

Livro de Resumos
do Workshop de Pesquisa e Tecnologia
em Ciência dos Materiais

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

W926l	<p>Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais (8. : 2021 : Sorocaba, SP)</p> <p>Livro de resumos [recurso eletrônico] do VIII Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais, de 27 a 29 de outubro de 2021 ; organizadores: Cécile Chaves Hernandez Garcia ...[et al.]. – Sorocaba, SP, 2021.</p>
	<p>ISSN 2764-5231 Disponível em: https://www.ppgcm.ufscar.br/</p>
	<p>1. Ciência dos Materiais – Congressos. I. Garcia, Cécile Chaves Hernandez. II. Silva Filho, Edson Alberto. III. Silva, Felipe Lopes Fonseca da. IV. Almeida, Jessica Cristina de. V. Almeida, Larissa Solano de. VI. Rossino, Luciana Sgarbi. VII. Manfrinato, Marcos Dorigão. VIII. Barros, Marcus Felipe de Jesus. IX. Universidade Federal de São Carlos. Centro de Ciências e Tecnologias para a Sustentabilidade. Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais. X. Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais.</p>
	<p>CDD (23 ed.) – 620.11</p>

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

CORPO TÉCNICO:

Airton Natanael Coelho Dias

Aparecido Junior de Menezes

Adriano Lopes de Souza

Cécile Chaves Hernandez Garcia

Jane Maria Faulstich de Paiva

Kelly Roberta Francisco Muruci de Paula

Luciana Sgarbi Rossino

Marystela Ferreira

Marcos Dorigão Manfrinato

Vagner Romito de Mendonça

Walter Ruggeri Waldman

COMISSÃO ORGANIZADORA:

Cécile Chaves Hernandez Garcia

Edson Alberto Silva Filho

Felipe Lopes Fonseca da Silva

Jessica Cristina de Almeida

Larissa Solano de Almeida

Luciana Sgarbi Rossino

Marcos Dorigão Manfrinato

Marcus Felipe de Jesus Barros

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 tiveram apresentações nacionais, internacionais e participação de discentes de vários programas de pós-graduação. Também, contou-se 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 pelo CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico).

Nesta edição de 2021, o evento aconteceu de forma remota online, com realização de palestras nacionais, palestra internacional, realização de minicurso, oficina e apresentação de trabalhos. Houve premiações de melhor trabalho e trabalho destaque.

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

A Comissão

Cronograma do Evento

Horário	27/10/2021
8h40	Abertura
9h00	Palestra Nanopartículas como Abordagem Terapêutica Prof^a. Dr^a. Elaine Conceição de Oliveira
10h30	Minicurso Mendeleev: Uma Ferramenta Acadêmica Prof. Msc. Marcos Dorigão Manfrinato
12h30	Almoço
13h30	Sessão A das Apresentações
15h19	Sessão B das Apresentações
16h47	Sessão C das Apresentações
	28/10/2021
9h00	Palestra Métodos Quimiométricos Aplicados a Técnicas Analíticas de Caracterização Prof. Dr. Renato L. Carneiro
11h00	Sessão C das Apresentações
12h00	Almoço
14h02	Sessão D das Apresentações
16h48	Sessão E das Apresentações
	29/10/2021
9h30	Palestra Células Solares Emergentes: Aplicação de Nanomateriais em Fotoconversão de Energia Prof^a. Dr^a. Ellen Raphael
11h30	Palestra Electrochemical Biosensors and Biodevices for Medical Diagnosis and Water Monitoring Prof. Dr. Pedro Estrela
13h00	Almoço
14h00	Minicurso Empreendimento Científico: Uma Conversa Guiada sobre o Caminho Alternativo para a Carreira Acadêmica Prof. Dr. Francisco T. Strixino e Prof. Dr. João Paulo Longo
16h00	Sessão E das Apresentações
17h30	Encerramento

Sumário

Sessão A – Polímeros

ANÁLISE REOLÓGICA DE GEL BIOATIVO À BASE DE FIBROÍNA DA SEDA/PLDLA/SINVASTATINA VISANDO IMPRESSÃO 3D.....	11
ESTUDO DA PRODUÇÃO DE POLÍMEROS BIODEGRADÁVEIS REFORÇADOS COM FIBRAS A PARTIR DA MODIFICAÇÃO DE DERIVADOS DO MILHO VIA EXTRUSÃO REATIVA.....	12
UTILIZAÇÃO DO ÓLEO DE MAMONA NA OBTENÇÃO DA RESINA POLIURETANA PARA A FABRICAÇÃO DE TINTA.....	13
POLÍMEROS SEMICONDUTORES CLÁSSICOS – UMA BREVE INTRODUÇÃO AO ASSUNTO.....	14
MODIFICAÇÃO QUÍMICA DA BORRACHA NATURAL COM ÁCIDO HIALURÔNICO PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS.....	15
BIODEGRADAÇÃO EM SOLO DE FILMES POLIMÉRICOS DE AMIDO DE MILHO COM NANOFIBRAS DE CELULOSE PELO MÉTODO RESPIROMÉTRICO DE BARTHA.....	16
SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE HIDROGÉIS DE PVA PARA FUTURA APLICAÇÃO EM PLANTAGENS.....	17
HIDROXILAS FENÓLICAS DERIVADAS DE DIFERENTES FRAÇÕES DE LIGNINA KRAFT COMO PRECURSORES RENOVÁVEIS PARA A PRODUÇÃO DE RESINA LIGNINA-FENOL-FORMALDEÍDO.....	18
EMPREGO DE FIBROÍNA EM MATRIZES DO TIPO SOL-GEL PARA APLICAÇÕES EM BIOMATERIAIS.....	19

Sessão B – Nano materiais e Nanotecnologia

PRODUÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE CARBONO PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS.....	21
FUNCIONALIZAÇÃO QUÍMICA DE NANOFIBRILAS DE CELULOSE COM HALETO ORGÂNICO E HIDROGENIOSULFATO.....	22

MEMBRANAS FILTRANTES DE FIBRAS DE NANOCELULOSE/MOS2/MO03.....	23
AVALIAÇÃO DA TERAPIA FOTOTÉRMICA UTILIZANDO LED 660 NM SOBRE CÉLULAS DE MELANOMA MURINO (B16F10) QUE INTERNALIZARAM NANOTUBOS DE CARBONO FUNCIONALIZADOS A PLASMA.....	24
NANOCELULOSE DE KOMBUCHA: UMA REVISÃO SISTEMÁTICA.....	25
SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE ZIRCÔNIA DOPADAS COM MOLIBDÊNIO E FERRO PELO MÉTODO SOLVOTÉRMICO E APLICAÇÃO NA CATÁLISE DE REAÇÕES DE ESTERIFICAÇÃO.....	26
SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE FERRITA DE COBALTO.....	27
SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO PELO MÉTODO HIDROTÉRMICO.....	28

Sessão C – Metais

ESTUDO DO EFEITO DO TRATAMENTO DUPLEX DE NITROCEMENTAÇÃO E DEPOSIÇÃO DE FILME DLC DOPADO COM N E SI NA VIDA ÚTIL DE FERRAMENTA DE USINAGEM DE AÇO M2.....	30
ESTUDO DA DEPOSIÇÃO DO FILME DLC DLCN E MULTICAMADAS EM AÇO INOXIDÁVEL.....	31
EFEITO DA TEMPERATURA NA BORETAÇÃO SÓLIDA DO Ti6Al4V.....	32
AVALIAÇÃO DA RESISTENCIA AO DESGASTE DE REVESTIMENTOS DUROS SOLDADO FeNbC, FeTiCW PARA A INDÚSTRIA SUCROALCOLLEIRA.....	33
ESTUDO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE DO AÇO AISI 1020 COM TRATAMENTO SUPERFICIAL DE BORETAÇÃO A PLASMA.....	34
RESISTÊNCIA AO DESGASTE DO AÇO 8640 TEMPERADO, REVENIDO E NITRETADO A PLASMA.....	35
INVESTIGAÇÃO FOTOCATALÍTICA DE ÓXIDOS ANÓDICOS MISTOS OBTIDOS POR OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA A PLASMA (PEO).....	36

INFLUÊNCIA DO ELETRÓLITO BASE NA SÍNTESE E PROPRIEDADES DOS FILMES DE Nb ₂ O ₅ OBTIDOS POR OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA A PLASMA.....	37
OBTENÇÃO DE FILMES FOTOCATALISADORES POR OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA ASSISTIDA POR PLASMA (PEO) SOBRE TITÂNIO METÁLICO.....	38
TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DO TITÂNIO UTILIZANDO PEO E A DOPAGEM DO ÓXIDO COM COBRE E NÍQUEL.....	39

Sessão D – Síntese, Caracterização e Modificações

ESTADO DA ARTE: MODIFICAÇÕES ESTRUTURAIS DO Nb ₂ O ₅	41
OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS MoS ₂ -MoO ₃ APLICADOS NA REMOÇÃO DE COMPOSTOS CATIÔNICOS VIA ADSORÇÃO.....	42
INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA E DA HIDROXILAÇÃO DE SUPERFÍCIE NA FOTOATIVIDADE DE PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINCO.....	43
CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO BIOCHAR DA CASCA DE EUCALIPTO A PARTIR DA ESPECTROFOTOMETRIA NO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER.....	44
INTERFERÊNCIA DE SEDIMENTOS NO CRESCIMENTO DE ACIDITHIOBACILLUS FERROXIDANS POR ANÁLISES DE COLORIMÉTRICA DE Fe ²⁺ E Fe ³⁺	45
ABSORÇÃO DE ÁGUA EM COMPÓSITOS DE ACRILONITRILA BUTADIENO ESTIRENO RECICLADO REFORÇADOS COM TECIDO DE FIBRAS DE JUTA.....	46
O USO CARVÃO ATIVADO EM PÓ CONTRA A COVID-19.....	47
ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO AMIDO DE MILHO ACETILADO.....	48
INFLUÊNCIA DA ACETILAÇÃO NA BIODEGRADAÇÃO DO AMIDO DE MILHO PELO MÉTODO DE RESPIRÔMETRO DE BARTHA.....	49
EFEITO DA RIGIDEZ NA ENCAPSULAÇÃO DE QUERCETINA POR VESÍCULAS MULTILAMELARES.....	50

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE DODECIL SULFATO DE SÓDIO EM SÍLICA PARA A ADSORÇÃO DO CORANTE VIOLETA CRISTAL.....51

Sessão E – Eletroquímica e Catálise

DISPOSABLE AND LOW-COST LAB-MADE SCREEN-PRINTED ELECTRODES FOR VOLTAMMETRIC DETERMINATION OF L-DOPA.....53

3D PRINTED ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR THE DETECTION OF DOPAMINE.....54

DETECÇÃO DE CATECOL A PARTIR DE UM ELETRODO FLEXÍVEL DE PBAT E GRAFITE MODIFICADO COM NANOPARTÍCULAS DE OURO E FTALOCIANINA DE COBRE.....55

APPLICATION OF LOW-COST CONDUCTIVE INK-BASED PET BOTTLE ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR URIC ACID DETERMINATION.....56

TERNARY ELECTROCATALYSTS AS ELECTROCHEMICAL SENSOR MODIFIER FOR DOPAMINE DETECTION.....57

3D-PRINTED TYROSINASE-BASE BIOSENSOR: A NOVEL ARCHITECTURE FOR ENVIRONMENTAL MONITORING.....58

ESTUDOS SOBRE A SÍNTESE SOLVOTÉRMICA DE CATALISADORES A BASE DE COBRE PARA APLICAÇÃO NA REDUÇÃO DE CO₂.....59

A NOVEL CONDUCTIVE INK BASED ON SHELLAC AND GRAPHITE FOR SULFAMETHOXAZOLE SENSING.....60

DESENVOLVIMENTO DE NANOESTRUTURAS DE TiO₂ DECORADAS COM FE E AVALIAÇÃO DO SEU POTENCIAL FOTOCATALÍTICO NA CONVERSÃO DO CO₂.....61

FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ESTRUTURAS METAL-ORGÂNICAS DE SUPERFÍCIE (SURMOFS) INCORPORADAS A MICROCAPACITORES.....62

SESSÃO A

Polímeros

27 de outubro de 2021;

Horário: 13:00 – 15:20 horas;

Local: remoto.



ANÁLISE REOLÓGICA DE GEL BIOATIVO À BASE DE FIBROÍNA DA SEDA/PLDLA/SINVASTATINA VISANDO IMPRESSÃO 3D

Bianca S. L. Antunes^{1*}, Daniel Komatsu,² Eliana A. R. Duek.¹⁻²

¹Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba (SP)

²Pontifícia Universidade Católica de São Paulo – Sorocaba (SP)

1. Introdução

A Engenharia de Tecidos Ósseos (ETO) é uma alternativa para o tratamento de grandes defeitos ósseos. A bioimpressão 3D surgiu como uma tecnologia revolucionária no campo da engenharia tecidual e regeneração óssea, junto a liberação de moléculas osteogênicas como a Sinvastatina (SIN) [1][2]. No entanto sua imobilização em um sistema de arcabouço/fármacos ainda é um desafio. A fibroína da seda (FS) é um biomaterial promissor para a obtenção de arcabouços devido às suas notáveis propriedades mecânicas, biodegradabilidade controlável e adesão/proliferação celular adequada [3]. A adição de outros polímeros tem sido estudada para controlar a viscosidade da solução FS garantindo melhor reprodutibilidade e qualidade da estrutura impressa. O objetivo deste trabalho é estudar as propriedades reológicas do gel à base de FS e PLDLA (poli (L-co-D,L ácido láctico)), com SIN, a fim de obter a melhor composição para impressão do arcabouço 3D que será utilizada na regeneração do tecido ósseo.

2. Materiais e Métodos

- Síntese do copolímero PLDLA

O copolímero L- ácido láctico e D,L ácido láctico (PLDLA) foi obtido por reação de polimerização em massa, por abertura de anel. Os monômeros L-lactato e D,L lactato (70:30) e o catalisador Sn (Oct)₂ foram selados à vácuo em uma ampola de vidro imersa em óleo a 130°C por 72h. Posteriormente foi adicionado clorofórmio (CHCl₃) para o processo de dissolução do polímero. Após 4 dias solução viscosa foi coagulada em metanol (CH₃OH) e o polímero foi seco na estufa a vácuo a 45°C por 8 horas [4].

- Obtenção da FS

A fibroína obtida de fios de seda da espécie *bombyx mori*, foram degomadas (remoção da sericina) em solução aquosa de Na₂CO₃ (0,2% m/v), a 55°C por 60 min. As fibras foram lavadas com água destilada e repetido o procedimento. Foram dissolvidas 2,5g de fibras de seda em 25 ml de LiBr a 9M. A solução foi agitada entre 65- 75°C, por 30 min. Em seguida verteu-se a solução por uma peneira fina, para filtrar partículas ou aglomerados que não foram dissolvidos no processo anterior. A solução foi dialisada por 3 dias, para remover o LiBr e outros íons. Após esse tempo a solução de fibroína foi centrifugada e liofilizada por 48h [5].

3. Resultados e Discussão

As próximas etapas seguirão das caracterizações do PLDLA e da FS como a obtenção dos espectros de infravermelho (FTIR), Análise Termogravimétrica (curvas TG), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC) e os ensaios reológicos, para análise dos perfis de viscosidade dos géis PLDLA/FS.

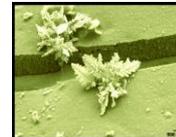
4. Referências

- [1] – Qiusheng, W, et al. *3D Printing of Silk Fibroin for Biomedical Applications*. Materials, 12, 1-19, 2019.
- [2] – Ali, M, et al. *Role of Simvastatin on fracture healing and osteoporosis: a systematic review on in vivo investigations*. Clinical and Experimental Pharmacology and Physiology 43, 659–684, 2016.
- [3] – Wu, J, et al. *Rheological, mechanical and degradable properties of injectable chitosan/silk fibroin/hydroxyapatite/glycerophosphate hydrogels*. Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 64, 161–172, 2016.
- [4] – Motta, A, et al. *Synthesis and characterization of the copolymer poly(L-co-D,L lactic acid)*. Polimeros, vol. 17, no. 2, p. 123–129, 2007.
- [5] – Rockwood, D, et al. *Materials fabrication from Bombyx mori silk fibroin*. Nature Protocols, 6, 1612-1631, 2011.

Agradecimentos

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

*Autor correspondente: biasblanche@outlook.com



ESTUDO DA PRODUÇÃO DE POLÍMEROS BIODEGRADÁVEIS REFORÇADOS COM FIBRAS A PARTIR DA MODIFICAÇÃO DE DERIVADOS DO MILHO VIA EXTRUSÃO REATIVA

Paula Dias Lopes Santiago^{1*}, Tamires de Souza Nossa² e Vagner Romito de Mendonça²

¹Universidade Federal de São Carlos – Rodovia João Leme dos Santos, SP-264 - Sorocaba – SP

²Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de São Paulo, Campus Itapetininga Av. João Olímpio de Oliveira, 1561 - Vila Asem, 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 vem 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 o 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 é 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 outras matérias-primas naturais para melhorar as propriedades mecânicas e hidrofílicas 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

Será utilizado como base da matriz polimérica o milho pré-gelatinizado, adicionando o glicerol e um agente natural modificante de barreira para a produção do polímero via extrusão reativa. Posteriormente, serão adicionadas fibras naturais e o próprio pericarpo do milho para melhorar as propriedades mecânicas.

Será realizado a caracterização mecânica seguindo a norma ISO 527 e a caracterização química será feita através da técnica de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) e por fim, será realizado o ensaio de biodegradação conforme a norma ASTM D5209/ISO 14855 e o ensaio de absorção de umidade de acordo com ASTM E 104.

3. Resultados e Discussão

Para a análise dos resultados será feita a comparação das propriedades mecânicas, químicas e biodegradáveis com as amostras do produto de TPS modificado e as amostras com adição de reforço com fibras naturais. Os valores das propriedades serão expostos em tabelas e em gráficos.

4. Referências

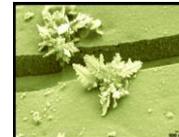
[1] - Avérous, L. *Biodegradable Multiphase Systems Based on Plasticized Starch: A Review*. Journal of Macromolecular Science, C44, 231–274 (2004).

[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).

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES pelo suporte financeiro e empresa Mina Mercantil Industrial e Agrícola LTDA pela doação de matérias-primas.

*Paula Dias Lopes Santiago: pauladias.lopes11@gmail.com



UTILIZAÇÃO DO ÓLEO DE MAMONA NA OBTENÇÃO DA RESINA POLIURETANA PARA A FABRICAÇÃO DE TINTA

Lucas Repecka Alves^{1*}, Raphael Leonardo de Almeida¹, Lucas Alberto Santos¹, Melissa Thomé de Souza¹,
Nicolas Leme Quevedo Salles¹, Regina Célia Modesto Raszl¹, Edgard Robles Tardelli¹
¹Escola Técnica Estadual Rubens de Faria e Souza – Sorocaba - SP

1. Introdução

A poliuretana é um polímero amplamente utilizado na sociedade graças às suas aplicabilidades e propriedades. A síntese de poliuretano se dá pela reação de compostos com grupos isocianatos (R-N=C=O) com polióis (compostos ricos em grupos orgânicos –OH). A obtenção de polióis é comumente obtida do petróleo, uma fonte não renovável, fazendo com que seja necessário a pesquisa de fontes alternativas. [1] Uma das utilizações da poliuretana é como resina na fabricação de tintas, uma vez que a resina é o componente da tinta que mais interfere em suas propriedades. [2]

As pesquisas recentes indicam que os óleos vegetais são uma fonte em potencial para a obtenção de poliols, em especial o óleo de mamona, extraído da planta *Ricinus communis* L., que por si só é rico em grupos –OH, não necessitando de tratamentos para se converter a estrutura em polióis, como o caso de outros óleos, tal como o de soja, açaí e girassol. Com o exposto, o presente trabalho teve por objetivo a preparação de uma tinta derivada de um recurso renovável, ao mesmo tempo que se explorou os diversos ganhos de propriedade com a utilização de um produto alternativo, o óleo de mamona. [1]

2. Materiais e Métodos

Preparou-se e avaliou-se várias formulações de tintas contendo Thinner IT 16 multiuso como solvente o (produto comercial), Fe₂O₃ com pigmento, CaCO₃ como carga, poliuretana a base óleo de mamona como resina, secante de cobalto, Renex e Tween 20 como aditivos (produtos comerciais). Posteriormente, realizou-se testes da estabilidade de emulsão, o qual consiste na inserção de um tubo de ensaio contendo uma amostra de tinta em uma centrífuga em 800 rpm durante 20 minutos. Foi também realizado o teste de viscosidade, com o auxílio do viscosímetro modelo copo Ford com furo de 4 mm de diâmetro durante 200 segundos. E por fim, no teste de resistência à corrosão, foram preparadas soluções de ácido nítrico com concentração de 0,1 M e 0,4 M, utilizados para corroer quatro pregos, inseridos separadamente em tubos de ensaio contendo HNO₃, dentre os quatro pregos dois foram pintados com a tinta e então foi observada a corrosão aparente após secagem à temperatura ambiente.

3. Resultados e Discussão

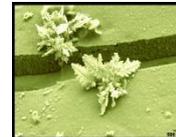
A melhor formulação de tinta obtida foi de 30% Thinner IT 16 multiuso, 6% de Fe₂O₃, 2%, CaCO₃, 0,05% de secante de cobalto, 1% de Renex, 0,95% Tween e 60% de resina de poliuretana (40% óleo de mamona e 20% isocianato), a qual apresentou coloração vermelha escura. [3]

A resina conferiu à tinta propriedades anticorrosiva, que pode ser comprovada através da pequena corrosão sofrida na concentração de 0,4 M frente aos pregos não revestidos com a tinta, além de apresentar secagem rápida, formação de um filme resistente e brilhante. O valor obtido da viscosidade foi de 758 cP, que atendeu aos padrões estabelecidos pela literatura, de 200 a 900 pra um copo Ford com furo de 4 mm. [4]

4. Referências

- [1] – Alves, L. R., Carriello, G. M., Pegoraro, G. M., & Filho, J. F. *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] – Fragata, F. D. L., Amorim, C. C., Ordine, A., & Cordeiro, B. N. *Desempenho de Tintas de Poliuretano Alifático à Radiação Ultravioleta e Condensação de Umidade*. In: 4th International Corrosion Meeting-INTERCORR, Salvador, BA. (2012).
- [3] – Storck, O., Silva, V. B., Garlet, E., Perufo, L. D., & Godoy L. P. *Preparação de superfície e pintura líquida poliuretana: garantindo proteção contra danos corrosivos*. *Revista Espacios*, 35(13), 23. (2014).
- [4] – Panda, H. *Handbook on Paint Testing Methods*. Asia Pacific Business Press. (2010).

*Autor correspondente: lucasrepecka2@gmail.com



POLÍMEROS SEMICONDUTORES CLÁSSICOS – UMA BREVE INTRODUÇÃO AO ASSUNTO

Jorge Fernandes Filho^{1*}, Rafael Henriques Longaresi¹

Universidade Federal de São Carlos - Sorocaba –

Rod. João Leme dos Santos, km 110 - SP-264. Bairro do Itinga - Sorocaba CEP 18052-780. SP

1. Introdução

O desenvolvimento da ciência está atrelado à como o ser humano observa a natureza e dela retira os insumos para a construção de ferramentas que facilitem a sua jornada ao longo da vida. Podemos afirmar que a descoberta das propriedades semicondutoras em polímeros é uma das descobertas que lançaram a civilização em um patamar tecnológico elevado devido a capacidade desses materiais poderem ser usados em diversas aplicações: eletrônica, óptica, embalagens, etiquetas inteligentes, tintas, etc. Unir leveza, flexibilidade, transparência e facilidade de processamento em um único material polimérico, foi um passo importante para a substituição dos condutores metálicos como matéria prima para a construção de inúmeros dispositivos eletrônicos. A descoberta dessa nova classe de material, nominalmente os polímeros semicondutores, ocorreu na década de 70 com os trabalhos de Heeger, Shirakawa e MacDiarmid com ao comprovarem a condução de carga elétrica em um polímero predominantemente tido como isolante, o poliacetileno. A partir de então, foram desenvolvidos uma gama de novos polímeros semicondutores que tem sido objeto de estudo da eletrônica orgânica, tais como: sensores, telas orgânicas, células solares, dispositivos de armazenamento magnético, dispositivos eletrocromicos, etc [1]. O presente trabalho faz uma introdução dos principais polímeros condutores utilizados na construção de dispositivos eletrônicos, permeando o seu histórico desde a síntese acidental do poliacetileno, seus mecanismos de síntese e de condução, bem como pesquisas que vem modificando a forma como o homem interage com o mundo por meio da busca de eficiência energética aliada a preservação do meio ambiente.

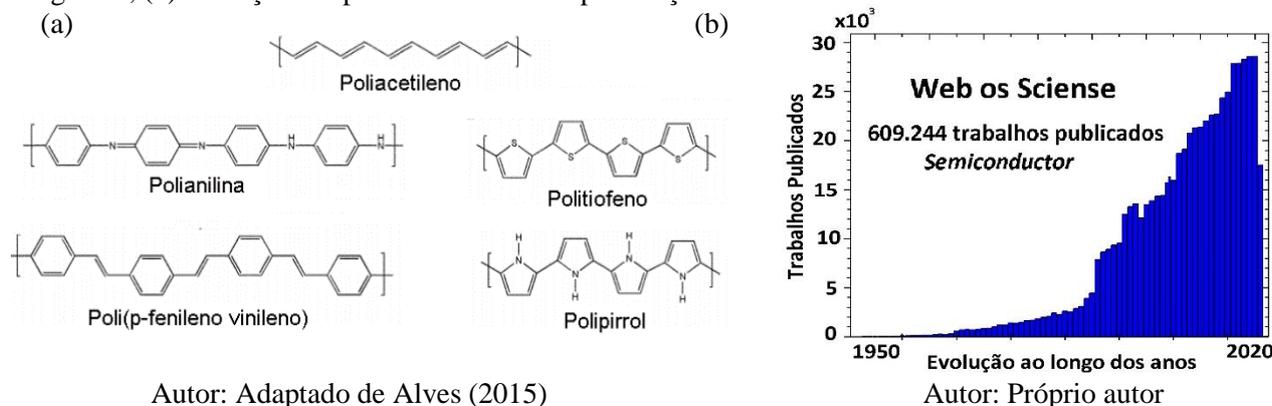
2. Materiais e Métodos

O trabalho foi feito a partir de um levantamento bibliográfico utilizando a base *Web of Science* e as produções selecionadas foram analisadas observando critérios como ano de publicação, relevância do tema e repetibilidade.

3. Resultados e Discussão

A Figura 1(a) representa os semicondutores clássicos encontrados na literatura científica. As pesquisas envolvendo semicondutores se mantêm em uma curva crescente conforme evidencia a Figura 1(b), na qual relaciona o número de trabalhos publicados com o termo *semiconductor* na base *web of Science*. Mesmo com as limitações devido ao fechamento das instituições de pesquisa no último ano, o número de trabalhos continua significativo mostrando a relevância deste tema já que os materiais semicondutores possuem um grande campo de aplicações em um mundo cada vez mais tecnológico.

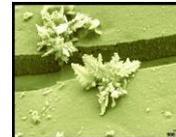
Figura 1: (a) Representação estrutural dos principais polímeros semicondutores utilizados na eletrônica orgânica; (b) evolução temporal no número de publicações encontrado na base de dados da Web of Science.



4. Referências

- [1] – MEDEIROS, E. S. et al. Uso de Polímeros Condutores em Sensores . Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v. 7, n. 2, p. 62–77, 2012
[2] – ALVES. M. P. A. S. Síntese e caracterização de Blendas de PVC/POLITIOFENO. Tese de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco. Recife. PE. 97p. 2015

*Autor correspondente: jorgeferfilho@gmail.com



MODIFICAÇÃO QUÍMICA DA BORRACHA NATURAL COM ÁCIDO HIALURÔNICO PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS

Bruna V. Quevedo^{1*}, Daniel Komatsu^{2,3}, Maira de L. Rezende³, Eliana A. de Rezende Duek^{1,2}

¹Universidade Federal de São Carlos – 18052-780, Sorocaba, Brasil.

