IX Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais

RESUMOS

Sorocaba - SP, 24 a 26 outubro de 2022

ISSN 2764-5231

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

W926l

Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais (9.: 2022 : Sorocaba, SP)

Livro de resumos [recurso eletrônico] do 9º Seminário Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais, de 24 a 26 de outubro de 2022 ; organizadores: Aparecido Junior de Menezes...[et al.]. – Sorocaba, SP, 2022.

51 p.

ISSN 2764-5231

Disponível em: https://www.ppgcm.ufscar.br/

1. Ciências dos Materiais – Congressos. I. Menezes, Aparecido Junior de. II. Duek, Eliana Aparecida Rezende. III. Mambrini, Giovanni Pimenta. IV. Francisco, Kelly Roberta. V. Rossino, Luciana Sgarbi. VI. Mendonça, Vagner Romito de. VII.Antunes, Bianca Sabino Leocádio. VIII. Miranda, Bruna Vanessa Quevedo. IX. Almeida, Jessica Cristina de. X. Fernandes Filho, Jorge. XI. Barros, Marcus Felippe de Jesus. XII. Mathias, Samir Leite. XIII. Góes, Thaís. XIV. Universidade Federal de São Carlos. Centro de Ciências e Tecnologia para a Sustentabilidade; Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais. XV. Título.

CDD (23 ed.) – 620.11

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca *Campus* Sorocaba
Maria Aparecida de Lourdes Mariano – Bibliotecária CRB8/6979

Comissão Científica:

Profa. Dra. Adriana de Oliveira Delgado Silva - UFSCar/Sorocaba;

Prof. Dr. Adriano Lopes de Souza - UFSCar/Araras;

Profa. Dra. Elaine Conceição de Oliveira - FATEC/Sorocaba;

Profa. Dra. Eliana Ap. de Rezende Duek - PUC-São Paulo;

Prof. Dr. Giovanni Pimenta Mambrini - UFSCar/Sorocaba;

Profa. Dra. Jane Maria Faulstich de Paiva - UFSCar/Sorocaba;

Profa. Dra. Kelly Roberta Francisco Muruci de Paula - UFSCar/Sorocaba;

Profa. Dra. Luciana Sgarbi Rossino - FATEC/Sorocaba;

Prof.a Dra. Maira de Lourdes Rezende - FATEC/Sorocaba;

Prof.a Dra. Marystela Ferreira - UFSCar/Sorocaba;

Profa. Dra. Odila Florêncio - UFSCar/Sorocaba;

Profa. Dra. Silvia Pierre Irazusta - FATEC/Sorocaba;

Profa. Dra. Suellen Signer Bortolomeu - Fatec/Sorocaba;

Prof. Dr. Vagner Romito de Mendonça - UFSCar/Sorocaba;

Prof. Dr. Walter Ruggeri Waldman - UFSCar/Sorocaba.

Comissão Organizadora:

Prof. Dr. Aparecido Junior de Menezes - UFSCar/Sorocaba;

Profa. Dra. Eliana Aparecida Rezende Duek - UFSCar/Sorocaba;

Prof. Dr. Giovanni Pimenta Mambrini - UFSCar/Sorocaba;

Profa. Dra. Kelly Roberta Francisco Muruci de Paula - UFSCar/Sorocaba;

Profa. Dra. Luciana Sgarbi Rossino - FATEC/Sorocaba;

Prof. Dr. Vagner Romito de Mendonça - UFSCar/Sorocaba;

Bianca Sabino Leocádio Antunes - UFSCar/Sorocaba;

Bruna Vanessa Quevedo Miranda - UFSCar/Sorocaba;

Jessica Cristina de Almeida - UFSCar/Sorocaba;

Jorge Fernandes Filho - UFSCar/Sorocaba;

Marcus Felippe de Jesus Barros - UFSCar/Sorocaba;

Samir Leite Mathias - UFSCar/Sorocaba;

Thaís Góes - UFSCar/Sorocaba.

Prefácio:

O Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais tem sido organizado desde a sua primeira edição realizada em 2013 pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM-So), tendo como objetivo divulgar a ciência produzida por docentes credenciados, possibilitar aos alunos do PPGCM-So uma oportunidade para a discussão de seus trabalhos e promover a interação com a comunidade científica da área de materiais. Desde a primeira edição do Workshop, a comunidade regional é convidada para a participar e os alunos apresentam seus trabalhos no formato oral ou pôster.

As edições anteriores tiverem apresentações nacionais, internacionais e participação de discentes de vários programas de pós-graduação. Também, contou com o apoio financeiro da FAPESP (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo), CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) e CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico).

Nesta edição de 2022, o evento contou com o apoio financeiro da FAPESP e ocorreu no formato presencial, com realização de palestras nacionais, palestras internacionais e apresentação de trabalhos. Houve premiações de livros da EdUFSCar para os trabalhos destaque e concurso de imagens de microscopia eletrônica de varredura.

A comissão agradece a todos os participantes, leitores e publica os resumos aprovados para ser divulgado neste Livro de Resumos do IX Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais.

A Comissão.

Cronograma do Evento:

<table>
<tr><th>Início</th><th>Final</th><th>Segunda 24/10</th><th>Terça 25/10</th><th>Quarta 26/10</th></tr>
<tr><td>8:30</td><td>9:00</td><td>Abertura</td><td>Palestra internacional ↓</td><td>Palestra internacional ↓</td></tr>
<tr><td>9:00</td><td>10:30</td><td>Panorama atual e perspectivas futuras da pesquisa e formação de recursos humanos de pós-graduação em Materiais no Brasil
Prof. Dr. Antônio E. Martinelli
UFRN – Universidade Federal do Rio Grande do Norte
Coordenador da Área de Materiais da Capes</td><td>Polysaccharide nanomaterials and advanced applications
Prof. Dr. Alain Dufresne
INPG - Institut polytechnique de Grenoble</td><td>3D printing nanocellulose polymer-based composites
Prof. Dr. Gilberto Siqueira
EMPA - Eidgenössische Materialprüfungs- und Forschungsanstalt</td></tr>
<tr><td>10:30</td><td>11:00</td><td colspan="3">Café (Coffee Break)</td></tr>
<tr><td>11:00</td><td>12:00</td><td>Seção de Apresentação de Trabalhos - Pôsteres</td><td>Apresentações Orais 1-3</td><td>Seção de Apresentação de Trabalhos – Pôsteres</td></tr>
<tr><td>12:00</td><td>14:00</td><td colspan="3">Almoço (Lunch)</td></tr>
<tr><td>14:00</td><td>15:00</td><td rowspan="2">A Escrita Científica de Alto Impacto como Ferramenta para a Formação de Pesquisadores
Prof. Dr. Valtencir Zucolotto
IFSC/USP – Universidade de São Paulo</td><td>Eletrocatálise de Reações de Redução: Uma Maneira Eficiente de Produzir Combustíveis Sustentáveis
Prof. Dr. Raphael Nagao de Sousa
UNICAMP – Universidade de Campinas</td><td>Materiais Cerâmicos tipo Scheelita para Aplicações Tecnológicas e Ambientais
Profª. Dra. Ana Paula de Azevedo Marques
UNIFESP – Universidade Federal de São Paulo</td></tr>
<tr><td>15:00</td><td>16:00</td><td>Manufatura aditiva: Processos por extrusão de material
Prof. Dr. José Luis Dávila Sánchez
CTI - Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer</td><td>Quão importante é o hidrogênio verde para nossa sociedade?
Prof. Dr. Juliano Alves Bonacin
UNICAMP – Universidade de Campinas</td></tr>
<tr><td>16:00</td><td>16:30</td><td colspan="3">Café (Coffee Break)</td></tr>
<tr><td>16:30</td><td>16:50</td><td rowspan="3">Produção, Caracterização e Aplicações de Nanomateriais 2D
Prof. Dr. Bartolomeu Cruz Viana Neto
UFPI - Universidade Federal do Piauí</td><td>Apresentação Oral 4</td><td>Apresentação Oral 8</td></tr>
<tr><td>16:50</td><td>17:10</td><td>Apresentação Oral 5</td><td>Apresentação Oral 9</td></tr>
<tr><td>17:10</td><td>17:30</td><td>Apresentação Oral 6</td><td>Apresentação Oral 10</td></tr>
<tr><td>17:30</td><td>17:50</td><td></td><td>Apresentação Oral 7</td><td>Encerramento</td></tr>
<tr><td>20:00</td><td></td><td>Happy Hour</td><td></td><td></td></tr>
</table>

Sumário:

Sessão I - Astrobiologia:

Levantamento do número de trabalhos desenvolvido em astrobiologia no país nos últimos 15 anos.....10

Sessão II - Impressão 3D:

Caracterização reológica de gel à base de gibroína da seda e PLDLA para impressão 3D.....12

Comportamento reológico do terpolímero POLI(L-co-D,L-co-trimetileno carbonato) para impressão 3D.....13

Electrochemical biosensor for SARS-CoV-2 cDNA detection using AuPs modified 3D printed graphene electrodes.....14

Responsive materials for 4D printing.....15

Sessão III - Materiais metálicos / Nanopartículas / Filmes finos:

Characterization of cellulose nanofibrils functionalized by oxypropylation reaction.....17

Conjunto de dados de *annealing* aplicados à TTF em zircão: estudo de caso de uma amostra brasileira.....18

Dispositivos eletrônicos baseados em filmes finos de estruturas metalorgânicas de superfície para detecção de compostos orgânicos voláteis.....19

Dopagem de óxido de titânio através processo PEO e a análise da capacidade fotocatalítica.....20

Efeito dos nanotubos de carbono obtidos por PECVD na viabilidade celular.....21

Efeito dos tratamentos duplex de nitrocementação e deposição de filmes DLC dopados com N e Si nas propriedades tribológicas do aço M2.....22

Estudo da deposição de multicamadas dos filmes DLC dopado com nitrogênio.....23

Estudo da boretação a plasma com diferentes parâmetros de pasta sólida na liga TI6AL4V.....24

Filmes NB_2O_5 produzidos por oxidação eletrolítica a plasma e dopagem anódica com resíduo de lama vermelha.....25

High-performance ultrathin molecular rectifying diodes based on organic/inorganic interface engineering.....26

Investigação do fenômeno oscilatório na síntese de filmes de NB_2O_5 em PEO.....27

Síntese de nanopartículas de ZrO_2 e ZrO_2/Fe^{3+} por método solvotérmico assistido por micro-ondas.....28

Síntese e aplicação de V_2O_5 na adsorção de corantes em água.....29

Síntese solvotérmica de catalisadores a base de cobre para aplicação na redução de CO_2.....30

Sessão IV - Polímeros / Compósitos:

Análise comparativa da capacidade de intumescimento de hidrogéis a base de amido de mandioca e araruta com e sem reforço de nanofibrila de celulose.....31

Análise da influência do grau de intumescimento na biodegradação de hidrogéis de álcool polivinílico (PVA).....32

Avaliação de propriedades de tração de filmes poliméricos a base de amido de milho com incorporação de bagaço de cevada tratados química e termicamente.....33

Cellulose nanocrystals extracted from cultivated fibers in Amazon Forest: evaluation of the potential application in a nanocomposite.....34

Comportamento termogravimétrico da casca de *eucalyptus* e do seu biochar sob condições de pirólise.....35

Desenvolvimento de formulações de polímeros biodegradáveis a partir da modificação de derivados do milho via extrusão reativa.....36

Determinação de massa molar e teor de amilose de amido de mandioca por viscosidade intrínseca e calorimetria exploratória diferencial.....37

Estudo da influência de diferentes parâmetros na obtenção da membrana de celulose bacteriana da kombucha.....38

Funcionalização química de nanofibrilas de celulose com hidrogenossulfato.....39

Propriedades de flexão de compósitos de ABS reciclado /tecido de fibras de carbono reciclado/ tecido de fibras de juta.....40

Obtenção e caracterização de blenda de borracha natural epoxidada e ácido hialurônico para aplicação biomédica.....41

Obtenção e Caracterização de Nanocelulose Bacteriana de Kombucha.....42

Obtenção de um híbrido de sílica contendo colágeno visando regeneração óssea.....43

Nucleophilic Vinylic Substitution of Chitosan: Introduction of methylenemalononitrile.44

Síntese de microesferas de poli(ácido lático-co-ácido glicólico) encapsuladas com doxiciclina como sistema de liberação sustentada.....45

Síntese de poliuretano com óxido de samário(III).....46

Síntese de poliuretano: um estudo quimiométrico.....47

Utilização de nanofibrilas de celulose para obtenção de membranas filtrantes.....48

Sessão V - Termocronologia:

Evolução geológica do terreno greenstone/TTG de almas, Tocantins: termocronologia por trações de fissão aplicada em apatita.....50

SESSÃO I - Astrobiologia:

LEVANTAMENTO DO NÚMERO DE TRABALHOS DESENVOLVIDO EM ASTROBIOLOGIA NO PAÍS NOS ÚLTIMOS 15 ANOS

Thaís de A. Janolla[1], Gabriel G. Silva[2], Giovanni Miraveti Carriello[1], Airton Natanael C. Dias[1]
[1]Universidade Federal de São Carlos – Rodovia João Leme dos Santos, SP-264 – Sorocaba – SP
[2]Universidade de São Paulo – Cidade universitária, São Paulo – SP

1. Introdução

A astrobiologia é uma ciência emergente, fazendo uso da bioquímica, biofísica, astronomia, cosmologia física, exoplanetologia, geologia, paleontologia e da ciência dos materiais para investigar e ajudar a reconhecer indícios da vida fora do planeta. Este campo interdisciplinar abrange pesquisas desde biogenicidade terrestre a adaptação de microrganismos a extremos interplanetários. [1]

2. Materiais e Métodos

Adaptou-se a metodologia de Alves, Carriello, Pegoraro e Fernandes Filho (2021) [2]. Para tal, utilizou-se o banco digital de teses e dissertações (BDTD) utilizando o buscador booleano "Astrobiologia OR Astrobiology", sem as aspas. Posteriormente se classificou os trabalhos em função do tempo e seu conteúdo, se era de ciência de base ou de educação/ensino.

3. Resultados e Discussão

Obteve-se 30 trabalhos, sendo 9 na área de ensino e educação e 21 considerado ciência de base. A figura 1 mostra o número de dissertações e tesses em função do ano da sua defesa. Nota-se que desde o ano de 2012 há no mínimo um trabalho de tese na área, constatando assim um constante interesse, e, a partir de 2018 um aumento significativo onde 4 trabalhos foram feitos por ano. Existe uma queda no ano de 2021 com apenas 1 trabalho. Este último resultado pode ser compreensível por duas razões: o retardo no lançamento de dados de teses no banco de dados de até 2 anos; e a pandemia que atrasou muitos dos projetos em andamento.

Pode-se observar um crescimento importante de dissertações e teses na área. Neste ponto, pode-se inferir que tais resultados são coerentes com a visibilidade que a área vem alcançando. Muito disso deve-se a característica multidisciplinar da astrobiologia. Ainda, soma-se o interesse gerado pelas novas missões, em destaque a missão Marte/*Perseverance*. Entende-se que há muito a expandir e o PPGCM, UFSCar, Sorocaba está e estará diretamente envolvido deste processo de desenvolvimento.

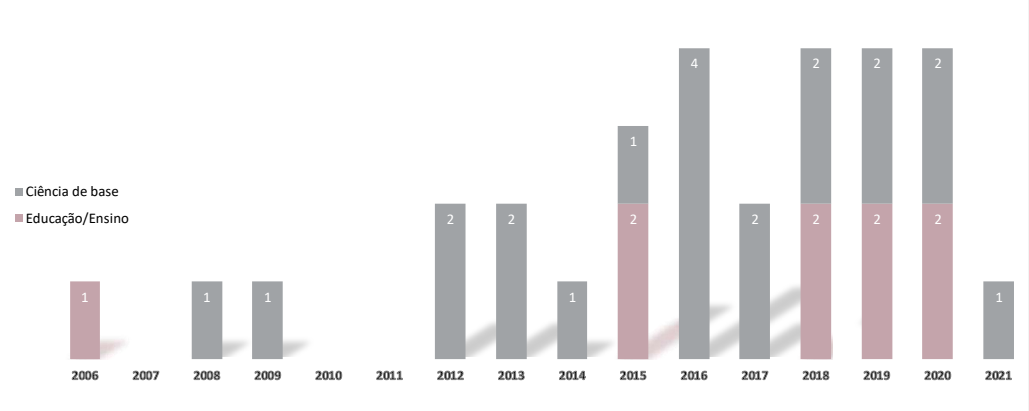


Fig. 1. *Número de dissertações e teses obtidas na pesquisa em função da sua defesa.*

4. Referências

[1] Galante, D., Silva E. P., Rodrigues. F., Horvath J. E., Avellar M. G. B. Astrobiologia uma ciência emergente, 2019.
[2] Alves, L. R., Carriello, G. M., Pegoraro, G. M., & Fernandes Filho, J. *Aplicações de hidrogéis como biomateriais: uma revisão de dissertações e teses brasileiras desde 2017*. Disciplinarum Scientia| Naturais e Tecnológicas, 22(2), 53-79, (2021).

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES e FAPESP pelo suporte financeiro. número do projeto 88882.461700/2019-01 - UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS.

*Autor correspondente: thaisjanolla@estudante.ufscar.br

SESSÃO II - Impressão 3D:

ELECTROCHEMICAL BIOSENSOR FOR SARS-COV-2 CDNA DETECTION USING AUPS MODIFIED 3D PRINTED GRAPHENE ELECTRODES

Luiz R. G. e Silva[1]*, Jéssica S. Stefano[1], Laís C. Brazaca[2], Rodrigo A. A. Munoz[3] and Bruno C. Janegitz[1]
[1] *Laboratory of Sensors, Nanomedicine, and Nanostructured Materials (LSNano), Federal University of São Carlos, 13600-970 Araras, São Paulo, Brazil*
[2]*São Carlos Institute of Chemistry (IQSC), University of São Paulo (USP), 13566-590 São Carlos, SP, Brazil*
[3] *Institute of Chemistry, Federal University of Uberlândia, 38400-902, Uberlândia, Minas Gerais, Brazil*

1. Introduction

3D printing technology has brought the light of the revolution in several areas, whether in society or science, innovating and facilitating the manufacture of desired prototypes. Recently, 3D printing has played a significant role in the fight against the global pandemic event COVID-19 through decentralized and on-demand manufacturing of different personal protective equipment and medical devices, such as masks, valves, and swabs [1]. However, 3D printing technology is still considered recent and with great potential to be explored for the most diverse purposes, including the manufacturing of analytical devices [2]. In this sense, the fabrication of 3D printed electronic devices for the development of electrochemical (bio)sensors becomes an almost unexplored field of great interest. Therefore, in this work, we present the use of a graphene-based 3D printed cDNA biosensor for the detection of SARS-CoV-2.

2. Materials and methods

Initially, the set of three electrodes was 3D printed with conductive PLA/Graphene filament and then treated with DMF for surface activation. Subsequently, the 3D printed sensor (G-PLA) was modified with gold particles (5.0 mmol L^{-1} $HAuCl_4$) through the electrochemical deposition method by applying a constant potential of -0.6 V for 200 s. Finally, a capture cDNA specific for SARS-CoV-2 was immobilized in the gold particles present on the surface, providing the genosensor. Finally, for detection of the cDNA target of the virus, a hybridization step is performed, incubating the sample on the surface of the genosensor.

3. Results and discussion

Initially, the morphological characterization of two 3D printed sensors (unmodified and modified with AuPs) was performed by SEM. Fig. 1 shows the images obtained, it is observed that after the modification it is possible to see the presence of gold particles scattered over the entire surface of the sensor. Then, an analytical curve was constructed by cyclic voltammetry with the biosensor in the linear range from 1.0 to 50.0 µmol L-1 of cDNA target of the SARS-CoV-2 virus (Fig. 2), and the obtained genosensor provided LOD and LOQ values of 0.30 and 0.95 µmol L-1, respectively. Finally, a recovery test was performed on synthetic saliva and human serum samples, obtaining recovery values between 95 and 102% for fortification with three concentrations (1, 25, and 50 µmol L-1) of the target cDNA. Thus, the proposed method presented excellent results using a simple, fast, low cost, miniaturized and versatile graphene/PLA 3D printed platform, modified with Au particles.

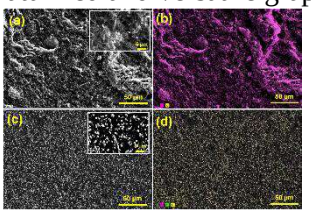


Fig. 1. *SEM images of electrode surfaces (a) G-PLA, (b) corresponding element mapping of G-PLA; (c) Au/G-PLA, (d) corresponding element mapping of Au/G-PLA*

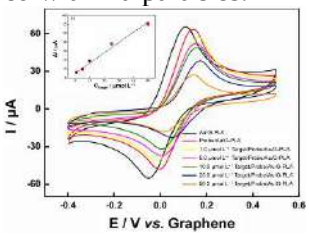


Fig. 2. *Cyclic voltammograms obtained in the concentration range of 1 to 50 µmol target cDNA. Inset: curve of the relationship between deltaIpeak x concentration.*

4. References

[1] Choong, Y.Y., et al. Nat. Rev. Mater., 5, 637-639, (2020).
[2] Munõz, J. and Pumera, M. Chem. Eng. J., 425, e131433, (2021).

Acknowledgments

The authors are grateful to the Brazilian agencies FAPESP (2017/21097-3 and 2018/19750-3), CAPES (001), CAPES (88887.510506/2020-00 and 88887.510880/2020-00) CNPq (303338/2019-9, 427731/2018-6 and 307271/2017-0), INCTBio (CNPq grant no. 465389/2014–7) for the financial support.

*Autor correspondente: luizricardogus@gmail.com

CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA DE GEL À BASE DE FIBROÍNA DA SEDA E PLDLA PARA IMPRESSÃO 3D

Bianca S. L. Antunes[1]*, Daniel Komatsu[2], Flávia Pedrini[1], Eliana A. R. Duek[1,2]

[1]Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)– Sorocaba, Brasil
[2]Pontifícia Universidade Católica (PUC-SP)– Sorocaba, Brasil

1. Introdução

A Impressão 3D surgiu para revolucionar o campo da Engenharia Tecidual Óssea, utilizando biomateriais que buscam mimetizar o tecido ósseo [1,2]. A fibroína da seda (FS) é um biomaterial promissor devido às suas propriedades mecânicas, biodegradabilidade controlável e adesão/proliferação celular adequada [3]. No entanto, o controle de seu perfil reológico voltado ao processo de impressão ainda é um desafio. A adição de outros polímeros tem sido estudada para controlar a viscosidade da solução FS garantindo reprodutibilidade e qualidade da estrutura impressa. Desta forma, o objetivo deste trabalho é estudar as propriedades reológicas do gel à base de FS e PLDLA (poli (L-co-D,L ácido lático)), a fim de obter a melhor formulação para impressão 3D do arcabouço, visando a aplicação no reparo/regeneração tecidual óssea.

