

6º CONGRESSO BRASILEIRO DE CARBONO



24 a 27 de novembro de 2015
Hotel Comfort Suítes Vitória
Vitória - ES



Programação e Resumos

Organização:



Editores:

Mariana Arpini Vieira

Thierry Ramos Lopes

Responsabilidade do conteúdo:

Os autores são responsáveis pelo conteúdo de seus respectivos resumos.

Crédito da imagem:

Luciano Daniel

Contato: (27) 99821-9851

E-mail: cfernandes@gmail.com

Impresso no Brasil

Novembro 2015

APRESENTAÇÃO E BOAS-VINDAS

É com grande satisfação que recebemos e damos as boas vindas aos participantes do **6º Congresso Brasileiro de Carbono (CARBONO 2015)**, que está sendo realizado de 24 a 27 de novembro de 2015 na cidade de Vitória - ES. A comissão organizadora é composta por professores do Departamento de Física e do Programa de Pós-Graduação em Física do Centro de Ciências Exatas (CCE) da Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), bem como alunos de iniciação científica, mestrado e doutorado atuantes nos Laboratórios de Materiais Carbonosos e Cerâmicos (LMC) e de Plasma Térmico (LPT) da UFES. Portanto, agradecemos inicialmente ao apoio do CCE e da UFES.

Na organização do evento temos contado com o importante apoio da Associação Brasileira de Carbono (ABCarb), fundada em outubro de 2007, que participa pela terceira vez da organização de congressos nacionais e internacionais de carbono no Brasil, cumprindo com destaque um de seus objetivos. Gostaríamos de agradecer o auxílio de diversos profissionais de instituições do Brasil e exterior que atuaram de forma destacada no Comitê Científico. Agradecemos também o patrocínio das seguintes instituições e empresas: FAPES (Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação do Espírito Santo), CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico), CAPES (Fundação Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior), Benemec Carbon Ind. Com. Ltda., e Vale S/A.

Temos o prazer e a honra de contar com participações de dois conferencistas internacionais e dois nacionais que farão quatro excelentes Palestras Plenárias. As palestras de pesquisadores internacionais envolverão líderes em seus campos de atuação: Prof. Malcolm Heggie da Universidade de Surrey, Inglaterra; e Dr. Jacek Jagiello da empresa Micromeritics, EUA. As palestras de pesquisadores nacionais serão apresentadas por líderes de dois grupos que estão apresentando resultados de excelência para o Brasil: Dr. Luiz Depine de Castro do Núcleo de Competência para o Desenvolvimento de Tecnologia de Carbono do Centro Tecnológico do Exército (Rio de Janeiro); e Prof. Ado Jorio de Vasconcelos, da Universidade Federal de Minas Gerais. Agradecemos a eles pelas presenças e temos a certeza de que este congresso abrirá novas oportunidades de pesquisa e colaboração para os grupos brasileiros que atuam nessas áreas de concentração dos pesquisadores palestrantes.

Temos a previsão de participação de aproximadamente 120 pessoas, incluindo pesquisadores, professores, alunos e profissionais de empresas atuantes na área de materiais carbonosos e temas correlacionados. Temos a convicção de que este **6º Congresso Brasileiro de Carbono** irá contribuir para um maior desenvolvimento científico e tecnológico do nosso país em uma área de elevado interesse estratégico.

Que todos aproveitem o congresso e tenham uma boa estada em Vitória!

Vitória, 24 de novembro de 2015.

Comissão Organizadora do 6º Congresso Brasileiro de Carbono - Carbono 2015

COMISSÃO ORGANIZADORA

Francisco Guilherme Emmerich (UFES), Presidente

Alfredo Gonçalves Cunha (UFES), Vice-Presidente

Miguel Angelo Schettino Junior (UFES), Gerente Técnico 1

Thierry Ramos Lopes (UFES), Gerente Técnico 2

Membros Locais

Carlos Magno Alves Girelli

Daniel Fernandes Cipriano

Enrique Ronald Yapuchura Ocaris

Gustavo dos Reis Gonçalves

Jair Carlos Checon de Freitas

Mariana Arpini Vieira

Messias Bicalho Cevolani

Rodolfo Tartaglia Souza

Victor Arantes Ribeiro

Wanderlã Luis Scopel

Wanderson de Souza e Silva

Membros da ABCarb

Alexandre Taschetto de Castro (CTEx)

Aparecido dos Reis Coutinho (UNIMEP)

Carlos Henrique Monteiro de Castro Dutra (CTEx)

Fábio Franceschi Pereira (CTEx)

Luiz Cláudio Pardini (CTA)

Luiz Depine de Castro (CTEx)

Maria Helena Gonçalves Pereira (CTEx)

COMISSÃO CIENTÍFICA

Jair Carlos Checon de Freitas (UFES), Presidente

Alcino Palermo de Aguiar (IME)
Alejandro Amaya (UDELaR, Uruguay)
Alexandre Taschetto de Castro (CTEx)
Ana Paula Baptista de Carvalho (Univ. Lisboa)
Antonio Gomes Souza Filho (UFC)
Aparecido dos Reis Coutinho (UNIMEP)
Carlos Henrique Monteiro de Castro Dutra (CTEx)
Christian Cantarelli Rodrigues (UFAL)
Davi Gasparini Fernandes Cunha (USP – São Carlos)
Eden Cavalcanti de Albuquerque Junior (ITEP-OS)
Edson Cocchieri Botelho (UNESP)
Ernesto Urquieta-Gonzalez (UFSCAR)
Evaldo José Corat (INPE)
Fábio Franceschi Pereira (CTEx)
Gilmar Patrocínio Thim (ITA)
José Maurício Rosolen (USP)
Jossano Saldanha Marcuzzo (FATEC)
Leonardo Giordano Paterno (UnB)
Liana Alvares Rodrigues (USP-Lorena)
Luiz Cláudio de Marco Meniconi (Petrobras)
Luiz Cláudio Pardini (CTA)
Luiz Depine de Castro (CTEx)
Luiz Gustavo de Oliveira Lopes Cançado (UFMG)
Luiz Orlando Ladeira (UFMG)
Manoel Orlando Alvarez Mendez (UNIMEP)
Marco Antônio Gomes Teixeira (Petrobras)
Maria Helena Gonçalves Pereira (CTEx)
Naira M. Balzaretto (UFRGS)
Nestor Tancredi (UDELaR, Uruguay)
Regina de F.M. Moreira (UFSC)
Ricardo Vieira (INPE)
Solange Binoto Fagan (UNIFRA)
Stanislav Moshkalev (UNICAMP)
Tito José Bonagamba (USP-São Carlos)
Vanya Marcia Duarte Pasa (UFMG)
Wanderlâ Luis Scopel (UFES)
Wladimir Ferraz de Souza (Petrobras)

PROGRAMAÇÃO

Programação

Hora	Terça-feira (24/11)	Quarta-feira (25/11)	Quinta-feira (26/11)	Sexta-feira (27/11)
09:00-10:00		Palestra Plenária 2 Jacek Jagiello	Palestra Plenária 3 Malcolm Heggie	Palestra Plenária 4 Ado Jorio de Vasconcelos
10:00-10:20		Coffee Break	Coffee Break	Coffee Break
10:20-12:20		Sessão oral - 1	Sessão oral - 3	Sessão oral - 5
12:20-13:40		Almoço	Almoço	Almoço
13:40-14:00		Sessão oral - 2	Sessão oral - 4	Sessão oral - 6
14:00-15:20				
15:20-16:00				
16:00-16:20	Recepção dos participantes	Coffee Break	Coffee Break	Coffee Break
16:20-18:00		Sessão de Pôsteres - 1	Sessão de Pôsteres - 2	Avaliação e Encerramento
18:00-18:30	Abertura com autoridades			
18:30-19:30	Palestra Plenária 1 Luiz Depine de Castro			
19:30-21:30	Coquetel de boas-vindas		Jantar de Confraternização	
21:30-23:00				

CONFERÊNCIAS PLENÁRIAS

Terça-feira, 24/11, 18:30 – 19:30:

Coordenador – Luiz C. Pardini (Instituto Tecnológico de Aeronáutica).

C1 – Carbono – O futuro já presente.

Luiz Depine de Castro (Centro Tecnológico do Exército)

É consultor do Núcleo de Competência para o Desenvolvimento de Tecnologia de Carbono do Centro Tecnológico do Exército que iniciou em 2003 o desenvolvimento da tecnologia de produção de fibras de carbono e outros materiais de carbono a partir das frações pesadas de petróleo com o apoio financeiro da Petrobras. Excelentes resultados têm sido alcançados nesses desenvolvimentos deixando várias tecnologias em condições de serem transferidas para a indústria privada e alcançarem o mercado. O título da Palestra Plenária do Dr. Depine será "Carbono-O futuro já presente" mostrando aonde o desenvolvimento atual das tecnologias dos materiais de carbono, no Brasil e no Mundo, permite projetar as aplicações desses materiais.

Quarta-feira, 25/11, 09:00 – 10:00:

Coordenador – Aparecido dos Reis Coutinho (Universidade Metodista de Piracicaba).

C2 – Development of methods for characterization of nanoporous carbons from adsorption data.

Jacek Jagiello (Micromeritics)

É autor e coautor de mais de 95 publicações científicas, incluindo dois capítulos de livros, quatro patentes norte-americanas, e mais de 40 palestras convidadas apresentadas em conferências internacionais. Recebeu mais de 3000 citações e é um dos cientistas mundiais com maior conhecimento no fenômeno da adsorção de gases em materiais carbonosos. Atualmente o Dr. Jagiello trabalha na Micromeritics no desenvolvimento de métodos de interpretação e modelagem de medidas de adsorção. Seus interesses de pesquisa estão focados em propriedades de adsorção de materiais não porosos e porosos - com especial interesse no avanço da compreensão e caracterização dos carvões ativados. Colaborando com vários grupos científicos internacionais, Dr. Jagiello contribuiu para a pesquisa na área de adsorção de diversos gases em materiais porosos. Na conferência o Dr. Jagiello fará uma revisão dos modernos métodos de caracterização de materiais carbonos nanoporosos, incluindo a técnica baseada em DFT (teoria do funcional da densidade).

CONFERÊNCIAS PLENÁRIAS

Quinta-feira, 26/11, 09:00 – 10:00:

Coordenador – Luiz Depine de Castro (Centro Tecnológico do Exército).

C3 – Graphite – a remarkable and complex material analysed ab initio.

Malcolm Heggie (University of Surrey)

É Professor Titular de Química Física e Computacional da Universidade de Surrey na Inglaterra. Conforme demonstra seu currículo (http://www.surrey.ac.uk/chemistry/people/prof_malcolm_heggie/), ele apresenta uma importante publicação de artigos, livros e capítulo de livros em materiais de carbono, sendo um dos pesquisadores de maior conhecimento na estrutura do grafite (e defeitos) e materiais relacionados. Estudou os danos da radiação em grafite, chegando à conclusão que o modelo histórico de deslocamento atômico não é única maneira que o cristal responde, mas sim que as camadas de grafite (grafenos) devem se prender e também dobrar. Seu modelo invoca um papel fundamental para o deslizamento basal no grafite. No congresso o Prof. Heggie abordará estas e outras questões ligadas à estrutura do grafite, grafeno e materiais relacionados. Ele discutirá o moderno método de cálculo ab initio, que nos oferece a possibilidade de dar uma olhada mais de perto nas energias de formação e dinâmica de movimento dos defeitos no material. Podemos ainda informar que o Prof. Heggie tem excelente habilidade didática (e ninguém da área de carbono deveria perder a sua apresentação - pelo conteúdo e pela didática).

Sexta-feira, 27/11, 09:00 – 10:00:

Coordenador – Stanislav A. Moshkalev (Universidade Estadual de Campinas).

C4 – Espalhamento da luz e nanoestruturas de carbono.

Ado Jorio (Universidade Federal de Minas Gerais)

É Professor Titular no Departamento de Física da Universidade Federal de Minas Gerais e Bolsista de Produtividade em Pesquisa do CNPq - Nível 1A, sendo um dos pesquisadores nacionais com maior número de citações (16500 no Web of Science) e fator H = 64. É atualmente Coordenador da Rede Brasileira de Pesquisa e Instrumentação em Nanoespectroscopia Óptica, e membro do Comitê Gestor do Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Medicina Molecular, do Comitê Científico e Tecnológico da Fundep Participações S.A. (Fundepar), do Conselho Diretor do Centro de Microscopia da UFMG, e do Conselho Técnico-Científico do Parque Tecnológico de Belo Horizonte (BH-TEC). No congresso o Prof. Ado fará uma exposição do excelente trabalho que vem sendo executado na UFMG envolvendo a pesquisa e o desenvolvimento de materiais de carbono. A palestra plenária do Prof. Ado junta carbono com 2015 - o Ano Internacional da Luz e das Tecnologias baseadas em Luz.

APRESENTAÇÕES ORAIS

Quarta-feira, 25/11, 10:20 – 12:20:

Sessão 1 – Carvões ativados: preparação e caracterização.

Coordenadora – Liana A. Rodrigues (Escola de Engenharia de Lorena).

10:20 – 10:40

O5 – *Preparação e caracterização morfológica de carvão ativado a partir de resíduos agroindustriais.*

Jackieline S. V. Lima (Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia).

10:40 – 11:00

O6 – *Use of jam lignocellulosic waste as activated carbon precursor.*

Alejandro Amaya (Universidad de la República).

11:00 – 11:20

O7 – *Preparação e caracterização de um carvão ativado polimérico esférico a partir de resina de troca iônica exaurida.*

Valmir J. da Silva (Universidade Estadual de Goiás / Universidade Federal de Goiás).

11:20 – 11:40

O8 – *Produção e caracterização de carvão ativado a partir de resíduos de caroço de pêssego.*

Liliane S. Lima (Universidade Estadual do Centro-Oeste).

11:40 – 12:00

O9 – *Síntese e caracterização de nanocompósitos contendo compostos de ferro dispersos em carvões ativados.*

Gustavo R. Gonçalves (Universidade Federal do Espírito Santo).

12:00 – 12:20

O10 – *Estudo da ativação química com H_3PO_4 do carvão de endocarpo de babaçu através de espectroscopia de RMN no estado sólido.*

Thierry R. Lopes (Universidade Federal do Espírito Santo).

APRESENTAÇÕES ORAIS

Quarta-feira, 25/11, 14:00 – 16:00:

Sessão 2 – Adsorção, meio ambiente, aplicações biológicas e médicas.

Coordenador – Alejandro Amaya (Universidad de la República, Uruguai).

14:00 – 14:20

O11 – *Preparation of activated carbon from orange peel and its application for phenol removal.*

Liana A. Rodrigues (Escola de Engenharia de Lorena).

14:20 – 14:40

O12 – *Estudo da adsorção de compostos nitrogenados presentes no diesel em carvões ativados proveniente da pirólise da casca de arroz.*

Gabriela P. S. Maciel (Universidade Federal do Rio Grande do Sul).

14:40 – 15:00

O13 – *Propriedades fotocatalíticas do compósito C/ZnO@Cr.*

Gisele S. Silveira (Universidade Estadual Paulista).

15:00 – 15:20

O14 – *Avaliação comparativa entre as respostas à inalação de fuligem da cana-de-açúcar e nanotubos de carbono de parede múltipla.*

Elaine C. de Oliveira (Faculdade de Tecnologia de Sorocaba / Universidade Estadual de Campinas).

15:20 – 15:40

O15 – *Aspectos biomecânicos e morfológicos da utilização de carvões ativados no processo de reparo ósseo em tibia de ratos.*

Gisele Amaral-Labat (Universidade de São Paulo).

15:40 – 16:00

O16 – *Sais imidazólicos na preparação de nanocompósitos de grafeno com propriedades antifúngicas.*

Liliana A. Soares (Universidade Federal do Rio Grande do Sul).

APRESENTAÇÕES ORAIS

Quinta-feira, 26/11, 10:20 – 12:20:

Sessão 3 – Nanocarbonos: grafeno, nanotubos, pontos de carbono

Coordenador – Jossano S. Marcuzzo (Faculdade de Tecnologia de São Paulo).

10:20 – 10:40

O17 – *Pontos quânticos de carbono produzidos em matriz de sílica.*

Naira M. Balzaretti (Universidade Federal do Rio Grande do Sul).

10:40 – 11:00

O18 – *Preparação e caracterização de pontos de carbono por meio da carbonização hidrotérmica assistida por microondas de nanocristais de celulose.*

Débora R. S. Souza (Universidade Federal de Minas Gerais).

11:00 – 11:20

O19 – *Graphene nanobelts films for highly sensitive, semi-transparent and flexible strain and pressure resistive sensors.*

Stanislav A. Moshkalev (Universidade Estadual de Campinas).

11:20 – 11:40

O20 – *Nanopores in nanoroads of graphene embedded in h-BN for DNA sequencing.*

Fabio A. L. Souza (Universidade Federal do Espírito Santo).

11:40 – 12:00

O21 – *Processo de funcionalização química de nanotubos de carbono com reaproveitamento de insumos ácidos.*

Erick S. Ávila (Universidade Federal de Minas Gerais).

12:00 – 12:20

O22 – *DFT study of the interaction between single vacancies in graphene.*

Wanderlã L. Scopel (Universidade Federal do Espírito Santo).

APRESENTAÇÕES ORAIS

Quinta-feira, 26/11, 14:00 – 16:00:

Sessão 4 – Nanocompósitos, óxidos de grafite e de grafeno.

Coordenadora – Naira M. Balzaretto (Universidade Federal do Rio Grande do Sul).

14:00 – 14:20

O23 – *Nanocompósitos híbridos baseados em nanotubos de carbono dopados com N na superfície do resíduo Lama Vermelha.*

Aline A. S. Oliveira (Universidade Federal de Minas Gerais).

14:20 – 14:40

O24 – *Síntese e caracterização de híbridos de sílica-óxido de grafite.*

Mariana A. Vieira (Universidade Federal do Espírito Santo).

14:40 – 15:00

O25 – *Propriedades ópticas e elétricas de filmes finos de óxido de grafeno recozidos com nitrogênio.*

Marina Sparvoli (Universidade Federal do ABC).

15:00 – 15:20

O26 – *Influência do método de preparação do nanocompósito de nanolâminas de grafeno com polietileno de ultra alto peso molecular (NG/PEUAPM) nas propriedades térmicas e mecânicas.*

Maria E. A. Lima (Universidade Federal da Paraíba).

15:20 – 15:40

O27 – *Nanocompósitos poliméricos preparados com quitosanas de diferentes massas molares: efeito de MWCNTs oxidados nas propriedades mecânicas.*

Sandra A. Alexandre (Universidade Federal de Minas Gerais).

15:40 – 16:00

O28 – *Propriedades sonocatalíticas de nanocompósitos TiO₂-carbono.*

Gilmar P. Thim (Instituto Tecnológico de Aeronáutica).

APRESENTAÇÕES ORAIS

Sexta-feira, 27/11, 10:20 – 12:20:

Sessão 5 – Precursores, fibras, compósitos.

Coordenador – Carlos H. M. de Castro Dutra (Centro Tecnológico do Exército).

10:20 – 10:40

O29 – *Investigação da condutividade térmica de materiais porosos e sua aplicação em grafites especiais.*

Priscilla Sieira (Centro Tecnológico do Exército).

10:40 – 11:00

O30 – *Caracterização microestrutural de compósitos de fibra de carbono e matriz fenólica submetidos a condições controladas de degradação térmica.*

Christian Von Dollinger (Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial).

11:00 – 11:20

O31 – *Influência da preparação de amostras na medição de resistência à tração de monofilamentos.*

Fabio Franceschi (Centro Tecnológico do Exército).

11:20 – 11:40

O32 – *Importance of lignin in the formulation of blend PAN/lignin.*

Kátia S. D. Nunes (Instituto Tecnológico de Aeronáutica).

11:40 – 12:00

O33 – *Influência da tração na formação da porosidade em fibras de carbono ativadas a partir de fibra PAN têxtil.*

Jossano S. Marcuzzo (Faculdade de Tecnologia de São Paulo / Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais).

12:00 – 12:20

O34 – *Avaliação de piches de petróleo como ligantes em materiais de carbono.*

Maria H. Pereira (Centro Tecnológico do Exército).

APRESENTAÇÕES ORAIS

Sexta-feira, 27/11, 14:00 – 15:40:

Sessão 6 – Carbonização, caracterização, aplicações industriais.

Coordenador – Gilmar P. Thim (Instituto Tecnológico de Aeronáutica).

14:00 – 14:20

O35 – *Determinação do tamanho de cristalito La do endocarpo de babaçu tratado termicamente por espectroscopia Raman.*

Enrique R. Y. Ocaris (Universidade Federal do Espírito Santo).

14:20 – 14:40

O36 – *Microusinagem de carbono vítreo a laser pulsado.*

Fábio D. Origo (Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial).

14:40 – 15:00

O37 – *Novos carbonos obtidos a partir da carbonização hidrotérmica de farelo de babaçu.*

Rubens S. Costa (Universidade Federal do Piauí).

15:00 – 15:20

O38 – *Effect of temperature and time in the carbonization of different parts of babassu (Orbignya sp) coconut*

Anupama Ghosh (Universidade Federal do Piauí).

APRESENTAÇÕES DE PÔSTERES

Quarta-feira, 25/11, 16:20 – 18:00:

Materiais porosos e adsorção.

P39 – *Estudo de adsorção de compostos sulfurados em carbonos ativados impregnados com metais para a dessulfuração de gasolina comercial.*

Josy E. T. Ramos (Universidade Federal do Ceará / Universidade Federal Rural do Semiárido).

P40 – *Adsorção de H_2S em carvão ativado de casca de babaçu com 5% de cobre.*

Joziane G. Meneguim (Universidade Estadual de Maringá).

P41 – *Síntese e caracterização de zeólitas utilizando fontes de silício comercial e natural.*

Jackieline S. V. Lima (Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia).

P42 – *Preparação e caracterização de carvão ativado a partir do resíduo da castanha do Brasil para adsorção de azul de metileno.*

Rosangela V. L. Duarte (Universidade Federal do Amazonas).

P43 – *Adsorção das frações hidrossolúveis da gasolina automotiva em carvão ativado.*

Carla F. S. Rombaldo (Universidade Metodista de Piracicaba).

P44 – *Uso de carvão ativado para adsorção de hormônios presentes em efluentes líquidos industriais e domésticos.*

Edgard R. Tardelli (Universidade Metodista de Piracicaba).

P45 – *Adsorption of SO_2 and NO in activated viscose rayon fibers.*

Ana C. O. Plens (Universidade Metodista de Piracicaba).

P46 – *Adsorption of methylene blue by activated carbon fiber.*

Ana C. O. Plens (Universidade Metodista de Piracicaba).

P47 – *Aplicação do composto metalorgânico UIO-66 no processo de separação e captura de gases.*

Murilo P. Moisés (Universidade Tecnológica Federal do Paraná).

APRESENTAÇÕES DE PÔSTERES

P48 – *Different pre- and post-treatment to improve the pyrolysis of babassu (orbignya sp): adsorption of metal atoms, dye and biomolecules.*

Ariane M. S. Santos (Universidade Federal do Piauí).

P49 – *Regeneration of acetaminophen exhausted activated carbons with different morphologies.*

Jossano S. Marcuzzo (Faculdade de Tecnologia de São Paulo / Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais).

P50 – *Chromium removal by carbon cryogel.*

Liana A. Rodrigues (Escola de Engenharia de Lorena).

P51 – *Cinética e termodinâmica da adsorção de fenol em carvão ativado obtido a partir do caroço de açaí.*

Liana A. Rodrigues (Escola de Engenharia de Lorena).

P52 – *Avaliação da cinética de adsorção de fármacos em carvão ativado.*

Manoel O. A. Méndez (Universidade Metodista de Piracicaba).

P53 – *Análises química imediata e morfológica de lignina Kraft visando a produção de carvão ativado.*

Tayra R. Brazil (Universidade Federal de São Paulo).

Meio ambiente e energia.

P54 – *Síntese de polímeros conjugados luminescentes.*

Marcus H. de Araújo (Universidade Federal de Minas Gerais).

P55 – *Enriquecimento de gás natural veicular via plasma de dióxido de carbono.*

Messias B. Cevolani (Universidade Federal do Espírito Santo).

P56 – *Determinação de 2,6-DTBF utilizando eletrodos impressos de carbono ultraflexíveis e análise por injeção em batelada associada à amperometria.*

Eduardo S. Almeida (Universidade Federal de Uberlândia).

APRESENTAÇÕES DE PÔSTERES

P57 – *Utilização de RMN de ^{13}C no estado sólido no estudo de amostras de bagaço de cana tratadas quimicamente.*

Daniel F. Cipriano (Universidade Federal do Espírito Santo).

P58 – *Produção de carvão ativado a partir do bagaço da cana de açúcar para aplicação na remoção de herbicidas presentes em águas naturais contaminadas.*

Gilberto M. de Brito (Universidade Federal do Espírito Santo).

P59 – *Avaliação da cadeia produtiva de carvão.*

Marco A. G. de Figueiredo (Universidade do Estado do Rio de Janeiro).

P60 – *Construção de um forno com combustão em meios porosos para obtenção de vidros condutores utilizados em células fotovoltaicas.*

Edwalder S. Teixeira (Universidade Federal do Ceará).

P61 – *Estudo de remoção de cor de efluente têxtil por adsorção em nanotubos de carbono de paredes múltiplas.*

Letieri F. Pessoa (Universidade Federal de Minas Gerais).

P62 – *Recuperação de carvão ativado em pó e terras raras usados em processos de clarificação de açúcares.*

Liliane S. Lima (Universidade Estadual do Centro-Oeste).

P63 – *Fotodegradação de azul de metileno com compósitos de óxido de ferro sob irradiação UV.*

Rosane S. Bindá (Universidade Federal do Amazonas).

P64 – *Preparação de compósito a base de Fe suportado em carvão ativado de resíduo do açaí (*Euterpe oleracea*) para remoção de contaminantes orgânicos em meio aquoso.*

Vera L. I. Bentes (Universidade Federal do Amazonas).

APRESENTAÇÕES DE PÔSTERES

Aplicações biológicas e médicas.

P65 – *Efeito sobre o desenvolvimento tumoral através da internalização de nanopartículas de carbono.*

Aléxia de O. Roque (Faculdade de Tecnologia de Sorocaba /Universidade Estadual de Campinas).

P66 – *Avaliação da resposta imune intratumoral em camundongo portador de carcinoma pulmonar de Lewis após administração sistêmica de nanotubos de carbono.*

Ingrid A. Rosa (Universidade Estadual de Campinas).

P67 – *A indução de tolerância oral com nanotubos de carbono aumenta a população de células T regulatórias e a supressão da resposta imune sistêmica.*

Elaine C. de Oliveira (Faculdade de Tecnologia de Sorocaba /Universidade Estadual de Campinas).

P68 – *Scaffolds grafíticos condutivos baseados em fibras de carbono para aplicações biomédicas.*

Eduardo J. de Arruda (Universidade Federal da Grande Dourados).

P69 – *Utilização de carvão ativado associado à laserterapia em modelo animal de lesão óssea.*

Rodrigo Labat-Marcos (Universidade Nove de Julho).

P70 – *Efeito da administração de nanotubos de carbono na resposta imune de camundongos portadores de carcinoma de pulmão.*

Rosemeire F. O. Paula (Universidade Estadual de Campinas).

P71 – *Controle da síntese de peptídeos por voltametria de pulso diferencial utilizando eletrodo de diamante dopado com boro.*

Wallans T. P. dos Santos (Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri).

P72 – *Estudo de diferentes materiais de carbono em eletrodos impressos para determinação de fármacos de baixo índice terapêutico.*

Wallans T. P. dos Santos (Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri).

APRESENTAÇÕES DE PÔSTERES

Quinta-feira, 26/11, 16:20 – 18:00:

Nanotubos de carbono.

P73 – *Explorando as condições de reação entre SWCNT e NO₂+*.

Arthur B. Porto (Universidade Federal de Juiz de Fora).

P74 – *Nanocompósitos preparados com PEAD e CNTs funcionalizados com octadecilamina.*

Beatriz R. C. de Menezes (Instituto Tecnológico de Aeronáutica).

P75 – *Supercapacitor baseado em nanocompósito de polímero conjugado/nanotubos de carbono.*

Giulia L. R. Souza (Universidade Federal de Minas Gerais).

P76 – *Síntese de nanomateriais de carbono por CVD sobre cimentos aluminosos utilizando como catalisador resíduo siderúrgico.*

Fabíola A. S. Ribeiro (Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear).

P77 – *Dispersão de MWCNTs em diferentes solventes para aplicações industriais.*

Thalles A. L. Cunha (Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear).

P78 – *Funcionalização de nanotubos de carbono com polímero conjugado para aplicação em células fotovoltaicas orgânicas.*

Luiza de L. Ferreira (Universidade Federal de Minas Gerais).

P79 – *Processo de quebra de nanotubos de carbono utilizando moinho de bolas e caracterização.*

Raquel K. F. G. de Oliveira (Universidade Federal de Minas Gerais).

P80 – *Nanotecnologia na construção civil: aplicação de nanotubos de carbono em cimento Portland CP-VARI.*

Paloma A. Soares (Centro Universitário de Belo Horizonte).

P81 – *Estudo eletroquímico da eletrodeposição de HAp em nanofibras condutoras.*

Francilio de C. Oliveira (Centro Universitário UNINOVAFAPI).

P82 – *Dispersion of CNTs on solvents: epoxy functionalization influence.*

Gilmar P. Thim (Instituto Tecnológico de Aeronáutica).

APRESENTAÇÕES DE PÔSTERES

P83 – *Influence of dodecylamine functionalization of CNT on mechanical properties of CNT/PEHD nanocomposites.*

Gilmar P. Thim (Instituto Tecnológico de Aeronáutica).

Óxido de grafeno, grafeno, pontos de carbono e materiais relacionados.

P84 – *Influência das condições experimentais para a obtenção de óxido de grafeno reduzido.*

Maria Edvânia A. Lima (Universidade Federal da Paraíba).

P85 – *Estudo de propriedades elétricas em função do número de camadas de filmes finos de óxido de grafeno.*

Gabriel Munaro (Universidade Federal do ABC).

P86 – *Estudo de propriedades elétricas em função do número de camadas de filmes finos de óxido de grafeno aditivado com prata.*

Arthur Cesarino (Universidade Federal do ABC).

P87 – *Deposição de filmes finos de óxido de grafeno aditivado com prata por dip coating para fabricação de sensores.*

Felipe Banin (Universidade Federal do ABC).

P88 – *Síntese e caracterização de óxidos de grafite utilizando como precursores grafites de diferentes cristalinidades.*

Carolina M. R. Frasson (Universidade Federal do Espírito Santo).

P89 – *Síntese e utilização de óxido de grafeno na intercalação de bentonita sódica para a produção de compósitos.*

Murilo P. Moisés (Universidade Tecnológica Federal do Paraná).

P90 – *Estudo comparativo na obtenção de grafeno por esfoliação química em fase líquida usando ultrassom e agitação mecânica.*

Cristiano C. Caliman (Universidade Federal do Espírito Santo).

P91 – *Aplicação de nanolâminas de grafeno como agente passivante em metais.*

Vagner M. Gomes (Centro Universitário das Faculdades Associadas de Ensino).

APRESENTAÇÕES DE PÔSTERES

P92 – *Preparação e caracterização de pontos de carbono a partir de celulose.*

Larissa D. Caminhas (Universidade Federal de Minas Gerais).

P93 – *Reversible control of the magnetic properties of doped graphene bilayer/Cu(111).*

Everson S. Souza (Universidade Federal do Espírito Santo).

Precursores, fibras de carbono e compósitos.

P94 – *Síntese e caracterização estrutural de um compósito híbrido de ZnO@Cr com carbono amorfo.*

Gisele S. Silveira (Universidade Estadual Paulista).

P95 – *Uma opção à medição da resistividade elétrica em fibras de carbono.*

Caroline Jovine (Centro Tecnológico do Exército).

P96 – *Efeito da concentração de fibras de carbono em matriz epóxi sobre a condutividade elétrica e o coeficiente de expansão térmica dos compósitos.*

Caroline Jovine (Centro Tecnológico do Exército).

P97 – *Caracterização da microestrutura e análise de poros de diferentes coques precursores de grafites especiais.*

Priscilla Sieira (Centro Tecnológico do Exército).

Propriedades físicas e químicas, caracterização e modelagem de materiais de carbono.

P98 – *Estudo sobre a influência da radiação gama em grafite.*

Daniele S. C. Gomes (Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear).

P99 – *Tribological behavior of graphite analyzed from the influence of the optical domain.*

Luiz C. Pardini (Instituto Tecnológico de Aeronáutica / Instituto de Aeronáutica e Espaço).

APRESENTAÇÕES DE PÔSTERES

P100 – *Dielectric properties of carbon fiber/epoxy composites by impedance spectroscopy.*

Luiz C. Pardini (Instituto Tecnológico de Aeronáutica / Instituto de Aeronáutica e Espaço).

P101 – *Influência da rugosidade da superfície de grafite de grão fino na espectroscopia Raman.*

Jossano Marcuzzo Saldanha (Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais).

P102 – *Caracterização dos grupos funcionais ácidos de carbon dots por meio de regressão não linear de dados das curvas de titulação potenciométrica.*

João P. de Mesquita (Universidade Federal dos Vales Jequitinhonha e Mucuri).

P103 – *Efeito da temperatura de pirólise nas características estruturais e superficiais de carbonos preparados a partir de colágeno hidrolisado.*

Arthur H. de Castro (Universidade Federal dos Vales Jequitinhonha e Mucuri).

P104 – *Estudo da incorporação de boro em filmes de diamante crescidos com diferentes concentrações de CH_4 /Ar.*

Rosana A. Gonçalves (Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais).

Carbonização e outros processos de conversão.

P105 – *Avaliação estrutural de lignina Kraft carbonizada em diferentes taxas de aquecimento.*

Tayra R. Brazil (Universidade Federal de São Paulo).

P106 – *Porosidade do carbono vítreo obtido com diferentes catalisadores ácidos.*

Fábio D. Origo (Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial).

RESUMOS

Carbono – O futuro já presente

A situação brasileira

Luiz Depine de Castro

Associação Brasileira de Carbono (presidente), Centro Tecnológico do Exército (consultor), Rio de Janeiro, Brasil

A pesquisa de materiais de carbono no Centro Tecnológico do Exército (CTEx) se iniciou nos idos dos anos 80, mas isso é parte da história da pesquisa de carbono no Brasil e já foi bastante relatado.

Recentemente, mais precisamente em 2003, o CTEx iniciou parceria com a Petrobras visando o desenvolvimento de materiais de carbono a partir de subprodutos das refinarias. Foi uma visão de futuro, exatamente o que se deseja e espera de todas as pesquisas tecnológicas. Pouco depois vários outros países identificaram os subprodutos de petróleo como matéria prima para substituir o piche de alcatrão, devido aos efeitos cancerígenos atribuídos ao mesmo. Foi seguindo essa linha de pesquisa que o CTEx desenvolveu a produção de piches, particularmente piches ligantes, exclusivamente de petróleo. Produto único no mundo, chegou no momento exato em que a Europa atravessa uma crise no fornecimento desse material devido às restrições impostas pela European Chemicals Agency (ECHA) na utilização, comercialização e transporte de piche ligante de alcatrão. O Brasil, em 2012, importou 80% do piche ligante de alcatrão, que foi consumido pela indústria de alumínio, da China, da Ucrânia e da Polônia.

De posse dessa nova matéria prima, o piche ligante de petróleo, o CTEx que já havia desenvolvido no passado a tecnologia de fabricação de grafites, deu mais um passo adiante e conseguiu produzir carbono amorfo e grafite sintético exclusivamente de derivados de petróleo. Para o Brasil que não produz uma única grama de grafite e que precisa do mesmo até para a produção de aço, foi um duplo passo tecnológico à frente.

De posse da tecnologia da fabricação de piches a partir dos subprodutos de petróleo, a equipe de pesquisa deu um enorme salto adiante quando conseguiu, pela primeira vez no mundo, produzir fibras de carbono contínuas de piche de petróleo mesofásico, a nível pré-industrial, com excelentes propriedades mecânicas. É a primeira possibilidade concreta de se produzir fibras de carbono estruturais a baixíssimo custo, no mundo. As fibras de carbono saíram da ficção científica e das aplicações nobres, principalmente na área aeroespacial, para ocupar um lugar definitivo e de destaque nos materiais de uso diário. Está prevista a duplicação de seu consumo, nos próximos anos, principalmente agora que a indústria automotiva começou a utilizá-la de forma intensiva na produção dos carros de linha.

