2. USFCAR, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: fotocatalise heterogênea, semicondutores, sequestrantes.

A fotocatalise heterogênea é um dos principais meios de tratamento de efluentes contendo contaminantes orgânicos, como corantes e pesticidas. Esta se baseia na aplicação de um semicondutor no efluente que, após ativação com radiação e formação de buracos na banda de valência e elétrons na banda de condução, pode degradar o contaminante por diferentes mecanismos, sendo os principais o direto, onde o contaminante é oxidado na superfície do fotocatalisador pelos buracos, e o indireto, onde o semicondutor gera uma espécie com alto poder de oxidação que degrada o contaminante. A verificação dos mecanismos de ação de um fotocatalisador é importante para se maximizar este efeito durante a síntese do material. Diversos semicondutores foram utilizados como fotocatalisadores para averiguação do mecanismo de reação. Para os testes, os semicondutores foram imersos em um béquer contendo uma solução de concentração conhecida do corante Rodamina B, utilizado como molécula modelo, e os sequestrantes aplicados para verificação do mecanismo, inibindo uma via específica de degradação, a saber, oxalato de sódio, sequestrante de buracos na banda de valência do semicondutor excitado, e DMSO ou Tert-butanol, sequestrantes do radical hidroxila. Estes foram analisados em um fotoreator munido de lâmpada com radiação no UV. A concentração do corante foi acompanhada por espectrofotometria UV-Vis, em intervalos de tempo regulares, utilizando o espectrofotômetro FEMTON 800 S. Foram utilizados três diferentes amostras de semicondutor, a saber, as heteroestruturas  $Nb_2O_5/SnO_2$  e  $TiO_2/MoS_2$  e a estrutura isolada de ZnO que nestas condições mostraram diferentes resultados com mostra nos gráficos abaixo. Foram aplicados os seguintes sequestrantes: DMSO e T-BuOH, que atuam na inibição do radical  $\cdot OH$ , e ânion oxalato, que inibe o buraco fotogerado. Os resultados nos permitem concluir que a metodologia aplicada na verificação de mecanismo de fotocatalisadores pode ser aplicada em diversos materiais. São necessários estudos a fim de se definir as condições de análise, como mostrado, onde o mesmo procedimento foi útil com duas das três amostras testadas. Os dados aqui apresentados podem auxiliar no desenvolvimento de novas metodologias de síntese na busca por materiais funcionais mais eficientes.

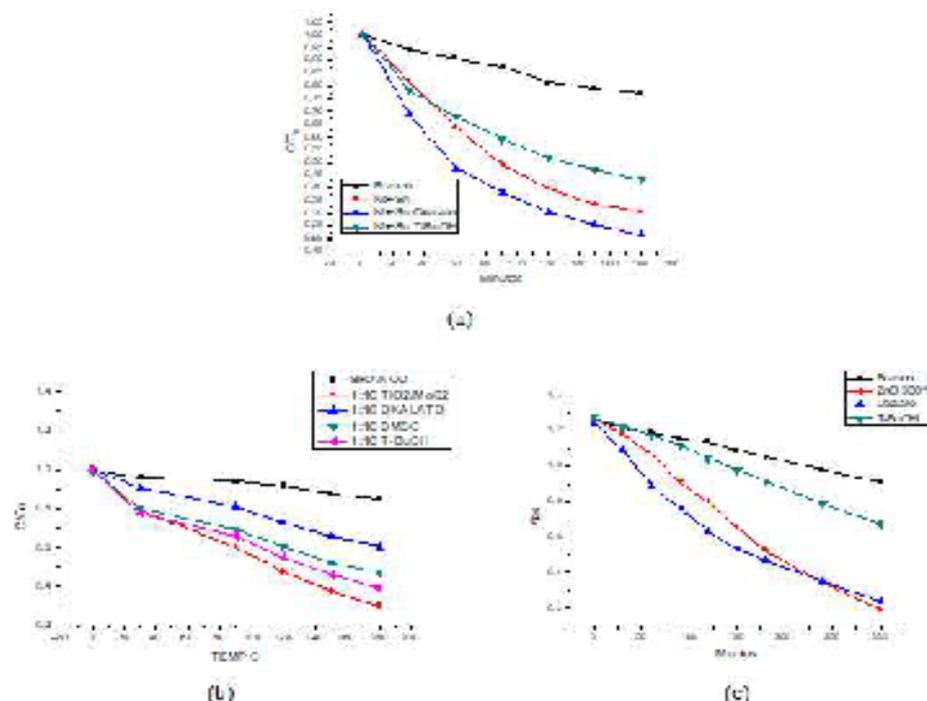


FIGURA 1: Decaimento da concentração do corante sob radiação UV na presença de diferentes fotocatalisadores e sequestrantes: a)  $Nb_2O_5/SnO_2$ ; b)  $TiO_2/MoS_2$ ; c) ZnO.

1

## Space-charge and doping gradient in polypyrrole thin-film devices

Guilherme L. Pozzoli,<sup>1,2</sup> Leandro Mercês,<sup>1</sup> Emre Yassitepe,<sup>1,3</sup> Vitória Brito de Moraes,<sup>1</sup>  
Davi H. S. de Camargo,<sup>1,2</sup> and Carlos César Bof Bufon<sup>1,2,\*</sup>

\*cesar.bof@Lnnano.cnpem.br

1. Brazilian Nanotechnology National Laboratory (LNNano), Brazilian Center for Research in Energy and Materials (CNPEM), 13083-970 Campinas, SP, Brazil.

2. Postgraduate Program in Materials Science and Technology (POSMAT), São Paulo State University (UNESP), 17033-360 Bauru, SP, Brazil.

3. Department of Physics (CCET), Federal University of Maranhão (UFMA), 65080-805 São Luís, MA, Brazil.

**Keywords:** Exponential distribution, conduction traps, XPS, heterojunction, nanoelectronics.

Pyrrrole is a heterocyclic molecule composed of four carbon atoms aromatically linked to an amine. Its simplified chemical structure favors the formation of polypyrrole (PPy), a polymer whose conduction can be adjusted according to the oxidation level of the constituent species (doping). Combined with the possibility of obtaining thin films, this feature makes PPy an excellent candidate for applications in the development of electronic devices and chemical sensors. Thus, it is essential to understand the electronic transport on thin PPy films - with thicknesses ranging from hundreds to nanometer units. For this purpose, rolled-up metal nanomembranes have been employed to make electrical contact with the nanostructures of interest in integrated electronic device platforms. The electrical characteristics were investigated as a function of voltage, temperature, and thickness. The charge transport was found to be strongly affected by the presence of charge carriers trapping states with energies around the PPy highest occupied molecular orbital giving rise to the observation of space-charge-limited conduction with an exponential distribution of traps. The densities of traps were calculated as  $2.3 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  and  $3.2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , considering, respectively, the 120 nm and the 20 nm thick films. X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) revealed the presence of an increased disorder and a reduced doping density at the PPy/Au growth interface, thus elucidating the main localization of such trap centers. This indicates the presence of a gradient in the doping profile of PPy thin films (from ca. 17.2% to 27.6% when thickness increases from 20 to 120 nm). Furthermore, we demonstrate that, in comparison to the 120 nm thick devices, the higher trap density found for the 20 nm thick ones is correlated itself with very shallow energy states. These findings contribute to holding up further investigations on electronic transport as well as to pave the way for novel functional developments of PPy-based devices at the nanoscale.

### Acknowledgments

The authors acknowledge LNNano/CNPEM for the advanced infrastructure and technical support. Authors also acknowledge FAPESP (14/25979-2, 18/25348-5, and 18/18136-0), and CNPq (408770/2018-0, 101256/2019-1, and 153282/2018-5) for financial support. C.C.B.B also acknowledges the support of CNPq and FAPESP (Brazil) through Inomat, National Institute (INCT) for Complex Functional Materials (CNPq 465452/2014-0, FAPESP 14/50908-9). C.C.B.B. is a productivity research fellow from CNPq (305305/2016-6).

## Influência das condições experimentais na morfologia dos nanotubos de TiO<sub>2</sub> para aplicação em sistemas de liberação de substâncias

Paula P. Lopes<sup>1\*</sup>, Mariana S. Sikora<sup>2</sup>, Marystela Ferreira<sup>1</sup>, Francisco T. Strixino<sup>1</sup>

\*paula.prenholatto@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, campus Pato Branco – PR.

Palavras Chave: nanotubos, titânio, anodização.

O interesse na imobilização molecular no interior de materiais nanoestruturados para aplicações na área biológica vem sendo amplamente investigado, principalmente por possuir alta área superficial [1]. Pesquisas envolvendo sistemas de liberação controlada sugerem que os nanotubos de TiO<sub>2</sub> tem grande potencial como plataforma para serem utilizados na área biomédica, por ser um material biocompatível, indicando menor irritabilidade no caso de próteses, além de sua resistência mecânica e estabilidade química [2]. No presente trabalho, são fabricados filmes de TiO<sub>2</sub>, com 99,995% de pureza, através da síntese eletroquímica, em solução eletrolítica contendo íons fluoreto e solução de Fluido Corporal Simulado (SBF), a fim de melhorar a biocompatibilidade do material para posterior aplicação em bioimplantes. A síntese foi feita em temperatura constante de 40°C, modo potencioestático, com duas variáveis, tensão e tempo, variando em dois níveis, 35V/50V e 30min/90min. Os resultados obtidos permitem analisar a influência do potencial e tempo aplicados sobre a morfologia dos filmes, no que tange o diâmetro dos nanotubos, para uma escolha futura mais adequada dos métodos de preparação de amostras para testes de liberação. As imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) mostram que o diâmetro do poro aumenta com o aumento da tensão. A molhabilidade do filme formado foi outro parâmetro analisado, o qual tem caráter hidrofílico, apropriado para inserir a solução de fármaco de interesse, no caso de sistemas de liberação controlada.