2. Materiais e Métodos

As soluções de FS/PLDLA foram analisadas em um Reômetro DHR-2, TA Instruments em diversas concentrações, realizando os seguintes ensaios: curvas de viscosidade em função da taxa de cisalhamento (0,01 a 1000 s-1) em regime permanente; ensaios oscilatórios de amplitude e de frequência, obtendo os módulos de perda (G") e armazenamento (G'); ensaio de tixotropia para avaliar a recuperação da viscosidade dos géis em função do tempo (s). Escolhida a formulação adequada, foram impressos arcabouços na Impressora 3D Biotechnology Solutions (Octopus^{TM}) em padrão de grade e reticulados em álcool etílico a 70%.

3. Resultados e Discussão

A formulação FS 15.0%/PLDLA 7% apresentou região pseudoplástica acentuada em altas taxas de cisalhamento (Fig. 1a); Os módulos G'>G'' (Fig. 1b) são característicos aos géis e total recuperação da viscosidade no ensaio de tixotropia (Fig. 1c). Os ensaios reológicos mostraram que a formulação escolhida atendeu aos critérios de pseuplasticidade, viscoelasticidade e tixotropia, sendo apta ao processo de impressão 3D (Fig. 2) [3].

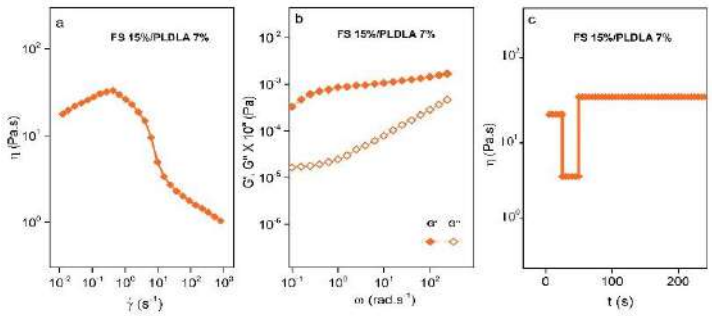


Fig. 1. *Ensaios reológicos: a) Viscosidade x taxa cisalhamento b) Módulos armazenamento (G') e perda (G'') x frequência angular; c) Tixotropia: Viscosidade x tempo*

Fig. 2. *Arcabouços impressos após a reticulação.*

4. Referências

[1] Qiusheng, W, et al. Materials, 12, 1-19, (2019).
[2] Ali, M, et al. Clinical and Experimental Pharmacology and Physiology 43, 659–684, (2016).
[3] Colby, Ralph H. Rheologica Acta, vol. 49, no. 5, p. 425–442, 29, (2010).

Agradecimentos

FAPESP (2020/09917-8), CAPES, PPGCM-UFSCAR, Laboratório de Biomateriais (Labiomat-PUC/SP).

*Autor correspondente: biasblanche@outlook.com

COMPORTAMENTO REOLÓGICO DO TERPOLÍMERO POLI(L-co-D,L-co-TRIMETILENO CARBONATO) PARA IMPRESSÃO 3D

Flavia Pedrini[1]*, Bianca S. L. Antunes[1], Rodrigo C. Gomes[1], Daniel Komatsu[2], Jéssica Asami[3], Eliana A. R. Duek[1,2,3]

[1]Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) – Sorocaba, Brasil
[2]Pontifícia Universidade Católica (PUC-SP) – Sorocaba, Brasil
[3]Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) – Campinas, Brasil

1. Introdução

A impressão 3D consiste em uma técnica de processamento e obtenção de dispositivos tridimensionais a partir do uso de diferentes materiais (metais, polímeros, cerâmicas, entre outros) [1]. Dentre os diferentes processos, a impressão por extrusão é um dos métodos mais difundidos para obtenção de *scaffolds* poliméricos. O material polimérico amolecido ou fundido é extrudado através de um bico de diâmetro reduzido e depositado camada por camada em uma plataforma [2]. No processo de extrusão, a qualidade da impressão depende de vários parâmetros, incluindo a temperatura de amolecimento do polímero e a viscosidade do material [3]. Nesse contexto, o conhecimento das propriedades reológicas do material é fundamental para que o processo de impressão por extrusão seja bem-sucedido.

2. Materiais e Métodos

As propriedades reológicas do terpolímero PLDLA-TMC nas proporçoes de 60/40 e 70/30 foram avaliadas por meio de ensaios em regime oscilatório e estacionário, utilizando um reômetro da TA Instruments®, modelo DHR-2, com geometria placa-placa (25 mm de diâmetro). Os ensaios foram realizados em diferentes faixas de temperatura, as quais foram selecionadas de acordo com a processabilidade do material no reômetro.

3. Resultados e Discussão

A partir dos ensaios reológicos em regime oscilatório, foi possível observar que os módulos de armazenamento (G') e perda (G'') aumentaram com o aumento da frequência em todas as temperaturas avaliadas, evidenciando uma relação de dependência entre eles para ambos os materiais. Além disso, na maioria das temperaturas testadas, os materiais apresentaram comportamento predominantemente viscoso, visto que mesmo em frequências maiores, G'' foi superior à G'. Portanto, o efeito da temperatura foi capaz de suplantar o efeito gerado pelo cisalhamento [4]. A partir dos ensaios em regime estacionário, foram obtidas as curvas de viscosidade (η) para o PLDLA-TMC 60/40 e 70/30. Diante dos resultados, observou-se que independente da temperatura, todas as curvas demonstraram o comportamento pseudoplástico do material, indispensável para o processo de impressão por extrusão. Foi possível observar também que com o aumento da temperatura, houve diminuição da viscosidade e aumento da largura do platô Newtoniano. O comportamento pseudoplástico é consequência do desenovelamento e da orientação das macromoléculas, promovidos pela taxa de cisalhamento aplicada [5]. Logo, os ensaios reológicos demonstraram o potencial de aplicação do terpolímero PLDLA-TMC 60/40 e 70/30 para fabricação de *scaffolds* pelo método de impressão 3D.

4. Referências

[1] NATH, S. D.; NILUFAR, S. An Overview of Additive Manufacturing of Polymers and Associated Composites. **Polymers**, v. 12, n. 11, p. 2719, 17 nov. 2020.
[2] CALIGNANO, F. et al. Overview on additive manufacturing technologies. **Proceedings of the IEEE**, v. 105, n. 4, p. 593–612, 2017.
[3] CICALA, G. et al. Comparison of Ultem 9085 used in fused deposition modelling (FDM) with polytherimide blends. **Materials**, v. 11, n. 2, 12 fev. 2018.
[4] JING, Z.; SHI, X.; ZHANG, G. Rheology and crystallization behavior of asymmetric PLLA/PDLA blends based on linear PLLA and PDLA with different structures. **Polymers for Advanced Technologies**, v. 27, n. 8, p. 1108–1120, 1 ago. 2016.
[5] LYU, Y. et al. Structure and evolution of multiphase composites for 3D printing. **Journal of Materials Science**, v. 55, n. 16, p. 6861–6874, 1 jun. 2020.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES pelo suporte financeiro e ao Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia e Monitoramento Ambiental (PPGBMA).

*Autor correspondente: flaviampedrini@gmail.com

RESPONSIVE MATERIALS FOR 4D PRINTING

Beatriz Arsuffi [1,2]*, Silvia Titotto [1,2]

[1] *Center of Engineering, Modelling and Applied Social Sciences (CECS), Federal University of ABC (UFABC) - Santo André, SP*

[2] *4D Printing & Biomimetics (4DB) Research Group, Federal University of ABC (UFABC) - Santo André, SP*

1. Introduction

4D printing consists in the design of responsive and dynamic structures. The concept of 4D printing arises from the addition of a 4th dimension to 3D printed parts [1]. This 4th dimension is time combined with the possibility of transformation triggered by external passive stimuli, such as changes in temperature, light, pH, humidity, pressure, ion concentration, and vibration [1]. Thus, unlike conventional 3D printing technologies that fabricate static and inanimate objects, 4D printing allows the creation of active structures that can be programmed to change their shape, function and/or properties over time after fabrication [1-3]. To print dynamic structures with self-transformation (e.g. self-morphing, self-assembly, self-bending, self-curling), it is necessary to use responsive materials, i.e. materials that exhibit a stimuli-responsive behaviour, also known as smart materials [3]. Therefore, the main aim of this work is to present an overview of the materials that can be used in 4D printing.

2. Methodology

The methodology used in this work was literature review in scientific databases such as Web of Science (WOS) and Google Scholar. Regarding the methods involving 4D printing, 4D printing is not a new type of additive manufacturing technique, it instead uses common 3D printing techniques including fused deposition modelling (FDM), direct ink writing (DIW), and selective laser melting (SLM), to fabricate structures with smart 4D behaviour (i.e. shape-morphing in response to environmental stimuli) [1, 2].

3. Results and Discussion

Most of the materials used in 4D printing are hydrogels, due to the availability of numerous responsive hydrogels and to their high absorption and swelling capacity [3]. The changes of shape and/or function of 4D printed hydrogels is driven by a stress mismatch arising from the different swelling degrees in distinct parts of the structure upon application of external stimuli, mainly temperature and pH variations [2, 3]. Among the various smart hydrogels, the poly(N-isopropylacrylamide), PNIPAM, is one of the most used in 3D/4D printing, generally through the DIW technique [2, 3]. In addition to hydrogels, shape memory polymers (SMPS) are another class of responsive materials with application in 4D printing [1, 3]. Due to their thermoresponsiveness and relatively low glass transition temperature, SMPS such as PU, PLA, PCL and ABS, mostly printed by FDM, can exhibit self-assembly and self-morphing features upon heat [3].

Besides the polymeric materials, shape memory alloys, such as Ni-Ti and Cu-Al-Ni, although less explored, have significant potential for 4D printing, through SLM technique, for exhibiting mechanical memory, in addition to the thermal one, and for enlarging the range of possibilities of materials for 4D printing [3]. Responsive materials are the key aspect of 4D printing technology. Therefore, considering all the smart materials, combined with various 3D printing techniques, computational design, and multiple external stimuli possibilities, 4D printing has a huge potential to start a disruptive revolution in numerous fields including tissue engineering, medicine, drug delivery, sensors, autonomous actuators, soft robotics, aerospace, smart packaging, architecture, and biomimetics [1-3].

4. References

[1] - Campbell T., Tibbits S., Garrett B. *The Next Wave: 4D Printing and Programming the Material World,* JSTOR, 2014.

[2] - Champeau M., Heinze D., Viana T., de Souza E., Chinellato A., Titotto S. *4D Printing of Hydrogels: A Review*, Adv. Funct. Mater., 30, 1910606, 2020.

[3] - Pinho A., Buga C., Piedade A. *The chemistry behind 4D printing,* Appl. Mater. Today, 19, 100611, 2020.

Acknowledgements

This work was supported by the Graduate Program in Engineering and Innovation Management (PPGINV – UFABC), and it was financed by the São Paulo Research Foundation (FAPESP) via grants #2021/00380-4 and #2021/10037-5.

* Corresponding author: beatriz.arsuffi@aluno.ufabc.edu.br

SESSÃO III - Materiais metálicos / Nanopartículas / Filmes finos:

IX Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba
Sorocaba-SP, de 24 a 26 de outubro de 2022

Characterization of cellulose nanofibrils functionalized by oxypropylation reaction

Mário H. A. Lima[1*], Marcelo A. Pereira-da-Silva[2,3], Marcos Mariano[4], Mercês Coelho da Silva[5] and Aparecido Junior de Menezes[1]

1 – Post Graduation Program of Material Science – PPPGCM-So/Federal University of São Carlos - UFSCAR, campus Sorocaba - SP, Brasil.
2 - Institute of Physics of São Carlos, IFSC/USP, campus São Carlos-SP, Brasil.
3 - Paulista Central University Center, UNICEP, campus São Carlos-SP, Brasil.
4 - South East Technological University, main campus, Waterford - Ireland.
5 - Federal University of Itajubá - UNIFEI, campus Itabira - MG, Brasil.

1. Introduction

Cellulose nanofibrils (CNFs) are cellulose-derived structures that has at least one dimension smaller than 100nm. These nanoparticles can be obtained through different processes that requires intensive mechanical treatments. The use of refiners, grinders or homogenizers reported to imply a high energy consumption during its obtaining. This can imply in high production costs, reducing the general interest in the large-scale production of such materials. However, chemical treatments can be used prior mechanical treatments facilitating the mechanical fibrillation process. The present study aimed to obtain functionalized cellulose nanofibrils through the oxypropylation reaction.

2. Experimentals

Cellulose was submitted to an initial activation step with a sodium hydroxide solution, and then the reaction with propylene oxide (OP) in different values of molar ratio [OP]/[$OH_{cellulose}$], in autoclave, maintaining the constant temperature at approximately 135ºC. After obtaining the functionalized cellulose, the functionalized nanocellulose is obtained after passing its suspension (2% in distilled water) through a microfibrillator mill until it obtained the appearance of gel like. Functionalized nanocellulose, as well as the cellulose pulp used throughout the process, were characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Atomic Force Microscopy (AFM), Thermogravimetry (TG) and X-Ray Diffraction.

3. Results and discussions

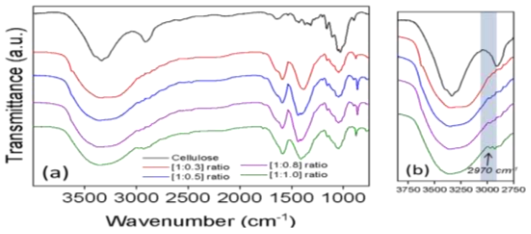


Fig. 1. *FTIR spectra of CNF before and after the functionalization.*

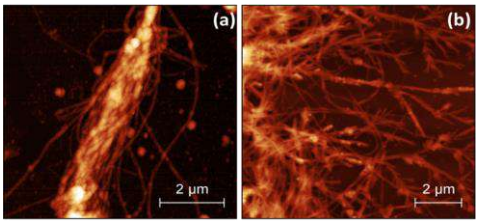


Fig. 2. *AFM images of 1:3 [OP]/[OH_{cel}].*

The success of the cellulose oxypropylation reaction was confirmed by the appearance of a discreate new peaks in the 2970 cm^{-1} region. The presence of those peaks are usually associated with the methyl groups due to the grafting of OP units, as can be seen in more detail in Figure 1b. Additionally, it is also possible to notice in Figure 1a the increase and broadening of the peak between 1171-1076 cm^{-1} related to the elongation of C-O-C bond of ether groups associated with the inclusion of the polyoxide of propylene, as well as the peak around 1375-1380 cm^{-1} also attributed to the methyl group of the polyol incorporated into the material [1]. The observed particles in figure 2a-b clearly present the characteristic aspect of long rod-like objects usually attributed to cellulose nanofibers in different stages of the defibrillation [2]. The height measurement of ca. 150 individual nanoparticles that provided an average diameter of 34 ± 19 nm. The process of functionalized cellulose nanofibrils obtained from cellulose oxypropylated sought to be as direct and easy as possible reducing in 33% the required number of cycles to obtain the CNFs.

4. References

[1] Gandini, et al. (2005). Polymer, 46(24), 10611-10613. doi:10.1016/j.polymer.2005.09.004
[2] Babi et al. (2022). ChemRxiv. Cambridge: Cambridge Open Engage.

5. Acknowledgements

Eurofarma, Suzano Papel e Celulose, PPGCM-So.

*Correspondent author: mario_henrique3@hotmail.com

CONJUNTO DE DADOS DE *ANNEALING* APLICADOS À TTF EM ZIRCÃO: ESTUDO DE CASO DE UMA AMOSTRA BRASILEIRA

Antonio Said Webbe Sales[1], Profa.Dra. Adriana de Oliveira Delgado Silva [1], Prof. Dr. Airton Natanael Coelho Dias[1]*,
[1]Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba SP.

1. Introdução

A Termocronologia por Traços de Fissão (TTF) é utilizada há décadas como técnica que possibilita a datação e inferência da história térmica de rochas em regiões de interesse geológico, a partir de diferentes minerais [1]. A TTF baseia-se na análise dos traços de fissão decorrentes da fissão ^{238}U em minerais que possuem em sua composição algumas dezenas de ppm de ^{238}U. Ao analisar-se os traços no mineral (densidade e o comprimento dos traços) é possível datar eventos geológicos e inferir a história térmica pelo qual a região foi submetida (e.g.; orogenias). Para esta última aplicação, estuda-se o encurtamento dos traços a partir de modelos cinéticos (i.e.; modelos de *annealing*) [2], que usam conjunto de dados para mostrar como o fenômeno interfere nos traços de fissão. Os conjuntos de dados em zircão existentes na literatura são de um mesmo grupo pesquisadores, sendo que 80% são de uma mesma amostra (Nisatai Dacite - NST) e 95% são de amostras do Japão. Com base nisso, foi obtido um novo conjunto de dados de *annealing* com zircões de uma amostra brasileira (Poços de Caldas, Minas Gerais, Brasil). Este conjunto de dados é mais abrangente e avalia tanto os parâmetros de tempo/temperatura, quando os parâmetros anisotrópicos e composicionais da amostra.

2. Materiais e Métodos

A amostra escolhida (ZPC) tem idade Mesozóica (~80 Ma). Duas alíquotas foram preparadas: uma contendo somente traços de fissão espontâneos (^{238}U) e outra somente com traços de fissão induzidos (^{235}U). Ambas as alíquotas foram submetidas a experimentos de aquecimento, por 1, 10 e 100 horas a temperatura entre 500 e 800 °C.

3. Resultados e Discussão

Os resultados mostraram os traços de fissão da amostra ZPC têm comportamento compatível com os da amostra comumente utilizada pela comunidade científica. O novo conjunto de dados de *annealing* da amostra brasileira foi aplicado a modelos de *annealing* e tem potencial como fonte de dados para reconstrução de histórias térmicas em regiões de interesse geológico. Além disso, a análise (futuramente) do comportamento dos traços espontâneos e induzidos permitirá a realização de estudos comparativos a fim de investigar alguma variação de comportamento entre os traços.

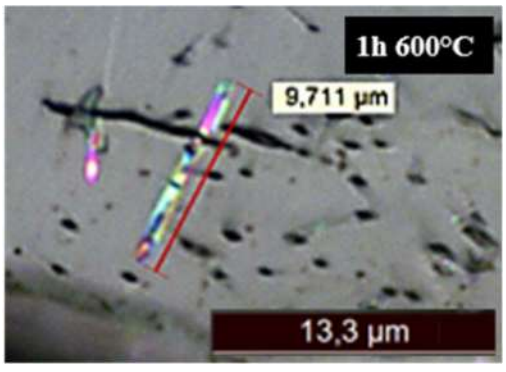


Fig.1. Traço de fissão, amostra ZPC induzida

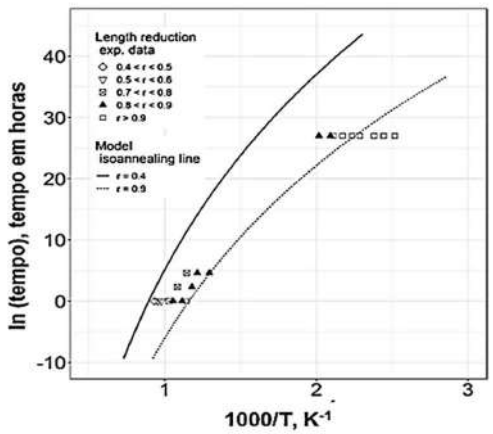


Fig.2. Diagrama de Arrhenius, amostra ZPC induzida

4. Referências

[1] – Tagami, Takahiro; O'Sullivan, Paul B. *Fundamentals of Fission-Track Thermochronology*, v.58, n.1,p.19-47 Reviews in mineralogy and geochemistry, s.l., (2005).

[2] – Bigazzi, Giulio. Length of fission tracks and age of muscovite samples, v.3, p.434-438, Earth and Planetary Science Letters, s.l., (1967).

Agradecimentos (opcional)

Agradeço ao Governo Federal pela CAPES e a FAPESP (processos 2014/13792-5, 2017/12208-6) que forneceram suporte financeiro para a realização desta pesquisa.

*Autor correspondente: antonio.sales@estudante.ufscar.br

DISPOSITIVOS ELETRÔNICOS BASEADOS EM FILMES FINOS DE ESTRUTURAS METAL-ORGÂNICAS DE SUPERFÍCIE PARA DETECÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS VOLÁTEIS

Thamiris Cescon dos Santos[1,2]*, Carlos Cesar Bof Bufon[1,2]
[1]Universidade Estadual Paulista (UNESP) – Sorocaba, SP
[2]Centro de Pesquisa em Grafeno e Nanomateriais (MackGraphe) da Universidade Presbiteriana Mackenzie – São Paulo, SP

1. Introdução

Estruturas metal-orgânicas ou *MOFs* (acrônimo do inglês *Metal-Organic Frameworks*) são polímeros de coordenação altamente porosos e cristalinos. Filmes finos dessas estruturas podem ser monoliticamente montados em superfície e são chamados de *SURMOFs* (do inglês *Surface-Mounted Metal-Organic Frameworks*). Os *SURMOFs* possuem, entre outras propriedades, um alto grau de ordenamento estrutural e densidade de defeitos ajustável [1]. Devido a sua grande área de superfície e sítios ativos abundantes e acessíveis, os *MOFs* vêm sendo incorporados em diferentes campos de pesquisa como catálise, separação e adsorção de gás, armazenamento e conversão de energia e sensores de gás/químicos [2]. Neste trabalho exploramos e reportamos as propriedades promissoras dos *MOFs/SURMOFs* para detecção de diferentes gases, mais especificamente de compostos orgânicos voláteis (*VOCs*). Para isso, filmes finos de *HKUST-1* (ou *MOF-199*) foram integrados em arquiteturas de dispositivos eletrônicos. Os dispositivos foram submetidos a diferentes atmosferas controladas de *VOCs* enquanto a resposta elétrica era monitorada afim de relacionar as diferentes atmosferas com diferentes desempenhos elétricos.

2. Materiais e Métodos

Os filmes finos (< 20 nm) de *HKUST-1* foram sintetizados por meio do método *LBL* (do inglês *layer-by-layer*). A arquitetura dos dispositivos eletrônicos em escala reduzida (i.e., micro e nanofabricação) foi projetada utilizando técnicas já bem estabelecidas como a litografia óptica e a engenharia de tensões mecânicas. Depois de fabricados, os dispositivos tiveram seus desempenhos elétricos monitorados sob atmosferas compostas por diferentes gases e sob diferentes condições de saturação de moléculas.

3. Resultados e Discussão

A Fig. 1 ilustra a integração bem sucedida do *SURMOF* na arquitetura de junção vertical. Além disso, a técnica de autoenrolamento de nanomembranas demonstrou ser um método eficiente para a realização de contato elétrico com materiais porosos e flexíveis como os *MOFs*. Da caracterização elétrica (Fig. 2), observa-se uma mudança na amplitude da corrente e na histerese da curva de corrente em função da tensão para diferentes atmosferas e umidades relativas do ar (esse comportamento está relacionado com o tamanho das moléculas, a sua polaridade e a taxa de disfusão nos poros do MOF).