As pesquisas não ficaram concentradas somente nos materiais tradicionais de carbono, elas se expandiram e utilizaram um subproduto da produção de piches para produzir materiais de carbono do século XXI, tais como as nanoesferas de carbono, que já demonstraram sua enorme possibilidade na redução de atrito, em óleos e graxas.

Muitas outras tecnologias irão se juntar a essas já mencionadas. Em curto espaço de tempo espera-se produzir espuma de carbono/grafítica a partir de piche de petróleo permitindo a produção de uma série de materiais avançados na área da proteção térmica em da estocagem de energia.

Mesmo no Brasil, investimentos corretos produzem bons resultados.

Agradecimentos: Ao CTEx, à Petrobras, e a toda equipe do Núcleo de Competência para o Desenvolvimento de Tecnologias de Carbono (NCDTC) do CTEx.

Development of methods for characterization of nanoporous carbons from adsorption data

Jacek Jagiello

Micromeritics Instrument Corporation, Norcross, GA, USA

Knowledge of the pore structure of carbon materials including micropores is crucial for applications such as double layer supercapacitors, gas separation, and other applications requiring high specific surface area materials. High surface area is always associated with fine micropores. The pore size distribution (PSD) of microporous carbons is usually evaluated from nitrogen adsorption isotherms measured at 77 K. However, due to the very slow gas diffusion into fine pores at cryogenic temperatures and low pressures, the adsorption measurements may be extremely time consuming and sometimes inaccurate. The N₂ molecule has the quadrupole moment that can interact with polar surface sites, which may distort the PSD results. In this work, we consider using alternative adsorbates such as Ar and CO₂ for the carbon PSD characterization [1]. We discuss consistency (agreement) between PSD results obtained from different adsorbates measured at different temperatures for a number of selected carbon samples. In the analysis we apply recently developed 2D-NLDFT-HS models that incorporate the carbon surface heterogeneity and corrugation [2].

As an example Figure 1 shows the results of the PSD analysis of A20 activated carbon fiber obtained from N₂, Ar and CO₂ data fitted simultaneously by their corresponding models. The appropriate models fit perfectly to all four isotherms (Fig. 1a), which means that the calculated PSD for this sample (Fig. 1b) is consistent with all four experimental isotherms including Ar and N₂.

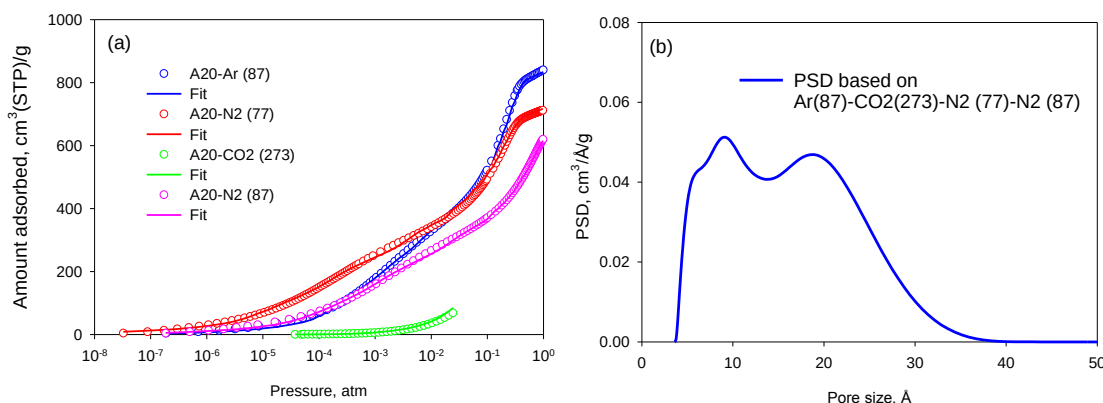


Fig. 1. (a) Simultaneous fit of four isotherms measured on ACF A20 by corresponding 2D-NLDFT-HS models. (b) Common PSD of A20 sample obtained from N₂, Ar and CO₂ data.

The presented method based on the 2D-NLDFT modeling allows using adsorption data of different adsorbates measured at different temperatures. Benefits of this approach are: (1) increased confidence that the calculated PSDs are accurate (2) ability to detect inconsistencies in the adsorption data. In general, the PSD characteristics based on Ar adsorption are more reliable than those based on N₂. This is because Ar is less sensitive to the specific interactions with surface chemical groups and usually equilibrates faster.

References:

- [1] Jagiello J, Ania CO, Parra, C Cook. Carbon 91, 330-337, 2015.
- [2] Jagiello J, Olivier JP. Adsorption 19, 777-783, 2013.

Graphite - a remarkable and complex material analysed *ab initio*

Malcolm Heggie

University of Surrey, Guildford, United Kingdom

From any point of view, the material we call graphite is complex, and one might say as complex as the human character. In the human character, it is not perfection that holds our interest it is rather the defects that make a person interesting. So it is with graphite. This is lucky for us, because it is rather difficult to obtain a perfect single crystal of graphite.

We are also fortunate in the study of defects because it is so easy to make them by bombarding with particles – electrons and neutrons. These knock out atoms creating vacant sites and interstitial atoms (Frenkel pairs). Some pairs are close enough to recombine and annihilate, others are not – they can exist within the crystal holding it in a higher energy state (‘Wigner energy or stored energy’). With thermal excitation they go on to aggregate in interesting ways, some of which change the shape of graphite crystallites (‘dimensional change’). These are two of the phenomena that present challenges to the engineering of nuclear reactors that are graphite moderated, although the stored energy problem disappears in all modern reactors because they operate above 300 °C.

It is the nuclear application of graphite that has driven research into its defects for the last seventy years. Our contribution is to apply reliable computational methods to analyse the interstitial, the vacancy and other defects. We have a very privileged view of the structures and energetics of these defects that has not been possible to deduce experimentally. We conclude that these defects have been much misunderstood, and the scientific literature has many of their important characteristics very wrong. Imagine the effect this mistaken identity would have on a person, who had been told all their lives they were fat but discover after psychoanalysis that they were slim! Or after the treatment an immobile invalid found they could walk! Thus, in this lecture we examine the properties of each defect, apply our technique (Density Functional Theory) and reveal the enormous changes this causes. In this approach, it is more like Density Functional Therapy.

Anyway, while the point defects find themselves [1], and discover how they can exploit kinetics to cheat the thermodynamics [2], so line defects which had been ignored for decades, come out of the closet and show they have been quietly very powerful in transforming graphite under irradiation [3].

Trying to analyse the graphite landscape with DFT calculation is a non-trivial task, and this is only the start of a longer journey. Being able to extrapolate from the nanometer scale of DFT to the macroscopic scale of a nuclear reactor component is the equivalent of studying the earth beneath your foot and trying to say something meaningful about the journey from Vitoria to Sao Paulo.

References:

- [1] RH Telling, A El-Barbary, CP Ewels, MI Heggie, Nat. Mat., Vol. 2, pp. 333-337, 2003.
- [2] T Trevethan, CD Latham, MI Heggie, et al., Nanoscale, Vol. 6, pp. 2978-2986, 2014.
- [3] MI Heggie, I Suarez-Martinez, et al., J. Nucl. Mat., Vol. 413, pp. 150-155, 2011.

Espalhamento da luz e nanoestruturas de carbono

Ado Jorio

UFMG, Belo Horizonte, Brasil

Grafenos e nanotubos de carbono têm sido utilizados como protótipos para o desenvolvimento da nanociência e da nanotecnologia, devido às suas propriedades mecânicas e eletrônicas únicas. Nesta palestra, alguns aspectos relacionados com o uso dessas nanoestruturas para desenvolver o espalhamento inelástico de luz como uma técnica para uso em nanociência e nanotecnologia serão discutidos [1]. Um dos aspectos tratados é o uso de multi-técnicas para o desenvolvimento da nanometrologia. Nanotubos e grafenos podem ser nanomanipulados utilizando uma sonda, medidos posteriormente ou *in situ* utilizando técnicas de microscopia por varredura de sonda e espectroscopia Raman [2]. Outro aspecto será o desenvolvimento de instrumentação científica (veja figura abaixo) para desenvolver medidas de espectroscopia com resolução manométrica, abaixo do limite de difração da luz [3,4]. Esta técnica, conhecida com espectroscopia de campo próximo, além de permitir maior resolução em experimentos de espectroscopia, elucida fenômenos locais, possibilitando o entendimento de resultados observados em macro-escala. Os conhecimentos adquiridos foram utilizados no desenvolvimento de outras áreas, como no estudo de nanoestruturas de carbono em ciências do solo e aplicações em biotecnologia.

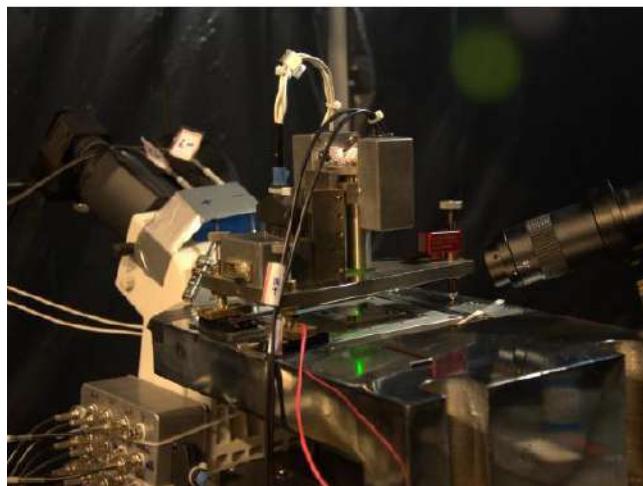


Fig.1 – Foto do sistema TERS (*tip enhanced Raman spectroscopy*), que acopla medidas de espectroscopia óptica e microscopia por varredura de sonda.

Agradecimentos: Este trabalho tem a colaboração da Rede Brasileira de Pesquisa e Instrumentação em Nano-Espectroscopia Óptica, do INCT de Medicina Molecular, do Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (Inmetro), e foi financiado pelo MCTI, CNPq e FINEP.

Referências:

- [1] A. Jorio, ISRN Nanotechnology 2012, 1-16 (2012)
- [2] L. C. A. M. Mussnich et al. Nano Letters 15, 5899-5904 (2015)
- [3] R. Beams et al. Physical Review Letters 113, 186101 (2014)
- [4] A. Jorio et al. Nano Letters 14, 5687-5692 (2014)
- [5] J. Ribeiro-Soares et al. Journal of Raman Spectroscopy 44, 283-289 (2013)
- [6] M. C. Pagano et al. Soil & Tillage Research 155, 298-307 (2016)

Preparação e caracterização morfológica de carvão ativado a partir de resíduos agroindustriais

Jackieline S. V. Lima¹, Rosângela V. de L. Duarte², Vera L. I. Bentes, Paulo R. da C. Couceiro

¹ Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia (INPA), Manaus-AM, Brasil

² Universidade Federal do Amazonas (UFAM), Manaus-AM, Brasil

O carvão ativado (CA) é um material carbonáceo e poroso preparado pela carbonização, principalmente de origem vegetal, e ativação física ou química [1]. A ativação química consiste de uso de ativantes como sais (ZnCl_2 e FeCl_3), ácidos (HCl , H_2SO_4 e H_3PO_4) e bases (KOH e NaOH). Convencionalmente, o CA é produzido de madeira, turfa (carvão fóssil) e carvão de pedra (brasa) [2]. Entretanto, uma variedade de resíduos agrícolas vem sendo empregada como precursores de CA por serem de fonte renovável e de baixo custo, apresentando características e propriedades melhores que as de CA's comerciais. Neste trabalho, a borra de café, torta das sementes do inajá (*Maximilliana maripa*) e caroços de açaí (*Euterpe oleracea*) pós-beneficiados foram empregados como matérias-primas na preparação de CA's, com os agentes ativantes ZnCl_2 e FeCl_3 . As imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) das amostras foram obtidas para fins de observação e estudo da morfologia comparativa dos materiais precursores e CA's obtidos a diferentes temperaturas de preparação. A Figura 1 apresenta as imagens referentes ao material precursor de borra de café, BC (a); CA com ZnCl_2 preparado a 400 °C, BC- ZnCl_2 -400 (b); CA com ZnCl_2 preparado a 500 °C, BC- ZnCl_2 -500 (c) e CA com FeCl_3 preparado a 500 °C, BC- FeCl_3 -500 (d). As imagens mostram que os produtos obtidos são porosos com uma estrutura similar a um aglomerado de cavidades superficiais indicando que o processo de ativação modificou a estrutura natural do material de partida. Para as amostras (b) e (c) percebeu-se a formação de poros com paredes mais finas enquanto que para a amostra (d) observou-se a formação de poros com paredes mais espessas. A amostra (d) sugere a presença de ferro residual disperso na superfície indicando uma aparente interação do ativante de ferro com a superfície do carvão devido à presença de grupos oxigenados. Os demais CA's de inajá e açaí também apresentaram estruturas semelhantes como observada para os CA's de borra de café. Análises complementares (BET, CHN, DRX e IV) deverão ser realizadas posteriormente, para complementar a caracterização destes materiais, bem como ensaios de adsorção com moléculas orgânicas para avaliação do potencial destes materiais.

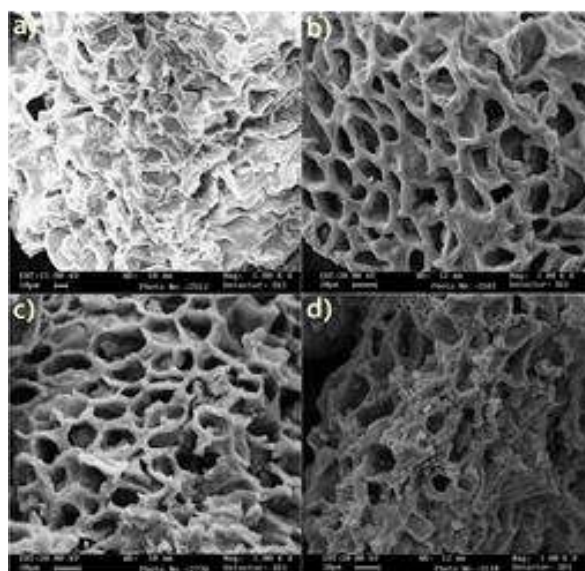


Figura 1. Microscopia eletrônica de varredura da borra de café, material puro (a), produtos obtidos: (b) CA com ZnCl_2 a 400 °C; (c) CA com ZnCl_2 a 500 °C e (d) CA com FeCl_3 a 500 °C.

Agradecimentos: Ao Laboratório Temático de Microscopia Ótica e Eletrônica/INPA

Referências: [1] Reinoso, R. F.; Marsh, H.; *Activated Carbon*, 1st ed., Elsevier: London, 2006.

[2] Boonamnuyvitaya, V.; Chaiyan, C.; Tanthapanichakoon, W.; *J. Chem. Eng. Jpn.* 2004, 37, 1504.

Use of jam lignocelulosic waste as activated carbon precursor

Alejandro Amaya, Ana C. Pina, Angela Chiarelli, Laura García, Nestor Tancredi.

Laboratorio de Fisicoquímica de Superficies, DETEMA, Facultad de Química, Universidad de la República, Montevideo, Uruguay

Activated charcoal is one of the most employed adsorbents world wide. It has several uses such as in industrial processes, in analysis, in environmental protection and personal care (among other). It can be obtained from multiple raw materials which include coal, organic compounds and lignocellulosic materials as coconut, fruit pits, shells, wood, sawdust and other agro-industrial wastes.

In this work, activated carbon was obtained from residues of an industry engaged in the production of juices and jams of butia. The activated carbon precursor consisted of remains of pulp and butia shell (residues of juice extraction) compressed and laminated. The blades were used in two different ways: strips and granules. Activation was performed through the physical method, by heating in nitrogen atmosphere and gasification with carbon dioxide at high temperature for one hour. Activation temperatures ranged from 850 to 950 °C.

The raw material was studied by thermal analysis in nitrogen and carbon dioxide atmospheres in order to select the process temperatures. Raw, intermediate and final products were evaluated by immediate and elementary analysis. Final products were also characterized by nitrogen adsorption-desorption at 77K.

The effect of the increasing activation temperature (assessed through measurements of performance and burn off) was the expected: for the higher temperature treatments, higher carbonization and activation yields and burn off were obtained. In all cases it was found that the effect of the heat treatment was more pronounced on granular materials than on strips. Immediate and elemental analyses results showed that carbon content increases during carbonization and decreases during activation. Activated carbon obtained at 875° C was selected as the most suitable for adsorption processes. It presented a BET equivalente surfasse área of 1200 m²g⁻¹ and showed a good performance in methylene blue adsorption.

Preparação e caracterização de um carvão ativado polimérico esférico a partir de resina de troca iônica exaurida

Valmir J. da Silva^{1,2}, Mayelle D. de Almeida¹, Karine L. C. Oliveira¹, Ana Paula B. de Moraes¹, Denilson Rabelo²

¹ Universidade Estadual de Goiás – UEG, Anápolis-GO, Brasil

² Universidade Federal de Goiás – UFG, Goiânia-GO, Brasil

O presente trabalho teve por objetivo a preparação e a caracterização de um carvão ativado polimérico esférico (CAPE), obtido a partir da resina de troca iônica exaurida de estireno e divinilbenzeno sulfonada (Sty-DVB). A resina exaurida de Sty-DVB foi, inicialmente, purificada por meio do processo de percolação com ácido clorídrico, seguida de tratamento térmico a 573 K na presença de ar, por um período de 2 horas e carbonização a 1173 K, sob fluxo de gás nitrogênio, por 3 horas. Após a carbonização, o CAPE foi ativado empregando fluxo ascendente de vapor de água, saturado com gás nitrogênio, na temperatura de 1173 K por 2 horas. A taxa de aquecimento utilizada em todas as etapas foi de 10 K min⁻¹. A caracterização do CAPE foi realizada por medidas de área superficial específica, espectroscopia de FTIR/ATR, titulação de Boehm, determinação do número de iodo (NI) e MEV. O CAPE obtido, após as etapas de carbonização e ativação, apresentou um formato que consistiu de esferas regulares, idênticas ao material polimérico precursor, entretanto, com tamanho menores, que variaram de 50 a 200 nm, indicando que os tratamentos térmicos não modificaram sua forma original, que foi confirmada por microscopia ótica e MEV. O decréscimo no tamanho das pérolas do polímero, ocorreu devido a contração no volume, causada pelos sucessivos tratamentos térmicos. Na Tabela 1, encontram-se descritas as propriedades texturais do polímero precursor e do CAPE produzido. Pode-se observar que o processo de carbonização provocou uma redução no volume de mesoporos (V). Essa redução, durante os tratamentos térmicos, pode ser explicada pelo rearranjo das cadeias do polímero, no decorrer da evolução de gases. Por outro lado, essa evolução de gases, durante o processo de carbonização, produz microporos e, conseqüentemente, aumenta a área superficial específica [1], que foi confirmado pelo resultado obtido com o número de iodo (NI). As isotermas de adsorção/dessorção de nitrogênio a 77 K e a distribuição de tamanhos de poros indicaram que o CAPE apresentou características de um material meso e macroporoso [2].

Tabela 1. Propriedades texturais da resina exaurida de Sty-DVB sulfonada e do CAPE.

Amostras	S _{BET} (m ² g ⁻¹)	V (cm ³ g ⁻¹)	D (nm)	NI (mg I ₂ g ⁻¹)
Resina de Sty-DVB	242	0,90	50	-
CAPE	795	0,13	35-40	751

Os espectros de FTIR/ATR do CAPE apresentaram bandas de absorção em 1740 cm⁻¹, características de grupos ceto-enólicos e quinonas. Foram também observadas bandas de absorção entre 1217-1365 cm⁻¹, que podem ser atribuídas ao estiramento do grupo C–O, presentes em ésteres, lactonas, fenóis e anidridos carboxílicos. Os resultados obtidos indicam que o CAPE produzido apresenta características ideais, tais como o formato e a elevada área superficial específica, e pode ser amplamente utilizado em diversos ramos da indústria, nos processos de adsorção de substâncias indesejadas e suporte para catalisadores.

Agradecimentos: Os autores agradecem à UFG pelas medidas de MEV e análises de área superficial específica.

Referências:

- [1] PMS Sai, K Krishnaiah. Industrial Eng. Chemistry Research, Vol. 44, pp. 51-60, 2005.
- [2] VG Teixeira, FMB Coutinho, AS Gomes. Química Nova, Vol. 24, pp. 808-818, 2001.

Produção e caracterização de carvão ativado a partir de resíduos de caroço de pêssgo

Graziela S. P. Silva, Liliane S. Lima, Sueli P. Quináia, Ana Paula S. Pruchniak

Universidade Estadual do Centro-Oeste, Guarapuava-PR, Brasil

A técnica de adsorção é uma das mais usadas na purificação de soluções líquidas e gasosas. Os carvões ativados são os principais adsorventes na remoção de gosto, odor e cor em processos da indústria química, alimentícia, farmacêutica e em sistemas de tratamento de água potável.[1] São produzidos, principalmente, a partir de cascas de coco, resíduos de madeiras de reflorestamento, e também podem ter origem mineral, como os carvões ativados betuminosos. A busca por materiais e processos alternativos na produção deste adsorvente tem sido registrada amplamente na literatura.[2]

O caroço de pêssgo é um resíduo agropecuário com potencial para produção de carvões ativados. Uma amostra de caroço de pêssgo *in natura* foi lavada para remoção de impurezas, seca em estufa a 110 °C por 24 horas e em seguida triturada em tamanhos regulares (de 5 – 10 mm). A amostra foi então impregnada com H₃PO₄ grau alimentício e carbonizada a 150 °C por 24 horas. O material carbonizado foi neutralizado com solução de NaHCO₃ a 1 %, por um período de 12 horas, em seguida lavado com água destilada até pH 7, posteriormente seco em estufa a 120 °C por 24 horas. O material seco foi submetido à uma temperatura de 450 °C por 1 hora em forno mufla. Na sequência foi moído até 90 % de partículas menores do que 45 µm para a caracterização.

O processo de ativação teve um rendimento de 40 %. A capacidade de adsorção de iodo, que é uma medida comercial, e que tem uma correlação direta com a área superficial do produto, apresentou um resultado de 250 mg/g, indicando o desenvolvimento de uma área superficial e abrindo perspectivas para a otimização do processo de ativação. Na Figura 1 pode se observar o desenvolvimento da porosidade no material quando comparamos a morfologia da superfície do caroço de pêssgo *in natura* (a) e do material ativado (b).

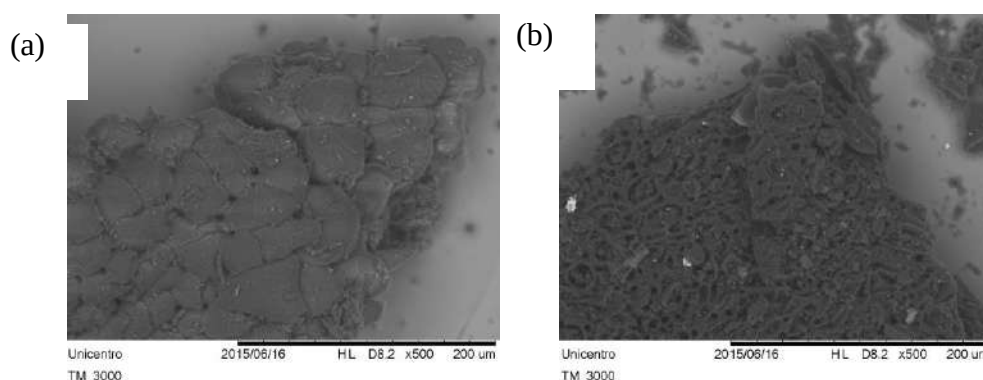


Fig.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura: (a) caroço de pêssgo *in natura*; (b) caroço de pêssgo ativado

Agradecimentos: À UNICENTRO, à CAPES pelo apoio financeiro e a Alphacarbo .

Referências:

- [1] M. Ghaedi, A. Hekmati-Jah, S. Khodadoust, R. Sahraei, A. Daneshfar, A. Mihandoost, M.K. Purkait. Spectroch. Acta, Vol. 90, pp. 22, 2012.
- [2] M. Ghasemi, Mu. Naushad, N. Ghasemi, Y. Khosravi-fard. J. of Ind. Eng. Chem., Vol. 20, pp. 454-461, 2014.

Síntese e caracterização de nanocompósitos contendo compostos de ferro dispersos em carvões ativados

Gustavo R. Gonçalves¹, Gustavo L. Viali², Miguel A. Schettino Jr¹, Alfredo G. Cunha¹,
Francisco G. Emmerich¹, Edson C. Passamani², Jair C. C. Freitas¹

¹Laboratório de Materiais Carbonosos e Cerâmicos, Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil.

²Laboratório de Magnetometria e Espectroscopia Mössbauer, Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil.

Os nanocompósitos que possuem nanopartículas magnéticas em sua constituição exibem diversas propriedades físicas e químicas interessantes. Dentre elas podemos citar as propriedades magnéticas, que estão entre as mais estudadas devido à sua grande importância tecnológica [1]. Este trabalho visa a síntese de nanopartículas de óxidos ou outros compostos de ferro suportadas em materiais carbonosos porosos derivados do endocarpo de babaçu, com especial ênfase nas transformações físicas e químicas causadas por tratamentos térmicos [1]. Como suporte, foi utilizado o carvão ativado obtido por ativação química (com H_3PO_4) do endocarpo de babaçu. A síntese dos nanocompósitos foi conduzida por impregnação em meio aquoso, sendo utilizados os compostos $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ e NH_4OH como fonte de ferro e agente precipitante, respectivamente. O carvão ativado produzido apresentou uma elevada área superficial específica (ASE) de $1940 \text{ m}^2/\text{g}$, enquanto que o nanocompósito formado a partir desse carvão ativado apresentou uma ASE de $1653 \text{ m}^2/\text{g}$. Resultados de difração de raios X demonstraram o caráter nanoestruturado dos óxidos de ferro formados, com tamanho médio de cristalito estimado na ordem de nanômetros. O espectro Mössbauer desse material registrado em temperatura ambiente exibiu um dubleto com parâmetros hiperfinos $\delta = 0,44 \text{ mm/s}$ (deslocamento isomérico) e $\text{DQ} = 0,92 \text{ mm/s}$ (desdobramento quadrupolar), característicos de óxidos de Fe^{3+} no estado superparamagnético [2]. Após tratamentos térmicos, em atmosfera controlada de nitrogênio, nas temperaturas de 700, 800, 900 e 1000 °C, os nanocompósitos produzidos apresentaram a formação de fases cristalinas compostas dos elementos Fe, P e O. As fases predominantes nas temperaturas de 700, 800 e 900 °C corresponderam aos compostos FePO_4 e $\text{Fe}_2\text{P}_2\text{O}_7$. O tratamento térmico a 1000 °C levou a um processo de redução dessas fases, com formação dos compostos Fe_2P e FeP , identificados por difração de raios X e espectroscopia Mössbauer [3]. A análise do difratograma de raios X dessa amostra permitiu a determinação das frações de 80 e 20 % e dos tamanhos médios de cristalito de 80 e 40 nm para as fases associadas aos compostos Fe_2P e FeP , respectivamente.

Agradecimentos: CAPES, CNPq, FINEP, UFES.

Referências:

- [1] Gonçalves, G.R.; Schettino, M. A.; Morigaki, M.K.; Passamani, E.C.; Baggio-Saitovitch, E.; Freitas, J.C.C. J. Nanoparticle Res. Vol.17, pp. 303-314, 2015.
- [2] Cornell, R.M.; Schwertmann, U., The Iron Oxides: Structure, Properties, Reactions and Uses, 2003.
- [3] Yao, Z.; Hai, H.; Lai, Z.; Zhang, X.; Peng, F.; Yan, C. Top. Catal, Vol. 55, pp 1040-1045, 2012.

Estudo da ativação química com H_3PO_4 do carvão de endocarpo de babaçu através de espectroscopia de RMN no estado sólido

Thierry R. Lopes, Ewerton de Barcellos Jr., Gustavo R. Gonçalves, Miguel A. Schettino Jr.,
Francisco G. Emmerich, Jair C. C. Freitas

Laboratório de Materiais Carbonosos e Cerâmicos, Depto Física /Universidade Federal do Espírito Santo

Materiais carbonosos porosos são utilizados em diversos campos e aplicações devido às suas excelentes propriedades de adsorção em fase líquida ou gasosa. Estes materiais podem ser obtidos de diferentes maneiras a partir de precursores orgânicos [1]. A espectroscopia de ressonância magnética nuclear (NMR) no estado sólido é uma técnica útil para estudar as propriedades das moléculas adsorvidas em materiais porosos, pois as características espectrais (tais como deslocamento químico e a largura de linha) são geralmente diferentes para moléculas livres e adsorvidas [2,3]. Este trabalho descreve uma investigação de carvões ativados quimicamente utilizando RMN no estado sólido com diferentes núcleos-sonda (^1H e ^{31}P).

Os carvões ativados foram preparados através da impregnação do endocarpo de babaçu com H_3PO_4 e, após, foi feito um tratamento térmico sob fluxo de N_2 a diferentes temperaturas (400, 500, 600 e 700 °C). As amostras tratadas apresentaram área superficial específica (ASE) de 1765, 1173, 1494 e 1749 m^2/g , respectivamente. Os experimentos de RMN foram realizados em um espectrômetro VNMR 400 MHz (Varian/Agilent). Todas as medidas foram realizadas em temperatura ambiente com rotação em torno do ângulo mágico (“*magic angle spinning*” - MAS) a uma frequência de 14 kHz.

Os materiais produzidos foram inicialmente analisados por RMN de ^1H e ^{31}P no estado sólido. Os espectros de RMN de ^1H apresentaram dois picos principais com um deslocamento químico variável de acordo com a temperatura de ativação de cada amostra. O pico com maior largura de linha tem contribuição de núcleos ^1H ligados a carbonos aromáticos [4] e ^1H associado a H_3PO_4 , enquanto o outro é atribuído à água adsorvida nos poros do carvão. O espectro de RMN de ^{31}P mostrou que grupos contendo fósforo permaneceram na estrutura dos carvões ativados, principalmente na forma de grupos fosfatos. Com o aumento da temperatura de tratamento térmico, observou-se uma tendência de deslocamento dos picos para menores frequências nos espectros de RMN de ^1H e ^{31}P , o que foi associado ao aumento da suscetibilidade diamagnética dos planos na estrutura dos carvões ativados [5].

Agradecimentos: CNPq; CAPES; FAPES; NCQP/UFES

Referências:

- [1] Oliveira L. C. A.; Rios V. R. A.; Favris J. D.; Garg V.; Sapag K.; Lago R. M. Carbon. 40, 2177-2183. 2002.
- [2] Harris R. K.; Thompson T. V.; Forshaw P.; Foley N.; Thomas K. M.; Norman P. R.; Pottage C. Carbon. 34, 1275-1279. 1996
- [3] Forse A. C.; Griffin J. M.; Presser V.; Gogotsi Y. e Grey C. P. J. Phys. Chem. 14, 7508-7514. 2014.
- [4] Jäger A.; Schaumann G. E.; Bertmer M. Org. Geochem. 42, 917-925. 2011.
- [5] Freitas J. C. C.; Emmerich F. G.; Cernicchiaro G. R. C.; Sampaio L. C.; Bonagamba T. J. Solid State Nucl. Magn. Reson. 20, 61-73. 2001.

Preparation of activated carbon from orange peel and its application for phenol removal

Loriane Ap. S. Ribeiro¹, Gilmar P. Thim¹, Manoel O. A. Mendez², Aparecido R. Coutinho²,
Liana A. Rodrigues³

¹ Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos-SP, Brasil

² Universidade Metodista de Piracicaba, Santa Bárbara D'Oeste-SP, Brasil

³ Escola de Engenharia de Lorena, Lorena-SP, Brasil

The phenol molecules and phenol-constituted substances are essential for several industrial processes [1,2]. Nevertheless, their presence in water supply poses risks of water quality degradation and aquatic life death, moreover, it can inhibit the microbial community normal activities and cause carcinogenicity in animals. Therefore, the discard of this kind of effluent is controlled by environmental offices and the maximum concentration allowed to this effluent is 0.002 mg/L[3]. The main objective of this paper is to study the adsorption process of phenol in the activated carbon obtained from the orange peel. Its goal is to obtain a low cost activated carbon able to remove phenol from industrial effluent and concomitantly enhance the value of an abundant biomass and solve its disposal problem. Activated carbon obtained from orange peel (ACO) was characterized by X-ray diffraction, Raman spectroscopy, scanning electronic microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and nitrogen adsorption isotherm. The functional groups present on the sample, were determined by Boehm titration. ACO is mainly constituted by micropores, and its structure is turbostratic and lamellar. The Boehm titration indicated the basic behavior of the sample. The phenol optimum dosage was 0.1 g/50 cm³, which was determined by the adsorption study. The maximum adsorption level was in the pH range of 5-8 and its kinetics was described by a pseudo second order model. The equilibrium data have fit very well the Langmuir and Sips isotherms models (Fig. 1). The ACO adsorption capacity was 88 mg g⁻¹

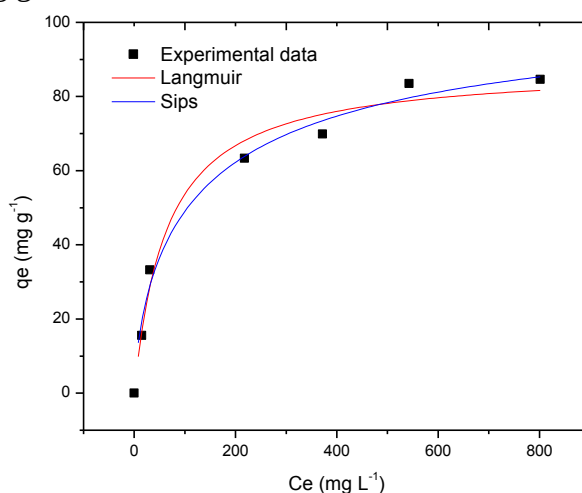


Fig 1. Adsorption isotherm of phenol onto the ACO

Referências:

- [1] Q.-S. Liu, T. Zheng, P. Wang, J.-P. Jiang, N. Li, Chem. Eng. J. Vol. 157, pp. 348–356, 2010.
- [2] L.A. Rodrigues, T.M.B. Campos, M.O. Alvarez-Mendes, A.R. Coutinho, K.K. Sakane, G.P. Thim, J. Sol-Gel Sci. Technol., 2012
- [3] X. Zeng, Y. Fan, G. Wu, C. Wang, R. Shi, J. Hazard. Mater. Vol. 169, pp.1022–8, 2009.

Estudo da adsorção de compostos nitrogenados presentes no diesel em carvões ativados proveniente da pirólise da casca de arroz

Gabriela P. S. Maciel¹, Ana P. Carvalho², José M. F. Nogueira², Elina B. Caramão^{1,3,4*}

¹ Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre- RS, Brasil

² Universidade de Lisboa, Lisboa, Portugal

³ Universidade Tiradentes, Aracaju- SE, Brasil

⁴ INCT-EA, Salvador-BA, Brasil

Os veículos a diesel são uma parte importante do setor de transporte, nomeadamente para o transporte de cargas, sendo a fumaça eliminada dos escapamentos dos motores um dos maiores contribuintes para a poluição atmosférica. Além disso, a presença de compostos nitrogenados em derivados de petróleo tem influência negativa no processo tradicional da eliminação de enxofre, pois devido à sua natureza química, os compostos nitrogenados se adsorvem nos sítios ácidos do catalisador causando o respectivo envenenamento [1].

A especiação de compostos nitrogenados em diesel apresenta grande dificuldade analítica fundamentalmente devido à baixa concentração que geralmente se encontram (*p. ex.* traços) e também da complexidade deste tipo de matriz. Atualmente os processos de adsorção têm sido amplamente investigados para a remoção dos compostos nitrogenados no diesel [2]. Neste sentido, o aproveitamento de resíduos agrícolas, como por exemplo, a casca de arroz, parece ser uma alternativa economicamente viável, na produção de adsorventes de baixo custo e com elevado desempenho. Para esse fim, a pirólise é uma opção interessante na valorização da casca de arroz com a produção de carvão rico em sílica [3] que, após ativação química, apresenta elevada porosidade e área superficial efetiva. Essas características tornam este material atrativo e alternativo não só como adsorvente em processos de remoção dos compostos nitrogenados do diesel, mas também com potencial analítico. O objetivo da presente contribuição foi investigar a capacidade adsorptiva do carvão obtido a partir da pirólise da casca do arroz, após ativação química, para as principais classes de compostos nitrogenados usualmente presentes no diesel. Numa primeira abordagem, o carvão preparado foi caracterizado e avaliado quanto à cinética de equilíbrio no processo de adsorção de compostos nitrogenados em meio orgânico, e também aplicado como fase adsorvente promissora em técnicas estáticas de microextração.