²Pontifícia Universidade Católica de São Paulo, 18030-070, Sorocaba, Brasil.

³Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales, 18013-280, Sorocaba, Brasil.

1. Introdução

Tem sido cada vez mais crescente a busca por biomateriais que possam tratar e recuperar tecidos lesionados. Estudos apontam que a Borracha Natural (BN) e o Ácido Hialurônico (AH), além de serem biocompatíveis com o organismo humano, possuem propriedades bioativas que estimulam o reparo tecidual e a cicatrização [1,2]. No entanto, possuem certas limitações que devem ser aprimoradas [1,2,3].

Dessa forma, este trabalho tem por objetivo modificar quimicamente a BN através da epoxidação (BNE) e graftização com o AH, formando assim um novo biomaterial com propriedades híbridas e aprimoradas para ser utilizado em aplicações biomédicas, tais como curativos bioativos.

2. Materiais e Métodos

A BN foi submetida a epoxidação *in situ* através da adição de ácido perfórmico. Adicionou-se octanoato de estanho e AH a BNE solubilizada. O sistema foi submetido a refluxo por 5 horas a 40°C para obtenção de BNE(g)AH. As amostras foram analisadas pelas técnicas de Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Ressonância Magnética Nuclear (¹H RMN).

3. Resultados e Discussão

Conforme a Fig. 1, é possível observar através do espectro de FTIR que a BNE(g)AH, apresentou bandas referentes aos grupos funcionais da BNE e do AH. No entanto, o aparecimento de uma nova banda em 1734 cm⁻¹ pode estar associado a alongamento C=O de éster, o que sugere graftização por esterificação entre os grupos químicos da BNE e do AH [2].

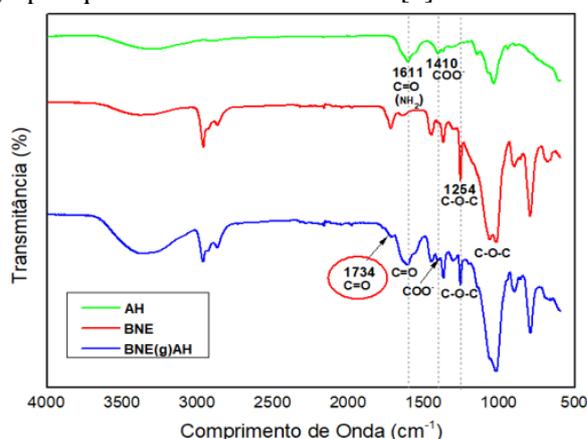


Fig. 1. FTIR do AH, BNE e BNE(g)AH.

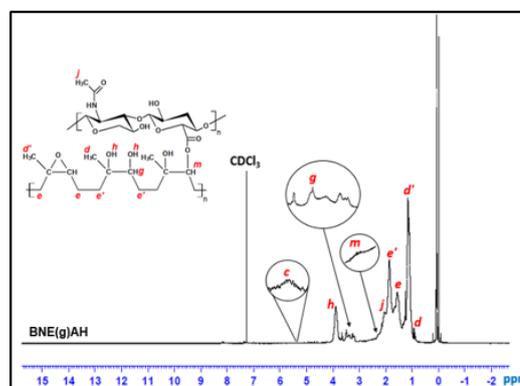


Fig. 2. ¹H RMN da BNE(g)AH.

Tal fato é corroborado com o espectro de ¹H RMN, que conforme a Fig 2 apresenta desvio químico em 2,2 ppm (m), o qual foi atribuído a prótons presentes em grupos ésteres, sugerindo uma possível reação de graftização por esterificação entre os grupos hidroxila presente na BNE e carboxílico do AH [3].

4. Referências

- [1] - GUERRA, N. B. *et al.* Journal of Polymer Research, v.25, n.8, p. 1-9, 2018.
- [2] - LEE, H. Y., *et al.*, Colloids Surf. B, v. 174, p. 308-315, 2019.
- [3] - PONGSATHIT, S., PATTAMAPROM C., Int. j. radiat. phys. chem., v. 144, p. 13-20, 2018.

Agradecimentos

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

*Autor correspondente: brunaqueved@gmail.com



BIODEGRADAÇÃO EM SOLO DE FILMES POLIMÉRICOS DE AMIDO DE MILHO COM NANOFIBRAS DE CELULOSE PELO MÉTODO RESPIROMÉTRICO DE BARTHA

Karina Palmizani do Carmo^{1*}, Roberta Ranielle M. de Freitas¹, Joelen O. Silva² e Vagner R. Botaro^{1,2}

¹Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP) – Ouro Preto/MG

²Universidade Federal de São Carlos-Campus Sorocaba (UFSCar) – Sorocaba/SP

1. Introdução

Levando em consideração o desenvolvimento sustentável e a grande utilização de polímeros provenientes do petróleo, os polímeros produzidos a partir de matérias-primas renováveis e derivadas da biomassa, surgiram como um assunto de enorme interesse científico e industrial devido à sua grande capacidade de biodegradabilidade e compostabilidade. Dentre esses, podemos destacar os polissacarídeos, como o amido, que são encontrados mundialmente em espécies vegetais de tubérculos, cereais e leguminosas [1].

Este trabalho tem por objetivo desenvolver filmes poliméricos biodegradáveis de amido de milho utilizando nanofibras de celulose como reforço, bem como analisar a sua biodegradabilidade em solo, através do método respirométrico de Bartha, seguindo a norma NBR 14283/1999 [2].

2. Materiais e Métodos

Os materiais utilizados para a produção dos filmes poliméricos foram o amido de milho nativo Amilogill 2100 da empresa Cargill Agrícola S.A., glicerol, água deionizada e nanofibras de celulose com concentração de 1,5%.

Foram sintetizados dois tipos diferentes de filmes. O primeiro somente com amido (AA) contendo 5% de amido, 1,5% de glicerol e 93,5% de água deionizada e o segundo filme com amido e nanofibras (AN) contendo 5% de amido, 1,5% de glicerol, 1,5% de nanofibras de celulose e 92% de água deionizada. Ambos os filmes foram submetidos à agitação constante e temperatura de aproximadamente 80°C até total gelatinização do amido, após a síntese foram moldados por *tape casting* e secos a temperatura ambiente.

O solo utilizado para a biodegradação dos filmes foi caracterizado seguindo a norma NBR 14283/1999, assim como a metodologia para o ensaio de biodegradação, utilizando o respirômetro de Bartha (Figura 1).

3. Resultados e Discussão

Utilizando o método respirométrico de Bartha, foi possível determinar o índice de biodegradação da matéria orgânica contida nos filmes de amido, através da quantidade de gás carbônico (CO₂) produzida pelos micro-organismos do solo. Os filmes de amido (AA) tiveram a maior taxa de produção de CO₂ e de biodegradação durante os primeiros 50 dias (Figura 2), quando comparado aos filmes de amido com nanofibras de celulose (AN). Ambos os filmes de amido, após 90 dias de incubação, foram completamente degradados. Os filmes AA são os mais indicados para compostagem, pois produziram mais CO₂ nos primeiros 15 dias, indicando que sua biodegradação se inicia mais rapidamente.



Fig. 1. Respirômetro de Bartha

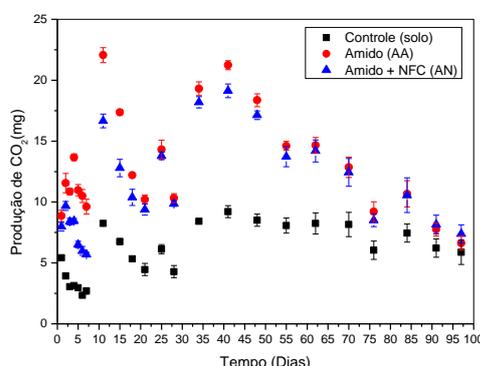
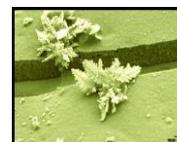


Fig. 2. Gráfico da produção de CO₂ pelo tempo de biodegradação.

4. Referências

- [1] - Carmo, K. P.; Paiva, J.M.F. (2015). *Filmes Biodegradáveis de Amido e Composições com Outros Materiais*. *Revista Virtual de Química*, v. 7, n.6, p. 2377-2386.
[2] - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 14283: *In Resíduos em solos - Determinação da biodegradação pelo método respirométrico*. Rio de Janeiro, p. 8. (1999).

*Autor correspondente: karinapalmezani@hotmail.com



SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE HIDROGÉIS DE PVA E EDTAD PARA FUTURA APLICAÇÃO EM PLANTAÇÕES

Joelen O. Silva^{1*}, Karina P. Carmo², André M. Senna³, Vagner R. Botaro.^{1,2}

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

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

³Universidade de Sorocaba – UNISO - Sorocaba - SP

1. Introdução

De acordo com a FAO (Organização das Nações Unidas para a Alimentação e a Agricultura) e com o Conselho Mundial da Água (CMA), em 2050 a população mundial será de mais de 9 bilhões de pessoas e para atender essa crescente e cada vez mais exigente demanda alimentícia, será necessário aumentar a produção de alimentos em pelo menos 60%, mesmo enfrentando problemas como escassez de água e degradação dos solos. Desta forma, a inovação será crucial para a produção sustentável de alimentos, ou seja, sem degradação do solo e desperdício de água [1-2-3].

O aumento na produção agrícola, sem soluções inovadoras para reposição de nutrientes no solo e redução do consumo de água, inevitavelmente resulta em esgotamento do solo [4-5] e evaporação de até 50% da água destinada à irrigação [3].

Para reduzir o esgotamento do solo e ao mesmo tempo aumentar a produção agrícola, preservando milhares de hectares de florestas e matas nativas, assim como a fauna e a flora [6], atualmente utiliza-se uma grande quantidade de fertilizantes.

Assim, o objetivo deste trabalho foi sintetizar hidrogéis de álcool polivinílico e dianidrido do etilenodiaminotetracético em três proporções, sendo elas 10:1, 20:1 e 100:1 respectivamente, com o intuito de caracterizá-los e verificar qual a melhor composição para os mesmos e futuramente aplica-lo para liberação controlada de NPK em plantações para auxílio na recuperação do solo e uso racional de água.

2. Materiais e Métodos

Foram sintetizados três hidrogéis, nas proporções 10:1, 20:1 e 100:1 de PVA para EDTAD, respectivamente. Ambos foram caracterizados por FTIR utilizando equipamento PerkinElmer Spectrum 400 FT-IR Modelo Spectrum 400FT Mid-IR, no laboratório de biomateriais da PUC Sorocaba, análise de absorção de água por diferença de massa entre o gel seco e intumescido ao longo de 200 dias e densidade por picnometria.

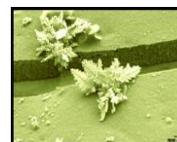
3. Resultados e Discussão

Através das análises realizadas por FTIR foi verificado que os hidrogéis foram sintetizados com sucesso, observando-se o aumento expressivo da banda de OH livre em 1320 cm^{-1} , as bandas presentes em 1809 cm^{-1} e 1755 cm^{-1} referentes ao anidrido de ácido carboxílico presente no EDTAD é inexistente nos hidrogéis devido à abertura do anel para ligação de hidrogênio intermolecular, que resulta no entrecruzamento das cadeias e desta forma é responsável pela formação da rede tridimensional termorrígida, observa-se também nos espectros dos hidrogéis a presença de bandas em 1735 cm^{-1} e 1628 cm^{-1} referentes à formação de carbonila de éster e carbonila de ácido carboxílico, respectivamente, devido à ligação entre o EDTAD e o PVA. Observou-se que quanto maior a concentração de PVA no hidrogel, em proporção ao EDTAD, maior a absorção de água, sendo de 20543,8%, 16156,2% e 1349,7% para os hidrogéis 10:1, 20:1 e 100:1, respectivamente. As análises de densidade por picnometria resultaram em valores de 1,34 g/mL, 1,06 g/mL e 0,96 g/mL para os hidrogéis 10:1, 20:1 e 100:1, respectivamente, verificando-se que os valores são proporcionais à concentração de EDTAD presente nos hidrogéis, uma vez que é responsável pelas ligações intermoleculares e consequentemente, pelo grau de entrecruzamento dos hidrogéis, logo, quanto maior o grau de entrecruzamento, maior a densidade.

4. Referências

- [1] <http://www.fao.org/news/story/pt/item/283456/icode/>. Acesso em 14/02/2019.
- [2] http://dev2.worldwatercouncil.org/fileadmin/world_water_council/documents_old/Library/WVVision/Chapter2.pdf. Acesso em 14/02/2019.
- [3] <https://diplomatie.org.br/wp-content/uploads/2018/03/Suplemento-FAO-F%C3%B3rum-Mundial-da-%C3%81gua.pdf>. Acesso em 14/02/2019.
- [4] <http://www.fertilidadedesolo.com.br/porque-solos-precisam-fertilizantes/>. Acesso em 14/02/2019.
- [5] BNDES Setorial. **Fertilizantes: Uma Visão Global Sintética**. Rio de Janeiro, n. 24, p. 97-138, set. 2006.
- [6] ISHERWOOD K. F. **Mineral fertilizer use and the environment**. Paris: IFA, 2000. p. 63.

*Autor correspondente: joelenosmari@gmail.com



HIDROXILAS FENÓLICAS DERIVADAS DE DIFERENTES FRAÇÕES DE LIGNINA KRAFT COMO PRECURSORES RENOVÁVEIS PARA A PRODUÇÃO DE RESINA LIGNINA-FENOL-FORMALDEÍDO

Jéssica S. Rodrigues^{1*}, Amanda S. M. de Freitas², Cristiane C. Maciel³, Sophia F. Mendes⁴, Vagner R. Botaro¹

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

²Universidade Federal de São Paulo - UNIFESP, campus São José dos Campos, São José dos Campos – SP.

³Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" – UNESP, campus Sorocaba, Sorocaba – SP.

⁴Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG

1. Introdução

As resinas fenólicas são normalmente sintetizadas com fenol não renovável à base de petróleo, que têm efeitos adversos no meio ambiente e na saúde humana. Para alcançar a produção verde e sustentável de resinas fenólicas, é importante substituir o fenol tóxico não renovável. Aqui, uma nova estratégia foi proposta com o objetivo de descrever um método eficiente de fracionamento de lignina kraft (LK) para substituir parcialmente o fenol, usando monômeros derivados de frações de LK para sintetizar resinas fenólicas

2. Materiais e Métodos

A LK de madeira de *Eucalyptus urograndis* foi refinada por um processo de fracionamento sequencial em acetato de etila (AcEt) [1]. A síntese da resina precursora de carbono foi realizada de acordo com a metodologia empregada por LIU et al [2]. ; QU et al. [3]; WANG, LEITCH e XU [4], com exceção dos constituintes da resina, que ao invés de utilizar apenas amostras de lignina, foram utilizadas diferentes frações de lignina como fonte principal de fenol. As resinas precursoras de carbono foram compostas por: 0, 25 e 50 % de lignina fracionada. Sendo as ligninas empregadas: LK, fração de lignina insolúvel em AcEt (FLInsol) e fração de lignina solúvel em AcEt (FLSol).

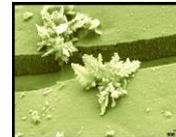
3. Resultados e Discussão

Os resultados de cromatografia de permeação em gel (GPC) indicaram que as frações de lignina de massas molares mais baixas (FLSol) apresentaram maior solubilidade no AcEt. Os espectros de FTIR comprovaram que a FLSol continha uma quantidade abundante de ácidos fenólicos em comparação com as frações de lignina de alta massa molar. Ainda os espectros revelaram um pico em 1020 cm⁻¹ em todas as resinas de formaldeído à base de lignina, sugerindo o alongamento de C-O-Ar alifático e C-OH de metilol. A análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise termogravimétrica (TG) foram importantes para caracterizar as propriedades térmicas das resinas fenólicas. As resinas fenólicas baseadas em monômeros derivados de lignina exibiram excelente resistência de adesão, temperatura de transição vítrea e estabilidade térmica. Dessa forma, este estudo apresentou uma abordagem verde e sustentável promissora para sintetizar resinas fenólicas com base em monômeros derivados de frações lignina kraft, com potencial para complementar ou mesmo substituir materiais poliméricos à base de petróleo.

4. Referências

- [1] S.Y. Park, J.Y. Kim, H.J. Youn, J.W. Choi, *Fractionation of lignin macromolecules by sequential organic solvents systems and their characterization for further valuable applications*, Int. J. Biol. Macromol. 106 (2018) 793–802.
- [2] Y. Liu, W. Chen, Q. Xia, B. Guo, Q. Wang, S. Liu, Y. Liu, J. Li, H. Yu, *Efficient Cleavage of Lignin–Carbohydrate Complexes and Ultrafast Extraction of Lignin Oligomers from Wood Biomass by Microwave-Assisted Treatment with Deep Eutectic Solvent*, ChemSusChem. 10 (2017) 1692–1700.
- [3] J.Y. Qu, Q. Han, F. Gao, J.S. Qiu, *Carbon foams produced from lignin-phenol-formaldehyde resin for oil/water separation*, Xinxing Tan Cailiao/New Carbon Mater. 32 (2017) 86–91.
- [4] M. Wang, M. Leitch, C. Xu, *Synthesis of phenol-formaldehyde resol resins using organosolv pine lignins*, Eur. Polym. J. 45 (2009) 3380–3388.

*Autor correspondente: jessica_rodrigues@yahoo.com.br



EMPREGO DE FIBROÍNA EM MATRIZES DO TIPO SOL-GEL PARA APLICAÇÕES EM BIOMATERIAIS

Julia H. de Paula^{1*}, Adriano L. de Souza¹, Daniel Komatsu,³ Eliana A. R. Duek.²

¹Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba (SP)

²Pontifícia Universidade Católica de São Paulo – Sorocaba (SP)

³Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – Sorocaba (SP)

1. Introdução

A fibroína de seda é uma proteína sintetizada pelos bichos-de-seda da espécie *Bombyx mori* e, devido a sua estrutura macromolecular, é considerada como um polímero capaz de ser processado sob várias formas, como: pós, filmes e hidrogéis [1]. A importância da fibroína como biomaterial é em razão da alta resistência mecânica e microbiana, degradabilidade controlável e elevada biocompatibilidade [2].

Dentre os diferentes processos para se obter membranas, a metodologia do sol-gel apresenta vantagens relacionadas ao controle de propriedades, alto teor de purificação, produção de material com alta adesão e possibilidade de modulação dos parâmetros de síntese [3], metodologia empregada na obtenção de materiais e revestimentos biocompatíveis, antimicrobianos e também materiais para proteção à corrosão. Desta forma, com objetivo desse trabalho é a obtenção de membranas pelo processo sol-gel, constituídas de fibroína e colágeno, proteína fibrosa de origem animal, visando melhorar a biocompatibilidade e bioestabilidade, para aplicações na área médica.

2. Materiais e Métodos

As amostras foram obtidas por meio da adição de Tetraethyl orthosilicate (TEOS), água deionizada Milli Q e solução de ácido sulfúrico (0.1 mol L^{-1}) em etanol, onde a solução foi mantida em agitação magnética constante, em temperatura de 60°C , por 30 minutos de acordo com a literatura [4]. Em seguida, 1mL da solução de colágeno hidrolisado (10% m/v) foi adicionada e a agitação foi mantida por mais 30 minutos. Após esta etapa, a amostra foi liofilizada até obtenção de uma membrana.

3. Resultados e Discussão

Foram realizados testes para melhoria da solubilidade da solução de colágeno hidrolisado para ser incorporada na solução contendo o TEOS, como propósito de garantir a homogeneidade da membrana final. Eventualmente, o procedimento de obtenção pode sofrer algumas variações para que haja melhoria das características e propriedades do material final.

4. Referências

- [1] – Yin, Z.; et al. *A silk fibroin hydrogel with reversible sol-gel transition*. Royal Society of Chemistry Adv., volume 7, 24085-24096, 2017.
- [2] – Melke, J.; et al. *Silk fibroin as biomaterial for bone tissue engineering*. Acta Materialia Inc, volume 31, 1-16, 2016.
- [3] – Tranquillo, E.; *Surface Modifications for Implants Lifetime extension: An Overview of Sol-Gel*. Coatings, volume 10, 589, 2020.
- [4] – Rocha, L; et al. *Immobilization of marine fungi on silica gel, silica xerogel and chitosan for biocatalytic reduction of ketones*. Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic, v. 84, Elsevier B.V., Brasil, 2012.

Agradecimentos (opcional)

Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), processo nº 2015/24136-4.

*Autor correspondente: julia_depaula@hotmail.com

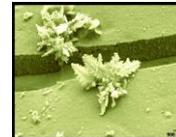
SESSÃO B

Nanomateriais e Nanotecnologia

27 de outubro de 2021;

Horário: 15:20 – 16:50 horas;

Local: remoto.



PRODUÇÃO DE NANOESTRUTURAS DE CARBONO PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS

L. S. Almeida^{1*}, M. D. Manfrinato^{1,2}, L. S. Rossino^{1,2}

¹Universidade Federal de São Carlos – UFSCAR Campus Sorocaba - PPGCM

²Faculdade de Tecnologia José Creso Gonzales – Fatec Sorocaba

1. Introdução

Nas últimas décadas os estudos e descobertas de diversas nanoestruturas de carbono foram intensificados, como os filmes de carbono amorfo, os nanotubos de carbono, o grafeno e seus derivados. Essas estruturas possuem propriedades físicas e químicas únicas, atribuídas por suas estruturas, podendo ser aplicadas em diversas áreas [1]. Na área da biomedicina as nanoestruturas de carbono recebem destaque pela biocompatibilidade com o corpo humano [2]. Os filmes de carbono amorfo possuem grande potencial para serem aplicados em revestimento de implantes, como o grafeno e os seus derivados também apresentam tal potencial [3]. No entanto métodos convencionais de síntese requerem uma temperatura muito alta, podendo alcançar 1000°C [4]. Dessa forma o método de Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma (PECVD) tem sido explorado para sintetizar as nanoestruturas de carbono, devido à produção em escala relativamente grande e em baixa temperatura de tratamento. O objetivo desse trabalho é estudar o efeito dos parâmetros de tensão, pressão e temperatura na produção e caracterização de nanoestruturas de carbono (filmes carbono amorfo (a-C:H), nanotubos de carbono, grafeno e óxido de grafeno) pela técnica de PECVD com uma fonte DC- pulsada, utilizando os substratos de titânio grau 2, liga Ti6Al4V e aço inoxidável 316L.

2. Materiais e Métodos

O crescimento das nanoestruturas será realizado através da utilização dos precursores metano (CH₄) e acetileno (C₂H₂) por PECVD com e sem dopagem com nitrogênio e oxigênio. As técnicas para a caracterização serão a difração de raios-X (DRX), espectroscopia Raman, espectroscopia de infravermelho por transformada de fourier (FTIR), microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM), ângulo de contato, avaliação biológicos in vitro de citotoxicidade e morfologia celular e microdesgaste abrasivo.

3. Resultados e Discussão

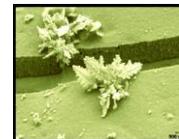
Espera-se, com o desenvolvimento deste trabalho, determinar as características estruturais das nanoestruturas de carbono produzidas nos substratos de titânio de grau 2, liga Ti6Al4V e aço inoxidável 316L obtidas pela a técnica de PECVD, e comparar os espectros Raman das nanoestruturas obtidas do filme de carbono amorfo, nanotubos de carbono, grafeno e óxido de grafeno, podendo diferenciar a estrutura amorfa da estrutura cristalina e a identificação das bandas D e G, que são bandas importantes na caracterização de materiais a base de carbono.

4. Referências

- [1] ZARBIN, A. J. G.; OLIVEIRA, M. M. Nanoestruturas De Carbono (Nanotubos, Grafeno): Quo Vadis? Química Nova, v. 36, n. 10, p. 1533–1539, 2013.
- [2] CHEN, Y.; STAR, A.; VIDAL, S. Sweet carbon nanostructures: Carbohydrate conjugates with carbon nanotubes and graphene and their applications. Chemical Society Reviews, v. 42, n. 11, p. 4532–4542, 2013.
- [3] DWIVEDI, N. et al. Strange hardness characteristic of hydrogenated diamond-like carbon thin film by plasma enhanced chemical vapor deposition process. **Applied Physics Letters**, v. 102, n. 011917, p. 1–6, 2013.
- [4] HAN, L. et al. Two-step method preparation of graphene without hydrogen on methanol pretreatment copper substrate by PECVD at low temperature. **Physica E: Low-Dimensional Systems and Nanostructures**, v. 84, p. 249–257, 2016.

Agradecimentos (opcional)

Gostaríamos de agradecer a FATEC-SO e a CAPES (001) pelo auxílio financeiro.



FUNCIONALIZAÇÃO QUÍMICA DE NANOFIBRILAS DE CELULOSE COM HALETOS ORGÂNICO E HIDROGENOSULFATO

Barros, M. F. J.^{1*}, de Menezes, A. J.¹, Pereira, R. V.²

¹Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba.

²Universidade Federal do Rio de Janeiro – Campus Macaé.

1. Introdução

Com a crescente preocupação da preservação ambiental e em busca do desenvolvimento de materiais sustentáveis, a celulose tem ganhado destaque dos pesquisadores por se tratar de um material abundante e possuir diversas propriedades interessantes, tais como biodegradabilidade, baixa densidade, não-toxicidade, baixo coeficiente de expansão térmica e elevada área superficial [1].

A celulose é um dímero de glicose unidos pela ligação β 1,4-glicosídica formando um polissacarídeo de cadeia linear. E a unidade repetitiva da cadeia polimérica é denominada de celobiose, com dimensões de aproximadamente 1 nm. Sua morfologia é semicristalina, ou seja, na cadeia polimérica há domínios cristalinos e domínios amorfos [2, 3, 4]. Na celobiose há seis grupos funcionais hidroxilas que são responsáveis pelas ligações de hidrogênio intra e intermolecular que mantêm as fibras celulósicas rígidas e coesas. A reatividade da celulose se deve as hidroxilas, possibilitando diversas modificações químicas para melhorar as propriedades físico-químicas de materiais já existentes e/ou desenvolver novos materiais [2, 3]. Algumas possíveis modificações químicas são: sulfonação, oxidação, eterificação, esterificação, carbamação, sililação, entre outras.

A partir do material celulósico é possível obter dois tipos de nanocelulose: por hidrólise ácida obtêm os nanocristais de celulose; e pelo método mecânico obtêm as nanofibrilas de celulose [4]. Ambos com diversas aplicações.

O presente projeto irá focar nos estudos da funcionalização química das nanofibrilas de celulose através da reação de eterificação. O que possibilita desenvolver membranas de filtração para o tratamento de efluentes, minimizando as consequências dos efeitos dos contaminantes emergentes e/ou metais pesados presentes nos corpos hídricos, cuja presença no meio ambiente causa danos à biota e à saúde humana.

2. Materiais e Métodos

Será utilizado no projeto: suspensão de nanocelulose, bases orgânicas para a reação de ativação das nanofibrilas e agentes eterificantes para realizar a modificação química nas nanofibrilas. Após a funcionalização as amostras serão caracterizadas por análise elementar e pela técnica espectroscópica infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). Para analisar a estrutura será por microscopia de força atômica (AFM). E o estudo da cristalinidade será com o difratômetro de raios X (DRX).

3. Resultados e Discussão

Devido a pandemia do COVID-19, o projeto está em fase inicial de desenvolvimento. E até o momento, foi feito o planejamento fatorial para a otimização e o estudo das condições experimentais ideais para a realização do projeto.

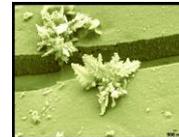
4. Referências

- [1] – Samir, M. A. S. A.; Alloin, F.; Dufresne, A., 2005, *Biomacromolecules*, 6, 612-626.
- [2] – Dufresne, A. Nanocellulose - from nature to high performance tailored materials. Editora De Gruyter, Berlin/Boston, 2012.
- [3] – Dufresne, A. Preparation and properties of cellulose nanomaterials. *Cellulose Nanomaterials*, v.5, n.3, mar. 2020.
- [4] – Netchyporchuck, O., *et al.* Production of cellulose nanofibrils: A review of recent advances. *Industrial Crops and Products*. Universidade de Grenoble, França, 93, fev. 2016.