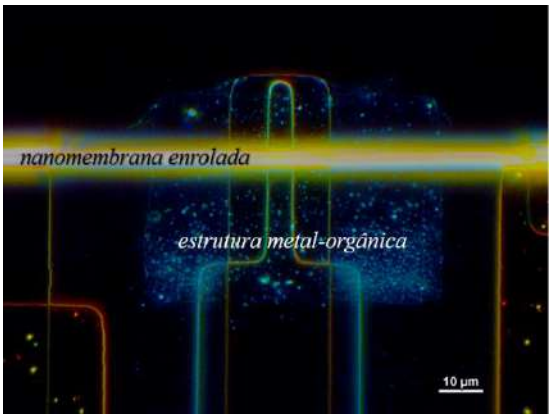


Fig. 1. *Imagem de Microscópio Óptico no modo Dark Field – Região ativa do dispositivo.*

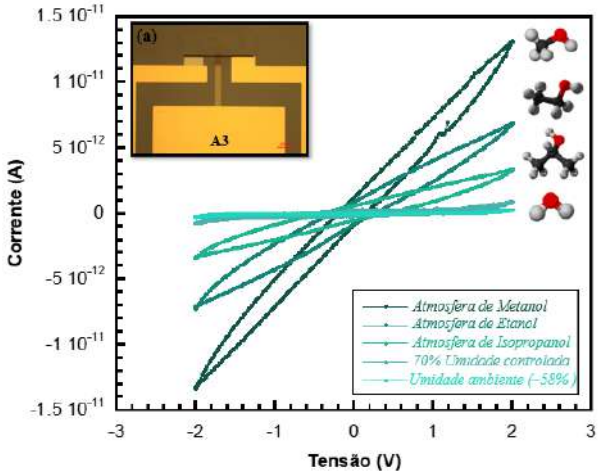


Fig. 2. *IxV para diferentes atmosferas saturadas: atmosfera de Metanol, Etanol, Isopropanol e Água.*

4. Referências

[1] – Heinke, L. and Wöll, C. *Surface-Mounted Metal-Organic Frameworks: Crystalline and Porous Molecular Assemblies for Fundamental Insights and Advanced Applications*, Adv. Mater., **31**, 1806324 (2019);
[2] – Majhi, S. M., et. al. *Metal-organic frameworks for advanced transducer based gas sensors: review and perspectives*, Nanoscale Adv., **4**, 697 (2022).

*Autor correspondente: carlos.bufon@mackenzie.br

DOPAGEM DE ÓXIDO DE TITÂNIO ATRAVÉS PROCESSO PEO E A ANÁLISE DA CAPACIDADE FOTOCATALÍTICA

Uanderson M. Garcia1, Francisco Trivinho-Strixino*1
1 Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba,
Sorocaba – SP *2*

1. Introdução

O aumento populacional nos grandes centros urbanos e a constante evolução da indústria causam ameaças significativas ao meio ambiente devido ao seu potencial de poluição, com isso, a preocupação com a preservação/ recuperação ambiental tem aumentado, principalmente no que diz respeito ao tratamento de água [1]. Estudos e desenvolvimento de óxidos semicondutores para fotocatálise e degradação de poluentes são cada vez mais utilizados principalmente devido ao seu relativo baixo custo e reaproveitamento dos dispositivos utilizados [2]. A dopagem de óxidos pode reduzir a perda energética e minimizar o fenômeno de recombinação elétron-buraco, potencializando as propriedades do semicondutor, contribuindo assim para o desenvolvimento de novos materiais capazes de degradar poluentes presentes na água.

2. Materiais e Métodos

Para síntese dos semicondutores foram utilizadas amostras de titânio puro grau 2 - Astm F67, com posterior tratamento por oxidação eletrolítica assistida por plasma PEO. Sal metálico contendo Ni foi adicionado ao eletrólito para dopagem in situ da camada de óxido durante o tratamento de superfície. Após a síntese das amostras, foram realizados testes fotocatalíticos de solução de azul de metileno sob radiação UV e investigar o desempenho da fotodegradação. Além disso, as amostras foram caracterizadas morfológicamente por MEV e sua composição química analizada por EDS.

3. Resultados e Discussão

O percentual de dopagem de Ni aumentou a medida que se elevou a densidade de corrente, e o maior percentual ocorreu quando se utilizou uma densidade de corrente de 50 mA.com^{-2}, conforme mostrado na fig.1. À medida que a quantidade de níquel aumentou, houve também um aumento na resposta fotocatalítica, porém, a partir da condição de 40 mA.com^{-2}, houve uma diminuição na degradação, conforme pode ser observado na fig.2. Esse fenômeno pode estar associado com as mudanças de fases na camada de óxido, devido as condições mais extremas, a medida que a densidade de corrente aumenta.

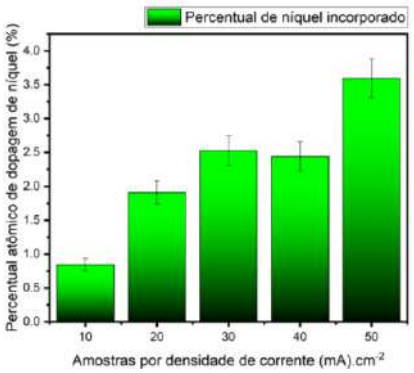


Fig. 1. *Gráfico percentual (EDS) de incorporação de níquel em titânia. (Fonte: o autor*

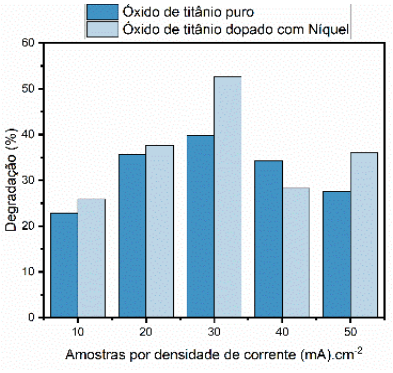


Fig. 2. *Gráfico de fotodegradação em radiação UV do azul de metileno sob a influência da titânia pura e da titânia dopada com níquel. (Fonte: o autor).*

4. Referências

1] P. Favia and R. D'Agostino, Surf. & Coat. Tech., **98**, 1102-1106, (1998).
[2] F. Parrino, *et al. . Catalysis Reviews, 61:2, 163-213*, (2019).

Agradecimentos (opcional)

Capes, Fapesp, Cnpq, UFSCar, PPGCM.

*Autor correspondente: fstrixino@ufscar.br

EFEITO DOS NANOTUBOS DE CARBONO OBTIDOS POR PECVD NA VIABILIDADE CELULAR

Larissa Solano de Almeida[1*], Kaique Gomes Hergesel[2], Giovanna Gonçalves Nascimento[2], Elaine Conceição de Oliveira[2], Marcos Dorigão Manfrinato[1,2], Luciana Sgarbi Rossino[1,2]

[1] Universidade Federal de São Carlos, PPGCM, UFSCar Campus Sorocaba, Sorocaba-SP

[2] Faculdade de Tecnologia do Estado de São Paulo (Fatec Sorocaba), CEETEPS, Sorocaba-SP

1. Introdução

As nanoestruturas de carbono, como os nanotubos de carbono (*CNTs*) são destaques em pesquisas devido à grande variedade de aplicações em potencial, incluindo as aplicações inovadoras na biomedicina. Tendo em vista que os estudos de nanoestruturas de carbono estão em expansão, são encontrados poucos estudos que abordam a biocompatibilidade e toxicidade desses materiais [1]. Deste modo o objetivo deste trabalho é estudar a viabilidade celular dos *CNTs* obtidos pela técnica de *Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition* (*PECVD*).

2. Materiais e Métodos

Para o processo de ablação a plasma, utilizou-se como substrato níquel (Ni) submetido a uma mistura de gases de argônio (Ar - 80%) e hidrogênio (H_2 - 20%) a uma pressão de trabalho de 2,00 torr, com 350 V por 1 h. As nanoestruturas de carbono foram obtidas pela técnica de PECVD com os gases precursores de metano (CH_4), H_2 e Ar em um fluxo total de 235 sccm, com 700 V por 15 min. As caracterizações das nanoestruturas que foram obtidas por Espectroscopia Raman e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET). O efeito da citotoxicidade foi avaliado pela viabilidade celular por MTT (L929 e B16F10).

3. Resultados e Discussão

As nanoestruturas obtidas apresentaram um espectro Raman com bandas D, G e 2D, características de estruturas compostas por carbono, e caracterizando como nanotubos de carbono de paredes múltiplas defeituoso (*DMWCNTs*), conforme mostrado na Fig.1. Na Fig. 2 (a), observa-se as estruturas de tubos com múltiplas paredes com a presença de defeitos ao longo dos tubos, corroborando com a análise de Raman. Já na Fig. 2 (b) é possível observar os resultados de viabilidade celular. Podemos ver que os *DMWCNTs* não afetam a viabilidade de células não tumorais (fibroblasto murino-L929). No entanto, o contrário acontece quando analisamos a linhagem tumoral B16F10, na qual a viabilidade celular é afetada quando os *DMWCNTs* são internalizados. Os resultados mostram boas perspectivas para a aplicação dos *DMWCNTs* obtidos por plasma nas áreas biomédica e biológica.

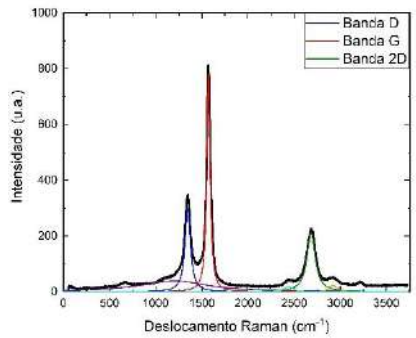


Fig. 1. *Espectro Raman de DMWCNTs.*

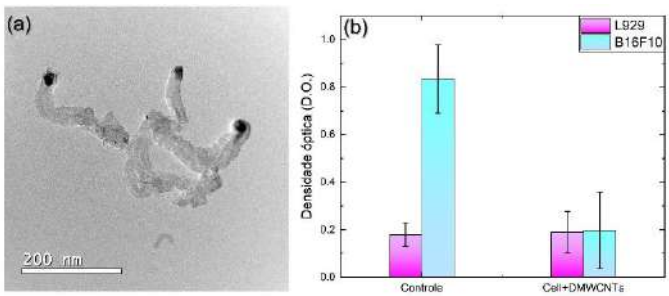


Fig. 2. *(a) Imagem de MET dos DMWCNTs; (b) Densidade óptica para o controle e célula + DMWCNTs L929 e B16F10.*

4. Referência

[1] M. De Nicola *et al.*, *Effect of different carbon nanotubes on cell viability and proliferation*, J. Phys. Condens. Matter, vol. 19, no. 39, p. 395013, (2007).

Agradecimentos

Os autores agradecem a UNICAMP, USP e CAPES (001) pelo apoio financeiro.

*Autor correspondente: solano.larissa@gmail.com

EFEITO DOS TRATAMENTOS DUPLEX DE NITROCEMENTAÇÃO E DEPOSIÇÃO DE FILMES DLC DOPADOS COM N E Si NAS PROPRIEDADES TRIBOLÓGICAS DO AÇO M2

Miguel Rubira Danelon[1]*, Marcos Dorigão Manfrinato[1,2], Luciana Sgarbi Rossino[1,2]
[1]Universidade Federal de São Carlos – UFSCar – Campus Sorocaba
[2]Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – FATEC – Sorocaba

1. Introdução

Tratamentos duplex se configuram como a junção de tratamentos de superfície com o intuito de resolver problemas encontrados em tratamentos indiviudais como por exemplo trincas e destacamento das camadas e filmes devido a diferença de ductilidade entre as camadas e o substrato. São comuns tratamentos duplex utilizando tratamentos termoquímicos de nitrocementação com filmes DLC para obtenção da combinação de alta dureza superfícial e em profundiade da amostra. Com o intuito de melhorar as propriedades do filme, é realizad a dopagem com outros elementos como Si e N [1]. O objetivo deste trabalho é avaliar as propriedades tribológicas do aço M2 com filmes DLC convencional, dopado com Si e N, nitrocementação e duplex de nitrocementação + DLC-Si.

2. Materiais e Métodos

Tratamentos a plasma foram realizados utilizando uma fonte DC pulsada. Antes dos tratamentos, um tratamento de ablação com uma mistura gasosa de 80%Ar/20%H_2 por 1h. As nitrocementações foram realizados com mistura gasosa de 80%N_2/15%H_2/5%CH_4, fluxo gasoso de 750sccm durante 6h. Filmes DLC foram depositados pela técnica de PECVD. Antes dos filmes DLC, foi depositado um filme de organosilicone, com mistura gasosa de 70%HMDSO/30%Ar por 15min. Filmes DLC, DLCN e DLC-Si foram depositados utilizando misturas gasosas de 90%CH_4/10%Ar e 30sccm, 70%CH_4/30%N_2 e 40sccm e 90%CH_4/8%Ar/2%HMDSO e 30sccm respectivamente. Tratamentos duplex consistem na junção da nitocementação com filme DLC-Si. A temperatura dos tratamentos foi por volta de 200ºC por 2h. Testes de micro-desgaste abrasivo por esfera fixa foram realizados variando tempo em 120, 300, 600, 900, 1200, 1500 e 1800s, com carga de 8N.

3. Resultados e Discussão

A Fig. 1 apresenta o volume de desgaste pela distância percorrida de todas as amostras. É possível verificar que todos os tratamentos se mostraram superiores em relação ao material base (MB), devido a formação de camadas compostas e filmes finos na superfície de alta dureza que promovem alta resistência ao desgaste ao material. Nota-se uma melhor resistência dos filmes DLC, DLC-Si, da camada NITC e do tratamento duplex. A Fig. 2 compara estes tratamentos em específico, em que é possível verificar que os tratamentos de DLC-Si e nitrocementação + DLC-Si se destacaram. Isto pode ser justificado pela presença do silício no filme que promove a estabilização das hibridizações sp^3 aumentando a dureza do filme. Os tratamentos duplex apresentaram este comportamento devido a combinação da camada composta com este filme DLC. É interessante observar também que o tratamento duplex foi pior ao longo de todo o ensaio, porém no final foi similar ao filme DLC, devido a camada composta abaixo do fime DLC-Si. Tais resultados apresentam que a dopagem dos filmes DLC com silício e o tratamento duplex são extremamente efetivos para melhorar as propriedades tribológicas do aço M2.

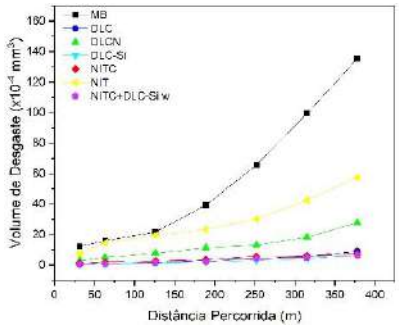


Fig. 1 – *Volume de desgaste x Distância percorrida*

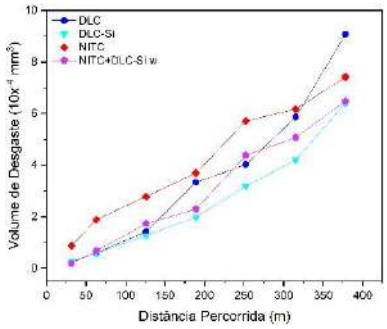


Fig. 2 – *Ampliação volume de desgaste x distância percorrida*

4. Referências

[1] – Dalibon, E.L. et al. Wear resistance of nitrided and DLC coated PH stainless steel, v.255, p,22-27, set 2014.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES (001) pelo apoio financeiro.

*Autor correspondente: miguelrubida@gmail.com

Estudo da deposição de multicamadas do filme DLC dopado com nitrogênio

Cesar A. Antonio Jr.[1]*, Marcos D. Manfrinato[2], Luciana S. Rossino[1, 2]

[1]*Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) – Campus Sorocaba*
[2]*Faculdade de Tecnologia de Sorocaba (FATEC) – Campus Sorocaba*

1. Introdução

Os filmes de carbono tipo diamante (DLC) depositado pela técnica PECVD melhora as propriedades superficiais dos materiais. Entretanto, a aderência dos filmes é baixa em superfícies metálicas. A realização da deposição de uma fina camada intermediária de silício hidrogenado amorfo (a-Si:H) é usada como interface entre o filme de carbono amorfo e o substrato metálico. A dopagem de nitrogênio na estrutura dos filmes de DLC, proporciona a formação de um filme com menores tensões residuais e a adesão do filme ao substrato é facilitada [1]. O objetivo do trabalho é a realização das deposições dos filmes de carbono amorfo hidrogenado na formação de monocamadas e multicamadas, variando a deposição entre o filme DLC e o filme DLC dopado com nitrogênio, a fim de formar filmes espessos com alta aderência ao aço inoxidável 321H, e averiguar as propriedades microestruturais, a adesão e o resistência ao desgaste dos filmes.

2. Materiais e Métodos

As amostras de aço inoxidável 321H foram polidas e lavadas em banho ultrassónico, e acopladas em reator hermeticamente vedado para aplicação do método de deposição PECVD com fonte DC-Pulsada. Primeiramente foi realizado uma limpeza por ablação a plasma com 50%Ar e 50%H_2, em sequência, a deposição da intercamada de Si com composto de 70%HMDSO e 30%Ar, e para deposição do filme de carbono amorfo (DLC) utilizou 10%Ar e 90% CH_4, e na deposição do DLC dopado com nitrogênio (DLCN), utilizou 70%CH_4 e 30% N_2. Também realizou a deposição em gradiente do filme DLC dopado com nitrogênio até formar o filme DLC (DLC Grad). Os filmes foram caracterizados por análise visual, análise da estrutura físico-química avaliada por metalográfica no MEV e EDS, espectroscopia Raman e espectroscopia FTIR, ensaio de adesão e resistência ao desgaste.

3. Resultados e Discussão

A deposição do filme de DLC e DLCN tem uniformidade na superfície das amostras, e a espectroscopia raman demonstrou banda na região 1300 cm^{-1}, característico de materiais grafíticos, e banda na região 1500 cm^{-1}, indicado para materiais como diamante. As deposições exibem elevada resistência ao desgaste em relação ao material base, observado na Fig.1. O filme DLCN apresentou adesão superior em relação ao filme DLC, representado na Fig.2. A deposição dos filmes multicamadas, apresentou a formação de arcos elétricos e delaminação, entretanto, demonstraram uma aderência razoável ao substrato, aumentando a resistência ao desgaste em relação ao material estudado. O filme DLC Grad, apresenta melhores resultados de adesão e resistência ao desgaste em comparação as outras deposições, por motivo da junção das propriedades dos filmes DLCN e DLC.

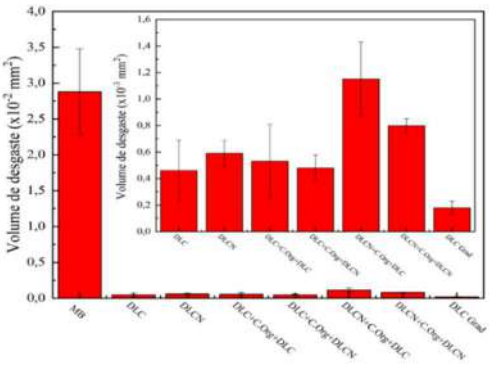


Fig. 1 *Gráfico de volume de desgaste.*

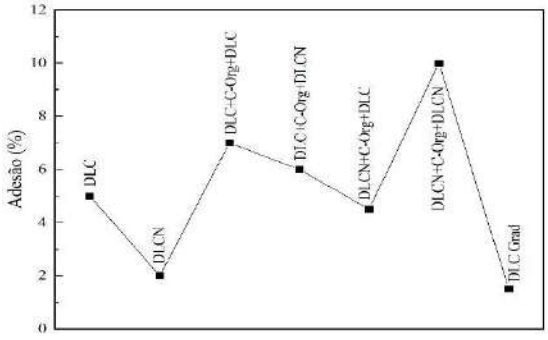


Fig. 2. *Porcentagem de adesão dos filmes no substrato.*

4. Referência

[1] – Capote, G., Effect of amorphous silicon interlayer on the adherence of amorphous hydrogenated carbon coatings deposited on several metallic surfaces. Surface and Coatings Technology, *344, 644–655,* 2018.

Agradecimentos

O Autor agradece a CAPES (nº 797983) e FATEC-SO por disponibilizar o laboratório.

*cesar.augustoantoniojr@hotmail.com

ESTUDO DA BORETAÇÃO A PLASMA COM DIFERENTES PARÂMETROS DE PASTA SÓLIDA NA LIGA TI6AL4V

Felipe Lopes Fonseca da Silva[1]*, Larissa Solano de Almeida[1],
Marcos Dorigão Manfrinato[1,2] e Luciana Sgarbi Rossino[1,2]
[1]Universidade Federal de São Carlos – PPGCM – Sorocaba/SP
[2]Faculdade de Tecnologia "José Crespo Gonzales" – Sorocaba/SP

1. Introdução

O processo de boretação é um dos principais tratamentos termoquímicos, e tem como objetivo o endurecimento superficial através da difusão do boro no substrato. Este tratamento pode ser realizado nos 4 estados da matéria, sólido, líquido, gasoso e a plasma. A princípio, assim como no método gasoso, a boretação a plasma possui excelentes resultados na literatura, como espessura de camada, dureza, resistência a corrosão e desgaste, porém sua complexidade aumenta, pois são utilizados gases como H_2B_6 (diborano), BCl_3 (tricloreto de boro) e BF_3 (trufluoreto de boro), que são tóxicos, explosivos e corrosivos, se tornando um processo caro e complexo. Visando corrigir este problema, pastas ricas em boro foram desenvolvidas e estudadas, mantendo o sistema de tratamento a plasma, através de gases como argônio e hidrogênio, mas utilizando a pasta como agente boretante [1]. O objetivo deste trabalho é realizar a boretação a plasma no Ti6Al4V utilizando diferentes pastas desenvolvidas.

2. Materiais e Métodos

As pastas foram desenvolvidas utilizando os agentes boretantes Ekabor 2® e Borax ($Na_2B_4O_7$), e carbeto de silício (SiC) como estabilizador, em diferentes proporções (Tabela 1). As amostras de 10x10x10mm da liga de Ti6Al4V foram preparadas metalograficamente, cobertas com as pastas e levadas ao sistema a plasma. A boretação a plasma foi realizada em 650ºC por 3 horas, utilizando fluxo gasoso de 500sccm, distribuídos em 40% H_2 (hidrogênio), 40% N_2 (nitrogênio) e 20% Ar (argônio). Após o tratamento, as amostras foram cortadas, preparadas metalograficamente e analisadas através do MEV (microscópio eletrônico de varredura) para visualizar a camada desejada, realizando a medição da espessura da camada e a microdureza superficial com carga de 0,1kgf.