Agradecimentos: Ao CNPq e CAPES

Referências:

[1] C.S. Song. Catal. Today, Vol. 86, pp. 211–263, 2003.

[2] L.L. Okumura, N.R. Stradiotto. Talanta, Vol. 72, pp. 1106–1113, 2007.

[3] J. Alvarez, G. Lopez, M. Amutio, J. Bilbao, M. Olazar. Bioresour. Technol., Vol. 170, pp. 132–137, 2014.

Propriedades fotocatalíticas do compósito C/ZnO@Cr

Gisele S. Silveira, Marcos A. L. Nobre, Sylvania Lanfredi

Laboratório de Compósitos e Cerâmicas Funcionais- LaCCeF, Faculdade de Ciências e Tecnologia – FCT, Universidade Estadual Paulista – UNESP, Presidente Prudente, Brasil

A degradação fotocatalítica de corantes tem atraído grande atenção, devido sua alta eficiência e baixo custo¹. Entre os catalisadores utilizados no processo, a associação de óxidos semicondutores com carbono tem mostrado elevada atividade fotocatalítica². Neste sentido, o presente trabalho tem como objetivo a preparação de um compósito híbrido de ZnO@Cr com carbono amorfo, pelo método de pirólise parcial, bem como a avaliação de seu potencial fotocatalítico utilizando o corante vermelho de fenol como molécula teste. Um reator equipado com uma lâmpada UV (~280 nm) de baixa potência (15 W) foi utilizado como fonte de radiação. A concentração de vermelho de fenol em solução foi determinada por mudanças na absorbância a 557 nm utilizando um espectrofotômetro. A figura 1a mostra a curva de degradação fotocatalítica para o sistema do tipo Core/shell ZnO@Cr e a inserção de sua estrutura. A curva de degradação fotocatalítica para o híbrido C/ZnO@Cr é mostrada na figura 1b. O difratograma obtido do compósito C/ZnO@Cr (inserido na figura 1b) mostra linhas de difração sobrepostas por halos, provenientes da matriz de carbono amorfo.

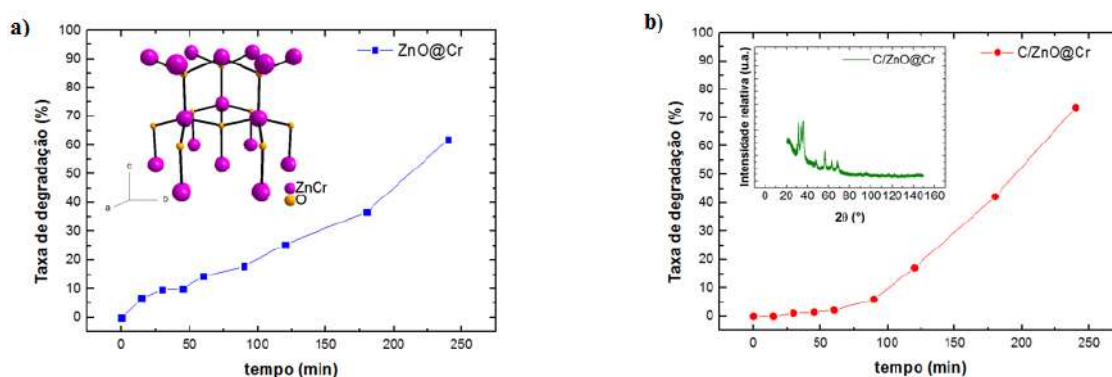


Fig. 1. Taxa de degradação do vermelho de fenol para o sistema investigado.

Os resultados obtidos mostram que a atividade fotocatalítica do compósito (73%) é superior à das nanopartículas core/shell isoladas (61%). Estes resultados sugerem um mecanismo de fotoassistência entre as nanopartículas e a matriz de carbono, onde a matriz atua como um suporte catalítico, permitindo maior difusão do corante a partir da solução até a superfície do material semicondutor². Também, com base na taxa de descoloração, foi possível determinar a cinética do processo fotocatalítico, seguindo um modelo do tipo primeira ordem². Para o compósito C/ZnO@Cr, a constante de velocidade foi de $0,00503 \text{ min}^{-1}$ e o tempo de meia-vida de 137,80 min, com coeficiente de correlação linear (R) de 0,90817. Para as nanopartículas isoladas, a constante de velocidade foi de $0,00352 \text{ min}^{-1}$, o tempo de meia-vida de 196,92 min e o coeficiente de correlação linear (R) de 0,95289. A metodologia empregada se mostrou adequada para a obtenção do compósito C/ZnO@Cr. Ainda, este compósito apresentou melhor desempenho fotocatalítico, o que pode estar associado a um sinergismo entre as nanopartículas core/shell e a matriz de carbono amorfo.

Agradecimentos: CAPES, FAPESP, LabMev – FCT UNESP.

Referências:

- [1] Fenghua, C. *et al.* Dalton Trans., 43, p. 13537 – 13544, 2014.
- [2] Lanfredi, S.; Nobre, M.A.L., Moraes, P.G.P.; Matos, J. Ceram. Int., 40, p. 525–9534, 2014.

Avaliação comparativa entre as respostas à inalação de fuligem da cana-de-açúcar e nanotubos de carbono de parede múltipla

Elaine C. Oliveira^{1, 2}; Bruno F. S. de Souza¹; Ingrid F. M. Gafanhão^{1, 2}; Paulo J. Bálamo¹; Renata Nascimento¹; Silvia P. Irazusta¹; Anna Maria G. S. Barros Melero; Oliveira, R.³; Basellotto, R.³; Santos, L. M. B.²; Helder J. Ceraglioli²; Vitor Baranauskas^{2, †}; Marcelo Lancellotti²; Paulo A.S. Wrege¹

¹ Faculdade de Tecnologia “José Crespo Gonzales”, Campus Sorocaba, SP, Brasil.

² Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, Brasil.

³ Memphys Laboratório de Anatomia Patológica e Citopatologia, Sorocaba, SP, Brasil.

[†]In memorian.

Atualmente as aplicações da nanotecnologia estão presentes em todos os aspectos da vida moderna. Diversos estudos confirmam que partículas suspensas na atmosfera, especialmente as finas e ultrafinas, penetram no sistema respiratório causando inflamação e reações alérgicas, apesar dos mecanismos de filtração e remoção de partículas do sistema respiratório. A fuligem da cana-de-açúcar também é conhecida por causar reações inflamatórias, especialmente no Brasil, onde há a queimada periódica resultando na produção de fuligem como material particulado nas regiões de agricultura. Qualquer composto carbonáceo de matéria particulada pode ser considerado Black Carbon (BC), incluindo fuligens, de acordo com a Agência de Proteção Ambiental dos Estados Unidos da América. O objetivo deste trabalho foi avaliar e comparar a resposta imune de camundongos que inalaram nanotubos de carbono de parede múltipla (MWCNT) e fuligem de cana de açúcar (SCS). Os camundongos foram separados em três grupos: controle, SCS e MWCNT; e foram expostos por 30 horas em 5 dias, num ambiente com $1,9 \times 10^{-7}$ mg/mm³ como concentração máxima de material particulado, e descansaram por 5 dias antes de serem eutanasiados. Foram utilizadas técnicas como lavado brônquico (BAL), análise histológica com tinção por hematoxilina-eosina (HE), ácido periódico de Schiff (PAS) e tricômico de Masson (MT), citometria de fluxo e PCR. Os resultados das análises histológicas demonstraram que o grupo SCS possuía hemorragias pontuais enquanto o grupo MWCNT possuía toda cobertura interna pulmonar hemorrágica com grande quantidade de células da série branca. A citometria de fluxo demonstrou que houve declínio na população de células CD8 nas respostas local (BAL) e sistêmica (baço) e aumento considerável na população de células CD11c, enquanto que a população de células CD4 variou aumentando no grupo MWCNT e diminuindo no grupo SCS para a resposta sistêmica, enquanto que na resposta local houve aumento significativo apenas na população MWCNT. O PCR demonstrou aumento da expressão da IL-27 em resposta local e variação na resposta sistêmica, com aumento para SCS e supressão para MWCNT; quanto a IL-10 houve supressão nas respostas sistêmica e aumento da expressão para o grupo SCS na resposta local, com leve depressão para MWCNT e a expressão do TGF- β aumentou nas respostas locais e foi suprimida nas respostas sistêmicas. Este estudo mostrou que mesmo em quantidades demasiadamente pequenas a fuligem de cana (SCS) e nanotubos de carbono de parede múltipla (MWCNT) são capazes de iniciar processos inflamatórios.

Agradecimentos: FAPESP, Memphys Laboratório de Anatomia Patológica e Citopatologia, NANOBIOTEC-CAPES 2008 e a UNICAMP (Programa de Pesquisador Colaborador Voluntário).

Aspectos biomecânicos e morfológicos da utilização de carvões ativados no processo de reparo ósseo em tibia de ratos

Gisele Amaral-Labat¹, Rodrigo Labat-Marcos², Vanessa Fierro³, Alain Celzard³, Rodney C. Pallotta², Patrícia Almeida², Guilherme F.B. Lenz e Silva¹

¹ Universidade de São Paulo – PMT/USP, São Paulo, Brasil

² Universidade Nove de Julho, São Paulo, Brasil

³ Université de Lorraine, Epinal, France

Os defeitos ósseos são derivados de várias causas e o processo de reparo é lento e doloroso. Estas alterações estão em constante crescimento em todo mundo, principalmente devido ao aumento dos acidentes com associação direta ao envelhecimento da população. O tratamento das doenças ósseas é bem amplo, porém o principal caracteriza-se pela intervenção cirúrgica e neste caso, o uso de substitutos ósseos pode ser indicado. O carvão ativado é um material promissor como substituto ósseo devido a sua alta porosidade favorecendo o mecanismo de reparo ósseo. Além disso, este material apresenta características de sustentabilidade e possui baixo custo aumentando o interesse de sua utilização em engenharia de tecidos.

A avaliação da performance de diferentes tipos de carvões ativados em reparo ósseo foi estudada através da indução de defeito ósseo em tibia de ratos Wistar utilizando metodologia padrão [1]. Quatro diferentes carvões ativados foram testados e comparados com grupos saudável (C) e não tratado (NT). As propriedades biomecânicas do osso foram avaliadas por testes de flexão e distintos resultados foram encontrados (figura 1). O grupo tratado com o carvão 4 (AC4) apresentou propriedades mecânicas próximas do grupo controle, ou seja, não apresentou diferenças significativas por análise estatística. Testes enzimáticos dos rins e fígado foram avaliados e apresentaram níveis dentro da normalidade indicando que o carvão não induz dano hepático ou renal. A histologia dos rins e fígado permitiram constatar que não houve deposição de carvão ativado nestes órgãos além de avaliar sua integridade. O estudo histológico do osso também foi realizado para avaliar e comparar o nível de reparo de cada grupo em estudo.

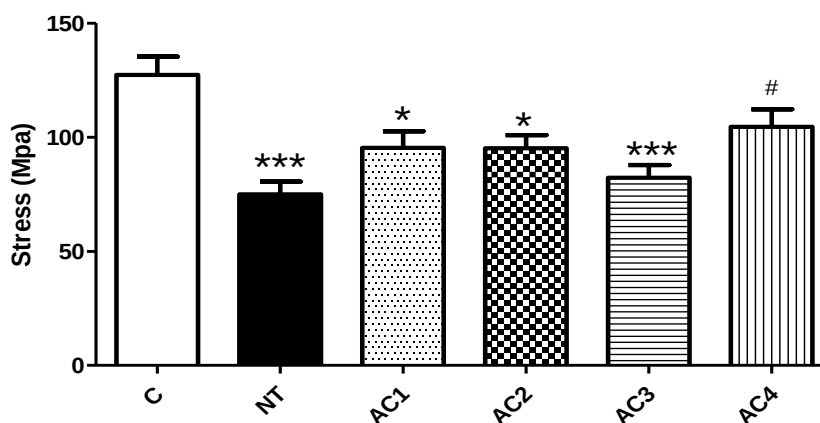


Fig.1 - Propriedades biomecânicas dos ossos, calculadas a partir de ensaio de flexão (* $p < 0,05$ e *** $p < 0,001$ VS C; # $p < 0,05$ VS NT) ($p < 0,05$ resultados significativos).

Os resultados globais sugerem que o reparo ósseo é influenciado pela morfologia e pelas características texturais do carvão ativado.

Referências:

[1] EF Pípi, P Bossini, P Oliveira, et al. Ultrasound Med Biol, Vol. 36, pp. 2057-2064, 2010.

Sais imidazólicos na preparação de nanocompósitos de grafeno com propriedades antifúngicas

Liliana A. Soares^{1,2}; Clarissa M. L. Schrekker¹; Alexandre M. Fuentefria¹; Sandro C. Amico²; Henri S. Schrekker¹

Universidade Federal do Rio Grande do Sul - Porto Alegre, Brasil

¹ Grupo Multidisciplinar em Química Médica e Microbiológica-MUMIC

² Escola de Engenharia

Materiais nanoestruturados a base de grafeno são de grande interesse. Todavia os métodos comumente usados na produção de grafeno geram alto grau de defeitos estruturais. Recentemente foi relatado um novo método, o qual utiliza sais imidazólicos para promover o desenrolamento de nanotubos de carbono resultando em grafeno de boa qualidade.¹

A incidência de contaminações fúngicas oriundas de equipamentos eletrônicos em ambientes de assepsia e implantes, como os marcapassos, é bastante comum.² O desenvolvimento de materiais tecnológicos aplicados à eletrônica com propriedade antifúngica é de grande interesse. Alguns estudos mostram que sais imidazólicos são promissores agentes antifúngicos.³ Este trabalho objetiva utilizar sais imidazólicos dicatiónicos para promover o processo de abertura de NTC e incorporar estes materiais em compósitos poliméricos. Visto o potencial antifúngico que esta classe de compostos apresenta, um estudo a respeito desta propriedade também está sendo realizado com intuito de acrescentar aos compósitos produzidos a propriedade antifúngica.

Inicialmente foi avaliada a ação antifúngica das substâncias com objetivo de selecionar 2 delas para promover o desenrolamento de NTC. Na Figura 1 são apresentados os valores referentes a concentração mínima inibitória (MIC) para 5 substâncias testadas frente a diferentes *Candida* sp. Observa-se o aumento da atividade antifúngica com o aumento da cadeia entre os anéis. Com base nestes dados foram selecionados SIC10Br e SIC5Br como moléculas a serem utilizadas na preparação dos materiais compósitos.

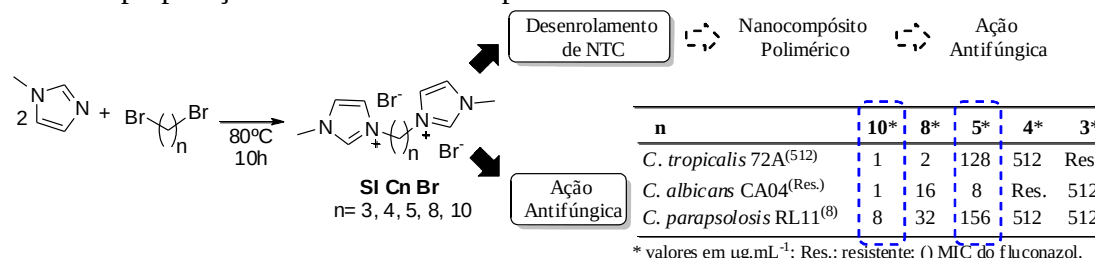


Figura 1: MIC dos compostos sintetizados frente a diferentes cepas de *Candida* sp.

Atualmente este trabalho encontra-se na fase de abertura dos NTC e caracterização dos materiais obtidos por microscopia eletrônica de transmissão e espectroscopia Raman. Também estão sendo feitos estudos das propriedades mecânicas de compósitos grafeno/SI em resinas epoxídicas.

Agradecimentos: Ao CNPQ e a Capes pelo suporte financeiro.

Referências:

- [1] Terrones, M.; Martin, O.; Gonzalez, M.; Pozuelo, J.; Serrano, B.; Cabanelas, J. C.; Veja-Diaz, S. M.; Baselga, J. *Advanced Materials*, **2011**, 23, 5302. Terrones, m.; Botello-Mendez, A. R.; Campos-Delgado, J.; López-Urias, F.; Veja-Cantú, Y. I.; Rodriguez-Macias, F. J.; Elias, A. L.; Munõz-Sandoval, e.; Cano-Marquez, A. G.; Charlier, J. C.; Terrones, H. *Nano Today*, **2010**, 5, 351.
- [2] Kojic, E. M.; Darouiche, R. O. *Clin. Microbiol. Rev.* **2004**, 17, 255. Inacio, R. C.; Klautau, G. B.; Murc, M. A. S.; Silva, C. B.; Nigro, S.; Rivetti, L.A.; Pereira, W. L.; Salles, M.J.C. *International Journal of Infectious Diseases*, **2015**, <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijid.2015.07.018>
- [3] a) Schrekker, H. S.; Donato, R. K.; Fuentefria, A. M.; Bergamo, V.; Oliveira, F. L.; Machado, M. M.; Med. Chem. Comm., **2013**, 4, 1457. b) Bergamo, V. Z. ; Donato, R. K. ; Lana, D. F. Dalla ; Donato, K. Z. ; Ortega, G. G. ; Schrekker, H. S. ; Fuentefria, A. M.; Letters in Applied Microbiology, **2014**, 60, 66.

Pontos quânticos de carbono produzidos em matriz de sílica

Jackeline B. Brito¹, Andreia F. da Silva¹, Maria Alexandra Puerto Medina¹, Tânia M. H. Costa¹, Fabiano S. Rodembush¹, João A. H. da Jornada^{1,2}, Naira M. Balzaretti¹

¹ Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre-RS, Brasil

² INMETRO, Rio de Janeiro-RJ, Brasil

Pontos quânticos de carbono (C-dots) são estruturas fascinantes que tem sido investigadas intensivamente nos últimos anos devido à sua biocompatibilidade e diversidade de metodologias de síntese. Geralmente estas estruturas contém, além de carbono, oxigênio, nitrogênio e hidrogênio como grupos terminais. A fotoluminescência emitida cobre uma ampla faixa do espectro visível e depende do comprimento de onda de excitação. O tamanho típico dos C-dots é entre 1 a 4 nm. Neste trabalho apresentamos um novo processo para síntese de C-dots incorporados em uma matriz de sílica [1]. Este processo não requer etapas de passivação ou separação, e consiste na pirólise de grupos metila ligados a grãos nanométricos de sílica (aerosil R974 Evonik), previamente sinterizados a frio em altas pressões (7.7 GPa). A sinterização a frio produz um monolito vítreo translúcido. Após aquecimento na faixa entre 500 e 800°C em atmosfera inerte, o monolito adquire coloração amarelada sob incidência de luz branca. Análises de microscopia eletrônica de transmissão com difração de elétrons e espectroscopia de perda de energia de elétrons (EELS) confirmam a formação de estruturas gráficas nanométricas (até 10 nm). Medidas de fotoluminescência confirmam as características espectroscópicas de pontos quânticos de carbono (Figura 1). Desta forma, é possível produzir nanocompósitos de sílica, com boas propriedades mecânicas, contendo pontos quânticos de carbono, que agregam propriedades luminescentes ao material. Além disso, a matriz de sílica pode ser removida por ataque em ácido fluorídrico, liberando as nanoestruturas de carbono.

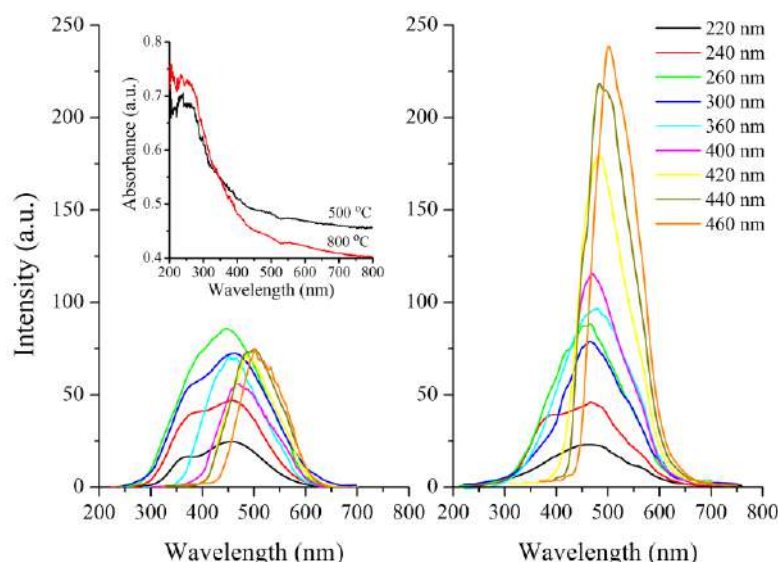


Fig.1 - Espectros de luminescência das amostras sinterizadas a 7.7 GPa e tratadas termicamente a 500°C (esquerda) e 800°C (direita).

Agradecimentos: Apoio financeiro CNPQ/FAPERGS (Pronex), CAPES e Evonik, Inc pelas amostras de aerosil.

Referências:

[1] JB Brito, TMH Costa, FS Rodembusch, AS Konowalow, RMS Reis, NM Balzaretti, JAH Jornada. Carbon, Vol. 91, pp. 234-240, 2015.

Preparação e caracterização de pontos de carbono por meio da carbonização hidrotérmica assistida por microondas de nanocristais de celulose

Débora R. S. Souza¹, Larissa Caminhas¹, Luciano A. Montoro¹, João P. Mesquita², Fabiano V. Pereira¹

¹ Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte - MG, Brasil

² Universidade Federal do Vale do Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina - MG, Brasil

Nanocristais de celulose (NCC) são estruturas rígidas extraídas da celulose, a partir da hidrólise ácida das fibras precursoras. NCC podem ser empregados como reforço polimérico [1]. Todavia, neste trabalho é apresentado uma aplicação inédita destas nanoestruturas. NCC foram empregados como precursores no processo de obtenção de nanoesferas de carbono, os Pontos de carbono (PC). PC são nanopartículas esféricas de até 10nm de diâmetro, que apresentam fotoluminescência no espectro visível, em água ou solventes orgânicos [2]. Por sua biocompatibilidade, baixa toxicidade e variedade de possibilidades de preparação, este material têm despertado o interesse da comunidade científica, devido a possibilidade de utilização como sondas marcadoras de bioimagem [3].

Diferentes métodos podem ser empregados na preparação de PC. Neste trabalho foi utilizada uma técnica de carbonização, a carbonização hidrotérmica assistida por microondas, que se mostrou eficiente na obtenção das nanoestruturas grafíticas (espaçamento lamelar 0,21nm). Através da metodologia empregada foi possível preparar nanopartículas na faixa de 1,7 a 4,7nm, com emissão na região do verde do espectro visível (Figura 1).

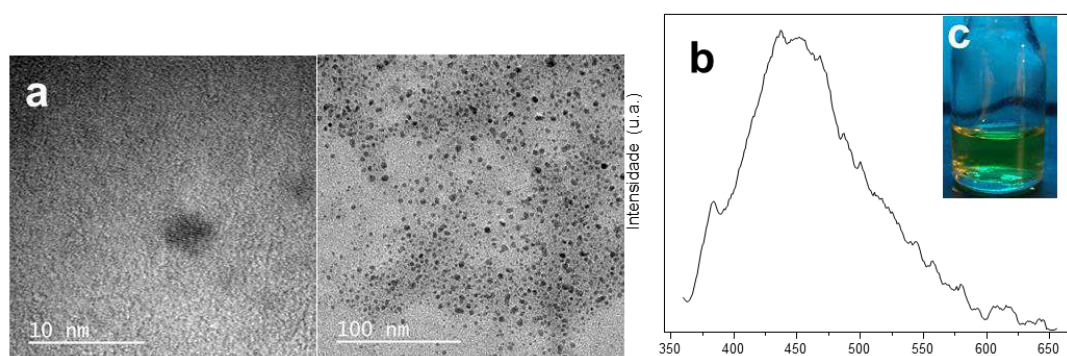


Fig.1 – (a) Imagens de Microscopia Eletrônica de Transmissão de NCC carbonizado, (b) Espectro de emissão após excitação em 340nm, (c) fotoluminescência sob iluminação UV (365nm).

Agradecimentos: Ao Departamento de Química da UFMG, Centro de Microscopia da UFMG, CNPq.

Referências:

- [1] MOON, R. J. et al. Cellulose nanomaterials review: structure, properties and nanocomposites. **Chem Soc Reviews**, v. 40, p. 3941-3994, 2011.
- [2] XU, X. Y., RAY, R., GU, Y. L., PLOEHN, H.J., GEARHEART, L., RAKER, K., SCRIVENS, W. A. . Electrophoretic analysis and purification of fluorescent single-walled carbon nanotube fragments. **Journal of the American Chemical Society** v. 126, n. 40, p. 12736-12737, 2004.
- [3] TAO, H., YANG, K., MA, Z., WAN, J., ZHANG, Y., KANG, Z., LIU, Z. In Vivo NIR Fluorescence Imaging, Biodistribution, and Toxicology of Photoluminescent Carbon Dots Produced from Carbon Nanotubes and Graphite. **Small**, v. 8, n. 2, p. 281–290, 2012.

Graphene nanobelts films for highly sensitive, semi-transparent and flexible strain and pressure resistive sensors

Andrei A. Alaferdov, Raluca Savu, Simas Rackauskas, Tatiana Rackauskas, Mara A. Canesqui, Stanislav A. Moshkalev

State University of Campinas, Campinas-SP, Brasil

A simple low-cost approach to fabricate new type of resistive sensors based on multi-layer graphene nanobelts (lengths up to 20-50 μm , widths 1-5 μm , thickness 2-20 nm) has been developed. The sensor operates at low voltage (0.1-1 V), has low power consumption (less than 1 mW) and can be used for both strain and pressure measurements.

The sensor has a sensitive film consisting of randomly oriented graphene nanobelts forming a continuous conductive layer by percolation, with the average film thickness in the range of 20-50 nm. Graphene nanobelts were obtained for Nacional de Grafite Ltda. The film is deposited over flexible substrates like PDMS using modified Langmuir-Blodgett method [1].

The strain and pressure sensing mechanisms in so produced devices are due to deformation-dependent resistance of contacts between individual nanobelts. Typical results obtained for sensors fabricated over flexible PDMS films for large number of strain-release cycles are shown in Fig. 1. Extremely high sensitivity to strain (gauge factor up to ~ 25), dynamic range (strain up to 40%) and stability have been demonstrated. The sensor can be used in a wearable form for monitoring of blood pressure with high sensitivity. Possible applications of the sensor include detection of strain, touch, vibrations, acoustic signals.

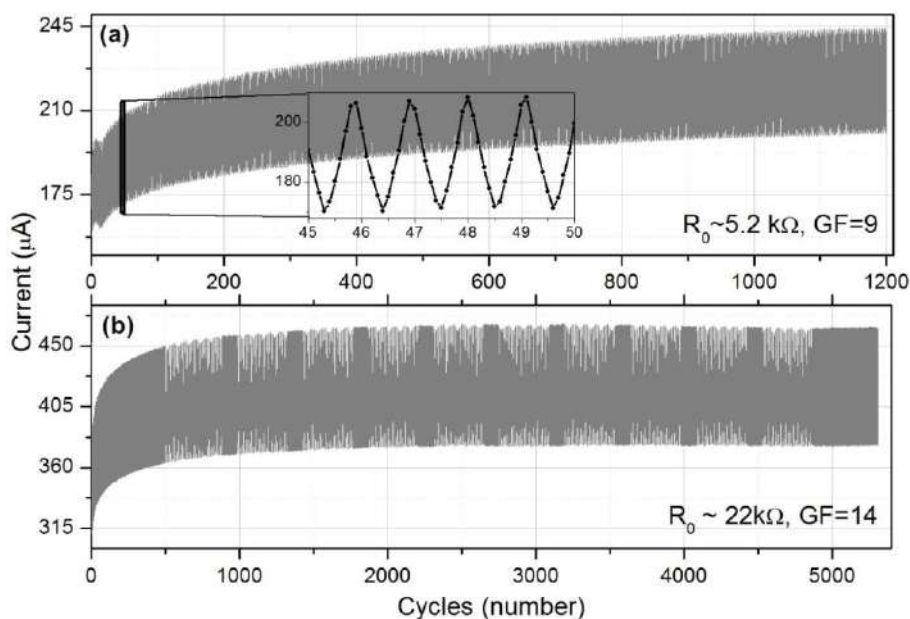


Fig.1 - Variation of current through the sensitive conductive films during periodic strain tests.

Agradecimentos: Authors thank CNPq and FAPESP for financial support.

Referências:

[1] A.V. Alaferdov, S.M. Balashov, M.A. Canesqui, S. Parada, Y.A. Danilov, S.A. Moshkalev, Bull. RAS: Physics 78 (2014) 1357-61.

Nanopores in nanoroads of graphene embedded in h-BN for DNA sequencing

Fabio A. L. Souza¹, Rodrigo G. Amorim², Wanderlã L. Scopel¹, Ralph H. Scheicher³

¹ Universidade Federal do Espírito Santo-UFES, Vitória-ES, Brazil

² Instituto Tecnológico de Aeronáutica-ITA, São José dos Campos-SP, Brazil

³ Uppsala University, Uppsala, Sweden

Solid-state nanopore devices are considered as a promising new alternative to existing DNA sequencing methods. The main challenge is to design a mechanism which allows the physical identification of the nucleobases as they pass through the pore. To achieve this, it was proposed to embed electrodes inside the nanopore to measure the transverse current. The embedded electrodes need to be sufficiently small to allow for single-nucleobase resolution [1]. Graphene could provide a suitable electrode, since its single-atomic layer thickness has the same order of magnitude as the distance between two adjacent bases in a single-stranded DNA chain. In plane heterostructures of graphene and hexagonal boron nitride (h-BN) with precisely controlled domain sizes and shapes have recently been fabricated [2]. In the present work, the electronic transport properties of a nanopore created in a graphene stripe embedded in a h-BN sheet are studied. The h-BN has a wide bandgap of ~ 5.9 eV [3,4], thus confining the electric current to the graphene stripe, and giving rise to a sensitive setup to measure transverse currents. Density of states (DOS) analysis reveals a metallic character for both pristine graphene nanoroad and systems containing a nanopore. Around the Fermi level, from -0.3 to $+0.3$ eV, the main contribution to total DOS is by carbon atoms from the graphene stripe borders. To evaluate whether the four nucleotides deoxyadenosine monophosphate (dAMP), deoxyguanosine monophosphate (dGMP), deoxycytidine monophosphate (dCMP) and deoxythymidine monophosphate (dTMP) can be electrically distinguished, the zero-bias transmission functions are calculated. We found for pyrimidine bases (dCMP and dTMP) a difference of about 25% in the transmittance at $E-E_f = 0.13$ eV, which enables electrical distinction between them at low bias voltage with a high signal-to-noise ratio. Based on our preliminary results, nanopores in nanoroads of graphene embedded in h-BN can be considered a promising setup to distinguish electrically between all four nucleotides in DNA.

Acknowledgment: Financial support is gratefully acknowledged from the Brazilian agency CAPES and Swedish Research Council. The Swedish National Infrastructure for Computing (SNIC) provided computing time for this project.

References:

- [1] R. H. Scheicher, A. Grigoriev, R. Ahuja. *J. Mater. Sci.*, 47, 7439-7446, 2012.
- [2] Z. Liu *et al.* *Nature Nanotech.*, 8, 119-124, 2013.
- [3] K. Watanabe *et al.* *Nature Mater.*, 3, 404-409, 2004.
- [4] Y. Kubota *et al.* *Science*, 317, 932-934, 2007.

Processo de funcionalização química de nanotubos de carbono com reaproveitamento de insumos ácidos

Erick S. Ávila, Brisa N. S. Gomes, Luiz O. Ladeira

Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Brasil

A diversidade das aplicações, dos nanotubos de carbono (NTC), assim como a necessidade de controlar as morfologias apropriadas para sua utilização, faz parte da pesquisa em nanotecnologia, uma área de característica eminentemente multidisciplinar, envolvendo fatores que definem o sucesso de suas aplicações, tais como rota de síntese, processamento em formas variadas e qualidade dos nanotubos [1].

Para aumentar a aplicabilidade destes nanomateriais e principalmente promover a maior dispersabilidade dos mesmos, eles passam pelo processo de funcionalização química. Há uma vasta variedade de rotas que promovem inclusão de grupos funcionais covalentemente aos nanotubos, entre elas, o processo de oxidação feito por ácidos fortes é adotado como padrão nesta proposta de rota, cujo meio aquecedor é o processamento via micro-ondas e os ácidos utilizados o HNO_3 e/ou H_2SO_4 , representado no esquema abaixo:

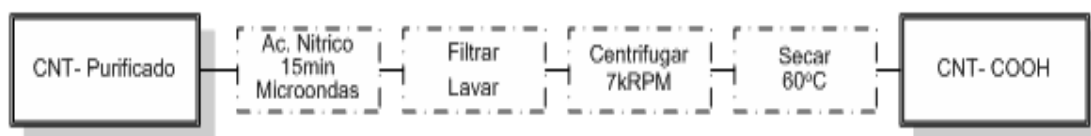


Fig 1: Processo de Carboxilação de Nanotubos de Carbono via Microondas

O reaproveitamento de insumos em qualquer processo é importante, tanto pelo aspecto econômico, com redução significativa dos custos, quanto pelos aspectos ambientais tendendo a reduzir a geração de resíduos no processo. Foi proposto um protocolo para reutilizar os ácidos que não são consumidos em sua totalidade.

Dentre os resultados observados, a minimização do número de lavagens no processo trouxe a diminuição do tempo gasto na funcionalização. Foram feitos no processo piloto cinco rodadas consecutivas de reaproveitamento do ácido no processo de funcionalização.

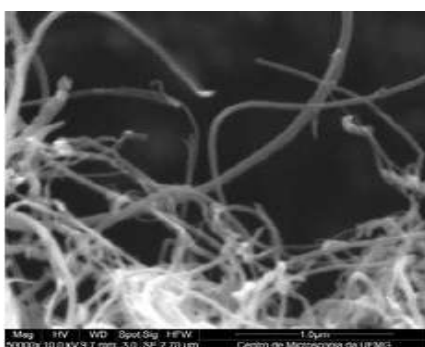


Fig 2: MEV do NTC funcionalizado.

De maneira geral, obteve-se bons resultados no teste de solubilidade, conseguindo boas dispersões dos NTC's em água. E pela avaliação da microscopia de varredura – MEV (fig 2) foi possível verificar que o protocolo adotado de funcionalização, não ocasionou modificações relevantes na estrutura dos tubos e demonstrando que reaproveitamento de matéria prima no processo de funcionalização traz consigo a redução de custos e uma concentração menor de ácido no resíduo gerado, proveniente do processo.

Referências:

[1] HERBST, Marcelo Hawrylak; MACÊDO, Maria Iaponeide Fernandes; ROCCO, Ana Maria. Tecnologia dos nanotubos de carbono: tendências e perspectivas de uma área multidisciplinar. Departamento de Física dos Sólidos e departamento de Química Inorgânica - UFRJ, CP 68528,21945-970 Rio de Janeiro – RJ. Química Nova, 2004.

DFT study of the interaction between single vacancies in graphene

Wanderlã L. Scopel, Wendel S. Paz, Jair C. C. Freitas

Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória-ES, Brasil

The occurrence of magnetic properties in graphene and related materials containing structural defects has drawn huge interest, especially considering the applications of these materials in spintronics, quantum information processing and others [1-3]. In order to investigate the interaction between single vacancies in a graphene sheet, in this work we have used spin-polarized density functional theory (DFT). Two distinct configurations were considered, either with the two vacancies located in the same sublattice or in different sublattices, and the effect of changing the separation between the vacancies was also studied. Our results show that the ground state of the system is magnetic, but the presence of the vacancies in the same sublattice or in different sublattices and the possible topological configurations can lead to different contributions from the π and σ orbitals to magnetism. On the other hand, our findings reveal that the net magnetic moment of the system with the two vacancies in the same sublattice move towards the value of the magnetic moment per isolated vacancy with the increase of the distance between the vacancies, which is ascribed to the different contributions due to π electrons. Moreover, it is also found that the local magnetic moments for vacancies in the same sublattice are in parallel configuration, while they have different orientations when the vacancies are created in different sublattices. The results of the calculations clearly evidence how difficult it would be to observe experimentally the emergence of magnetic order in graphene-based systems containing randomly created atomic vacancies, since the energy difference between cases of antiferromagnetic and ferromagnetic order decreases quickly with the increase in the distance separating each vacancy pair.