Agradecimentos

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES), pela bolsa de estudo concedida; e à empresa Suzano Papel e Celulose pela doação da suspensão de nanocelulose.

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



MEMBRANAS FILTRANTES DE FIBRAS DE NANOCELULOSE/MoS₂/MoO₃

Jorge Fernandes Filho^{1*}, Vagner Romito de Mendonça^{1,2}, Aparecido Junior de Menezes¹

¹Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba

²Instituto Federal de São Paulo – Campus Itapetininga

1. Introdução

A crescente industrialização descontrolada tem se mostrado danoso ao meio ambiente visto que parte dos rejeitos oriundos de seus processos não recebem o devido tratamento adequado antes de serem despejados na natureza. Diante desta problemática, é importante que estudos sejam desenvolvidos com o objetivo de reter esses contaminantes antes que os mesmos recebam um inadequado descarte. Membranas filtrantes são materiais que permitem que parte dos contaminantes sejam retidos de uma corrente de fluido. Assim, este trabalho tem por objetivo apresentar o estado da arte na aplicação de compósitos contendo celulose e/ou compostos de molibdênio em sistemas de poluentes em corrente aquosa [1].

2. Revisão Bibliográfica

As membranas de nanocelulose trazem diversas vantagens em comparação a outras existentes, visto que a presença de nanofibrilas cria uma elevada área superficial específica, permitindo uma melhor filtração. Suas propriedades mecânicas de alta resistência a tração e ao rasgamento permite que maiores pressões no sentido do fluxo do fluido possam ser aplicadas, tornando a filtração mais eficiente. Ademais, este material pode ser combinado com outros que possuam propriedades adicionais, a fim de se obter materiais multifuncionais [1].

Dissulfeto de molibdênio (MoS₂) é uma substância de alta versatilidade e que tem tido um destaque na comunidade científica nos últimos anos [2]. Este tem sido aplicado na remoção de compostos orgânicos, como pesticidas, e inorgânicos, como metais pesados, de correntes de água via adsorção. [1,3,4,5]. Compósitos deste com seu óxido MoO₃ também tem sido estudado para tais propósitos.

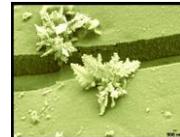
Neto (2020) desenvolveu um trabalho com nanocelulose bacteriana e MoS₂ e obteve resultados adequados para a filtração de correntes aquosas com posterior fotocatalise. Chandrabose (2021) desenvolveu sua pesquisa utilizando o nanocompósito MoS₂/TiO₂ para retirada de corantes catiônicos e aniônicos em diferentes porcentagens de peso de sulfeto de molibdênio. Os resultados mostraram uma alta eficiência no processo de adsorção destes corantes. ZHAO (2021) desenvolveu sua pesquisa baseada na formulação do composto P-PVDF / MoS₂. A proposta obteve bons resultados no processo de adsorção de ions de mercúrio e a membrana formada permaneceu com uma eficiência de 90% mesmo depois de dez ciclos de operação.

O trabalho está em fase de levantamento bibliográfico e há uma quantidade razoável de trabalhos produzidos nos últimos anos acerca da utilização dos compostos de molibdênio em extração de contaminantes em matrizes aquosas. Na base de dados *Web of Science* há 842 trabalhos acerca do assunto quando a busca é realizada com os termos *molybdenum disulfide* e *adsorption*. Este número significativo de pesquisas mostra o quanto de pesquisadores estão desenvolvendo trabalhos acerca do tema e demonstrando a relevância de compostos de molibdênio em processos de adsorção de contaminantes

3. Referências

- [1] NETO E.P.F. e colaboradores .Bacterial Nanocellulose/MoS₂ Hybrid Aerogels as Bifunctional Adsorbent/Photocatalyst Membranes for in-Flow Water Decontamination. ACS Appl. Mater. Interfaces X 12, 37, 41627. 2020.CAMILO, A. C. D. Estudo das propriedades ópticas do nanocomposto de dissulfeto de molibdênio e nanofibrilas de celulose. Dissertação (mestrado) Universidade Federal de São Carlos. Programa de Pós Graduação em Ciência dos Materiais. Sorocaba. Sp. 2019
- [2] CAMILO, A. C. E., de MENEZES, A. J., PEREIRA-DA-SILVA, M. A., GUIMIRÃES, F. E. G., & LONGARESI, R. H. (2019). Optical properties of the nanocomposite of molybdenum disulphide monolayers/cellulose nanofibrils. Cellulose. 2019
- [3] SILVA, C. A. A. SILVA, C. F., MATOS J. M. E., Síntese, caracterização e aplicação do trióxido de molibdênio na fotocatalise de efluente têxtil sintético. Cerâmica. V64. 454p. 2018
- [4] ZHAO, X. e colaboradores. Efficient removal of mercury ions with MoS₂-nanosheet-decorated PVDF composite adsorption membrane. Environmental Pollution, 268(), 115705. 2021
- [5] CHANDRABOSE G. e colaboradores. Removal and degradation of mixed dye pollutants by integrated adsorption-photocatalysis technique using 2-D MoS₂/TiO₂ nanocomposite. Chemosphere, 279, 130467.2021

*Autor correspondente: jorgeferfilho@gmail.com



Avaliação Da Terapia Fototérmica Utilizando Led 660 Nm Sobre Células De Melanoma Murino (B16f10) Que Internalizaram Nanotubos De Carbono Funcionalizados A Plasma.

Hergesel, Kaique Gomes^{1*}, Ivanof, Gabrielly de Paula Silva¹, Nascimento, Giovanna Golçalves¹, Almeida, Larissa Solano³, Rossino, Luciana Sgarb^{1,3}, Oliveira, Elaine Conceição de^{1,2}.

¹Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – Sorocaba/SP

²Instituto de Biologia da Unicamp – Campinas/SP

³Universidade Federal de São Carlos- UFSCar Sorocaba

1. Introdução

Atualmente novas terapias contra o câncer têm sido propostas, principalmente aquelas baseadas na utilização de tecnologias recém-desenvolvidas como a nanotecnologia. Devido ao seu tamanho, os nanotubos de carbono (NTCs) podem atravessar a membrana das células e conduzir medicamentos e moléculas de forma dirigida, por isso tem se considerado o seu grande potencial para aplicação na medicina, principalmente nas terapias anticancerígenas. No entanto, o grande impedimento para sua utilização é devido ao seu caráter hidrofóbico que fazem os NTCs se agregarem em meio aquoso, possibilitando o desenvolvimento de processos inflamatórios.[1] A técnica de Deposição Química a Vapor Assistida por Plasma (PECVD) pode mudar a superfície dos NTCs tornando-os mais hidrofílicos (funcionalização). A exposição controlada ao plasma produz quebra nas ligações na camada superficial de materiais sem causar danos a sua estrutura.[2] Isto possibilitará a sua utilização em terapias experimentais como a ablação de tumores por fototerapia. Na última década, alguns pesquisadores demonstraram a aplicabilidade do LED terapêutico em estudos experimentais e clínicos, demonstrando a eficiência fotobiomoduladora celular semelhante ao laser de baixa intensidade.[3] Este estudo visa avaliar a internalização dos NTCs funcionalizados a plasma por células de melanoma murino (B16F10) e o efeito da terapia fototérmica utilizando a luz do LED 660 nm em cultura de monocamada (2D) e tridimensional (3D). Os NTCs expostos ao plasma por 30 e 60 segundos serão avaliados pela sua capacidade de atravessar a membrana das células B16F10 e das células controle não tumoral L929 em comparação ao NTC não funcionalizado, nas duas situações de cultivo.

2. Materiais e Métodos

Os nanotubos de carbono de paredes múltiplas (Helix Material Solution), possuem o comprimento de 0,5 a 40 μm , diâmetro de 10 a 30 nm e pureza > 95%. Os NTCs serão funcionalizados no LabTES (Laboratório de Tecnologia e Engenharia de Superfície) de acordo com o protocolo estabelecido por nosso grupo de pesquisa. As células B16F10 e L929 serão mantidas em garrafas de cultura de 25 e 75 cm^2 até atingir total confluência. Os esferóides serão desenvolvidos pela técnica de agarose 2%. As células serão incubadas com o NTCs funcionalizados ou não e exposta por 5 minutos a luz de LED vermelho no comprimento de onda de 660nm (+/- 10nm), voltagem do chip LED de 2,3 V e corrente máxima de 300 mA. As células serão avaliadas quanto a sua morfologia, viabilidade celular por MTT, morte celular (apoptose ou necrose), capacidade de internalização por NTCs corados com PKH-26.

3. Resultados e Discussão

Neste estudo espera-se obter dados complementares sobre a capacidade dos NTCs funcionalizados a plasma serem internalizados por células tumorais, e quando expostas ao LED sofrerem ablação. Um estudo publicado pelo grupo em 2020 [3] mostrou que os NTCs não funcionalizados foram menos internalizados pelas células B16F10 tanto *in vitro* como *in vivo*, diminuindo o efeito da terapia com LED 660 nm.

4. Referências

- [1] CHUDOBA, D. et al. Kinetic and equilibrium studies of doxorubicin adsorption onto carbon nanotubes. International Journal of Molecular Sciences. 3 nov. 2020.
- [2] YAO, Y. et al. A novel fast photothermal therapy using hot spots of gold nanorods for malignant melanoma cells. Nanomaterials. 28 out. 2018.
- [3] DE PAULA, R. F. O. et al. Reduced graphene oxide, but not carbon nanotubes, slows murine melanoma after thermal ablation using LED light in B16F10 lineage cells. Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine. 1 feb. 2020.

Agradecimentos (opcional)

Agradecemos ao CNPq e ao CPS – Centro Paula Souza, por concederem o apoio e a bolsa de pesquisa.

*Autor correspondente: ka.hergesel@outlook.com



NANOCELULOSE DE KOMBUCHA: UMA REVISÃO SISTEMÁTICA.

Patrick Moreira, Adriana O. Delgado-Silva

Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba

1. Introdução

A escassez de recursos nos últimos anos, tem sido o fator principal para buscarmos novas fontes de matérias-primas renováveis e sustentáveis [1]. A celulose é um polímero renovável comumente obtido da madeira para suprir as grandes demandas das indústrias de papel, porém, uma variedade de bactérias também produz celulose, que é chamada de celulose bacteriana. [2]. Bactérias do gênero *Gluconacetobacter* produzem o que chamamos de Celulose bacteriana de Cultura Pura [2], entretanto seu processo de obtenção é rigoroso e possui um custo elevado. Em contrapartida temos as bactérias do gênero *Komagataeibacter* que são obtidas através de um consorcio simbiótico de bactérias e leveduras (SCOBY), comumente chamado de Kombucha, que após a fermentação produzem celulose bacteriana [3], possuem um custo menor quando comparada com a produção a partir de Cultura Pura e demandam um protocolo de obtenção menos rigoroso. Neste trabalho, o objetivo consiste em realizar uma revisão sistemática da literatura internacional a respeito da produção e caracterização da Celulose Bacteriana de Kombucha, de forma a catalogar e quantificar os meios de cultura utilizados e seus substratos, assim como discutir e relacionar os principais resultados relatados nos artigos da literatura.

2. Materiais e Métodos

Foi utilizado o Software Publish or Perish 7 para realizar a busca bibliográfica em quatro bases de pesquisa, sendo elas Google Scholar, Microsoft Academic, Scopus e Web of Science. Os resultados obtidos foram exportados para uma planilha do Excel, onde foram filtrados, com base no protocolo sugerido em [4]. A atual etapa do trabalho consiste na leitura dos artigos já selecionados.

3. Resultados e Discussão

Os resultados parciais do trabalho estão apresentados a seguir, onde são indicados o número de artigos obtidos na busca e após a filtragem dos dados, por palavra-chave e por classificação um a um (Tab. 1). Após a leitura parcial dos trabalhos selecionados, encontramos algumas similaridades nos processos de obtenção da celulose bacteriana de kombucha. Até o presente momento, foram lidos 15 de 57 artigos, dos quais 8 artigos utilizaram chá preto para a produção das membranas, 3 artigos utilizaram chá verde, 2 artigos não especificaram qual ou quais foram os substratos utilizados e apenas 2 artigos utilizaram chá verde e chá preto. Do total, 14 artigos utilizaram sacarose como fonte de carbono e 1 trabalho utilizou diversas fontes de carbono, como sacarose, glicose e frutose. Também observamos que em 7 artigos houve variação na concentração dos substratos. O período de incubação foi variado conforme a necessidade do autor, tendo sido empregados períodos de 2, 5, 7, 14 e 22 dias. Quanto à caracterização das membranas obtidas, em 10 artigos utilizou-se técnicas de caracterização como FT-IR, MEV/MET, TGA e/ou similares, enquanto os demais centraram o trabalho na determinação de parâmetros como rendimento polimérico, peso e tamanho da membrana resultante. Além disso, dos artigos lidos, apenas 1 artigo avaliou a brancura da membrana.

Keywords	Total Encontrado	Total após remoção das duplicatas	Total de artigos após seleção manual
(KN+NK) + (KNM + MNK)	411	222	N/A
(KN+NK) + (KNM + MNK) + (KC + CK)	637	420	N/A
(KN+NK) + (KNM + MNK) + (KC + CK) + (KM + MK)	727	423	57

Tab. 1. Resultados após filtragem e definição da base de dados, utilizando as palavras chave: kombucha nanocelulose (KN), kombucha nanocelulose membrane (KNM), kombucha cellulose (KC) e kombucha membrane (KM), além dos seus respectivos termos em português.

4. Referências

- [1] - Hongli, Zhu. Wood-Derived Materials for Green Electronics, Biological Devices and Energy Applications, 116, Chem. Rev. 2016, United States 2016.
- [2] - Lima, Lais R. Nanocristais de celulose a partir de celulose bacteriana, No. 9, Vol. 38, Quim. Nova, Araraquara/SP 2015.
- [3] - Sharma, Chhavi. Biotransformation of fermented black tea into bacterial nanocelulose via symbiotic interplay of microorganisms, Vol. 132, Elsevier 2019, Haryana/ India.
- [4] - Harris, Joshua D. How to Write a Systematic Review, No. 11, Vol. 42, The American Journal of Sports Medicine, Ohio, 2003.

Agradecimentos: À Capes, pelo período de bolsa concedida.

*Autor correspondente: moreira.patrick@gmail.com



SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE ZIRCÔNIA DOPADAS COM MOLIBDÊNIO E FERRO PELO MÉTODO SOLVOTÉRMICO E APLICAÇÃO NA CATÁLISE DE REAÇÕES DE ESTERIFICAÇÃO

Guilherme Manassés Pegoraro^{1*}, Giovanni Miraveti Carriello¹, Alessandro de Souza Mourato¹, Giovanni Pimenta Mambri¹

¹Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba

1. Introdução

A nanotecnologia é uma área em crescimento nas últimas décadas, encarregando-se do estudo e aplicação de materiais com dimensões na ordem de 1 a 100 nm. A redução no tamanho desses materiais pode alterar suas propriedades físico-químicas, originando novas aplicações ou aprimorando-as. O ZrO_2 é um dos óxidos mais pesquisados nessa área, tal como diferentes rotas para síntese e dopagem, principalmente com a finalidade de produzir catalisadores sólido-ácidos [1]. A dopagem com molibdênio ou ferro pode melhorar a etapa de catálise, além de possibilitar ferromagnetismo em temperatura ambiente. Com isso, o trabalho teve como objetivos sintetizar nanopartículas dopadas de ZrO_2 e verificar sua aplicação na catálise de reações de esterificação.

2. Materiais e Métodos

A síntese das nanopartículas foi feita pelo método solvotérmico [1], tendo como fontes de aquecimento uma chapa de aquecimento e um forno de micro-ondas caseiro, sendo usados como precursores propóxido de zircônio, $(NH_4)_6Mo_7O_{24}$ e $FeCl_3$. A reação foi realizada a $170^\circ C$ com variação em seu tempo total. As nanopartículas foram caracterizadas com um difratômetro de raios X (DRX) Shimadzu XRD-6100, com varreduras contínuas entre 20° e 80° a $1^\circ/min$ com voltagem de 40,0 kV e corrente elétrica de 30,0 mA, e aplicadas na catálise da esterificação entre o ácido oleico e etanol, sendo o produto de reação caracterizado com espectrômetro na região do infravermelho (FTIR) Nicolet IR200. Os espectros obtidos foram tratados matematicamente para o cálculo da taxa de conversão de reagentes em produtos, com base na literatura [2].

3. Resultados e Discussão

O difratograma da amostra F1 dopada com ferro(III) ($Fe-ZrO_2$) indicou que as nanopartículas cristalizaram em fase tetragonal (JCPDS: 79-1771) ou cúbica (JCPDS: 27-991), cuja comparação pode ser vista na figura 1, sendo um resultado compatível com relatos prévios [1]. As amostras M3 (ZrO_2 puro) e M4 ($Mo-ZrO_2$) sintetizadas em micro-ondas tiveram estrutura parcialmente amorfa e cristalina. Os espectros FTIR dispostos na figura 2, após tratamento matemático, indicaram que as maiores taxas de conversão da reação de esterificação foram para as amostras M3 e M4, com 10% e 12%, frente à taxa de 5% de conversão do teste sem catalisador, sendo esse pequeno aumento também condizente com pesquisas anteriores [3], tornando a síntese de ZrO_2 em micro-ondas promissora para a catálise, obtendo rapidamente um material com boas taxas de conversão catalítica.

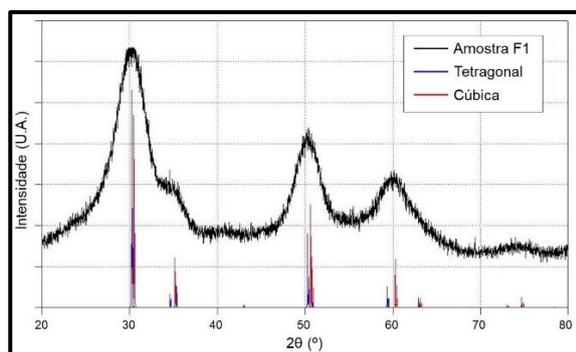


Fig. 1. Difratograma da amostra F1

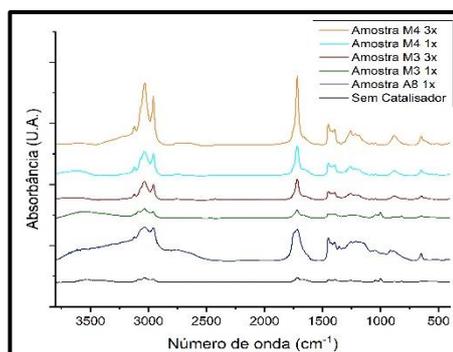
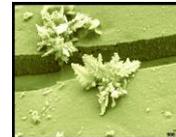


Fig. 2. Espectros FTIR dos produtos de esterificação

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] – Knothe, G. *Rapid Monitoring of Transesterification and Assessing Biodiesel Fuel Quality by Near-Infrared Spectroscopy Using a Fiber-Optic Probe*. Journal of the American Oil Chemists' Society, v. 76, n. 7, p. 795-800, (1999).
- [3] – Rachmat, A. et al. *Synthesis and characterization of sulfated zirconia mesopore and its application on lauric acid esterification*. Materials for Renewable and Sustainable Energy, v. 6, n. 3, p. 13-22, (2017).

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



SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE FERRITA DE COBALTO

Alessandro de Souza Mourato^{1*}, Giovanni Miraveti Carriello¹, Guilherme Manassés Pegoraro¹, Giovanni Pimenta Mambrini¹

¹Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba

1. Introdução

Estudos relacionados à nanociência e à nanotecnologia vêm se tornando cada vez mais comuns e de maior interesse devido às diferentes características que sistemas nesta escala de tamanho demonstram ter. A área de pesquisa que lida com as propriedades magnéticas e aplicações dos objetos que possuam ao menos uma dimensão na escala nanoscópica é denominada nanomagnetismo, que possui exemplos de aplicações em diferentes campos, tais como na técnica de *drug delivery* ou com catalisadores magneticamente separáveis [1, 2].

Destaca-se aqui a ferrita de cobalto (CoFe_2O_4) por, abaixo de um determinado volume crítico, apresentar uma magnetização maior quando comparada a outras ferritas [3]. Deste modo, entendendo a importância deste composto, estudou-se neste trabalho a síntese de ferrita de cobalto através de uma rota solvotérmica, utilizando duas formas de aquecimento: Convencional (agitação magnética) e por micro-ondas, a fim de se obter, com a segunda forma de aquecimento, o mesmo composto, porém, em considerável menor tempo.

2. Materiais e Métodos

Utilizando, com adaptações, como referência a metodologia proposta em [3], realizou-se, de início, a síntese dos precursores $\text{Co}(\text{acac})_2$ e $\text{Fe}(\text{acac})_3$, a partir de FeCl_3 e CoCl_2 , como bem exposto em [4]. Separando em duas amostras, os precursores foram dissolvidos em álcool benzílico e aquecidos. A amostra aquecida de forma convencional foi levada a 130°C , por 1440 min e a amostra aquecida por micro-ondas, a 130°C , por 41 min. Ambas foram caracterizadas, posteriormente, em um difratômetro Shimadzu XRD-6100.

3. Resultados e Discussão

O resultado de DRX da amostra de acetilacetato de ferro mostra claramente a formação do complexo desejado, devido à concordância dos dados experimentais com aqueles da ficha JCPDS 11-8640. A amostra de acetilacetato de cobalto mostrou que houve a formação do complexo desejado, de acordo com a ficha JCPDS 29-1626, porém a amostra contém alguns outros materiais que foram formados durante a síntese do complexo, como, por exemplo, o hidróxido de cobalto, JCPDS 02-1094.

As amostras sintetizadas a partir dos dois métodos de aquecimento também foram analisadas por DRX e, devido às impurezas presentes no precursor acetilacetato de cobalto, também apresentaram impurezas, embora também seja possível verificar a formação do composto de interesse, CoFe_2O_4 (JCPDS 02-1045) nos dois casos.

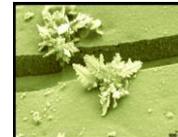
4. Referências

- [1] – C. R. Kagan, *et.al.*, “*Nano day: Celebrating the next decade of nanoscience and nanotechnology*”, ACS NANO, 2016.
- [2] – K. K. Senapati, C. Borgohain, and P. Phukan, “*Synthesis of highly stable CoFe_2O_4 nanoparticles and their use as magnetically separable catalyst for Knoevenagel reaction in aqueous medium*”, Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 2011.
- [3] – S. Yáñez-Vilar, *et.al.*, “*A simple solvothermal synthesis of MFe_2O_4 ($M = \text{Mn}, \text{Co}$ and Ni) nanoparticles*”, Journal of Solid State Chemistry, 2009.
- [4] – M. K. Chaudhari, *et.al.*, “*Process for making metal acetylacetonates*”. United States Patent Application Publication, July 2004.

Agradecimentos (opcional)

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo pelo financiamento da pesquisa sobre o projeto 2019/18790-4.

*Autor correspondente: alessandro.sm22@gmail.com



SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE PENTÓXIDO DE NIÓBIO PELO MÉTODO HIDROTÉRMICO

Giovanni Miraveti Carriello^{1*}, Guilherme Manassés Pegoraro¹, Alessandro de Souza Mourato¹, Giovanni Pimenta Mambri¹

¹Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba

1. Introdução

Os nanomateriais vem ganhando ao longo do tempo destaque devido as suas amplas aplicabilidades, que vão desde da área da química até a medicina. Frente a isso há a necessidade de sintetizar nanopartículas, visto que suas obtenção não é igual ao mesmo material na escala macro. [1]

Um dos materiais que se pesquisa é o pentóxido de nióbio (Nb_2O_5), o qual pode ser sintetizado em diversas rotas, entre elas a solvo térmica e hidrotérmica [2]. Tendo em vista isso o presente trabalho estudou a obtenção de nanopartículas de Nb_2O_5 pelo método hidrotérmico, utilizando o oxalato de nióbio amoniacal como precursor e peróxido de hidrogênio como agente complexante.

2. Materiais e Métodos

Se adaptou a metodologia proposta por [3], o qual se dissolve o oxalato de nióbio amoniacal em peróxido de hidrogênio puro para análise. Se realizou um tratamento quimiométrico completo de 3^2 variando a massa de oxalato de nióbio amoniacal (0,4370g ou 0,2185g), a temperatura da reação (90 °C ou 70 °C) e o tempo de reação (2h ou 1h). Posteriormente todos foram caracterizados em um difratometro Shimadzu XRD-6100.

3. Resultados e Discussão

Todas as amostras apresentaram estrutura amorfa, porém com indícios de cristalização na reação onde se deveria formar os picos da estrutura pseudo-hexagonal do Nb_2O_5 , tendo como base na literatura [2, 3]. Além disso, a metodologia proposta também se mostrou mais rápida do que a solvotérmica trazida por [4], visto que as reações dos autores demoravam várias horas e necessitavam de temperaturas superiores as relatadas no presente resumo.

Como próximos passos da pesquisa se planeja sintetizar essas partículas pela síntese assistida pro micro-ondas 2,45 GHz do material dopado com lantânio, tal como sua ação na reação de esterificação do etanol com o ácido oleico.

4. Referências

- [1] – Bayda, S., Adeel, M., Tuccinardi, T., Cordani, M., & Rizzolio, F. (2020). *The history of nanoscience and nanotechnology: from chemical–physical applications to nanomedicine*. *Molecules*, 25(1), 112.(2020).
- [2] – Rani, R. A., Zoolfakar, A. S., O'Mullane, A. P., Austin, M. W., & Kalantar-Zadeh, K. *Thin films and nanostructures of niobium pentoxide: fundamental properties, synthesis methods and applications*. *Journal of Materials Chemistry A*, 2(38), 15683-15703. (2014).
- [3] – Leite, E. R., Vila, C., Bettini, J., & Longo, E. *Synthesis of niobia nanocrystals with controlled morphology*. *The Journal of Physical Chemistry B*, 110(37), 18088-18090. (2006).
- [4] – Carriello, G. M.; Pegoraro, G. M.; Mambri, G. P. *Síntese de nanopartículas de Nb_2O_5 dopada com lantânio pelo método solvotérmico e aplicação na catálise de reações de esterificação*. In: VII Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais, Sorocaba. Livro de Resumos, 2019. p. 48. (2019).

Agradecimentos (opcional)

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo pelo financiamento da pesquisa sobre o projeto 19/11477-9.

*Autor correspondente: giovannimiraveti@gmail.com

SESSÃO C

Metais

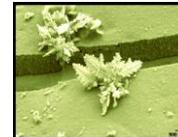
27 de outubro de 2021;

Horário: 16:50 – 18:00 horas.

28 de outubro de 2021;

Horário: 11:00 – 12:00 horas / 13:30 – 14:05 horas;

Local: remoto.



Estudo do efeito do tratamento duplex de nitrocementação e deposição de filme DLC dopado com N e Si na vida útil de ferramenta de usinagem de aço M2

Miguel Rubira Danelon^{1*}, Marcos Dorigão Manfrinato^{1,2}, Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa³, Luciana Sgarbi Rossino^{1,2}

¹Universidade Federal de São Carlos – UFSCAR Campus Sorocaba/SP - PPGCM

²Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales – FATEC Sorocaba/SP

³Universidade Federal do Piauí – UFPI – Teresina/PI

1. Introdução

O aço AISI M2 é um aço ferramenta da categoria dos aços rápidos, utilizado como ferramenta de corte. Os tratamentos duplex são alternativas para a combinação da alta dureza e baixo coeficiente de atrito do filme DLC com a resistência ao desgaste, fadiga e corrosão dos tratamentos de nitrocementação. Além da combinação das propriedades, os tratamentos duplex também tem a função de melhorar a adesão do filme DLC ao substrato reduzindo a diferença de tensões entre ambos, com a utilização de uma intercamada de silício ou não [1]. A dopagem dos filmes DLC com N₂ e Si, vem sendo uma grande alternativa para melhorar a adesão do filme ao substrato e aumentar a temperatura de grafitação do filme, respectivamente [2,3]. O objetivo deste trabalho é verificar a eficácia dos tratamentos duplex a plasma com os filmes DLC dopados com N e Si na resistência ao desgaste do aço M2 e em serviço de usinagem.