3. Resultados e Discussão

A difusão do boro foi eficaz, com a obtenção das camadas desejadas em todas as condições, apresentadas na Figura 1, sendo 1 o substrato e 2 a camada obtida. Através das caracterizações apresentadas na Tabela 1, é possível identificar a maior espessura na amostra da pasta 1 e a menor espessura da amostra da pasta 4, sendo assim, quanto maior a concentração do agente boretante na pasta, consequentemente sua espessura será maior. Na microdureza superficial todas as amostras tratadas apresentaram dureza superior se comparado ao material base (340,8 ± 14,3HV), identificando maior dureza na amostra da pasta 2 que possui concentração de borax superior, e identificando que conforme o borax vai diminuindo nas outras pastas, sua dureza também fica menor.

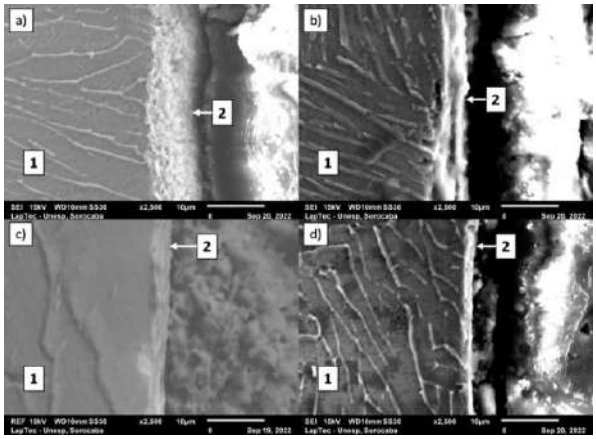


Fig. 1 – Camadas obtidas após a boretação a Plasma a) Pasta 1, b) Pasta 2, c) Pasta 3 e d) Pasta 4.

Composição das Pastas (%)			
Pasta	**Ekabor**	**Borax**	**SiC**
1	80	20	-
2	-	100	-
3	-	70	30
4	-	30	70

Amostra	**Espessura da camada (μm)**	**Microdureza Superficial (HV)**
Pasta 1	7,433 ± 0,463	480,5 ± 49,4
Pasta 2	4,031 ± 0,517	804,2 ± 76,7
Pasta 3	3,055 ± 0,407	663,9 ± 86,6
Pasta 4	1,669 ± 0,173	460,6 ± 31,1

Tab. 1 – Composição química das pastas, espessura das camadas obtidas e microdureza superficial.

4. Referências

[1] GUNES, I.; ULKER, S.; TAKTAK, S. Kinetics of plasma paste boronized AISI 8620 steel in borax paste mixtures. **Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces**, v. 49, n. 5, p. 567–573, 15 set. 2013.

*Autor correspondente: felipesilva@estudante.ufscar.br

FILMES NB_2O_5 PRODUZIDOS POR OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA A PLASMA E DOPAGEM ANÓDICA COM RESÍDUO DE LAMA VERMELHA

Araujo, Patrícia S.[1], Batista, Jonata R. D. [1], Mendonça, Vagner R.[2], Trivinho-Strixino, Francisco[1]*
[1]Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba
[2]Instituto Federal – Itapetininga

1. Introdução

A oxidação eletrolítica de plasma (PEO) é uma técnica de processamento de materiais na qual um potencial de alta voltagem é aplicado entre dois eletrodos. Durante o PEO, com o aumento da espessura da camada de óxido, ocorre o fenômeno de ruptura dielétrica, causando microdescargas em toda a superfície do substrato. A camada de óxido produzida nestas condições pode apresentar características interessantes, como alta resistência mecânica ou fotoatividade [1]. Além disso, as condições de processamento, como a composição, a concentração dos reagentes ou a temperatura do eletrólito, afetam a composição e a morfologia dos filmes produzidos, consequentemente afetando também suas propriedades [2]. Este trabalho trata da investigação do eletrólito de base e posteriormente da inserção de Lama Vermelha, no processo de PEO para a produção de filmes de Nb_2O_5.

2. Materiais e Métodos

Substratos de Nióbio foram anodizados em soluções eletrolíticas de $C_2H_2O_4$, H_3PO_4 e KOH utilizando um sistema composto por uma fonte de corrente contínua em regime galvanostático e controle de temperatura do eletrólito. Em seguida, diferentes porcentagens (massa/volume) de Lama Vermelha foram adicionadas à solução de $C_2H_2O_4$, e novos filmes foram produzidos sob os mesmos parâmetros de síntese do trabalho anterior. As amostras foram caracterizadas por técnicas como microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectrometria de energia dispersiva (EDS), difração de raios X (DRX) e espectroscopia de refletância difusa (DRS). A fotoatividade foi investigadas através de testes de fotodegradação de uma solução aquosa de Azul de Metileno (MB).

3. Resultados e Discussão

Diferentes curvas de Voltagem (V) x Carga (C) foram observadas durante o processo de síntese de acordo com os diferentes eletrólitos utilizados. As micrografias indicaram a formação de filmes porosos (Fig.1), com maior densidade de poros no filme produzido em solução de ácido oxálico. Através dos difratogramas, observou-se a formação de Nb_2O_5. O cálculo de bandgap dos filmes para as amostras produzidas em soluções de $C_2H_2O_4$, H_3PO_4 e KOH, apresentou valores de 3,08, 3,35 e 3,19 eV, respectivamente. A amostra anodizada na solução eletrolítica contendo 0,1 mol.L^{-1} de $C_2H_2O_4$ apresentou atividade fotocatalítica com significativa degradação do corante Azul de metileno. Após a adição de Lama Vermelha ao eletrólito, houve uma mudança na resposta eletroquímica durante a síntese, e elementos como Al e Fe foram encontrados nos filmes produzidos.

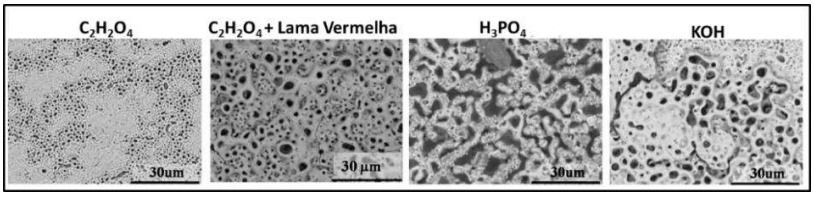


Fig. 1. *Micrografias de amostras produzidas em diferentes soluções eletrolíticas.*

4. Referências

[1] Yerokhin, A. L.; Nie, X.; Leyland, A.; Matthews, A.; Dowey, S. J. Plasma electrolysis for surface engineering. Surface & coatings technology, v. 122, p. 73–93, (1999).

[2] Santos, J. S.; Trivinho-Strixino, F.; Pereira, E. C. The influence of experimental conditions on the morphology and phase composition of Nb-doped ZrO_2 films prepared by spark anodization. Corrosion science, v. 73, p. 99–105, (2013).

Agradecimentos

Este trabalho recebeu apoio das seguintes agências: FAPESP (# 2010 / 10813-0), CNPq (# 443125 / 2014-7 e # 408250 / 2016-0) e CAPES (# 1838556).

*Autor correspondente: *fstrixino@ufscar.br

HIGH-PERFORMANCE ULTRATHIN MOLECULAR RECTIFYING DIODES BASED ON ORGANIC/INORGANIC INTERFACE ENGINEERING

Carlos V. S. Batista[1,2,3*], Leandro Merces[2], Davi H. S. De Camargo[1,3], Carlos A. R. Costa[1], and Carlos C. Bof Bufon [1,2,3].

[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]Graphene and Nanomaterials Research Center (MackGraphe), Mackenzie Presbyterian University, 01302-907 São Paulo, SP, Brazil

1. Introduction

Decades of development have brought to this day the ability of efficiently controlling the molecular devices′ rectification ratio (RR) –, i.e., the ratio of forward/reverse current – by varying, for example, the molecule structure, or selecting different substrate electrode materials.[1] The state-of-the-art molecular device capable of converting AC signal into direct current (DC) has RR < 10^3, and operates with a ≈18% retention at a 50 Hz frequency.[2] Therefore, engineering the local electronic properties of molecular devices may offer a powerful approach to improve or adjust the charge transport capability of organic/inorganic interfaces on-demand.

2. Materials and methods

Before the 10 nm-thick CuPc sublimation, 10 nm-thick M film are patterned and deposited on top of the nanomembrane (NM) device bottom contact, forming the M bottom electrode (in this case, M = Au, Ni, Cr, Ti). The patterned samples are then immersed in H_2O_2 aqueous solution for the selective removal of the GeO_x sacrificial layer (SL). The SL removal promotes the rNM release, resulting in a self-rolled top electrode, giving rise to M/CuPc/Au heterostructures. The AFM characterization is performed in tapping mode, with a Si cantilever (75 kHz resonance) with Pt/Ir coated tip. The topography of each sample is acquired simultaneously to the KPFM measurement in a Park NX10 equipment. The I–V and J–E characteristics of the M/CuPc/Au devices are evaluated using a Keithley 4200 SCS. The frequency responses are acquired by a Tektronix TDS 20224B oscilloscope, whereas the input sinusoidal signal is applied using a Keysight 33600A function generator.

3. Results and discussion

Our AFM-KPFM methodology provides the means to explain the ultrathin M/CuPc/Au diode's electronic properties, allowing us to evaluate each device interface in practice. Figure 1a exhibits the vacuum level shifts calculated for thin and ultrathin CuPc films grown on Au, Ni, Cr*, and Ti* electrodes as a function of thickness. In Figure 1b, we find that the output profiles (V_{output}) depend on the M/CuPc/Au diode, and often exhibit a background signal, i.e., a DC voltage. Furthermore, V_{output} demonstrates that our diodes have the capability of rectifying the AC signal, offering DC outputs for a wide range of f. The Cr*/CuPc/Au heterostructures displayed a rectification ratio of 10^4 and f_{-3dB} = 10 MHz proving to be a prominent candidate to push forward the development of organic/inorganic HWRs based on ultrathin films.

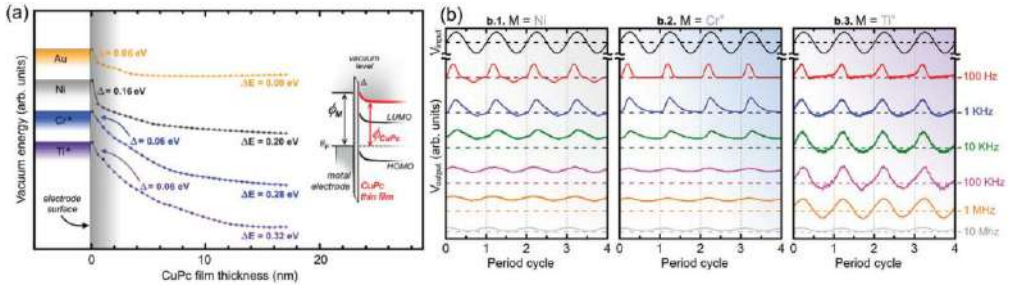


Figure. 1. *a) Interface dipole and band bending (in the vacuum level) of CuPc films grown on different bottom electrodes. b) Output curves of M/CuPc/Au at f from 100 Hz to 10 MHz. The dashed baselines are related to Voutput = zero.* [3]

4. References

[1] – Chen, X., Roemer, M., Yuan, L., Du, W., Thompson, D., del Barco, E., Nijhuis, C. A. Nat. Nanotechnol., 12, 797, (2017).
[2] – Nijhuis, C. A., Reus, W. F., Siegel, A. C., Whitesides, G. M. J. Am. Chem. Soc., 133, 15397 (2011).
[3] – Batista, C.V.S., Merces, L., Costa, C.A.R., de Camargo, D.H.S. and Bufon, C.C.B. Adv. Funct. Mater., 32, 6, (2022).

Acknowledgements

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.

*Carlos Vinicius Santos Batista: carlos.santos@nanolmackenzie.br

INVESTIGAÇÃO DO FENÔMENO OSCILATÓRIO NA SÍNTESE DE FILMES DE NB_2O_5 em PEO

J. R. D. Batista [1]*, P. S. Araujo[1], F. Trivinho-Strixino [1].
[1]Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba

1. Introdução

O trabalho visa investigar o fenômeno oscilatório em processos de anodização por oxidação eletrolítica assistida a plasma (PEO), buscando entender o mecanismo de formação do filme em condições especificas de aparecimento natural das oscilações. O processo PEO tem sido amplamente utilizada devido as propriedades que pode conferir aos filmes óxidos como excelente resistência ao desgaste, biocompatibilidade e aplicações fotocatalíticas [1].

Um comportamento oscilatório semelhante foi estudado em anodizações de silício em condições brandas, porém não há estudos desse fenômeno nas condições estudadas, abrindo margem para investigações mais aprofundados sobre o fenômeno [2]. Desta forma, o trabalho tem como intuito averiguar como esse comportamento oscilatório interfere nos filmes óxidos formados, correlacionar as curvas de anodização com as características dos filmes e elucidar alguns dos mecanismos envolvidos na formação do filme nessas condições.

2. Materiais e Métodos

O sistema para realizar PEO no substrato de nióbio é composto por uma fonte DC com capacidades máximas de 1100V e 1A. Registradores de sinais (E-Corder) conectados a um computador para registro de curvas de tensão vs tempo em regime galvanostático, reator de vidro com banho termostatizado e contra eletrodos de platina. As condições de síntese foram: temperatura do eletrólito 15°C, densidade de corrente de 10mA/cm^2, eletrólito de ácido oxálico 0,1mol/L. O processo foi encerrado em diferentes instantes de tempo para investigar o mecanismo de formação e crescimento do filme. Para caracterização e estudo da morfologia dos filmes óxidos utilizou-se o microscópio eletrônico de varredura (MEV).

3. Resultados e Discussão

Os resultados preliminares indicam que antes do fenômeno oscilatório o filme óxido apresentou uma superfície com poros de menor tamanho (A), em instantes dentro de uma única oscilação foram observados poros com tamanho maiores e superfícies com diversas rachaduras (B1, B2 e B3), e posteriormente poros com tamanhos menores novamente após o primeiro ciclo (C), conforme a Figura 2. Esse comportamento pode indicar que o durante crescimento do há um mecanismo responsável por selar as rachaduras e reduzir o tamanho dos poros. O fenômeno oscilatório pode ser causado pelo descolamento do filme óxido na interface metal/óxido e posterior reconstrução, como proposto pela literatura para óxidos de silício [2].

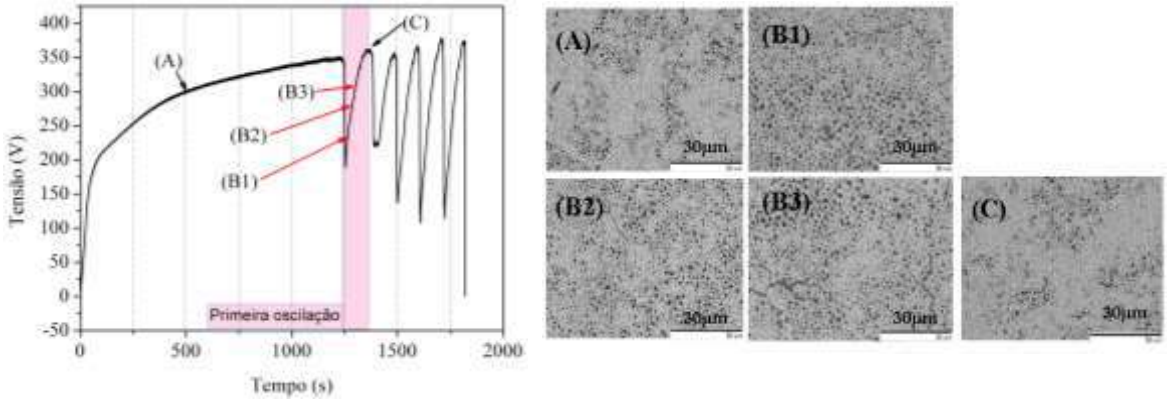


Figura. 1. Curva cronopotenciométricas com imagens do filme em diferentes instantes de tempo.

Vale ressaltar que se trata de um estudo em andamento, sendo necessário análises da seção transversal do filme e a análise de pontos internos da segunda oscilação. Além disso, planeja-se utilizar o espectrofotômetro UV-Vis para determinação de bandgap das amostras, e o difratômetro de raios-x (DRX) para análise da estrutura cristalina.

4. Referências

[1] Lu, X. Et al. Plasma electrolytic oxidation coatings with particle additions – A review. Surface & Coatings Technology, v. 307, p. 1165-1182, 2016.

[2] Parkhutik, V.; Matveeva, E. Observation of new oscillatory phenomena during the electrochemical anodization of silicon. Electrochemical and Solid-State Letters, v. 2 n. 8, p. 371-374, 1999.

*Autor correspondente: jonata@estudante.ufscar.br

SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE ZrO_2 E ZrO_2/Fe^{3+} POR MÉTODO SOLVOTÉRMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS

Guilherme Manassés Pegoraro[1]*, Giovanni Miraveti Carriello[1], Thais de Agrella Janolla[1], Giovanni Pimenta Mambrini[1]

[1]*Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais – PPGCM-So/Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba*

1. Introdução

Pesquisas com nanomateriais têm se intensificado nas últimas décadas, podendo modificar propriedades físico-químicas de compostos à medida que suas dimensões são alteradas [1]. Características como atividade catalítica e ferromagnetismo podem ser aprimoradas de maneira a aplicar compostos em catálise, pigmentos e até células a combustível sólido. Destaca-se o método solvotérmico como rota de síntese, que possibilita a obtenção do nanomaterial suspenso no solvente [1]. Neste trabalho, sintetizou-se nanopartículas de zircônia puras e dopadas com Fe^{3+} com incidência de micro-ondas, reduzindo o tempo de reação em relação à chapa de aquecimento.

2. Materiais e Métodos

A rota de síntese foi adaptada da literatura e feita a 170 °C [1]. Como precursores, utilizou-se propóxido de zircônio, cloreto de ferro(III) e álcool benzílico como solvente. As nanopartículas foram caracterizadas por um difratômetro de raios-X Shimadzu XRD-6100 e um microscópio eletrônico de varredura (MEV) Hitachi TM3000.

3. Resultados e Discussão

As reações realizadas permitiram a obtenção de ZrO_2 e ZrO_2/Fe^{3+} tanto em chapa de aquecimento – amostras pura PC1 e com ferro FC1 - quanto nas reações assistidas por micro-ondas – amostras puras PM2 e PM3. Com base na Fig. 1 e nas fichas JCPDS para as fases tetragonal (JCPDS: 79-1771) e cúbica (JCPDS: 27-991) da zircônia, é possível verificar que os difratogramas indicam um início de cristalização do material em alguma dessas fases, especialmente nas amostras PC1 e FC1 [1]. A amostra PM3, cuja síntese foi 10 minutos mais longa em relação a PM2, aparentou ter iniciado o processo de cristalização, indicando que reações de mais tempo no micro-ondas podem favorecer tal fenômeno, além da possibilidade de calcinação para cristalizar [2]. A imagem de MEV (Fig. 2) indicou que o material pode se aglomerar, e existem partículas cujas dimensões são menores do que micrômetros, podendo ser caracterizadas posteriormente também por MEV com maior resolução.

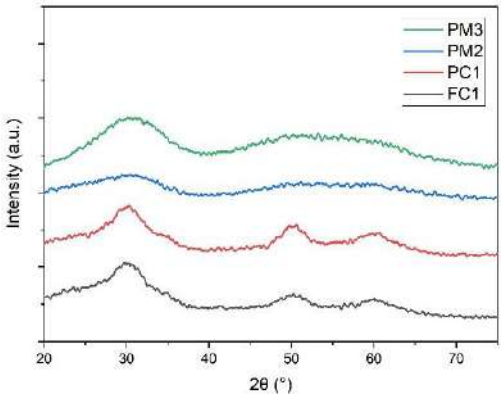


Fig. 1. *Difratogramas das nanopartículas sintetizadas.*

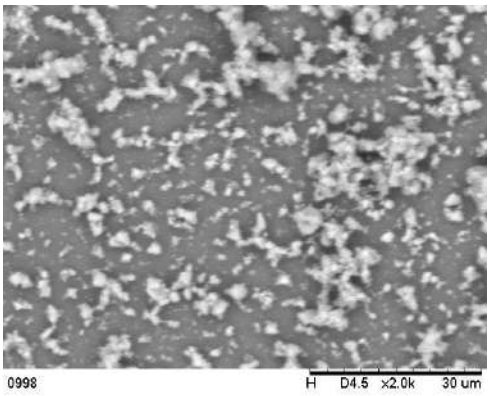


Fig. 2. *Imagem de MEV da amostra PM3.*

4. Referências

[1] - Garnweitner, G. et al. Large-Scale Synthesis of Organophilic Zirconia Nanoparticles and their Application in Organic-Inorganic Nanocomposites for Efficient Volume Holography. Small, v. 3, n. 9, p. 1626-1632, (2007).
[2] - Dwivedi, R. et al. Microwave assisted sol–gel synthesis of tetragonal zirconia nanoparticles. Journal of Alloys and Compounds, v. 509, n. 24, p. 6848–6851, 2011.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) – Código de Financiamento 001.

*Autor correspondente: guilherme.ms.pegoraro@gmail.com

SÍNTESE E APLICAÇÃO DE V_2O_5 NA ADSORÇÃO DE CORANTES EM ÁGUA

Thaís A. Rodrigues[1]*, Douglas M. S. D. Duque[2], Vagner R. de Mendonça[1,2]
[1]UFSCar – Campus Sorocaba
[2]IFSP – Campus Itapetininga

1. Introdução

O crescimento exponencial da população nas últimas décadas teve por consequência diversos impactos negativos ao meio ambiente. Dentre eles, destaca-se a contaminação de água potável por efluentes da indústria têxtil. Uma das formas para minimizar esse impacto é através da utilização de adsorventes, que transferem o corante do meio aquoso para sua superfície [1]. Dentre as possibilidades de adsorventes, o V_2O_5 se destaca, pois, além de ter as características superficiais adequadas para esse tipo de aplicação, também é um semicondutor, com energia de *band gap* em torno de 2,3 eV [2]. Dessa forma, pode ser aplicado também em processos fotocatalíticos, sendo este um método amplamente utilizado na degradação de compostos orgânicos, já que é considerado uma forma limpa de tratamento [3]. Assim, esse trabalho visou estudar a aplicação de V_2O_5 obtido pelo método hidrotérmico na descoloração de soluções aquosas contendo os corantes Rodamina B (RhB) e Azul de Metileno (MB) sob radiação UV e sem a incidência de luz.

2. Materiais e Métodos

A metodologia para obtenção de $V_2O_5 \cdot nH_2O$ segue roteiro similar ao relatado por Avansi *et al* [4], no entanto a proporção molar de V_2:H_2O_2 foi alterada, sendo assim, foi utilizado 0,159 g de V_2O_5 (Synth - 98 %), dissolvido em H_2O_2 (Dinâmica – 35 %), na proporção molar 1:164 de V_2O_5:H_2O_2. Então a solução foi completada com água destilada até 130 mL e tratada em reator hidrotérmico à 150 ºC por 24 h. A solução obtida foi levada para estufa a 80 ºC e o sólido resultante macerado. Os testes fotocatalíticos foram conduzidos em um fotoreator acoplado com lâmpadas germicidas (UVC-15 W Osram), com sistema de refrigeração, que consiste em um banho termostático (FISATOM®) e um cooler. As concentrações iniciais dos corantes RhB e MB foram 5 e 10 $mg.L^{-1}$, respectivamente. Foram utilizados 20 mL de volume para cada corante e 5 mg de fotocatalisador. O decaimento da concentração dos corantes foi efetuado por espectrofotometria no UV-vís, aplicando-se o espectrofotômetro FEMTON600 S. O decaimento percentual da concentração do corante foi calculado pela Lei de Lambert-Beer.