Agradecimentos: CNPq; CAPES; FAPES.

Referências:

- [1] OV Yazyev. Emergence of magnetism in graphene materials and nanostructures. Rep. Prog. Phys., Vol. 73, art. 056501, 2010.
- [2] MM Ugeda, I Brihuega, F Guinea, JM Gomez-Rodriguez. Missing atom as a source of carbon magnetism. Phys. Rev. Lett., Vol. 104, art. 096804, 2010.
- [3] JCC Freitas, WL Scopel, WS Paz, LV Bernardes, FE Cunha-Filho, C Speglich, FM Araújo-Moreira, D Pelc, T Cvitanic, M Pozek. Determination of the hyperfine magnetic field in magnetic carbon-based materials: DFT calculations and NMR experiments. Sci. Rep., Vol. 5, art. 14761, 2015.

Nanocompósitos híbridos baseados em nanotubos de carbono dopados com N na superfície do resíduo Lama Vermelha

Aline A. S. Oliveira¹, Amanda Martins¹, Roberta Viana², Flávia C.C. Moura¹

¹ Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte-MG, Brazil

² Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Belo Horizonte-MG, Brazil

Nanocompósitos híbridos foram preparados por meio do crescimento de nanotubos de carbono dopados com N (N-NTC) na superfície do resíduo lama vermelha (Lv). A Lv é um resíduo rico em ferro produzido em larga escala pela indústria do alumínio. A dopagem dos nanotubos com heteroátomos promove a modificação da polaridade e da molhabilidade dos materiais [1]. O objetivo de sintetizar compósitos com N-NTC é de produzir materiais anfifílicos: a porção do nanotubo com N deve ser mais hidrofílica e responsável por uma melhor dispersão do compósito em água, enquanto a porção do nanotubo sem N seria hidrofóbica, mantendo a afinidade por substâncias orgânicas apolares.

Diferentes condições de síntese foram testadas, produzindo quatro compósitos com alto teor de carbono (i.e. 67-90%) e diferentes teores de nitrogênio, i.e. 2, 3, 6 e 9% (teores determinados por análise elementar CHN). Os compósitos foram caracterizados por diversas técnicas. Por exemplo, a formação de nanotubos de carbono foi confirmada por Espectroscopia Raman por meio da identificação das bandas D e G. Por microscopia eletrônica de varredura (MEV) observa-se a formação de grande quantidade de filamentos de carbono com diâmetros menores que 50 nm. Nanopartículas metálicas (~100 nm diâmetro) provenientes da Lv podem ser identificadas, provavelmente nanopartículas de ferro encapsuladas por carbono. Por microscopia eletrônica de transmissão (MET) observa-se que quanto maior o teor de N, mais segmentados os nanotubos se tornam, formando estruturas semelhantes a bambus. Esses segmentos são tipicamente observados como defeitos inseridos na estrutura dos nanotubos de carbono pela introdução de N [2]. A área superficial BET dos compósitos ($156\text{-}363\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$) é muito superior à área da Lv pura ($10\text{ m}^2\text{ g}^{-1}$). Na Fig. 1 são apresentadas imagens de MEV e MET do compósito produzido com maior teor de N.

Os compósitos foram testados na oxidação e na adsorção de contaminantes orgânicos e mostraram resultados promissores, destacando-se o compósito preparado com alto teor de N.

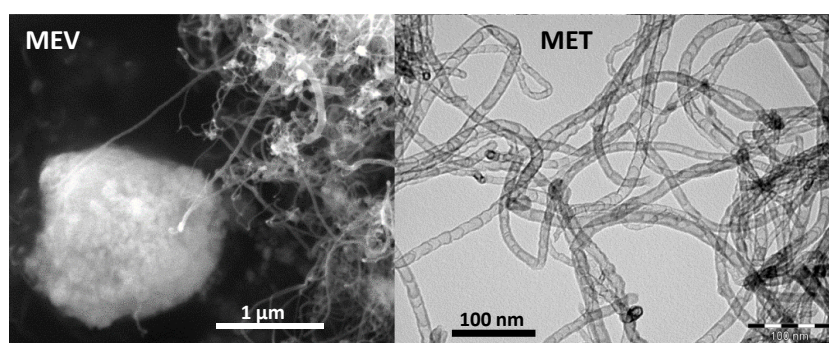


Fig.1 – Imagens MEV e MET do compósito contendo NTC com 9% de N.

Agradecimentos: CNPq, FAPEMIG, Centro de microscopia da UFMG.

Referências:

- [1] S. Van Dommele, A. Romero-Izquierdo, R. Brydson, K. De Jong, J. Bitter. Carbon, Vol. 46, pp. 138-148, 2008.
- [2] C.H. Choi, S.H. Park, M.W. Chung, S.I. Woo. Carbon, Vol. 55, pp. 98-107, 2013.

Síntese e caracterização de híbridos de sílica-óxido de grafite

Mariana A. Vieira¹, Daniel F. Cipriano¹, Gustavo R. Gonçalves¹, Miguel A. Schettino Jr.¹,
Eloi A. Silva Filho², Jair C. C. Freitas¹

¹Laboratório de Materiais Carbonosos e Cerâmicos, Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil

²Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil

Híbridos de sílica e óxido de grafite (OG) são relatados na literatura com diversas utilidades. No trabalho de Zhang e Choi [1], compostos híbridos foram sintetizados através da hidrólise do tetraetil ortosilicato (TEOS) em presença de um óxido de grafite (OG), e através de estudos de difração de raios X (DRX) e espectroscopia infravermelho (FT-IR) propôs-se que as carbonilas contidas no OG reagem com as nanopartículas de sílica formando ligações Si-O-C. Similarmente, neste trabalho foi sintetizado em composto híbrido através da hidrólise do TEOS em presença de um OG com alto grau de oxidação, pois este apresenta maior número de sítios oxigenados que podem servir como pontos de ancoragem para as nanopartículas de sílica [1]. Para caracterizar o híbrido de sílica-OG, e esclarecer a possível ligação entre as unidades de sílica e a matriz de OG, utilizou-se, além de análises de DRX, a técnica de espectroscopia de ressonância magnética nuclear (RMN) de ¹³C e ²⁹Si no estado sólido.

A análise do difratograma de raios X do híbrido (OG-Si) permitiu identificar prontamente diferenças entre o OG e o OG-Si, com o deslocamento do pico referente à fase óxido de grafite de 11,26° em OG para 13,22° em OG-Si, além da redução na sua intensidade associada à destruição do empilhamento dos planos basais por um processo de esfoliação. Próximo a 2θ=23° observou-se um pico largo que indica a presença de sílica amorfa [1]. No espectro de RMN de ²⁹Si registrado com polarização direta foi possível identificar o pico detectado em -107 ppm como associado a unidades Q⁴, correspondente a átomos de silício em grupos Si(OSi)₄ [2], podendo ser um indicativo da formação de sílica nanoestruturada na amostra, como relatado por Zhang e colaboradores [1]. A linha associada ao grupo Q³ em -98 ppm é atribuída a grupos do tipo (R'O)Si(OSi)₃ [2] (R' = -H ou -C), enquanto que o fraco sinal detectado em -88 ppm pode ser associado à presença em menor quantidade de unidades Q² do tipo (R'O)₂Si(OSi)₂ [2]. A formação de ligações Si-O-C a partir da reação do TEOS com as carbonilas [1] apresentaria deslocamento químico em torno de -80 ppm, o que não foi observado [3]. No espectro registrado com polarização cruzada via núcleos ¹H (CP) também observou-se presença de um pico pouco intenso em torno de -68 ppm, que não foi detectado no espectro registrado com polarização direta. Esse pico pode ser atribuído à presença de unidades Q⁰ na forma de grupos Si(OH)₄ ou Si(OR)₄ (onde R ≠ Si) [4]. O aparecimento desse pico somente nos espectros obtidos com CP reforça que uma interação dipolar entre núcleos de ²⁹Si e ¹H seja dominante. Dessa forma, acredita-se que as nanopartículas de sílica formadas pela hidrólise do TEOS interagem com a matriz de óxido de grafite através de ligações de hidrogênio entre hidroxilas dos grupos silicatos e funções oxigenadas do óxido.

Agradecimentos: Às agências de fomento CAPES, FAPES e CNPq.

Referências:

- [1] ZHANG, W.L., CHOI, H.J. Langmuir, 28, 7055-62. 2012.
- [2] TAMBELLI, C.E., SCHNEIDER, J.F., HASPARYK, N.P., MONTEIRO, P.J.M. J. Non-cryst. Solids 352, 3429-36. 2006.
- [3] WIDGEON, S.J., SEN, S., MERA, G., IONESCU, E., RIEDEL, R., NAVROTSKY, A. Chem. Mater., 22, 6221-6228. 2010.
- [4] WISE, D.L., WNEK, G.E., TRANTOLO, D.J., COOPER, T.M., GRESSER, J.D. (Eds.) Hybrid materials/sol-gel synthesis (Cap. 12). In: Photonic Polymer Systems: Fundamentals: Methods, and Applications. CRC Press. 444-447. 1998.

Propriedades ópticas e elétricas de filmes finos de óxido de grafeno recozidos com nitrogênio

Marina Sparvoli¹, José F. Monteiro¹, Rodrigo H. Ideyama¹, Mauro F. P. Silva²

¹Universidade Federal do ABC, ABC, Santo André – SP, Brasil

²Universidade de São Paulo, Escola Politécnica, São Paulo, Brasil

O grafeno é uma forma de carbono, uma folha com uma espessura de vários átomos que constituem uma estrutura bidimensional. Ele pode ser moldado sob a forma de um tubo, que recebe o nome de nanotubo de carbono. Quando manipulado de modo a formar uma esfera, o fulereno é obtido. Ao longo dos anos, o silício tem sido utilizada como a base para os dispositivos eletrônicos, no entanto, o grafeno pode vir a substituí-lo [1,2].

É um material leve, muito forte, quase transparente e bom condutor de eletricidade e calor. A sua estrutura é composta por átomos de carbono sp² ligados firmemente em uma rede bidimensional, formando uma folha plana. Seus derivados, como o óxido de grafeno (GO) e óxido de grafeno reduzido (rGO) são as soluções ideais para o desenvolvimento de estruturas à base de grafeno para várias aplicações [3].

Até agora, tem sido relatado métodos diferentes para a síntese de grafeno. Entre eles, o método de esfoliação química tem sido considerado a técnica mais atraente para a produção em grande escala e de baixo custo para o grafeno (GO) e óxido de grafeno reduzido (rGO)[2].

Este estudo foi o resultado de uma série de pesquisas relacionadas ao óxido de grafeno reduzido (rGO) e suas propriedades, com metas para melhorar as suas aplicações. A limpeza foi realizada em quatro amostras de vidro e silício, com ácido sulfúrico e peróxido de hidrogênio, seguida pela deposição de filmes finos por Dip Coating, onde foram formadas seis camadas (55 nm); os filmes foram reduzidos (rGO) com ácido bromídrico a 200 °C e, subsequentemente, o processo de recozimento com nitrogênio foi realizado a 200 °C. As amostras rGO, e rGO recozido a 200 °C foram caracterizadas quanto a suas propriedades ópticas, elétricas e mecânicas através de técnicas como microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia por UV/Vis, efeito Hall e análise de corrente em função de tensão (IxV).

Agradecimentos: Ao Prof. Dr. Daniel Z. Florio pelo apoio técnico e à FAPESP e CNPq pelo apoio financeiro.

Referências:

- [1] S. Szunerits, N. Maalouli, E. Wijaya, J. Vilcot, R. Boukherroub. “Recent advances in the development of graphene-based surface plasmon resonance (SPR) interfaces”. *Anal Bioanal Chem*, 2013, 1435–1443.
- [2] Ruan, M.; Hu, Y. et al. “Epitaxial graphene on silicone carbide: introduction to structured graphene”, *MRS Bulletin*, v.37, 2012.
- [3] Nyakiti, L. O.; Wheeler, V. D. et al. “Enabling graphene-based Technologies: toward wafer-scale production of epitaxial graphene”, *MRS Bulletin*, v.37, 2012.

Influência do método de preparação do nanocompósito de nanolâminas de grafeno com polietileno de ultra alto peso molecular (NG/PEUAPM) nas propriedades térmicas e mecânicas

Maria Edvânia A. Lima¹, Fabiana de C. Fim¹

¹ Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa-PB, Brasil

Polietileno de ultra alto peso molecular (PEUAPM) possui muitas propriedades únicas, incluindo a resistência à abrasão que é maior do que quaisquer outros materiais termoplásticos conhecidos, a maior resistência ao impacto de todos os materiais poliméricos mesmo em temperaturas criogênicas, boa resistência à corrosão e um baixo coeficiente de atrito superficial [1]. Uma aplicação, que é de interesse particular, é a utilização de PEUAPM em implantes médicos, tais como articulações artificiais [2]. No entanto, a melhoria de desgaste, e as propriedades térmicas do PEUAPM poderia estender suas aplicações. Naturalmente, a estratégia mais frequente para melhorar estas propriedades é a adição de nanopartículas inorgânicas para produzir nanocompósitos orgânico-inorgânico [3]. Entre as nanopartículas, o grafeno tem atraído muito interesse devido às suas propriedades mecânicas, térmicas e elétricas. O peso molecular extremamente elevado do PEUAPM proporciona a esse polímero uma viscosidade no estado fundido tão alta que seu índice de fluidez, medido a 190 °C se aproxima de zero. Assim, não é possível processá-lo por métodos convencionais de injeção, sopro ou extrusão. O método empregado é o de moldagem por compressão ou variações dele como prensagem.

Portanto, esse trabalho apresenta diferentes procedimentos para a preparação de nanocompósitos de nanolâminas de grafeno/polietileno de ultra alto peso molecular (NG/PEUAPM) e investiga a influência desses procedimentos nas propriedades térmicas e mecânicas dos nanocompósitos.

As nanolâminas de grafeno foram obtidas a partir da grafite Micrograf HC11 após 8h em banho de ultrassom em solução alcoólica 70% e posterior secagem a 110°C por 24h. As NG foram adicionadas ao polímero em percentuais de 0,5, 1,0 e 1,5%.

Os procedimentos utilizados para a preparação dos nanocompósitos foram de dois tipos:

- 1- mistura dos pós durante 2h em um misturador com velocidade de 8 rpm e posterior moldagem por compressão à quente na temperatura de 200°C.
- 2- mistura dos pós e adição em um moinho de bolas com velocidade de 8 rpm e moldagem por compressão à quente na temperatura de 200°C.

Os nanocompósitos foram caracterizados por um conjunto de técnicas complementares como MEV (microscopia eletrônica de varredura), DRX (difração de raios-X), TGA (análise termogravimétrica), DSC (calorimetria exploratório de varredura), ensaio de tração, ensaio de dureza e ensaio de flexão em três pontos.

Agradecimentos: À Nacional de Grafite Ltda pelo fornecimento de grafite.

Referências:

- [1] MC Galetz, T Bla, H Ruckdäschel, JKW Sandler, V Altstädt, U Glatzel. J Appl Polym Sci, Vol. 104, pp. 4173-4181, 2007.
- [2] SM Kurtz. UHMWPE Biomaterials Handbook, 2ª ed. Canadá: Academic Press, 2009.
- [3] M Shafiee, A Ramazani. Int J Polym Mat Polym Biomat, Vol. 63, pp. 815-819, 2014.

Nanocompósitos poliméricos preparados com quitosanas de diferentes massas molares: efeito de MWCNTs oxidados nas propriedades mecânicas

Sandra A. Alexandre, Fabiano V. Pereira, Rodrigo L. Lavall

Universidade Federal de Minas, Belo Horizonte, Brasil

De modo geral, todos os polímeros são capazes de formarem filmes. Porém, alguns polímeros como a quitosana, produzem em geral filmes quebradiços e pouco flexíveis. Por isso, é comum o uso de aditivos que atuem como plastificantes [1]. Diferentes compostos são utilizados para esse fim. Recentemente, estudos têm mostrado que materiais nanoestruturados, em determinadas concentrações e bem dispersos nas matrizes, podem melhorar a capacidade de alongação de materiais poliméricos[2]. Assim, o presente estudo visou avaliar o efeito da inserção de nanotubos de carbono modificados com grupos oxigenados (na presença de glicerol) nas propriedades de nanocompósitos poliméricos fabricados com duas quitosanas de diferentes massa molares.

Diferentes concentrações de MWCNT-COOHs ($L=1,9\ \mu\text{m}$ e $D=17\pm 2\ \text{nm}$) foram dispersas, com auxílio de ultrassom, em soluções poliméricas preparadas com as quitosanas das marcas Sigma-Aldrich ($MM=3.7\times 10^5\ \text{g mol}^{-1}$ e $GD=69\%$) e Polymar ($MM=3.3\times 10^4\ \text{g mol}^{-1}$ e $GD=75\%$), ambas contendo 10% (m/m) de glicerol. Os filmes dos nanocompósitos, obtidos por *casting*, foram avaliados por microscopias (MEV e MET) e por ensaio de tração (ASTM DD8, 08 corpos de prova ($5\times 2\text{cm}^2$) para cada concentração). Na Figura 1 são mostrados os resultados para a deformação percentual na ruptura.

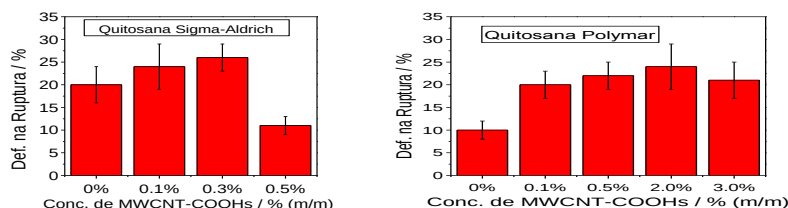


Fig.1 – Valores de deformação na ruptura para nanocompositos preparados pela adição de glicerol e diferentes concentrações de MWCNT-COOHs nas matrizes de quitosana.

As imagens de microscopia mostraram que os nanotubos (MWCNTs) estão bem dispersos em ambas as matrizes, sendo possível inclusive observar alguns individualizados recobertos pelas mesmas. Os resultados mecânicos mostraram que os MWCNTs (nas concentrações utilizadas) originaram aumentos modestos nas propriedades como módulo de elasticidade e tensão na ruptura. No entanto, eles afetaram significativamente a deformação na ruptura (Fig. 1), sendo esse efeito dependente da concentração da nanocarga. Pode-se inferir que os MWCNTs estão localizados entre as cadeias poliméricas, aumentando a distância entre elas, e como consequência, facilitando a mobilidade molecular. Porém, em concentrações mais altas, ocorre comprometimento na capacidade de alongação tornando o material polimérico mais quebradiço (efeito mais pronunciado na matriz de maior massa molar).

Os MWCNT-COOHs com as dimensões especificadas neste trabalho, aumentaram a deformação na ruptura nos nanocompósitos produzidos. Esse efeito é dependente da concentração da nanocarga e é mais pronunciado na matriz de quitosana de menor massa molar.

Agradecimentos: À FAPEMIG (APQ-02273-14), INCT e Rede Mineira de Química.

Referências:

- [1] LP Autor1. Carbohydr. Polym, Vol. 93, p.p. 339-346, 2013.
- [2] XC Autor2, YC Autor3, PR Autor4. Appl. Polym. Sci, Vol.106, p.p.143-1437, 2007.

Propriedades sonocatalíticas de nanocompósitos TiO₂-carbono

Evelyn A. N. Simonetti, Beatriz R. C. de Menezes, Wesley Francisco, Filipe V. Ferreira, Luciana S. Cividanes, Gilmar P. Thim

Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos - SP - Brasil

Este trabalho consiste na avaliação dos nanocompósitos formado por TiO₂-nanotubos de carbono (NTC) e TiO₂-carbono (resorcinol/formaldeído) na sonocatálise e adsorção do azul de metileno. A síntese de TiO₂ foi realizada através do método sol-gel usando como fonte de titânio o isopróxido de titânio (Ti(OPr)₄), além de ácido acético e etilenoglicol como meio dispersante. A adição de diferentes quantidades de nanotubos de carbono ao TiO₂ foi realizada durante a fase sol seguido por 1 hora de sonificação. O material obtido foi seco a 110 °C em seguida calcinado a 400 °C por 2 horas. Os nanotubos incorporados a matriz TiO₂ foram: 1) nanotubos de carbono sem purificação e sem funcionalização, 2) funcionalizados com tratamento ácido (H₂SO₄/HNO₃). 3) funcionalizados com tratamento básico (etilenodiamina). A obtenção do material de carbono foi baseada na metodologia resorcinol/formaldeído, a adição de diferentes quantidades carbono ao TiO₂ também foi realizada durante a fase sol seguido por 1 hora de sonificação. O compósito obtido foi seco a 110 °C e calcinado a 400 °C em atmosfera inerte. Os materiais obtidos foram caracterizados pelas técnicas de FT-IR, Raman, MEV, MEV-FEG e DRX. As amostras preparadas foram avaliadas na sonocatálise e adsorção do azul de metileno em solução aquosa em diferentes tempos de reação. A concentração de azul de metileno foi determinada por meio de um espectrofotômetro UV-Vis no comprimento de onda previamente definido. A Figura 1 mostra a evolução dos processos de adsorção e sonodegradação em função do tempo em função da concentração de CNTs e a comparação entre a extensão destes processos no periodo de tempo avaliado. Foi observado que o processo de adsorção desempenha um importante papel para alcançar elevados índices de degradação. Entretanto, o processo de sonocatálise diminui quando o processo de adsorção é muito intenso. A amostra com 2% de CNT apresentou a maior eficiência no processo de sonocatálise, mostrando que a presença dos CNTs torna o processo de sonocatálise mais intenso que as amostras de TiO₂ puro e sem catalisador.

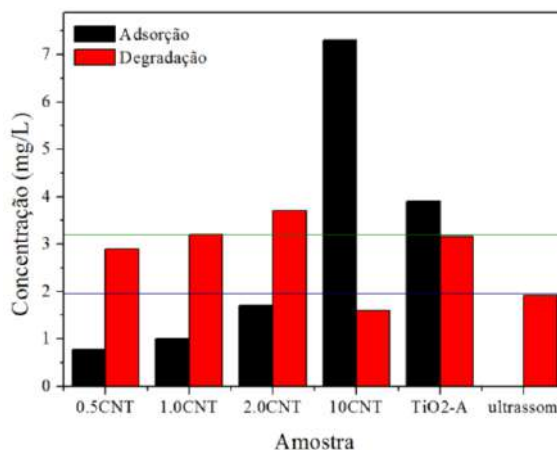


Figura 1. Comparação dos processos de adsorção e sonodegradação.

Agradecimentos: FAPESP, CNPq, CAPES

Investigação da condutividade térmica de materiais porosos e sua aplicação em grafites especiais

Priscilla Sieira¹, Luiz Depine de Castro¹

¹ Centro Tecnológico do Exército, Rio de Janeiro-RJ, Brasil

O uso de grafites em aplicações de elevadas temperaturas ou de condução de calor motivaram uma série de estudos em propriedades térmicas. Sabe-se que a condutividade térmica da grafite é uma função da mobilidade dos phonons, que é fortemente influenciada pelos defeitos como interstícios e vacâncias no cristal [1]. No entanto, para grafites artificiais de baixa densidade, a porosidade é o fator de maior efeito na condutividade térmica [2].

A transferência de calor ao longo dos poros em uma peça de grafite pode ser feita através de condução, radiação e convecção. Por isso, a condutividade térmica é um fator não somente dos volumes dos poros, mas também do tamanho, formato, orientação e também emissividade dos mesmos [2]. A relação entre porosidade e condutividade térmica da grafite foi objeto de vários estudos. Loeb [3] foi o primeiro a publicar uma equação relacionando as duas grandezas para materiais porosos. Em seguida, Kingery e Francl [4] provaram que a relação de Loeb era válida para grafites até temperaturas de 500°C. No entanto, ainda nenhuma relação foi obtida para grafites experimentais com precursores alternativos.

O objetivo deste estudo é obter uma correlação entre a condutividade térmica e a porosidade para peças de grafite produzidas com coque de petróleo e piche de alcatrão ou piche de petróleo e comparar as curvas desses dois tipos de grafite. A condutividade térmica foi realizada em peças de 10mm x 10mm x 3mm pelo método LFA em temperatura ambiente. Os resultados de porosidade foram obtidos por porosímetro de mercúrio.

Agradecimentos: Ao Centro Tecnológico do Exército e à Petrobras.

Referências:

- [1] R. Taylor. Philosophical Magazine, Vol. 13, pp. 157-166, 1966.
- [2] H. Matsuo. Journal of Nuclear Materials, Vol. 89, pp. 09-12, 1980.
- [3] A.L. Loeb. Journal of American Ceramic Society, Vol. 37, pp. 96-99, 1954.
- [4] W. D. Kingery, J. Francl. Journal of American Ceramic Society, Vol. 37, pp. 99-107, 1954.

Caracterização microestrutural de compósitos de fibra de carbono e matriz fenólica submetidos a condições controladas de degradação térmica

C. F. A. Von Dollinger⁽¹⁾, Williane O. Souza⁽¹⁾, L. C. Pardini⁽¹⁾

⁽¹⁾DCTA-ITA/IAE-AMR, , *Christian.dcta@gmail.com*

Os materiais compósitos constituídos por uma matriz de resina fenólica reforçados com fibras de carbono foram desenvolvidos para aplicações que demandam elevada resistência mecânica e módulo de elasticidade, aliados a uma baixa massa específica. Essas características tornam essa classe de materiais de especial interesse em aplicações aeroespaciais e de defesa. Entretanto, em condições de temperaturas elevadas e atmosfera oxidante, esses compósitos sofrem alterações microestruturais significativas, principalmente associadas ao surgimento de microtrincas e porosidade. No presente trabalho a degradação térmica de compósitos C-C foi avaliada por meio de microscopia óptica conjugada com análise de imagens. Amostras de dois materiais compósitos, com diferentes tramas, foram preparadas e mantidas no forno, em faixas de temperatura variando de 200 °C a 1000 °C, sendo que após ser atingido o patamar de temperatura desejado, procedeu-se um lento resfriamento no forno. Corpos de prova foram preparados para cada temperatura de ensaio, seguindo a prática metalográfica convencional recomendada pela norma ASTM E6. Após preparação, os corpos de prova foram examinados por microscopia óptica e análise de imagens. Foram obtidas imagens de 5 campos diferentes de cada amostra. Por meio de aplicação de técnicas segmentação, os poros foram discretizados e sua fração volumétrica medida. As faixas de degradação apresentaram uma boa concordância com medidas de perda de massa em ensaio termogravimétrico.

Referências:

- [1] L.H. Baekeland. Synthesis, constitution and uses of bakelite. Industrial and Engineering Chemistry, v. 1, n. 3, 149-161, 1909.
- [2] A. Knop, L. A. Pilato. Phenolic resins. Springer-Verlag, Berlin, 1985.
- [3] A. Knop, W. Sheib. Chemistry and application of phenolic resins. Springer-Verlag, Berlin. 1979.
- [4] ASTM E3. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. 2011
- [5] Herbert Mucha, Young-Eun Kim, Bernhard Wielage. Approaches to reveal porosity in Phenolic Resin derived CFRP and C/C Composites, ICCM16, 2007, Kyoto/Japan
- [6] Christian F.A. Von Dollinger , Williane O.Souza, L. C. Pardini, 2nd BRAZILIAN Conference on composite materials – BCCM2 São José dos Campos-SP . 15-18 Setembro de 2014

Influência da preparação de amostras na medição de resistência à tração de monofilamentos

Fabio Franceschi¹, Luiz D. Castro¹

¹ Centro Tecnológico do Exército, Rio de Janeiro, Brasil

O uso das fibras de carbono vem aumentando desde a década de 1990. Hoje a relação resistência mecânica / preço tem sido alvo de intenso trabalho tecnológico [1], a fim de atender as especificações impostas pela indústria automotiva. A resistência mecânica das fibras de carbono é o fator mais influente na caracterização mecânica dos materiais compósitos, o que torna sua correta medição essencial [2-3].

A caracterização mecânica de monofilamentos de carbono apresenta grande variabilidade e elevada dependência com o tamanho da amostra. De acordo com a teoria do elo mais fraco, a distribuição de defeitos críticos controlará o mecanismo de fratura.

O objetivo deste trabalho é obter um método de medição confiável para monofilamentos de carbono através da avaliação de diferentes configurações de preparação de amostras para o ensaio de tração.

Para este trabalho foram utilizados três diferentes tipos de fibras de carbono comerciais (Hexcel AS4-GP, Toray T300 e Cytec P25) e dois diferentes tipos de adesivos (Katiobond AD640 (DELO) e Ultra Light-Weld 3193 (DYMAX)).

Os ensaios mecânicos foram conduzidos num equipamento LEX-820 (Dia-Stron), utilizando-se um método adaptado da norma ASTM C1557.

Foram avaliadas as seguintes propriedades: resistência mecânica à tração, deformação e o módulo de Weibull.

Tab.1 – Quadro resumo dos resultados obtidos pelos ensaios mecânicos.

		Catálogo	DELO AD 640	DYMAX 3193
CYTEC P25	Resistência à Tração (MPa)	1.380	1.660 ± 215	1.367 ± 236
	Deformação (%)	0,9	1,2 ± 0,1	1,1 ± 0,2
HEXCEL AS4	Resistência à Tração (MPa)	4.280	3.901 ± 568	3.839 ± 477
	Deformação (%)	1,87	2.07 ± 0.32	1,93 ± 0,29
TORAY T300	Resistência à Tração (MPa)	3.530	3.570 ± 595	3.515 ± 591
	Deformação (%)	1,5	1,7 ± 0,3	1,7 ± 0,3

O método avaliado mostrou-se consistente (equipamento e adesivos) e os resultados obtidos mostraram-se bastante próximos aos dados disponíveis nos catálogos dos fabricantes.

Agradecimentos: Centro Tecnológico do Exército e Petrobras.

Referências:

1. Walsh, P. J.. "Carbon Fibers". ASM Handbook, Vol.21, p.35-40, 2001.
2. Montes-Morán, M. A., Gauthier, W., Martinez-Alonso, A., Tascón, J. M. D. Carbon, Vol.42, p.127-1278, 2004.
3. Tagawa, T., Miyata, T. Materials Science and Engineering, Vol.A238, p.336-342, 1993.

Importance of lignin in the formulation of blend PAN/lignin

Kátia S. D. Nunes¹, Luiz C. Pardini², Nilton P. Alves³

¹Technological Institute of Aeronautics - ITA, Praça Marechal Eduardo Gomes, 50 - Vila das Acácias, São José dos Campos, Brazil.

²General - Command Aerospace Technology - CTA, Aerospace and Aeronautical Institute - IAE.

³Quimlab Produtos de Química Fina Ltda.

^{1*}(kdamacen@hotmail.com)

Biomass is an important feedstock for the renewable production of fuels, chemicals, and energy [1]. Most of the carbon fiber used in aerospace industries are produced from polyacrylonitrile (PAN) which is currently too expensive for large-scale use in transportation except in military aircraft [2]. There is growing interest in the development of new carbon materials produced directly from plant materials to make carbon composites [3]. Recently, the kraft lignin have shown is a suitable precursor for carbon fibers [4]. Kraft lignin is an important chemical waste resulting from the cellulose-pulp industry. The conversion of lignin fibers into carbon fibers resulted in improved mechanical properties. Therefore, depending on the polymer being blended with lignin, the necessity of the thermo stabilization stage will vary [2]. The first results are in Instrumental techniques, such as Fourier transform infrared (FT-IR).

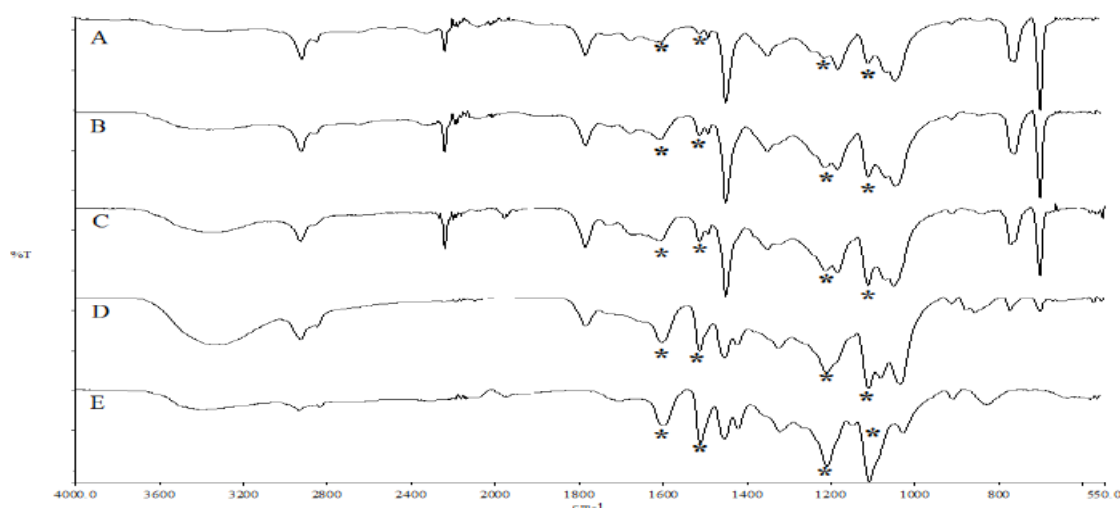


Figure 1: FT-IR / UATR (120N) spectrum of blend PAN / lignin in proportions with 5% lignin (A), 10% lignin (B), 15%lignin (C), 20% lignin (D) and 100% lignin (E).

Differences were observed when compare spectrum E (100% lignin), with others spectrums (A, B, C and D). When comparing all spectrums it is possible to see the increase absorption (*) of 1601cm^{-1} (ν C-C), 1516 cm^{-1} (aromatic ring), 1211 cm^{-1} (ν C=O) and 1111 cm^{-1} to (ν C-O), related of lignin in blend PAN / lignin.

Referências:

- [1] Zakzeski, J.; et al; Chem. Rev. 110, 3552-3599 (2010) DOI: 10.102/cr900354u.
- [2] Nunes, K.S.D.; Pardini, L.C.; Alves, N. P. 2nd Brazilian Conference on Composite Materials - BCCM2, september 15-18, 2014.
- [3] Xie, X.; et al.; Bioresource Technology, 100, (2009) 1797-1802.
- [4] Braun, J.L. Carbon. 43 (2005) 385-394.

Influência da tração na formação da porosidade em fibras de carbono ativada a partir de fibra PAN têxtil

Jossano S. Marcuzzo^{1,2}, Gisele A. Labat³, Miguel Amaral², Heide Heloíse Bernardi^{1,4}, Nedinei G. Ferreira² e Mauricio R. Baldan²

¹ FATEC - Faculdade de Tecnologia de São Paulo, São Jose dos Campos, Brasil.

² INPE - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São Jose dos Campos, Brasil.

³ USP - Universidade do Estado de São Paulo, São Paulo, Brasil.

⁴ CNPEM/LNNano - Laboratório Nacional de Nanotecnologia, Campinas, Brasil.

Fibras de polioacrilonitrila (PAN) de origem têxtil tem sido estudada como matéria prima para a produção de fibras de carbono ativada (FCA) [1]. Ao contrário das fibras PAN precursoras de fibras de carbono de alto módulo, a PAN têxtil é barata e pode ser convertida em fibra de carbono de baixo módulo e em sua versão ativada [1].

A fibra PAN têxtil, para ser convertida em FCA, percorre um processo de produção semelhante a da fibra de carbono de aplicação aeronáutica, porém pode receber ao final, uma etapa de oxidação térmica que é responsável pela ativação física, gerando assim poros.

Durante todo o processo o cabo é mantido tracionado, sendo a força de tração uma variável importante. Este trabalho apresenta o estudo da variação da força de tração, na etapa de carbonização/ativação, e sua influência como parâmetro na geração de poros.