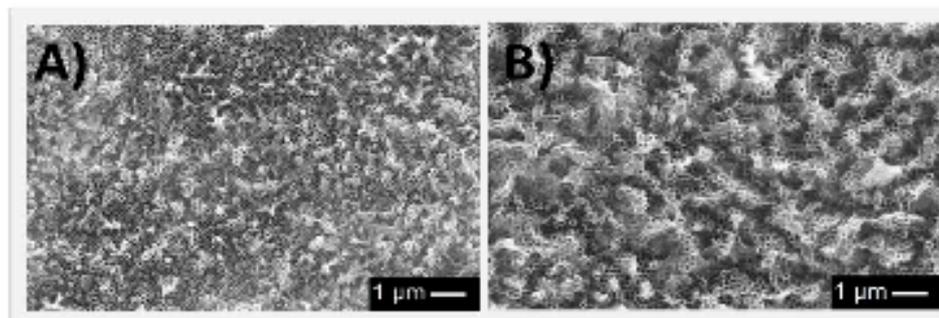


Figura 1: Imagens de MEV dos nanotubos de TiO<sub>2</sub> obtidos em 1h30 sob A) 35 V e B) 50 V.

### Agradecimentos

Este trabalho recebeu recursos de agências de fomento brasileiras: FAPESP (#2010/10813-0), CNPq (#443125/2014-7 and #408250/2016-0) and CAPES (financial code 001). Agradecemos também ao CNPEM-LNNANO e ao LmcMat-UNESP que fornecem abertura para utilização do MEV e do FE-SEM Quanta com EDS que permitiu caracterizações em alta resolução.

### Referências

- [1] A. Santos, M. Sinn Aw, M. Bariana, T. Kumeria, Y. Wang, D. Losic, *J. Mater. Chem. B.* 2 (2014) 6157-6182
- [2] Q. Wang, J. Y. Huang, H. Q. Li, Z. Chen, A. Z. J. Zhao, Y. Wang, K. Q. Zhang, H. T. Sun, S. S. Al-Deyab, Y. K. Lai, *Int. J. Nanomedicine.* 11 (2016) 4819-4834

# CARACTERIZAÇÃO E OBTENÇÃO DE NANOCRISTAIS DE CELULOSE DE DIFERENTES ESTÁDIOS FENOLÓGICOS DA PLANTA DE MILHO (*ZEA MAYS L.*).

Samir L. Mathias<sup>1\*</sup>, Aparecido J. de Menezes<sup>1</sup>, Rafael H. Longaresi<sup>2\*</sup>

\*samirmathias@gmail.com

1 - Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Campus Sorocaba, Sorocaba – SP

2 - Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Campus Lagoa do Sino, Buri - SP

Palavras Chave: hidrólise ácida, celulose, biomassa, nanocristais de celulose, planta de milho

**Resumo:** Devido à celulose ser o biopolímero mais abundante do planeta e apresentar diferenciadas morfologias encontradas em uma construção hierárquica constituintes das plantas, esta pode ser encontrada sob a forma de fibras, microfibrilas (MFC) e nanocristais de celulose (NCC) e podem ser empregadas em diferentes áreas tecnológicas, tais como, embalagens, filmes finos, vestuários e recentemente na eletrônica. Neste estudo obtivemos nanocristais de celulose e caracterizamos, através das normas TAPPI, a composição química da biomassa da haste de plantas de milho em diferentes estádios fenológicos (V3, V9, V13, Pendoamento e R8). Imagens de microscopia eletrônica de varredura confirmaram a obtenção das fibras de celulose após a biomassa sofrer hidrólises básicas e ácidas. O teor de celulose demonstrou ser dependente do estágio de desenvolvimento da planta, chegando a 38% para o estágio V13. Embora os percentuais de biomassa sejam dependentes do estágio da planta, imagens de MFA demonstram que os nanocristais dos diferentes estágios possuem aproximadamente a mesma razão de aspecto, 18,3, sugerindo fortemente regiões macromoleculares ordenadas de celulose de mesma ordem nos diferentes estádios fenológicos.

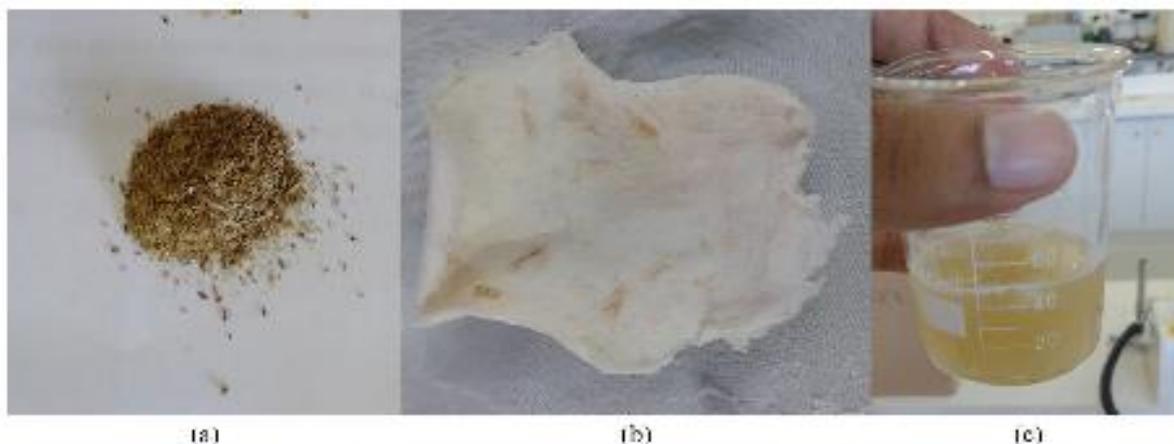


Figura 1. Haste do milho V3: (a) Fibra bruta, (b) Fibra branqueada e (c) Suspensão de NCC.

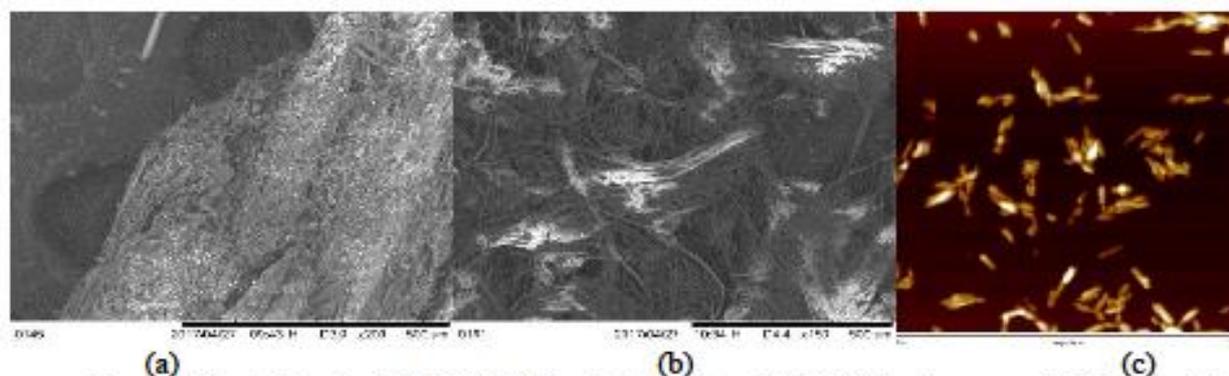


Figura 2. Haste do milho V3: (a) MEV/Fibra bruta 500µm, (b) MEV/Fibra branqueada 500µm e (c) AFM/NCC 1µm.

## Obtenção de nanocelulose funcionalizada através da reação de oxipropilação

Mário H. A. Lima<sup>1\*</sup>, Acácio de Souza Rodrigues<sup>1</sup>, Aparecido Junior de Menezes<sup>1</sup>

\*mario\_henrique3@hotmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

**Palavras Chave:** celulose, nanocelulose funcionalizada, oxipropilação.

O uso indiscriminado de recursos naturais e o crescente acúmulo de lixo na sociedade vem despertando o interesse na pesquisa e aplicação de matérias-primas renováveis como a celulose, polímero natural mais abundante na Terra, sendo considerada praticamente como fonte inesgotável de matéria-prima para a crescente demanda por produtos ecológicos biodegradáveis e biocompatíveis<sup>[1]</sup>. A nanocelulose, estrutura derivada da celulose que possui pelo menos uma das dimensões menor que 100 nm, sendo composta por duas formas estruturais: nanofibrilas de celulose (CNF) e nanocristais de celulose (CNC) vem representando uma nova classe de nanomateriais com vasta aplicabilidade em diferentes domínios desde embalagens biodegradáveis<sup>[2]</sup> até na medicina<sup>[3]</sup>. No entanto, a obtenção das CNF requer tratamentos mecânicos intensivos, como o uso de moedores, refinadores e homogeneizadores à alta pressão resultando em um gasto de energia o que torna sua aplicação em larga escala pouco atrativa. Isso se deve ao fato da presença de um elevado número de hidroxilas (OH) na molécula de celulose, o que acaba por gerar grandes interações de ligações de hidrogênio entre as nanofibrilas<sup>[4]</sup>. Durante o processo acaba sendo necessário inúmeras passagens pelo microfibrilador para que ocorra toda a fibrilação mecânica das fibras de celulose para CNFs. Uma forma de diminuir o número de ciclos é através da funcionalização, que se caracteriza pela inserção de moléculas de baixa massa molar até substâncias oligoméricas e poliméricas na molécula de celulose, assim diminuindo a intensidade das ligações de hidrogênio entre as fibras e conseqüentemente o número de ciclos para a obtenção da celulose em escala nanométrica, tornando sua obtenção mais atrativa em grande escala. O presente trabalho estuda a obtenção de nanocelulose funcionalizada através da reação de oxipropilação, que se trata da reação da celulose, após uma etapa inicial de ativação com uma solução de hidróxido de sódio, com óxido propileno em autoclave mantendo a temperatura constante em torno de 135°C, bem como a pressão do sistema sob monitoramento. A nanocelulose funcionalizada então foi obtida com um menor passagem de sua suspensão 2% por um moinho microfibrilador quando comparada nanocelulose não funcionalizada. A nanocelulose, bem como a polpa de celulose utilizada na reação, foram caracterizadas por Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) onde pode-se observar se a reação foi obtida, sendo caracterizada pelo surgimento de novas bandas características na molécula decorrentes da oxipropilação, bem como a diminuição da intensidade das ligações de hidrogênio representada pela diminuição na intensidade da banda de OH decorrente do enxerto das cadeias do poli-ol. As amostras também foram caracterizadas fazendo-se uso da Microscopia de Força Atômica (AFM) a fim de se verificar a dimensão das CNF obtidas com menor número de passagens pelo moinho microfibrilador estão semelhantes a nanocelulose não funcionalizada. Os resultados obtidos são um indicativo de que houve um decréscimo na intensidade das ligações de hidrogênio pois em todas as condições de modificação utilizadas, mesmo nas menores razão molar de OP/OH da celulose utilizada, a nanocelulose obtida apresentou dimensões semelhantes a nanocelulose não modificada, mas com menor número de passagens pelo equipamento.