3. Resultados e Discussão

O material obtido neste trabalho apresentou alta capacidade adsortiva enquanto esteve no escuro em contato com o composto, para ambos os corantes (RhB e MB). Em relação ao MB, após 30 minutos a concentração do corante decaiu para próximo de zero sem ativação com luz. Já para a RhB, esta decaiu para cerca de 50 % do valor inicial. Ao incidir radiação UV, a concentração continuou decrescendo, indicando processo fotocatalítico. Ainda são necessários mais estudos, principalmente realizar o isoterma de adsorção para quantificar a capacidade máxima de adsorção deste material, no entanto, o valor obtido já se demonstra promissor, especialmente comparado ao da literatura, obtido pela mesma rota de síntese [5].

4. Referências

[1] – Abdullah, T.A.; Juzsakova, T.; Rasheed, R. T.; Salman, A. D.; Adelikhah, M.; Cuong, L. P.; Cretescu, I. *V_2O_5 Nanoparticles for dyes removal from water*, vol. 16, Chemistry Journal of Moldova, *[s/l]*, 16 dez. 2021.
[2] – Le, T. K.; Kang, M.; Kim, S.W. *A review on the optical characterization of V_2O_5 micro-nanostructures*, vol. 45, Ceramics International, *[s/l]*, 1 maio 2019.
[3] – Gisbertz, S.; Pieber, B. *Heterogeneous photocatalysis in organic synthesis*, vol. 4, ChemPhotoChem, *[s/l/]*, 21 fev. 2020.
[4] – Avansi, W.; Ribeiro, C.; Leite, E. R.; Mastelaro, V. R. V*anadium pentoxide nanostructures: An effective control of morphology and crystal structure in hydrothermal conditions*, vol. 9, Crystal Growth & Design, *[s/l]*, 26 maio 2009.
[5] – Avansi, W.; Mendonça, V. R.; Lopes, O. F.; Ribeiro, C. *Vanadium pentoxide 1-D nanostructures applied to dye removal from aqueous systems by coupling adsorption and visible-light photodegradation*, vol. 5, RSC Advances, *[s/l]*, 9 jan. 2015.

Agradecimentos (opcional)

Os autores agradecem a CAPES pela bolsa concedida.

*Autor correspondente: thaisaprodrigues3@gmail.com

SÍNTESE SOLVOTÉRMICA DE CATALISADORES A BASE DE COBRE PARA APLICAÇÃO NA REDUÇÃO DE CO_2

Jéssica Cristina de Almeida [1]*, Cauê Ribeiro [2],Gelson T.S. Tavares [2], Letícia V. Savazi [3], Douglas M.S. Del Duque [3], Vagner Romito de Mendonça [1,3]
[1] *Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) – Sorocaba, SP, Brasil*
[2]*EMBRAPA Instrumentation, São Carlos, SP*
[3] *Instituto Federal de São Paulo (IFSP) – Itapetininga, SP, Brasil*

1. Introdução

A conversão do CO2 em produtos de maior valor agregado é considerada sustentável e promissora, podendo contribuir na resolução da crise do aquecimento global e da crescente demanda energética. Essa conversão é possível por processos catalíticos, entre eles a fotocatálise heterogênea. Dentre os maiores desafios deste processo, tem-se o desenvolvimento de catalisadores que apresentem alta seletividade e baixo custo. Neste contexto, o cobre se destaca como catalisador, sendo capaz de promover a formação de hidrocarbonetos e álcoois. O presente trabalho teve como objetivo, sintetizar e caracterizar catalisadores a base de cobre para aplicação na fotorredução de CO_2, verificando a influência da adição de monoetanolamina no ambiente de síntese.

2. Materiais e Métodos

A síntese dos catalisadores foi realizada pelo aquecimento de uma solução 0,05 M de acetato de cobre preparada em álcool etílico dentro de um reator solvotérmico por 20 horas a 110 ºC. [1] Modificações da síntese foram realizadas pela adição de diferentes concentrações de monoetanolamina (MEA) à solução de acetato de cobre. A MEA pode interagir com o catalisador promovendo a funcionalização de sua superfície ou ainda promovendo a redução do CuO, material formado durante a síntese sem modificação. O produto de síntese foi caracterizado via DRX, FTIR e XPS e aplicado na fotorredução de CO_2, tendo seus produtos quantificados por cromatografia gasosa e RMN.

3. Resultados e Discussão

A Fig.1 apresenta os dados de DRX. O material formado pela síntese sem adição de MEA (RSCuO) apresentou picos correspondentes a CuO, enquanto a adição de MEA durante a síntese dos catalisadores afetou a composição dos materiais, formando misturas de Cu_2O e Cu. O aumento da a concentração de MEA em cada síntese causou a redução do catalisador a Cu, isso se deve à formação de compostos redutores gerados pela degradação da MEA.[2] As amostras foram aplicadas na fotorredução de CO_2, apresentando seletividade de 70% para a formação de metanol na condição de síntese de 2:3 M Cu:MEA a 110ºC por 10 horas, como mostra a Fig.2.

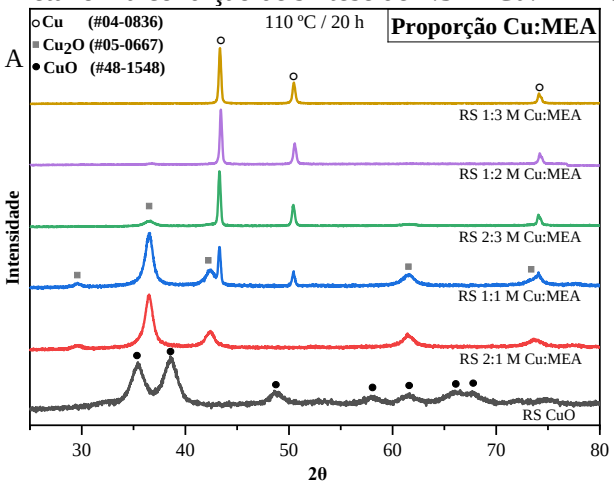


Fig. 1. *DRX das amostras sintetizadas em reator solvotérmico com diferentes proporções de Cu e MEA.*

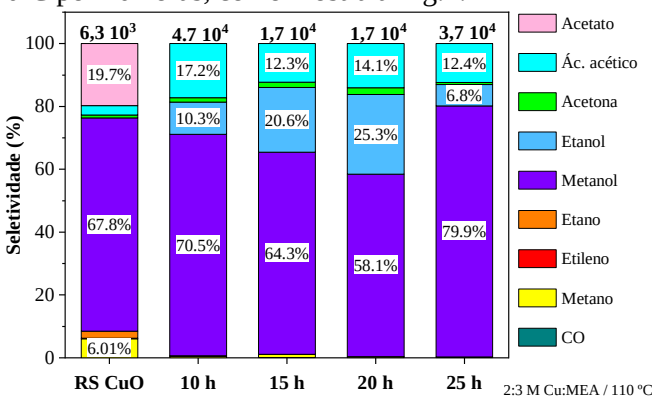


Fig. 2. *Seletividade dos catalisadores estudados durante o processo de fotorredução de CO2 conduzida por 5 horas em luz UV com amostras de na proporção 2:3M Cu:MEA sintetizadas a 110ºC com variação de tempo de reação.*

4. Referências

[1] Nogueira, A. E. et al. CuO synthesized by solvothermal method as a high-capacity adsorbent for hexavalent chromium, volume 498, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects (2016).
[2] Badillo-Ávila, M. A. et al. Cu2O thin films obtained at low temperature by mono-ethanolamine decomposition in open atmosphere, volume 85, Materials Science in Semiconductor Processing (2018).

Agradecimentos
CAPES (código 001), CNPq (processos 468956/2014-0 e 409904/2016-3), UFSCar, IFSP e Embrapa Instrumentação.

*Autor correspondente: j.cristinal@outlookl.com

SESSÃO IV - Polímeros / Compósitos:

ANÁLISE COMPARATIVA DA CAPACIDADE DE INTUMESCIMENTO DE HIDROGÉIS A BASE DE AMIDO DE MANDIOCA E ARARUTA COM E SEM REFORÇO DE NANOFIBRILA DE CELULOSE

Hernandez, Cécile Chaves[1,2]*, Pereira, Robson Valentim[3], de Menezes, Aparecido Junior[1]

[1]Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais - PPGCM/Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba.
[2]Faculdade de Tecnologia de Sorocaba (Fatec) – Sorocaba/SP
[3] UFRJ, Campus Macaé, Macaé - Rio de Janeiro, Brasil.

1. Introdução

Os hidrogéis, devido à sua estrutura tridimensional (3D) porosa, possuem a capacidade de intumescer, absorvendo água e outros fluidos, propriedade muito importante quando se tem a intenção de utilizá-lo no campo da agricultura [1,2]. A aplicação dos hidrogéis tem crescido devido suas propriedades únicas, incluindo alto desempenho mecânico e hidrofílico, podendo ser utilizado para diversas finalidades [1]. O presente estudo traz como proposta o preparo de hidrogéis através de duas fontes distintas de amido, mandioca (MAN) e araruta (ARA)/goma xantana e, MAN e ARA/goma xantana juntamente com nanofibrilas de celulose (CNFs), reticulados ionicamente e duplamente reticulados, para futura análise da capacidade de intumescimento dos respectivos hidrogéis obtidos.

2. Materiais e Métodos

Foram utilizados amido de araruta nativa (Universidade Politécnica da Catalunha - UPC) e amido de mandioca comercial da marca Pinduca, goma xantana, nanofibrilas de celulose (Suzano Papel & Celulose) e os reagentes utilizados foram: Cloreto de Alumínio (Sigma Aldrich), Glutaraldeído em solução 25% (Sigma Aldrich) e Persulfato de Potássio (Sigma Aldrich). Os amidos foram retrogradados, dispersados juntamente com goma xantana, seguido de reticulação iônica e covalente [3].

3. Resultados e Discussão

Nas Figuras 1 e 2 observam-se as curvas de intumescimento dos hidrogéis de mandioca e araruta respectivamente, onde nota-se que o maior poder de intumescimento é do hidrogel MAN-RI, 205 % de ganho de massa, enquanto para MAN-DR é de 95 %, sendo esse resultado é atribuído a rede mais compacta formada pela dupla reticulação [3]. A presença das CNFs reduziu o poder de intumescimento de MAN_CNF-RI para 112 % se comparado a MAN-RI, o que também foi observado para o hidrogel de amido/nanocristais de celulose estudado por González *et al.* [4]. Após 180 min. imersa em água a amostra de ARA-RI aumentou sua massa em 170 %, enquanto que a ARA-DR aumentou apenas 100%.

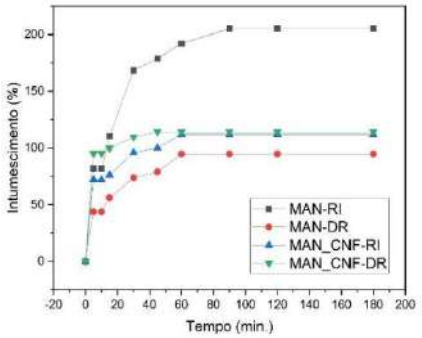


Fig. 1. Curvas de intumescimento das amostras MAN-RI e MAN-DR, MAN_CNF-RI e MAN_CNF-DR nos tempos de 5, 10, 15, 30, 45, 60, 90, 120 e 180 min.

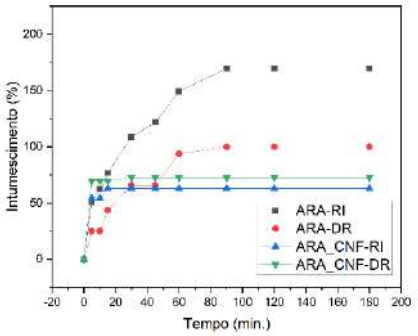


Fig. 2. Curvas de intumescimento das amostras ARA-RI e ARA-DR, ARA_CNF-RI e ARA_CNF-DR nos tempos de 5, 10, 15, 30, 45, 60, 90, 120 e 180 min.

4. Referências

[1] AOUADA, F. A. *et al.* Preparation and characterization of novel micro- and nanocomposite hydrogels containing cellulosic fibrils. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 59, n. 17, p. 9433–9442, 2011.
[2] SPAGNOL, C. *et al.* Superabsorbent hydrogel nanocomposites based on starch-g-poly(sodium acrylate) matrix filled with cellulose nanowhiskers. **Cellulose**, v. 19, n. 4, p. 1225–1237, 2012.
[3] OLIVEIRA CARDOSO, V. M. DE *et al.* Development and characterization of cross-linked gellan gum and retrograded starch blend hydrogels for drug delivery applications. **Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials**, v. 65, p. 317–333, 2017.
[4] GONZÁLEZ, K. *et al.* The role of cellulose nanocrystals in biocompatible starch-based clicked nanocomposite hydrogels. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 143, p. 265–272, 2020.

*Autor correspondente: cecichaveshernandez@hotmail.com

ANÁLISE DA INFLUÊNCIA DO GRAU DE INTUMESCIMENTO NA BIODEGRADAÇÃO DE HIDROGÉIS DE ÁLCOOL POLIVINÍLICO (PVA)

Joelen O. Silva[1]*, Karina C. Palmezani[2], André M. Senna[3], Vagner R[1,2]. Botaro
[1]Universidade Federal de São Carlos - UFSCar – Sorocaba - SP
[2]Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP – Ouro Preto – MG
[3]Universidade de Sorocaba – UNISO – Sorocaba - SP

1. Introdução

Os polímertos biodegradáveis são polímeros que podem ser degradados pela ação de microrganismos como bactérias, fungos e algas, sendo necessárias condições ideais de temperatura, pH, umidade e disponibilidade de oxigênio [1-2]. Uma vez que a molécula é detectada pelos mecanismos de sinalização do microsganismo, enzimas específicas são produzidas e excretadas para o meio, assim, inicia-se a quebra de ligações químicas específicas, resultando na liberação de monômeros que podem ser utilizados pelo microrganismo como fonte de carbono para seu crescimento e/ou proliferação [1-3], de forma que em média 50% do carbono quebrado da cadeia polimérica se incorpora ao solo sob a forma de húmus e biomassa, a qual é utilizada como nutriente pelos microsganismos e 50% é liberado sob a forma de CO_2 [4].

Com o aumento dos problemas ambientais resultantes do descarte irregular de plásticos e com a descoberta da disceminação dos microplásticos, faz-se necessário o desenvolvimento de polímeros biodegradáveis, em especial quando destinam-se a aplicações como a agricultura. Foram sintetizados hidrogéis inéditos de álcool polivinílico (PVA) com o intuito de aplicálos futuramente para liberação de nutrientes NPK em solo de plantações. Neste contexto, foi avaliada a biodegradação destes hidrogéis em respirômetros de Bartha, assim como a influência do grau de intumescimento dos mesmos na biodegradação.

2. Materiais e Métodos

A análise de biodegradação ocorreu de acordo com a norma NBR 14283 de 1999 [4], que trata-se da determinação da biodegradação pelo método respirométrico.

3. Resultados e Discussão

Os resultados demonstraram que quanto maior o grau de entrecruzamento dos hidrogéis, menor foi a taxa de biodegradação, sendo tanto devido a maior quantidade de ligações cruzadas presentes quanto ao maior porcentual de intumescimento. Assim, verificou-se que a emissão de CO_2 foi inversamente proporcional à densidade de ligações cruzadas, o que sugere que as ligações cruzadas presentes nos hidrogéis dificultam o ataque enzimático às cadeias poliméricas. Além disso, o grau de intumescimento é outro parâmetro importante, pois quanto maior o percentual de intumescimento dos hidrogéis, menor foi a taxa de biodegradação, devido às ligações de hidrogênio entre as moléciulas de água e os grupos hidroxila presentes na cadeia principal dos hidrogéis. Ao analisar a biodegradação adicionando quantidades diferentes de água ao sistema, essa característica foi confirmada, demonstrando que em sistemas com maior quantidade de água a biodegradação ocorreu de forma mais lenta. Verificou-se assim, que tanto o PVA quanto os hidrogéis derivados do mesmo, os HPVAs, são biodegradáveis mas em taxas diferentes, o que era esperado, uma vez que o PVA é um polímero termoplástico e os hidrogéis são polímeros termorrígidos e, portanto, possuem características distintas.

4. Referências

[1] De Paoli, M. *Degradação e Estabilização de Polímeros*, 2ª versão on-line (revisada), 2008.
[2] Araúji, B. A. *et al*. *A aplicação de polímeros biodegradáveis como uma alternativa sustentável*. Research, Society and Development, v. 10, n. 9, ed. 49010918248, 2021. DOI: http://dx.doi.org/10.33448/rsd-v10i9.18248
[3] Costa, C. Z. *et al. Degradação microbiológica e enzimática de polímeros: uma revisão*. Química Nova, vol. 38, N°. 2, p. 259-267, 2015. DOI: http://dx.doi.org/10.5935/0100-4042.20140293.
[4] NBR 14283 de 1999: *Resíduos em solos - Determinação da biodegradação pelo método respirométrico*.

*Autor correspondente: joelenosmari@gmail.com

AVALIAÇÃO DE PROPRIEDADES DE TRAÇÃO DE FILMES POLIMÉRICOS A BASE DE AMIDO DE MILHO COM INCORPORAÇÃO DE BAGAÇO DE CEVADA TRATADOS QUÍMICA E TERMICAMENTE

Maria Natália Castanho[1]*, Karen S. do Prado[1], Jane M. F. de Paiva[1]
[1] Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba

1. Introdução

A crescente busca por matérias-primas provenientes de fontes renováveis vem destacando o uso do amido como um polímero natural e biodegradável, substituindo os polímeros sintéticos, porém os filmes de amido apresentam, geralmente, baixos valores de propriedades mecânicas [1]. Uma opção para a melhoria das propriedades dos polímeros é o uso de cargas de reforço, podendo ser sintéticas ou naturais [2]. Entre as cargas mais comumente utilizadas estão as fibras vegetais tratadas em solução alcalina e as cargas à base de carbono como o biochar, que é um material carbonáceo renovável obtido através da pirólise de resíduos [2-3].

2. Materiais e Métodos

Os filmes foram preparados utilizando o amido de milho, bagaço de cevada, glicerol como plastificante e água deionizada. Para o tratamento alcalino, o bagaço de cevada que foi previamente moído e peneirado em peneiras de 35 e 100 *mesh*, foi tratado em solução de hidróxido de sódio (NaOH 5%), por 30 minutos. O tratamento térmico foi realizado pela pirólise do bagaço, utilizando uma mufla, durante 3 horas, em temperatura de 400ºC. Os filmes foram preparados utilizando 10% em massa de amido, 5% de glicerol e 1% de reforço, utilizando um aparelho micro-ondas para aquecimento até a gelificação do amido. Na sequência, os filmes foram moldados por *tape-casting* e secos em estufa a 30°C. Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos, marca EMIC, modelo DL 10000, utilizando célula de carga de 20 Kgf, separação entre garras de 50 mm e velocidade de 5 mm/min, conforme a norma ASTM D882.

3. Resultados e Discussão

A tabela 1 apresenta os valores de resistência à tração e valores de deformação até a ruptura. A melhoria alcançada pelo tratamento alcalino nas fibras de bagaço de cevada está relacionada à alteração das ligações de hidrogênio que unem toda a estrutura, aumentando assim a rugosidade das fibras e promovendo o aumento da adesão na interface entre as fibras e a matriz [4]. Os resultados dos ensaios revelaram que as fibras de bagaço de cevada tratadas em solução alcalina, atuaram como reforço, contribuindo para a elevação dos valores de resistência mecânica à tração dos biocompósitos em relação aos filmes poliméricos de amido sem a incorporação de fibras.

Amostra	Tensão Máx. (MPa)	Deformação (%)
A10G5	1,37±0,11	38,58±5,73
A10G5C1-35	1,16±0,85	21,48±1,33
A10G5C1-100	1,32±0,11	16,10±0,82
A10G5CT1-35	1,28±0,16	24,08±1,88
A10G5CT1-100	1,54±0,07	26,04±1,21
A10G5B1-400	1,37±0,08	25,92±0,78

Tabela 1: *Valores de resistência à tração e de deformação dos filmes ensaiados até a ruptura.*

4. Referências

[1] - Fazeli, M., et al. *Preparation and characterization of starch-based composite films reinforced by cellulose nanofibers*. International Journal of Biological Macromolecules, vol. 116, editora Elsevier, Irã (2018).
[2] - Ali, A. *Preparation and characterization of starch-based composite films reinforced by corn and wheat hulls.* Applied Polymer, vol. 134, editora Wiley, China (2017).
[3] - Wang, S. *Preparation, modification and environmental application of biochar: A review.* Journal of Cleaner Production, vol. 227, editora Elsevier, China (2019).
[4] - Hamidon, M. H., et al. *Effects of fibre treatment on mechanical properties of kenaf fibre reinforced composites: a review*, Journal of Materials Research and Technology, vol. 8, editora Elsevier, Malasia (2019).

*Autor correspondente: nataliacastanho92@gmail.com

Cellulose nanocrystals extracted from cultivated fibers in Amazon Forest: evaluation of the potential application in a nanocomposite

Samir L. Mathias[1], Marcelo de A. Pereira-da-Silva[2], Alessandra A. Lucas[3], Aparecido J. de Menezes[1*]
1 - Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais - PPGCM-So/Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba.
2 - DEMa/UFSCar, São Carlos - São Paulo, Brasil.
3 - IFSC/USP and UNICEP, São Carlos – São Paulo, Brasil.

1. Introduction

Created by *Instituto Nacional de Pesquisas da Amazonia* (INPA), the Amazon Phoenix Project tries to build a synergetic sustainable network between human activities and the remaining natural ecosystems aiming for harmonious economic development [1]. Jute (*Corchorus capsularis* L.*)* and Caesarweed (*Urena lobata* L.) are some of the fibers utilized on the project, the use of these lignocellulosic fibers leads to an interesting field of research that works as renewable material, like cellulose nanocrystals (CNCs) that can improve mechanical/thermal properties and biodegradability of matrices without generate a considerable increase in the cost of the process and making possible the development of value-added products, thus helping families who work with these fibers, the "Ribeirinhas" [2,3].