2. Materiais e Métodos

Anteriormente a todos os tratamentos, serão realizadas ablações a plasma com mistura gasosa de 80%Ar-20%H₂ por 1h. Os tratamentos de nitrocementação serão realizados a plasma de forma convencional e pelo método de gaiola catódica, com fonte DC-Pulsada e atmosferas controladas de N₂ + H₂ + CH₄ a 450°C e fluxo gasoso de 750 sccm, durante 6 horas, em misturas gasosas que ainda serão estudadas. Já a deposição dos filmes de DLCN e DLC-Si serão realizados através da técnica PECVD e PEPVD (utilizando gaiola catódica), em que será depositada uma intercamada de silício amorfo hidrogenado (HMDSO) e posteriormente a deposição dos filmes com CH₄ como precursor juntamente com o elemento a ser dopado, variando entre o N e o Si. O filme DLC será dopado utilizando o N₂ e HMDSO como precursores, respectivamente. Os tratamentos terão duração de 2h à 300°C, com misturas gasosas e fluxos que serão estudados. Os tratamentos duplex serão realizados com a combinação do tratamento de nitrocementação, seguido da deposição dos filmes DLC, variando a presença da intercamada de silício. As amostras serão caracterizadas por metalografia, microdureza, espectroscopia Raman, análise por difratometria de Raio-X (DRX) e ensaios de adesão. Também serão realizados ensaios de microdesgaste abrasivo e serão realizados tratamentos em ferramentas de usinagem para determinar a vida útil da ferramenta em serviço.

3. Resultados e Discussão

Espera-se com o desenvolvimento deste trabalho, determinar uma técnica de tratamento duplex em que não haja a necessidade de uma intercamada de silício entre o tratamento de nitrocementação e o filme DLC e que mesmo assim, o tratamento duplex apresente um melhor desempenho na resistência ao desgaste, em relação ao material sem tratamento e com tratamentos individuais, aumentando a vida útil da ferramenta em serviço. Também é esperado que a dopagem do filme DLC com N e Si, melhore a eficácia dos filmes na resistência ao desgaste em serviço, melhorando a adesão dos mesmos ao substrato e evitando a grafitação do filme DLC, respectivamente. Portanto, este trabalho visa desenvolver uma nova técnica de utilização para os aços M2 como ferramenta de corte, trazendo inovação para a indústria.

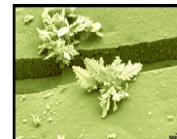
4. Referências

- [1]- DALIBON, E., *et al.* Plasma nitriding and DLC coatings for corrosion protection of precipitation hardening stainless steel. *Advanced Engineering Materials*, v. 18, n. 5, p. 826-832, 2015.
- [2]- SHARIFAHMADIAN, O., *et al.* Comparison between corrosion behaviour of DLC and N-DLC coatings deposited by DC-pulsed PACVD technique. *Diamond and Related Materials*. v. 95, n. 1, p. 60-70, mai. 2019.
- [3]- WU, W.-J.; HON, M.-H. Thermal stability of diamond-like carbon films with added silicon. *Surface and Coatings Technology*, v. 111, n. 2–3, p. 134–140, jan. 1999.

Agradecimentos

Gostaríamos de agradecer a FATEC-SO, UFPI e CAPES (001) pelo auxílio financeiro.

*Autor correspondente: miguelrubida@gmail.com



Estudo da deposição do filme DLC DLCN e Multicamadas em Aço Inoxidável

César Augusto Antônio Júnior^{1*}, J. Marcos Dorigão Manfrinato^{1,2}, Luciana Sgarbi Rossino^{1,2}

¹Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba

²Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – Sorocaba

1. Introdução

Filmes amorfos de carbono hidrogenado (a-C:H) são usados como revestimentos de proteção dos materiais em diversas aplicações devido às suas propriedades atrativas, como elevada dureza e resistência ao desgaste, baixo coeficiente de atrito e inércia química [1]. Os filmes de carbono tipo diamante (DLC) englobam materiais de carbono amorfo, formados principalmente por ligações sp^3 e sp^2 , que possuem propriedades intermediárias entre o diamante e o grafite, e essas propriedades estão relacionadas as proporções de hibridizações que formam o filme [2]. Esses revestimentos exibem baixa aderência às superfícies metálicas, causada principalmente pela alta tensão compressiva e diferença entre o coeficiente de expansão térmica entre o filme e o substrato e a baixa densidade de ligações químicas nas interfaces [3,4]. Assim, o objetivo deste trabalho é estudar o efeito na adesão, resistência ao desgaste e corrosão da deposição do filme DLC, DLCN e multicamadas em superfície do aço inoxidável austenítico 304 a fim de melhorar as propriedades superficiais do material estudado.

2. Materiais e Métodos

As amostras polidas e limpas serão inseridas no interior do reator e tratadas a plasma por PECVD. Após atingir vácuo do sistema, a limpeza por ablação a plasma é realizada, com 80% Ar e 20% H_2 com pressão de 2 torr por 1 hora, para remover óxidos e impurezas da superfície. Após a limpeza a plasma, será feita a deposição de um filme de organossilicone, utilizando hexametildisiloxano HMDSO (70%) com argônio (30%) por 15 minutos. Em seguida, as deposições do filme de DLC, utilizando gás de metano (90%) e a argônio (10%) e para o filme DLC(N) com gás de metano (70%) e o nitrogênio (30%), será depositados por 120 minutos sobre o substrato de aço inoxidável austenítico 304. Foi estudado a realização da deposição de multicamadas, variando a deposição entre o filme DLC e DLC(N). Os parâmetros de tratamento, como pressão de trabalho e tensão do sistema, serão definidos de forma a obter um filme uniforme e aderente. As amostras tratadas serão caracterizadas por análise visual, metalografia, ensaio de nanoindentação, identificação dos compostos orgânicos por espectroscopia de infravermelho (FTIR), espectroscopia Raman, ensaio de microdesgaste abrasivo e ensaio de corrosão potencialdinâmica.

3. Resultados e Discussão

Com a realização do tratamento de superfície, busca-se obter a deposição de revestimentos, melhorando as propriedades superficiais do material estudado, como o aumento da dureza superficial e a resistência ao desgaste, juntamente com a melhora da resistência a corrosão, mantendo uma boa aderência do revestimento às superfícies do metal. Esses resultados são importantes a serem estudados, devido os revestimentos aprimorarem as propriedades superficiais dos materiais, ampliando sua frente de utilização como um material de alta resistência mecânica, boa resistência ao desgaste e ductilidade, diminuindo a substituição de peças e gerando economia no setor em que este material é utilizado em serviço, contribuindo para o desenvolvimento científico, tecnológico e de inovação, apresentando um tratamento com custo/benefício satisfatório para o aço inoxidável austenítico 304.

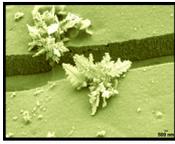
Referências

- [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. doi:10.1016/j.surfcoat.2018.03.093
- [2] – Robertson, J. *Diamond-like amorphous carbon*. Materials Science and Engineering, v. 37, n. 4-6, p. 129-281, 2002.
- [3] – Almeida, L. S. A., *Effect of nitrogen in the properties of diamond-like carbon (DLC) coating on Ti6Al4V substrate*. Materials Research Express, v. 7, n. 6, p. 1-18, 3 jun. 2020.
- [4] – Campos, L. A. P., *Evaluation of Nitriding, Nitrocarburizing, Organosilicon Interlayer, Diamond-Like Carbon Film and Duplex 46 Plasma Treatment in the Wear and Corrosion Resistance of AISI 4340 Steel*. **J. of Materials Eng and Perform** (2020). <https://doi.org/10.1007/s11665-020-05277-9>

Agradecimentos

Os autores agradecem à Fatec Sorocaba, ao PPGCM e a Capes (001) pelo incentivo e apoio financeiro.

*Cesar Augusto Antônio Junior: cesar.augustoantoniojr@hotmail.com



EFEITO DA TEMPERATURA NA BORETAÇÃO SÓLIDA DO Ti6Al4V

Felipe Lopes Fonseca da Silva^{1*}, Rafael Roberto Pavani², Otavio Augusto de Moraes Rosa Santos³,
Marcos Dorigão Manfrinato⁴, Luciana Sgarbi Rossino⁵

^{1,2,4,5}Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba – UFSCar Sorocaba

^{3,4,5}Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – Fatec/SO

1. Introdução

O tratamento superficial de boretção é o processo de difusão do boro no substrato em elevadas temperaturas. O endurecimento superficial pode ser obtido por meio sólido através do pó, líquido através do bórax fundido e por substâncias gasosas. O processo de boretção sólida é considerado um dos melhores processos em desempenho por termos econômicos, tecnológicos e toxicológicos [1, 2]. A Liga de Ti6Al4V possui diversas aplicações, principalmente nas áreas biomédicas e aeroespacial, devido a suas excelentes propriedades mecânicas. Mas ainda se torna necessário tratamentos superficiais nessa liga, buscando parâmetros ideais para sua aplicação em serviço. Este trabalho tem como objetivo estudar o efeito da temperatura na obtenção da camada superficial de boro na liga Ti6Al4V tratado por boretção sólida.

2. Materiais e Métodos

Para a eficácia do tratamento de superfície, amostras com dimensões 10x10x10mm foram preparadas superficialmente através de lixamento e do polimento. As amostras foram colocadas em um cadinho, cobertas com Ekabor 2 ® e colocadas no forno mufla a 750°C, 850°C, 950°C e 1050°C por 3 horas. A metalografia foi realizada através de um microscópio óptico. A microdureza superficial foi realizada em HV (Hardness Vickers) com carga de 0,025kgf para as amostras o material base e amostras tratadas a 750°C e 850°C e 0,1kgf para as amostras tratadas a 950°C e 1050°C. Todos os equipamentos citados foram utilizados nas dependências da Fatec Sorocaba.

3. Resultados e Discussão

Através da metalografia apresentada na Figura 1 e da microdureza apresentada na Figura 2, foi possível identificar que na temperatura de 750°C (Figura 1.a) não houve formação de camada enquanto que a 850°C (Figura 1.b) formou-se uma camada extremamente fina, que não influenciou na dureza do material. Já nas temperaturas de 950°C (Figura 1.c) e 1050°C (Figura 1.d) a camada formada apresentou espessura respectiva de $58,929 \pm 2,799\mu\text{m}$ e $81,501 \pm 5,883\mu\text{m}$ com alta dureza superficial. Também foi possível analisar a grande quantidade de poros na zona de difusão, decorrente da fácil ligação do oxigênio com o titânio, impossibilitando uma aderência regular da camada no substrato e dificultando a difusão ideal do boro.

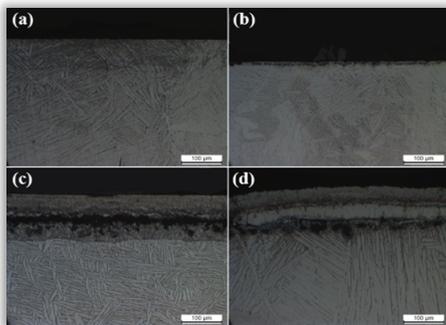


Fig. 1. Metalografia Ti6Al4V boretado em a) 750°C, b) 850°C, c) 950°C e d) 1050°C.

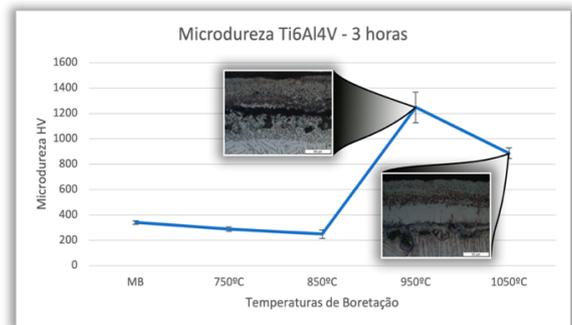


Fig. 2. Microdureza Superficial HV do Ti6Al4V e metalografia da camada formada.

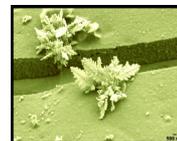
4. Referências

- [1] – INAGAKI, I., SHIRAI, Y., TAKECHI, T., ARIYASU, N. Application and Features of Titanium for the Aerospace Industry. **Nippon Steel & Sumitomo Metal Technical Report**. nº 106, p. 22-27, 2014.
[2] – ALLAOUI, O.; BOUAOUADJA, N.; SAINDERNAN, G. Characterization of boronized layers on a XC38 steel. **Surface and Coatings Technology**, v. 201, o. 3475-3482, 2006.

Agradecimentos

Agradeço a CAPES (001) pelo auxílio financeiro e a Fatec/SO pela estrutura e auxílios prestados.

*Autor correspondente: felipelopesfsilva@gmail.com



AVALIAÇÃO DA RESISTENCIA AO DESGASTE DE REVESTIMENTOS DUROS SOLDADO FeNbC E FeTiCW PARA A INDUSTRIA SUCROALCOOLEIRA

M. R. Teodoro¹, M. D. Manfrinato^{1,2}, O. Maluf^{3, 1*}, L. S. Rossino^{1,2}

¹Universidade Federal de São Carlos – UFSCAR Campus Sorocaba-SP - PPGCM

²Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales - Fatec Sorocaba-SP

³Faculdade de Tecnologia Deputado Waldyr Alceu Trigo - Fatec Sertãozinho-SP

1. Introdução

No Brasil a moagem da cana-de-açúcar na segunda quinzena de maio de 2021 atingiu 43,23 milhões de toneladas registrando um avanço de 1,90% em relação ao mesmo período da última safra de 2020 [1]. Diante do aumento do consumo o rendimento de moagem da cana-de-açúcar deve ser elevado ao máximo possível [2]. Este trabalho estudou, através do ensaio de desgaste abrasivo de roda de borracha, dois tipos de revestimentos duros soldados utilizados na indústria sucroalcooleira, o FeNbC e o FeTiCW, com o objetivo de avaliar a resistência ao desgaste dos revestimentos frequentemente utilizados em serviço.

2. Materiais e Métodos

Os revestimentos de estudo foram depositados por soldagem utilizando eletrodos revestidos através do processo a arco elétrico em substratos de aço baixo carbono. O ensaio de desgaste por roda de borracha foi realizado com uma carga de 130N durante 10 minutos com a rotação da roda em 2000rpm. A análise metalográfica dos revestimentos foram realizados por microscopia eletrônica de varredura (MEV) com ampliação de 1000x.

3. Resultados e Discussão

A metalografia do revestimento FeNbC apresenta uma matriz eutética (γ), com carbonetos de cromo $(Fe,Cr)_7C_3$ em formato hexagonal alongado e pequenos carbonetos de nióbio (NbC) dispersos na matriz. O revestimento FeTiCW é composto por uma matriz martensítica (ϵ) com austenita retida (γ) e pequenos carbonetos dispersos de titânio (TiC) e carbonetos de cromo $(Fe,Cr)_7C_3$ hexagonais alongados. A Figura 1 mostra a metalografia dos revestimentos com o resultado de desgaste, em que o revestimento FeNbC apresentou maior resistência ao desgaste comparado ao revestimento FeTiCW. O melhor desempenho do revestimento FeNbC se deve ao fato desde conter carbonetos de nióbio que são mais aderidos a matriz que os carbonetos de TiC, os quais são mais duros e frágeis podendo se soltar durante o desgaste e se tornar abrasivos aumentando o desgaste.

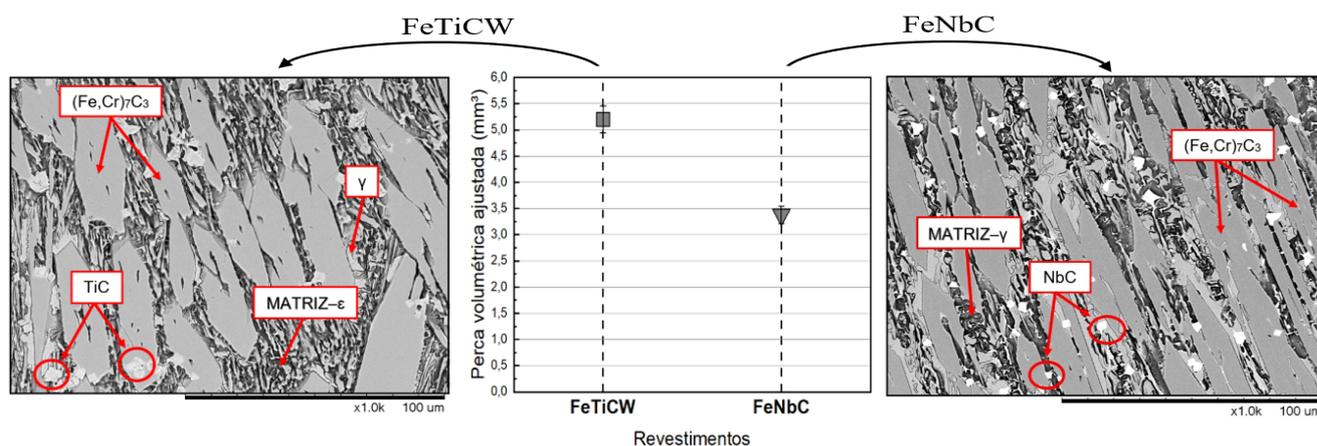


Fig.1. Metalografias dos revestimentos FeNbC e FeTiCW e gráfico da resistência ao desgaste.

4. Agradecimentos

Os autores agradecem a UFSCar Sorocaba-SP, a Fatec Sorocaba-SP e a Fatec de Sertãozinho-SP.

5. Referências

- [1] UNICA: Moagem de cana-de-açúcar avança e atinge 43 milhões de toneladas. [S. l.], 10 jun. 2021. Disponível em: <https://unica.com.br/noticias/moagem-avanca-e-atinge-43-milhoes-de-toneladas-na-2a-metade-de-maio/>. Acesso em: 16 set. 2021.
- [2] LIMA, A. C.; FERRARESI, V. A. Análise da microestrutura e da resistência ao desgaste de revestimento duro utilizado pela indústria sucroalcooleira. **Soldagem & Inspeção**, v. 14, n. 2, p. 140–150, jun. 2009.

*Maicon Roberto Teodoro: teodoro.maicon001@gmail.com



ESTUDO DA RESISTÊNCIA AO DESGASTE DO AÇO AISI 1020 COM TRATAMENTO SUPERFICIAL DE BORETAÇÃO A PLASMA.

Lucas Almeida Pires de Campos^{1*}, Marcos Dorigão Manfrinato^{1,2}, Luciana Sgarbi Rossino^{1,2}

¹ Universidade Federal de São Carlos – Campus Sorocaba – Rodovia João Leme dos Santos, SP-264 – Sorocaba – SP – BR.

² Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – Av. Eng. Carlos Reinaldo Mendes, 2015 – Além Ponte, Sorocaba – SP – BR.

1. Introdução

Com a evolução dos estudos na área de tratamentos de superfície, novas alternativas são propostas para tratar superficialmente um material, como exemplo temos o processo de boretção, o qual tem demonstrado grande destaque no combate ao desgaste superficial extremo de metais. Devido a formação de uma camada superficial de boretos (FeB e Fe₂B), este tratamento é capaz de proporcionar a formação de uma camada extremamente dura e com alta resistência ao desgaste ao material tratado. Porém, este tratamento é realizado utilizando pastas e pó, o que podem dificultar o processo e gerar resíduos para o meio ambiente. Nesse contexto, a tecnologia por plasma permite modificar as características físico-químicas superficiais de um material, através de um processo limpo e ambientalmente correto. Dessa forma, o objetivo deste trabalho é realizar os tratamentos de boretção em aço AISI 1020 utilizando a tecnologia de plasma, o que ainda é pouco estudado, e então realizar ensaios de microdesgaste abrasivo buscando verificar a resistência ao desgaste do material tratado.

2. Materiais e Métodos

O material a ser estudado será o aço AISI 1020. Os tratamentos de boretção serão realizados utilizando como precursor de boro o composto líquido Trimetilborato (B(CH₃O₃)₃), e serão estudados os parâmetros tempo, temperatura, pressão e mistura gasosa (% H₂ + % B(CH₃O₃)₃), buscando encontrar a melhor condição de tratamento. As caracterizações do material tratado serão realizadas por metalografia, MEV, difratometria de raios-x, microdureza e ensaios de microdesgaste abrasivo por esfera fixa.

3. Resultados esperados

A principal contribuição deste trabalho é deixar claro a possibilidade de realizar tratamentos de superfície de Boretção nos metais utilizando a tecnologia de plasma. Para isso, busca-se a formação de uma camada de boretos (FeB e Fe₂B), com espessura entre 15 a 40 µm, sobre a superfície do material estudado.

Se for comprovada a possibilidade da realização de tratamentos superficiais de Boretção a plasma e a modificação da microestrutura superficial, espera-se que a resistência ao desgaste do material aumente de forma muito considerável, o que pode gerar uma gama de aplicações aos materiais tratados por esses métodos.

4. Referências

[1] BARTSCH, K.; LEONHARDT, A. “Formation of iron boride layers on steel by d.c.-plasma boriding and deposition processes”. Surface and Coatings Technology, [s. l.], v. 116–119, p. 386–390, 1999.

Agradecimentos (opcional)

Agradeço ao Laboratório de Tratamento e Engenharia de Superfície (LabTES) – FATEC-So, por todo apoio e suporte na utilização dos equipamentos.

*lucasalmeidamk@gmail.com



RESISTÊNCIA AO DESGASTE DO AÇO SAE 8640 TEMPERADO, REVENIDO E NITRETADO A PLASMA

Karine Stefany Coan ^{1*}, Cesar Augusto Antônio Júnior², Larissa Solano de Almeida², Miguel Rubira Danelon²,
Msc. Marcos Dorigão Manfrinato ^{1, 2}, Dra. Luciana Sgarbi Rossino ^{1, 2}

¹Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – Sorocaba

²Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba

1. Introdução

O aço SAE 8640 é um aço de baixa liga e médio carbono, sendo aplicado em componentes mecânicos de uso em geral como eixos, rolamentos, buchas e engrenagens, podendo substituir o aço SAE 1045 em situações mais severas. Para que seja possível a sua aplicação em serviço, este aço pode ser submetido a processos de tratamento térmico de têmpera e revenimento, além de tratamento superficial de nitretação a plasma, adquirindo melhor rendimento em serviço quando elevado a sua resistência ao desgaste através do aumento de dureza do material. O objetivo desse trabalho foi estudar o efeito da temperatura de revenimento e nitretação a plasma na dureza e resistência ao desgaste do aço SAE 8640.

2. Materiais e Métodos

Amostras de aço SAE 8640 foram fabricadas em dimensões de 31mm de diâmetro e 20mm de espessura, com microdureza igual a 215HV. Foram realizadas duas séries de tratamentos, na qual na primeira série amostras temperadas em água foram revenidas em forno por 5 horas, enquanto na outra série amostras temperadas e revenidas foram nitretadas a plasma por 5 horas em temperaturas de 250°C, 350°C, 450°C e 550°C. Os tratamentos de nitretação foram realizados em um reator a plasma com fonte DC pulsada. Realizou-se limpeza por ablação por 1 hora com fluxo de gás de 80% Ar+20% H₂ anterior à nitretação, que foi realizada com proporção gasosa igual a 80% N₂ +20% H₂. As caracterizações das amostras foram feitas por metalografia, microdureza superficial e ensaio de microdesgaste abrasivo por esfera fixa.

3. Resultados e Discussão

A partir do gráfico representado na Fig. 1, foi possível analisar os materiais nitretados obtiveram uma resistência ao desgaste maior que o material temperado e revenido, devido ao aumento de dureza superficial promovido pela formação de camada nitretada. Nota-se que para as amostras que foram somente revenidas, a melhor resistência ao desgaste obtida foi para a temperatura de 350°C, a qual obteve dureza de 417HV e presença de precipitados distribuídos no substrato. Para as amostras nitretadas, observou-se que quanto maior a dureza superficial, maior foi a resistência ao desgaste; apesar de possuir valores próximos de volume de desgaste, a amostra que apresentou maior resistência ao desgaste foi a nitretada a 450°C, com dureza superficial igual a 523HV e um espessura de camada igual 15,5 µm, enquanto a amostra nitretada a 550°C apresentou maior volume de desgastecom formação de uma camada espessa e dura devido a elevada temperatura de tratamento, conforme ilustra a Fig.02. Camadas de espessuras e dureza maiores podem se soltar durante o ensaio, acelerando o processo de desgaste.

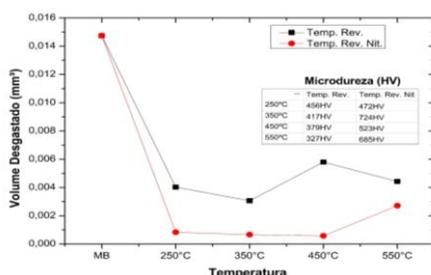


Fig. 1- Volume de desgaste

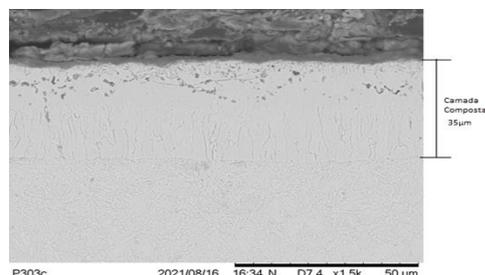


Fig. 2- Camada nitretada 550°C

4. Referências

[1] – Cruz, D.; Souza, B.A.; Campos, L.A.P.; Almeida, L.S.; Moreto, J.A.; Manfrinato, M.D.; Cruz, N.C.; Rossino, L. S. Design, construction, and commissioning of a reactor for ionic 21 plasma nitriding treatment in P20 steel. Rev. Bras. Apl. Vac., Campinas, Vol. 37, N°3, pp. 102-113, Set. – Dez., 2018.

Agradecimentos

Ao CNPq pela bolsa concedida.

*Karine Stefany Coan: karine.coan@fatec.sp.gov.br



INVESTIGAÇÃO FOTOCATALÍTICA DE ÓXIDOS ANÓDICOS MISTOS OBTIDOS POR OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA A PLASMA (PEO)

Y. B. Pissolitto^{1*}, F. Trivinho-Strixino¹, V. R. de Mendonça²

¹Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba-SP, Brasil

²Instituto Federal de São Paulo – Itapetininga-SP, Brasil

1. Introdução

Os processos oxidativos avançados, como a fotocatalise heterogênea, são utilizados para o tratamento de efluentes para minimizar os efeitos da presença de poluentes no meio ambiente. Na fotocatalise heterogênea [1], a partir da absorção de fótons pelo semicondutor, ocorrem reações de oxi-redução que podem degradar poluentes orgânicos. Neste estudo, a partir da oxidação eletrolítica a plasma (PEO) de alumínio em uma solução eletrolítica contendo nióbio, foram obtidos óxidos mistos Al-Nb. O objetivo deste estudo é a investigação de propriedades fotocatalíticas dos óxidos anódicos mistos de Al-Nb.

2. Materiais e Métodos

Amostras de alumínio foram anodizadas por oxidação eletrolítica a plasma, em uma solução de hidróxido de amônio e oxalato amoniacal de nióbio. A concentração de oxalato amoniacal de nióbio e a temperatura da solução eletrolítica foram variadas entre amostras para indicar o efeito da concentração e da temperatura nas respostas eletroquímicas, morfológicas (1500x de aumento para micrografias), de composição (EDS) e na investigação fotocatalítica. A investigação fotocatalítica foi realizada utilizando uma caixa reatora ventilada com temperatura máxima de aproximadamente 30 °C e lâmpadas UVC. As amostras foram testadas para a fotodegradação de soluções de azul de metileno e rodamina B a concentrações de 2,5 mg/L.

3. Resultados e Discussão

Na Tabela 1 observa-se os resultados obtidos, relacionados com as condições de concentração e temperatura do eletrólito.

Amostras	Condições de síntese		Mediana da tensão (V)	Densidade de poros (n°poros/ μm^2)	%Nb (% at.)
	Concentração	Temperatura			
P101	-	-	454,4 \pm 1,9	0,070 \pm 0,004	12,2 \pm 2,0
P102	+	-	436,7 \pm 1,9	0,027 \pm 0,004	14,8 \pm 2,0
P103	-	+	451,4 \pm 1,9	0,080 \pm 0,004	12,0 \pm 2,0
P104	+	+	432,8 \pm 1,9	0,023 \pm 0,004	17,1 \pm 2,0

Tab. 1 Tabela de respostas das caracterizações relacionadas com as condições de síntese.