### Referências

- [1] Klemm, D.; Phippp, B.; Heinze, U.; Wagenknecht, W. Weinheim: Wiley-VCH, 1998, v. 1.
- [2] Lavoine N, Desloges I, Dufresne A, Bras J., C. P, 2012, 90:735-84.
- [3] Jorfi M, Foster J., J A. P. Sci. 2015; 132:41719/1-19.
- [4] Rol, F., Belgacem, N., Gandini, A., Bras, J., 2018, P. P. Sci.

## Avaliação Mecânica de Compósitos Poliméricos Termorrígidos Reforçados com Resíduos de Tecidos de Fibras de Vidro

Anderson P. Fernandes<sup>1\*</sup>, Jane M. F. de Paiva<sup>1</sup>

\*andersonp.fernandes@yahoo.com.br

<sup>1</sup>. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: reaproveitamento, resíduos de fibras de vidro, moldagem por RTM, compósitos termorrígidos

A energia eólica representa, aproximadamente 4% do total das matrizes elétricas mundiais sendo considerada a principal fonte renovável disponível. Porém, o surgimento e a expansão desta fonte energética trouxeram um aumento na geração de alguns resíduos específicos desta indústria, dentre eles os tecidos de fibras de vidro. Neste contexto, o estudo tem como intuito utilizar resíduos de fibras de vidro descartados e avaliar propriedades mecânicas em tração e flexão de compósitos confeccionados a partir destes resíduos de fibras de vidro dos tipos tecidos costurados e aleatórios. A confecção dos compósitos consistiu de matriz polimérica reforçada com camadas de tecidos de fibras de vidro descartados pela indústria eólica por não-conformidade técnica, e realizada por meio de processo de moldagem por transferência de resina (R.T.M. – Resin Transfer Moulding). A matriz polimérica utilizada na moldagem dos compósitos foi uma resina poliéster do tipo insaturado (Arazyn 13.0). Para a polimerização da resina foi utilizado um catalisador (Butanox 1150), na proporção de 1,2% (em massa) na mistura. Durante o processo de RTM foram utilizados moldes de liga de alumínio para moldar placas de compósitos para posterior corte de corpos de prova para ensaios mecânicos de flexão e tração. As mantas de fibras de vidro costuradas e aleatórias foram cortadas nas dimensões internas de dois moldes (19,0cm x 16,5cm e 30,0cm x 30,0cm) e arranjadas dentro dos moldes do tipo RTM, em 3 ou 4 camadas. Assim, as mantas foram posicionadas nos moldes em camadas intercaladas em quatro conformações distintas (em que "C" representa tecido costurado e "A" tecido aleatório), cada formação representando um compósito diferente. A Tabela 1 apresenta os resultados dos ensaios, com destaque para o compósito 4-CACA que obteve médias de resistência em flexão e tração superiores ao demais, 191 MPa e 80,4 MPa respectivamente. Pode-se observar ainda que nos resultados de tração o número de camadas foi determinante no desempenho mecânico das amostras, visto que os compósitos de maior número de camadas apresentaram maiores valores de propriedades. Além disso, o agrupamento das médias de todos os ensaios, realizado de acordo com a metodologia ANOVA, revelaram a presença de dois grupos principais de amostras (a e b), exceto para resistência a flexão do compósito 4-ACCA, cujos resultados destoam dos demais, classificando-o como grupo c, com valores inferiores. Essa diferença pode ter ocorrido em razão da irregularidade dos tecidos, visto que não atendiam as especificações técnicas. Conclui-se que o número de camadas de tecidos de fibras de vidro foi determinante para as propriedades mecânicas dos compósitos moldados, mas a distribuição deles dentro do molde não interferiu significativamente. Embora os resultados, tanto em flexão como em tração, tenham apresentado valores próximos uns dos outros, a melhor combinação testada foi 4-CAAC, pois em todas as avaliações este compósito foi posicionado no grupo a, que é considerado o melhor grupo de resultados, o que o torna a melhor condição para ser reproduzido.

Tabela 1 – Resultados médios dos ensaios de flexão e tração realizados nos compósitos.

Compósito	Resistência máxima (MPa) em flexão	Módulo de Elasticidade (MPa) em flexão	Resistência máxima (MPa) em tração	Módulo de Elasticidade (MPa) em tração
3-CAC	168,8 ± 13,9; b	5227 ± 478,0; b	72,84 ± 5,1; b	2264 ± 330,9; a
4-CACA	191,0 ± 6,9; a	5900 ± 223,1; a	80,4 ± 2,8; a	2360 ± 31,2; a
4-CAAC	166,5 ± 5,6; b	6135 ± 236,0; a	77,1 ± 5,6; a,b	2367 ± 291,5; a
4-ACCA	138,7 ± 18,7; c	4827 ± 560,9; b	79,3 ± 6,1; a,b	2356 ± 69,5; a

### Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001. Às empresas Wobben Windpower Indústria e Comércio Ltda. e Ashland Polímeros do Brasil S.A., pelo fornecimento dos materiais.

## COMPARAÇÃO DE PROPRIEDADES DE IMPACTO DE MISTURAS DE PE/PP (RECICLADOS) COM RESÍDUOS DE TÊNIS

Christian C. C. Barrios<sup>1\*</sup>, Virginia A. S. Moris<sup>1</sup>, Jane M. F. de Paiva<sup>1,2</sup>

\*christian@ufscar.br

1. Programa de Pós-graduação em Engenharia de Produção (PPGEP-So), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)

2. Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM-So), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)

Palavras Chave: Polímeros reciclados, compósitos, resíduos, impacto

O polipropileno (PP) e o polietileno (PE) têm uma importância industrial considerável e constituem uma parte significativa dos RSU. Geralmente, o PP apresenta estabilidade térmica, alta resistência à tração, mas com resistência ao impacto relativamente baixa, o que pode limitar algumas aplicações. Esta propriedade do PP pode ser melhorada misturando-o com outros polímeros ou com alguns tipos de reforços. Os agentes de acoplamento têm o efeito de ligar polímeros a inclusões como fibras e cargas particuladas, possibilitando melhorias nas propriedades mecânicas. Dentre os agentes de acoplamento, o anidrido maleico (AM) é um dos mais utilizados. Assim, este trabalho buscou avaliar as propriedades mecânicas de impacto de misturas com distintas proporções dos polímeros PE e PP reciclados, mantendo uma proporção fixa de resíduos de tênis (RT) moídos, e anidrido maleico (AM) como agente compatibilizante. A homogeneização das misturas foi realizada por extrusão simultânea dos materiais em uma extrusora de dupla rosca (marca AX Plásticos, modelo AX OR16:40, serie 00181), com perfil de temperatura de: 190°C, 190°C, 205°C, 215°C, 215°C, 220°C, 220°C, 220°C, com rotação da rosca em 160 rpm. Manteve-se fixa a quantidade de compatibilizante AM em 6% e de RT em 10% [1], e variou-se as porcentagens em massa da mistura PE/PP, ou seja, 0-100, 25-75, 75-25 e 100-0. Posteriormente, as misturas foram moldadas por injeção (injetora Tianjian, modelo PL860/280) a 210 °C, em corpos de prova para ensaios mecânicos. Para comparação também foram injetados e ensaiados PP e PE, isoladamente, sem nenhum tipo de mistura. Para o ensaio de resistência ao impacto foi utilizado um equipamento de impacto pendular Instron modelo CEAST 9050, com martelo de 1J na configuração de impacto Izod, de acordo com a norma ASTM D256. A dimensão dos corpos de prova foi de (63,5x12,7x3) mm, com entalhe em "V" de 2,54 mm de profundidade. A Tabela 1 revela uma melhora na resistência ao impacto para os moldados contendo maior quantidade de PE, principalmente, no caso da blenda B10RT-6AM/100-0, a qual apresentou um valor de 120,66 J/m. É possível ressaltar que a maior % PP ocasionou decréscimo na resistência ao impacto. Notou-se também melhora na dispersão dos resultados dos moldados contendo PE e PP na mesma proporção (50-50), mostrando um menor valor de desvio padrão. Concluiu-se que a adição de maiores quantidades de PE nas misturas com AM(6%) e RT (10%) apresentou aumento nas propriedades mecânicas de impacto, indicando boa interação reforço RT/polímero e proporcionando materiais com maiores porcentagens de absorção de energia.

Tabela 1 - Média e desvio padrão dos resultados do ensaio de impacto (Izod) de 6 corpos de prova de cada material.

Material	Resistência ao impacto		Energia absorvida (%)
	J/m	kJ/m <sup>2</sup>	
PP	63,30 ± 21,18	4,98 ± 1,67	0,20 ± 0,07
B*(10RT-6AM)/(0-100)	46,91 ± 10,64	3,70 ± 0,84	15,02 ± 3,40
C*(10RT-6AM)/(25-75)	57,87 ± 7,62	4,56 ± 0,60	18,53 ± 2,44
C*(10RT-6AM)/(50-50)	81,05 ± 4,97	6,38 ± 0,39	25,94 ± 1,59
C*(10RT-6AM)/(75-25)	83,14 ± 13,34	6,55 ± 1,05	26,62 ± 4,27
B*(10RT-6AM)/(100-0)	120,66 ± 20,30	9,50 ± 1,60	38,63 ± 6,50
PE	154,53 ± 9,77	12,17 ± 0,77	0,49 ± 0,03

\* B=Blenda ou C=compósito; (% RT - % AM); (% PE - % PP)

### Agradecimentos

Os autores agradecem ao Sintronics pela parceria e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) – Brasil, código de financiamento 001.

### Referências

[1] Barrios, C. C.; PAIVA, J. M. F.; MORIS, V. A. S. Utilização de resíduos de equipamentos eletroeletrônicos e da indústria calçadista na moldagem de novos materiais: rumo à economia circular. In: Enegep 2019, Santos.