2. Experimentals

The biomass of jute and caesarweed were cut and grounded, the chemical composition was determined according to the TAPPI standards: T222 om-02 (insoluble lignin), T13 m-54 (soluble lignin), T211 om-93 (ash), T257 om-85 (holocellulose) and T203 cm-99 (alphacellulose). The CNC's extraction was made by an acid hydrolysis treatment using 64% (w/w) sulfuric acid at 50 °C during 10 min and was stopped by diluting 2 cubes of deionized ice. It was used for the material's characterization, Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), Elementary analysis (EA), Thermogravimetric analysis (TG), Scanning electron microscopy (SEM) and Atomic force microscopy (AFM).

3. Results and discussions

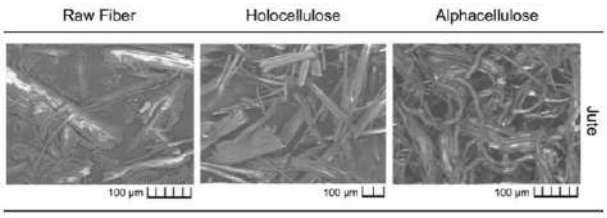


Fig. 1. Cellulose structures on SEM microscopies

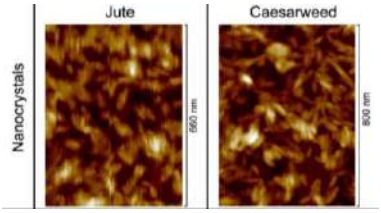


Fig. 2. CNCs from Jute and Caesarweed

Chemical compositions reveal the cellulose content, being 41% for Caesarweed and 49% for Jute, corroborating with the literature. FTIR results showed a reduction in the bands referring to hemicellulose and lignin, like 1370 cm^{-1} (phenolic OH) and 2900 cm^{-1} (hemicellulose CH), SEM microscopies indicate the compact structure on the raw fibers, micro holes on the lignin removed fibers and fibrillation on cellulose fibers (Fig. 1). The CNC extraction was proven by AFM images (Fig. 2) showing the classical rod-like form. TG analysis showed an increase on the onset temperature (raw → cellulose) but showed a reduction on the nanocrystal because of the ester sulfate groups addition. XRD showed and increase on crystallinity as expected because of the removal of amorphous phase. The aspect ratio and specific surface area of the extracted nanocrystals indicated, through some works, that they can be used on polymerics matrices to improve barrier properties.

4. References

[1] A.D. Nobre, Projeto Fênix Amazônico desenvolve novos materiais compósitos com fibras de árvores pioneiras da Amazônia, Blog. (2012) 1. http://fenixamazonico.blogspot.com/2012/05/projeto-fenix-amazonico-desenvolve.html (accessed December 6, 2020).

[2] R.H. Longaresi, A.J. de Menezes, M.A. Pereira-da-Silva, D. Baron, S.L. Mathias, The maize stem as a potential source of cellulose nanocrystal: Cellulose characterization from its phenological growth stage dependence, Ind. Crops Prod. 133 (2019) 232–240. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.02.046.

[3] K. da S. Araújo, H. dos S. Pereira, Políticas públicas e as fibras naturais: a experiência recente da cadeia produtiva da malva e juta amazônica, Rev. Ciências Agrar. - Amaz. J. Agric. Environ. Sci. 60 (2017) 60–69. https://doi.org/10.4322/rca.60102.

COMPORTAMENTO TERMOGRAVIMÉTRICO DA CASCA DE *Eucalyptus* E DO SEU BIOCHAR SOB CONDIÇÕES DE PIRÓLISE

Ariane Apª F. Pires[1]*, Luciana C. de Oliveira[1], Fábio M. Yamaji[1]
[1]Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba/SP

1. Introdução

O interesse pelo biochar tem crescido mundialmente e impulsionado pesquisas no Brasil. A biomassa vegetal é o principal material estudado para a produção desse produto obtido pela ação do aquecimento na ausência de O_2 [1]. No Brasil há um potencial de pesquisa devido às extensas áreas agroflorestais cultivadas, que geram vultosas quantidades de resíduos durante a colheita, processamento e beneficiamento [2]. O biochar foi produzido em quatro tratamentos, variando-se a temperatura (300°C, 350°C, 400°C e 450°C) com tempo de residência fixo de 2 horas. Desta forma, submeteu-se a casca de *Eucalyptus*, matéria-prima estudada para a produção de biochar a ser destinado ao solo, à análise termogravimétrica (TGA) para conhecer o comportamento térmico do material durante o processo de pirólise e do produto, o biochar obtido após carbonização da casca.

2. Materiais e Métodos

As análises termogravimétricas da casca de *Eucalyptus* e do biochar foram realizadas em equipamento Pyris 1TGA, marca Perkin Elmer. As condições de análise foram: atmosfera inerte (N_2), razão de aquecimento igual a 10°C.min^{-1} e fluxo de gás de 20 mL.min^{-1}. Foram realizadas análises dinâmicas (30°C à 900°C), em que o aquecimento ocorreu progressivamente; e análises isotérmicas, nas quais se manteve a amostra por 60 minutos nas respectivas temperaturas finais dos tratamentos testados: 300°C, 350°C, 400°C e 450°C.

3. Resultados e Discussão

Os resultados demonstraram haver modificações estruturais do material durante o processo de conversão termoquímica. A temperatura da taxa máxima de degradação (Tmáx) da casca de *Eucalyptus*, 380°C, foi determinada na curva DTG do ensaio dinâmico e comprovada na curva TG do ensaio isotérmico. Nessa temperatura caracteriza-se como a etapa de degradação da celulose, principalmente. Os produtos da pirólise (biochar) apresentaram aumento progressivo da estabilidade térmica observada desde o primeiro tratamento, em 300°C, em relação à casca *in natura*. Nas curvas isotérmicas visualizou-se que após atingir 400°C ocorre a estabilização do processo de perda de massa da casca, corroborando com o resultado da DTG no ensaio dinâmico.

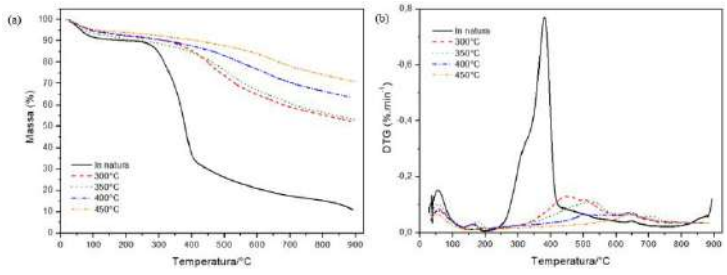


Fig. 1. Curvas Termogravimétricas (TG), (a), e Termogravimetria Derivada (DTG), (b) sob atmosfera inerte (N_2), da casca *in natura* e dos tratamentos com tempo de residência de 2h.

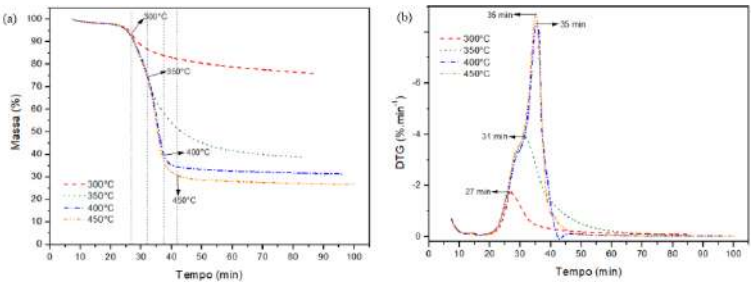


Fig. 2. Curvas isotérmicas da TG (a) e DTG (b) da casca de *Eucalyptus in natura* à 300°C, 350°C, 400°C e 450°C pelo período de 60 minutos em atmosfera inerte (N_2).

4. Referências

[1] LEHMANN, J; JOSEPH, S. *Biochar for Environmental Management: Science, Technology and Implementation*. 2 ed. New York: Routledge, 943 p., 2015.
[2] RÓZ, A. L.; RICARDO, J. F. C.; NAKASHIMA, G. T.; SANTOS, L. R. O.; YAMAJI, F. M. *Maximização do teor de carbono fixo em biocarvão aplicado ao sequestro de carbono*. Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental, v. 19, n. 8, p. 810–814, 2015.

Autor correspondente: arianepires@estudante.ufscar.br

DESENVOLVIMENTO DE FORMULAÇÕES DE POLÍMEROS BIODEGRADÁVEIS A PARTIR DA MODIFICAÇÃO DE DERIVADOS DO MILHO VIA EXTRUSÃO REATIVA

Paula Dias Lopes Santiago[1], Tamires de Souza Nossa [2] e Vagner Romito de Mendonça[1,2]

[1]Universidade Federal de São Carlos – Rodovia João Leme dos Santos, SP-264 - Sorocaba – SP
[2] Instituto Federal de São Paulo, Campus Itapetininga, Av. João Olímpio de Oliveira, 1561 - Itapetininga - SP

1. Introdução

Os polímeros sintéticos ou plásticos são materiais oriundos do petróleo que é uma fonte não renovável a curto prazo, apresentando resistência a degradação natural e, quando descartados no meio ambiente, demoram centenas de anos para se decomporem. Nesse contexto, estudos vêm sendo realizados para a substituição de polímeros sintéticos por polímeros biodegradáveis, em que a deterioração ocorre devido a ação de micro-organismos. Dentre os polímeros biodegradáveis pode-se destacar o amido, cujo destaque é a produção de blendas poliméricas de amido termoplástico (TPS) com outros polímeros. A transformação do amido em TPS ocorre devido a adição de um plastificante que penetra na estrutura cristalina do grânulo e destrói as ligações de hidrogênio das cadeias poliméricas [1]. Entretanto, o TPS possui a desvantagem de necessitar do processo de extração de amido, não aproveitando os produtos com menor beneficiamento oriundos da agroindústria [2].

Portanto, o objetivo desse trabalho foi investigar a utilização dos produtos do milho em sua forma bruta na fabricação de polímeros via extrusão reativa, empregando o glicerol como agente plastificante e o óleo de coco para melhorar as propriedades mecânicas e hidrofóbicas, possibilitando a aplicação desse polímero de fonte renovável e biodegradável como material de embalagem em substituição aos polímeros sintéticos que geram grande impacto ambiental.

2. Materiais e Métodos

Foi utilizado como base da matriz polimérica o milho pré-gelatinizado, adicionando o glicerol e óleo de coco para processamento do polímero via extrusão reativa. Foi realizada caracterização mecânica seguindo a norma ISO 527; análises térmicas foram efetuadas utilizando a Análise Termogravimétrica (TGA) e o ensaio de Calorimetria Diferencial Exploratória (DSC); caracterização química foi feita através da técnica de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR); e ensaio de absorção de umidade conforme a norma ASTM E 104.

3. Resultados e Discussão

A incorporação do óleo de coco na estrutura do amido pré-gelatinizado promoveu a formação do complexo amido-lipídico, o que conferiu ao material maior resistência a absorção de água e à tração quando comparado ao TPS. Com relação as propriedades térmicas, a introdução de óleo de coco promoveu uma redução na temperatura de degradação térmica cerca de 15°C em relação ao TPS.

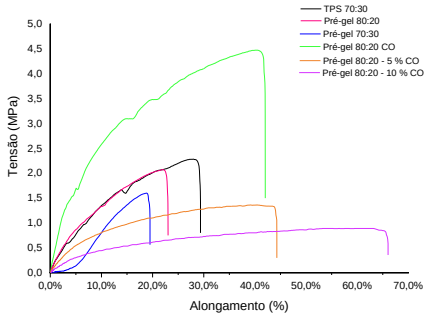


Fig. 1. Gráfico Tensão (MPA) x Alongamento – TPS, Pré-gel 80:20, Pré-gel 70:30, Pré-gel 80:20 CO, Pré-gel 80:20 - 5 %CO e Pré-gel 80:20 – 10%CO

4. Referências

[1] - Avérous, L. Biodegradable Multiphase Systems Based on Plasticized Starch: A Review. Journal of Macromolecular Science, C44, 231–274 (2004).

[2] - Miranda, Vinícius R., e Antonio J. F. Carvalho. Compatible blends of thermoplastic starch and low density polyethylene compatibilized with citric acid. Polímeros 21 (5): 353–60 (2011)

DETERMINAÇÃO DE MASSA MOLAR E TEOR DE AMILOSE DE AMIDO DE MANDIOCA POR VISCOSIDADE INTRÍNSECA E CALORIMETRIA EXPLORATÓRIA DIFERENCIAL

Henrique Solowej Medeiros Lopes[12]*, Daniel Komatsu[23], Aparecido Junior de Menezes[1]

[1]Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM) - Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba/SP
[2]Faculdade de Tecnologia de Sorocaba (Fatec) – Sorocaba/SP
[3]Pontifícia Universidade Católica (PUC) – Sorocaba/SP

1. Introdução

Com o aumento das pesquisas em materiais a base de amido, cresce também o interesse em metodologias de determinação de suas principais propriedades. O amido é composto pelo monômero da D-glicose conectados por ligações glicosídicas 1→4 α-D-glicose com diferentes conformações; i. Amilose, uma molécula linear e; ii. Amilopectina, uma molécula ramificada, nas ligações 1→6 α-D-glicose. A composição dessas moléculas no amido variam de acordo com a fonte, mas giram em torno de 20:80 (amilose/amilopectina) e sua determinação é de grande importância tecnológica, principalmente para conhecimento das cinéticas de retrogradação [1, 2].

2. Materiais e Métodos

Foi utilizado o amido de mandioca da marca Pinduca Indústria Alimentícia Ltda. O solvente utilizado foi o Dimetil Sulfóxido (DMSO) da marca Synth. Para a medição de massa molar, foi utilizado o viscosímetro Cannon-Fenske tamanho 100. Para a medição do teor de amilose, foi utilizado o equipamento DSC 25 da TA Instruments (EUA) e a L-α-Lisofosfatidilcolina da Sigma-Aldrich. Foi utilizada a equação de Mark-Houwink-Kuhn-Sakurada ($[\eta] = KM^{\alpha}$) para o cálculo da massa molar. Para a determinação da amilose, foi utilizada a equação ($\%amilose = \Delta H_{obtido}/\Delta H * 100$) [1, 2].

3. Resultados e Discussão

Observa-se na Figura 1 o pico de fusão do complexo formado pela amilose com L-α-Lisofosfatidilcolina. Na Figura 2, apresenta-se o gráfico de viscosidade reduzida pelas concentrações, extrapolando-se $c \rightarrow 0$ têm-se a viscosidade intrínseca.

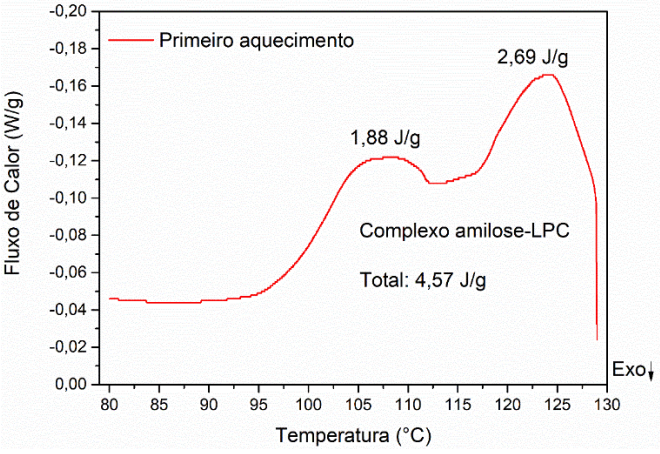


Fig. 1. Picos de entalpia de fusão do complexo amilose-LPC

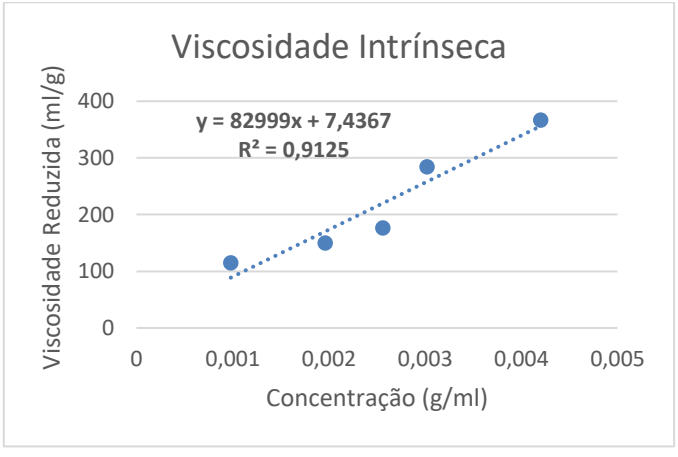


Fig. 2. Viscosidade reduzida *versus* concentração

%amilose = (4,57 J/g)/(22,10 J/g) × 100% = **20,7%**

$7,4367 = 2,16x10^{-3}M^{0,67}$ = **190×10^3 g/mol**

4. Referências

[1] van Soest, J. J. G. & Essers, P. *Influence of amylose-amylopectin ratio on properties of extruded starch plastic sheets*, 34:9, 1665-1689, Taylor & Francis, Holanda, 1997.
[2] Chamberlain, E. K. & Rao, M. A. *Effect of concentration on rheological properties of acid-hydrolyzed amylopectin solutions*, 14, 163-171, Elsevier, EUA, 2000.

*Autor correspondente: henrique.lopes01@fatec.sp.gov.br

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PARÂMETROS NA OBTENÇÃO DA MEMBRANA DE CELULOSE BACTERIANA DA KOMBUCHA

Leme, R.[1]*, Serpa, E. T. B.[1], Sacardo, S. C. A.[1], Rezende, M. L[1]
[1]*Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales, 18013-280, Sorocaba, Brasil*

1. Introdução

A celulose bacteriana consiste em um biopolímero que pode ser obtido a partir da kombucha, uma bebida fermentada pela cultura simbiótica (SCOBY) de bactérias do gênero *Gluconacetobacter*[1]. A membrana de celulose bacteriana da kombucha (MCBK) apresenta excelentes propriedades, que podem variar de acordo com o tempo, temperatura e condições da fermentação[2]. Considerando que estudos que evidenciem a influência desses parâmetros não são reportados na literatura, o objetivo deste trabalho consiste em analisar as variáveis que exercem influência no processo de obtenção da MCBK.

2. Materiais e Métodos

As MCBKs foram obtidas a partir de um meio composto de chá verde, sacarose, água destilada e o SCOBY, fermentado durante 7, 14 e 21 dias, hidratadas em água destilada (MCBK NAT) ou secas em temperatura ambiente durante 72 horas (MCBK SEC). Ambas foram purificadas em água destilada e NaOH e caracterizadas por FTIR.

3. Resultados e Discussão

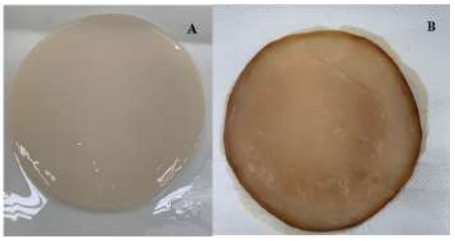


Fig. 1. - (A) MCBK Natural (B) MCBK Seca

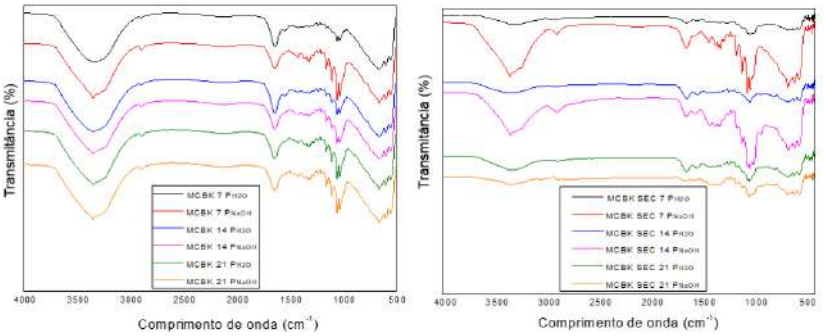


Fig. 2. Espectros de FTIR das MCBK em diferentes condições

Abaixo da faixa de 26º e 30ºC [2], a MCBK se desenvolve lentamente e apresenta baixa espessura. Constatou-se que temperaturas próximas de 30º reduzem o tempo de obtenção. Análises de FTIR indicam a presença de bandas características da MCBK, especialmente 3300 cm^{-1} e 2887 cm^{-1}, correspondentes ao estiramento dos grupos OH e C-H, respectivamente, em todas as amostras, porém mais intensos em MCBK NAT[3]. O espectro 1536 cm^{-1}, referentes à N-H pode estar associado a resíduos celulares[3] e não foram identificados nas amostras purificadas com NaOH, indicando a eficiência da purificação. Observou-se redução significativa da intensidade das bandas 3300 cm^{-1} da MCBK SEC, o que pode estar associado à perda de água pelo processo de secagem. Esse processo é menos evidente nas amostras purificadas com NaOH em virtude de uma possível interação de seus grupos OH.

4. Referências

[1] CHAKRAVORTY, S. *et al*. Kombucha tea fermentation: Microbial and biochemial dynamics. **International Journal of Food Microbiology**, v. 220, p. 63 - 72, 2016.
[4] GAGGÌA, F. *et al.* Kombucha beverage from green, black and rooibos teas: A comparative study looking at microbiology, chemistry and antioxidant activity. **Nutrients**, v. 11, n. 1, p. 1 - 22, 2019.
[3] OLIVER-ORTEGA, H. *et al.* Bacterial Cellulose Network from Kombucha Fermentation Impregnated with Emulsion-Polymerized Poly(methyl methacrylate) to Form Nanocomposite. **Polymers**, v. 13, n. 4, 2021.

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fatec Sorocaba e à FAPESP (Processo nº 2022/08431-0).

*Autor correspondente: renataleme@outlook.com.br

FUNCIONALIZAÇÃO QUÍMICA DE NANOFIBRILAS DE CELULOSE COM HIDROGENOSSULFATO.

Marcus Felippe de Jesus Barros[1]*, Aparecido Junior de Menezes[1], Robson Valentin Pereira[2]
[1]Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais - PPGCM-So/Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Campus Sorocaba
[2]Universidade Federal do Rio de Janeiro - Campus Macaé.

1. Introdução

O descarte de efluentes domésticos e industriais sem tratamento nos corpos hídricos têm causado graves impactos a biota aquática, consequentemente, tornando a água imprópria para o consumo humano. Na tentativa de amenizar os efeitos adversos, pesquisadores estão desenvolvendo membranas filtrantes provenientes de fontes renováveis [1,2]. O presente trabalho visa desenvolver membranas filtrantes funcionalizando as nanofibrilas de celulose (CNFs) para a remoção de poluentes aquáticos.

2. Materiais e Métodos

Para o estudo da reação de eterificação utilizou: suspensão de CNFs 3%, hidróxido de sódio para a ativação das CNFs e o agente eterificante hidrogenossulfato. A partir do planejamento fatorial 2^2, foram realizadas quatro reações (1N, 3N, 5N e 7N) variando a temperatura e o tempo de reação. A caracterização química foi feita através da técnica espectroscópica no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e titulações potenciométrica e condutométrica. As caracterizações via análise elementar (AE), análise da morfologia por microscopia de força atômica (AFM) e o estudo da cristalinidade por difração de raios X (DRX) se encontram em andamento.