Para o estudo foi utilizado um cabo de fibra PAN têxtil oxidada de 5.0 dtex e com aproximadamente 10 mil filamentos. Foram determinadas 5 forças de tração, no qual uma representa a força zero e no outro extremo a força máxima admissível antes do rompimento. Entre estes dois extremos, foram escolhidas 3 forças de tração intermediárias. As amostras foram carbonizadas a 900°C em argônio e ativadas fisicamente a 1000°C em CO₂. A caracterização foi feita por adsorção gasosa de N₂ e CO₂, Raman, Raios X e MEV.

Nas Figuras 1 e 2 são apresentadas as isotermas de N₂ e CO₂, respectivamente. Os resultados mostram que o processo de ativação é dependente da força aplicada ao cabo durante o processo de carbonização/ativação. Observa-se que as amostras possuem características microporosas e que existe uma força de tração (tração 1) que favorece a formação de poros.

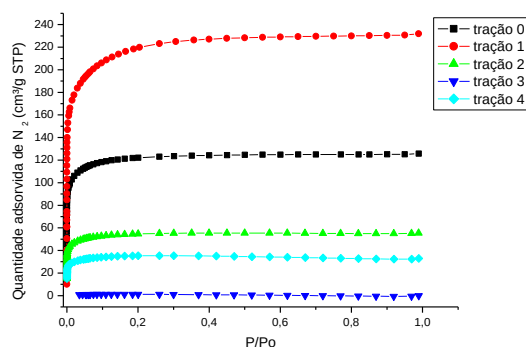


Figura 1 - Isoterma de N₂.

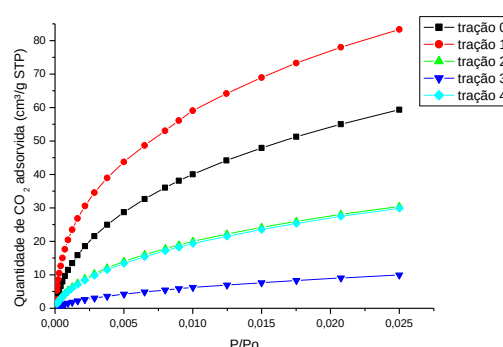


Figura 2 - Isoterma de CO₂.

Agradecimentos: A FAPESP projeto PIPE fase I 12/51087-6. Este trabalho teve o suporte do CNPEM/LNNano pela proposta Quanta-14850

Referências:

[1] Marcuzzo, J.S.; Otani, C.; Polidoro, H.A.; Otani, S. *Mat.Research*. v.16, p. 136-144, 2012.

Avaliação de piches de petróleo como ligantes em materiais de carbono

Maria H. Pereira¹, Luiz D. de Castro¹, Carlos H. Dutra¹, Wladimir Ferraz²

¹ Centro Tecnológico do Exército, Rio de Janeiro, Brasil, ²CENPES/PETROBRAS, Rio de Janeiro, Brasil

A produção de artefatos moldados de carbono de alta qualidade para a indústria de alumínio, eletrodos de grafite e grafites especiais depende, em primeiro lugar, de uma boa compactação do aglomerado (coque de petróleo) e de sua interação com o material ligante. Esta interação entre aglomerado/ligante exerce uma grande influência nas propriedades mecânicas, térmicas e elétricas dos produtos finais. Como o ligante deve cobrir as partículas de coque e preencher a porosidade aberta, as características reológicas do ligante se tornam críticas à medida que o tamanho de partícula do coque diminui. O material ligante tradicional, o piche de alcatrão, vem sofrendo diversas restrições do ponto de vista ambiental e de saúde ocupacional, devido à evolução de substâncias nocivas durante seu processamento. Ainda, esforços têm sido feitos para a substituição deste material por ligantes alternativos. O material mais promissor é o piche de petróleo, que vem sendo utilizado em blendas com piche de alcatrão [1,2] ou com aditivos como coques [3], negros de fumo [4] ou modificadores de viscosidade [5] para o ajuste do ponto de amolecimento e dos teores de insolúveis. Neste trabalho, piches de petróleo foram avaliados como ligante e comparados com um piche de alcatrão comercial. Os piches foram misturados com coque de petróleo e as peças moldadas foram submetidas a tratamentos térmicos, produzindo-se peças de carbono amorfo e grafite. Foram feitos ensaios de resistência à compressão, DRX, condutividades elétrica e térmica, CTE e de porosimetria.

Os resultados preliminares (Tab 1) mostraram valores semelhantes para as densidades e resistências à compressão das peças produzidas com os piches de diferentes precursores, destacando o potencial do piche de petróleo produzido para o uso como ligante em materiais moldados de carbono. A microscopia óptica, entretanto, mostrou as diferenças entre as distribuições de tamanhos de poros das peças confeccionadas.

Tab.1 – Quadro resumo dos resultados obtidos.

Bateladas	Ligante ^a	Densidade peças cozidas (g/cm ³)	Resistência peças cozidas ^b (MPa)	Densidade peças grafitizadas (g/cm ³)
MF 01	A alto	1,53±0,03	43,99±11,22	1,53±0,03
MF 02	A baixo	1,59±0,01	59,80±5,95	1,61±0,02
MF 03	PP alto	1,49±0,01	46,50±4,37	1,49±0,02
MF 04	PP baixo	1,55±0,02	45,17±7,78	1,52±0,04

a – tipo e teor de ligante utilizado A=alcatrão, PP=petróleo

b – Resistência à compressão ASTM C539

Agradecimentos: Centro Tecnológico do Exército e Petrobras.

Referências:

- [1] US 7,066,997 - Coal tar and hydrocarbon mixture pitch and the preparation and use thereof, 2006
- [2] EP 1130077 A2 - Highly aromatic petroleum pitches, their preparation and use in the manufacture of electrodes, 2001
- [3] US 4,959,139 - Binder pitch and method of preparation, 1989
- [4] US 4,961,837 - Process for the production of petroleum tar pitch for use as a binder in the production of electrodes, 1998
- [5] US 6,827,841 - Low viscosity, high carbon yield pitch product, 2004

Determinação do tamanho de cristalito L_a do endocarpo de babaçu tratado termicamente por espectroscopia Raman

Enrique R. Yapuchura, Francisco G. Emmerich, Jair C.C. Freitas, Alfredo G. Cunha

Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória-ES, Brasil

Este trabalho trata da caracterização por espectroscopia Raman do endocarpo do coco de babaçu (biomassa nativa do nordeste e centro de Brasil) submetido a temperaturas de tratamento térmico (TTT) entre 800 e 2200 °C com intervalos de 200 °C [1]. Durante o processo de carbonização, que envolve o tratamento térmico das amostras em atmosfera inerte, produzem-se grandes mudanças estruturais no material carbonoso estudado, que é do tipo não-grafitizável. Os espectros Raman de todas as amostras do carvão de endocarpo de babaçu apresentam as bandas D e G características dos materiais carbonosos.

As medidas dos valores de L_a tamanho médio dos cristalitos na direção dos planos do tipo grafeno obtidas com difração de raios-X [2] foram utilizadas para verificar a relação linear desenvolvida para nanografites [3] entre L_a e o inverso da razão entre as intensidades integradas das bandas Raman D e G (I_D/I_G) levando em conta a energia de excitação laser. Observou-se que a dependência de L_a com a energia de excitação laser, foi fundamental para colocar as medidas Raman obtidas a diferentes energias laser sobre a mesma curva. Entretanto, a reta de $(I_D/I_G)E_L^4$ em função de $1/L_a$ com melhor coeficiente de correlação para o endocarpo de babaçu tratado termicamente não passa pela origem como nos nanografites [3]. Nossos resultados indicam que para materiais carbonosos não-grafíticos como o endocarpo de babaçu tratado termicamente, a expressão requer a adição de um termo constante (de um coeficiente linear) negativo na reta de $(I_D/I_G)E_L^4$ em função de $1/L_a$. A equação obtida foi: $(I_D/I_G)E_L^4 = 388(1/L_a) - 35,2$, onde E_L é medido em [eV] e L_a em [nm]. A comparação dos valores do tamanho de cristalito obtidos por difração de raios X e espectroscopia Raman são mostrados na tabela 1.

Tabela 1 – Valores do tamanho de cristalito L_a obtidos por XRD [2] e espectroscopia Raman com dois valores diferentes de E_L para o carvão de endocarpo de babaçu com TTT de 800 até 2200 °C.

TTT (°C)	L_a - XRD (nm)	L_a - Raman ($E_L = 1,96$ eV) (nm)	L_a - Raman ($E_L = 2,33$ eV) (nm)
800	3,0	3,2	3,0
1000	3,3	3,4	3,3
1200	3,9	3,5	3,7
1400	4,0	4,2	3,8
1600	4,2	4,5	3,8
1800	4,6	4,8	4,3
2000	5,3	5,3	5,9
2200	5,6	5,8	5,8

Agradecimentos: FAPES e CAPES.

Referências:

- [1] Yapuchura E.R. Caracterização por espectroscopia Raman do endocarpo de babaçu tratado termicamente, Universidade Federal do Espírito Santo, Brasil, Dissertação de Mestrado, (2014).
- [2] Emmerich F.G., de Sousa J.C., Torriani I.L., Luengo C.A. Carbon, vol 25, p. 417–424 (1987).
- [3] Cançado L.G., Takai K., Enoki T., Endo M., Kim Y.A., Mizusaki H., Jorio A., Coelho L.N., Magalhães-Paniago R., Pimenta M.A. Appl Phys Lett, vol 88, p. 163106–8 (2006).

Microusinagem de carbono vítreo a laser pulsado

Alexandre Aumiller¹, Fábio D. Origo², Alvaro J. Damiao², Nicolau A. S. Rodrigues²

1 Universidade Federal de São Paulo, R. Talim, 330, São José dos Campos, SP, CEP 12231-280, Brasil.

2 Divisão de Fotônica, Instituto de Estudos Avançados /DCTA, Trevo Coronel Aviador José Alberto Albano do Amarante, 1, São José dos Campos, SP, CEP 12228-001, Brasil.

O carbono vítreo monolítico [1] - CVM - tem sido aplicado para a produção de diversas microestruturas devido às propriedades desse material como condução de eletricidade, resistência a altas temperaturas, biocompatibilidade e baixa reatividade química. Microestruturas de carbono vítreo foram propostas para diferentes aplicações como micropeneira [2], biossensores [3], micromoldes de carbono vítreo [4]. Este trabalho tem como objetivo a produção de microestruturas na superfície de CVM usando laser pulsado para desenvolvimento de padrões periódicos de rugosidade, ou seja, superfícies com rugosidade conhecida para calibrar rugosímetros. São discutidos os mecanismos de formação de microrranhuras a laser pulsado em CVM polido e os parâmetros mais relevantes do processo. As peças de CVM foram produzidas a partir da lenta carbonização de resina furfurílica a 1100°C. O aquecimento local do CVM gerado pelo laser foi empregado para a formação dessas microrranhuras. Foram comparadas fontes de lasers distintas como lasers Nd-Yag 2º Harmônico ($\lambda=532$ nm) e 3º Harmônico ($\lambda=355$ nm) para a produção de ranhuras micrométricas. Além disso, mesas xy com diferentes resoluções espaciais foram usadas para a movimentação das amostras durante a irradiação. Conforme resultados de análise Termogravimétrica, acima de 450°C, ocorre a reação do carbono vítreo com a atmosfera, liberando CO₂, havendo perda de massa e formação das microrranhuras. Foram estudadas a regularidade e a reprodutibilidade das microestruturas obtidas em função da potência do laser, taxa de repetição, e velocidade relativa de movimento da amostra em relação ao foco do laser. No caso das amostras produzidas com laser Nd Yag 3º Harmônico, se empregou velocidade relativa constante entre o laser e a amostra (250 $\mu\text{m/s}$), variando-se a taxa de repetição (80 Hz a 400 Hz) e a potência média do laser (0.01 W até 0.04 W). As amostras irradiadas, conforme Fig. 1, foram caracterizadas por microscopia óptica de campo escuro, medição linear e bidimensional em rugosímetro de alta resolução. As ranhuras obtidas apresentam profundidades na faixa de 1 a 100 micrometros. A largura das ranhuras é da ordem de dezenas de micrometros.

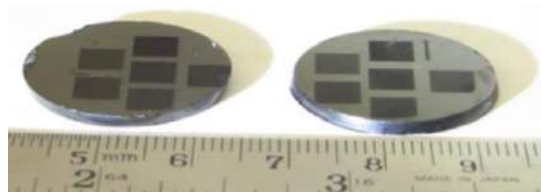


Fig.1 – Amostras de Carbono Vítreo irradiadas a laser.

Agradecimentos: Ao Msc Marcos Valentim pelo polimento das amostras.

Referências:

- [1] J. Zarzycki, Materials Science and Technology – a Comprehensive Treatment – Vol. 9 Glasses and Amorphous Materials, ed. R. W. Cahn, P. Haasen and E. J. Kramer, Weinheim, New York, Basel, Cambridge, 1991.
- [2] O. J. A. Schueller, S. T. Brittain, G. M. Whitesides, Sensors and Actuators, **A72**, p. 125, 1999.
- [3] Y. Xia, G. M. Whitesides, Annu. Rev. Mater. Sci. **1998**:28, p. 153, 1999.
- [4] S. W. Youn, M. Takahshi, H. Goto, R. Maeda, Microelet. Eng. **83**, p. 2482, 2006.

Novos carbonos obtidos a partir da carbonização hidrotérmica de farelo de babaçu

Rubens S. Costa¹, Bartolomeu C. V. Neto¹, Odair P. Ferreira²

¹ Universidade Federal do Piauí, Teresina-PI, Brasil

² Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-CE, Brasil

O farelo de babaçu é obtido pela extração com solvente químico do óleo residual da torta de babaçu, um subproduto gerado na prensagem da amêndoa para remoção do óleo de babaçu. O farelo contém concentrações medianas de proteína bruta e energia, sua composição varia com a origem do fruto e seu processamento [1], podendo, como biomassa, ser empregado na geração de nanoestruturas carbonáceas funcionais e ambientalmente atraentes, através da técnica de carbonização hidrotérmica (HTC). Essa técnica permite a obtenção de um material denso em carbono e energia, chamado de carbono hidrotérmico, gerado por uma série de reações simultâneas que ocorrem no material de partida submetido a condições pré determinadas de reação [2,3].

A síntese do material carbonáceo deu-se pela mistura do farelo de babaçu à água numa proporção de 10% em massa de matéria prima em relação a massa de água. A mistura, agitada por 30 minutos, para homogeneização, foi levada a uma autoclave, e aquecida numa mufla sob temperatura de 120 °C, 160 °C e 180 °C por 48 h. O pH do meio, quando necessário, foi ajustado para 3 e 6 pela adição de H₂SO₄ concentrado.

A Tabela 1 traz o resultado da análise elementar CHNS assim como o teor de cinzas.

Tabela 1: Análise elementar do farelo de babaçu e HTCs obtidos a partir deste.

Amostra	C (%)	H (%)	N (%)	S (%)	(%) Cinzas
Farelo (FC)	46,86	8,46	7,81	0,38	8,25
FC-120/48/3	60,97	12,32	4,67	0,39	4,65
FC-120/48/6	60,83	11,79	4,56	0,36	6,46
FC-160/48/3	60,07	9,41	3,37	0,40	7,67
FC-160/48/6	51,51	6,09	4,27	0,36	7,78
FC-180/48/3	63,75	9,90	4,23	0,33	8,59
FC-180/48/6	58,29	8,10	4,50	0,33	8,78

Os resultados apresentados indicam aumento no teor de carbono nos HTCs em relação ao material de partida, revelando que a técnica de carbonização hidrotérmica promove aumento na densidade carbonácea dos materiais preparados. Entretanto, essa carbonização não cresce significativamente com o aumento da temperatura de síntese, indicando a influência de outros parâmetros como pH, além de tempo de residência. Os carbonos hidrotérmicos também foram caracterizados por TG, MEV e FTIR-ATR que apresentou redução considerável de intensidade na banda em 1645 cm⁻¹, referente a carboxila de ligação peptídica das proteínas presentes no farelo indicando quebra dessas ligações nos HTCs gerados.

O farelo de babaçu se mostrou uma fonte promissora de geração de HTCs funcionalizados de maior densidade carbonácea, agregando valor a este subproduto.

Agradecimentos: CNPq, PRONEX, UFPI e Central analítica da UFC.

Referências:

- [1] BRASIL. Prom. Nac. da Cadeia de Valor do Coco Bab. Min. do Meio Amb., 2009.
- [2] FUNKE, A.; ZIEGLER, F. Biof., Bioprod. and Bioref., v. 4, n. 2, p 160–177, 2010.
- [3] LU, X.; PELLECHIA, P.J.; FLORA, J. R.V.; BERGE, N.D. Biores. Tec., Elsevier Ltd, v. 138, p. 180–190, 2013.

Effect of temperature and time in the carbonization of different parts of babassu (*Orbignya sp*) coconut

Ariane M.¹, Anupama G.¹, Rubens S.¹, Raylanne R.¹, Rafhael C.¹, Odair F.², Bartolomeu C.¹

¹ Universidade Federal do Piauí, Teresina - PI, Brasil

² Universidade Federal do Ceará, Fortaleza - CE, Brasil

Babassu (*Orbignya sp*) coconut, fruit of a very abundant palm tree in North and North-East Brazil, have four usable parts: epicarp (11% of the total fruit mass), mesocarp (23%), endocarp (59%) and kernel (7%),[1] with varying elemental content (C, H, N, O mainly) and chemical composition (cellulose/hemicelluloses/lignin). Although pyrolysis studies of whole babassu coconut have been realized in different temperatures to reveal the energetic aspect [2], we decided to undergo a thorough pyrolysis study of different parts of babassu coconut with varying temperature (100°C–1000°C) and time (30min–180 min) in nitrogen atmosphere with a simple home-built a set-up involving a temperature controlled furnace, quartz tube and alumina boat. The reaction time, temperature, heating rate and starting material are supposed to play the key role affecting percentage yield and physicochemical properties of product.[3] The starting materials and pyrolysis products are being characterized by elemental analysis, IR, Raman Spectroscopy, XRD, SEM and TEM to obtain surface, electronic, morphological and compositional information where as TGA has been planned to do to understand the thermal behavior of the products. Figure 1 shows the IR spectra of pyrolysis products of mesocarp at different temperature and time which reveals information about the surface functional groups. Further, calorific measurements will be carried out with the initial and final products in order to improve the fuel characteristics because the final goal of our work is to explore the possibility of finding a better fuel material from biomass.

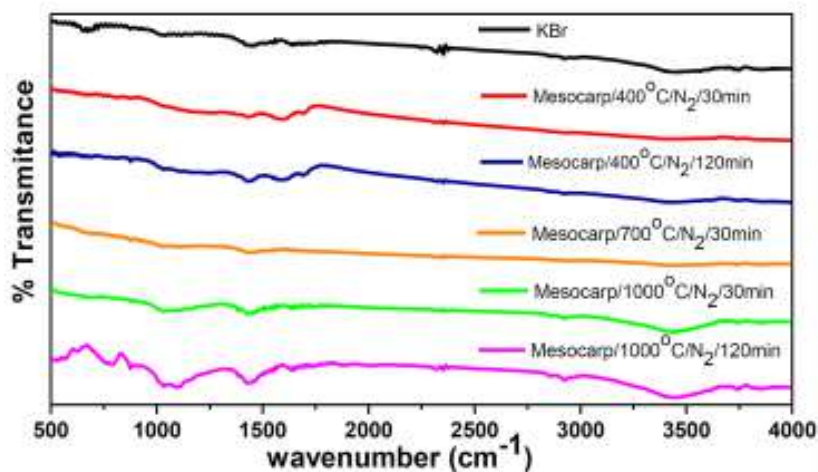


Figure 1: FTIR spectra of mesocarp, carbonized in different temperatures and time.

Acknowledgment: UFPI, UFC, CAPES

References

- [1] M. P. Soler, A. A. Vitali, E. F. Muto, Ciênc. Tecnol. Aliment., 27, 717-722, 2007.
- [2] T. P. Protásio, P. F. Trugilho, S. Mirmehdi, M. G. da Silva, Ciênc. Agrotec., Lavras, 38, 435-444, 2014.
- [3] D. A. Laird, R. C. Brown, J. E. Amonette, J. Lehmann, J. Biofuels Bioprod Biorefining, 3, 547–562, 2009.

Estudo de adsorção de compostos sulfurados em carbonos ativados impregnados com metais para a dessulfuração da gasolina comercial

Josy Eliziane T. Ramos^{1,2}, Luciana L. Gomes¹, Ticiana C. Duarte¹, Diana Cristina S. Azevedo¹ e Célio Loureiro Cavalcante Jr.¹

¹ Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-CE, Brasil

² Universidade Federal Rural do Semiárido, Pau dos Ferros - RN, Brasil

Preocupações acerca da proteção ambiental e a saúde humana têm tido um impacto notável sobre as regulamentações de emissões de gases de veículos. Após políticas semelhantes de agências governamentais em todo o mundo, a Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis (ANP), estabeleceu um calendário para a redução drástica do teor de enxofre no diesel e gasolina para os próximos anos [1].

Hidrodessulfurização (HDS) é o processo industrial empregado neste sentido, no entanto, é um processo caro e, para atingir níveis mais relevantes de dessulfurização, exigiria maior pressão de hidrogênio, acarretando numa saturação de compostos olefínicos, causando uma diminuição no número de octanas da gasolina [2]. Assim, processos adsorptivos para a remoção de componentes sulfurados a baixas concentrações podem ser uma alternativa viável como complemento à unidades de hidrodessulfuração (HDS).

No presente estudo foram preparados materiais carbonosos modificados mediante a impregnação de metais (cobre, prata e paládio) para a remoção de enxofre a partir de soluções sintéticas de benzotiofeno numa concentração de 50 a 400ppm em iso-octano e em amostras de gasolina comercial. A adsorção do benzotiofeno em solução de iso-octano (mistura modelo) foi avaliada através de experimentos em coluna de leito fixo recheada com carbonos ativados com e sem impregnação de metais em três temperaturas distintas: 30, 45 e 60°C.

Curvas de *breakthrough* foram simuladas de acordo com um modelo matemático que considera operação isotérmica, equilíbrio de adsorção não linear, fluxo com dispersão axial e transferência de massa descrita por uma aproximação de força motriz linear (LDF). Os resultados confirmaram a eficiência da utilização dos carbonos ativados em processos de adsorção de compostos sulfurados, principalmente quando se modifica sua superfície com metais.

Em termos de seletividade foi observado um maior valor para este parâmetro nos estudos realizados com o carbono impregnado com paládio. Com relação à reversibilidade do processo foi observado que a quantidade adsorvida foi, em geral, o dobro da quantidade dessorvida quando da passagem de solvente puro sem mudança da temperatura para todos os materiais estudados. O modelo de transporte dispersivo foi empregado para reproduzir o comportamento das curvas *breakthrough* e estimar parâmetros de transferência de massa, utilizando o solver comercial gPROMS [3].

Agradecimentos: Aos orientadores deste estudo, CNPq, PETROBRAS e à Universidade Federal do Ceará

Referências:

[1] Resolução nº 40/2013 ANP, 2013.

[2] TAKAHASHI, A.; YANG, R. T. AIChE J.; 07; 48; 1457 – 1468; 2002.

[3] OH M., PANTELIDES, C.C.. Computers and Chemical Engineering, 20, pp. 611-633, 1996.

Adsorção de H₂S em carvão ativado de casca de babaçu com 5% de cobre

Joziane G. Meneguim¹, Leonardo H. de Oliveira¹, Jailton F. do Nascimento², Wilson M. Grava², Maria Angélica S. D. de Barros¹, Pedro Augusto Arroyo¹

¹ Universidade Estadual de Maringá, Maringá-PR, Brasil

² Centro de Pesquisa e Desenvolvimento (PETROBRAS/CENPES/PDEP), Rio de Janeiro - RJ, Brasil

O H₂S é considerado um dos principais contaminantes do gás natural, do qual deve ser removido devido a restrições ambientais e por causar corrosão nos equipamentos utilizados no transporte de gás [1]. No entanto, a dessulfurização é considerada uma etapa de elevado custo no processamento do gás natural. Este processo tem sido amplamente estudado por diferentes técnicas, e a adsorção tem se mostrado uma técnica importante e promissora [2]. Dentre os materiais estudados, o carvão ativado é um adsorvente comumente utilizado e considerado de baixo custo [3]. Diante deste cenário, o objetivo deste estudo foi avaliar a adsorção de H₂S em carvão de coco de babaçu in natura e impregnado com 5% de Cu (m/m), a 30 °C e pressões de 0,4 a 40 bar, utilizando uma balança de suspensão magnética (Rubotherm). Além disso, foi realizada a caracterização do material estudado pelas técnicas de Boehm, TGA, DRX e sorção de N₂ a 77 K. A quantidade de grupos básicos, obtida pelo experimento de Boehm foi de 0,387 meq/g de carvão in natura, enquanto que os grupos ácidos, relativos a grupos fenólicos, foi de 0,298 meq/g de carvão in natura. A análise térmica do carvão de coco de babaçu in natura indicou uma região de perda de água entre 30 e 150 °C, a degradação dos grupos de oxigênio da superfície do carvão em temperaturas acima de 200 °C, a decomposição dos grupos carboxílicos menos estáveis e dos grupos fenólicos a 400 e 800 °C, respectivamente. [4]. Os resultados obtidos na sorção de N₂ mostraram predominância de microporos com isotermas do tipo I para ambos [5] mas o processo de impregnação de Cu provocou uma diminuição da área específica (de 937 para 757 m²/g), sugerindo o bloqueio parcial de poros devido à deposição de Cu. Após a impregnação, o DRX apresentou picos entre 30 < 2θ < 40, relativos aos padrões JCPDS do CuO e Cu₂O. Os resultados da adsorção de H₂S nos materiais caracterizados indicaram que as isotermas obtidas são semelhantes para ambos materiais, e que a capacidade adsorvida a 40 bar é a mesma (5,6 mmol/g). Porém, quando se considera a área específica, observa-se maior força de interação e maior capacidade de adsorção de H₂S pelo carvão de coco de babaçu impregnado com 5% de Cu (7,4 mmol/m²) do que o carvão sem impregnação (5,9 mmol/m²) a 40 bar. As propriedades superficiais, tais como grupos funcionais, distribuição de tamanho de poros e área específica, afetam significativamente a remoção de H₂S [6,7], indicando que a caracterização destas propriedades é de importância fundamental antes de sua aplicação como adsorvente nos processos de remoção de H₂S no gás natural.

Agradecimentos: À Petrobras.

Referências:

- [1] X Peng, D Cao. AICHE J, vol. 59, pp. 2928-2942, 2013.
- [2] HS Song, MG Park, W Ahn, SN Lim, KB Yi, E Croiset, Z Chen, SC Nam. Chem Eng J, vol. 253, pp. 264-273, 2014.
- [3] S Wang, XL Shi, GQ Shao, XL Duan, H Yang, TG Wang. J Phys Chem Solids, vol. 69, pp. 2396-2400, 2008.
- [4] M Polovina, B Babic, B Kaluderovic, A Dekanski. Carbon, vol.35, pp. 1047-1052, 1997.
- [5] SI Gregg e KSW Sing. Academy Press Inc., 2^a ed, 1982.
- [6] CC Huahg, CH Chen, SM Chu., J. Hazard Mater, vol.36, pp. 866-873, 2006.
- [7] TJ Badosz. Carbon, vol.37, pp.483-491, 1999.

Síntese e caracterização de zeólitas utilizando fontes de silício comercial e natural

Hanna S. Rodrigues¹, Jackieline S. V. Lima², Paulo R. da C. Couceiro¹

¹ Universidade Federal do Amazonas, Manaus-AM, Brasil

² Instituto Nacional de Pesquisa da Amazônia, Manaus-AM, Brasil

As zeólitas são aluminossilicatos cristalinos formados por uma rede tridimensional de SiO_4 e AlO_4^- , conectados entre si por átomos de oxigênio, formando canais e cavidades de tamanho bem definido. Neste aspecto, as zeólitas se enquadram entre os materiais porosos e adsorventes, como os carvões ativados e outros materiais de carbono. As zeólitas podem ser naturais e/ou sintéticas e podem atuar como catalisadores, peneiras moleculares, trocadores iônicos, e principalmente, adsorventes seletivos para misturas moleculares [1]. As zeólitas podem ser sintetizadas por dois processos básicos: (i) a mistura de um *hidrogel* aluminossilicatado seguida de cristalização (ii) a mistura de metacaulinita (produto resultante da calcinação da caulinita) e NaOH seguida de cristalização térmica [2]. Neste trabalho os referidos processos foram empregados com o propósito de sintetizar zeólita A. Para o processo hidrogel utilizou-se aluminossilicatos comercial de alta pureza e o procedimento padrão IZA [3] (amostra ZASG 05) e para o processo metacaulinita,

amostra de solo da região amazônica, previamente tratada química e termicamente a 600 °C/4 h, foi misturada com NaOH e transferida para mufla por 100 °C/24 h (MAO14ZA). As amostras foram caracterizadas pelas técnicas analíticas de Difração de Raios X e Espectroscopia no Infravermelho. A Figura 1 mostra os perfis dos dados de difração de raios

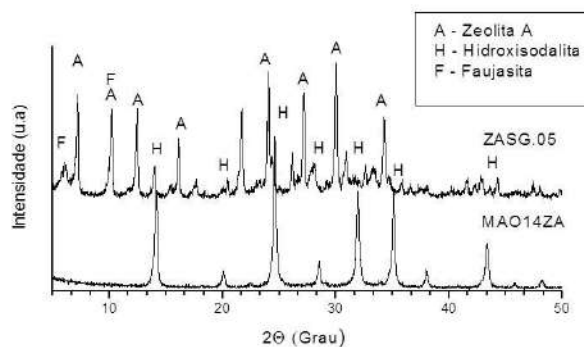


Figura 1. Difratogramas das amostras ZASG.05 e MAO14ZA.

X das amostras que indicam ocorrência de fases cristalinas. Por comparação com base de dados de DRX da IZA [3], a amostra ZASG.05 revelou reflexões típicas de mistura de zeólita A, hidroxissodalita e faujasita; e a amostra MAO14ZA apresentou predominantemente reflexões características de hidroxissodalita. Os espectros de absorção no infravermelho mostraram bandas de absorção em 3478 e 1637 cm^{-1} de deformação angular H-O-H. O material zeolítico foi confirmado pela banda em 1001 cm^{-1} de estiramento assimétrico Si-O, por fim pela banda em 554 cm^{-1} referente à sobreposição das deformações angulares de Si-O-Si, Al-O-Al ou Al-O-Si. Os processos de sínteses visando à obtenção de zeólita A, nesse caso, ainda requerem ajustes de parâmetros como temperatura e tempo para atingir a total cristalização em zeólita A.

Agradecimentos: Ao Laboratório Temático de Microscopia Ótica e Eletrônica - LTMOE/INPA; à Central Analítica da UFAM; e ao Departamento de Geociências da UFAM.

Referências:

- [1] A. Maia, E. Saldanha, R. Angélica, C. Souza, R. Cerâmica, Vol. 53, pp. 319-324, 2007.
- [2] Luz, A. B. Zeólitas: Propriedades e Usos Industriais. Série Tecnologia Mineral, Rio de Janeiro: CETEM, 1995.
- [3] IZA – International Zeolite Association. Disponível em: <http://www.iza-online.org/> Acessado em 10 abril de 2015.

Preparação e caracterização de carvão ativado a partir do resíduo da castanha do Brasil para adsorção de azul de metileno

Rosângela V.L.Duarte, Paulo R. da C. Couceiro

Universidade Federal do Amazonas, Manaus-AM, Brasil

O carvão ativado (CA) é um material de elevado teor de carbono e de grande área superficial que tem diversas aplicações, destacando-se nos processos de adsorção de compostos orgânicos e inorgânicos em ambiente aquático quando poluído. Qualquer material rico em carbono, em princípio, pode servir de matéria-prima para produção de CA [1]. Mas, devido aos elevados custos de produção envolvendo matéria-prima e a ativação física, os resíduos agroindustriais ou extrativistas são materiais alternativos de menor ou nenhum custo agregado que pode ser usado na preparação de carvões seguido de ativação química através de agentes desidratantes ou oxidantes tais como ZnCl_2 , H_3PO_4 , HCl , HNO_3 , H_2SO_4 , KOH e NaOH , resultando em muitos casos na obtenção de CA's com capacidade adsorptiva superiores aos CA's comerciais [2]. No âmbito de sua aplicação, o CA pode ser usado como matriz em compósitos, o que implica em vantagens tecnológica para diversas áreas industriais. Nesse trabalho, a mistura de resíduo do ouriço da castanha do Brasil com cloreto de zinco (1:1 em massas) foi carbonizada a 400°C por 3 h (CAZn4) [3]. A amostra foi caracterizada pelas técnicas analíticas de Difração de Raios X (DRX), Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A análise dos dados de DRX mostra de picos largos característico de fase amorfa de material grafitico. O espectro de FTIR mostra 1615 cm^{-1} de vibração de C=C característico de anel benzênico e 1080 cm^{-1} de banda de C-O de grupos fenólicos, éteres e álcoois interligados a superfície do material. A imagem de MEV da amostra (Figura 1) apresenta superfície porosa formada pelo processo de ativação decorrente da intensa eliminação de voláteis (desobstrução dos poros) nas reações secundárias na estrutura da biomassa submetida ao tempo exposição e temperatura de 400°C . Os poros apresentam dimensões inferiores a $20\text{ }\mu\text{m}$ com tendência a microporos distribuídos na superfície do material com profundidades variadas em consequência da ativação proposta. O referido CA de resíduos de castanha do Brasil, CAZn4, ainda será avaliado a sua capacidade de adsorção frente ao corante azul de metileno em meio aquoso.

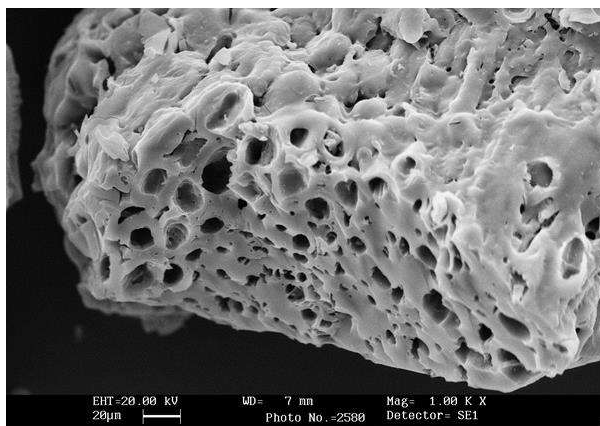


Figura 1. Imagem de MEV da amostra CAZn4.

Agradecimentos: Ao CPRM; Laboratório Temático de Microscopia/INPA e à UFAM

Referências:

- [1]HAMEED, B.H., RAHMAN, A.A. “ Removal of phenol from aqueous solutions by adsorption onto activated carbon prepared from biomass material” *Journal of Hazardous Materials*. 160 (2008) 576-581.
- [2]HU, H., LU, X., WANG, F., HE, J., LI, J. & FAN, M. Activated carbon based selective purification of medical grade NO starting from arc discharge method. *Carbon*, v. 49, p. 2197–2205, 2011.
- [3]AYGÜN, Y. , S.; DUMAN, I., Production of granular activated carbon from fruit stones and nutshells and evaluation of their physical, chemical and adsorption properties, *Microporous and Mesoporous Materials*, 66: 189, 2003.