Na Tabela 1 foram relacionados os resultados e condições de síntese, e foi possível observar que a variação da concentração de oxalato amoniacal de nióbio (OAN) demonstrou efeito sobre a tensão, porosidade e adesão de nióbio a superfície do óxido anódico. As amostras preparadas com maior concentração de OAN demonstraram menor mediana de tensão durante a síntese, menor densidade de poros e maior %at. de nióbio na superfície, chegando a um máximo de 17% de nióbio para a amostra P104 preparada a maiores condições de concentração e temperatura. Para os testes de fotocatalise de azul de metileno, a amostra P104 se destacou, com degradação de 60% após 2 horas sob radiação UV. Para a fotodegradação de rodamina B, no primeiro uso a amostra P101 destacou-se com cerca de 40% de degradação após 4 horas sob radiação UV. Para o reuso das amostras, apenas a amostra P104 demonstrou reutilização na degradação de rodamina B em até 3 usos. O material demonstrou potencial para utilização como fotocatalisador, e a amostra P104 demonstrou-se mais efetiva nos testes realizados.

4. Referências

[1] Colmenares, Juan Carlos, and Y-Jun Xu. "Heterogeneous photocatalysis." Green Chemistry and Sustainable Technology (2016).

Agradecimentos (opcional)

As agências de fomento, CNPq, CAPES e FAPESP.

*Autor correspondente: yasminbastospissolitto@gmail.com



INFLUÊNCIA DO ELETRÓLITO BASE NA SÍNTESE E PROPRIEDADES DOS FILMES DE Nb_2O_5 OBTIDOS POR OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA A PLASMA.

Patrícia dos Santos Araújo¹, Vagner Romito de Mendonça², Francisco Trivinho-Strixino^{1*}

¹Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, DFQM, PPGCM-So, Campus Sorocaba, 18052-780 Sorocaba-SP, Brasil.

²Instituto Federal de Ciência e Tecnologia de São Paulo (IFSP), Campus Itapetininga, 18202-000 Itapetininga-SP, Brasil

1. Introdução

A oxidação eletrolítica a plasma (PEO) é uma técnica de processamento de materiais metálicos usados para criar uma camada de óxido na superfície do material. Essa camada de óxido pode ter propriedades otimizadas, como maior resistência mecânica ou atividade fotocatalítica [1]. As condições de processamento, como o tipo de eletrólito utilizado durante a formação dos filmes, resultam em diferentes composições ou morfologia e, conseqüentemente, diferentes propriedades. [2] Neste trabalho, a influência do eletrólito base na resposta eletroquímica e nas propriedades fotocatalíticas de filmes de Nb_2O_5 produzidos sob o regime de oxidação eletrolítica a plasma (PEO) foi investigada.

2. Materiais e Métodos

Os substratos de Nióbio com 99,5% de pureza foram anodizados em meio ácido ($C_2H_2O_4$ e H_3PO_4) e meio básico (KOH) utilizando um sistema constituído de fonte de corrente contínua em regime galvanostático e controle de temperatura do eletrólito. As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura, espectrometria de energia dispersiva, espectroscopia de reflectância difusa e difração de raios-X. As propriedades fotocatalíticas foram investigadas através de testes de fotodegradação com azul de metileno.

3. Resultados e Discussão

Durante o processo de síntese, diferentes curvas de Tensão (V) x Carga (C) foram observadas de acordo com os diferentes eletrólitos utilizados. As micrografias indicaram a formação de filme poroso (fig.1-A), 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 band gap dos filmes para as amostras produzidas em soluções de $C_2H_2O_4$, H_3PO_4 e KOH, mostraram valores de 2,86, 3,08 e 3,02 eV, respectivamente. A amostra anodizada na solução eletrolítica contendo $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ de $C_2H_2O_4$ apresentou atividade fotocatalítica com a degradação significativa do corante azul de metileno (fig.1-B).

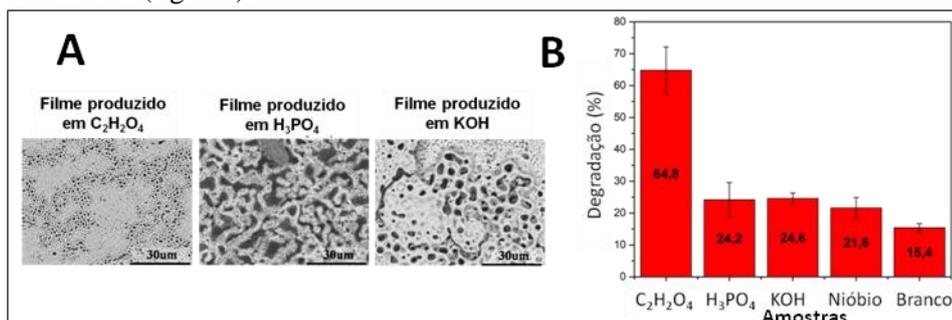


Fig. 1. Micrografia dos filmes produzidos por PEO (A) e degradação (%) do corante azul de metileno (B)

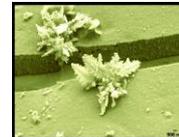
4. Referências

- [1] Yerokhin, A. L.; Nie, X.; Leyland, A.; Matthews, A.; Dowe, 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 (opcional)

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

*Autor correspondente: fstrixino@ufscar.br



OBTENÇÃO DE FILMES FOTOCATALISADORES POR OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA ASSISTIDA POR PLASMA (PEO) SOBRE TITÂNIO METÁLICO

Mateus Tofoli Corrêa^{1*}, Douglas Mendes Del Duque², Jessica Cristina de Almeida¹, Bruno Fernando Gianelli², Vagner Romito de Mendonça^{1,2}

¹Universidade Federal de São Carlos- UFSCar-Sorocaba

²Instituto Federal de São Paulo – IFSP – Itapetininga

1. Introdução:

Um problema da sociedade moderna é a contaminação dos sistemas aquosos por resíduos poluentes. Alguns desses resíduos, como corantes, agrotóxicos e medicamentos, são resistentes aos meios tradicionais de tratamento de água comumente utilizados [1]. Uma alternativa para a remoção destes contaminantes é a fotocatalise heterogênea, que se caracteriza pela aplicação de óxidos semicondutores, como o dióxido de titânio (TiO₂) [2] sob incidência de energia eletromagnética maior ou igual que sua energia de banda proibida. Visando a recuperação e reutilização destes materiais, torna-se interessante a aplicação destes na forma de filmes, sendo os obtidos via PEO de grande interesse científico e tecnológico [3]. Este trabalho teve por objetivo estudar variações no eletrólito do PEO durante a obtenção de filmes fotocatalisadores de TiO₂.

2. Materiais e Métodos:

O equipamento para a obtenção dos filmes de TiO₂ consiste em uma célula eletrolítica, um par de contra eletrodos imersos na solução, sendo o substrato, a amostra e uma fonte de tensão contínua e controlada. Os eletrólitos aplicados consistem em soluções 0,3M de ácido sulfúrico (H₂SO₄) e ácido fosfórico (H₃PO₄). Ainda, outras amostras foram obtidas adicionando-se diferentes massas de nanopartículas de SnO₂, buscando-se modificações superficiais. Estes filmes foram caracterizados via Difratometria de raio-X (DRX). Para os testes fotocatalíticos, foi estudada a fotodegradação da molécula modelo do corante azul de metileno á 2,5g/L durante 2:30min, retirando dados a cada 30min, sob radiação UV.

3. Resultados e Discussão:

Os padrões de DRX, Fig. 1, mostram a presença em todas as amostras de Titânio metálico e TiO₂ em fases Anatase e Rutilo. A misturas de fases apresentam maiores atividades do que fases puras. A presença de SnO₂ cristalino não foi verificada nesta técnica. Dados de fotodegradação, Fig. 2, mostram que amostras obtidas em ácido sulfúrico apresentam maiores performances, e que a presença de SnO₂ não apresentou efeito positivo significativo nas propriedades fotocatalíticas dos materiais.

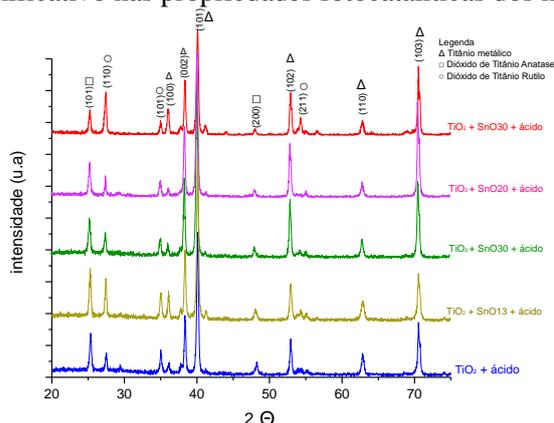


Fig. 1. DRX dos filmes sintetizados em solução eletrolítica de ácido sulfúrico por PEO.

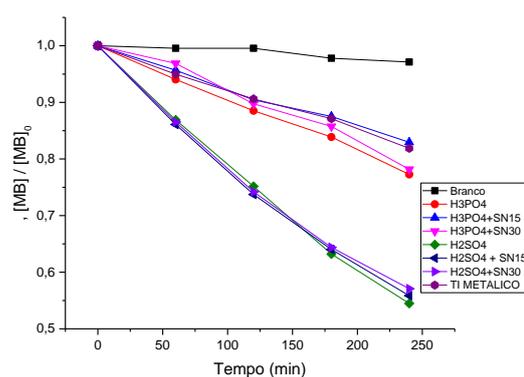


Fig. 2. Resultado da fotocatalise da superfície do filme.

4. Referências

- (1) TERRA, S. D. V. Fotodegradação de dipirona por catálise heterogênea empregando TiO₂/UV. Research, Society and Development, v. 9, n. 1, 2020.
- (2) FELTRIN, et al. Superfícies fotocatalíticas de titânia em substratos cerâmicos: Parte I: Síntese, estrutura e fotoatividade. Cerâmica, vol. 59, no. 352, 2013.
- (3) STOJADINOVIC, S. Plasma electrolytic oxidation of metals. Journal of the Serbian Chemical Society, vol. 78, no. 5, 2013.

*Mateus Tofoli Corrêa: mateustofolic@gmail.com



TRATAMENTO DE SUPERFÍCIE DO TITÂNIO UTILIZANDO PEO E A DOPAGEM DO ÓXIDO COM COBRE E NÍQUEL

Uanderson M. Garcia^{1*}, Francisco Trivinho-Strixino¹

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

1. Introdução

O titânio e suas ligas apresentam características inerentes como: alta relação resistência/peso, resistência a corrosão, biocompatibilidade, propriedades bactericidas, catalíticas, fotocatalíticas, entre outras, atributos imprescindíveis para o desenvolvimento e engenharia de materiais [1, 2]. A técnica de PEO (Plasma Electrolytic Oxidation) permite a modificação da superfície da superfície do titânio, tornando essas propriedades ainda mais amplas e interessantes. Este trabalho relata o tratamento da superfície do titânio com a técnica de PEO, utilizando eletrólitos ácidos para produzir uma camada de óxido passivante, bem como a dopagem dessa camada com sais metálicos para posterior investigação do seu comportamento em relação a biocompatibilidade, propriedades bactericidas, catalíticas e fotocatalíticas.

2. Materiais e Métodos

O substrato utilizado foi uma folha de titânio puro grau 2 - Astm F67 (espessura 0,5 mm), as amostras foram cortadas em uma dimensão de 15 x 5 mm e a área exposta tratada foi de 0,400 cm², polidos mecanicamente com lixas 400, 600, 800, 1200 e 1500. Para o eletrólito foi utilizada solução de 1,5 mol. L⁻¹ de H₂SO₄ + 0,9 mol. L⁻¹ de H₃PO₄ + 0,5 mol. L⁻¹ de Cu SO₄ 5H₂O para dopagem com cobre. Para dopagem com níquel foi substituído último item por 0,5 mol. L⁻¹ de Ni SO₄ 6H₂O. O tratamento foi realizado pelo método galvanostático variando a corrente em 50, 40, 30, 20 e 10 mA, mantendo a temperatura constante 20 °C por um período de 2500 s. A princípio as amostras foram caracterizadas morfológicamente através de MEV e a composição química através de EDS.

3. Resultados e Discussão

Todas as amostras obtidas apresentaram a morfologia superficial com poros irregulares e elevada área superficial, conforme Fig.1. e a curva de tratamento mostrada na fig. 2. Os experimentos foram realizados sob as mesmas condições, variando apenas as densidades de corrente e o sal metálico, para comparar as amostras obtidas utilizando os dois tipos de sais metálicos. Para as amostras dopadas com cobre foi possível observar que, houve baixa incorporação deste elemento e conseqüentemente pouca variação ao alterar as densidades de corrente. No entanto, para as amostras dopadas com níquel houve maior incorporação, além disso, conforme a densidade de corrente aumenta, aumenta-se também a incorporação deste elemento.

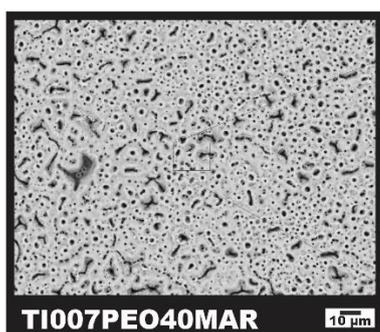


Fig. 1. Micrografia MEV superficial da camada de óxido de titânio obtido por PEO.

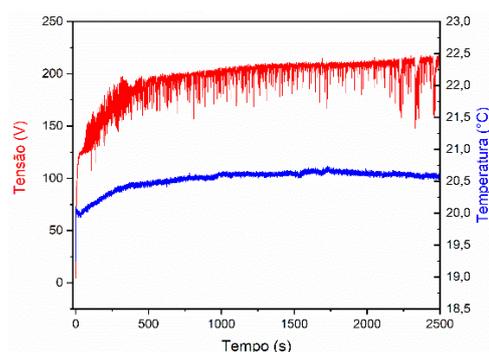


Fig. 2. Gráfico de tensão/ tempo do processo de PEO do titânio, em 40 mA.cm⁻².

4. Referências

- [1] - Aliofkhazraei, M., et al., *Review of plasma electrolytic oxidation of titanium substrates: Mechanism, properties, applications and limitations*. V **5**, Applied Surface Science Advances, Fukuoka Japan, 01/09/2021.
- [2] - Shimabukuro, M., *Antibacterial Property and Biocompatibility of Silver, Copper, and Zinc in TitaniumDioxide Layers Incorporated by One-Step Micro-Arc Oxidation: A Review*. Antibiotics, V **9**, Basel, Switzerland, 03/10/2020.

Agradecimentos (opcional): CAPES, CNPQ e FAPESP

*Autor correspondente: Uanderson.mezavila@gmail.com

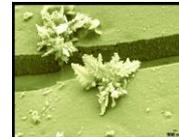
SESSÃO D

Síntese, Caracterização e Modificações

28 de outubro de 2021;

Horário: 14:05 – 18:00 horas;

Local: remoto.



ESTADO DA ARTE: MODIFICAÇÕES ESTRUTURAIS DO Nb₂O₅

Thaís Aparecida Rodrigues^{1*}, Vagner Romito de Mendonça²

¹UFSCar – Campus Sorocaba

²IFSP – Campus Itapetininga

1. Introdução

Estudos aplicando Nb₂O₅ em processos fotocatalíticos estão crescendo significativamente nos últimos anos [1]. Dentre os exemplos encontrados na literatura destacam-se os nacionais, já que o Brasil detém 98 % das jazidas de Nióbio. A utilização de semicondutores em processos fotocatalíticos se mostrou uma promissora alternativa para mitigação de problemas ambientais, causados pela contaminação de água. Uma das limitações nesses processos é a alta recombinação do par elétron/buraco. Neste sentido, a formação de heteroestruturas se torna promissora para prolongar o tempo de vida destas cargas fotogeradas. Além disso, pesquisadores buscam semicondutores que possam ser ativados sob luz visível, já que a maioria possui a energia de *band gap* na região do UV, assim, o processo de dopagem de semicondutores pode ser uma técnica viável, já que diminui a energia de *band gap* do semicondutor, visando não alterar seu desempenho fotocatalítico. Portanto, esse trabalho teve por objetivo realizar um levantamento bibliográfico acerca de trabalhos que demonstram modificações na estrutura do Nb₂O₅ melhorando seu desempenho fotocatalítico.

2. Estado da Arte

Wang, Xu, Wang [2] produziram filmes de WO₃ dopados com Nb₂O₅ em proporções diferentes, pelo método de pulverização catódica reativa por magnetron. Ao serem testadas na degradação do corante Rodamina B sob radiação UV, percebeu-se que quanto maior era a proporção de Nb₂O₅ no filme menor era a degradação do corante, embora em um dos filmes, o potencial fotocatalítico tenha sido muito semelhante ao do WO₃ puro. Oliveira, et al., [3] doparam Nb₂O₅ com Zn, utilizando como precursores o Oxalato Amoniacal de Nióbio, Nitrato de Zinco e Peróxido de Hidrogênio, tratados pelo método hidrotérmico. Para estudar as propriedades fotocatalíticas do composto, o material foi testado na degradação do corante Rodamina B e Ácido Cafeico sob radiação UV e visível. A heteroestrutura apresentou o melhor resultado na degradação dos contaminantes, quando comparada ao Nb₂O₅ isolado.

Ferraz, et al, [4] formaram heteroestruturas contendo Nb₂O₅ e TiO₂, pelo método de precipitação, utilizando como precursor do Nb₂O₅, o oxalato amoniacal de nióbio. Os testes foram realizados frente a degradação do corante Azul de Metileno sob radiação UV e visível, foi adicionado H₂O₂ as amostras. Os autores concluíram que a formação da heteroestrutura aumentou a absorção na região do visível, melhorando o desempenho fotocatalítico dos materiais, contudo, essa melhora só aconteceu em altas proporções de Nb₂O₅, especificamente na proporção em peso de 60 % de Nb, a remoção do corante azul de metileno ocorreu principalmente pelo processo de mineralização, além disso, o material sintetizado apresentou propriedades como adsorvente. Carvalho, et al, [5] sintetizaram Nb₂O₅ com g-C₃N₄ pelo método hidrotérmico, foram realizados testes frente a degradação dos corantes Rodamina B e Azul de Metileno sob luz visível e UV. Os resultados mostraram que a formação das heteroestruturas melhorou o desempenho fotocatalítico das amostras, quando comparadas ao g-C₃N₄ puro, tanto sob radiação UV quanto visível.

Portanto, há diversos estudos mostrando que a modificação estrutural do Nb₂O₅ pode melhorar o desempenho fotocatalítico deste, além disso, a metodologia de síntese empregada já se mostrou viável, por isso é de interesse a modificação estrutural de Nb₂O₅ com WO₃, através do tratamento hidrotérmico.

3. Referências

- [1] – Su, et al., *Nb₂O₅ – Based Photocatalysts*, 8, Wiley-VCH, s/l, (2021).
- [2] – Wang, H; Xu, P.; Wang, T. *Doping of Nb₂O₅ in photocatalytic nanocrystalline/nanoporous WO₃ films*, 388, Elsevier, s/l, (2001).
- [3] – Oliveira, J. A., et al., *Zn-doped Nb₂O₅ photocatalysts driven by visible-light: An experimental and theoretical study*, 228, Elsevier, s/l, (2019).
- [4] – Ferraz, N. P., et al., *Hexagonal-Nb₂O₅/Anatase-TiO₂ mixtures and their applications in the removal of Methylene Blue dye under various conditions*, 198, Elsevier, s/l, (2017).
- [5] – Carvalho, K. T. G., et al., *Synthesis of g-C₃N₄/Nb₂O₅ heterostructures and their application in the removal of organic pollutants under visible and ultraviolet irradiation*, 43, Elsevier, s/l (2017).

*Autor correspondente: thaiaisaprodriques3@gmail.com



OBTENÇÃO DE COMPÓSITOS MoS_2/MoO_3 APLICADOS NA REMOÇÃO DE COMPOSTOS CATIONICOS VIA ADSORÇÃO

Thais M. de Souza^{1*}, Valmir G. Fragozo², Douglas Del Duque³, Vagner R. Mendonça⁴.

¹Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba – Rodovia João Leme dos Santos, SP-264, Sorocaba-SP

^{2,3,4}Instituto Federal de Ciência e Tecnologia – Itapetininga – Av. João Olímpio de Oliveira, 1561, Vila Asem, Itapetininga-SP

1. Introdução

Saneamento é um conjunto de práticas, iniciada na antiguidade, que visam a prevenção de doenças, além da melhoria da qualidade de vida e econômica de uma população [1]. A técnica de remoção de contaminantes via adsorção consiste num processo de transferência de massa, no qual a separação de substâncias em meio aquoso depende da habilidade de retenção dos sólidos de acordo com sua superfície [2]. Dissulfeto de molibdênio (MoS_2) é encontrado na natureza, como mineral chamado de molibdenita. O MoS_2 ocorre em três variações polimórficas, *1T* (trigonal), *2H* (hexagonal) e *3R* (romboédrica), estas apresentam estrutura cristalina lamelar com átomos de molibdênio e enxofre conectados por ligações covalentes [3]. O MoS_2 é empregado em processos de remoção de contaminantes por possuir uma alta capacidade adsorptiva devido à grande afinidade entre íons de metais pesados e enxofre através de interações eletrostáticas [4]. Sendo assim este trabalho tem por objetivo o estudo sobre a capacidade adsorptiva de compósitos formados por MoS_2 e MoO_3 obtidos via tratamento térmico do MoS_2 em atmosfera oxidante.

2. Materiais e Métodos

O material precursor utilizado foi o MoS_2 obtido comercialmente *Metalite Moly Power* - pó microfino com 99,6% de pureza, CAS – 1317-33-5. Para obtenção dos compósitos, este material precursor foi tratado termicamente (calcinado). Em um procedimento típico uma amostra de 10 g desse material foi dividida em cinco cadinhos de porcelana e calcinada em mufla *SP Labor modelo SP-1200* a temperaturas e tempo previamente definidos com uma rampa de aquecimento de 10 °C/min em atmosfera oxidante e resfriamento natural até temperatura ambiente. A fim de estudar o efeito das variáveis tempo e temperatura de calcinação um planejamento fatorial do tipo 2^k com ponto central foi desenvolvido. Foram realizados testes cinéticos e de isotermas de adsorção. As amostras foram caracterizadas por TG/DTG, DSC, DRX, FTIR e BET.

3. Resultados e Discussão

Do processo de calcinação na temperatura de 300 °C independente do tempo de trabalho, obteve-se a mistura de fases entre *2h-MoS₂* e α - MoO_3 , comprovado por meio dos difratogramas de raios X que indicaram os planos para *2h-MoS₂* em $2\theta = 14,37^\circ, 29,01^\circ, 39,52^\circ, 44,13^\circ$ e α - MoO_3 em $2\theta = 12,75^\circ, 23,31^\circ, 25,69^\circ, 27,32^\circ, 38,96^\circ$. Para os ensaios envolvendo cinética de reação ficou evidenciado a presença de sítios com enxofre (S) da fase *2h-MoS₂* favorece o processo de adsorção e a presença da fase ortorrômbica do MoS_3 favorece a dispersão deste material em solução aquosa, possibilitando assim uma maior capacidade adsorptiva. A partir das isotermas de Langmuir e Freundlich é possível observar que o melhor ajuste linear foi obtido pelo modelo de Langmuir com valores de coeficiente de correlação de regressão de $R^2 = 0,999$ enquanto para o modelo de Freundlich $R^2 = 0,8949$, inferindo que o modelo de Langmuir é o mais adequado para descrever a capacidade de adsorção do compósito *2h-MoS₂/ α -MoO₃* para remoção do corante MB.

4. Referências

- [1] AEGEA. *História do saneamento básico e tratamento de água e esgoto*.
- [2] HOU, Wen e colab. Construction of MoS_2 nanoarrays and MoO_3 nanobelts: Two efficient adsorbents for removal of Pb(II), Au(III) and Methylene Blue. *Journal of Environmental Sciences*, v. 111, p. 38–50, 1 Jan 2022.
- [3] WYPYCH, Fernando. MOLYBDENUM DISULFIDE, A MULTIFUNCTIONAL AND REMARKABLE MATERIAL: TWELVE YEARS ON. *Química Nova*, 2014.
- [4] FILHO, Carlos Alves do Nascimento; OLIVEIRA, Helinando Pequeno De. Compostos à base de molibdênio para remediação ambiental: uma revisão. v. 10 n, 3, n. 12410313187, 8 Mar 2021.

*Autor correspondente: tmsouza@estudante.ufscar.br



INFLUÊNCIA DA MORFOLOGIA E DA HIDROXILAÇÃO DE SUPERFÍCIE NA FOTOATIVIDADE DE PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINCO

Jéssica C. de Almeida^{1*}, Mateus T. Correa¹, Rafaella H. Koga², Douglas M. S. Del Duque², Osmando F. Lopes^{3,4}, Gelson T. S. T. da Silva⁵, Cauê Ribeiro⁵, Vagner R. de Mendonça^{2,1}

¹UFSCar, Sorocaba, SP, Brasil; ²IFSP, Itapetininga, SP, Brasil; ³UFU, Uberlândia, MG, Brasil; ⁴Forschungszentrum Jülich, (IEK-14), Jülich, Germany; ⁵Embrapa Instrumentação, São Carlos, SP, Brasil.

1. Introdução

As nanopartículas de óxido de zinco (ZnO) têm sido relatadas na literatura como fotocatalisadores bastante interessantes para realizar a degradação de contaminantes orgânicos persistentes. Entretanto, observações sugerem que a presença de hidroxilas na superfície deste catalisador desempenha um papel crítico em sua fotoatividade. [1] Por esta razão, nós decidimos investigar a influência dos parâmetros de síntese na atividade fotocatalítica das partículas de ZnO e sua correlação com a presença de grupos OH em sua superfície.

2. Materiais e Métodos

As partículas de ZnO foram sintetizadas pelo método de precipitação homogênea usando nitrato de zinco. [2] O precipitado foi aquecido em uma mufla a 300 °C em atmosfera de ar e mantido nesta temperatura durante diferentes intervalos de tempo para eliminação gradual de grupos OH em sua superfície. A atividade fotocatalítica das amostras foi avaliada pela degradação dos corantes orgânicos azul de metileno (MB) e rodamina B (RhB) na presença e ausência dos catalisadores. Esta exposição aos corantes foi realizada sob luz ultravioleta e a concentração dos corantes foi acompanhada por espectrofotometria UV-Vis. O mecanismo de degradação foi verificado por meio da adição de oxalato de sódio e terc-butanol durante o processo de fotodegradação, estes compostos capazes de inibir interações diretas com os catalisadores e indiretas pela formação de radicais, respectivamente. A presença de grupos OH foi verificada por medidas de FTIR, DRX e potencial Zeta.

3. Resultados e Discussão

Em nossos resultados, foi possível observar que o mecanismo de degradação do ZnO é indireto, ou seja, pela formação de radicais OH que por sua vez fazem a degradação dos corantes. Este mecanismo explica a importância da presença dos grupos OH na superfície do catalisador. Também observamos que o aumento no tempo de aquecimento do material promoveu um aumento nos tamanhos de cristalito pela eliminação de Zn(OH)₂, este crescimento das partículas reduziu a área superficial e a hidroxilação da superfície. Então, para promover uma melhora na atividade fotocatalítica do material, é necessário um equilíbrio entre a morfologia, área superficial e a presença de grupos OH em sua superfície, como resumido na Figura 1.