3. Resultados e Discussão

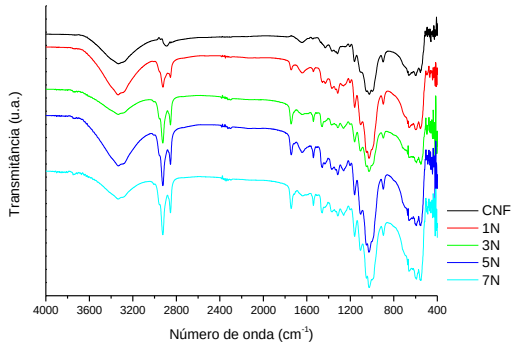


Fig. 1. *Espectros de FTIR das amostras de CNF (sem modificação) e modificadas (1N, 3N, 5N e 7N)*

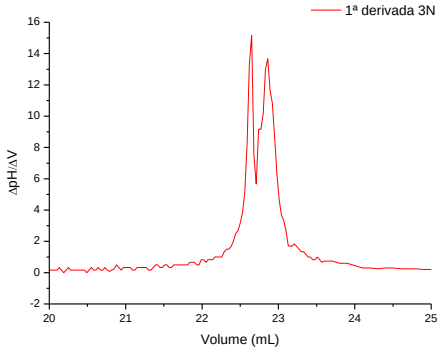


Fig. 2. *Primeira derivada da titulação potenciométrica da amostra 3N.*

As evidências que a espécie química em estudo foi enxertada nas CNFs são o aumento da intensidade das bandas na região de 2927 cm^{-1} e 2850 cm^{-1}, atribuídas ao $\nu_{as}CH_2$ e ν_sCH_2 e também a presença de outras bandas menos intensas atribuídas ao grupo amino [3]. Os dois máximos presentes no gráfico da primeira derivada da titulação potenciométrica da amostra 3N também é um indicativo da presença do grupo amino enxertada nas CNFs [1].

4. Referências

[1] PEREIRA, Amanda Raimundi. *Síntese e caracterização de um derivado de celulose aminado e sua utilização na remoção de Cu(II) e As(V) de soluções aquosos mono- e multicomponente*. 2019. 149 f. Dissertação em Química - Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto/MG.

[2] GENCO, Taha. *Amino cellulose sulfate: synthesis, characterization and physicochemical behavior*. 2013. 117 f. Tese em Ciências Naturais - Faculdade de Química e Geociência da Universidade Friedrich Schiller, Jena - Alemanha.

[3] STUART, Barbara. *Infrared spectroscopy: fundamentals and applications*. Estados Unidos. Editora: John Wiley & Sons. 2004. cap. 7.

Agradecimentos: Á Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES), pela bolsa de estudo concedida e à empresa Suzano Papel & Celulose pela doação das CNF.

*Marcus Felippe de Jesus Barros: mfjesusbarros@gmail.com

PROPRIEDADES DE FLEXÃO DE COMPÓSITOS DE ABS RECICLADO /TECIDO DE FIBRAS DE CARBONO RECICLADO/ TECIDO DE FIBRAS DE JUTA

M. N. Hosokawa[1]*, J. M. F. de Paiva[1,2]

[1]Programa de Pós-graduação em Ciência dos Materiais – Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba

[2]Departamento de Engenharia de Produção – Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba

1. Introdução

Há alguns anos, tem aumentado o interesse no desenvolvimento de compósitos híbridos, ou seja, contendo em sua composição dois ou mais tipos de fase dispersa. As fibras vegetais, por exemplo, têm sido amplamente utilizadas devido a sua disponibilidade abundante, não toxicidade e baixo custo. As fibras sintéticas, por outro lado, apresentam propriedades mecânicas e térmicas que superam as das fibras vegetais. Assim, a combinação das fibras vegetais e sintéticas como fase dispersa oferece oportunidades para a produção de novos materiais para aplicações diversas [1]. Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi realizar as moldagens de compósitos híbridos contendo tecidos de fibras vegetais (juta e algodão) e tecido de fibras de carbono reciclado para um estudo comparativo das propriedades de flexão.

2. Materiais e Métodos

Neste trabalho foi utilizada como matriz um copolímero reciclado, acrilonitrila butadieno estireno (rABS). Tecidos de fibras de carbono reciclado (rFC) foram obtidos a partir de resíduos de compósitos reforçados com tecidos de fibras de carbono submetidos a tratamento térmico a 500°C por 2 horas para degradar a resina e recuperar os tecidos de fibras de carbono bidirecionais. Três tipos de tecidos (bidirecionais) de fibras de juta também foram utilizados como fase dispersa. O tecido T1 (Juta, gramatura 365 $g.m^{-2}$); o tecido T2 (Juta, gramatura 445 $g.m^{-2}$); e o tecido T3 (Juta/Algodão, gramatura 360 $g.m^{-2}$). Os compósitos foram moldados por compressão a quente. Para os ensaios de flexão três pontos (ASTM D790) foram utilizados célula de carga de 500kgf e velocidade de 1,66 $mm.min^{-1}$.

3. Resultados e Discussão

Os resultados obtidos mostraram que a incorporação de uma camada de tecido de fibras de carbono reciclado promoveu o aumento de 40% na resistência à flexão em comparação com o ABS reciclado, cujos valores foram de 90,62 ± 4,59 MPa e 64,8 ± 3,75 MPa, respectivamente. Considerando os compósitos híbridos, a incorporação de somente uma camada de tecido de fibras de juta (rFC/T1, rFC/T2 e rFC/T3) resultou em menores valores de resistência à flexão comparado com o compósito contendo apenas o tecido de fibras de carbono reciclado. Entretanto, quando comparado com o ABS reciclado, os compósitos híbridos demonstraram aumento na resistência à flexão com exceção do compósito híbrido rFC/T1, no qual a resistência à flexão foi de 60,89 ± 4,53 MPa. Já nos compósitos rFC/T2 e rFC/T3 houve aumento de até 16% na resistência à flexão, cujos valores foram de 74,89 ± 4,85 MPa e 72,54 ± 5,05 MPa, respectivamente. Assim, a resistência à flexão dos compósitos híbridos é influenciada pela gramatura do tecido de fibras de juta. O módulo de elasticidade em flexão é influenciado pelo alto módulo de elasticidade das fibras. Deste modo, os compósitos híbridos contendo juta (rFC/T1, rFC/T2 e rFC/T3) apresentaram maiores valores de módulo de elasticidade em flexão em relação ao ABS reciclado, cujos valores foram 3921,51 ± 736,65 MPa, 4443,03 ± 367,23 MPa, 4381,86 ± 236,14 MPa e 2628,01 ± 180,76 MPa, respectivamente, atingindo um aumento percentual que variou de 12 a 41%. Assim, as propriedades de flexão dos compósitos foram consideravelmente melhoradas com a adição dos tecidos de fibras de carbono reciclado e tecidos de fibras de juta. No caso dos compósitos híbridos a melhora está associada à combinação das fibras que estão superpostas e que evita a falha de maneira repentina, ou seja, primeiramente ocorre o tensionamento da camada contendo as fibras vegetais e posteriormente ocorre o tensionamento do tecido de fibras de carbono reciclado, não ocorrendo a ruptura dos corpos de prova durante os respectivos ensaios.

4. Referências

[1] – Khalid, M.Y. *et al*. *Mechanical characterization of glass and jute fiber-based hybrid composites fabricated through compression molding technique*, volume 14, Paquistão (2021).

Agradecimentos (opcional)

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES - Código de Financiamento 001) e da empresa Sinctronics.

*Autor correspondente: meirehosokawa@gmail.com

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE BLENDA DE BORRACHA NATURAL EPOXIDADA E ÁCIDO HIALURÔNICO PARA APLICAÇÃO BIOMÉDICA

Gabriella Monteiro Alves [1]*, Bruna V. Quevedo[2], Jéssica Asami[2], Eliana A. R. Duek[2], Daniel Komatsu[1,2]

[1]*Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales, 18013-280, Sorocaba, Brasil*
[2]*Pontifícia Universidade Católica de São Paulo, 18030-070, Sorocaba, Brasil*

1. Introdução

Atualmente o uso de polímeros naturais biocompatíveis com o organismo humano tem sido alvo no desenvolvimento de novos biomateriais que possam vir a tratar e recuperar tecidos lesionados. O látex de borracha natural (BN), extraído da seringueira *Hevea brasiliensis*, é um biopolímero biocompatível e que auxilia no processo de reparo tecidual. No entanto, o mesmo possui certas limitações físico-quimicas que limitam seu uso. Dessa forma, a reação de epoxidação da BN além de melhorar tais propriedades, também tem por finalidade aumentar a sua hidrofilicidade e melhorar a sua compatibilidade com outros polímeros [1]. Sendo assim, este trabalho tem por objetivo promover a mistura da borracha natural epoxidada (BNE) com o ácido hialurônico (AH), que é um biopolímero extremamente difundido na área médica devido as suas propriedades angiogênicas, que estimulam o reparo tecidual e a cicatrização, e assim, agregar o campo de uso desses materiais na área biomédica, uma vez que não foram encontrados relatos na literatura sobre o devido material.

2. Materiais e Métodos

A BN foi submetida a epoxidação *in situ* através da adição de ácido perfórmico. Foi adicionado a solução de BNE, 30% de ácido hialurônico. O sistema foi submetido a agitação por 3h à 40°C. Em seguida a solução foi vertida em placa de Teflon e submetida a secagem. As amostras foram analisadas pelas técnicas de Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Termogravimetria (TG) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC).

3. Resultados e Discussão

Nota-se através do FTIR, apresentado na Fig 1. (a), que a reação de epoxidação foi eficaz na obtenção de BNE, pois a mesma apresentou bandas características de grupos epóxi em 796 cm^{-1}, 1254 cm^{-1} e 1020 cm^{-1}. Já o espectro obtido para a blenda não apresentou a formação de novas bandas, tendo apenas o somatório das bandas características de ambos os polímeros individualmente, indicando apenas interação física entre os mesmos [1]. A curva de DTG, apresentada na Fig. 1 (c), mostrou que a blenda apresentou três eventos principais, com início de perda de massa (Tonset) em 96, 196 e 388°C, os quais foram associados a evaporação de moléculas de água, degradação do AH e da BNE, respectivamente. Tais eventos podem estar relacionados a imiscibilidade dos dois polímeros e a não homogeneidade da fase epoxidada da BNE [2]. Conforme a Fig. 1 (d), o DSC da BNE apresentou temperatura de transição vítrea (Tg) em 57°C, enquanto que a blenda teve sua Tg deslocada para 78°C, o que pode estar associada a uma possível continuidade da reação de epoxidação no material.

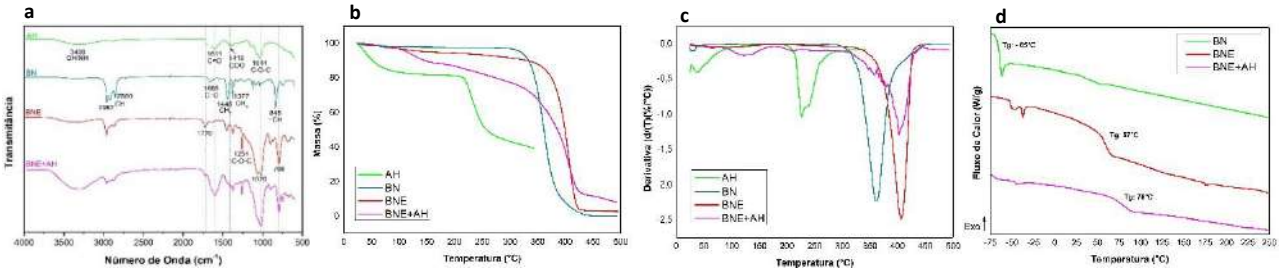


Fig. 1. (a) *FTIR,* **(b)** *TG,* **(c)** *DTG e* ***(d)*** *DSC do AH, BN, BNE e da blenda (BNE+AH).*

4. Referências

[1] CÉSAR, M. B. *et al. J Polym Environ, 28, p.220-230, 2020.*
[2] CARAZZAI R. *et al. Journal of Bioactive and Compatible Polymers, 36, p.351-364, 2020.*

*Autor correspondente: gabriellamontalves@gmail.com

Obtenção e Caracterização de Nanocelulose Bacteriana de Kombucha

Thaís S. de Góes[1]*, Aparecido J. de Menezes [1,], Marcelo A. Pereira-da-Silva[2], Iolanda C.S. Duarte[1], Daniel Komatsu [3] e Adriana O. Delgado-Silva[1]

1. Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.
2. Instituto de Física de São Ca rlos- IFSC/USP, São Carlos-SP, Brazil
3.Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – FATEC, Sorocaba,SP

1. Introdução

Mediante os problemas socioambientais provenientes do uso de materiais de fontes petroquímicas, com ênfase a poluição de plásticos nos oceanos que tem se tornado um grave problema mundial, a demanda por materiais amigáveis ao meio ambiente tem aumentado consideravelmente. Nesse contexto chama-se atenção à celulose, biopolímero natural que pode ser obtida por meio de fontes vegetais ou microbianas. Pode-se a partir da celulose obter a nanocelulose, a qual tem tido alto valor agregado por suas aplicações nanotecnológicas, como na obtenção de nanocompósitos. Uma fonte promissora é a celulose bacteriana (CB), devido a sua pureza em relação as fibras vegetais (ausência de lignina e hemicelulose), elevada resistência mecânica, a tração, biodegradabilidade, atóxica e biocompatíveis[1]. O chá de Kombucha (KC) é uma bebida milenar e atua como probióticos, além de ser uma fonte com potencial para produção de CB através de processos fermentativos do chá verde e do chá preto [3]. O objetivo deste trabalho foi a obtenção e a caracterização das membranas de celulose bacteriana de Kombucha (MCBK) e da nanocelulose bacteriana (NCBK) obtidas a partir das MCBKs.

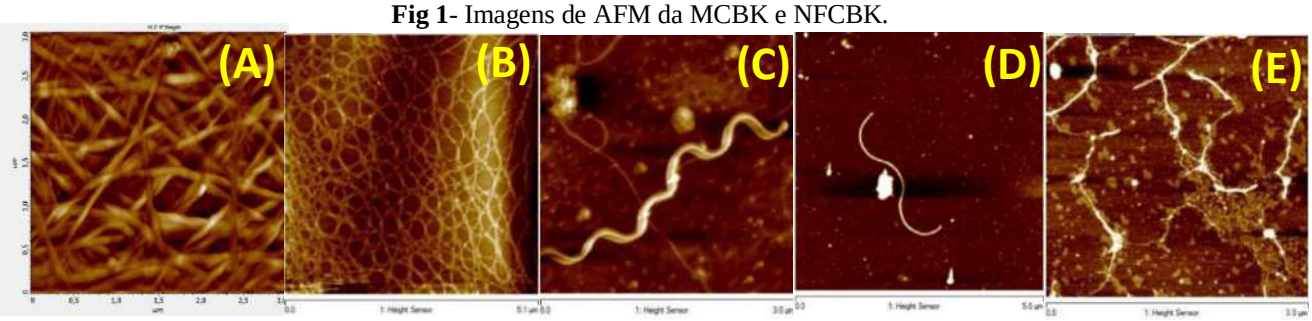
2. Materiais e Métodos

As MCBKs 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 [2] . As membranas foram então submetidas a um processo de purificação com água destilada e hidróxido de sódio (NaOH) [3]. As suspensões de NCBK foram obtidas mediante reação de hidrólise ácida (HA) das MCBK, com ácido sulfúrico (H_2SO_4) 64%, 50°C e variando o tempo reacional. Após realizou-se a diálise até pH neutro [3]. As membranas, antes e após purificação com NaOH, e as supensões de NCB foram caracterizadas por microscopia de força atômica (AFM).

3. Resultados e Discussão

Obteve-se a partir do processo fermentativo as MCBK e posteriormente por meio da HA foi possível obter as NCBK. Na figura 1 (A), pode-se observar as imagens das MCBKs puras e as figuras (1B, 1C, 1D e 1E) são referentes as NCBKs obtidas após HA, cujos tempos de reação de 3, 4, 5 e 10 minutos, respectivamente. Observa-se que as MCBK são resistentes ao ataque ácido e a amostra NCBK obtida após 10 minutos HA apresentou os melhores valores de distribuição de comprimento (L) e diâmetro (d) e, consequentemente, de razão de aspecto (L/d), além de uma morfologia similar a literatura. O trabalho, revelou que é possivel obter CB através de uma fonte fermentativa como a KC. Tanto a MCBKs como as NCBKs possuem potencial de aplicação, tanto na área biomédica (por exemplo, coberturas para peles) e ambientais (como agentes de reforços), além de apresentarem elevado grau de pureza, baixo custo quando comparadas às fontes vegetais.

Fig 1- Imagens de AFM da MCBK e NFCBK.



4. Referências

[1] DUFRESNE, A. *Preparation and Properties of Cellulose Nanomaterials.* Cellulose Nanomaterials.v. 5, n.3, p.113,2020.
[2] JAYABALAN, Rasu; MALBAŁA, Radomir V.; SATHISHKUMAR, Muthuswamy. Kombucha. Reference Module In Food Science, [s.l.], p.1-8, 2016. Elsevier.
[3] LIMA, R.L. et al. *Nanocristais de cellulose a partir de cellulose bacteriana.* Química Nova, 1-8, 2015.

*Autor correspondente: thaisgoes_ufscar@hotmail.com

OBTENÇÃO DE UM HÍBRIDO DE SÍLICA CONTENDO COLÁGENO VISANDO REGENERAÇÃO ÓSSEA

Julia H. de Paula[1]*, Eliana Ap. Duek[2], Adriano L. De Souza[1], Daniel Komatsu[3]
[1]Universidade Federal de São Carlos – Araras-SP
[2]Pontifícia Universidade Católica – Sorocaba-SP
[3]Faculdade de tecnologia de Sorocaba – Sorocaba-SP

1. Introdução

A procura por tecidos regenerativos ou de substituição, que contribuem com o desenvolvimento da engenharia tecidual, faz com que haja aumento da demanda em pesquisas relacionadas com a obtenção de novos biomateriais. O desenvolvimento de novos biomateriais envolve a necessidade de tratamento de lesões e traumas, onde o processo sol-gel se apresenta como um método promissor e atraente para esta finalidade [1]. No presente trabalho, híbridos de sílica foram obtidos através do processo sol-gel, com a intenção de produzir arcabouços contendo colágeno em fibras, para possível atuação na regeneração óssea.

2. Materiais e Métodos

A incorporação de colágeno em fibras na matriz híbrida de sílica, sintetizados via sol-gel, envolveu a utilização de precursor álcoxido, o Tetraetilortosilicato, para que houvesse a formação do híbrido contendo colágeno. Foi necessário utilizar um plastificante atóxico e biodegradável, o trietil-citrato, que também apresentou relevâncias na literatura na produção de biomateriais voltados para regeneração de tecidos. Cada constituinte foi investigado individualmente por espectroscopia na região do infravermelho, análise de termogravimetria, calorimetria exploratória diferencial e por ensaio mecânico de compressão.

3. Resultados e Discussão

Os espectros de infravermelho revelaram a incorporação do plastificante na matriz híbrida, enquanto as curvas termogravimétricas exibiram a influência da concentração de colágeno em fibras presente nos arcabouços. O aumento da porcentagem de colágeno em fibras no híbrido de sílica influencia na termoestabilidade do material. Além disso, foi observado que o início da degradação térmica ocorreu em temperaturas mais elevadas quando o plastificante foi adicionado. As análises de calorimetria exploratória diferencial e o ensaio mecânico de compressão evidenciaram a falta de homogeneidade dos arcabouços.

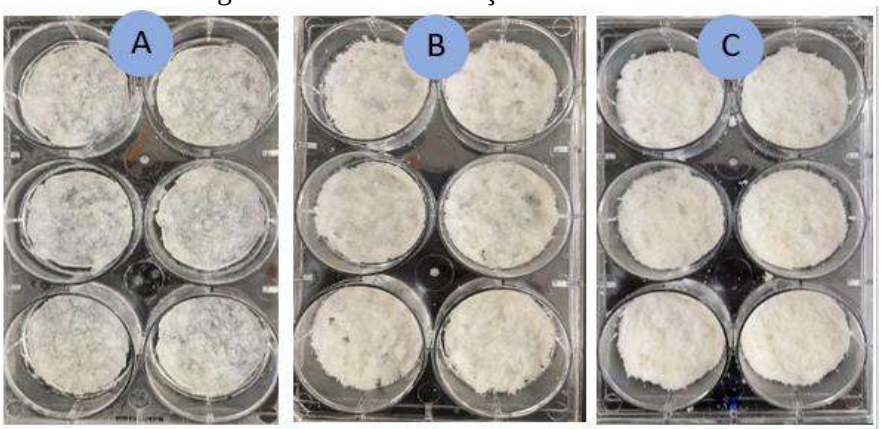


Fig. 1. *Imagem referente a obtenção do híbrido de sílica contendo colágeno em fibras nas proporções de 2%,5% e 8%*

4. Referências

[1] INNOCENZI, P. *Understanding sol–gel transition through a picture. A short tutorial*. Journal of Sol-Gel Science and Technology, v. 94, n. 3, p. 544–550, 1 jun. 2020.

Autor correspondente: julia_depaula@hotmail.com

Nucleophilic Vinylic Substitution of Chitosan: Introduction of methylenemalononitrile

Robson V. Pereira[1], Kenia S. Freitas[1], Polyanna M. Pereira[1], Samir L. Mathias[2], Aparecido J. de Menezes[2*]
1 - UFRJ, Campus Macaé, Macaé - Rio de Janeiro, Brasil.
2 - Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais - PPGCM-So/Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba.

1. Introduction

Chitin is a natural polymer corresponding to the second most abundant natural polymer on the planet after cellulose and can be extracted from animal/marine and fungal sources [1]. The presence of reactive amino groups in the chitosan polymer chain allows numerous chemical modifications, allowing to change the physicochemical and biological properties of the polymer. Alkoxymethylene derivatives are a very interesting group of molecules that reacts with the amine group through a S_NV mechanism [2].

2. Experimentals

The chemical modification reaction was made by dispersing 0.5 g of chitosan in ethanol or DMSO at 50 °C, and placed under agitation. After that, an appropriate quantity (2.5 or 5.0 mmol) of ethoxymethylenemalononitrile was added and allowed to react at different times (3 or 6 hours) and at different stoichiometry (1:1 and 1:2). After the reaction time, the crude product was placed in a sintered glass funnel and rinsed with acetone, ethanol, methanol, and distilled water until neutral pH was reached. The sample was dried at 25 ˚C in a desiccator under vacuum previous use. It was used for the material's characterization, Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR), X-ray diffraction (XRD), Elementary analysis (EA) and Thermogravimetric analysis (TG).