## THERMAL CHARACTERIZATION OF SIMVASTATIN INCORPORATION TO HYDROGEL BASED ON PLURONIC F-127 FOR BONE REGENERATION

Mayara Rezende<sup>1,2</sup>, Lucas Soares-Carvalho<sup>2,3\*</sup>, Daniel Komatsu<sup>2</sup>, Eliana Ap. Rezende Duek<sup>1,2,3</sup>

\*contato.lucascamargo02@gmail.com

1. Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Faculdade de Engenharia Mecânica, Departamento de Engenharia de Materiais, Campinas-SP, Brasil

2. Pontifícia Universidade Católica de São Paulo (PUC-SP), Faculdade de Ciências Médicas e da Saúde, Laboratório de Biomateriais, Sorocaba-SP, Brasil

3. Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, Sorocaba-SP, Brasil

Palavras Chave: Pluronic, Simvastatin, Bone regeneration

**Introduction:** Pluronic F127 (PF-127) is one of the most important thermoresponsive hydrogel-forming poloxamers and is widely applied in the biomedical field as a topical drug-delivery carrier. The block copolymer poloxamer is an important component in thermosensitive hydrogels. Poloxamer consists of blocks of poly(ethylene oxide) (PEO) and propylene oxide (PPO) with a triblock structure: PEO<sub>x</sub>-PPO<sub>y</sub>-PEO<sub>x</sub>. Simvastatin (SIM) promotes osteoblast differentiation from stem cells by increasing the expression of osteocalcin and osteonectin genes and via the membrane-bound Ras/Smad/Erk/BMP-2 pathway. Therefore, the aim of this work is to develop a thermo-sensitive hydrogel based on PF-127 with simvastatin and characterize it by FT-IR spectroscopy, Thermogravimetric analysis (TGA) and Differential Scanning Calorimetry (DSC). **Methods:** Thermosensitive hydrogel preparation - The "cold" method was adopted for the preparation of Pluronic gels. Briefly, PF-127 was dissolved in sterile distilled deionized water and gently mixed with magnetic stirrers for 0.5 h at 4°C until all Pluronic granules were completely dissolved and a clear solution was obtained. Different amounts of simvastatin (0.00, 0.09, 0.15 and 0.30 w/w) were dissolved in the PF-127 solution and stirred continuously for 10 minutes. Fourier-transform infrared spectroscopy (FT-IR) - All spectra between 4000 to 500 cm<sup>-1</sup> were collected with a resolution of 4 cm<sup>-1</sup> and 32 scans. It was used for the measurement of ATR cell (Spectrum 85 equipment (Perkin Elmer)). Thermogravimetric analysis (TGA) - The experiment was carried out under N<sub>2</sub> atmosphere (flow of 100 ml/min) from 25 to 300°C at 10°C/min (TGA 55 (TA Instrument)). Differential Scanning Calorimetry (DSC) - The experiment was carried out under N<sub>2</sub> atmosphere (flow of 50 ml/min) from 25 to 300°C at 10°C/min DSC 25 (TA Instrument)). **Results and discussion:** FT-IR spectrum of PF-127 shows the following bands: 951 cm<sup>-1</sup> (CH<sub>2</sub> rock, C-O-C stretch); 1110 cm<sup>-1</sup> (C-O-C stretch); 1230 and 1267 cm<sup>-1</sup> (CH<sub>2</sub> twist); 2889 cm<sup>-1</sup> (Symmetric C-H stretch of CH<sub>2</sub>) and a broad band at about 3440 cm<sup>-1</sup> (stretching vibration of the terminal hydroxyl groups). FTIR bands of simvastatin. The FTIR spectrum of neat SIM has four characteristic peaks at 3552 cm<sup>-1</sup> (O-H stretching vibration), 1897 cm<sup>-1</sup> (strong carbonyl (CO) ester stretching vibration), 1267 cm<sup>-1</sup> (lactone C-O-C stretching vibration) and 870 cm<sup>-1</sup> (trisubstituted olefinic C-H wagging vibrations). According to FTIR spectra of thermo-sensitive hydrogel based on PF-127 there was no appearance and/or disappearance of new bands after SIM was added in this hydrogel. It could indicate that there was no chemical interaction between them. Moreover, there also was no displacement of bands. It could indicate that there was no interaction between PF-127 and SIM molecules. So, this behavior is interesting for a controlled drug delivery system. The DSC curve of SIM exhibits a sharp peak at 140°C that is related to melting temperature. Hydrogel based on PF-127 shows a peak around 100°C and it is related to water evaporation. It was also observed an endothermic peak around 0°C and it is related to melting point of water. The DSC curves of hydrogel based on PF-127 with SIM did not show difference when compared to DSC curve of hydrogel based on PF-127. As well as in the sample of hydrogel based on PF-127 the hydrogel based on PF-127 with SIM shows a peak around 100°C and 0°C. These peaks are related to water evaporation and melting point of water, respectively. Moreover, the hydrogel based on PF-127 with SIM did not show a peak at 140°C related to melting of the SIM. Therefore the complete disappearance of melting peak of SIM indicated the loss of drug crystallinity when mixed to hydrogel. Thermogravimetric analysis (TGA) of neat SIM shows a thermal decomposition took place around 318°C. It is also possible to see a unique degradation step, with a maximum degradation temperature (T<sub>max</sub>) at 328°C. **Conclusions:** According to FT-IR analysis there was no chemical interaction between PF-127 and SIM. So, this behavior is interesting for a controlled drug delivery system. DSC analysis for all hydrogel based showed a peak around 100°C related to water evaporation and a peak around 0°C related to melting point of water. TGA analysis for all hydrogels show two thermal decomposition stages. The first thermal decomposition took place around 100°C and it is related to water loss. The second thermal stage decomposition took place around 360°C and it is related to initial thermal decomposition of pluronic F-127. **Acknowledgments:** Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoas de Nível Superior - Brasil (CAPES); Universidade Federal de São Carlos - Campus Sorocaba (UFSCar -So); Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM-UFSCar); Pontifícia Universidade Católica de São Paulo (PUC-SP).

## Propriedades e aplicações de filmes de óxidos metálicos obtidos por oxidação eletrolítica à plasma e dopagem anódica utilizando resíduo de lama vermelha

Patrícia dos Santos Araújo<sup>1</sup>, Vagner Romito de Mendonça<sup>2</sup>, Francisco Trivinho-Strixino<sup>1\*</sup>

\*fstrixino@ufscar.br

1. *Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, DFQM, PPGCM-So, Campus Sorocaba, 18052-780 Sorocaba-SP, Brazil.*
2. *Instituto Federal de Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP), Campus Itapetininga, 18202-000 Itapetininga-SP, Brazil*

**Palavras Chave:** PEO, Dopagem anódica, Lama vermelha, fotocatalise

A indústria através de seus resíduos considerados passivos ambientais, é geradora de matérias primas abundantes, baratas e que costumam ter amplo potencial de aplicação na produção de produtos nanotecnológicos [1]. Um exemplo é o resíduo produzido durante a fabricação do alumínio, chamado lama vermelha que fica estocada em bacias de rejeito (barragens), ocasionando riscos ao meio ambiente [2]. A lama possui alta alcalinidade e sua composição química, constituída de óxidos de ferro, alumínio, sílica, sódio, cálcio e titânio, possibilita sua utilização no eletrólito durante processamento de revestimentos cerâmicos para proteção de metais por síntese eletrolítica [3]. O objetivo do projeto é estudar a produção de filmes de óxidos metálicos obtidos por oxidação eletrolítica assistida à plasma (PEO), investigando as condições de preparo do eletrólito com o objetivo de utilizar o resíduo de lama vermelha na solução eletrolítica como elemento dopante. Pretende-se também identificar a influência de condições de processamento nas estruturas formadas, estudar as propriedades fotocatalíticas dos revestimentos produzidos e a influência da inclusão de elementos da Lama Vermelha nessa propriedade. Será utilizado como substrato o metal Nióbio que deverá ser anodizado em meio ácido ( $C_2H_2O_4$  e  $H_3PO_4$ ) e meio básico (KOH) utilizando sistema composto por fonte DC no modo galvanostático, com controle de densidade de corrente e temperatura por banho termostaticado. As amostras serão caracterizadas utilizando técnicas como microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectrometria de energia dispersiva (EDS) e difração de raio-x (DRX). As propriedades fotocatalíticas dos revestimentos serão investigadas por ensaios de fotodegradação de moléculas modelo, o corante catiônico, Azul de Metileno (MB) e corante zwitteriônico Rodamina B (RhB), em solução aquosa. Durante os primeiros experimentos de anodização do Nióbio, com teste utilizando três tipos de eletrólitos diferentes ( $C_2H_2O_4$ ,  $H_3PO_4$  e KOH em uma concentração de  $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ ), foram observados resultados como, obtenção de PEO nas amostras e diferentes respostas nas curvas de tensão (V) x tempo(s) de acordo com o eletrólito utilizado. Com a inclusão de lama vermelha no eletrólito foi observado durante o PEO, luminescência mais intensa e alteração no comportamento da temperatura e curva tensão (V) x tempo(s). Os primeiros resultados obtidos demonstraram o potencial do projeto em se obter resultados promissores para alcançar os objetivos propostos no projeto.

### Agradecimentos

Este trabalho recebeu recursos de agências de fomento brasileiras: FAPESP (#2010/10813-0), CNPq (#443125/2014-7 e #408250/2016-0) e CAPES (#1838556). Agradecemos também ao CNPEM-LNNANO que fornece abertura para utilização do FE-SEM Quanta com EDS que permitiu caracterizações em alta resolução.

### Referências

- [1] GALEMBECK, F.; BARBOSA, C. A. S.; SOUSA, R. A. Aproveitamento sustentável de biomassa e de recursos naturais na inovação química. *Quimica Nova*, v. 32, n.3, p. 571–581, 2009.
- [2] GELENCSE, A. et al. The Red Mud Accident in Ajka (Hungary): Characterization and Potential Health Effects of Fugitive Dust. *Environmental Science & Technology*, v. 45, p. 1608–1615, 2011.
- [3] ANTUNES, M. L. P. et al. Red Mud from Brazil: Thermal Behavior and Physical Properties. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, v. 51, p. 775–779, 2011.