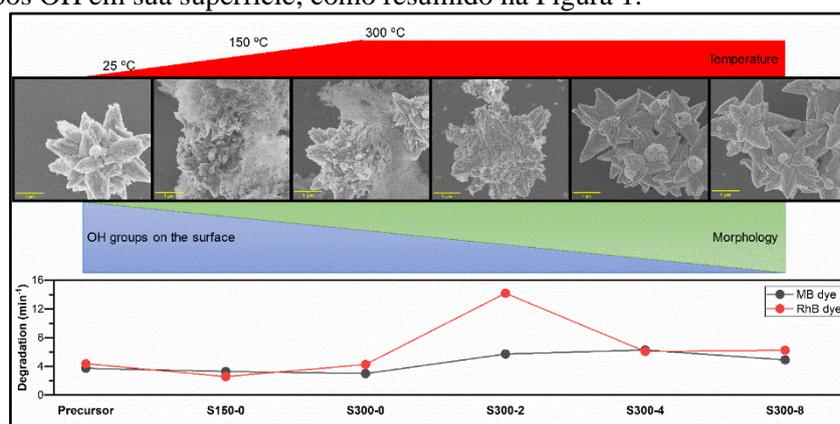


Fig. 1. Resumo de informações ilustrando a influência da morfologia e da presença de grupos OH na superfície do material em sua na performance fotocatalítica.

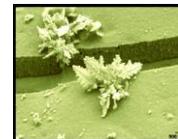
4. Referências

- [1] de Almeida, J. C., et al. *Crystallization time in ZnO: the role of surface OH groups in its photoactivity*, volume 44, New Journal of Chemistry (2020).
[2] de Mendonça, V. R., et al. *Effect of synthesis parameters on the structural characteristics and photocatalytic activity of ZnO*, volume 136, Materials Chemistry and Physics (2012).

Agradecimentos

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

*Autor correspondente: j.cristinal@outlook.com



CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA DO BIOCHAR DA CASCA DE EUCALIPTO A PARTIR DA ESPECTROFOTOMETRIA NO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE FOURIER

Ariane Ap^a F. Pires^{1*}, Luciana C. de Oliveira¹, Fábio M. Yamaji¹

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

1. Introdução

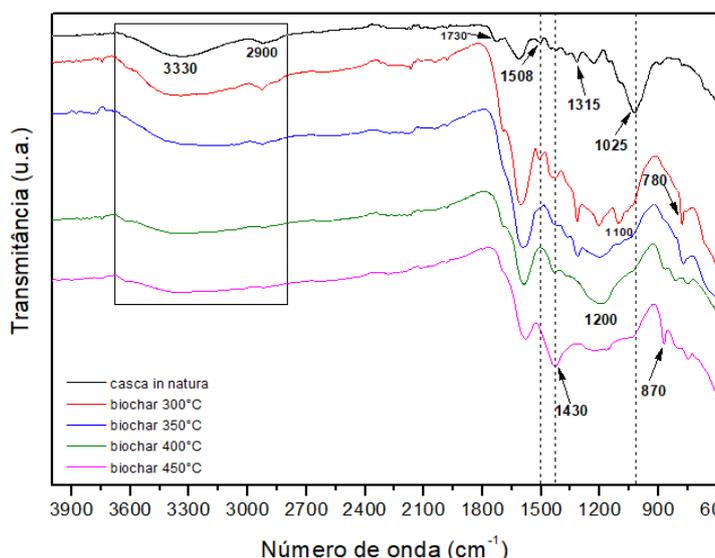
O processo de pirólise, aquecimento na ausência total ou parcial de O₂, tem sido empregado como um tratamento térmico para obtenção de biochar a partir de materiais residuais do processamento agroflorestal, visando promover o seu aproveitamento e valorização do produto final.[1] Estudos do biochar destinado ao condicionamento de solo exigem análises para caracterização dos produtos previamente aos ensaios de aplicação prática. Desta forma, a espectrofotometria no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi utilizada para compreender os efeitos da pirólise sobre a estrutura química dos biochars da casca de eucalipto produzidos sob quatro temperaturas diferentes, e tempo de residência fixo de 2 horas.

2. Materiais e Métodos

Amostras secas da casca de eucalipto e seus biochars produzidos a 300, 350, 400 e 450°C com tempo de aquecimento de 2 horas foram analisadas no equipamento Spectrum 65 (Perkin Elmer) pelo método de reflexão total atenuada (ATR), abrangência de 4000 cm⁻¹ a 600 cm⁻¹ e 32 varreduras.

3. Resultados e Discussão

Pela literatura, sabe-se que em 300°C ocorre a decomposição térmica das hemiceluloses; a celulose atinge máxima taxa de degradação em, aproximadamente, 400°C; e a lignina, componente mais resistente termicamente devido a sua estrutura fenilpropânica reticulada, possui uma larga faixa de degradação, iniciando em 300°C e se prologando até 900°C, com T_{pico} em torno de 400°C.[2] Observou-se o efeito da temperatura de pirólise na conversão térmica da casca de eucalipto e foi possível notar modificações na composição química dos biochars, assim como comparar alterações entre os espectros da matéria-prima e dos produtos obtidos. A intensificação e o surgimento de bandas a partir de 800 cm⁻¹ sugerem que há uma aromatização dos biochars durante a pirólise aplicada como tratamento térmico. [3]



Número de onda (cm ⁻¹)	Grupamento	Ocorrência
3330	O-H	Lignina e celulose
2900	-CH ₃ , -CH ₂	Ácidos carboxílicos, ésteres de carboidratos
1730	C=O	Hemiceluloses
1508	C=C	Lignina, extrativos
1430	C-H	Celulose
1370	C-H	Hemiceluloses
1315	C-H	Celulose
1200	C-O	Lignina e carboidratos
1150	C-O-C	Celulose e hemiceluloses
1100	C-O	Lignina e carboidratos
1025	C-O	Carboidratos
870	C-H	Anel aromático /lignina
780	C-H	Anel aromático /lignina

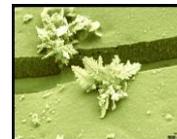
Tabela.1. Identificação de bandas nas amostras de casca de eucalipto e seus biochars

Fig.1. Espectros de FTIR da casca de eucalipto e seus biochars na região de 4000 a 600 cm⁻¹

4. Referências

- [1] Mayer, Z. A., Eltom, Y., Stennett, D., Schröder, E., Apfelbacher, A., Hornung, A. *Characterization of Engineered Biochar for Soil Management*. Environmental Progress & Sustainable Energy, vol.33, n.2, (2014).
[2] Demirbas, A., Arin, G. *An Overview of Biomass Pyrolysis*. Energy Sources, 24:5, p. 471-482, (2002).
[3] Poletto, M., Zattera, A. J., Santana, R. M.C. *Structural Differences Between Wood Species: Evidence from Chemical Composition, FTIR Spectroscopy, and Thermogravimetric Analysis*. Journal of Applied Polymer Science, vol. 126, p. 336–343, (2012).

*Autor correspondente: arianepires@estudante.ufscar.br



INTERFERÊNCIA DE SEDIMENTOS NO CRESCIMENTO DE *ACIDITHIOBACILLUS FERROXIDANS* POR ANÁLISES DE COLORIMÉTRICA DE Fe^{2+} E Fe^{3+}

Thaís de A. Janolla¹, Gabriel G. Silva², Mírian Liza A. F. Pacheco¹, Airton Natanael C. Dias¹
¹Universidade Federal de São Carlos – Rodovia João Leme dos Santos, SP-264 – Sorocaba – SP
²Universidade de São Paulo – Cidade universitária, São Paulo – SP

1. Introdução

Na Terra, sedimentos e minerais são importantes substratos para a realização de atividades microbiológicas, além da preservação de tipos específicos de fósseis [1]. Além disso, as mudanças (bio)químicas e sedimentares que influenciam a autigênese, transporte e deposição de sedimentos e minerais [2] e os tipos e distribuições destes s permitem reconstituições paleoambientais em escalas globais e regionais, também em outros mundos do Sistema Solar. Diante disso, foi proposto um experimento com o objetivo de investigar a capacidade de formação, retenção e preservação de informações de bioassinaturas de *Acidithiobacillus ferrooxidans* sob influência de substratos argila, areia e Vivianita.

2. Materiais e Métodos

Os cultivos abióticos e bióticos, utilizando o microrganismo *A. ferrooxidans* LR, foram realizados em 20 ml de meio de cultura T&K modificado (pH = 1,8) [3] usando Vivianita, $Fe^{2+}_{2.202}Fe^{3+}_{0.798}(PO_4)_2(OH)_{0.798} \cdot 7.063H_2O$, cominuida como fonte de ferro mineral (5mM). Foram realizadas 11 culturas combinando a presença ou não dos sedimentos areia (10 g), argila Montmorilonita (4,5 g), ou a combinação de ambas (5 g e 2,25 g, respectivamente). Os cultivos foram realizados em erlenmeyers de 50 ml a 30°C e 150 RMP em mesa agitadora. Fe^{2+} e Fe^{3+} foram monitorados por colorimetria usando o-fenantrolina e KSCN [3], enquanto o pH foi medido através de papel indicador de pH em tiras.

3. Resultados e Discussão

O crescimento do *A. ferrooxidans* pode ser verificado pela oxidação do Fe^{2+} e a produção e acúmulo de Fe^{3+} total nos cultivos. Após uma semana, verificou-se o crescimento dos organismos na cultura biótica sem sedimento, observando a redução da concentração do Fe^{2+} inicial em solução de 12,514 mM para 6,679 mM e o aumento do Fe^{3+} de 6,526 mM para 11,263 mM. A amostra com areia apresentou um padrão de crescimento semelhante, onde o Fe^{2+} inicial passou de 17,170 mM para 8,705 mM em uma semana, enquanto o Fe^{3+} passou de 6,266 mM para 13,746 mM após o mesmo período. Isso sugere que a areia se comporta como um substrato inerte, não afetando o crescimento do *A. ferrooxidans*. Contudo, as culturas com argila (puras ou misturadas com areia) apresentaram alteração no pH, aumentando para a faixa entre 2 a 3. Na condição contendo argila e areia houve um crescimento sutil, onde o Fe^{2+} passou de 16,128 mM para 9,389 mM e o Fe^{3+} total de 10,671 mM a 13,047 mM, indicando que o crescimento pode ter sido impedido pela presença da argila. Na condição que possuía apenas a argila não foi possível observar claramente o crescimento, reforçando a hipótese de que a argila pode interferir de forma mais negativa no crescimento do *A. ferrooxidans*. Em todas as condições em que a argila estava presente, observou-se uma tendência do sequestro do Fe^{3+} da solução para o substrato sem que, contudo, efeito semelhante tenha sido observado para o Fe^{2+} .

4. Referências

- [1] – Cuadros, D. G. *et al.*, *Mineral precipitation on modern siliciclastic tidal flats colonized by microbial mats*, *Sedimentary Geology*, v. 271, (2012)
- [2] – Marais, D. *et al.* *Remote Sensing of Planetary Properties and Biosignatures on Extrasolar Terrestrial Planet*. *Astrobiology*, 2(2), (2004).
- [3] – Silva, G. G. *et al.* *Aplicando os capillary electrophoresis combined with conductometric and UV detection to monitor meteorite simulant bioleaching by Acidithiobacillus ferrooxidans* *Electrophoresis*, 39, (2018)

Agradecimentos

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



ABSORÇÃO DE ÁGUA EM COMPÓSITOS DE ACRILONITRILA BUTADIENO ESTIRENO RECICLADO REFORÇADOS COM TECIDO DE FIBRAS DE JUTA

M. N. Hosokawa^{1*}, J. M. F. de Paiva^{1,2}

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

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

1. Introdução

Os compósitos reforçados com fibras de origem vegetal apresentam grande potencial de utilização, em muitos setores da engenharia. Entretanto, as fibras vegetais são hidrofílicas por natureza e, portanto, tendem a absorver umidade, podendo causar diminuição de propriedades do compósito. Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi analisar a influência da adição das fibras vegetais na absorção de água do compósito polimérico.

2. Materiais e Métodos

Neste trabalho foi utilizada como matriz um copolímero reciclado, o acrilonitrila butadieno estireno (ABS-r). Três tipos de tecidos de fibras de juta foram utilizados como reforço no compósito. O tecido T1 (Juta, gramatura 365 g.m⁻²); o tecido T2 (Juta, gramatura 445 g.m⁻²); e o tecido híbrido T3 (Juta/Algodão, gramatura 360 g.m⁻²). Os compósitos foram moldados por compressão a quente. Para o ensaio de absorção de água (ASTM D570), os corpos de prova (25 x 76,2 x 3mm) foram inicialmente secos em estufa a 105°C por 24 horas. Após a secagem, os corpos de prova foram pesados em balança analítica e, em seguida, imersos em água destilada a temperatura ambiente. Em tempos pré-determinados os corpos de prova foram retirados da água, secos com papel toalha e pesados na balança analítica. Esse processo foi repetido por 63 dias.

3. Resultados e Discussão

A Fig. 1 representa os resultados da absorção de água da matriz do copolímero (ABS-r) e dos compósitos ABS-r/T1, ABS-r/T2 e ABS-r/T3. A partir dos resultados (Fig. 1) observou-se que a absorção de água foi significativa nos primeiros sete dias, tendendo a se estabilizar após 40 dias. A absorção foi maior nos compósitos do que na matriz ABS-r. Observou-se, também, que os compósitos contendo tecidos de fibras de juta absorveram maior porcentagem de água do que o compósito contendo fibras de juta/algodão. Esses comportamentos são atribuídos às características mais hidrofílicas das fibras de juta dos tecidos utilizados como reforços. [1]

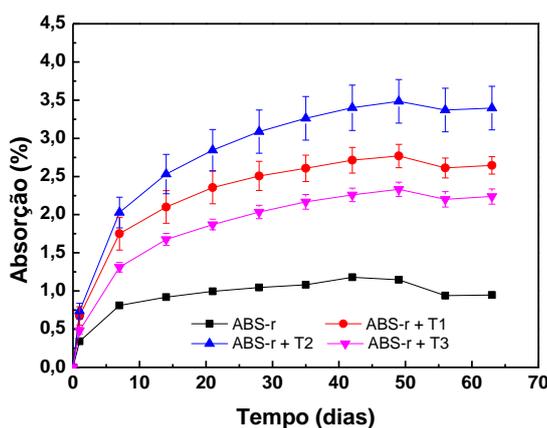


Fig. 1. Absorção de água (%) em função do tempo (dias) do ABS-r e dos compósitos ABS-r/T1, ABS-r/T2 e ABS-r/T3

4. Referência

[1] – Balan, G.S.; Ravichandran, M. *Study of moisture absorption characteristics of jute fiber reinforced waste plastic filled polymer composite*. Materials Today: Proceedings, volume 27, parte 2, India (2020).

Agradecimentos

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



O USO DO CARVÃO ATIVADO EM PÓ CONTRA A COVID-19

Diego A. da Silva^{1*}, Bibiana F. Matte², Jessica de S. Rodrigues¹, Fábio M. Yamaji¹

¹Universidade Federal de São Carlos – Sorocaba-SP

²Núcleo Vitro – Porto Alegre-RS

1. Introdução

Os coronavírus são vírus com genoma RNA pertencentes à família Coronaviridae. A subfamília Orthocoronaviridae se divide em 4 gênero: Alpha, Beta, Gamma e Deltacoronavírus. Há seis espécies dentro destes gêneros que causam infecções em humanos. No gênero Alphacoronavírus, encontram-se o CCoV (coronavírus), junto com HCoV-229E e HCoV-NL63 que causam infecções comuns e leves em humanos¹.

Estudar materiais antivirais se fazem importantes para controlar a transmissão de coronavírus. Dentre materiais com esse potencial, temos o carvão. Que é um material carbonáceo, extremamente aromático por conta da lignina presente na biomassa². A lignina por sua vez tem ação antimicrobiana nos vegetais³. Porém, sua ação antiviral não é descrita na literatura.

O carvão ativado tem característica predominantemente apolar, sendo altamente hidrofóbico e organofílico⁴. Assim, a camada bilipídica da membrana plasmática do vírus (organofílica e apolar) é facilmente adsorvida pelo material.

O objetivo foi testar a eficácia do carvão ativado em pó em conseguir reduzir a atividade de vírus Alphacoronavírus, que pertence à mesma família do SARS-CoV-2.

2. Materiais e Métodos

Para avaliar a eficácia do carvão ativado em pó em reduzir a atividade de vírus, foi utilizado o ensaio virucida por contato direto da amostra com as partículas virais. Esse ensaio utiliza cultivo de células para avaliar a viabilidade das partículas virais e sua capacidade de se replicar na célula em cultivo. Assim, é possível quantificar a presença de partículas virais após o contato com a amostra.

Após algumas avaliações com o produto, foi realizado o ensaio com o uso de 0,1g da amostra em uma área de 5 cm². Sobre a amostra, foram aplicadas as partículas virais (cepa de alfacoronavírus) por 15 minutos.

3. Resultados e Discussão

Após a aplicação da amostra carvão ativado em pó com as partículas virais de alfacoronavírus (CCoV), essas foram expostas às células para observar a viabilidade do vírus e sua capacidade de se replicar. No grupo controle de exposição ao vírus, foi observado efeito citopatogênico nas células o que confirma a presença de viabilidade e replicação viral. No grupo carvão ativado em pó, foi observada a **redução de 99,9% das partículas virais**. Esses resultados estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Resultados em logaritmo e porcentagem da redução de partículas virais após exposição aos grupos indicados.

Grupo	Média de partículas (log)	Porcentagem de redução de partículas virais
Controle	10 ^{5,0}	-
Carvão ativado em pó	10 ^{2,0}	99,9 %

- valor insignificante (aproximadamente 0 %)

4. Referências

- [1] - Buonavoglia C, Decaro N, Martella V, Elia G, Campolo M, Desario C, et al. *Canine coronavirus highly pathogenic for dogs*, edição 3, volume 12, Emerg Infect Dis (2006)
- [2] - Soares, V. C.; Bianchi, M. L.; Trugilho, P. F.; Höfler, J.; Pereira, A. J. *Análise das propriedades da madeira e do carvão vegetal de híbridos de eucalipto em três idades*, edição 2, volume 21, Cerne (2015)
- [3] - Fengel, D.; Wegener, G. *Wood: chemistry, ultrastructure, reactions*, edição 1, volume 3, Berlin, New York (1989).
- [4] - Ruthven, D. M. *Principles of adsorption and adsorption processes*, edição 1, Wiley-Blackwell (1984)

Agradecimentos (opcional)

A “Núcleo vitro” pela análise realizada gratuitamente

*Autor correspondente: diegoaleixo.florestal@gmail.com



ESTUDO DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DO AMIDO DE MILHO ACETILADO

Roberta Ranielle M. de Freitas^{1*}, Karina P. do Carmo¹ e Vagner R. Botaro²

¹Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP) – Ouro Preto/MG

²Universidade Federal de São Carlos-Campus Sorocaba (UFSCar) – Sorocaba/SP

1. Introdução

O amido é um polímero natural que apresenta características favoráveis a muitas aplicações industriais, por ser de origem renovável, de baixo custo e biodegradável. Por ser hidrofílico, o amido, na forma nativa apresenta limitações no desenvolvimento de novos materiais dele originados. Uma alternativa para isso são as modificações na estrutura do amido, como a acetilação. Na acetilação o polímero é esterificado com grupos acetilas formando assim o acetato de amido (AA) pela substituição dos grupos hidroxilas por grupos acetilas [1]. Desta forma, este trabalho avaliou o efeito da acetilação do amido de milho em suas propriedades físico-químicas por meio das análises de Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raio-X (DRX) e Análise Termodinâmico-Mecânica (DMA).

2. Materiais e Métodos

A acetilação do amido foi realizada utilizando-se ácido acético glacial, anidrido acético e ácido sulfúrico como catalizador. As reações de acetilação ocorreram nos tempos de 5, 10, 20, 30, 40 e 50 min para obter-se diferentes graus de substituição (GS). Os graus de substituição (GS) foram determinados pelo método químico com titulação reversa. As análises para caracterização foram: Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raio-X (DRX) e Análise Termodinâmico-Mecânica (DMA). A análise de DMA foi realizada no amido e em três acetatos de amido com baixo, médio e alto GS, 0,08, 1,17 e 2,62, respectivamente.

3. Resultados e Discussão

Os acetatos de amido obtidos nos tempos de 5, 10, 20, 30, 40 e 50 min, tiveram GS de 0,04, 0,08, 1,17, 2,07, 2,52 e 2,62, respectivamente. Nos espectros de FTIR foi possível comprovar a acetilação pelo surgimento da banda de carbonila em aproximadamente 1740cm^{-1} . Pela análise de MEV foi observado que a introdução do grupo volumoso de acetil causou a quebra e aglutinação dos grânulos (Figura 1). A cristalinidade do amido reduziu de 39,78% para 27,68% no acetato de amido com maior GS, indicando que, no processo de acetilação, a estrutura cristalina do amido é parcialmente destruída. Na análise de DMA, realizada com a amostra em pó, foi possível analisar a curva de tan delta (Figura 2). Com a acetilação, as cadeias são separadas e essas relaxações entre as cadeias ficam mais uniformes. Os picos diminuem, chegando ao amido mais acetilado que não apresenta pico, ou seja, não há passagem do estado vítreo para o borrachoso [2].

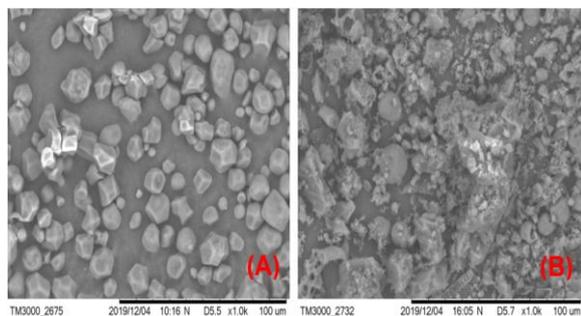


Fig. 1. Imagens de MEV das amostras de amido (A) e acetato de amido GS 2,62 (B) aumento de 1000x.

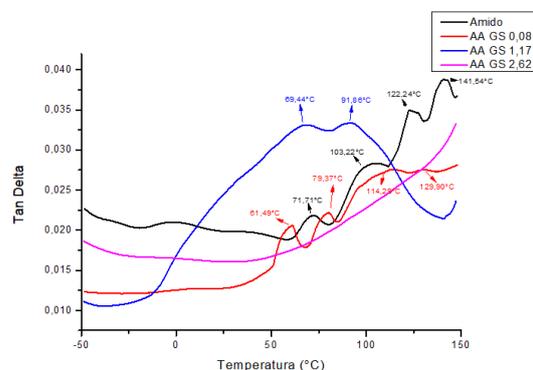
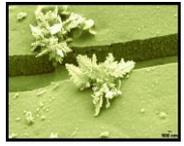


Fig. 2. Curvas de tan delta das amostras em pó de amido e acetatos de amido com GS 0,08, 1,17 e 2,62.

4. Referências

- [1] – Latotonda, F. D. S., et al. *Biodegradable Films Made from Raw and Acetylated Cassava Starch*. Brazilian Archives of Biology and Technology, vol. 47, p. 477–484, (2004).
[2] – Cassu, S. N.; Felisberti, M. I. *Dynamic mechanical behavior and relaxations in polymers and polymeric blends*. Quimica Nova, vol. 28, no. 2, p. 255–263, (2005).

*Autor correspondente: roberta.ranielle@hotmail.com



INFLUÊNCIA DA ACETILAÇÃO NA BIODEGRADAÇÃO DO AMIDO DE MILHO PELO MÉTODO DE RESPIRÔMETRO DE BARTHA

Roberta Ranielle M. de Freitas^{1*}, Karina P. do Carmo¹ e Vagner R. Botaro²

¹Universidade Federal de Ouro Preto (UFOP) – Ouro Preto/MG

²Universidade Federal de São Carlos-Campus Sorocaba (UFSCar) – Sorocaba/SP

1. Introdução

O amido é um polímero de fonte natural e tem destaque por ser biodegradável. A modificação do amido pode influenciar diretamente na sua biodegradação. A respirometria, também conhecida como método de Bartha, é uma técnica utilizada para acompanhar a atividade dos microrganismos pela produção de dióxido de carbono (CO₂) por unidade de volume e tempo. O ensaio respirométrico tem como principal objetivo estimar o tempo para a estabilização de um resíduo inserido no solo, além de obter as taxas de aplicação mais convenientes e detectar uma possível toxicidade aos microrganismos do solo devido à presença de determinados elementos no resíduo. Desta forma, o objetivo desse trabalho foi avaliar a influência da acetilação do amido na biodegradação utilizando o método de respirômetro de Bartha.

2. Materiais e Métodos

O amido de milho foi acetilado utilizando-se ácido acético glacial, anidrido acético e ácido sulfúrico como catalizador. Foram obtidos acetatos de amido com baixo, médio e alto grau de substituição (GS), 0,59, 0,96, e 2,63, respectivamente. O ensaio foi realizado seguindo o método da norma NBR 14283-1999 [1]. O respirômetro é um sistema fechado com duas câmaras interligadas (Figura 1). Em uma câmara foram adicionados o solo e o material a ser degradado. Nesta câmara ocorreu a biodegradação dos compostos orgânicos pelos microrganismos presentes no solo com conseqüente produção de gás carbônico, transferido a outra câmara, que se dissolve na solução de hidróxido de potássio. A quantificação do gás carbônico produzido foi realizada de 7 em 7 dias pela retirada e titulação da solução de hidróxido de potássio com ácido clorídrico. O tempo total de ensaio foi de 84 dias.

3. Resultados e Discussão

Os resultados indicaram que, ao longo dos 84 dias de biodegradação, somente o acetato com GS 2,63 não sofreu biodegradação aeróbia no solo. Como pode ser observado no gráfico da figura 2, a produção de CO₂ pelo AA GS 2,63 se manteve constante e, em alguns momentos, apresentou até valores negativos. O amido foi o que apresentou maior evolução na produção de CO₂. Isso acontece devido a maior presença de carboidratos, no caso a glicose, que são facilmente assimiláveis por microrganismos. A acetilação até o GS 0,96 não afetou consideravelmente na biodegradação, tornando ainda assim biodegradável.

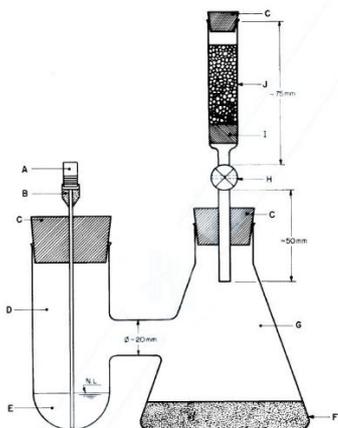


Fig. 1. Vista em corte do Respirômetro de Bartha (norma NBR 14283-1999).

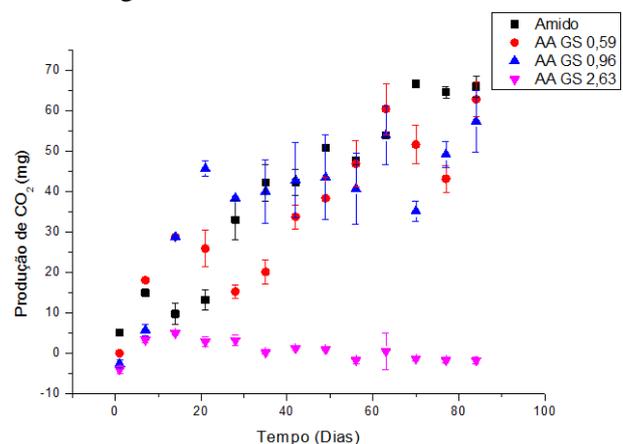


Fig. 2. Gráfico da produção de CO₂ pelo tempo de biodegradação.

4. Referências

[1] – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 14283: *In Resíduos em solos - Determinação da biodegradação pelo método respirométrico*. Rio de Janeiro, p. 8. (1999).

*Autor correspondente: roberta.ranielle@hotmail.com



EFEITO DA RIGIDEZ NA ENCAPSULAÇÃO DE QUERCETINA POR VESÍCULAS MULTILAMELARES

Luciana Custódio^{1*}; Leandro Antunes Mendes¹; Dayane Alvares²; Jeferson Moreto¹; Natália Bueno Leite Slade¹

¹Departamento de Física, Universidade Federal do Triângulo Mineiro (UFTM), Instituto de Ciências Naturais, Exatas e Educação (ICENE), Univerdecidade, Uberaba, MG, Brazil and Departamento de Física, Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Biociências Letras e Ciências Exatas (Ibilce), Câmpus São José do Rio Preto, SP, Brazil.