3. Results and discussions

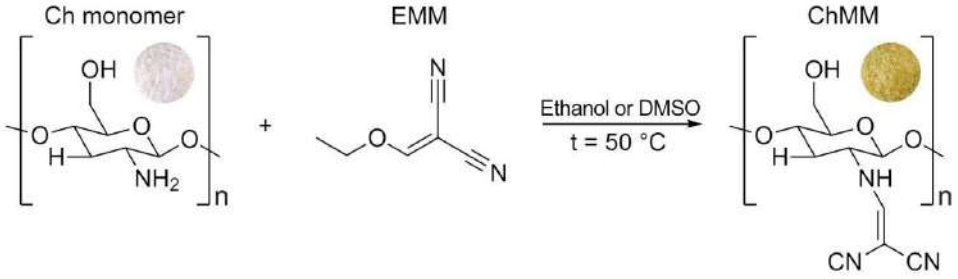


Fig. 1. Reaction schematics

FTIR results showed a sharp peak at 2213 cm^{-1}, corresponding to the stretching of the CN bond [3] and confirming the reaction's success (Fig. 1), the EA results showed between 0.38 and 0.91 of substitution's degree, TG showed a high onset degradation (159°C → 175°C) and lower mass loss (39.4% → 35.4%). XRD results showed a wider peak on 2θ ~ 20º decreasing the crystallinity from 66.4% to 59.3%, zeta potential results showed a lower isoelectric point (pH 6.2 → 5.6) because of the delocalization of electrons from the amino group to the cyano groups. Dye adsorption tests showed more than 70% increase on crystal violet and safranin dyes removal in different pHs, on the other hand, methylene blue was able to remove only 40% at pH 7 and less than that at pH 5 and 9.

4. References

[1] F. Croisier, C. Jérôme, Chitosan-based biomaterials for tissue engineering, Eur. Polym. J. 49 (2013). https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2012.12.009.
[2] A.A. Santilli, W.F. Bruce, T.S. Osdene, Enamine Derivatives of Malonic Acid with Pharmacologic Activities, J. Med. Chem. 7 (1964) 68–72. https://doi.org/10.1021/jm00331a015.
[3] J. Saloň, V. Milata, A. Gatial, N. Prónayová, J. Leško, P. Černuchová, Z. Rappoport, G. Vo-Thanh, A. Loupy, Nucleophilic Vinylic Substitution (SNV) of Activated Alkoxymethylene Derivatives with 6-Aminoquinoxaline, European J. Org. Chem. 2005 (2005) 4870–4878. https://doi.org/10.1002/ejoc.200500298.

Síntese de microesferas de Poli(ácido lático-co-ácido glicólico) encapsuladas com Doxiciclina como sistema de liberação sustentada.

Jéssica Asami[2]*, Flavia Pedrini[1], Moema A. Hausen[2], Virginía S. Nazato[1], Daniel Komatsu[2], Eliana A. R. Duek[1,2,3]

[1]Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) – Sorocaba (SP)
[2]Pontifícia Universidade Católica (PUC-SP) – Sorocaba (SP)
[3]Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) – Campinas (SP)

1. Introdução

Os sistemas de liberação sustentada são projetados para permitir a introdução de substâncias terapêuticas no corpo e melhorar sua segurança e eficácia por meio de uma via controlada e direcionada [1]. Microesferas de polímeros biodegradáveis, como o poli(ácido lático-co-glicólico) (PLGA), desempenham um papel importante nestas abordagens devido à biocompatibilidade e taxa de degradação do material. Sua associação com diversos tipos de drogas tem sido amplamente pesquisada e os resultados demonstram seu potencial como carreador de fármacos [2]. A doxiciclina (DOX) é um antibiótico de amplo espectro conhecido pela sua rápida ação bactericida. No entanto, sua administração oral se faz necessária repetidas vezes para a manutenção da faixa terapêutica. Nesse contexto, o objetivo do trabalho consiste em incorporar e avaliar a eficiência de encapsulação da DOX às microesferas de PLGA e a liberação sustentada do medicamento.

2. Materiais e Métodos

As microesferas foram preparadas pelo método de emulsão única/evaporação de solvente e mistura por sonicação e rotação magnética, utilizando uma proporção de PLGA+DOX de 500 mg e 10mg respectivamente. A morfologia das microesferas foi observada por microscopia eletrônica de varredura (MEV). A eficiência de encapsulação e a liberação sustentada foi analisada por espectrofotometria UV-VIS (347 nm) a partir de uma curva padrão contendo um teor conhecido de DOX.

3. Resultados e Discussão

O MEV mostrou o padrão microestruturado esférico, revelando distribuição de tamanhos variados com diâmetros variando predominantemente entre 1–3 µm. Os mecanismos de misturas (sonicação e rotação magnética) não apresentaram variação no tamanho das microesferas. Sabe-se que a duração da sonicação e a taxa de agitação podem influenciar o rendimento e a distribuição de tamanho das microesferas [3]. No entanto, não foram identificadas diferenças significativas entre os grupos quando se comparou a distribuição de rendimento e tamanho. A eficiência de encapsulação apresentou média de 80% em ambos os métodos de obtenção das microesferas. Estudos [4] alcançaram uma eficácia de 68% a 79% em PLGA carregado com proteína magnética de 4–7µm em um método de emulsão dupla. O método de emulsão simples utilizado neste trabalho apresentou eficácia semelhante na mesma faixa de tamanhos de partículas. O teste de liberação de DOX revelou um perfil gradual e contínuo de 30-40% entre 120 e 168 h. O perfil de liberação identificado no trabalho não apresentou explosão de droga em 24 h, mas um padrão de liberação progressiva.

4. Referências

[1] Jain, K.K. An overview of drug delivery systems. In Methods in Molecular Biology; Humana: New York, NY, USA, Volume 2059, pp. 1–54, 2020.
[2] Zhai, J.; Wang, Y.E.; Zhou, X.; Ma, Y.; Guan, S. Long-term sustained release poly(lactic-co-glycolic acid) microspheres of asenapine maleate with improved bioavailability for chronic neuropsychiatric diseases. Drug Deliv. 2020, 27, 1283–1291
[3] Wei, Y.; Wang, Y.; Wang, L.; Hao, D.; Ma, G. Fabrication strategy for amphiphilic microcapsules with narrow size distribution by premix membrane emulsification. Colloids Surf. B Biointerfaces 2011, 87, 399–408.
[4] Cheng, J.; Teply, B.A.; Jeong, S.Y.; Yim, C.H.; Ho, D.; Sherifi, I.; Jon, S.; Farokhzad, O.C.; Khademhosseini, A.; Langer, R.S. Magnetically responsive polymeric microparticles for oral delivery of protein drugs. Pharm. Res. 2006, 23, 557–564.

*Autor correspondente: jessicaasami@gmail.com

SÍNTESE DE POLIURETANO COM ÓXIDO DE SAMÁRIO(III)

Giovanni Miraveti Carriello[1]*, Lucas Repecka Alves[1], Guilherme Manassés Pegoraro[1], Thais de Agrella Janolla[1], Henrique Solowej Medeiros Lopes[1, 2], Maira de Lourdes Rezende[2], Aparecido Junior de Menezes[1], Airton Natanael Coelho Dias[1], Giovanni Pimenta Mambrini[1]

[1]*Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais - PPGCM-So/Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba*

[2]*Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales – Sorocaba*

1. Introdução

Devido as suas propriedades, o poliuretano (PU) vem sendo estudado e aplicado em diversos segmentos na sociedade atual [1]. Para modificar suas características químicas e físicas pode-se adicionar outras substâncias à sua estrutura, tais como os óxidos de terras raras, os quais conseguem atribuir novas propriedades ao material, como estabilidade ao calor e resistência química [2]. Por tais razões, a presente pesquisa tem como objetivo sintetizar PU aditivado com óxido de samário (III), Sm_2O_3, uma vez que, até o momento, não foram encontrados relatos na literatura pelos autores do presente trabalho.

2. Materiais e Métodos

Adaptou-se a metodologia descrita por Xie, Mao, Chen, Yang e Zhang (2021) [2]. O poliol e o isocianato utilizados são comerciais, da empresa Redelease. Homogeneizou-se o Sm_2O_3 (99,9%, Magerial Science) em isocianato, e adicionou à mistura o mesmo volume de poliol, agitando mecanicamente até a cura. Foram sintetizadas amostras com 5%, 10%, 15%, 20% e 25% de m/v (Sm_2O_3/(isocianato + poliol)). As amostras foram caracterizadas por espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e microscopia óptica (MO).

3. Resultados e Discussão

A Fig. 1 apresenta os resultados obtidos por FTIR para todas as amostras. A Fig. 2 apresenta a micrografia óptica da amostra Sm_2O_3/PU 20%, que se mostrou aparentemente homogênea.

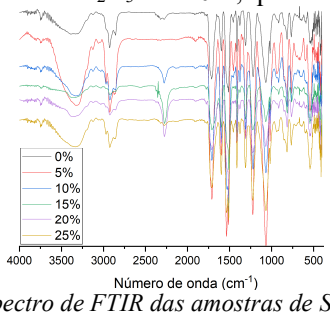


Fig. 1. *Espectro de FTIR das amostras de Sm_2O_3/PU.*

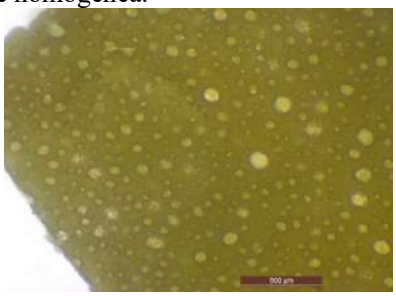


Fig. 2. *Micrografia da amostra* Sm_2O_3/PU 20%.

Na Fig. 1 observa-se que as amostras contendo entre 5% e 20% de Sm2O3 apresentaram um crescimento na intensidade da banda próximo a 2750 cm-1, que pode indicar que o samário está se complexando com o isocianato, impedindo que este reaja. Todavia, é importante ressaltar que isso não foi observado na amostra contendo 25%, podendo ser consequência da cinética da reação em virtude da variação da razão dos reagentes. Posteriormente, planeja-se sintetizar amostras com 5%, 10%, 15%, 20% e 25% m/m com Sm2O3 e Ho2O3. Adicionalmente, caracterizá-las com FTIR, MO, difratometria de raios-X (DRX), espectroscopia Raman e calorimetria exploratória diferencial (DSC).

4. Referências

[1] – Alves, L. R., Carriello, G. M., Pegoraro, G. M., Fernandes Filho, J. *A utilização de óleos vegetais como fonte de polióis para a síntese de poliuretano: uma revisão*. Disciplinarum Scientia| Naturais e Tecnológicas, 22(1), 99-118, (2021).

[2] – Xie, A., Mao, S. W., Chen, T. J., Yang, H., & Zhang, M. *Microstructure and properties of cerium oxide/polyurethane elastomer composites*. Rare Metals, 40(12), 3685-3693, (2021).

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

*Autor correspondente: giovannimiraveti@estudante.ufscar.br

SÍNTESE DE POLIURETANO: UM ESTUDO QUIMIOMÉTRICO

Lucas Repecka Alves[1]*, Maira de Lourdes Rezende[2], Aparecido Junior de Menezes[1]
[1]Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Matereiais - PPGCM-So/Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, 18052-780, Sorocaba, Brasil.
[2]Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales, 18013-280, Sorocaba, Brasil.

1. Introdução

O poliuretano é um polímero extremamente versátil, podendo ser encontrado em colchões, travesseiros e até mesmo em implantes cirúrgicos. O PU é obtido através da reação entre um composto químico denominado isocianato e uma substância com grupos hidroxila, denominada poliol, podendo esta ser de fonte renovável, proveniente de óleos vegetais, ou de fonte petroquímica, a qual apresenta aparência final de espuma flexível ou rígida. [1]

O objetivo deste trabalho é avaliar as propriedades das espumas obtidas explorando todas combinações possíveis de sua síntese.

2. Materiais e Métodos

Preparou-se 9 amostras de espuma de poliuretano pelo método *one shot* adapatado de Petró e Santin (2022) obtidas através do reagente chamado difenilmetano-2,4'-diisocianato e poliol. As amostras foram preparadas em banho maria a 70°C, 24°C e -14°C. De modo a visualizar diferentes características da espuma foi realizado um planejamento quimiométrico de 3^2, variando-se a concentração dos reagentes e a temperatura [2]. Agitou-se vigorosamente os reagentes dentro de um copo plástico por cerca de 60 segundos e os reservou por 24 horas, após isso as amostras foram caracterizadas por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier – FTIR.

3. Resultados e Discussão

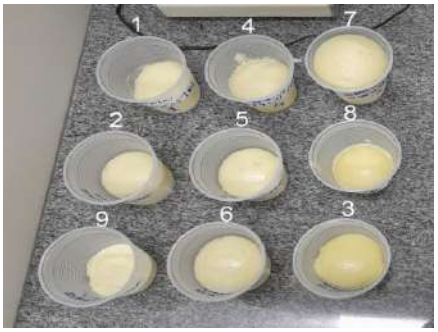


Fig. 1. *Espumas de poliuretano*

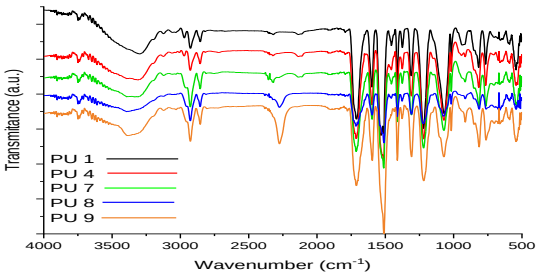


Fig. 2. *Espectros de FTIR das amostras de poliuretano*

Observou-se que nas sínteses realizadas à temperatura de 70°C a presença picos mais intensos na região de 1720 a 1600 cm^{-1}, os quais indicam a presença de ligação C=0 e C-N, que confirma a existência do PU, o qual pode ser observado no formato de espumas na figura 1. Conforme a figura 2, nas amostras 8 e 9 observou-se um pico em 2273 cm^{-1}, o qual indica grupos isocianatos remanescentes que não formaram grupos uretânicos em decorrência da utilização de maior quantidade de isocianto em comparação ao poliol [2]. Com o exposto, verificou-se que a temperatura alta inferferiu, positivamente na síntese apresentando como consequência bandas mais intensas no espectro e uma espuma com alta expansão.

4. Referências

[1] – Alves, L. R., Carriello, G. M., Pegoraro, G. M., Fernandes Filho, J. *A utilização de óleos vegetais como fonte de polióis para a síntese de poliuretano: uma revisão*. Disciplinarum Scientia| Naturais e Tecnológicas, 22(1), 99-118, (2021).

[2] – Santin, C, K., Petró, F. *Desenvolvimento e caracterização de espuma poliuretânica à base de Difenilmetano diisocianato (MDI) e óleo de linhaça (Linum usitatissimun L.)*. Revista Liberato, v. 23, n. 39, p. 77-88, 2022.

Agradecimentos

Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

*Autor correspondente: lucasrepecka2gmail.com

Utilização de nanofibrilas de celulose para obtenção de membranas filtrantes

Jorge Fernandes Filho[1]*, J. Vagner Romito de Mendonça[1,2], Aparecido Junior de Menezes[1],
1 - Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais - PPGCM-So/Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba.
2 – Instituto Federal de São Paulo - IFSP, campus Itapetininga.

1. Introdução

A crescente demanda por materiais cada vez mais sofisticados, trazem consequências ao meio ambiente que são dificeis de quantificar. Os contaminantes emergentes são aqueles cuja presença no meio ambiente pode causar danos à saude humana, à flora e à fauna. Tais contaminantes são oriundos da indústria farmacêutica, cafeína, hormônios, anticoncepcionais, produtos de beleza, remédios, drogas ilícitas, corantes, etc [1]. Os sistemas de tratamento de água presente nas cidades são incapazes de retirá-los, sendo responsáveis apenas por tirar a turbidez e deixar a água potável [2]. Membranas de nanocelulose surgem como alternativa para sistemas de filtração, devido a sua alta área superficial específica, alta resistência mecânica e a possibilidade de incorporação de agentes adsortivos, além de ser um material de fonte renovável [3]. Membranas filtrantes de celulose correspondem a um dos principais temas de pesquisa em ciência dos materiais de países como China (19,5%), Estados Unidos (16,4%) e Japão (5,3%) [4]. Este resumo vem de uma proposta de fornecer uma alternativa à retirada de corantes de correntes aquosas, antes que estas sejam dispensadas aos sistemas de tratamento de água das cidades. Esta pesquisa é derivada de um estudo mais amplo sobre a incorporação de óxidos de molibdênio em membranas de nanocelulose para filtração [5].

2. Materiais e Métodos

Os materiais que serão utilizados são: suspensão de nanofibrilas de celulose (CNFs) 3% fornecida pela empresa Suzano Papel & Celulose; corante azul de metileno.

A produção das membranas será feita por evaporação de solvente em estufa a 50°C. Membranas com diferentes gramaturas serão obtidas e a ideia é investigar a relação entre um maior teor de fibras de nanocelulose e a eficiência em adsorção do corante. Paralelamente, será possivel observar o comportamento das membranas em função da pressão negativa do sistema de filtração, que tem relação com desgaste a qual estarão submetidas.

Será utilizado um sistema de bombeamento para inserção quantificada de corante no sistema de filtração. Esse sistema fará o corante azul de metileno ser dispensado sob a membrana. A eficácia da filtraçao será medida pela intensidade da cor da solução filtrada, medida em um espectrofotometro UV-vis no comprimento de onda de 665 nm. Uma curva padrão de concentração será construida nas mesmas condições do experimento.

3. Resultados e Discussão

Os resultados esperados são: diminuição da intensidade da cor da solução de corante após a filtração com as membranas preparadas. Uma curva de gramatura por intensidade de cor deverá ser construída sob uma solução padrão de corante, espera-se que o aumento da gramatura tenha uma relação direta com a uma maior capacidade de adsorção da solução, visto que haverá maior superficie de contato para que o corante fique retido nas fibras. É previsto a quantificação de volume/quantidade de solução que pode ser filtrada antes que a membrana comece a apresentar saturação e um estudo posterior visa analisar o desgaste que a membrana pode sofrer diante de sucessivos processos de filtração em função do tempo, da pressão e da concentração dos corantes analisados.

4. Referências

[1] https://www.aguasustentavel.org.br/conteudo/blog/77-o-que-sao-os-contaminantes-emergentes-ce
[2] https://www.ecodebate.com.br/2019/07/25/contaminantes-emergentes-dificeis-de-remover-nas-estacoes-de-tratamento-de-agua-farmacos-cosmeticos-e-outros-compostos-contaminam-recursos-hidricos
[3] MATHIAS, S. L. et al. Potential application of cellulose nanocrystals obtained from cultivated fibers in Amazon forest. Industrial Crops and Products, v. 187, p. 115426, nov. 2022.
[4] https://www.ppgcm.ufscar.br/arquivos/copy_of_DocumentodereaMateriais_2019_atual.pdf
[5]FILHO, J.F, MENDONÇA, V.R. DE MENEZES, A.J. Membranas filtrantes de fibras de nanocelulose/MOS2/MOO3. VIII Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais UFSCAR. 2021

*Autor correspondente: jorgeferfilho@gmail.com

SESSÃO V - Termocronologia:

EVOLUÇÃO GEOLÓGICA DO TERRENO GREENSTONE/TTG DE ALMAS, TOCANTINS: TERMOCRONOLOGIA POR TRAÇOS DE FISSÃO APLICADA EM APATITA

Vinicius de Queirós Pereira[1]*, Prof. Dr. Airton Natanael Coelho Dias[1]
[1]Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba

1. Introdução

Este trabalho teve como objetivo a aplicação de Termocronologia por Traços de Fissão (TTF) em apatita nos terrenos Greenstone/TTG de Almas-TO, região de grande interesse científico, pois se trata do terreno granito-greenstone mais extenso de toda a Faixa Brasília e econômico pela extensa presença de ouro principalmente nos Greenstones e diamantes nas sequências sedimentares do Grupo Natividade que os recobrem [1]. Através do TTF aplicado em apatita procurou-se identificar os eventos de denudação, erosão, soerguimento e subsidência ocorridos durante o Fanerozóico, em especial com referência às movimentações do Lineamento Transbrasilano.

2. Materiais e Métodos

Foram analisadas 6 amostras. A análise via TTF em apatita compõe diversas etapas. Inicialmente foram realizados os estágios iniciais da separação mineral (britador, peneira e bateia), em seguida foram realizadas as separações magnética (via Frantz) e química (por bromofórmio e diodometano), logo após as amostras foram preparadas em resina epóxi, lixadas e polidas. Após essa etapa as amostras foram analisadas em microscópio óptico, possibilitando-se assim obter a densidade superficial dos traços. Por fim foi obtido o conteúdo de urânio (para a datação) via LA-ICP-MS.

3. Resultados e Discussão

Os resultados obtidos foram plotados na forma de histogramas no software Isoplot [2].

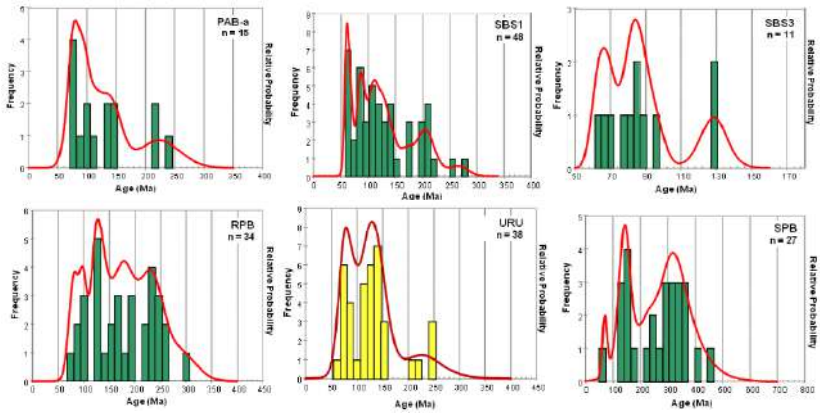


Fig. 1. *Histogramas das idades TTF em apatita plotados através do Isoplot.*

Via TTF em apatita foram analisados 163 grãos de 6 amostras (PAB-a, SBS1, SBS3, SPB, RPB e URU). Observam-se nessas amostras três populações de idade principais, nas faixas de 210-230 Ma, 120-145 Ma e 66-90 Ma. Essas populações registram: final do ciclo orogênico Gondwanides (220-250 Ma); A abertura do Atlântico, durante o Cretáceo; O início da deposição da Formação Urucuia no Cenozóico.

4. Referências

[1] – KUYUMJIAN, R. M., CRUZ, E. L. C. C., ARAÚJO FILHO, J. O., MOURA, M. A., GUIMARÃES, E. M., PEREIRA, K. M. S. (2012). Geologia e ocorrências de ouro do Terreno Granito-Greenstone do Tocantins, TO: síntese do conhecimento e parâmetros para exploração mineral. Rev. Bras. Geoc., 42(1), 213-228.
[2] – LUDWIG K.R. (2009). User's manual for Isoplot 3.6. A geochronological toolkit for Microsoft Excel. Berkeley Geochronologic Center, Special Publication No. 4, Berkeley, USA

* viniciusqueiros@estudante.ufscar.br

Patrocinadores:

(Projeto FAPESP 2022/08223-8)