## DESENVOLVIMENTO DE UM BIOSENSOR ÓPTICO PELA TÉCNICA DE RESSONÂNCIA PLASMÔNICA DE SUPERFÍCIE (SPR) PARA A DETERMINAÇÃO DE CREATINA KINASE (CK-MB)

André L. Ferreira<sup>1\*</sup>, Lucas F. Lima<sup>1</sup>, Marystela Ferreira<sup>1</sup>

\* [drelopes20@gmail.com](mailto:drelopes20@gmail.com)

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, CCTS, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: Ressonância plasmônica de superfície (SPR), biossensor, creatina Kinase (CK-MB).

O presente trabalho busca desenvolver um sensor óptico pela técnica de ressonância plasmônica de superfície (SPR), funcionalizado com biomoléculas de cisteamina (Cis) e creatina fosfatase (Pcrea) ancoradas a nanopartículas de ouro (AuNPs), buscando um aumento na magnitude do sinal analítico e alta especificidade para detecção de Creatina Kinase (CK-MB). A CK-MB é a enzima cardíaca que apresenta maior especificidade como indicativo de lesões do miocárdica, auxiliando no diagnóstico do Infarto Agudo do Miocárdio (IAM) [1-2]. Todas as etapas foram monitoradas por meio do deslocamento do ângulo de SPR, mudanças no índice de refração, incluindo as etapas de funcionalização da superfície, deposição dos materiais no substrato e a interação ligante/analito. Técnicas auxiliares estão sendo empregadas para a caracterização do biossensor, como a espectroscopia de fluorescência, espectroscopia de UV-vis (Figura 1), espalhamento dinâmico de luz, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e impedância eletroquímica. Com base na proposta do trabalho, o projeto pode trazer avanços significativos no campo de biossensores ópticos e na detecção do biomarcador cardíaco CK-MB, contribuindo para estudos relacionados à espectroscopia de SPR no Brasil.

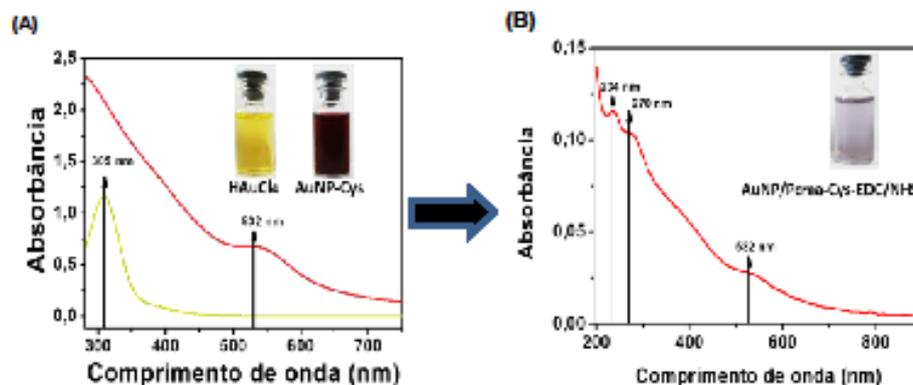


Figura 1- Espectros de UV-Vis; (A) Banda em 532 nm característica da formação de nanopartículas de ouro imobilizadas com cisteamina (B) nanopartícula de ouro ancoradas à biomoléculas de Pcrea.

### Agradecimentos

Fapesp (2019/02892-3, e 2016/19387-0), CNPq, LNNano/CNPEM (LMF – 25832).

### Referências

[1] LOZOVY, MARCELL ALYSSON BATISTI et al. INFARTO AGUDO DO MIOCÁRDIO ASPECTOS CLÍNICOS E LABORATORIAIS. p. 7, 2008.

[2] DOHI, T. et al. UTILITY OF PEAK CREATINE KINASE-MB MEASUREMENTS IN PREDICTING MYOCARDIAL INFARCT SIZE, LEFT VENTRICULAR DYSFUNCTION, AND OUTCOME AFTER FIRST ANTERIOR WALL ACUTE MYOCARDIAL INFARCTION (FROM THE INFUSE-AMI TRIAL). The American Journal of Cardiology, v. 115, n. 5, p. 563–570, mar. 2015.

## A influência dos extrativos no poder calorífico da *Brachiaria sp.*

Gabriel T. Machado<sup>1\*</sup>, Luis R. O. Santos<sup>1</sup>, Erick P. Amorim<sup>1</sup>, Gabriela T. Nakashima<sup>1</sup>, Diego A. da Silva<sup>1</sup>,  
Fabio M. Yamai<sup>1</sup>

\*gabrieltoledomachado@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: biomassa, bioenergia, solventes, capim.

A *Brachiaria sp.* é uma espécie exótica e invasora que se alastrou no Brasil. Comumente é utilizada como forragem para o gado, na literatura outras aplicações são pouco analisadas<sup>1</sup>. Entretanto, para outras espécies invasoras como a mamona (*Ricinus communis*), existem estudos do potencial uso de seus extrativos oleaginosos para fins energéticos. Deste modo, o estudo da composição de extrativos de espécies resilientes e pouco pesquisadas pode oferecer outras alternativas energéticas. Assim, o objetivo do trabalho foi avaliar a influência no poder calorífico superior (PCS) após a retirada dos extrativos da *Brachiaria sp.* A biomassa foi coletada no campus da UFSCar – campus Sorocaba. O material foi seco (105 °C) e moído em um moinho de facas tipo Willey. A granulometria selecionada foi a fração entre 40 e 60 mesh. Para a extração de compostos orgânicos e inorgânicos foi utilizado um extrator Soxhlet. A biomassa foi submetida a seis tratamentos de extração diferentes (T1: testemunha, T2: etanol, T3: ciclohexano e etanol, T4: acetona, T5: toluol e T6: sequência de T3,T4 e água) Depois da aplicação de cada tratamento o PCS foi determinado em uma bomba calorimétrica ( marca: IKA ,modelo C200). T3 apresentou o menor valor de PCS (11370 J/g), enquanto T1 obteve o maior PCS (17764 J/g). T2, T4 e T5 apresentaram PCS de 16934, 11851 e 16575 J/g, respectivamente. Os resultados sugerem que em T3 e T4 foram retirados compostos de alto poder calorífico. Assim, as próximas etapas do trabalho serão realizar testes de PCS com os extrativos obtidos nos tratamentos.

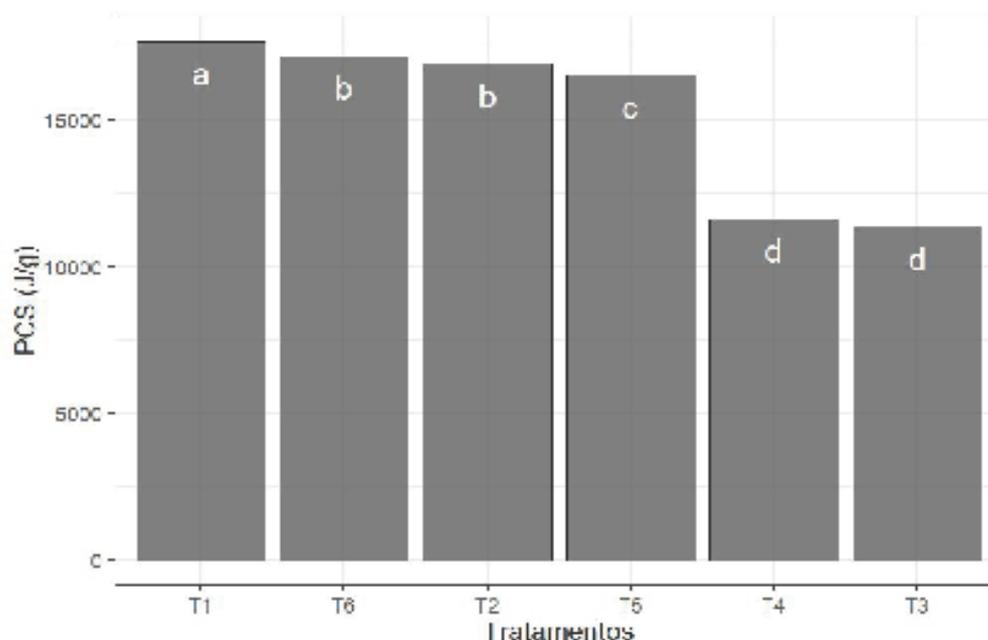


Figura 01. Poder calorífico superior da biomassa de *Brachiaria sp.* de acordo com os tratamentos aplicados. Letras iguais não diferem entre si ao nível de 5% de significância.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES e ao Grupo de Pesquisa Biomassa e Bioenergia

## Interferência da posição do cadinho na determinação da norma ISO 18123

Rayanne V. de Paiva<sup>1\*</sup>, Diego A. da Silva<sup>1</sup>, João L. de Barros<sup>2</sup>, Gabriela T. Nakashima<sup>1</sup>, João O. P. Tomeleri<sup>1</sup>, Fábio M. Yamaji<sup>1</sup>

\*rayannepaiva@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. João Lúcio de Barros é Professor do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP), campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: materiais voláteis, padronização, biomassa, bioenergia

A importância do posicionamento do material durante a determinação do teor de materiais voláteis (TMV) é especificada por diferentes tipos de normas. A norma ISO 18123 (2014) não é tão restrita quanto ao posicionamento da amostra durante a análise. Assim, o objetivo do trabalho foi verificar se a posição do material no interior da mufla interfere no resultado do ensaio. Para tal, foi escolhido como biocombustível sólido a serragem de *Eucalyptus sp* cedida pela empresa Eucatex (Salto - SP). A biomassa (500 g) foi passada em um moinho de facas tipo Willey (marca: Marconi; modelo: MA-340) para redução do tamanho das partículas (abaixo de 10 mesh). Em seguida o material (300 g) foi peneirado para uma granulometria abaixo de 20 mesh e seco em estufa (105 °C) até atingir massa constante. Na análise uma mufla (marca: Jung, modelo: LF00212) foi aquecida a 900 °C. Uma grama de material foi colocada em um cadinho com tampa (5 cm de diâmetro) calcinado a 600 °C. O recipiente permaneceu durante sete minutos no interior da mufla, de acordo com o posicionamento avaliado. Os tratamentos foram definidos em seis diferentes posições na qual a amostra poderia se acondicionada no interior da mufla (11,5 x 15,0 cm). As posições um e dois foram posicionadas mais adentro, enquanto, as posições cinco e seis mais afora do forno. O delineamento experimental foi inteiramente casualizado, consistindo em quatro repetições por tratamento. Os resultados mostraram que não houve diferença no valor de TMV (85,24 %) ao nível de 5% de significância (Figura 01). A posição número dois foi a que apresentou um menor desvio padrão (0,10%) e a posição número cinco foi a que apresentou um maior desvio padrão (0,44%). Assim, para a ISO 18123 (2014) o posicionamento não interfere no resultado final da análise. O que possibilita que sejam ensaiadas de até seis amostras por vez. O que pode reduzir custos de energia elétrica durante a metodologia. Pois o equipamento utilizado consome cerca de 1,1 KW/h.