1. Introdução

A quercetina (QUE) é uma molécula polifenólica que apresenta uma ampla gama de atividades biológicas como antioxidantes, anticâncer, antibacteriana e antiviral [1]. No entanto, seu uso para fins farmacológicos apresenta dificuldades relacionadas à sua baixa biodisponibilidade e solubilidade em meio aquoso, alta propensão à degradação pela luz, calor e oxigênio [2]. Estratégias de nano e microencapsulação têm sido amplamente utilizadas para potencializar sua atividade biológica e contribuir para a viabilidade deste composto para fins farmacológicos. Neste trabalho, estudamos o efeito da rigidez induzida pelo colesterol nas vesículas multilamelares (MLVs) para o encapsulamento de quercetina. Analisando as propriedades biofísicas desencadeadas pela composição lipídica e pelo agente encapsulante no tamanho médio da formulação, distribuição de tamanho, propriedades de carga além da eficiência de encapsulação e liberação de bioativos .

2. Materiais e Métodos

O lipídio usado foi o : PC (1-palmitoil-2-oleoil-*sn*-glicero-3-fosfocolina) com uma cabeça polar zwitteriônica (a pH 7,4) e o Col (colesterol) nas seguintes proporções PC (100%) e PC/Col (80:20) e o bioativo encapsulado foi a quercetina na razão (3: 100) quercetina / lipídio (p / p). Foram preparadas vesículas unilamelares grandes (LUVs), pelo método de hidratação de filme lipídico com clorofórmio e submetida à extrusão através de membranas de policarbonato, para determinação do coeficiente de partição (K_p). Para o encapsulamento da quercetina por MLV o filme (MLV + quercetina) foi hidratado com tampão HEPES 20 mmol L⁻¹, NaF 150 mmol L⁻¹ (2mL) e agitado em vórtex (2,5 minutos). Realizou-se a caracterização das composições lipídicas pelo tamanho, índice de polidispersidade (PDI) e potencial zeta usando a técnica do espalhamento dinâmico de luz (DLS). Para análise da eficiência de encapsulamento da quercetina (%EE) foi usado o método indireto de determinação. Estudos de liberação in vitro de MLVs contendo QUE encapsulada foram realizados em bolsa de diálise para analisar a quantidade de quercetina liberada em cada momento por UV-vis. A absorbância obtida em cada alíquota foi convertida em porcentagem de liberação pela curva de calibração da quercetina em metanol previamente construída e validada em $\lambda = 372$ nm. Todas as experiências foram realizadas em triplicado.

3. Resultados e Discussão

Nossos resultados mostraram que a quercetina possui elevada afinidade pelas composição PC 100% e baixa afinidade pelas composições PC/Col (80:20) (K_p do PC = 1.55 ± 0.10 e do PC/Col (80:20) = 0.85 ± 0.03). Em relação a caracterização das MLVs, a presença de colesterol contribuiu para a redução do tamanho médio das vesículas (2068.3 ± 150 para PC e 1884.0 ± 74.1 PC/Col (80:20)) e também pra discreta redução na polidispersão (PDI PC = $0.399 \pm 0,05$ e PCI PC/Col (80:20) = 0.350 ± 0.07). Outro parâmetro analisado foi o potencial zeta através de medidas de mobilidade eletrocinética e verificou-se que a quercetina conferiu a composição PC 100% um potencial de caráter aniônico ($-2,81 \pm 0,5$ mV) e o colesterol (PC/Col (80:20)) tornou a composição mais eletronegativa ($-4,66 \pm 0,4$ mV). A eficiência média de encapsulação (% EE) foi melhor visualizada no PC/Col (80:20) = $89.06 \pm 0,36\%$ de %EE do que no PC 100% ($29,81 \pm 1.80$). Porém esse acentuado encapsulado na composição PC/Col (80:20) não induziu um aumento na liberação da quercetina. Nossos resultados demonstraram que a rigidez imposta pelo colesterol aumentou a homogeneidade da distribuição do tamanho, a estabilidade da membrana e a eficiência de encapsulação porém reduziu a fluidez da membrana fazendo a taxa de liberação ser menor que a quantidade encapsulada.

4. Referências

- [1] Zahid, M., Rawat, P.S., Singh, S. et al. Assessment of Role and Efficacy of Curcumin and Quercetin in Preventing Lead-Induced Oxidative Stress in Rats. *Ind J Clin Biochem* (2021). <https://doi.org/10.1007/s12291-021-01001-z>
- [2] Kalbassi M R, Behzadi Tayemeh M, Paknejad H. Influence of both free and nanoencapsulated quercetin on fatty acid profile of zebrafish (*Danio rerio*) muscle and eggs. *isfj*. 2021; 30 (3) :39-49 URL: <http://isfj.ir/article-1-2438-en.html>

*Autor correspondente: luciana-custodio@hotmail.com



INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE DODECIL SULFATO DE SÓDIO EM SÍLICA PARA A ADSORÇÃO DO CORANTE VIOLETA CRISTAL

Gabriel V. Buzato¹, Pedro H. P. Olívio¹, Adriano L. Souza¹

¹Universidade Federal de São Carlos - Araras

1. Introdução

Corantes sintéticos, normalmente utilizados industrialmente, quando descartados de forma incorreta podem causar danos ao meio ambiente e à vida humana, além de inibirem a passagem da luz em corpos d'água dificultando a fotossíntese das plantas e algas no ambiente aquático. Se em contato com o corpo humano podem causar doenças pulmonares e inflamação nos olhos [1]. Um método promissor para a remoção desses poluentes de corpos d'água é a adsorção. Compostos porosos podem adsorver os referidos poluentes em seus poros [2]. Há vários estudos com materiais capazes de adsorver esses compostos nocivos, como nanotubos de carbono por exemplo, mas poucos com materiais à base de sílica. Avaliou-se aqui, a capacidade de adsorção de compostos de sílica frente ao corante violeta cristal. O efeito do tensoativo dodecil sulfato de sódio (SDS) incorporado à sílica no mesmo processo de adsorção também foi explorado.

2. Materiais e Métodos

A síntese da sílica foi realizada conforme procedimento modificado descrito em [3]. Foi feita a síntese da sílica não modificada, chamada de sílica xerogel, e de outra sílica modificada com o tensoativo SDS. Utilizou-se espectrofotometria na região do ultravioleta-visível para o monitoramento da adsorção do corante e de medidas de pH para determinação dos pontos de carga zero (PCZ) de cada material. Para a análise de área superficial e de distribuição de diâmetro de poro, utilizou-se os métodos BET e BJH, respectivamente, em isotermas de adsorção e dessorção de Nitrogênio.

3. Resultados e Discussão

Para a sílica modificada, o PCZ foi de 2,71 e para sílica xerogel foi de 2,70. Isso indica que a modificação com SDS tem pouco efeito sobre o ponto de carga zero do material. As cinéticas de adsorção para ambos os materiais se ajustam melhor ao modelo de pseudo-segunda ordem, com coeficiente de determinação acima de 0,98 para os dois materiais. Com relação à termodinâmica de adsorção, a sílica modificada possui valor de Q_{max} igual a $23,8 \text{ mg.g}^{-1}$ considerando o ajuste linear dos dados na isoterma de Langmuir na concentração mais alta do corante testada. O valor de Q_{max} para a sílica não modificada foi de $0,57 \text{ mg.g}^{-1}$. A análise de espectroscopia de absorção na região do infravermelho indicou a presença de bandas em 1080 cm^{-1} referentes às ligações Si-O-Si e 3450 cm^{-1} referentes aos grupos -SiOH e grupos OH de moléculas de água adsorvidas. Para o material modificado, também há bandas nos números de onda de 2850 cm^{-1} e 2930 cm^{-1} referentes aos estiramentos de grupos CH_2 , ou seja, essas bandas ocorrem pela presença do tensoativo.

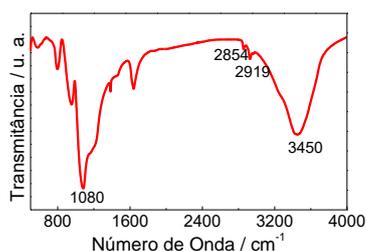


Fig. 1. Espectro FT-IR para a sílica com SDS.

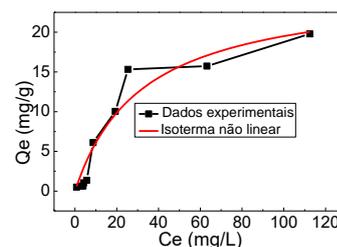


Fig. 2. Ajuste para a sílica modificada com SDS.

A análise das isotermas de adsorção de nitrogênio pelo método BET indica que os materiais são formados por mesoporos de formato estreito com diâmetro médio próximo de 2,33 nanômetros para a sílica não modificada e 2,67 nanômetros para a sílica modificada com SDS. Os dados de área superficial obtidos pelo método BJH indicam uma área superficial de $527,351 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$ para a sílica xerogel e $271,926 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$ para a sílica modificada com SDS. Os resultados indicam que a sílica modificada com SDS adsorve de maneira mais efetiva o violeta cristal do que a sílica xerogel.

4. Referências

- [1] BA MOHAMMED, B. et al., *Arabian Journal of Chemistry*, v. 14, n. 1, Elsevier B.V., Marrocos, 2021.
- [2] PARIDA, S. K. et al. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 121, n. 1–3, Elsevier B.V., Índia, 2006.
- [3] ROCHA, L. C. et al. *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*, v. 84, Elsevier B.V., Brasil, 2012.

*Gabriel Vinicius Buzato:gabriel.buzato@hotmail.com

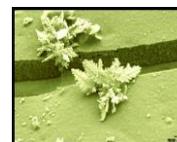
SESSÃO E

Eletroquímica e Catálise

29 de outubro de 2021;

Horário: 16:00 – 17:00 horas;

Local: remoto.



DISPOSABLE AND LOW-COST LAB-MADE SCREEN-PRINTED ELECTRODES FOR VOLTAMMETRIC DETERMINATION OF L-DOPA

Jefferson H.S. Carvalho¹; Jeferson L. Gogola²; Márcio F. Bergamini²; Luiz H. Marcolino-Junior²; Bruno C. Janegitz^{1*}

¹ *Laboratory of Sensors, Nanomedicine and Nanostructured Materials, Federal University of São Carlos, 13600-970, Araras, SP, Brazil*

² *Laboratório de Sensores Eletroquímicos (LabSensE) – Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná (UFPR), CEP 81531-980, Curitiba, PR, Brazil.*

1. Introdução

The development of new electrochemical sensors is a growing demand in contemporary society and a challenge for electroanalytical chemistry. New technologies, materials, and strategies have been constantly used to improve the properties and accessibility of the designed devices [1]. The development of disposable devices is tied to the economic viability and capability of large-scale production without sacrificing the basic properties of the device [2]. In this matter, the serigraphy printing process stands out by its simplicity and template that allow great diversity in the sensor design [3]. Levodopa (l-3,4-dihydroxyphenylalanine), also known as L-dopa, is an amino acid key to the production of dopamine in living beings. It is known for its use in drugs to lower Parkinson's disease symptoms, its component is metabolized and distributed to the whole body, but only a fraction reaches the brain and is transformed into dopamine [4]. In this work, we describe the development of a disposable and low-cost screen-printed electrode (SPE) by using conductive ink made of graphite and cellulose acetate as their unique components. The printing process involves the design of a template and the application of the optimized ink in polyvinyl chloride substrate.

2. Materiais e Métodos

The methodology used for making the sensor was developed by Andreotti et al. [5]. Morphological characterization by scanning electron microscope (SEM) and electrochemical measurements using an Autolab PGSTAT204 potentiostat / galvanostat (EcoChemie) coupled to a computer managed by NOVA 2.1.4 software

3. Resultados e Discussão

The SEM characterization (figure 1A) demonstrates a homogeneous distribution of the ink with porous formation given the polymerization of cellulose acetate in addition to the large exposure of graphite sheets well spread on the surface. Under the best experimental conditions, an analytical curve was obtained for the L-dopa voltammetric response recorded for concentration values from 8.00 to 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$ using the proposed electrode (Figure 1B). It is possible to observe a linear relationship between anodic peak current and L-dopa concentrations with a sensitivity of 0.101 $\mu\text{A L } \mu\text{mol}^{-1}$ (R^2 0.985). The detection limit (LOD) obtained was equal to 0.06 $\mu\text{mol L}^{-1}$. Reproducibility was also assessed ($n = 7$), giving a relative standard deviation of 7.7%.

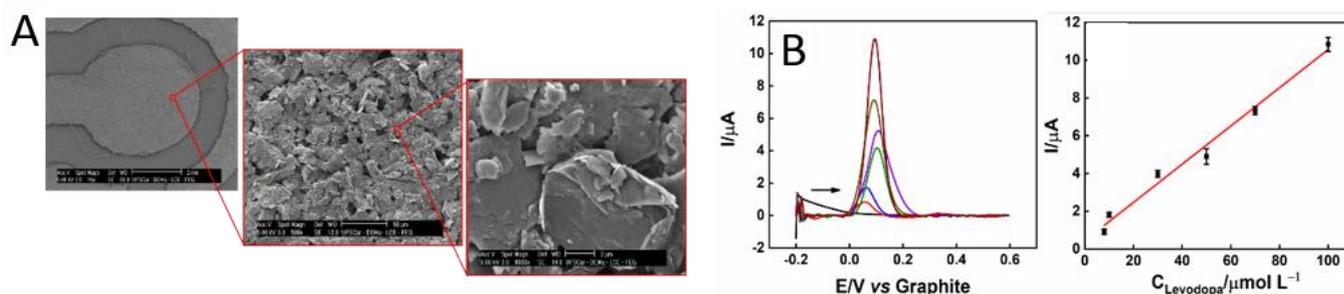


Fig. 1. (a) SEM images, (b) Square wave voltammetry obtained for different concentrations of L-dopa (8.00 to 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$) in McIlvaine buffer (pH 2.85).

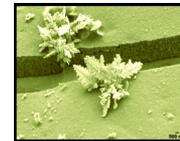
4. Referências

- [1] K. Yamanaka et al. Printable electrochemical biosensors: A focus on screen-printed electrodes and their application, *Sensors* (Switzerland). 16 (2016) 1–16
- [2] A.J. Killard, Disposable sensors, *Current Opinion in Electrochemistry*. 3 (2017) 57–62.
- [3] M.A. Alonso-Lomillo et al. Screen-printed biosensors in microbiology; A review, *Talanta*. 82 (2010) 1629–1636.
- [4] J. Morgan, K.D. Sethi, Levodopa and the progression of Parkinson's disease., *Current Neurology and Neuroscience Reports*. 5 (2005) 261–262.
- [5] I.A. de Araujo Andreotti et al. Disposable and flexible electrochemical sensor made by recyclable material and low cost conductive ink, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 840(2019) 109-116

Agradecimentos (opcional)

The authors thank CAPES (001 and Pandemias 88887.504861/2020-00), CNPq (303338/2019-9), and FAPESP (2019/04085-7 and 2017/21097-3) for financial support

*Autor correspondente: jeffersoncarvalho@estudante.ufscar.br



3D PRINTED ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR THE DETECTION OF DOPAMINE

Luiz R. G. e Silva^{1,2*}, Jéssica S. Stefano¹, Raquel G. Rocha³, Eduardo M. Richter³, Rodrigo A. A. Muñoz³ and Bruno C. Janegitz¹

¹Department of Nature Sciences, Mathematics and Education, Federal University of São Carlos, 13600-970, Araras, São Paulo, Brazil

²Department of physics, Chemistry and Mathematics, Federal University of São Carlos, 18052-780, Sorocaba, São Paulo, Brazil

³Institute of Chemistry, Federal University of Uberlândia, 38400-902, Uberlândia, Minas Gerais, Brazil

1. Introduction

Parkinson's disease is the second most common neurodegenerative disease in humans, affecting mainly the motor system. Its diagnosis is currently still challenging and many studies correlates environmental factors to genetic predisposition or susceptibility to the disease [1]. Parkinson's disease is closely linked to the intense decrease in the production of the neurotransmitter dopamine (DA) in the human body assisting the clinical diagnosis of this disease, thus, the development of reliable, fast and with low-cost devices for the detection of this biomarker, plays an important role [2,3]. In this context, 3D printed electrochemical sensors are very attractive, providing miniaturized, low-cost and sensitive devices, highly required for point-of-care diagnosis. Therefore, this work aims to develop a graphite-based 3D printed electrochemical sensor for DA detection.

2. Materials and methods

DP solution was prepared in a 0.1 mol L⁻¹ phosphate buffer solution (PBS; pH = 7.0). Graphite 3D printed electrodes were employed for DA detection using a low volume drop of solution (100 μL). The detection of DA was performed by square wave voltammetry (SWV).

3. Results and discussion

The electrochemical behavior of DA was firstly evaluated by cyclic voltammetry (Fig. 1). The obtained voltammogram, shown in Fig. 1, presents the well-defined redox peaks for DA, with an oxidation peak at approximately +0.38 V and a reduction peak in the reverse scan at approximately -0.07 V. The 3D printed electrode was then employed for the quantification of DA using SWV technique after optimization of the operational parameters (step potential = 8 mV, modulation amplitude = 100 mV and frequency = 10 Hz). A calibration curve was obtained for increasing concentrations of DA (Fig. 2A), and a linear behavior was obtained (R² = 0.991) for concentrations of DA ranging from 0.5 to 50 μmol L⁻¹ as can be seen in Fig. 2B. The limit of detection (LOD) was estimated (IUPAC definition) and a value of 0.11 μmol L⁻¹ was obtained, with a sensitivity of 0.179 μA μmol⁻¹ L. As a proof-of-concept, a synthetic urine sample was analyzed, after fortification with three known concentrations (5.0, 20.0 and 40.0 μmol L⁻¹) of DA, and recovery values ranging from 92.7 to 101.6% were obtained, attesting the good performance of the 3D printed electrode for the detection of this analyte.

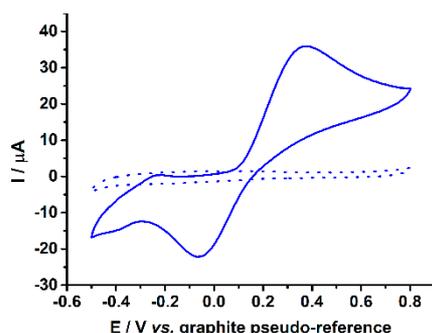


Fig. 1. Cyclic voltammetric recordings in the absence (dashed line) and presence of 1.0 mmol L⁻¹ DA. Supporting electrolyte: 0.1 mol L⁻¹ PBS (pH 7.0); Scan rate: 50 mV s⁻¹.

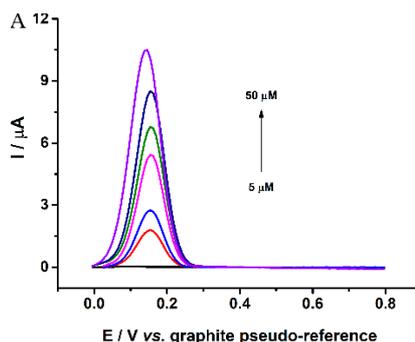
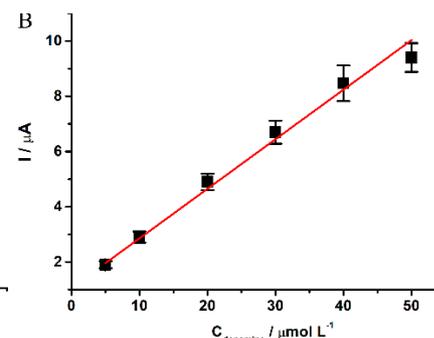


Fig. 2. Square wave voltammograms for increasing concentrations of DA (5.0, 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, and 50.0 μmol L⁻¹) in 0.1 mol L⁻¹ PBS (pH 7.0). SWV parameters: 8 mV (step potential); 100 mV (modulation amplitude); 10 Hz (frequency).



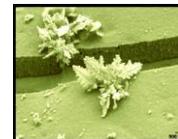
4. References

- [1] Dorsey, E.R., Elbaz, A., Nichols, E., Abd-Allah, F., Abdelalim, A., Adsuar, J.C., Dahodwala, N. Global, regional, and national burden of Parkinson's disease, 1990–2016: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2016. *Lancet Neurol.* 17 (11), 936-953, 2018.
- [2] Emamzadeh, F.N., Surguchov, A. Parkinson's disease: biomarkers, treatment, and risk factors. *Front. Neurosci.* 12, 612-612, 2018.
- [3] Beitz, J.M., 2014. Parkinson's disease: a review. *Front. Biosci.* 1 (6), 55-74.

Acknowledgements

The authors are grateful to the Brazilian agencies CAPES (001) and (88887.510506/2020-00 and 88887.510880/2020-00) for the financial support.

*Autor correspondente: luizricardogus@gmail.com



DETECÇÃO DE CATECOL A PARTIR DE UM ELETRODO FLEXÍVEL DE PBAT E GRAFITE MODIFICADO COM NANOPARTÍCULAS DE OURO E FTALOCIANINA DE COBRE

Cristiane C. Maciel^{1,3*}, Amanda de S. M. Freitas^{2,3}, Jennifer P. Medrades³ e Marystela Ferreira^{1,3}

¹ Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho (UNESP), Sorocaba, SP - Brasil

² Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP), São Paulo, SP, Brasil.

³ Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Sorocaba, SP, Brasil.

1. Introdução

O catecol (1,2 dihidroxibenzeno) é um composto muito utilizado para a produção de conservantes, corantes, estabilizantes, antioxidantes e cosméticos, característico por ser altamente tóxico a saúde humana, podendo afetar principalmente a função hepática e causar fadiga e dor de cabeça, além de ser um poluente para o solo e água [1]. Neste trabalho foi realizado a construção de um sensor flexível a base polimérica de poli (butileno adipato-co-tereftalato) (PBAT) e grafite com a superfície modificada por filme nanoestruturado de (AuNP- PAH / CuTsPc)_n (g-PBAT*). A construção do filme foi realizada pela técnica Layer-by-Layer (LbL) e a detecção do catecol (CC) pela técnica eletroquímica de Voltametria de Pulso Diferencial (DPV). O sensor eletroquímico produzido neste trabalho demonstra potencial aplicação no monitoramento ambiental.

2. Materiais e Métodos

A técnica DPV foi utilizada para realizar a detecção do analito em uma faixa de potencial de -0,85 a 0,6 V na velocidade de varredura de 50 mV s⁻¹ e foram medidas utilizando um potenciostato/galvanostático modelo PGSTAT30 da Autolab (Eco Chemie, Utrecht, Holanda). A célula eletroquímica consistia de três eletrodos, o de referência Ag/AgCl (3 mol L⁻¹ KCl), o auxiliar de platina de 1,0 cm² e o eletrodo de trabalho funcionalizado com o LbL que teve um lado vedado por meio de uma fita adesiva para garantir que apenas um lado o sensor fosse utilizado.

3. Resultados e Discussão

A partir das medidas obtidas por DPV foi possível detectar as moléculas de CC em um intervalo de 100 a 200 µM, além de alguns parâmetros obtidos da curva analítica (Figura 1), como valores de regressão linear (R²) igual a 0,9998 e limite de detecção (LOD) igual a 1,587 x10⁻⁵ mol L⁻¹. Os eletrodos produzidos neste trabalho apresentaram vantagem de serem flexíveis, descartáveis, reproduzíveis e de baixo custo de fabricação, o que os torna atrativos para análises ambientais portáteis.

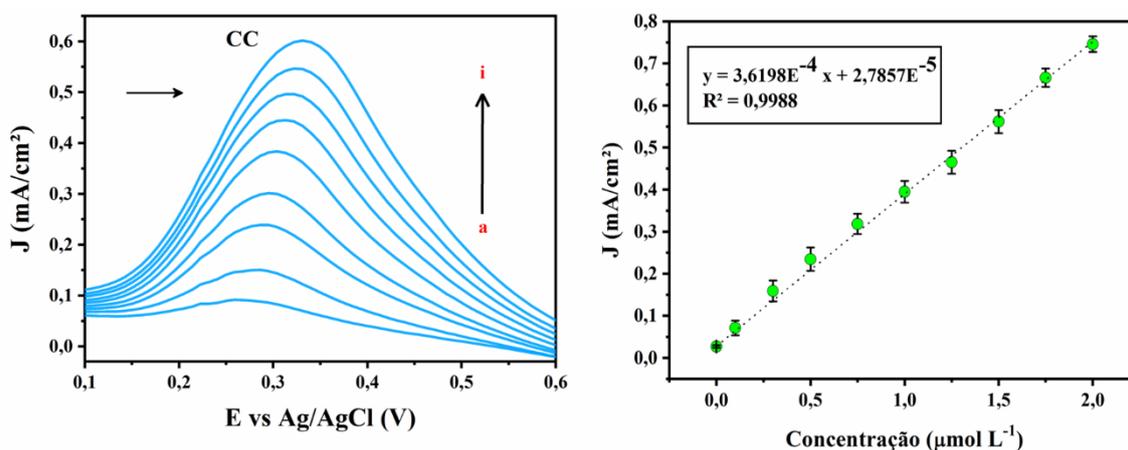


Fig. 1: DPV da detecção de CC (100 a 2000 µM) em uma solução de PBS 0,1 mol L⁻¹, pH 6,0 e sua respectiva curva de calibração.

4. Referências

- [1] A.C. de Sá, S.C. Barbosa, P.A. Raymundo-Pereira, D. Wilson, F.M. Shimizu, M. Raposo, O.N. Oliveira, Flexible carbon electrodes for electrochemical detection of bisphenol-a, hydroquinone and catechol in water samples, Chemosensors. 8 (2020) 1–11. <https://doi.org/10.3390/chemosensors8040103>.

Agradecimentos (opcional)

Os autores agradecem a CAPES, Fapesp e CNPq.

*Autor correspondente: kircarla91@hotmail.com



APPLICATION OF LOW-COST CONDUCTIVE INK-BASED PET BOTTLE ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR URIC ACID DETERMINATION

Rodrigo V. Blasques^{1*}, Jéssica S. Stefano¹, Jéssica R. Camargo¹, Lais C. Brazaca², Bruno C. Janegitz¹

¹ Laboratory of Sensors, Nanomedicine and Nanostructured Materials, Federal University of São Carlos, Araras, SP, 13600-970, Brazil.

² São Carlos Institute of Chemistry, University of São Paulo, São Carlos, SP, 13566-590, Brazil.

1. Introduction

The demand for new devices that are sensitive and cost-effective for the diagnosis and treatment of diseases is required in the medical field. In this sense, uric acid (UA), an important indicator for diseases such as hypertension, gout, Lesch-Nyhan syndrome [1], is also an indicator of COVID-19 disease (caused by SARS-CoV-2 virus) since it reflects the real functioning state of the kidneys, which are strongly affected by this disease. Thus, the development of low-cost disposable devices has attracted the attention of researchers due to their excellent advantages, such as ease of handling, low volume of samples for analysis, and miniaturization, an essential characteristic for point-of-care devices. In this sense, a low-cost disposable sensor was developed using a conductive ink previously developed by the research group, composed of colorless nail polish and graphite. The proposed sensor was then modified with Prussian blue (PB) mediator, and the sensor was then evaluated in the determination of UA.

2. Materials and Methods

The development of the electrochemical sensor was carried out, according to the methodology described by Andreotti *et al.* [2] and then characterized morphologically by scanning electron microscopy (SEM). Electrochemical measurements were performed using an Autolab PGSTAT204 potentiostat/galvanostat (Eco Chemie) coupled to a computer-managed by NOVA 2.1 software.

3. Results and Discussion

SEM-EDS characterizations (Figure 1a) confirmed the presence of a PB film with a rough and homogeneous surface containing 58.2% Fe, attesting a successful electrochemical deposition. The deposition of PB provided an increased electrochemical performance for the determination of UA, which is desirable for the achievement of higher limits of detection (LOD) and quantification (LOQ). The electrochemical sensor developed for the determination of UA presented excellent analytical characteristics, such as a linear response from 1.0 to 40.0 $\mu\text{mol L}^{-1}$ (Figure 1b), low values of LOD and LOQ (0.35 and 1.18 $\mu\text{mol L}^{-1}$, respectively), and high precision (RSD = 4.7%; n = 20). Therefore, the proposed sensor showed excellent performance and is an interesting alternative for clinical diagnosis.