Adsorção das frações hidrossolúveis da gasolina automotiva em carvão ativado

Carla F.S. Rombaldo¹, Murilo Gustinelli¹, Antonio C.L. Lisboa², Manoel O.A. Mendéz¹,
Aparecido R. Coutinho¹

¹ Universidade Metodista de Piracicaba, Santa Bárbara d'Oeste-SP, Brasil

² Universidade Estadual de Campinas, Campinas-SP, Brasil

Episódios de contaminação envolvendo hidrocarbonetos de petróleo são relatados com bastante frequência, principalmente em função dos também frequentes acidentes envolvendo transporte e estocagem de combustíveis [1]. Dentro deste contexto, destaque deve ser dado aos hidrocarbonetos aromáticos como benzeno, tolueno, etilbenzeno e xilenos (BTEX), espécies de reconhecida toxicidade. No Brasil existem aproximadamente 40 mil postos de combustíveis, deste total, 42% estão localizados no Sudeste, sendo que a maioria foi construída na década de 70. Com uma média de vida útil de 25 anos para tanques subterrâneos, supõe-se que eles já estejam comprometidos [2]. A gasolina comercializada no Brasil é misturada com etanol, a interação entre o etanol e os hidrocarbonetos do grupo BTEX pode causar um aumento da mobilidade e solubilidade, além de dificultar a biodegradação destes compostos. Em função da elevada toxicidade dos hidrocarbonetos e da consequente diversidade de efeitos deletérios provocados nos ecossistemas contaminados, a procura por sistemas de remediação apresenta-se extremamente relevante. Os processos de remediação podem ser implementados em três diferentes linhas de atuação: i) prevenção de episódios de contaminação; ii) tratamento de solos contaminados; e iii) tratamento das águas contaminadas. Em função da precária fiscalização, a implementação da primeira alternativa é extremamente desfavorecida, principalmente em países em desenvolvimento. Por sua vez, o tratamento de solos contaminados é extremamente dificultado, tanto pela complexidade da matriz de solo, como pela elevada velocidade com que os poluentes solúveis são lixiviados. Assim, embora o tratamento das águas contaminadas represente a última frente de ação, muitas vezes corresponde à única alternativa tecnicamente viável. Uma técnica normalmente utilizada para a descontaminação destas águas é o emprego da adsorção. O processo de adsorção, utilizando carvão ativado (CA), é considerado um método universal, pois tem a capacidade de remover inúmeros tipos de poluentes da água. O presente trabalho teve como objetivo estudar a adsorção das frações hidrossolúveis da gasolina automotiva em carvão ativado. Foram testados CAs comerciais e CAs produzidos pelo Laboratório de Materiais Carbonosos (LMC) da Universidade Metodista de Piracicaba, a partir de fibras naturais: juta e sisal. Foram montados dois sistemas de adsorção distintos, um para carvão ativado em pó (CAP) e o outro para carvão ativado granular (CAG), devido às diferentes necessidades de retenção dos CAs. Dentre os CAs comerciais, os CAPs apresentaram uma capacidade maior de adsorção quando comparados aos CAGs. Em uma comparação entre os CAs produzidos no LMC a partir das fibras naturais, o CA proveniente da fibra de juta foi o que apresentou a maior capacidade de adsorção. Os dados experimentais foram submetidos a tratamento matemático de diferentes modelos cinéticos de adsorção, contudo os mesmos só apresentaram um bom ajuste para o modelo cinético pseudo-segunda ordem em praticamente todo o intervalo de tempo.

Referências:

[1] ERL Tiburtius, PP Zamora, A Emmel, ES Leal. Quim. Nova, Vol. 28, pp. 61-64, 2005.

[2] ANP. Agência Nacional do Petróleo. Anuário Estatístico 2007. Seção 3 – Comercialização. 2007. Disponível em: http://www.anp.gov.br/conheca/anuario_2007.asp. Acesso em: 14 de setembro de 2014.

Uso de carvão ativado para adsorção de hormônios presentes em efluentes líquidos industriais e domésticos

Edgard R. Tardelli, Aparecido R. Coutinho

Universidade Metodista de Piracicaba, Santa Barbara do Oeste-SP, Brasil

Os efluentes líquidos da indústria farmacêutica e o esgoto doméstico contêm fármacos resultantes dos processos de produção e limpeza de equipamentos na indústria e os não absorvidos e excretados domesticamente pelos consumidores. Estes são lançados no esgoto e posteriormente chegam às águas superficiais que abastecem as estações de tratamento de água. Os hormônios, principalmente os sintéticos como o 17 α Etinilestradiol (EE2), apresentam baixa biodegradabilidade e não são removidos pelos processos tradicionais de tratamento de água. A ingestão de água com este contaminante, mesmo em níveis de traços ($\mu\text{g. L}^{-1}$), pode causar interferência no sistema endócrino dos seres vivos [1], levando principalmente à feminilização.

A adsorção do EE2 em carvão ativo de casca de coco é por fisissorção ($\Delta H = -27,2 \text{ KJ.mol}^{-1}$, $\Delta S = -39,2 \text{ J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$ e $\Delta G = -15,2 \text{ KJ.mol}^{-1}$), envolvendo forças de Van der Waals e de valências secundárias [2]. O mecanismo de transferência de massa das moléculas da fase líquida para o centro do adsorvente ocorre em 03 etapas sucessivas: difusão externa (filme), difusão interna (poros) e fisissorção. A difusão do EE2 depende das condições hidrodinâmicas do escoamento do fluido no leito adsorvente e para os líquidos é demonstrada pela fórmula adimensional de Sherwood (Sh), a qual correlaciona o coeficiente de transferência de massa por convecção e o coeficiente de difusão do soluto. O número de Sh é função dos números adimensionais de Reynolds (Re) e Schmidt (Sc), dada pela equação $Sh = 2 + 1,8 \cdot \text{Re}^{1/2} \cdot \text{Sc}^{1/3}$, para $\text{Re} > 80$ [3]. Em testes realizados com uma concentração inicial (C_{EE2}) de $3,2 \text{ mg.L}^{-1}$ do EE2 a uma velocidade (v) de $65,2 \text{ cm.s}^{-1}$, com massa específica (ρ) de $0,997 \text{ g.cm}^{-3}$, diâmetro do erlenmeyer (D) de $8,3 \text{ cm}$ e viscosidade (μ) de $0,008903 \text{ Poise}$, encontrou-se uma difusão efetiva do soluto ($D_{\text{EE2,m}}$) de $3,78 \cdot 10^{-6} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}$. O número de Reynolds encontrado no fluido foi de 60602, indicando que o fluido está em regime turbulento. O carvão ativo usado no teste apresentou as seguintes características: área superficial BET = $772 \text{ m}^2. \text{g}^{-1}$, área de microporos = $735 \text{ m}^2. \text{g}^{-1}$, área de mesoporos = $37 \text{ m}^2. \text{g}^{-1}$ e diâmetro médio dos poros = $22,1 \text{ \AA}$.

O fluxo mássico na adsorção do EE2 em carvão ativo indica a quantidade adsorvida do EE2 (g) por unidade de área do carvão ativo (cm^2) e por unidade de tempo (s) dado através da fórmula $N = K_c \cdot C_{\text{EE2}}$. O coeficiente de transferência de massa (K_c) é de $5,37 \cdot 10^{-3} \text{ cm. s}^{-1}$, valor obtido na fórmula de Sherwood, e a concentração do EE2 (C_{EE2}) é de $3,2 \cdot 10^{-3} \text{ g. L}^{-1}$, o que permite calcular o fluxo mássico que é de $17,2 \cdot 10^{-6} \text{ g.cm}^{-2}. \text{s}^{-1}$.

Referências:

- [1] RANDIR, P. D.; ROULF U. H. Pharmaceutical in the Built and Natural Water Environment of the States. Water Journal, vol. 5, p. 1346-1365, 2013.
- [2] FENG, Y; ZHANG, Z.; GAO, P.; SU, H.; YU, Y.; REN, N. Adsorption behavior of EE2 (17 alpha-ethinylestradiol) onto the inactivated sewage sludge: Kinetics, Thermodynamics and influence factors. J. Hazard Mater, 175 (1-3): 970-6; 2010.
- [3] KUNII, F.; LEVENSPIEL, O. Fluidization Engineering. Nova York: John Wiley, 1969.

Adsorption of SO₂ and NO in activated viscose rayon fibers

Ana C. O. Plens, Daniel L.G. Monaro, Aparecido R. Coutinho

Methodist University of Piracicaba, Santa Bárbara d'Oeste-SP, Brazil

SO_x and NO_x are emissions resulting from combustion processes and they are the main agents that contribute to the formation of acid rain, which causes harm to humans and to the environment. Several techniques for removing these pollutants are applied in thermoelectric that use petroleum oils, vehicular pollution and oil refineries.

Among these, highlight the adsorption of contaminants by the usage of activated carbon [1] and activated carbon fibers [2], which are characterized by high surface area and uniform distribution of pores, providing appropriate conditions for application in processes of removing environmental contaminants.

At the present work, activated viscose fibers (AVF) were prepared in different heating rates and applied in adsorption experiments of NO and SO₂. The materials produced showed high values of surface area (ASE), with a predominance of micro pores. The averages of parameters which characterize the samples are presented in Table 1.

Tab. 1 – Averages of parameters of the porous structure of AVF activated under a different heating rate.

Heating rate	V _p (cm ³ .g ⁻¹)	d _{average} (nm)	V _{micro} (cm ³ .g ⁻¹)	A _{micro} (m ² .g ⁻¹)	ASE (m ² .g ⁻¹)	Fraction of micro pores (%)
2.5°C	0.313 ± 0.003	2.385 ± 0.001	0.279 ± 0.001	505.3 ± 2.7	515.6 ± 2.5	89.3 ± 1.21
5.0°C	0.332 ± 0.009	2.391 ± 0.001	0.293 ± 0.002	528.1 ± 2.9	544.7 ± 2.6	88.2 ± 1.9
10°C	0.346 ± 0.003	2.390 ± 0.002	0.315 ± 0.004	553.9 ± 3.8	575.5 ± 3.1	91.1 ± 0.4

For removal of SO₂, AVF had satisfactory performance showed an adsorption front of around 220 min, followed by a sharp rise at approximately 300 min before subsequently reaching complete saturation. No adsorption may be observed that the adsorption fronts occurred at 120 min, with sharp increase around 300 min after reaching a level of complete saturation.

The formation of active sites of carbon provides contaminants adsorption, responsible for the physisorption and chemisorption phenomena in pollutant removal. The AVF had satisfactory performance in the removal of contaminants presented and are compatible with other synthetic fibers.

Acknowledgments: CAPES (Comissão de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior) and FAPESP (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo) for the scholarship.

References:

- [1] Y Guo, Y Li, T Zhu, M Ye.. Fuel, Vol. 143, pp. 536-542, 2015.
- [2] J Zheng, Q Zhao, Z Ye. Appl Surf Sci, Vol. 299, pp. 86 – 91, 2014.
- [3] V Gaur, A Sharma, N Verma. Chem Eng and Process, Vol. 45, pp. 1-13, 2006.

Adsorption methylene blue by activated carbon fiber

Ana C. O. Plens, Daniel L.G. Monaro, Aparecido R. Coutinho

Methodist University of Piracicaba, Santa Bárbara d'Oeste-SP, Brazil

Solid or liquid wastes dumped into the environment by industrial and agricultural activities may carry potential pollutants. Industrial treatment facilities can capture some of these, but many find their way to the environment [1]. The presence of dyes in water jeopardizes the aquatic life due to the toxicity of these compounds, which, in most cases, decompose into carbon monoxide, carbon dioxide, nitrogen oxides and hydrochloric acid. The presence of methylene blue (MB) in the water reduces penetration of sunlight, inhibits photosynthetic activity of aquatic life and therefore causes severe damage to plants and animals [2].

The aim of this research was to produce activated viscose fibers (AVF) in different activation temperature and to assess it for the removal of MB from an aqueous solution by adsorption. The fibers produced presented increase in the specific surface area (SSA) in function of employment higher activation temperatures, values between 84.0 – 405.0 m².g⁻¹.

In adsorption of MB, the original viscose fiber (OVF) exhibit lower capacity to removal dye, whereas the fibers submitted the thermal degradation showed improve capacity the dye removal (q_e) in function of time, with higher activation temperature (Figure 1).

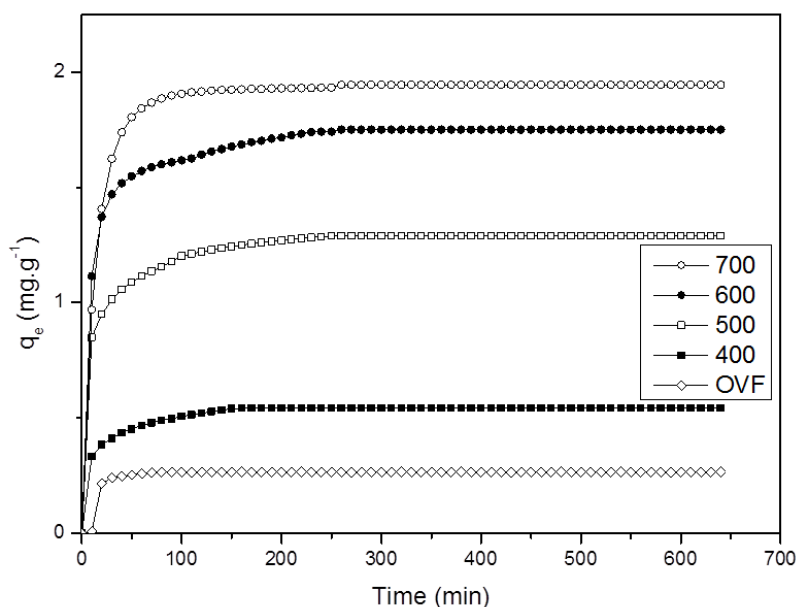


Figure 1. Isotherms MB adsorption of OVF and AVF submitted to treatment.

The dye removal tests demonstrated the efficiency of the AVF as a filter element in a methylene blue removal process. The new active sites formation allowed the partial/total removal of methylene blue at higher efficiencies than with the OVF with no treatment.

Acknowledgments: CAPES (Comissão de Aperfeiçoamento de Pessoal do Nível Superior) for the scholarship.

References:

- [1] SB Moore, LW Ausley. J Clean Prod, Vol. 12, pp. 585 – 601, 2004.
- [2] EN El-Qada, SJ Allen, GM Walker. Chem Eng J, Vol. 124, pp. 103–110, 2006.

Aplicação do composto metalorgânico UIO-66 no processo de separação e captura de gases

Guilherme Andreoli Gil¹, Joziane G. Meneguini², Cleiser T. P. da Silva², Pedro A. Arroyo², Andrelson W. Rinaldi², Murilo P. Moisés¹

¹ Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Campus Apucarana, Rua Marcilio Dia, 635

² Universidade Estadual de Maringá, Laboratório de Adsorção e Troca iônica – LATI – Avenida Colombo, 5790

O desenvolvimento de estratégias para minimizar a geração e emissão de gases poluentes ao ambiente, como o dióxido de carbono (CO_2), é um dos grandes desafios da comunidade científica podendo também indicar uma valiosa oportunidade de desenvolvimento tecnológico. Muitos materiais adsorventes são aplicados ao processo de separação de gases, tais como: zeólitas, carvão, sílica mesoporosa, argila, nanotubos de carbono e os promissores compostos metalorgânicos. O Composto metalorgânico UIO-66 foi obtido após tratamento solvotérmico a 80 °C por 12 e 24 horas (UIO-66-12hs e UIO-66-24hs) de uma solução de oxicloreto de zircônio (0,54 mmol - Sigma Aldrich) e ácido tereftálico (0,75 mmol – Sigma Aldrich) em 45 mL de dimetilformamida (Anidrol) e 3 mL de ácido clorídrico (Synth). A adsorção de CO_2 e N_2 foi realizada a 25 °C (Micromeritics ASAP 2020). A formação da estrutura cristalina UIO-66 pode ser confirmada por comparação entre os difratogramas de raios X obtidos e, os previamente publicados na literatura [1,2]. Comparando os difratogramas das amostras sintetizadas por 12 e 24 horas, nota-se que a partir de 12 horas a estrutura cristalina UIO-66 é formada, portanto foi escolhido o material UIO-66-12h para aplicação ao processo de adsorção de gases. Na Figura (b), é apresentada a isoterma de fisissorção de N_2 a -196 °C para a amostra UIO-66-12h. Esta isoterma é classificada segundo a IUPAC, como do tipo I, característica de sólidos microporosos, fato também comprovado observando a distribuição de tamanho de poros obtida pelo método DFT (1,7 nm e 1,9 nm). A área específica calculada pelo método BET foi de 1346,6 m^2/g e a área de microporos (t-plot) de 1170,1 m^2/g . Como apresentado na Figura (c), o material adsorve ca. 1,6 mmol/g de CO_2 e 0,2 mmol/g de N_2 a 1,0 bar e, adsorve 43 vezes mais CO_2 do que N_2 . Portanto, o material sintetizado neste trabalho tem potencial para aplicação em processos de purificação de gases e controle de poluição.

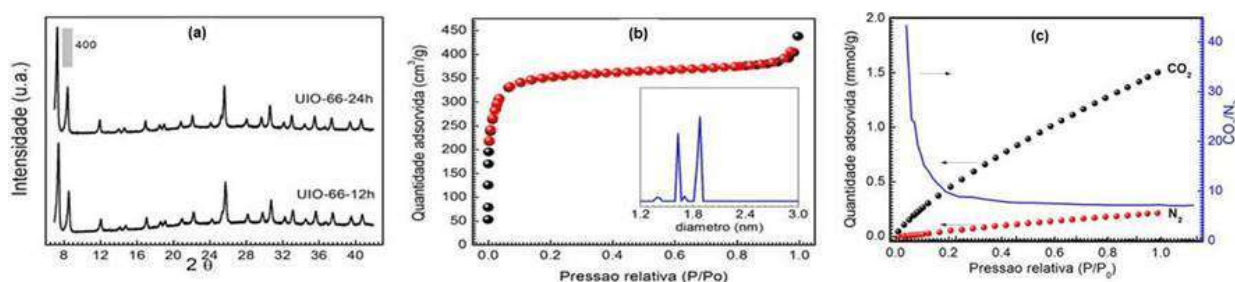


Figura. Difratogramas de raios X para as amostras sintetizadas por 12 h e 24 h (a), isoterma de fisissorção de N_2 para a amostra UIO-66-12hs após ativação térmica a 300 °C (b) e isotermas de adsorção de CO_2 e N_2 a 25 °C e a relação entre as quantidades adsorvidas (c).

Agradecimentos: Os autores agradecem a Universidade Tecnológica Federal do Paraná - Campus Apucarana e a Universidade Estadual de Maringá.

Referências:

- [1] Wu, H.; Chua, I. S.; Krungleviciute, V.; Tyagi, M.; Chen, P.; Yildirim, T. e Zhou, W., J. Am. Chem. Soc. 135, 10525–10532, 2013.
- [2] Cliffe, M. J.; Wan, W.; Zou, X.; Chater, P. A.; Kleppe, A. K.; Tucker, M. G.; Wilhelm, H.; Funnell, N. P.; Coudert, F. X. e Goodwin, A. L. Nature Communications, 5 (4176), 1-9, 2014.

Differents pre- and post-treatment to improve the pyrolysis of babassu (*Orbignya sp*): adsorption of metal atoms, dye and bio molecules

Ariane M.¹, Anupama G.¹, Josany S.¹, Lívio C.¹, Odair F.², Bartolomeu C.¹

¹ Universidade Federal do Piauí, Teresina - PI, Brasil

² Universidade Federal do Ceará, Fortaleza - CE, Brasil

Activated carbon formed from pyrolysis of biomass have been used as potential low-cost and effective adsorbent of dyes and other molecules. [1,2] Babassu (*Orbignya sp*) coconut is a very important vegetal product of North and North East Brazil with four different usable parts as epicarp, mesocarp, endocarp and kernel. Although hydrothermal carbonization of different parts of babassu, such as endocarp and mesocarp, have been realized, detailed studies of pyrolysis of all the four usable parts have not been done yet. Also, in order to increase the surface area and reactivity of the pyrolyzed product, different thermal and chemical pre- and post- treatment is necessary. In our work, we implied chemical pre-treatment with dilute acid and base coupled with mild ultra-sonication to activate the biomass derived from different parts of babassu coconut. As these pre-treatments are expected to alter the surface area and functionality of the starting material, It is important to carry out pyrolysis in different time and temperature of each pre-treated samples. To characterize the sample, elemental analysis, EDAX, IR, Raman Spectroscopy, XRD, and TGA is being carried out, where as TEM and SEM is very important to know the surface morphology. Figure 1(a) shows IR spectra of pre-treated and pyrolyzed mesocarp, which depicts the changes in surface functional group, whereas Figure 1(b) and (c) shows the changes in Raman band. Also, BET and other surface area measurement are important. The activated carbon produced is being used in the adsorption of dyes. Further, the products will be utilized in adsorption of different harmful low molar mass organic compounds, bio-molecules and heavy metal ions.

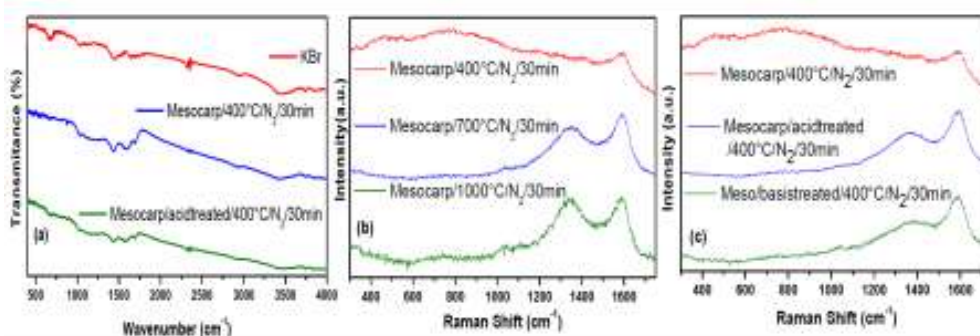


Figure 1:(a) IR and (b), (c) Raman spectra of mesocarp, pyrolyzed in different temperature and time after different pre-treatment.

Acknowledgment: UFPI, UFC, CAPES

References

- [1] H. Marsh, F. R. Reinoso, Activated Carbon, Elsevier, 2006.
- [2] J.M. Diasa, M.C.M. Alvim-Ferraza, M.F. Almeida, J. Rivera-Utrill, M. Sanchez-Polo, J. Environ. Manage. 85, 833–846, 2007.
- [3] E. T. L. Cruz, G. M. Da Silva, R. M. Freitas, E. C. Filho, L. C. C. Nunes, Periodico Tche Quimica, 9, 33-36, 2012.

Regeneration of acetaminophen exhausted activated carbons with different morphologies

Susana C. Marques^{1,2}, Jossano S. Marcuzzo^{3,4}, Ana S. Mestre¹, Ricardo Dias²,
Conchi O. Ania⁵, Ana P. Carvalho¹

¹ Centro de Química e Bioquímica, Universidade de Lisboa, Universidade de Lisboa, Portugal

² Microbiology and Biotechnology Lab, Center for Biodiversity, Functional & Integrative Genomics, Edifício ICAT, Lisboa, Portugal

³ FATEC - Faculdade de Tecnologia de São Paulo - São José dos Campos, Brasil

⁴ INPE - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais São José dos Campos, Brasil

⁵ ADPORA Group, Instituto Nacional del Carbón, Oviedo, Spain

The removal of pharmaceutical compounds is a priority in wastewater treatment and advanced technologies based on the adsorption onto activated carbons can effectively remove these pollutants [1]. Carbons are normally employed in granular or powder forms, but other morphologies have benefits, as is the case activated carbon cloths (ACC). In contrast to the traditional forms, ACC has only a microporous structure, directly connected to the outer surface. The ACC easy regeneration is another advantage of these adsorbents, allowing to avoid the discharge or incineration of the exhausted carbon [2].

The aim of this work was to study the adsorption properties of three activated carbons with different morphologies (powder, granular and cloth) for the removal of acetaminophen. The materials were submitted to subsequent thermal regeneration cycles.

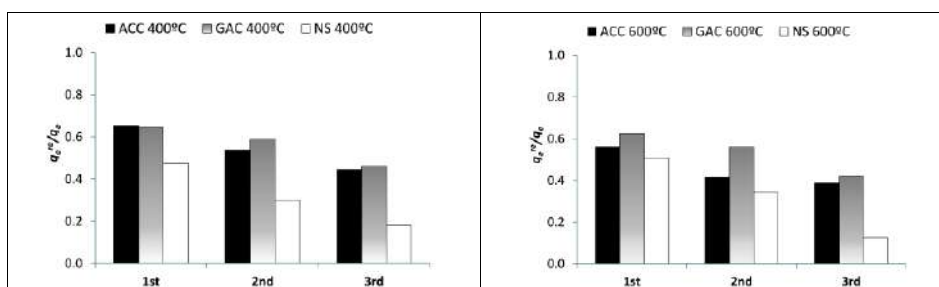


Fig. 1 - Relative adsorption capacity (q_e^{re}/q_e) after regeneration cycles at 400 and 600 °C.

Kinetic and equilibrium acetaminophen adsorption results show that the ACC performance is comparable to that of the powder sample (NS). Regarding regeneration ACC behaviour is similar to that of granular carbon (GAC) - see Fig. 1. In fact, after three regeneration cycles ACC retains around 45% of its initial adsorption capacity, while sample NS loses 80 % of its initial value.

Acknowledgements: To FCT (Project UID/MULTI/00612/2013) and fellowships to SM (SFRH/BD/91767/2012) and ASM (SFRH/BPD/86693/2012). To FAPESP PIPE 12/51087-6.

References:

- [1] N Bolong, AF Ismail, MR Salim, T Matsuura. Desalination, Vol. 239, pp. 229-246, 2009.
- [2] AL Cukierman. ISRN Chem. Eng (DOI: 10.1155/2013/261523), 2013

Chromium removal by carbon cryogel

Liana A. Rodrigues¹, Loriane Ap. S. Ribeiro², Gilmar P. Thim²

¹ Escola de Engenharia de Lorena, Lorena-SP, Brasil

² Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos-SP, Brasil

Chromium and its compounds are widely used in industry. The industrial effluents contain both Cr(VI) and Cr(III) in concentrations ranging from tens to hundreds of mg L⁻¹. The Cr(VI) discharge into current water is regulated by the U.S. EPA, which commands that Cr(VI) concentration must be lower than 0.05 mg L⁻¹, while the total Cr concentration has to be below 2 mg L⁻¹ [1]. Therefore, the reduction of the amount of Cr(VI) released to environment, the recycling and reuse processes are imperative to meet the rigid discharge levels [2]. Consequently, the removal of Cr(VI) from industrial wastewater has attracted much research interest. The aim of this study is to prepare an innovative adsorbent called carbon gels with high surface area and at low cost preparation. CC was synthesized by sol-gel polycondensation of wattle tannin with formaldehyde using HCl as catalyst. Then, it was dried by freeze drying technique and pyrolyzed under inert atmosphere at 800°C. The pH_{PZC} of carbon cryogel (CC) was 9.5. The adsorption isotherms of nitrogen at -196°C on CC can be classified as type I isotherm, characterized by a large plateau, which is characteristic of materials mainly constituted by micropores. At high relative pressure, the amount of N₂ adsorbed increases abruptly, indicating this sample also contains a small amount of mesopores. The hysteresis loop of CC can be classified as H4 type, indicating this material is constituted predominantly by narrow slit-like pores [3]. The BET surface area (S_{BET}) of CC is 476 m² g⁻¹. Moreover, the CC showed micropore volume (V_{micro}), mesopore volume (V_{meso}) and total pore volume (V_{Total}) equal 0.15, 0.013 and 0.257 cm³ g⁻¹, respectively. The results of structural investigation showed the CC sample turbostratic structure. CC was used for chromium ions (III and VI) adsorption from aqueous solution. The treatment efficiency decreased with the increase in initial chromium concentration, whilst the chromium adsorption onto CC is negligible (Figure 1).

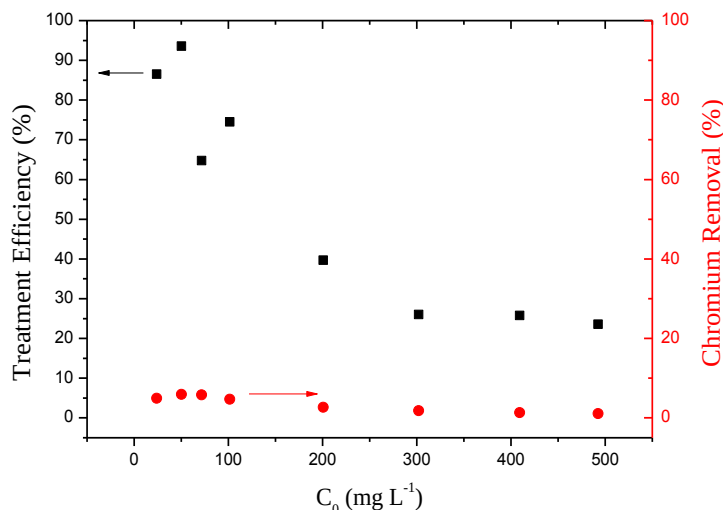


Fig.1 - Effect of solution pH on the treatment efficiency and chromium removal.

Referências:

- [1] D. Park, Y.-S. Yun, J.M. Park, J. Colloid Interface Sci. Vol. 317, pp. 54–61, 2008.
- [2] L.A. Rodrigues, L.J. Maschio, R.E. da Silva, M.L.C.P. da Silva, J. Hazard. Mater. Vol. 173, pp. 630–636, 2010.
- [3] K.S.W. Sing, D.H. Everett, R.A.W. Haul, L. Moscou, R.A. Pierotti, J. Rouquérol, et al., Pure Appl. Chem. Vol. 57, pp. 603–619, 1985.

Cinética e termodinâmica da adsorção de fenol em carvão ativado obtido a partir do caroço de açaí

Loriane Ap. S. Ribeiro¹, Gilmar P. Thim¹, Manoel O. A. Mendez², Aparecido R. Coutinho²,
Liana A. Rodrigues³

¹ Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos-SP, Brasil

² Universidade Metodista de Piracicaba, Santa Bárbara D'Oeste-SP, Brasil

³ Escola de Engenharia de Lorena, Lorena-SP, Brasil

Fenóis e seus compostos são classificados como poluentes prioritários uma vez que são tóxicos e nocivos para os organismos, mesmo quando em baixas concentrações [1]. Crescentes evidências provam que estes compostos causam a inibição e mortandade da vida aquática, alteração na atividade normal microbiana e carcinogenicidade em animais [2]. O tratamento de águas residuais com carvão ativado é considerado um método eficaz para remoção de fenol a partir da solução de resíduos devido à sua grande área superficial, natureza microporosa, alta capacidade de adsorção e elevada disponibilidade [1].

Carvão ativado obtido a partir do caroço de açaí (CA_{Açaí}) foi utilizado como adsorvente na remoção de fenol. Os efeitos do pH inicial, da temperatura, da dosagem e do tempo de contato sobre a capacidade de adsorção do adsorvente foram investigados. As melhores condições para adsorção são: pH na faixa 3,5 – 8, dosagem ótima de 0,1 g/50 mL de solução de fenol, temperatura de 25°C e tempo de contato igual a 12 h. Estudos cinéticos mostraram que a adsorção segue o modelo de pseudo-segunda ordem. O modelo de isoterma de Langmuir descreveu de maneira satisfatória os dados experimentais, sendo a capacidade de adsorção igual a 133 mg g⁻¹ a 25 °C (Fig. 1). Os parâmetros termodinâmicos mostraram que a adsorção de fenol em CA_{Açaí} é exotérmica e favorável. Os agentes de dessorção estudados apresentaram resultados insatisfatórios para a regeneração do CA_{Açaí}.

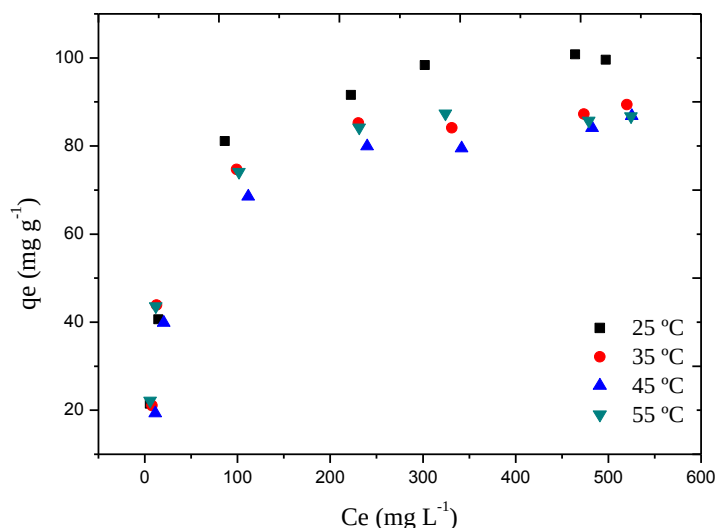


Fig 1. Isoterma de adsorção de fenol

Referências:

- [1] B.H. Hameed, a a Rahman, J. Hazard. Mater. Vol. 160, pp. 576–81, 2008.
- [2] Q.-S. Liu, T. Zheng, P. Wang, J.-P. Jiang, N. Li, Chem. Eng. J. Vol. 157, pp. 348–356, 2010.
- [3] V. a. Spinelli, M.C.M. Laranjeira, V.T. Fávere, React. Funct. Polym. Vol. 61, pp. 347–352, 2004.

Avaliação da cinética de adsorção de fármacos em carvão ativado

Juliana F. da Silva¹, Carla F.S. Rombaldo¹, Aparecido R. Coutinho¹, Manoel O.A. Méndez¹

LMC - Laboratório de Materiais Carbonosos, UNIMEP - Universidade Metodista de Piracicaba, Santa Bárbara d'Oeste-SP, Brasil

A frequente contaminação de recursos hídricos como antibióticos, hormônios, analgésicos, psicotrópicos, antipiréticos e anti-inflamatórios atrai enorme atenção por causa do impacto ambiental e dos potenciais efeitos adversos para a saúde humana [1]. Entre os fármacos mais utilizados pela população brasileira encontram-se os analgésicos, anti-inflamatórios e hormônios, cujo uso indiscriminado contribui enormemente para sua presença em sistemas aquáticos [2]. Os processos convencionais de tratamento de água e efluentes são incapazes de eliminar completamente esses compostos, logo é necessário introduzir tecnologias avançadas adicionais de tratamento, como a adsorção em carvão ativado [3].

O objetivo do presente trabalho foi o estudo experimental da adsorção de fármacos de uso humano em carvões ativados, mais especificamente, o estudo da cinética de adsorção de paracetamol e estradiol em carvões ativados de origem comercial (nacionais e importados) e carvões ativados produzidos à partir de resíduos agroindustriais. A avaliação da cinética de adsorção de fármaco foi realizada em um sistema circulante de fluxo contínuo conectado em um espectrofotômetro para a determinação contínua em função do tempo da concentração do fármaco em solução aquosa.

Observou-se que a adsorção de fármacos em carvões ativados, apresentam elevada correlação dos dados com o modelo de cinética de segunda ordem, indicando que o mecanismo de adsorção destes carvões apresenta um comportamento cinético em que aumentos na quantidade de adsorbato na solução resultam em aumentos quadráticos na velocidade de adsorção [4]. Analisando-se os valores das constantes cinéticas verifica-se que os carvões ativados apresentam variação nos parâmetros cinéticos em função das diferenças da granulometria e textura porosas dos carvões ativados, com valores de constante cinética de adsorção variando desde $1,2 \times 10^{-7}$ g/ μ g.min a $7,0 \times 10^{-7}$ g/ μ g.min, com valores de quantidades adsorvidas no equilíbrio até na ordem de 40000 μ g/g de carvão, e tempos de equilíbrio de adsorção que podem variar desde 6 horas a 36 horas.

Agradecimentos: CNPq pelo apoio financeiro.

Referências:

- [1] O.A.H.Jones, J.N.Lester, N.Voulvoulis. Trends in Biotech. Vol.23, pp.163-167, 2005.
- [2] D.M.Bila, M.Dezotti. Química Nova, 26, 4, 523-530, 2003.
- [3] C.G.Daughton, T.Ternes. Environ. Health Perspect, Vol. 107, 6, pp.907-938, 1999.
- [4] D.D.Do. Adsorption analysis: equilibria and kinetics. Imperial College Press, 1998.

Análises química imediata e morfológica de lignina Kraft visando a produção de carvão ativado

Tayra R. Brazil, Marcos Massi, Mirabel C. Rezende

Instituto de Ciência e Tecnologia - Universidade Federal de São Paulo, São José dos Campos-SP, Brasil.