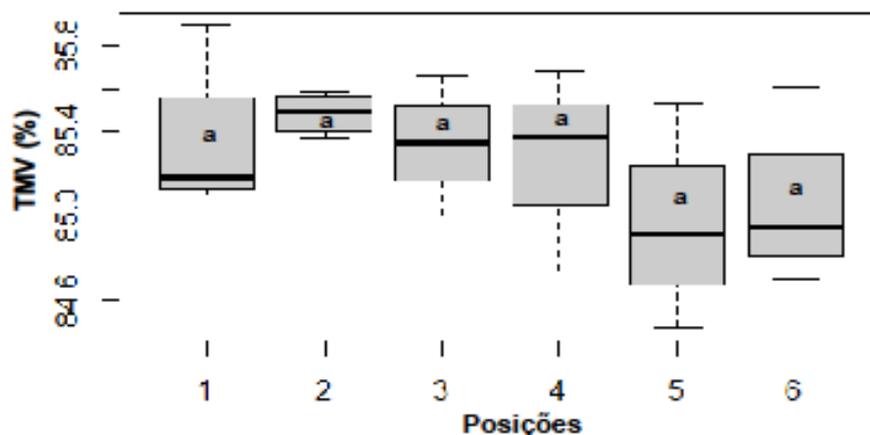


Figura 01. Box plot dos tratamentos. Letras iguais não diferem entre si ao nível de 5 % de significância.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES e ao Grupo de Pesquisa Biomassa e Bioenergia

## Análise imediata da casca de *Eucalyptus sp.* in natura e de seus biochars produzidos em pirólise lenta

Ariane Ap<sup>a</sup> F. Pires<sup>1\*</sup>, João O. P. Tomeleri<sup>1</sup>, Gabriela T. Nakashima<sup>1</sup>, Alan Galmacci<sup>1</sup>, Fábio M. Yamaji<sup>1</sup>

\*arianepires9003@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: carbonização, biomassa vegetal, tratamento térmico

Estudos com biomassa vegetal têm-se intensificado nos últimos anos, destacando-se o Brasil como um potencial de pesquisa devido às extensas áreas agrofloreais cultivadas, sendo geradas grandes quantidades de resíduos no processo de colheita e beneficiamento da matéria-prima. Buscando-se um enfoque sustentável associado à agregação de valor no reaproveitamento de um passivo ambiental do setor madeireiro, a casca de *Eucalyptus sp.* está sendo estudada para a produção de biochar com a finalidade de condicionar e melhorar o solo considerado pouco fértil para plantio, a fim de fornecer-lhe carbono, minerais e promover o controle do pH, umidade e aeração. Para tanto, a caracterização do material é imprescindível para o conhecimento preliminar que definirá as condições de produção do biochar, como a temperatura de pirólise e o tempo de residência da casca sob aquecimento. Realizou-se, então, a análise imediata da casca de *Eucalyptus sp.* seca in natura e de seus biochars produzidos em pirólise lenta - conversão térmica da biomassa por aquecimento em baixas e médias temperaturas, na ausência de oxigênio - nas temperaturas: 300°C, 350°C, 400°C e 450°C [1], fixando-se o tempo de residência à temperatura máxima de 2 horas. A metodologia empregou amostras secas e baseou-se nas normas ASTM E872-82 para o teor de voláteis e ASTM D1102-84 para o teor de cinzas, sendo o teor de carbono fixo obtido da subtração desses teores (voláteis e cinzas) de um total de cem por cento. A tabela 1 dispõe os valores percentuais calculados; observa-se que, em relação à casca in natura, os teores dos biochars produzidos diferem substancialmente, destacando-se a elevação nos percentuais de carbono fixo e de cinzas, o que era esperado haja vista que o tratamento térmico promoveu a carbonização da casca de *Eucalyptus sp.* sob condições limitadas de oxigênio, consequentemente ocorre a concentração do conteúdo carbonoso no biochar resultante. O teor de voláteis nos biochars foi inversamente proporcional ao carbono fixo, reduzindo conforme a temperatura de pirólise foi aumentada, pois trata-se de produtos gasosos de menor massa molar, como monóxido de carbono e hidrocarbonetos liberados pela decomposição térmica dos componentes extrativos da casca, como óleos, ceras, resinas entre outros, assim como parcelas das hemiceluloses, carboidratos menos complexos, degradadas. As cinzas são compostas basicamente de óxidos metálicos e foram analisadas pela técnica de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) para identificação semiquantitativa dos elementos químicos. Os elementos detectados nas cinzas foram o oxigênio, cálcio, magnésio, alumínio, potássio, silício, fósforo, sódio e ferro, que são de interesse positivo para a aplicação no solo. Conclui-se que a pirólise lenta promoveu a concentração da massa carbonosa, consideravelmente mais estável à decomposição térmica, composta pela celulose e lignina; e à 450°C obteve-se 76,21% ± 1,44 de carbono fixo e 12,22% ± 0,35 de voláteis. Os estudos prosseguirão para uma análise estatística e deverão ser combinados a outros experimentos, como análise elementar e morfológica, para uma completa avaliação quali-quantitativa das propriedades físico-químicas do biochar da casca de *Eucalyptus sp.*

**Tabela 1** - Análise imediata da casca de *Eucalyptus sp.* seca in natura e dos biochars produzidos em 2 horas de residência.

Teores (%)	Casca seca in natura:	Biochar:			
		300°C	350°C	400°C	450°C
Voláteis	73,99±1,24	32,42±0,55	27,10±1,65	21,99±0,51	12,22±0,35
Cinzas	3,49±0,56	7,92±0,84	9,55±0,89	13,33±1,77	11,58±1,41
Carbono Fixo	22,52±1,08	59,67±1,37	63,34±1,56	64,68±2,03	76,21±1,44

### Agradecimentos

CAPES, CNPq, Grupo de Pesquisa Biomassa e Bioenergia.

### Referência

[1] Padilla, E. R. D.; Belini, G. B.; Nakashima, G. T.; Waldman, W. R.; Yamaji, F. M. Rev. Virtual Quím. 2018, v.10, n. 2, p.334-345.

## Interferência da posição do material na mufla a 300° C e a 600° C

Diego A. da Silva<sup>1</sup>, Frederico S. Barboza<sup>2</sup>, João L. de Barros<sup>3</sup>, João O. P. Tomeleri<sup>1</sup>, Elias R. D. Padilla<sup>4</sup>, Fábio M. Yamaji<sup>1</sup>

\*diegoaleixo.florestal@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Universidade Estadual de Goiás - UFG, campus Ipameri, Ipameri.

3. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP), campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

4. Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - UNESP, campus Itapeva, Itapeva – SP.

Palavras Chave: rendimento gravimétrico, padronização, pirólise, bioenergia

Procedimentos detalhados acerca dos materiais utilizados em um experimento são fundamentais para garantir a replicabilidade. Como exemplo, dentro de uma mufla podem existir variações de temperatura de acordo com localização do material<sup>1</sup>. Assim, o objetivo do trabalho foi avaliar se a posição de um mesmo material, submetidos a pirólise rápida em duas temperaturas diferentes, interfere no seu rendimento gravimétrico. A serragem de *Eucalyptus sp.* da empresa Eucatex (Salto – SP) foi escolhida como material de teste. A qual passou por um moído de facas tipo Willey (marca: Marconi; modelo: MA-340). A fração abaixo de 20 mesh foi selecionada e cinco gramas de biomassa seca foram colocados em um cadinho com tampa (5 cm de diâmetro). Desta forma, foram feitos biochars em pirólise rápida a 300° C e a 600 ° C em duas horas. As duas temperaturas foram avaliadas como experimentos independentes. Assim, os tratamentos foram definidos como as seis posições possíveis (Figura 01-a) na mufla. O delineamento experimental foi inteiramente casualizado, consistindo em quatro repetições por tratamento. No experimento a 300 ° C os resultados mostraram que há diferença significativa no valor do rendimento gravimétrico de acordo com a posição do material (Figura 01-b). As posições mais adentro da mufla (1 e 2) resultaram em um menor valor de rendimento gravimétrico. O que sugere temperaturas mais elevadas nestas localizações em relação a posição 5 e 6. Entretanto, no experimento a 600 ° C não houve diferença significativa de acordo com a posição analisada (Figura 01-c). O rendimento gravimétrico foi em média 40,72% a 300 ° C e de 15,34 % a 600 ° C. Conclui-se que em experimentos a 300° C a temperatura varia e pode alterar as características do material. As próximas etapas do trabalho serão analisar os teores de materiais voláteis, carbono fixo e cinza dos tratamentos. Tais características serão testadas de forma a corroborarem com os resultados apresentados até o momento, pois estas características estão associadas ao rendimento gravimétrico dos biochars.

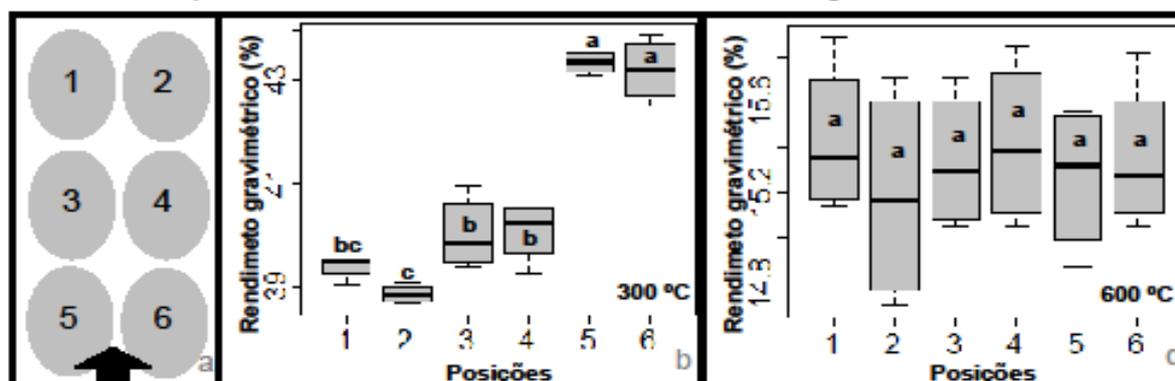


Figura 01. Vista superior da mufla, os números representam as posições dos cadinhos e a seta a entrada da mufla (a). Box plot dos tratamentos a 300 °C (b) e 600 °C (c). Letras iguais não diferem entre si ao nível de 5 % de significância.