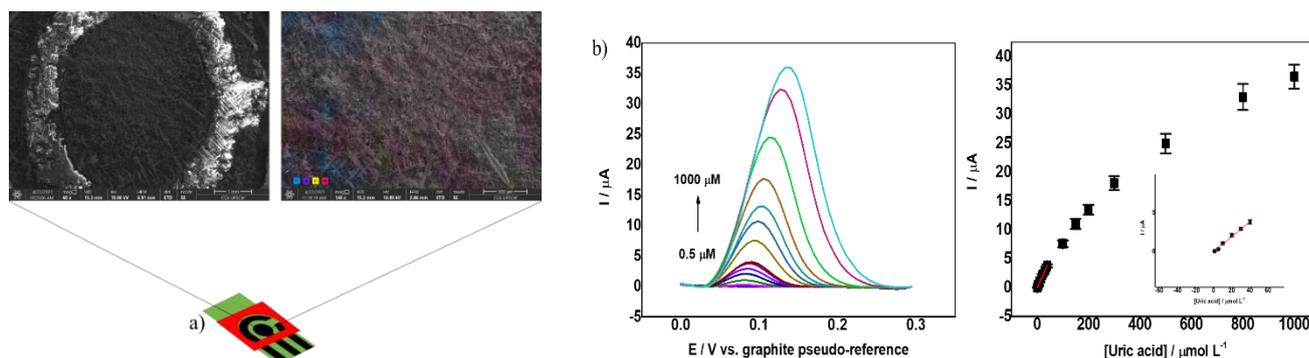


Fig. 1. (a) SEM images, (b) Differential pulse voltammograms obtained in 0.1 mol L⁻¹ PB solution (pH 7.0) at different uric acid concentrations (1 to 40 $\mu\text{mol L}^{-1}$)

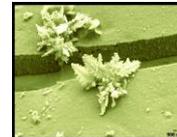
4. References

- [1] P.E. Erden, E. Kılıç, A review of enzymatic uric acid biosensors based on amperometric detection, *Talanta*, 107(2013) 312-23.
[2] I.A. de Araujo Andreotti, L.O. Orzari, J.R. Camargo, R.C. Faria, L.H. Marcolino-Junior, M.F. Bergamini, et al., Disposable and flexible electrochemical sensor made by recyclable material and low cost conductive ink, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 840(2019) 109-16.

Acknowledgments

CAPES 001, -CAPES epidemics 88887.504861/2020-00, FAPESP 2019/23177-0, and CNPq

*Autor correspondente: blasques@live.com



TERNARY ELECTROCATALYSTS AS ELECTROCHEMICAL SENSOR MODIFIER FOR DOPAMINE DETECTION

Luiz Otávio Orzari^{1,2*}, M. H. M. T. Assumpção³, L. H. Marcolino-Junior⁴, M. Bergamini⁴, B. C. Janegitz¹

¹*Department of Nature Sciences, Mathematics and Education, Federal University of São Carlos, 13600-970, Araras, SP, Brazil*

²*Department of Physics, Chemistry and Mathematics, Federal University of São Carlos, 18052-780, Sorocaba, São Paulo, Brazil,*

³*Center of Nature Sciences, Federal University of São Carlos, 18290-000, Buri, SP, Brazil*

⁴*Laboratory of Electrochemical sensors, Department of Chemistry, Federal University of Paraná, 81531-990, Curitiba, PR, Brazil*

1. Introduction

Modification agents are well known to promote enhanced electrochemical behavior and response in electroanalytical sensors, with a variety of materials being used in such function, as numerous carbon allotropes and metal nanoparticles [1]. Electrocatalysts are a class of materials that comprehend the use of these exact constituents (carbon and metals) but are not commonly used in sensorial applications. In this work, the authors demonstrate the use of a PdAgBi/C ternary catalyst towards the modification of a glassy carbon electrode (GCE) for dopamine detection in samples of interest.

2. Material and methods

The electrocatalysts were prepared with a modification of Silva et al. methodology [2] and characterized by different techniques: scanning electron microscopy, X-ray diffraction, electrochemical impedance spectroscopy and cyclic voltammetry. Further, two distinct calibration curves were obtained by square wave voltammetry and the device was applied for dopamine determination in synthetic urine samples, with the spike and recovery validation method.

3. Results and discussion

Two linear behaviors between the concentration of dopamine and the current signal were obtained: the complexation of catechol group with dopamine occurring between 0.2 and 1.0 $\mu\text{mol L}^{-1}$, with the linear equation $i (\mu\text{A}) = -2.25 \times C_{\text{Dopamine}} (\mu\text{mol L}^{-1}) + 6.68$, $R^2 = 0.990$ and limit of detection (LOD) = 0.14 $\mu\text{mol L}^{-1}$; and the direct oxidation of the neurotransmitter in the electrode surface, between 4.0 and 40 $\mu\text{mol L}^{-1}$, corresponding to the equation $i (\mu\text{A}) = 3.00 \times C_{\text{Dopamine}} (\mu\text{mol L}^{-1}) - 9.85$, with $R^2 = 0.999$ and LOD = 0.0349 $\mu\text{mol L}^{-1}$. In order to evaluate the device, the spike and recovery method was employed, netting recoveries in the range of 92 to 114% for both mechanisms in synthetic urine samples.

4. References

[1] – M.H. Assumpção, R.M. Piasentin, P. Hammer, R.F. De Souza, G.S. Buzzo, M.C. Santos, et al., *Oxidation of ammonia using PtRh/C electrocatalysts: fuel cell and electrochemical evaluation*, Applied Catalysis B: Environmental, 174, 136-44 (2015)

[2] – S.G. Silva, M.H. Assumpção, R.F. Souza, G.S. Buzzo, E.V. Spinacé, A.O. Neto, et al., *Electrochemical and Fuel Cell Evaluation of PtIr/C Electrocatalysts for Ethanol Electrooxidation in Alkaline Medium*, Electrocatalysis, 4, 438-44 (2014)

Acknowledgements

The authors of this work acknowledge the Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), Brazil (grants# 2019/23342-0, 2017/21097-3), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) (financial code 001 and CAPES 09/2020 Epidemias 88887.504861/2020-00) and the Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, 303338/2019-9), Brazil for all the financial support.

*Autor correspondente: l.o.orzari@gmail.com



3D-PRINTED TYROSINASE-BASED BIOSENSOR: A NOVEL ARCHITECTURE FOR ENVIRONMENTAL MONITORING

Wilson S. Fernandes-Junior^{1*}, Vinicius A. O. P. Silva¹, Diego P. Rocha², Jéssica S. Stefano¹, Rodrigo A. A. Muñoz³, Juliano A. Bonacin⁴, Bruno C. Janegitz¹

¹ Laboratory of Sensors, Nanomedicine, and Nanostructured Materials – Federal University of São Carlos, Araras, SP, 13604-900, Brazil

² Institute of Chemistry – University of São Paulo, São Paulo, SP, 05508-000, Brazil

³ Institute of Chemistry – Federal University of Uberlândia, Uberlândia, MG 38400-902, Brazil

⁴ Institute of Chemistry – University of Campinas, Campinas, SP, P.O. Box 6154, 13083-970, Brazil

1. Introduction

Phenolic compounds appear in natural waters by industrial effluents discharges and due to their high solubility and low degradability, the wastewater treatment plants are often unable to eliminate them. Environmental monitoring to control the percentage of chemical contaminants discharged into water resources has been gaining universal diffusion, aiming for quantifications in a shorter analysis time and at the lowest possible cost, changing the high-cost equipment and the need for specialists (such as HPLC) for more versatile techniques that facilitate continuous monitoring “*in situ*” and that reduces the risk of loss of samples [1]. 3D printing allows the development of multiple prototypes with variable structures. Due to the chemical and physical features, carbon-based nanomaterials have been incorporated in thermoplastic polymers allowing the construction of 3D-printed electrochemical sensors [2]. This work introduces a novel arrangement of a compact 3D-printed device of three electrodes, in which the working electrode was treated to generate rGO with polylactic acid after treatment within HNO₃ and NaBH₄ solutions.

2. Materials and Methods

The biosensor was made by a working electrode modification with a thin film of dihexadecyl phosphate and tyrosinase on a 3D-printed graphene electrode. To determine the efficiency of the proposed system, natural waters were collected, fortified with known amounts of catechol, and subsequently diluted on the background electrolyte before analysis. The electrochemical measurements were carried out by square wave voltammetry (SWV) and the electrodes characterization were by SEM, Raman, AFM, EIS, and XRD techniques.

3. Results and Discussion

The proposed biosensor was capable of determining catechol in natural water samples in a range of 30 to 700 $\mu\text{mol L}^{-1}$ with a limit of detection of 0.26 $\mu\text{mol L}^{-1}$. The inter-device precision (RSD) was calculated as 8.0% ($n = 4$, using 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$), indicating adequate manufacturing reproducibility. The recovery percentages obtained ranging from 91% to 104%, evidencing the satisfactory analytical performance.

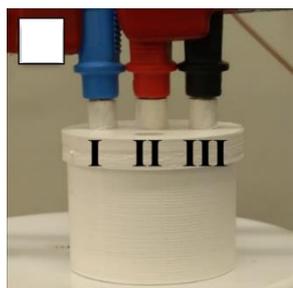


Fig. 1. Electrochemical system. (I) reference, (II) working, and (III) counter electrode.

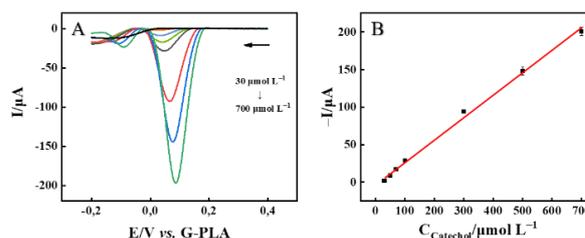


Fig. 2. (A) SWV voltamograms. (B) Analytical curve of catechol.

4. References

- [1] – Rosatto, S. S.; Freire, R. S.; Duran, N.; Kubota, L. T. *Amperometric biosensors for phenolic compounds determination in the environmental interest samples*, volume 24, Química Nova, (2001).
[2] – Yang, W. R.; Ratinac, K. R.; Ringer, S. P.; Thordarson, P.; Gooding, J. J.; Braet, F. *Carbon nanomaterials in biosensors: should you use nanotubes or graphene?*, volume 49, Angewandte Chemie, (2010).

Acknowledgements

FAPESP (2017/21097-3, 2017/23960-0, and 2019/26953-0), FAPEMIG (APQ-03141-18), CNPq (465389/2014-7, 307271/2017-0, and 303338/2019-9), INCTBio (CNPq 465389/2014-7) and CAPES (88887.504861/2020-00 and 001).

*Autor correspondente: wilsonfernandes@estudante.ufscar.br



ESTUDOS SOBRE A SÍNTESE SOLVOTÉRMICA DE CATALISADORES A BASE DE COBRE PARA APLICAÇÃO NA REDUÇÃO DE CO₂

Jéssica Cristina de Almeida ^{1*}, Letícia Vieira Savazi ², Vagner Romito de Mendonça ^{1,2}

¹ Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) – Sorocaba, SP, Brasil

² Instituto Federal de São Paulo (IFSP) – Itapetininga, SP, Brasil

1. Introdução

A conversão de CO₂ em combustíveis ou matérias primas químicas pode ser parte da solução das crises ambientais e energéticas. Essa conversão é possível por processos catalíticos, que se estendem à fotocatalise, eletrocatalise e fotoeletrocatalise. Entretanto, para esses processos se tornarem viáveis, se tem dentre os maiores desafios, o desenvolvimento de catalisadores que apresentem seletividade, baixo sobrepotencial energético e que tenham em sua composição materiais de baixo custo.[1] Desta forma, o presente trabalho envolve o estudo sobre a síntese de catalisadores baseados em Cu para aplicação na redução de CO₂. Buscando-se a obtenção do metal em diferentes estados de oxidação e com possível funcionalização de superfície, este trabalho teve como objetivo verificar a influência da adição de compostos nitrogenados no ambiente de síntese quanto à fase cristalina obtida.

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 °C. [2] 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 difratometria de raio X (DRX).

3. Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta os dados de DRX. O material formado pela síntese sem adição de MEA (R.S.) apresentou picos correspondentes a CuO. Além disso, pode-se observar que a adição de MEA durante a síntese dos catalisadores afetou a composição dos materiais, formando misturas de Cu₂O e Cu. O aumento na 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.[3] Este é um importante resultado, que mostra que pequenas modificações no ambiente de síntese é capaz de promover grandes variações com relação à composição de fases e estrutura do material, parâmetros importantes para aplicação em redução de CO₂.

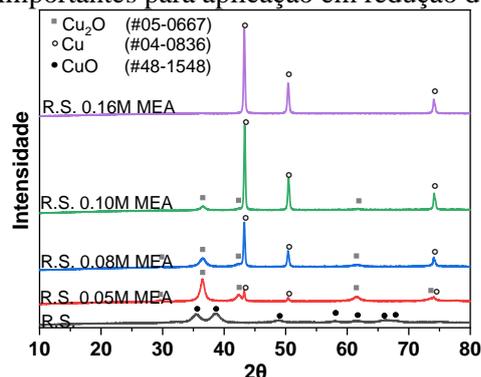


Fig. 1. Difratomogramas dos catalisadores sintetizados em reator solvotérmico com diferentes concentrações de MEA.

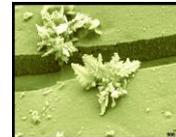
4. Referências

- [1] Garg, S. et al. *Advances and challenges in electrochemical CO₂ reduction processes: an engineering and design perspective looking beyond new catalyst materials*. Volume 8, Journal of Materials Chemistry A (2020).
- [2] 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).
- [3] 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@outlook.com



A NOVEL CONDUCTIVE INK BASED ON SHELLAC AND GRAPHITE FOR SULFAMETHOXAZOLE SENSING

Jéssica Rocha Camargo^{1*}, Júlia Melo Henrique¹, Geiser Gabriel de Oliveira², Jéssica Santos Stefano¹, Bruno Campos Janegitz¹

Department of Nature Sciences, Mathematics and Education, Federal University of São Carlos, 13600-970 Araras, SP, Brazil

² Federal University of Tocantins, 77402-970 Gurupi, Tocantins, Brazil

1. Introdução

The production of new sensory systems using conductive ink is an interesting alternative to the growing demand for analyzes that can be performed quickly and safely, with reliability and low cost. In this sense, a conductive ink based on shellac, a resin of natural origin, and graphite was developed. This system was employed for the electrochemical detection of sulfamethoxazole (SMX), an antibiotic belonging to the sulfonamide class, which is of great importance due to its direct impact on the flow of the food chain and, therefore, commonly found as a metabolic residue in the environment and food samples.

2. Materiais e Métodos

Using the conductive ink, waterproof paper substrate, and the screen-printed technique, the electrodes were made (Fig. 1). The system was evaluated using cyclic voltammetry (Fig. 2) and differential pulse voltammetry.

3. Resultados e Discussão

Using the differential pulse voltammetry technique, a linear range of $5.0 \mu\text{mol L}^{-1}$ – $100 \mu\text{mol L}^{-1}$ and a detection limit of $0.4 \mu\text{mol L}^{-1}$ were obtained. The electrochemical sensor was also used for the analysis of SMX in water and milk samples, and recovery values between 91 and 110% were obtained, proving that the development and application of the new conductive ink proposed for the manufacture of disposable devices provided an efficient detection of SMX in applied samples [1].



Fig. 1. A disposable device with approximately 3 cm of length.

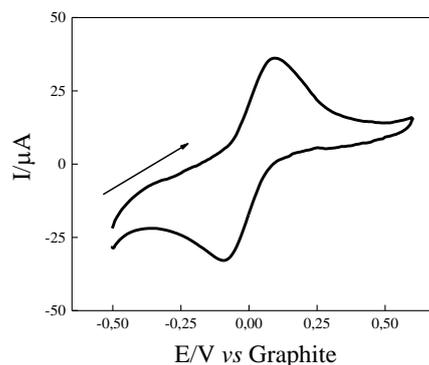


Fig. 2. Cyclic voltammograms were obtained in the presence of equimolar $1.0 \text{ mmol L}^{-1} [\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3/4-}$ in $0.1 \text{ mol L}^{-1} \text{ KCl}$ solution. The scan rate of 50 mV s^{-1} .

4. Referências

[1] Henrique, J. M. et al. *Disposable electrochemical sensor based on shellac and graphite for sulfamethoxazole detection*. *Microchemical Journal*, v. 170, p. 106701, 2021.

Agradecimentos

Fapesp (2019/23177-0), CNPq and Capes.

*Autor correspondente: jessicacamargo@estudante.ufscar.br



DESENVOLVIMENTO DE NANOESTRUTURAS DE TiO₂ DECORADAS COM Fe E AVALIAÇÃO DO SEU POTENCIAL FOTOCATALÍTICO NA CONVERSÃO DO CO₂

Paulo Henrique Eleuterio Falsetti^{1*}, Gelson Tiago dos Santos Tavares da Silva², Caue Ribeiro², Waldir Avansi Junior¹

¹Laboratório de Materiais Multifuncionais Nanoestruturados (LM₂N) – Departamento de Física – Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) – São Carlos

²Embrapa Instrumentação – São Carlos

1. Introdução

Nas últimas décadas, o uso de fontes energéticas não-renováveis, como os combustíveis fósseis, resultou em um aumento significativo na emissão do CO₂. [1] Entre diversas metodologias para remediar esse problema, a conversão fotocatalítica do CO₂ em combustíveis solares “verdes”, tais como CH₄, HCO₂H, CH₂O e CH₃OH se apresenta como uma tecnologia promissora, devido a sua capacidade de produzir combustíveis e diminuir a concentração de CO₂ na atmosfera. [2] Desde a primeira publicação por Inoue et al. [3], vários semicondutores tem sido desenvolvidos como fotocatalisadores, tendo em vista suas aplicações na conversão de CO₂. O dióxido de titânio (TiO₂) tem atraído muita atenção devido ao seu potencial de redução suficientemente alto, baixo custo e alta estabilidade. [2] Xie et al. demonstrou que decorar o TiO₂ comercial (fase anatase) com espécies metálicas de Fe aumenta a capacidade de conversão do CH₄ em CH₃OH na presença de H₂O₂. [4] Tendo em vista esse resultado, o objetivo do presente trabalho foi sintetizar o TiO₂ em diferentes morfologias, decorar com Fe e, posteriormente, avaliar o potencial fotocatalítico no processo de conversão do CO₂ em combustíveis solares “verdes”.

2. Materiais e Métodos

As nanopartículas de TiO₂ foram obtidas a partir do tratamento hidrotérmico do peroxo titanato de amônio (PTA) em diferentes pH's (8, 10 e 12) seguindo procedimento publicado por Romito et al. [5] Posteriormente, as nanopartículas foram decoradas com Fe por um método de impregnação adaptado de Xie et al., [4] nas proporções adequadas para a decoração com o Fe (0,2, 0,8 e 1,6 % massa de Fe com relação a massa de TiO₂). As reações fotocatalíticas de conversão de CO₂ foram realizadas com 50 mg de fotocatalisador em 100 mL de água mili-Q saturada com CO₂, sob radiação de 6 lâmpadas UVC de 15 W (Philips) por 6 horas e com temperatura controlada em 25°C. Os produtos gerados foram analisados em um cromatógrafo gasoso (Thermo TRACE 1310).

3. Resultados e Discussão

Os resultados de conversão de CO₂ em CO (Fig. 1) através de processos fotocatalíticos demonstraram maiores eficiências nas amostras Sigma – 0,8 e pH 8 - 400. Na conversão de CO₂ em CH₄ (Fig. 2), as amostras pH 6 – 1,6 e pH 8 – 1,6 apresentaram maior eficiência. As amostras Sigma – 400 e pH 10 – 400 apresentaram seletividade para a geração de CO.

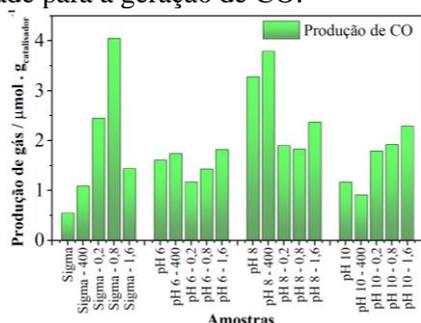


Fig. 1. CO produzida a partir da conversão fotocatalítica de CO₂.

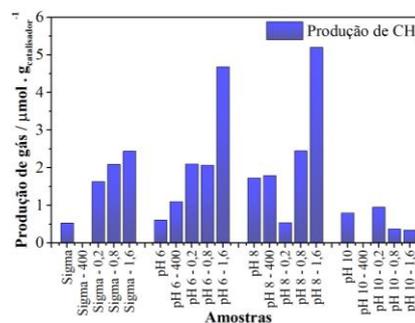


Fig. 2. CH₄ produzida a partir da conversão fotocatalítica de CO₂.

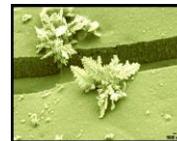
4. Referências

- [1] – SILVA, G. T. S. T et al. *Redução de CO₂ em hidrocarbonetos e oxigenados: fundamentos, estratégias e desafios*, volume 44, número 8, Química Nova, 2021.
- [2] – LOW, J. et al. *Surface modification and enhanced photocatalytic CO₂ reduction performance of TiO₂: a review*, volume 392, Applied Surface Science, 2017.
- [3] – INOUE, T. et al. *Photoelectrocatalytic reduction of carbon dioxide in aqueous suspensions of semiconductor powders*, número 277, Nature, 1979.
- [4] – XIE, J. et al. *Highly selective oxidation of methane to methanol at ambient conditions by titanium dioxide-supported iron species*, volume 1, número 11, Nature Catalysis, 2018.
- [5] – Mendonça, V. R. *Nanocristais de TiO₂: relação entre parâmetros morfológicos, estruturais e fotocatalise*, 2010. (Tese de Mestrado)

Agradecimentos (opcional)

Os autores agradecem à UFSCar Campus São Carlos a à Embrapa Instrumentação de São Carlos por todo amparo e infraestruturas fornecidas; e as agências de fomento: Capes, CNPq e Fapesp.

*Autor correspondente: paulohefal7@gmail.com



FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ESTRUTURAS METAL-ORGÂNICAS DE SUPERFÍCIE (SURMOFs) INCORPORADAS A MICROCAPACITORES

Ricardo M. L. Silva^{1,2*}, Luiz G. S. Albano¹, Tatiana P. Vello^{1,3}, Wagner W. R. de Araujo¹, Davi H. S. de Camargo¹, Leirson D. Palermo¹, Catia C. Correa¹, Carlos C. B. Bufon^{2,3,4}.

¹Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) - CNPEM – Campinas-SP; ²Faculdade de Ciências (FC) - Unesp Câmpus de Bauru – Bauru-SP; ³Instituto de Química (IQ) - Unicamp – Campinas-SP; ⁴Mackgraph - Universidade Presbiteriana Mackenzie – São Paulo-SP.

1. Introdução: A miniaturização e integração de tecnologias como transistores CMOS em circuitos eletrônicos, demanda uma crescente busca por materiais robustos com baixo valor de constante dielétrica (low- κ dielectrics, $\kappa < 4$), para aplicação como dielétricos intercamadas (ILD) [1,2]. As Estruturas Metal-Orgânicas Ancoradas em Superfície (SURMOFs) são excelentes candidatos para desempenhar tal papel, apresentando filmes com estabilidade mecânica e valores de constante dielétrica abaixo de 2, além de exibirem propriedades como alta cristalinidade, porosidade controlada, área de superfície ativa extremamente grande e estrutura ajustável [2,3]. Porém, o estabelecimento de contato elétrico superior a filmes ultrafinos (espessuras $< 50\text{nm}$) de materiais orgânicos e híbridos ainda representa um desafio na eletrônica. Como alternativa, a arquitetura de nanomembrana auto-enrolada (r-NM) permite a determinação de contato superior confiável aos filmes ultrafinos investigados [4]. Neste trabalho, temos o objetivo de apresentar o estudo das propriedades dielétricas dos SURMOFs HKUST-1 e ZIF-8 incorporados em dispositivos capacitivos baseados em r-NM, assim como sua incorporação como ILD.

2. Materiais e Métodos: As amostras foram fabricadas em substrato de SiO_2 com $9 \times 9\text{mm}^2$. O padrão de cada camada do dispositivo foi estabelecido por processos de fotolitografia. Foi utilizada deposição por *e-beam* para evaporação de filmes metálicos (*i.e.*, Au, Ti, Cr, Ni). Filmes de Al_2O_3 foram crescidos por ALD, e os SURMOFs/MOFs foram depositados por LbL ou síntese solvotermal. Os filmes de (SUR)MOFs foram caracterizados por AFM, XRD e SEM. As medidas de impedância elétrica dos dispositivos foram realizadas com um SOLARTRON, e simulações FEM foram realizadas em biblioteca FeniCS.

3. Resultados e Discussão: Filmes de SURMOF HKUST-1 e MOF ZIF-8 foram crescidos e caracterizados morfologicamente. Os capacitores baseados em r-NM com SURMOF HKUST-1 (Figura 1), foram fabricados e caracterizados eletricamente, via medidas de espectroscopia de impedância. Com os dispositivos devidamente modelados, foram determinadas uma constante dielétrica ~ 2 (Figura 1-*inset*) e tempo de relaxação de dipolo $\sim 0,1 \mu\text{s}$ para filmes ultrafinos do material. Para incorporação a estruturas na nanoescala (distâncias laterais de $\sim 40\text{nm}$), foram realizadas simulações (Figura 2), onde o HKUST-1 demonstrou performance superior como ILD, comparado a materiais amplamente utilizados na tecnologia de dispositivos eletrônicos atual (*i.e.*, SiO_2 e Al_2O_3).

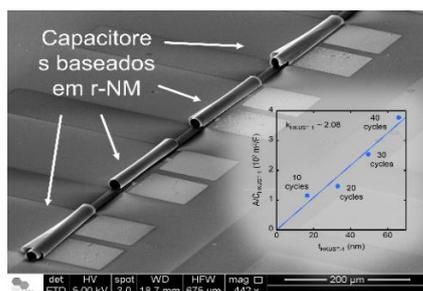


Fig. 1. MEV de capacitores baseados em r-NM; *inset*: Plot para determinação de κ para o KUST-1.

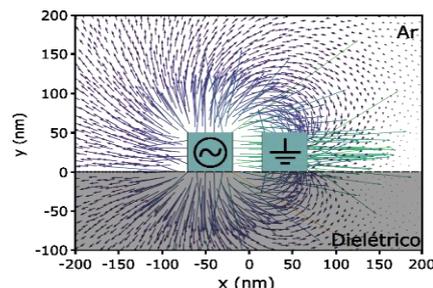


Fig. 2. Simulação de campo elétrico gerado em dois eletrodos em configuração CMOS (distantes 40nm).

4. Referências:

- [1] – Volksen, W. Miller, R. D. Dubois, G. *Low Dielectric Constant Materials*. 110, 56-110, Chem. Rev. (2010).
- [2] Redel, E. Wang, Z. Walheim, S. Liu, J. Gliemann, H. Wöll, C. *On the dielectric and optical properties of surface-anchored metal-organic frameworks*. 103, 091903, Appl. Phys. Lett. (2013).
- [3] Gliemann, H. Wöll, C. *Epitaxially grown metal-organic frameworks*. 15, 110–116, Mater. Today (2012).
- [4] Silva, R. M. L. Merces, L. Bufon, C. C. B. *Temperature-independent polarization of ultrathin phthalocyanine-based hybrid organic/inorganic heterojunctions*. 12, 9556–29565, Appl. Mater. Interfaces (2020).

Agradecimentos:

Fapesp (2014/25979-2, 2016/25346-5, 2017/02317-2, 2017/25553-3); CAPES (88887.333874/2019-00); CNPq (408770/2018-0, 442493/2019-3, 380367/2020-3, 305305/2016-6, 306768/2019-4); CNPEM-LNLS (20170812, 20180148, 20180742); CNPEM-LNNano (25060, 24654, 26354, 27465); POSMAT-Unesp.

*Autor correspondente: ricardo.magnolopes@gmail.com

Patrocinadores