A preocupação atual com o meio ambiente tem despertado o interesse de otimizar o uso da biomassa. A lignina é uma macromolécula presente nas paredes celulares das plantas, disponível em grande quantidade nas empresas produtoras de papel e celulose, como subproduto. Por ser uma molécula rica em anéis aromáticos, observa-se um interesse crescente de aproveitar suas características químicas para usos mais nobres, como o de obtenção de carvão ativado, além da simples geração de energia pela queima direta [1]. É importante ressaltar, que a lignina é um precursor adequado para a produção de carvão, pois é rica em carbono e sua estrutura é semelhante à do carvão betuminoso. A partir de dados da literatura, as médias de $C_{(fixo)}$ das ligninas variam de 29,7-66,2% (m/m) [2]. Essa variação em $C_{(fixo)}$ é atribuída à heterogeneidade da estrutura da lignina, que se apresenta como uma macromolécula tridimensional, derivada de grupos fenilpropanóides (guaiacila, siringila e p-hidroxifenila), onde as proporções desses grupos variam com o tipo e a idade da planta [1,2]. No entanto, a estrutura química exata das ligninas não é completamente resolvida e apresenta inerentes variações. Nesse contexto, o objetivo deste trabalho é caracterizar uma lignina Kraft, conforme a ASTM D 3172-07a e quanto à sua morfologia por microscopia eletrônica de varredura (utilizando um equipamento FEI, modelo Inpect), visando avaliar o seu potencial de conversão em carvão ativado. Os resultados obtidos mostram que a lignina em estudo apresenta 7,2% de umidade, 1,6% de cinzas e 58,0% de materiais voláteis, com um teor de $C_{(fixo)}$ de 33,2%. A Fig. 1 apresenta a morfologia da lignina estudada, onde se observam estruturas globulares formadas por partículas com diâmetros bastante diferentes, formando aglomerados grandes e pequenos (Fig. 1(A)). Esse arranjo é conhecido como “cachos de uva” [3]. A partir do $C_{(fixo)}$ determinado e da morfologia observada pode-se concluir que a lignina em estudo mostra bom potencial para ser utilizada na obtenção de carvões.

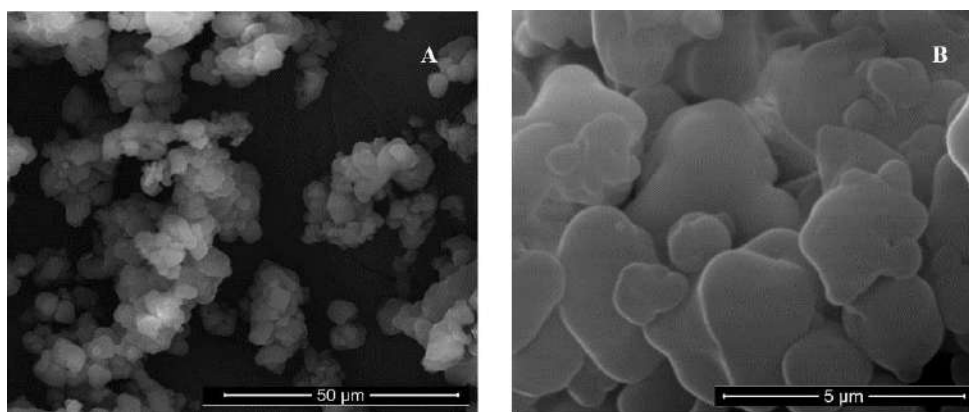


Fig.1 – Imagens obtidas pelo MEV da amostra de lignina (A) 2000x e (B) 20000x.

Agradecimentos: Os autores agradecem à FAPESP (Processo nº 2014/12918-5), CNPq, CAPES/PVNS e à empresa Fibria Celulose S.A.

Referências:

- [1] DORRESTIJN, E. et al. The occurrence and reactivity of phenoxyl linkages in lignin and low rank coal. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, V. 54, p. 153–192, 2000.
- [2] JABLONSKÝ, M. et al. Relationships between elemental carbon contents and heating values of lignin. *4th International Conference Renewable Energy Sources*, 67-72, 2013.
- [3] SHULGA, G. et al. Lignin separated from the hydrolyzate of the hydrothermal treatment of birch wood and its surface properties. *Cellulose Chemistry and Technology*, V. 46, p. 307-318, 2012.

Síntese de polímeros conjugados luminescentes

Marcus H. de Araújo¹, Cláudio L. Donnici¹, Hállen D. R. Calado¹

¹ Universidade Federal de Minas, Belo Horizonte-MG, Brasil

Nos últimos anos tem-se observado uma intensa busca por metodologias para obtenção de energia através de fontes renováveis. Dentre estas se encontra a estruturação de dispositivos fotovoltaicos multicamadas a base de materiais orgânicos, como os polímeros conjugados e moléculas orgânicas luminescentes. A possibilidade de obter energia renovável e de baixo custo com sistemas flexíveis, torna as células fotovoltaicas orgânicas (OPV) muito atrativas. A baixa eficiência de conversão da OPV comparada à dos dispositivos convencionais a base de silício pode ser contornada pela obtenção de dispositivos com grande área. Os politiofenos são polímeros conjugados com grande potencial para aplicação em OPV. Neste intuito, sintetizou-se e caracterizou-se (FTIR, RMN e ESI-MS) o monômero 3-feniltiofeno acetato (3FTA). O poli(3-feniltiofeno acetato) foi sintetizado quimicamente empregando cloreto férrico (FeCl_3) como catalisador em atmosfera inerte. O polímero obtido foi caracterizado por FTIR, ^1H RMN e DRX. Em paralelo, a partir de monômeros comerciais, obteve-se por via eletroquímica os seguintes polímeros: polianilina (PANI), poli(3,4-etilenodioxítiofeno) (PEDOT) e poli(3-metiltiofeno) (P3MT). As propriedades fotofísicas dos polímeros dispersos em THF foram avaliadas empregando-se medidas de absorção na região do UV-Vis, excitação e emissão, Tabela 1. Para o cálculo do rendimento quântico de fluorescência (Φ), utilizou-se como referência uma solução de Rodamina B 10^{-6} g L^{-1} em etanol ($\Phi = 0,49$).

Tab. 1 – Dados de Φ e deslocamento de Stokes para os polímeros em concentração 10^{-6} g L^{-1} dispersos em THF

Amostra	Φ	Deslocamento de Stokes / nm
PANI	0,0144	71
PEDOT	0,0135	81
P3MT	0,0698	48
P3FTA	0,1190	55

Observou-se que o polímero P3FTA apresentou o maior valor de Φ , indicando que uma maior população dos fótons no estado excitado retorna ao estado fundamental via processos de desativação radiantes. Em contrapartida, o PEDOT apresentou o menor valor de Φ , que possivelmente se deve à sua baixa processabilidade. Outro dado importante é que com a diminuição do deslocamento de Stokes há um aumento no valor de Φ , isto porque há uma maior sobreposição entre os espectros de absorção e os espectros de emissão e a integral abaixo a curva de interseção entre estes espectros é diretamente proporcional ao valor de Φ . De acordo com suas propriedades condutoras e luminescentes o P3FTA possui potencial aplicação como camada ativa em dispositivos fotovoltaicos orgânicos.

Agradecimentos: CAPES, CNPq e FAPEMIG

Enriquecimento de gás natural veicular via plasma de dióxido de carbono

Messias B. Cevolani¹, Alfredo G. Cunha¹, Miguel A. Schettino Jr.¹, Dzmitry Bubliyeuski¹, Carlos G. Zucolotto², Victor A. Ribeiro¹, Lais N. M. da Silva¹, Francisco G. Emmerich¹, Jair C. C. Freitas¹ e Aurélio R. Labanca³.

¹ Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória - ES, Brasil

² UCL – Faculdade Centro Leste, Serra - ES, Brasil

³ Petróleo Brasileiro - Centro de Pesquisas da Petrobras, Rio de Janeiro - RJ, Brasil.

A pirólise do gás natural veicular (GNV) foi realizada utilizando um plasma térmico com dióxido de carbono (CO₂) como gás de trabalho. O objetivo deste processo é a produção de H₂ a partir do GNV para usá-lo no enriquecimento deste mesmo gás, a fim de aumentar o rendimento nos motores à combustão que utilizam o GNV. Esta técnica pode ser utilizada no enriquecimento do gás de aterro (que contém principalmente CH₄ e CO₂), desde que se faça a separação inicial de parte do CO₂ para a geração do plasma.

Foi utilizada uma tocha de plasma com potência máxima de 100 kW com catodo quente [1] operando com CO₂ e injeção de GNV na saída do anodo. Os gases de saída foram resfriados em um reator refrigerado a água e caracterizados por um espectrômetro de massas com quadrupolo elétrico. Os dados de tensão, corrente, pressão e vazão dos gases foram monitorados para a caracterização do funcionamento da tocha e dos rendimentos dos gases produzidos. Nos testes aqui reportados, a vazão de CO₂ foi mantida fixa (137(3) mol/h), e variou-se a vazão de GNV (145(3) a 269(4) mol/h) e a corrente do arco elétrico (103 e 130 A).

Um dos espectros de massas dos gases de saída, na situação em que foi usada uma corrente de 130 A, é mostrado na Fig. 1. A pirólise proporcionou uma boa quebra do CH₄ e CO₂, com o aparecimento do H₂ e monóxido de carbono (CO), que também contribui para o enriquecimento energético da mistura [2].

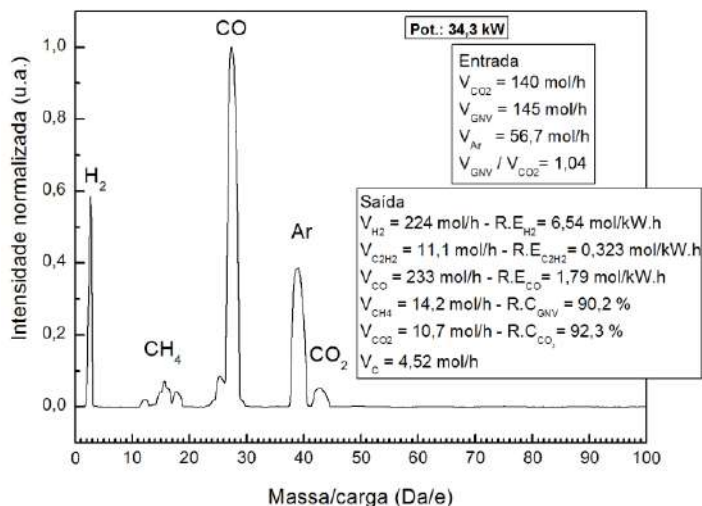


Fig. 1. Espectro de massas em um teste com vazões equivalentes de CO₂ e GNV e corrente de 130 A.

Os testes mostraram que, para uma potência de aproximadamente 34 kW, o rendimento energético total no enriquecimento foi cerca de 10 mol/kWh para o H₂ + CO, e o aumento da corrente favorece a formação de H₂ em detrimento de CO.

Agradecimentos: À PETROBRAS, ANEEL, CAPES, FAPES e CNPq.

Referências:

- [1]- A. G. CUNHA “Desenvolvimento de uma sonda de entalpia e aplicação ao maçarico de plasma”. Diss. Mestrado, UNICAMP, 1988.
- [2]- X. TAO, et al. “CH₄ - CO₂ reforming by plasma - challenges and opportunities”. Progress in Energy and Combustion Science, Sichuan, v. 37, p. 113-124, 2011.

Determinação de 2,6-DTBF utilizando eletrodos impressos de carbono ultraflexíveis e análise por injeção em batelada associada à amperometria

Eduardo S. Almeida¹, Raquel M. F. Sousa¹, Eduardo M. Richter¹, Rodrigo A. A. Munoz¹

¹ Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, Brasil

A adição de antioxidantes em querosene de aviação (QAV) é regulamentada pela norma ASTM-D1655 [1]. Essa adição é necessária para evitar a oxidação do combustível e a formação de gomas nos depósitos [2]. Dentre os antioxidantes permitidos para o uso em QAV está o 2,6 di-terc-butilfenol (2,6-DTBF), conhecido comercialmente como AO-3 [2]. Tal composto já foi determinado em QAV por CG-MS, após diluição em metanol [2] e extração em fase sólida [3]. A combinação de técnicas eletroquímicas com análise por injeção em batelada (BIA, *batch injection analysis*) proporciona alta precisão e velocidade [4]. O uso de sensores eletroquímicos impressos (SPE) é promissor, uma vez que eles podem ser produzidos em larga escala dando origem a diversas configurações de eletrodos reproduzíveis. Este trabalho apresenta a associação de BIA com amperometria utilizando eletrodo ultraflexível de carbono para determinação de 2,6-DTBF em querosene de aviação. Os SPE ultraflexíveis foram cedidos pelo grupo de pesquisa do Prof. Craig E. Banks (Metropolitan Manchester University). Posteriormente otimizou-se o potencial de oxidação do antioxidante em 1,1 V, a velocidade de agitação do sistema em 1320 rpm, os parâmetros de injeção do sistema BIA: velocidade em 51,19 $\mu\text{L s}^{-1}$ e volume em 100 μL , e o percentual de etanol no eletrólito em 99%. Em seguida fez-se a curva de calibração por meio da qual foi verificada a existência de duas faixas lineares. Escolheu-se trabalhar com a primeira faixa linear (de 4,13 a 21,78 $\mu\text{g L}^{-1}$, $I (\mu\text{A}) = 0,193 [\text{TBF}] + 0,852$) pela maior sensibilidade (maior *slope*) e a possibilidade de maior diluição da amostra. Para avaliar a precisão fez-se a repetibilidade e a precisão inter-dia que apresentaram bons resultados, com respectivos DPR de 2,50% e 3,20%. O LOD e LOQ foram calculados em 290 e 872 $\mu\text{g L}^{-1}$, respectivamente. O método foi então aplicado para análise de 2,6-DTBF em querosene de aviação. As amostras puras foram diluídas 10x no eletrólito e as dopadas 15x. As amostras dopadas foram também analisadas por CG-FID. Os resultados obtidos estão apresentados na tabela 1.

Tabela 1. Concentrações de 2,6-DTBF para BIA-AMP, valores de recuperação e comparação com CG-FID.

Amostra	[TBF] mg L^{-1}			Recuperação (%)	C.G. Amostras Dopadas	Test-t 95% confiança $t_{\text{critico}} = 2,35$
	Amostra	Adicionado	Encontrado			
QAV-I	56±2	100	127±13	81±8	123±4	0.3
QAV-II	41±3	310	330±12	94±4	336±10	-0.4
QAV-III	33±3	205	211±10	89±5	223±7	-1.2

A exatidão do método foi avaliada pelos valores de recuperação, os quais foram aceitáveis para as 3 amostras, variando de 81 a 94%. As amostras dopadas também apresentaram resultados estatisticamente semelhantes ($t_{\text{calculado}} < t_{\text{tabelado}}$) com os da técnica de CG-FID. Assim o método BIA amperométrico utilizando SPE-ultraflexíveis é promissor para análise do antioxidante 2,6-DTBF em amostras de querosene de aviação.

Agradecimentos: CAPES, FAPEMIG, UFU e 2ª COAPER-MG pelas amostras de querosene.

Referências:

- [1] ASTM- D1655 – 15, Standard Specification for Aviation Turbine Fuels.
- [2] M Bernabei, G Bocchinfuso, P.Carrozzo, C De Angelis. J. Chromatogr. A, 871, 235–241, 2000.
- [3] HS Shin, HS Ahn, DG Jung. Chromatographia, 58, 495-499, 2003.
- [4] TF Tormin, DT Gimenes, EM Richter, EM Richter. Talanta, 85, 1274-1278, 2011.

Utilização de RMN de ^{13}C no estado sólido no estudo de amostras de bagaço de cana tratadas quimicamente

Daniel F. Cipriano, Gustavo. R. Gonçalves, Jair C. C. Freitas

Laboratório de Materiais Carbonosos e Cerâmicos, Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil

Os materiais lignocelulósicos são a matéria orgânica renovável mais abundante na superfície de nosso planeta, tendo como principais componentes a celulose, a hemicelulose e a lignina. Materiais lignocelulósicos com características de rejeitos da agroindústria, como o bagaço de cana, têm grande possibilidade de aproveitamento tanto na produção de biocarvões bem como no setor de bioenergia. Em ambos setores os procedimentos aplicados e o produto final obtido são influenciados pelos teores de lignina e holocelulose (celulose e hemicelulose) do material utilizado, e modificações em sua composição inicial por diferentes tipos de tratamento devem ser estudadas [1,2].

Neste trabalho, a técnica de ressonância magnética nuclear (RMN) de ^{13}C no estado sólido foi utilizada para estudar os efeitos do tempo de tratamento ácido (com HCl 2,5 M a 100 °C) nos teores de lignina e carboidratos presentes no bagaço de cana (BC). Foram obtidos espectros de RMN, como mostrado na Fig.1a, por meio de experimentos de polarização cruzada com rotação em torno do ângulo mágico (CP/MAS) para cinco amostras de BC submetidas a diferentes tempos de tratamento ácido: 5, 10, 30, 120, 240 minutos. O teor de lignina, holocelulose e celulose cristalina, apresentados na Fig.1b, foram obtidos pelo cálculo das áreas no espectro de RMN utilizando uma metodologia reportada anteriormente [3].

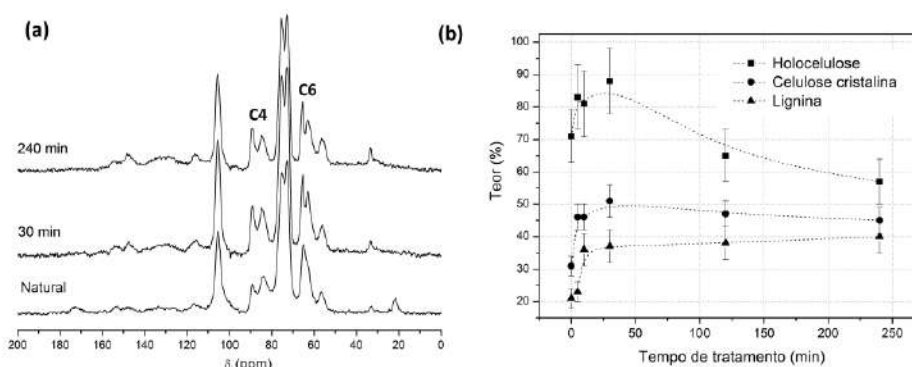


Fig.1 – (a) Espectros de RMN de ^{13}C CP/MAS obtidos para amostras de BC tratadas quimicamente. (b) Teores de lignina e carboidratos para diferentes tempos de tratamento.

Como pode ser observado na Fig.1b, após um rápido crescimento inicial associado à retirada de impurezas magnéticas, há um crescimento no teor de lignina para maiores tempos de tratamento. A queda no teor de holocelulose indica a remoção da hemicelulose juntamente com celulose amorfa, enquanto a celulose cristalina apresenta maior resistência ao tratamento. O desaparecimento dos picos associados à hemicelulose nos espectros em 21 e 174 ppm e a melhor separação dos picos C4 e C6, em comparação com a amostra natural, corroboram esta observação [4]. Desta forma, a técnica de RMN de ^{13}C no estado sólido revela-se uma técnica útil no estudo de modificações na composição de materiais de biomassa submetidos a diferentes tratamentos.

Agradecimentos: CENPES/PETROBRAS, CNPq, CAPES e FAPES.

Referências:

- [1] A Limayem, SC Ricke. Prog. Energy Combust. Sci., Vol. 38, pp. 449-467, 2012.
- [2] EIP Rezende et al. Rev. Virtual Quim., Vol. 3, pp. 426-433, 2011.
- [3] DF Cipriano. Dissertação de Mestrado. UFES, Vitória, 2015.
- [4] MB Foston, CA Hubbell, AJ Ragauskas. Materials, Vol. 4, pp. 1985-2002, 2011.

Produção de carvão ativado a partir do bagaço da cana de açúcar para aplicação na remoção de herbicidas presentes em águas naturais contaminadas

M.S. Gilberto M. Brito¹, Dra. Edumar R. C. Coelho¹, Dr. Jair C. C. Freitas¹, Dr. Miguel Ângelo Schetino Jr.¹

¹ Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória-ES, Brasil

O Brasil é o maior produtor e exportador de açúcar do mundo [1,2]. Em 2014/2015 o Brasil produziu mais de 632 milhões de toneladas de cana de açúcar, sendo que 35,5 milhões de toneladas foram de açúcar e 28,5 milhões de m³ foram de etanol [1]. Entretanto, a quantidade de biomassa como resíduo sólido chega a 40% da produção total [2]. O bagaço da cana geralmente é composto por celulose, hemicelulose e lignina e são bastante utilizados como fonte de energia [3] e também pode ser utilizado como matéria-prima renovável, de baixo custo e com grande disponibilidade para a produção de carvão ativado aplicado na remoção de herbicidas em águas naturais [4,5]. A amostra de bagaço de cana foi coletada de uma usina sucroalcooleira do estado do ES e submetida a uma análise imediata de acordo com a NREL (National Renewable Energy Laboratory) e com a NBR 8112/86 para 3 repetições. O resultado da análise imediata mostrou que a amostra de bagaço de cana possui, em média, 46,48% de teor de umidade, 5,24% de teor de voláteis, 0,80% de teor de cinzas e 47,47% de teor de sólidos totais. A Figura 1 mostra o resultado da análise termogravimétrica (TG) da amostra de bagaço de cana contendo 2 regiões específicas. A primeira corresponde à perda de água (umidade) em 100 °C. Já a segunda corresponde à perda de lignina na faixa de temperatura entre 310 - 510 °C.

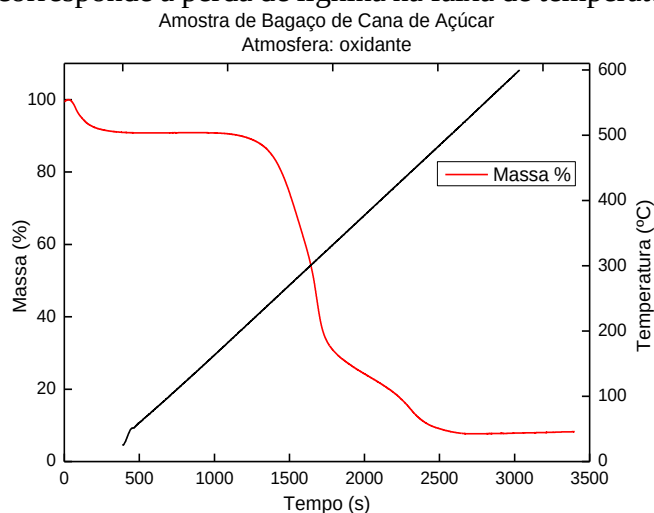


Fig.1 – Análise termogravimétrica da amostra de bagaço de cana de açúcar.

Portanto, os resultados da análise imediata e da TG para a amostra de bagaço de cana sugerem que a mesma apresenta condições favoráveis para ser empregada como precursor na produção de carvão ativado, que, por sua vez, pode ser aplicado para adsorção de herbicidas presentes em amostras de águas naturais contaminadas nas estações de tratamento de água.

Agradecimentos: Equipe dos Laboratórios – LMC/DFIS e LABSAN/DEA (UFES).

Referências:

- [1] Unica. União da Indústria de Cana-de-Açúcar. www.unica.com.br (agosto de 2015).
- [2] Conab. Companhia Nacional de Abastecimento. www.conab.gov.br (agosto de 2015).
- [3] Mussato, S., *et al.* Carbohydr. Polym., vol. 64, pp. 22-28, 2006.
- [4] Rocha, G. J. M., *et al.* Bioresour. Technol., vol. 111, pp. 447-452, 2012.
- [5] Dias, J. M., *et al.* J. Environ. Manag., vol. 85, pp. 833-846, 2007.

Avaliação da cadeia produtiva de carvão

Marco Antonio G. de Figueiredo, Priscila A. de Souza, Luana B. Ventura, Wallace C. de Souza.

Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro -RJ, Brasil

A aplicação de carvão ativo é conhecida de longa data, e entre os diversos segmentos de aplicação, temos: tratamento de gases de exaustão, efluentes líquidos indústrias, tratamento de ar (filtros de ar e industrial), tratamento de água (para fins potáveis ou industriais) entre outros. Uma das principais características do carvão é a sua elevada área específica, além de apresentar um baixo custo de produção. Um exemplo desta aplicação é o trabalho publicado em maio de 1999 [1] pela agência de proteção ambiental americana que relatou um estudo para seleção de adsorventes a serem utilizados no tratamento de emissões atmosféricas, a referência demonstra a necessidade de que o adsorvente não impacte no custo de produção, que seja de fácil manuseio, com grande capacidade de regeneração, caso típico do carvão ativo. Em relação ao mercado de carvão no Brasil, apresentado na figura 1a, verifica-se que nos últimos 10 anos, houve um aumento na importação e redução na exportação de carvão e na figura 2b, verifica-se que entre 2007 e 2014 o preço do carvão duplicou.

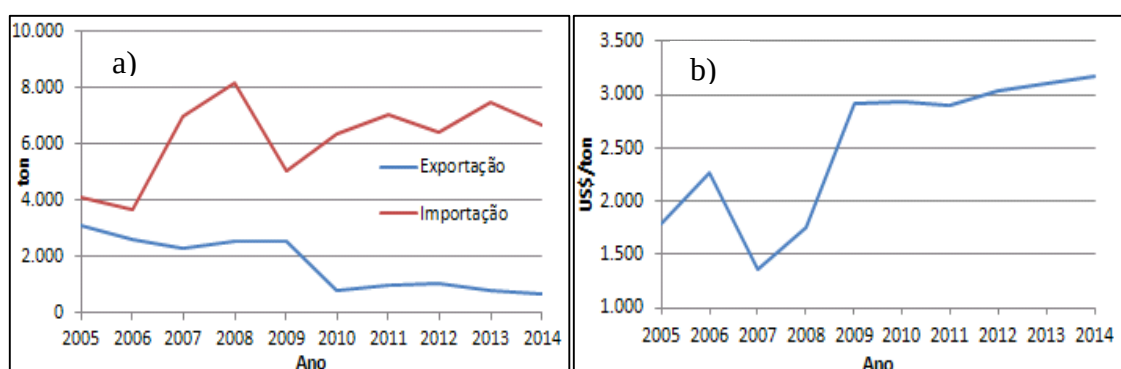


Figura 1. (a) Importação x exportação de carvão por parte do Brasil e (b) preço de importação carvão no mercado brasileiro [2] (UN Comtrade, 2015).

Em muitas destas aplicações, o carvão não é regenerado após a sua saturação, e este é descartado exausto, gerando um passivo ambiental. Devido a este passivo, faz-se necessário um estudo para verificar a regenerabilidade deste material, no cenário nacional, de modo a aumentar o seu tempo de vida útil, concorrendo para uma redução no passivo ambiental e nos custos por parte das empresas, visto que a regeneração do carvão tende a ser mais vantajosa que a produção de um novo material. Diante deste cenário, o presente trabalho tem como objetivo realizar um inventário do mercado de carvão nacional, identificando os principais produtores nacionais e internacionais, suas aplicações no mercado nacional e as principais rotas tecnológicas. Além disto, será realizada uma avaliação do passivo ambiental, gerado durante o descarte do carvão saturado e serão propostas alternativas de regeneração deste material, com o objetivo de reduzir este passivo ambiental, concorrendo para aumento do tempo de vida útil do material, e redução da importação deste por parte da indústria nacional.

Referências:

- [1] Catc technical bulletin: Choosing an adsorption system for voc: carbon, zeolite, or polymers?. EPA-456/F-99-004, May 1999 (<http://www.epa.gov/ttn/catc>)
- [2] UN Comtrade. (2015). *International Trade Statistics Database*. Acesso em 28 de julho de 2015, disponível em <http://comtrade.un.org/data/>

Construção de um forno com combustão em meios porosos para obtenção de vidros condutores utilizados em células fotovoltaicas

Kelvyn M. V. Nogueira, Edwalder S. Teixeira, Francisco Marccone,
Paulo H. F. M. Júnior, William M. Barcellos, Francisco N. A. Freire.

Universidade Federal do Ceará, Fortaleza-CE, Brasil

A Combustão em Meios Porosos, também conhecida como Combustão de Filtração (CF), é uma tecnologia que usa um processo de combustão nos interstícios de uma matriz porosa (inerte ou catalítica) [1-3], esse processo consiste na combustão do gás (gás natural) com o oxigênio dentro de um meio poroso inerte [3]. A matriz porosa constituída de carbeto de silício (SiC) tem a função de armazenar parte da energia que seria liberada pelo os gases da combustão, de modo a obter uma maior extração de energia e assim garantir menores índices de emissão de gases prejudiciais ao meio ambiente, tais como: CO e NO_x, quando comparado aos processos convencionais de combustão [3, 4]. O objetivo deste trabalho foi a construção de um forno que utilizasse a tecnologia de meios porosos através da queima de gás natural em substituição a fornos que usam resistências elétricas como fonte de aquecimento dos vidros para serem utilizados em células fotovoltaicas. A estrutura construída do forno foi composta por uma anti-câmara e uma câmara. Uma mistura ar-combustível (gás natural) foi inflada na câmara, na qual iniciou-se o processo de combustão do gás natural, com uma frente de chama se deslocando no leito poroso. Desse modo, os gases da combustão não queimados que normalmente seriam liberados na exaustão foram absorvidos pelo meio poroso (SiC), com elevada capacidade térmica para armazenar e recircular esses gases [4-7]. Assim a energia armazenada em forma de calor é transferida através dos processos simultâneos de condução, convecção e radiação para o compartimento interno (câmara) onde se encontrava o substrato (vidro) o qual foi aquecido até a uma temperatura de 600°C. Após atingir esta temperatura, este foi para anti-câmara, constituída por sistema de aspersão, responsável por aplicar a substância condutora (Dióxido de Estanho - SnO₂) através da técnica “Spray-Pyrolysis” [8] sob o substrato e assim torná-lo condutor de eletricidade. O resultado obtido constatou que o forno construído se adequou para a obtenção do filme fino de SnO₂ depositado na superfície do vidro pela técnica “Spray-Pyrolysis” e ainda apresentou um processo eficiente, com baixos níveis de emissões dos gases CO e NO_x lançados na atmosfera.

Agradecimentos: Universidade Federal do Ceará e a Capes.

Referências:

- [1] V. S. Babkin, V. I. Drobyshovich, Yu. M. Laevshii and S.I. Potytnyakov. Plenum Publishing Corporation, Vol. 19, pp. 17-26, 1983.
- [2] V. S. Babkin. Pure and Applied Chemistry, Vol. 65, pp. 335-344, 1993.
- [3] William M. Barcellos, Luís Carlos O. Souza, João J. Hiluy Filho, Éltton L. Q. Bananeira e Isaac H. V. Beserra. 4º PDPETRO., Vol. 5.3.0423, pp. 1-12, 2007.
- [4] Barra, A.J., Diepvens, G., Ellzey, J.L., and Henneke, M.R. Combustion and Flame, Vol. 134, pp. 369-379, 2003.
- [5] S. Zhdanok, Lawrence A. Kennedy And G. Koester. Combustion and Flame, Vol. 100, pp. 221-231, 1995.
- [6] V. S. Babkin, A. A. Korzhavin, And V. A. Bunev. Combustion and Flame, Vol. 87, pp. 182-190, 1991.
- [7] Jang Heuni Yi, Jung Hyun Kim, Hye Young Koo, You Na Ko. Journal of Power Sources, Vol. 196, pp. 2858-2862, 2011.
- [8] A. Sutka, G. Strikis, G. Mezinskas, A. Luis, J. Zavickis, J. Kleperis and D. Jakovlevs. Thin Solid Films, Vol. 526, pp. 65-69, 2012.

Estudo de remoção de cor de efluente têxtil por adsorção em nanotubos de carbono de paredes múltiplas

Letieri F. Pessoa¹, Luciana P. Silva¹, Paulo Fernando R. Ortega^{1,2}, Rodrigo L. Lavall¹, Aparecida B. Mageste³, Guilherme D. Rodrigues¹

¹Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte-MG, Brasil

²Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Araxá-MG, Brasil ³Universidade Federal de Ouro Preto, Ouro Preto-MG, Brasil

A indústria têxtil é considerada poluidora por gerar um elevado volume de efluentes com alto teor de corantes devido a sua incompleta fixação dos mesmos durante a etapa de tingimento das fibras têxteis. Atualmente, entre diversas técnicas existentes, a adsorção é considerada um dos métodos mais eficientes para remoção de corante de efluentes. [1]. Os nanotubos de carbono de paredes múltiplas possuem como característica estratégica, uma elevada área superficial, sendo uma alternativa eficiente para uma rápida redução desses poluentes, desde que se otimize o processo. Portanto, este trabalho objetiva avaliar o emprego de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNT) para descoloração de efluentes têxteis.

O MWCNT utilizado neste trabalho não foi modificado quimicamente e sua caracterização foi realizada por análise termogravimétrica e imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão, confirmando que a estrutura dos nanotubos está inalterada. O estudo da descoloração de uma amostra de efluente têxtil foi feito nos pH's 1, 3,5, 7,9 11; sendo o maior valor encontrado em pH1. Assim os estudos posteriores foram realizados em pH 1. No estudo de cinética, após 10 minutos de contato entre o MWCNT e o efluente, a taxa de redução de cor foi de 80%. Além disso, foi avaliado o efeito da variação da massa de MWCNT (0,75 a 1,95 g) por litro de efluente, obtendo remoção máxima de cor de 96% para a maior massa (1,50 g L⁻¹). No estudo de simulação de uma isoterma de adsorção, foram realizadas diluições de até 25 vezes do efluente têxtil para obtenção da coloração inicial (C_i) e, conseqüentemente após o contato com MWCNT, a coloração final (C_f). A Figura 1 ilustra os ensaios realizados neste estudo de descoloração. Para o efluente sem diluição a taxa descoloração foi de 80%, para uma quantidade de MWCNT de 0,75g L⁻¹, resultado este sendo compatível ao valor encontrado no estudo de pH.

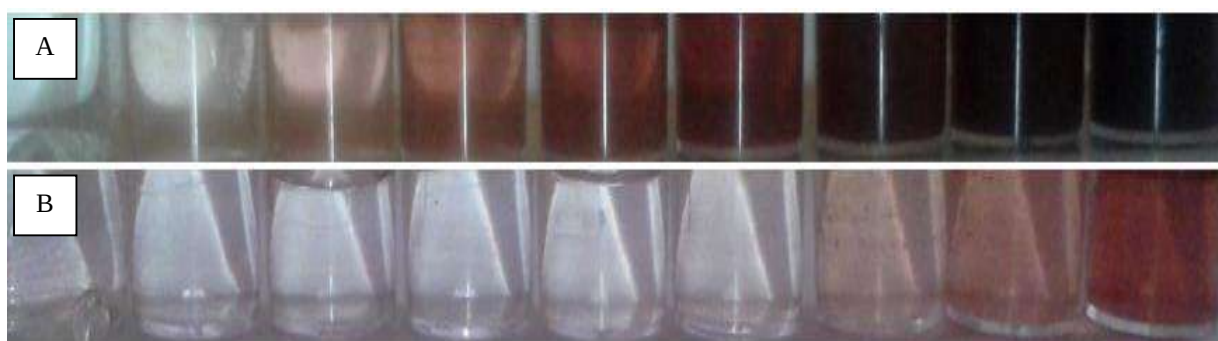


Figura 1. Simulação de isoterma a partir de efluente têxtil, antes (A) e após (B) adsorção em MWCNT.

Agradecimentos: Ao CNPq, FAPEMIG e PRPq/UFGM.

Referências:

[1] Mishra, A.K.; Arockiadoss, T.; Ramaprabhu, S. Chme. Eng. J., 162, 1026, 2010.

Recuperação de carvão ativado em pó e terras raras usados em processos de clarificação de açúcares

Veronica Olmos, Liliane S. Lima, Sueli P. Quináia, Celso F. Santos

Universidade Estadual do Centro-Oeste, Guarapuava-PR, Brasil

Em muitos processos da indústria alimentícia os carvões ativados em pó têm sido aplicados principalmente para a remoção de cor, gosto e odor. Na purificação de xarope de açúcares são aplicados juntamente com as terras diatomáceas, que atuam como auxiliares filtrantes[1]. Após o tempo de contato com a solução estes insumos são separados e descartados como resíduos, sendo destinados comumente a aterros industriais.

Devido ao crescente rigor da legislação ambiental, observa-se que a sociedade tem buscado soluções para a destinação correta dos resíduos sólidos e novas políticas têm sido implementadas estipulando regras e orientação às indústrias em geral. Neste contexto, muitos usuários de carvão ativado em pó têm colocado junto aos seus fornecedores algumas indagações sobre a possibilidade de reativação, reciclagem ou reaproveitamento deste resíduo. É de conhecimento que os carvões ativados após utilização adquirem características de toxicidade relacionadas à aplicação ao qual foram submetidos e podem ser classificados como resíduos perigosos [2]. Portanto, as técnicas de recuperação investigadas sempre estão associadas ao tipo de contaminante adsorvido [3].