### Agradecimentos

CNPq, CAPES e ao Grupo de Pesquisa Biomassa e Bioenergia

### Referências

[1] Zheng, Y.; Cao, L.; Xing, G.; Bai, Z.; Bay, Z.; Shen, H.; Huang, J. and Zhang, Z. *Frontiers of Materials Science*. 2018, v. 12, n. 3, p. 304–321.

## Deposição de filmes de $\text{TiO}_2$ e $\text{BiVO}_4$ através de Plasma eletrolítico e sua aplicabilidade em fotocatalise heterogênea.

Mateus Tofoli Corrêa<sup>1\*</sup>, Douglas M. S. Del Duque<sup>2</sup>, Bruno Fernando Gianelli<sup>2</sup>, Vagner R. de Mendonça<sup>2,1</sup>,  
\*mateustofolic@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Instituto Federal de São Paulo - IFSP - campus Itapetininga, Itapetininga – SP.

Palavras Chave:  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{BiVO}_4$ , PEO, Fotocatálise Heterogênea, Semicondutores, Filme fino.

A literatura demonstra o uso de semicondutores irradiados no tratamento de efluentes em um processo denominado Fotocatálise Heterogênea, uma variante dos Processos Oxidativos Avançados. A aplicabilidade destes deve-se à sua estrutura eletrônica, caracterizada por bandas que, quando excitadas, apresentam cargas com potencial redox passíveis de promover variadas reações químicas. O  $\text{TiO}_2$  é o óxido semicondutor mais estudado para este fim, no entanto apresenta como limitante a alta taxa de recombinação das cargas fotogeradas, o que diminui sua potencialidade. Pensando nisso utilizando uma placa de Ti (Titânio) metálico dentro de um Reator de PEO (plasma eletrolítico de Oxidação) podemos gerar na superfície do metal uma camada fina(filme) do semicondutor  $\text{TiO}_2$  (Dióxido de Titânio). Pesquisas e a literatura recente indicam a busca por novos materiais para complementar ou auxiliar o Ti no processo de limpeza dos contaminantes da água, um desses compostos pode ser considerado o  $\text{BiVO}_4$  (Vanadato de Bismuto) que agindo junto com o  $\text{TiO}_2$  acelera a reação e dificulta a recombinação de cargas (Processo mostrado na Fig. 1, [1]). Adicionando os precursores do  $\text{BiVO}_4$  no eletrólito do Reator PEO, podemos chegar a uma dupla deposição de  $\text{TiO}_2$  e  $\text{BiVO}_4$  na superfície da placa metálica de Titânio, fazendo assim um filme que poderia ser utilizado em fotocatalise heterogênea com alta taxa de recuperação. Esse filme terá suas características testadas por análises no Fotoreator Ultra Violeta e a luz solar através do Espectrofotômetro e caracterização por MEV (Microscopia de varredura), EDS (Espectroscopia de raio X), AFM (Microscopia de força atômica), Microscópio Ótico e DRX (Difratometria de Raios X).

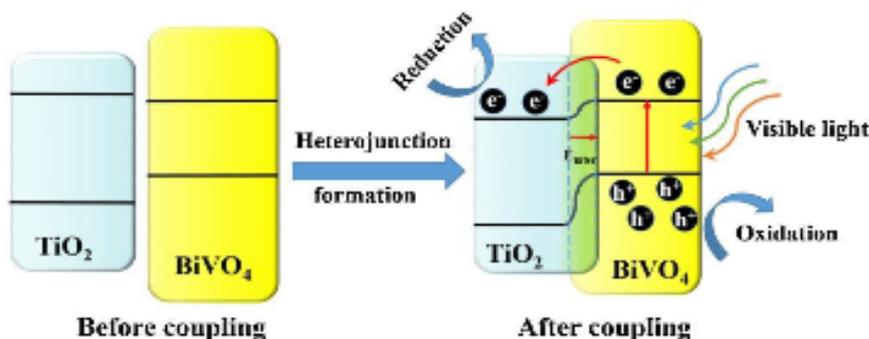


FIGURA 1 – Ilustração esquemática da heterojunção entre  $\text{TiO}_2/\text{BiVO}_4$  e o sentido de migração de cargas. Dependendo do semicondutor acoplado os níveis de energia são reduzidos permitindo reações redox.

### Agradecimentos.

A UFSCar campus Sorocaba, ao IFSP Campus Itapetininga, a Embrapa, ao Professor Dr. Francisco Trivino Strixino pelos auxílios no Projeto e ao CNPq pelo auxílio financeiro no Projeto 409904/2016-3.

### Referências.

[1] ZHU, X et al. A shuriken-shaped  $m\text{-BiVO}_4/(0\ 0\ 1)\text{-TiO}_2$  heterojunction: Synthesis, structure and enhanced visible light photocatalytic activity. Applied catalysis A: general, v. 521, p. 42-49, 2016.

## Casca de *Eucalyptus sp.* para a produção de biochar

Alan V.G. da Silva<sup>1\*</sup>, Ariane A. F. Pires<sup>1</sup>, Fabio M. Yamaji<sup>1</sup>

\*allan.gaimacci@gmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

Palavras Chave: resíduo lignocelulósico, reaproveitamento, pirólise.

Atualmente, dentre os plantios florestais para fins comerciais, o *Eucalyptus sp.*, é o gênero que apresenta a melhor relação custo-benefício, levando em consideração o tempo de crescimento, o aproveitamento comercial e os diversos usos da sua matéria [1]. Contudo, essa atividade industrial gera uma quantidade substancial de resíduos sólidos na forma de casca, que acabam muitas vezes não sendo reaproveitados e, assim, perdendo significativamente seu potencial energético [2]. O biochar, produto da pirólise da biomassa na ausência de oxigênio a temperaturas na faixa de 250°C a 500°C [3], surge como uma alternativa para o destino da casca. O objetivo é fundamentar a viabilidade do uso da casca de *Eucalyptus sp.* para a produção de biochar por meio de uma revisão bibliográfica do tema em periódicos revisados por pares disponíveis no Portal de Periódicos da CAPES e no Google Acadêmico, buscando reunir dados das propriedades da casca de *Eucalyptus sp.*, para associá-las à produção de biochar e o uso final deste produto. Como resultados, têm-se que a casca de *Eucalyptus sp.* caracteriza-se muito úmida, com baixa densidade e de alto teor de cinzas e sais minerais (cálcio, nitrogênio, fósforo, potássio e magnésio), sinalizando que se destinadas para aquecimento em caldeiras podem causar danos aos sistemas de cogeração de energia [2] [4]. Contudo, tais aspectos podem ser favoráveis para utilização em forma de biochar na aplicação para melhoria de solos, pois o biochar tem capacidade em reter água, nutrientes, e elevar o pH do meio [5], além de evitar a rápida liberação de dióxido de carbono e outros gases do efeito estufa e criar no solo um estoque de carbono a longo prazo. Finalmente, tendo em vista que os plantios de eucaliptos ocupam atualmente cerca de 5,7 milhões de hectares da área total de árvores plantadas do Brasil [6] e a quantidade de resíduos em forma de casca que, apesar de possuírem frequência de produção, acabam não tendo um destino viável; é válida a destinação desse produto para elaboração de biochar. Contudo, cabe ressaltar que o biochar não surge para competir com outros recursos energéticos, como o carvão vegetal e o bagaço de cana-de açúcar mas sim para aperfeiçoar o aproveitamento dos mesmos, tendo em vista que na produção de biochar são utilizados resíduos orgânicos, como por exemplo restos de cultura, fazendo também uso de métodos de pirólise que possibilitem maior fixação de carbono nas cinzas do material, podendo esse carbono ser reutilizado para garantir boas condições de solo em futuros cultivos [7].

### Referências

- [1] ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE PRODUTORES DE FLORESTAS PLANTADAS (ABRAF). Anuário estatístico da ABRAF 2016– Ano base 2015. 2016. Disponível em <<http://www.abaf.org.br/wp-content/uploads/2016/04/anuario-de-silvicultura-2016.pdf>>. Acesso em: 13 set. 2019.
- [2] BRAGATTO, J. Avaliação do potencial da casca de *Eucalyptus spp.* para a produção de bioetanol. 156 p. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Fisiologia e Bioquímica de Plantas), Universidade de São Paulo – Escola Superior de Agricultura “Luiz de Queiroz”, Piracicaba, 2010.
- [3] LEHMANN, J.; JOSEPH, S. Biochar for Environmental Management: Science, Technology and Implementation. 2 ed. New York: Routledge, 943 p., 2015
- [4] FOELKEL, C. Casca da árvore do eucalipto : Aspectos morfológicos , fisiológicos , florestais , ecológicos e industriais , visando a produção de celulose e papel. *Eucalyptus Online Book e Newsletter*, p. 109, 2010.
- [5] NÓBREGA, I. P. C. Efeitos do Biochar nas propriedades físicas e químicas do solo: Sequestro de Carbono no solo. p. 35, 2011.
- [6] INDÚSTRIA BRASILEIRA DE ÁRVORES - IBÁ. Relatório 2017. Indústria Brasileira de Árvores - IBÁ, p. 80, 2017. Disponível em <[https://iba.org/images/shared/Biblioteca/IBA\\_RelatorioAnual2017.pdf](https://iba.org/images/shared/Biblioteca/IBA_RelatorioAnual2017.pdf)> Acesso em: 21 set. 2019
- [7] MANGRICH, A. S.; MAIA, C. M. B. F.; NOVOTNY, E. H. Biocarvão - As terras pretas de índios e o sequestro de carbono. *Ciência Hoje*, v. 47, p. 48-52, 2011.

## **Estudos sobre a síntese de heteroestruturas MoS<sub>2</sub>/TiO<sub>2</sub> e sua aplicação em sistemas de interesse ambiental**

Thais M. de Souza-Furtado<sup>1\*</sup>, Vagner R. de Mendonça<sup>1,2</sup>

\*thais.motas@hotmail.com

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, PPGCM - Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, Sorocaba – SP,

2. Instituto Federal de São Paulo - IFSP - campus Itapetininga, Itapetininga – SP.

Palavras Chave: fotocatalise, sistemas heterogêneos, processos oxidativos avançados

A contaminação do meio ambiente tem sido apontada como um dos maiores problemas da sociedade moderna. Devido ao contínuo e acelerado crescimento populacional, a contaminação de corpos aquáticos por diversas atividades se torna um grave problema ambiental. Existe hoje a necessidade de desenvolvimento de novos processos de tratamento de efluentes que garantam um baixo nível de contaminantes. A ciência dos materiais pode ser utilizada no desenvolvimento de materiais com propriedades específicas para aplicação no tratamento de efluentes contendo as mais diversas substâncias, como corantes, pesticidas ou metais, por processos como a Fotocatalise Heterogênea e Adsorção. A Fotocatalise Heterogênea, uma vertente dos Processos Oxidativos Avançados (POAs), se caracteriza pela utilização de semicondutores irradiados. Este processo desperta interesse por conta da possibilidade de utilização de energia solar na promoção de reações químicas que favorecem a degradação desses contaminantes. A possibilidade de aplicação de semicondutores se deve à estrutura eletrônica destes, que é caracterizada, de forma simplificada, por bandas que quando excitadas apresentam cargas com potencial redox passíveis de promover variadas reações. Este trabalho tem por objetivo o estudo da síntese de heteroestruturas contendo TiO<sub>2</sub> e MoS<sub>2</sub>, e estudo da viabilidade de empregar este material, por meio de fotocatalise heterogênea na degradação de contaminantes orgânicos em água e/ou a adsorção destes contaminantes sobre o material sólido. O TiO<sub>2</sub>, semicondutor mais estudado no processo, apresenta como limitante elevada taxa de recombinação das cargas, uma forma de superar este problema é pela formação de heteroestruturas que neste caso, é preparada com o MoS<sub>2</sub>. Este apresenta estrutura lamelar adequada para interação com contaminantes e possibilidade de excitação na região do visível. Por conta da dificuldade operacional da síntese do MoS<sub>2</sub>, busca-se a possibilidade de obtenção de heteroestruturas partindo-se do material macroscópico, em um processo denominado *top-down*, sendo este o principal foco do presente trabalho. Estes materiais serão empregados na fotodegradação de corantes, iniciando-se com moléculas modelo de corante, e remoção de metais pesados por adsorção. Os resultados são avaliados por meio da viabilidade da fotodegradação e caracterização dos materiais através de difratometria de raios X, espectroscopia no infravermelho e microscopia eletrônica de varredura, entre outras. Assim, este trabalho pretende colaborar com a compreensão das variantes de síntese de heteroestruturas contendo MoS<sub>2</sub> e sua aplicabilidade em reações de interesse ambiental. Resultados preliminares mostram que é possível a variação das propriedades superficiais do MoS<sub>2</sub> na forma bulk utilizando tratamento térmico. Assim, as heteroestruturas poderão ser montadas utilizando este ponto como variável, afim de se determinar as condições ótimas de síntese e aplicação dos materiais.

## Síntese de Heteroestruturas $\text{TiO}_2/\text{BiVO}_4$ para aplicação em Fotocatálise Heterogênea

Fernando C. Soares<sup>1\*</sup>, Rafaella H. Koga<sup>2</sup>, Douglas M. S. Del Duque<sup>2</sup>, Vagner R. de Mendonça<sup>1,2</sup>

\*fernandocamargosoares@gmail.com

1. PPGCM - Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

2. Instituto Federal de São Paulo - IFSP - campus Itapetininga, Itapetininga – SP.

Palavras Chave: Fotocatálise Heterogênea. Fotorredução de  $\text{CO}$ , Fotodegradação, Heteroestruturas, Semicondutor.

Dois problemas ambientais de grande importância atualmente são o lançamento de contaminantes orgânicos em corpos aquáticos e o aumento de  $\text{CO}_2$  na atmosfera. O primeiro caso se deve a fatores como aumento da atividade industrial e agrícola, sendo necessários métodos de degradação destes compostos, enquanto que o segundo caso é decorrência, principalmente, da queima de combustíveis fósseis. O  $\text{CO}_2$  é um dos principais responsáveis pelo Efeito Estufa, no entanto, é essencial para a vida, participando da fotossíntese. Devido ao seu excesso, tornam-se necessários métodos para sua redução e, em caso ideal, seu possível aproveitamento. Dessa forma, uma possibilidade para a degradação de contaminantes em meio aquoso e redução do  $\text{CO}_2$  é pelo emprego da Fotocatálise Heterogênea (FH) utilizando heteroestruturas – semicondutores que compartilham uma interface comum. O  $\text{TiO}_2$  possui como limitante a alta taxa de recombinação das cargas fotogeradas e *bandgap* elevado. Para superar esse limitante, heteroestruturas baseadas em  $\text{BiVO}_4$ , um semicondutor que apresenta absorção na região do visível, [1] possuem potencial para aplicação em processos de fotorredução de  $\text{CO}_2$  assim como degradação de compostos orgânicos. Com base no exposto, este trabalho teve por objetivo a síntese de heteroestruturas  $\text{TiO}_2/\text{BiVO}_4$  para aplicação em FH. Para se obter um maior controle da síntese, estas foram sintetizadas via "blocos de construção" [2] utilizando os componentes das heteroestruturas cristalizadas como precursores desta. Estes foram obtidos através do Método de Oxidação por Peróxido (OPM) [3] e as heteroestruturas sintetizadas em solução aquosa via rota hidrotérmica. [3] A princípio, foi estudado o sistema  $\text{TiO}_2/\text{BiVO}_4$  em diferentes proporções de modo a se buscar a melhor relação Ti:Bi para aumento da eficiência e seletividade do processo. Estas heteroestruturas foram caracterizadas via Difratometria de Raio-X (DRX) para verificar a presença de ambas as fases e obtenção de tamanho de cristalito, Microscopia Eletrônica de Varredura e Transmissão (MEV e MET) para verificar a morfologia e análise da possível formação de interface nas heteroestruturas, Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) para verificar grupos funcionais de interesse na superfície do material e a Espectroscopia de Refletância Difusa (DRS) para a verificação do *bandgap* das amostras. Esses materiais foram empregados na fotodegradação do corante Azul de Metileno (MB) utilizando radiação UV e fotorredução de  $\text{CO}_2$  em fase gasosa utilizando radiação visível. Os resultados dos testes de fotodegradação mostram que as heteroestruturas apresentaram maior eficiência que os materiais isolados, um indicativo da formação das heteroestruturas. Ainda, a eficiência foi influenciada pela proporção entre os óxidos, mostrando que a formação da interface deve ser dependente de parâmetros cinéticos na síntese. Testes de fotorredução de  $\text{CO}_2$  sob radiação visível mostraram a seletividade dos materiais, com as heteroestruturas produzindo prioritariamente  $\text{CO}$  e o  $\text{TiO}_2$  isolado produzindo principalmente  $\text{CH}_4$ .

### Agradecimentos

CAPES, CNPq (409904/2016-3), EMBRAPA Instrumentação, IFSP-ITP, PPGCM, UFSCar.

### Referências

- [1] ZHENG, H.; LI, Y.; LIU, H. LIU.; YIN, X.; LI, Y.. Construction of heterostructure materials toward functionality. *Chem. Soc. Rev.* 2011, 40, 4506-4524.
- [2] AKIHITO. K.; KEIKO, O.; HIDEKI. K. A Novel Aqueous Process for Preparation of Crystal Form-Controlled and Highly Crystalline  $\text{BiVO}_4$  Powder from Layered Vanadates at Room Temperature and Its Photocatalytic and Photophysical Properties. *Am. Chem. Soc.* 1999 121,11459–11467.
- [3] LOPES, O. F.; CARVALHO, K, T, G.; MACEDO, G, K.; DE MENDONÇA, V, R. AVANSI, W.; RIBEIRO, C. Synthesis of  $\text{BiVO}_4$  via oxidant peroxy-method: Insights into the photocatalytic performance and degradation mechanism of pollutants. *New J. Chem.* 2015, 39, 6231–6237.

## Comparação dos efeitos de TiO<sub>2</sub>-NTs sintetizados a partir da liga Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V em condições potenciostáticas e galvanostáticas

L. C. C. Dias<sup>1</sup>, P. P. Lopes<sup>1</sup>, M. S. Sikora<sup>2</sup>, M. Ferreira<sup>1</sup>, F. Trivinho-Strixino<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de São Carlos - Campus Sorocaba,

<sup>2</sup>Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Pato Branco

E-mail: ligiiacamargo@gmail.com

Nanotubos de dióxido de titânio (TiO<sub>2</sub>-NTs) têm sido cada vez mais explorados pela nanotecnologia. Suas características morfológicas e bioatividade foram utilizadas por uma série de aplicações (sensores, células solares, liberação de fármacos, bioimplantes). As condições de preparação e as características morfológicas do óxido para uma determinada aplicação são essenciais para o desempenho esperado [1]. Neste trabalho, o objetivo é apresentar e comparar a morfologia do TiO<sub>2</sub>-NT preparado pela liga Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V sintetizada nas condições galvanostática e potenciostática, com ou sem pós-tratamento térmico, em eletrólitos contendo NH<sub>4</sub>F e solução de simulação de fluidos corporais (SBF) em meio de etileno glicol para Os resultados da microscopia eletrônica de varredura (MEV) retrataram diferentes parâmetros morfológicos (tamanho e distribuição dos poros). Além disso, o experimento de ângulo de contato mostrou diferentes propriedades de molhabilidade, dependendo dos parâmetros experimentais explorados. A análise por DRX mostrou diferentes porcentagens de anatase após tratamento térmico e dependendo das condições de síntese anteriores.

Agradecimentos:

CNPq, Fapesp, Capes e LmcMat-UNESP Sorocaba pelas imagens do MEV.

Referencias:

[1] H. Sopha, A. Jager, P. Knotek, K. Tesar, M. Jarosova, *Electrochimica Acta* 190 (2016) 744 - 752