A proposta desta pesquisa é a caracterização do resíduo de carvão ativado em pó aplicado com terra diatomácea na indústria de alimentos e a investigação de técnicas de recuperação deste material e posterior aplicação na redução da DQO em efluente industriais. Uma amostra do resíduo de carvão/terra (proporção 70:30) de indústria de balas passou por um processo de limpeza com álcool etílico em duas etapas para a extração dos açúcares adsorvidos na superfície, e em seguida foi submetida a um tratamento térmico em forno mufla por 15 minutos e 800 °C. O resultado de número de iodo obtido para o resíduo após o tratamento térmico foi de 509,06 mg/g, indicando que a área do carvão ativado foi recuperada, uma vez que este índice na mistura virgem carvão/terra era próximo de 500 mg/g. A figura 1 mostra a desobstrução dos poros após o processo de limpeza e reativação.

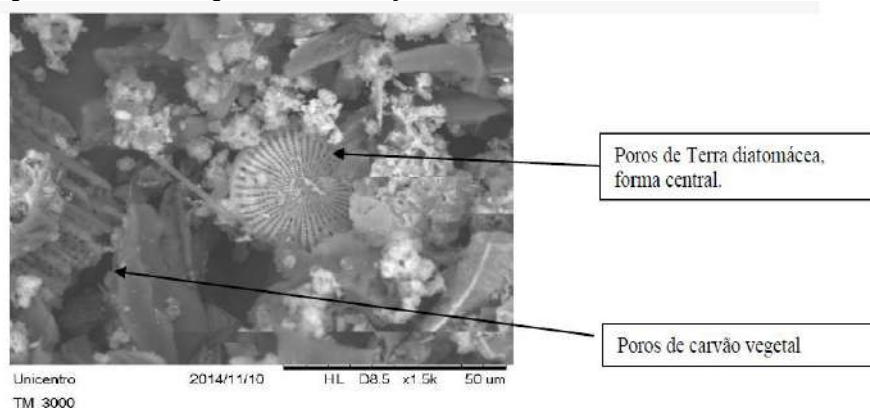


Fig.1 – Microscopia Eletrônica de Varredura do resíduo de carvão ativado/terra recuperado.

A aplicação do resíduo recuperado na redução de DQO se mostrou eficiente. A DQO de uma amostra de água reduziu de 243 mg/L para 102 mg/L após a aplicação do resíduo recuperado.

Agradecimentos: À UNICENTRO, à CAPES pelo apoio financeiro e a Alphacarbo.

Referências:

- [1] H.M.G. Coelho. Eng. Amb. Sanit., Vol. 16, pp. 307-312, 2011.
- [2] P-S Yap, T-T Lim. Wat. Res., Vol., pp. 3054-3064, 2012.
- [3] S-J Park. Desalination, Vol. 250, pp. 908-914, 2010.

Fotodegradação de azul de metileno com compósitos de óxido de ferro sob irradiação UV

Rosane S. Bindá, Vera L. I. Bentes, Paulo R. C. Couceiro

Universidade Federal do Amazonas, Manaus-AM, Brasil

A combinação de carvões ativados com óxidos de ferro resulta em materiais que são excelentes adsorventes e agentes oxidantes, por fotodegradação na presença de H_2O_2 , que podem ser utilizados como remediadores de uma variedade de poluentes ambientais presentes em meio aquoso, ou seja, substâncias orgânicas, bem como os íons inorgânicos perigosos [1]. Os compósitos foram preparados a partir da impregnação direta do resíduo do caroço do açaí com $FeCl_3$ sob agitação por 4 h, seco em estufa a 110 °C por 24 h, em seguida a mistura foi pirolisada em forno mufla a 400 °C (amostra COMP-13) e a 500 °C (COMP-14) em atmosfera de ar. Essas amostras foram caracterizadas por Difractometria de Raios X (DRX), Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (IV-TF) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Para verificar a eficiência desses materiais, foram realizados ensaios de degradação via foto-fenton do corante azul de metileno (AM), sendo: 9,9 mL de solução de AM, 10 mg de compósito e 0,1 mL de peróxido de hidrogênio (35% V/V), sob irradiação UV. A degradação foi monitorada e analisada nos tempos de 0, 30, 60, 90 e 120 min., em um espectrofotômetro Thermo Fisher Scientific (modelo GIOS UV-VIS) no comprimento de onda de 665 nm. Os dados de DRX das amostras COMP-13 e COMP-14 apresentaram fases amorfas e cristalinas. Os sinais observados em ambos os compósitos coincidem com a fase de óxido de ferro referente à hematita que pode ser evidenciada pelos sinais característicos [2]. Os espectros de absorção no infravermelho revelam a completa carbonização do material pela ausência de bandas de estiramento C-H em, aproximadamente, 3.000 cm^{-1} . A presença de bandas em 1.600 cm^{-1} podem ser atribuída a vibrações de anéis aromáticos, característico de materiais carbonáceos. A banda de absorção próxima a 1.240 cm^{-1} pode ser atribuída a ligações C-O, pertencentes aos grupos éteres, fenóis e álcoois presentes na superfície dos carvões [3]. As imagens de MEV mostraram a formação de microporos e a superfície parcialmente recoberta por óxido de ferro, confirmando a obtenção do compósito. Nos testes de fotodegradação do COMP-13 e COMP-14 (Figura 1) apresentaram capacidade de degradação do AM de 99,73 e 99,93%, respectivamente, em massa no tempo de 120 min. Dessa forma é possível concluir que ambos os materiais são eficientes na remoção do corante AM via reação foto-fenton, porém, o COMP-13 apresentou maior eficiência quando comparado ao COMP-14.

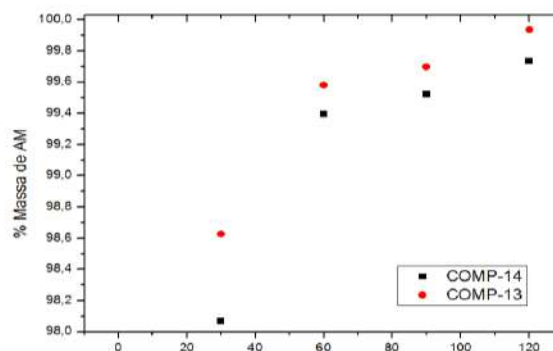


Figura 2. Cinético de remoção do AM na presença de H_2O_2 usando o COMP-13 e 14.

Agradecimentos: UFAM, Prof. Paulo Couceiro, CPRM-AM e LTMOE/INPA.

Referências:

- [1] KADIROVA, Z. C., KATSUMATA, K.; ISOBE, T.; MATSUSHITA, N.; NAKAJIMA, A.; OKADA, K. Adsorption and photodegradation of methylene blue with Fe_2O_3 -activated carbons under UV illumination in oxalate solution. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. v. 2, p. 2026–2036, 2014.
- [2] GUSKOS, N.; PAPADOPOULOS, G. J.; LIKODIMOS, V.; PATAPIS, S.; YARMIS, D.; PRZEPIERA, A.; MAJSZCZYK, J.; TYPEK, J.; WABIA, M.; AIDINIS, K.; DRAZERK, Z. Photoacoustic, EPR and electrical conductivity investigations of three synthetic mineral pigments: hematite, goethite and magnetite. *Materials Research Bulletin*, v. 37, p. 1051-1061, 2002.
- [3] SERRANO, V. G.; ALMEIDA, F. P.; VALLE, C. J. D.; VILLEGAS, J. P. Formation of oxygen structures by air activation. A study by FT-IR spectroscopy. *Carbon*. v. 37, p. 1517–1528, 1999.

Preparação de compósito a base de Fe suportado em carvão ativado de resíduo do açaí (*Euterpe oleracea*) para remoção de contaminantes orgânicos em meio aquoso

Vera L. I. Bentes¹; Paulo R. C. Couceiro¹; Ivoneide. C. L. Barros²

¹ Universidade Federal do Amazonas, Manaus-AM, Brasil

² Universidade Federal Rural de Pernambuco - Recife -PE, Brasil

Os compósitos a base de ferro impregnado em matrizes carbonáceas têm sido constantemente investigados pela comunidade científica, devido à combinação das propriedades de adsorção dos carvões ativados e a capacidade oxidativa do Fe para a remoção de contaminantes ambientais em meio aquoso via Processo Oxidativo Avançado (POA), sistema Fenton, através da reação de sais de ferro e peróxido de hidrogênio em meio ácido formando o radical $\bullet\text{OH}$, com elevada capacidade de remoção parcial ou total de contaminantes ambientais [1-3]. Dessa forma, no presente trabalho foram preparados compósitos impregnado $\text{Fe}(\text{NO})_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ e H_3PO_4 em matriz carbonácea (obtida do resíduo do caroço de açaí) na proporção 1:1:1 em massas, sob agitação por 4 h, seco em estufa a 110 °C por 24 h e pirolisada em forno mufla a 400 °C (COMP-1) e 500 °C (COMP-2) em atmosfera de ar, para remoção parcial ou total de contaminantes orgânicos em fase aquosa. As amostras foram caracterizadas pelas técnicas analíticas de IV-ATR, DRX e MEV. Os ensaios foto-Fenton frente a solução de azul de metileno (AM) foram monitorados em intervalos de 15 min em UV/visível ($\lambda = 665 \text{ nm}$) até 75 min, utilizando 5,0 mg do compósito em contato com 20 mL de solução AM 100 mg L^{-1} e 0,2 mL de H_2O_2 35 %V/V, sob agitação constante. As micrografias de MEV das amostras sugerem que ocorreu a deposição do fosfato de ferro na superfície do material gráfitico, com presença de microporos e distribuídos irregularmente. Nos espectros de absorção no IV verificou-se bandas de vibrações em 1650 cm^{-1} de C=C de anéis aromáticos, características de material gráfitico, bem como bandas de vibrações de estiramento C-O ligados ao fósforo C-O-P em 1160 cm^{-1} e a banda em 1055 cm^{-1} que pode estar relacionada ao modo de vibração das ligações P-O-P resultantes da interação do H_3PO_4 com o precursor. Os dados de DRX revelaram a ocorrência de duas fases cristalinas típicas de fosfatos de ferro [$\text{Fe}_2\text{P}_4\text{O}_{12}$ e $\text{Fe}(\text{PO}_3)_3$] e uma fase amorfa de material gráfitico. Os ensaios de capacidade de adsorção e remoção via foto-Fenton do corante AM em meio aquoso foram considerados promissores, em que a amostra COMP-1 teve eficiência de 99,9 % de remoção de AM e COMP-2 91,6 % (Figura 1) para massa de cerca 5,0 mg de compósitos. Estes ensaios preliminares sugerem que esses materiais são muito eficientes na remoção do corante orgânico em sistema aquoso.

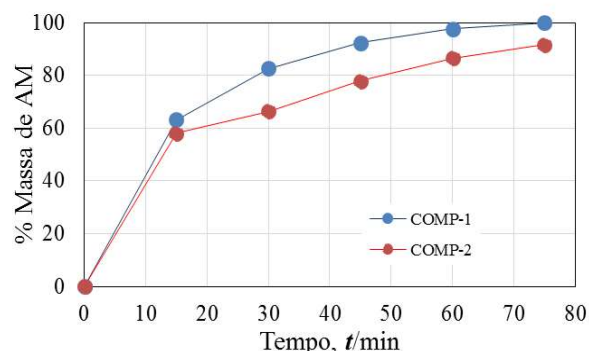


Figura 1. Remoção de AM utilizando os compósitos na presença de H_2O_2 .

Agradecimentos:

À FAPEAM pelo fomento, à Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais - CPRM, ao Laboratório e Processos Limpos - LATECLIN/UFPE e ao Laboratório Temático de Microscopia Ótica e Eletrônica/INPA pelas análises realizadas.

Referências:

- [1] Nogueira, R. F. P.; Trovó, A. G.; Silva, M. R. A.; Villa, R. D.; Oliveira, M. C. - Quim. Nova, Vol. 30, pp.400-408, 2007.
- [2] Gonçalves, M.; Castro, C. S.; Oliveira, L. C. A.; Guerreiro, M. C. - Quim. Nova, Vol. 32, pp. 1723-1726, 2009.
- [3] G. Li; D. Zhang; M. Wang; J. Huang; L. Huang. Ecotox. Environ. Safe. vol.98, pp.273-82. 2013.

Efeito sobre o desenvolvimento tumoral através da internalização de nanopartículas de carbono

Aléxia O. Roque^{1,2}, Ingrid A. Rosa^{1,2}, Rosemeire F. O. de Paula², Suzy F. Souza^{1,2}, Hélder J. Ceragioli³, Alessandro S. Farias², Leonilda M. B. Santos², Elaine C. Oliveira^{1,2}

¹ Laboratório de Nanobiologia e Imunologia de Tumores, Faculdade de Tecnologia de Sorocaba – CEETEPS, Sorocaba Brasil

² Laboratório de Neuroimunologia, Instituto de Biologia – UNICAMP, Campinas, Brasil

³ Laboratório de Nanoengenharia e Diamante, Faculdade de Engenharia Elétrica e Computação – UNICAMP, Campinas, Brasil

As nanopartículas de carbono têm sido amplamente estudadas na última década, devido ao seu possível uso em sistemas biológicos. A possibilidade da utilização dessas nanopartículas foi principalmente devido as suas propriedades físicas e químicas, que possivelmente permitiria a sua entrada através da membrana de células vivas, funcionando como um promissor carreador de drogas [1]. Em nosso laboratório nós observamos que as células do carcinoma pulmonar de Lewis (3LL) internalizam grandes quantidades de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (NTC) em seu citoplasma sem, contudo, interferir em sua viabilidade. Sendo assim, o objetivo deste trabalho foi verificar se as células que *in vitro* internalizaram os NTC eram capazes de desenvolver tumor *in vivo*, avaliar o crescimento tumoral e quantificar por citometria de fluxo a presença de células precursoras vasculares.

As 3LL (1×10^5 células/animal) foram cultivadas em placa de 24 poços. Alguns poços receberam 50ug/ml de NTC diluído em tampão fosfato-salino (PBS) contendo 0,01% de Pluronic 127 para melhor dispersão. Após 24 horas, cada poço foi tripsinizado e as células com e sem nanotubos foram implantadas no dorso de camundongos C57Bl/6 para indução dos tumores. O desenvolvimento tumoral foi verificado diariamente após 7 dias com paquímetro digital. Após 15 dias os animais foram sacrificados, sendo retirados baço, linfonodo e tumor.

O crescimento do tumor foi acompanhado, através de medidas realizadas em dias alternados com o auxílio de um paquímetro digital. Tendo como resultado um aumento no volume da massa tumoral dos animais que receberam as células (3LL) que haviam internalizado os NTC, quando comparados ao grupo controle. Além disso, foi observado uma massa escura no centro do tumor de 3LL+NTC, que pode indicar a presença de células que internalizaram as nanopartículas.

Portanto, os resultados apresentados até o momento, nos permite sugerir que a implantação de células tumorais que internalizaram o NTC favorece um maior crescimento da massa tumoral.

Agradecimentos: À Prof^a Dr^a Elaine Conceição de Oliveira e a Prof^a Dr^a Leonilda dos Santos, por me ajudarem na realização do projeto; à Unicamp e Fapesp, por subsidiar e auxiliar no desenvolvimento da pesquisa.

Referências:

[1] MADANI SY, NADERI N, DISSANAYAKE O, TAN A, SEIFALIAN AM. A new era of cancer treatment: carbon nanotubes as drug delivery tools. *Int J Nanomedicine*. 2011;6:2963-79.

Avaliação da resposta imune intratumoral em camundongo portador de carcinoma pulmonar de Lewis após administração sistêmica de nanotubos de carbono

Ingrid A. Rosa^{1,2}, Alexia R. Oliveira^{2,3}, Rosemeire de Paula³, Adriel Moraes³, Suzy F. de Souza, Silvia P. Irazusta, Helder J. Ceragioli¹, Alessandro S. Farias², Leonilda M. B. Santos², Vitor Baranauskas^{1,*}, Elaine C. Oliveira^{2,3}

¹ Laboratório Nanoengenharia e Fotônica, Faculdade de Engenharia Elétrica e Computação-Unicamp, Campinas-SP, Brasil, ² Laboratório de Neuroimunologia, Instituto de Biologia da Unicamp, Campinas-SP, Brasil, ³ Laboratório de Imunologia e Imunoterapia de Tumores, Faculdade de Tecnologia de Sorocaba, CEETEPS-SP, Brasil

**In memoriam*

Estudos recentes mostram o microambiente tumoral (MT) como um dos fatores para a progressão do câncer. Composto por células tumorais, endoteliais e células do sistema imune, o tumor se caracteriza por um ambiente inflamado. A produção de mediadores químicos como citocinas e quimiocinas impede a ação do sistema imune e acabam por proporcionar um ambiente supressor para a resposta antitumoral. Os nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNT) têm sido alvo de muitos estudos, devido ao seu tamanho reduzido possui como característica a capacidade de penetrar em células e tecidos, podendo assim funcionar como um potente carreador de drogas. Estudos desenvolvidos em nosso laboratório mostraram que a administração sistêmica dos MWCNT estimula a resposta imune resultando na diminuição da massa tumoral de camundongos portadores de carcinoma pulmonar de Lewis (3LL). Este trabalho tem como objetivo avaliar o perfil das células imunes infiltradas no MT, bem como o seu padrão de ativação, após o tratamento com MWCNT não funcionalizado. A linhagem tumoral 3LL foi cultivada em sucessivas passagens e implantada no dorso de camundongos C57Black/6 ($1,0 \times 10^6$ células/animal). Utilizamos dois tipos de nanotubos, um produzido pela Engenharia Elétrica da Unicamp (MWCNT) e outro adquirido comercialmente através da Helix Material Solutions (MWCNTc). Após o estabelecimento do tumor os animais foram divididos em 3 grupos e injetados sistemicamente com 100µg dos MWCNTs dispersado em PBS+0,01% de Pluronic F-127 (100µl). O grupo controle recebeu apenas o veículo utilizado para dispersão dos nanotubos. Depois de sete dias, o tumor foi removido, o tecido fibroso tratado com collagenase tipo IV e processado para separação de células por Histopaque 1066. As células obtidas foram quantificadas por citometria de fluxo.

Demonstramos nesse estudo que as células T CD4⁺ e CD8⁺ e as células regulatórias CD4⁺CD25⁺FOXP3⁺ não sofrem alteração quantitativa em ambos os tratamentos. No entanto, quando avaliamos as células apresentadoras de antígeno, observamos um aumento na porcentagem de macrófagos intratumorais (CD11b⁺), com discreto aumento de células dendríticas (CD11c⁺). As moléculas do MHC I⁺, MHC II⁺ e CD86 são expressos principalmente nas células CD11c⁺ e em células duplo-positivas CD11b⁺CD11c⁺. Observamos um aumento na população de células NK CD49⁺. A expressão de RNAm para citocina TNFα e IL10 foram diminuídas no MT dos animais tratados com os MWCNTs, enquanto de IFN e IL12 foi mantida. As conclusões parciais sugerem que a diminuição do tumor nestes animais pode ser de responsabilidade da maior atividade das células NK.

Agradecimentos: CAPES 2008, FAPESP, 2015; CNPq, 2015.

A indução de tolerância oral com nanotubos de carbono aumenta a população de células T regulatórias e a supressão da resposta imune sistêmica

Elaine C. de Oliveira^{1,2}, Ingrid F. M. Gafanhão^{1,2}, Adriel S. Moraes², Ingrid A. Rosa^{1,2}, Rosemeire F. O. de Paula², Aléxia de O. Roque^{1,2}, Bruno F. de Souza¹, Rodolfo Thomé², Vinícius Boldrini², Silvia P. Irazusta¹, Hélder J. Ceragioli², Alessandro dos S. Farias², Vitor Baranauskas^{2*}, Leonilda M. B. Santos²

¹Faculdade de Tecnologia de Sorocaba “José Crespo Gonzales” – CEETEPS, Sorocaba Brasil

²Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas, Brasil

**in memoriam*

Muitos estudos já foram conduzidos sobre a inalação de nanotubos de carbono e seus efeitos sobre a mucosa do trato respiratório e pulmão. Porém pouco ainda se conhece sobre a ação destas mesmas nanopartículas administradas por via oral e qual seria o seu comportamento quando em contato com a mucosa do trato gastrointestinal. Estudos clássicos relatam que a administração de pequenas doses de proteína por via oral é capaz de modular a resposta imune inflamatória em modelos de doenças autoimunes. Desde 2008 o nosso grupo tem estudado a interação dos nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNT) sobre a resposta imune tanto *in vitro* como *in vivo*. O objetivo deste trabalho foi verificar a manutenção da tolerância oral induzida por OVA contendo ou não os MWCNT. Camundongos C57Black/6 foram divididos em 4 grupos e receberam em dias alternados 5 doses do antígeno. Os grupos estudados foram: Controle (PBS); OVA; OVA + MWCNT e MWCNT. Após a última dose todos os animais foram imunizados com 50µg de OVA em Adjuvante Completo de Freund. Após os tratamentos foram quantificados anticorpos anti-OVA pelo método de ELISA, fenotipagem de linfócitos e células apresentadoras de antígenos (APCs) presentes nas Placas de Peyer e Linfonodo mesentérico (CD4, CD8, CD25, FoxP3, CD11c, CD11b, CTLA4, GITR, PDL1, CD80, CD86 e MHC II). Os resultados demonstraram que a administração do MWCNT aumentou a expressão de moléculas supressoras como CTLA4 e PDL1 nos linfócitos T CD4, observou-se também uma diminuição de moléculas co-estimulatórias CD80, CD86 nas APCs. Os dados apresentados demonstram que as nanopartículas em contato com a mucosa oral acentuam o efeito tolerante da ovoalbumina.

Agradecimentos: À FAPESP e CAPES; A Unicamp (Programa de Pesquisador Colaborador Voluntário)

Scaffolds gráfiticos condutivos baseados em fibras de carbono para aplicações biomédicas

Eduardo J. Arruda^{1*}, Jossano S. Marcuzzo^{2,3*}, João O. Ventura⁴, Jose T. T. Cardoso⁵, Catarina J. L. S. Dias⁴, Marisa M. Beppu⁵ e Fernando J. M. Monteiro^{6,7}

^{1*}Universidade Federal da Grande Dourados, Dourados-MS, Brasil, ^{2*}Faculdades de Tecnologia de São Paulo, São José dos Campos, SP, Brasil, ^{3*}Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, Brasil, ⁴Faculdade de Ciências da Universidade do Porto, Porto, Portugal, ⁵Faculdade de Engenharia Química da Unicamp, Campinas-SP, Brasil, ⁶Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto, Porto, Portugal, ⁷Instituto de Engenharia Biomédica-INEB/i3S, Porto, Portugal

Os feltros de fibras de carbono não ativada (FFC) ou ativada (FFCA) podem ser propostos para aplicações tecnológicas e/ou biomédicas. Estas estruturas/arca-bouços são autossustentáveis com diferentes porosidades, adsorvidades, condutividades e outras propriedades relacionadas ao tamanho, distribuição de poros e composição química. Neste trabalho com feltros de poliacrilonitrilas (PANs) preparadas por Marcuzzo et al. (2012) [1] por processos térmicos em atmosfera controlada onde a PAN foi transformada em feltros de fibras de PAN oxidadas, carbonizada (FFC) e ativada (FFCA). As fibras de carbono ativada (FFCA) bem como sua versão em feltro são estruturas monográficas 3-D. A estrutura monográfica é temperatura dependente com o modelo de Coulomb gap segundo Efros e Shklovskii (1975) [2], mas comporta-se como material metálico granular, possuindo movimentação de elétrons dependente da temperatura (energia) e/ou transportados devido as dimensões e concentração dos domínios gráfiticos. As medidas de condutividade elétrica das FFC e FFCA foram realizadas para análise das propriedades elétricas dos feltros de fibra de carbono para uso como estruturas 3-D para deposição de polímeros naturais (colágeno: quitosana) e blendas para análise da atividade biológica, adesão, crescimento e proliferação de células cardíacas, neuronais e osteogênicas por condução e eletroestimulação. As medidas de resistividade (condutividade) dos feltros foram realizadas pelo método de Van der Pauw [3] para a medição da resistividade de uma amostra arbitrária em duas dimensões utilizando os eletrodos nos perímetros da amostra. O contato com amostra de 2 cm x 2 cm foi realizado pelos cantos. Os resultados de resistividade (condutividade) obtidos para os feltros de fibras de carbono FFC e FFCA foram respectivamente: $1,91\text{E-}03 \Omega.\text{m}$ ($5,23 \text{ S cm}^{-1}$) e $2,06\text{E-}03 \Omega.\text{m}$ ($4,86 \text{ S cm}^{-1}$). Os conteúdos de carbono (C) das amostras foram determinados por XPS para FFC e FFCA revelando conteúdos de C de 95,87% e 97,54%, respectivamente. Estes resultados confirmaram a condutividade das amostras de FFC e FFCA para utilização como estruturas gráficas para a preparação de biomateriais e uso em processos regenerativos e/ou de indução de crescimento celular.

Agradecimentos: CAPES/FCT, FEQ/UNICAMP, FEUP, INEB, FCUP/Física e FATECSP.

Referências:

- [1] J.S. Marcuzzo.; C. Otani.; H.A. Polidoro.; S. Otani. Mat. Research. v.16, p.136-144, 2012.
- [2] A.L. Efros, B.I. Shklovskii. J. Phys. C: Solid State Phys. 8,4 L49, 1975. doi:10.1088/0022-3719/8/4/003
- [3] L.J. Van der Pauw. A method of measuring the resistivity and Hall coefficient on lamellae of arbitrary shape (PDF). Philips Technical Review 20, 220-224, 1958. Disponível em: <http://electron.mit.edu/~gsteele/vanderpauw/vanderpauw.pdf>

Utilização de carvão ativado associado à laserterapia em modelo animal de lesão óssea

Patrícia A. Silva¹, Alexandre B. A. Sampaio¹, Rodney C. Pallotta¹, Rachel B. M. Dalmaso¹, Fernando G. Foster¹, Romildo T. Silva¹, Jossano S. Marcuzzo^{2,3}, Gisele A. Labat⁴, Guilherme F.B. Lenz e Silva⁴, Rodrigo L. Marcos¹

¹Universidade Nove de Julho, São Paulo, Brasil.

²FATEC - Faculdade de Tecnologia de São Paulo, São Jose dos Campos, Brasil. ² INPE.

³Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São Jose dos Campos, Brasil.

⁴ Universidade de São Paulo – PMT/USP, São Paulo, Brasil.

As terapias utilizadas em caso de fraturas ou defeitos ósseos são baseadas em tratamentos conservadores como por exemplo: imobilização completa do osso afetado, intervenção cirúrgica para adição de hidroxiapatita, enxertos ósseos, ou ainda implante de próteses. No entanto, a maior parte destas técnicas são onerosas e os implantes possuem um tempo de vida útil limitado. Ademais, existe perda de produtividade do indivíduo em consequência da extensa licença médica, seguida de um impacto sócio-econômico. Portanto, a utilização do carvão ativado como substituto ósseo associado ao uso do laser de baixa potência poderia auxiliar no processo de reparo ósseo, sendo uma alternativa para estes problemas.

A indução da lesão óssea foi realizada por metodologia padrão em ratos wistar pesando entre 150g e 200g, com 3 meses de idade. Imediatamente após a cirurgia os ratos foram randomizados e divididos em grupos distintos. Após 28 dias os animais foram eutanasiados e a tíbia foi retirada para análises histológicas, bioquímicas e biomecânicas. Os aspectos biomecânicos são representados na figura 1.

O grupo NT apresentou redução nas forças de flexão (36% VS CTL) além de alterações histológicas relacionadas a desorganização do tecido. Os grupos HA e CA+L não apresentaram melhora das propriedades mecânicas, porém, o grupo CA+L apresentou melhora nos aspectos histológicos. Diferentemente, o grupo CA apresentou melhora nas forças de flexão (29% VS NT), relacionado com melhora dos aspectos histológicos e redução dos níveis de fosfatase alcalina (parâmetro indicador de crescimento ósseo) (13% VS CTL). O grupo NT apresentou níveis de fosfatase alcalina elevados (45% VS CTL). A utilização de carvão ativado parece melhorar o reparo ósseo induzido neste estudo. A associação do laser com o carvão ativado não apresentou melhora das propriedades biomecânicas apesar dos resultados histológicos apresentarem um aspecto melhor.

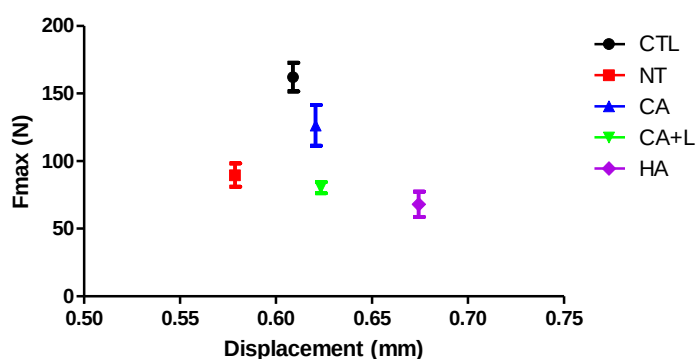


Fig.1 - Gráfico da relação entre a força máxima de flexão óssea com o deslocamento máximo no momento da ruptura óssea. Grupos: Controle (CTL); não tratado (NT); tratados com carvão ativado (CA); com hidróxi-apatita (HA); com carvão ativado associado à laserterapia (CA+L).

Efeito da administração de nanotubos de carbono na resposta imune de camundongos portadores de carcinoma de pulmão

Rosemeire F. O. Paula¹, Elaine C. Oliveira^{1,3}, Adriel S. Moraes¹, Alexia Oliveira¹, Ana Leda F. Longhini¹, Fernando Pradella¹, Ingrid Rosa^{1,2}, Alfredo C. Peterlevitz², Helder Ceragioli², Alessandro S. Farias¹, Vitor Baranauskas^{2in memoriam}, Leonilda M.B. Santos¹.

¹Laboratório de Neuroimunologia, Dept.Genética, Evolução e Bioagentes, Instituto de Biologia

²Laboratório de Fotônica Faculdade de Engenharia Elétrica e Computação, Universidade Estadual de Campinas – Campinas – SP – Brasil

³Centro Paula Souza, Sorocaba, SP, Brasil.

A capacidade dos nanotubos de carbono penetrar nas células abriu a possibilidade da utilização dessas nanopartículas no diagnóstico e tratamento de neoplasias malignas. O objetivo deste trabalho foi verificar os efeitos da injeção sistêmica de nanotubo de carbono de paredes múltiplas (MWCNT) não funcionalizados sobre a resposta imune de camundongos portadores de carcinoma pulmonar de Lewis (3LL). Usamos nestes experimentos camundongos C57BL/6 de oito semanas de idade, células de carcinoma de pulmão de Lewis (3LL) e o MWCNT foi produzido pela Engenharia Eletrica da Unicamp. Após o crescimento da massa tumoral os animais foram inoculados com 100µg de MWCNT diluídos em PBS + 0,01% de Pluronic 127, para melhor dispersão. A internalização dos MWCNT foi avaliada pela internalização de PKH 26, um corante atóxico vermelho (Sigma, Aldrich - EUA) por citometria de fluxo no FACScanto usando um software FACSDiva. O linfócitos obtidos do baço foram estimulamos com Concanavalina A (Con A) na presença MWCNT e a resposta proliferativa foi avaliada por incorporação de timidina 3H. A expressão de genes para citocinas de interesse como IFN γ e TNF α foi feito pelo método de PCR em Tempo Real. A análise não paramétrica de variância (Kruskal Wallis e Mann -Whitney), de um valor de p inferior a 0,05 foi considerado significativo. Nesse estudo demonstramos que os MWCNT corados com PKH 26 são internalizados pelas 3LL, e que esta internalização inibe a resposta proliferativa destas células *in vitro*. A inoculação de MWCNT *in vivo* também reduziu a velocidade de crescimento do tumor, sendo que essa redução foi acompanhada do aumento de resposta proliferativa dos linfócitos estimulados por Com A e pela expressão de IFN γ , citocina envolvida na resposta contra os tumores. Esses resultados indicam que os MWCNT estimulam a resposta imune e consequentemente diminui o crescimento do carcinoma de pulmão. Nossos resultados são extremamente relevantes uma vez que a capacidade de nanotubos de carbono (MWCNT) para induzir a resposta inflamatória pode ser utilizada em estudos envolvendo entrega de drogas.

Agradecimentos: CAPES, Fundação de Amparo a Pesquisa(Fapesp) e a Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento(CNPq)

Controle da síntese de peptídeos por voltametria de pulso diferencial utilizando eletrodo de diamante dopado com boro

Amanda B. Lima, Heber V. Tolomeu, Livia M. F. C. Torres, Tiago J. Guedes, Morgana F. Alecrim, Rodrigo M. Verly, Wallans T. P. dos Santos

Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina-MG, Brasil

Os peptídeos (PP) são importantes biomoléculas que atuam no nosso organismo com hormônios, neurotransmissores, antibióticos naturais, entre outras funções. As estruturas dessas biomoléculas são constituídas através de ligações amídicas entre resíduos de aminoácidos (AA). A obtenção de PP para diversos fins pode ser feita de duas formas diferentes: Podem ser isolados de seres vivos, visto que há produção por praticamente todos e também pode ser realizada a síntese química. A primeira forma consegue isolar baixas quantidades das biomoléculas devido à baixa biodisponibilidade nos organismos. Com isso a síntese química vem se destacando na produção de PP. O processo mais comumente utilizado é a síntese em fase sólida que emprega a estratégia Fmoc (9-fluorenilmetoxycarbonila), este processo se dá pelo acoplamento individual de um AA em uma resina sólida e subsequentes acoplamentos de AA até obtenção da sequência determinada para a formação do PP de interesse. Em cada etapa de acoplamento, a reação ocorre com excesso de AA protegido com a Fmoc. O método para confirmação de uma etapa de acoplamento emprega o teste de Kaiser para detecção de grupos amino livres e baseia-se na diferença de coloração da resina. No entanto, este método não quantifica o AA acoplado, e consequentemente pode ocasionar a formação de grande quantidade de subprodutos da síntese. Sendo assim, o presente trabalho propõe a detecção eletroquímica usando o eletrodo de diamante dopado com boro (BDD) como sensor para a determinação dos AA protegidos. Devido às excelentes propriedades do BDD, como ampla faixa de trabalho, alta estabilidade, baixa corrente de fundo, entre outras, foi possível detectar e quantificar os AA protegidos durante a etapa da síntese de um PP. Primeiramente, foi avaliado o comportamento eletroquímico da glicina (Gly) sozinha e protegida com grupamento Fmoc (Fmoc-Gly-OH) como modelo de analito de possíveis AAs, e esse procedimento foi realizado por voltametria cíclica em diferentes eletrólitos suporte (pH 2,0 a 12). Foi observado que somente a Gly protegida era detectada sobre o BDD em alguns desses eletrólitos estudados, sendo escolhido o tampão acetato (pH 4,7) 0,1 mol L⁻¹. Neste meio a Fmoc-Gly-OH apresentou um pico de oxidação em torno de 1,45 V. Assim, para a determinação mais sensível desse analito utilizou-se a voltametria de pulso diferencial, onde foram otimizados os parâmetros da técnica em 40 mV e 20 mV/s para amplitude e velocidade de varredura, respectivamente. O estudo de repetibilidade para análise sucessiva de dez amostras de Fmoc-Gly-OH 0,1 mmol L⁻¹ apresentou um baixo desvio padrão relativo de 2,3%, indicando uma alta estabilidade do sensor (BDD) para este analito. A curva analítica foi então estabelecida, encontrando um coeficiente de correlação linear de 0,998 num intervalo de concentração de 0,08 a 1,0 mmol L⁻¹. O limite de detecção calculado foi de 0,02 mmol L⁻¹. O método proposto foi aplicado para quantificação da Gly após uma etapa de uma síntese usando o Fmoc-Gly-OH, indicando que 55 % deste AA tinha sido acoplado. Esses resultados obtidos foram comparados e validados por cromatografia (HPLC/UV). Portanto, o método proposto pode ser uma alternativa simples e rápida para o controle da síntese de PP em fase sólida que emprega a estratégia Fmoc, uma vez que todos os AA neste tipo de síntese são passíveis de serem detectados devido à presença do grupo protetor. Outros AA protegidos estão sendo avaliados e os resultados são semelhantes aos obtidos para Gly.

Agradecimentos: UFVJM, CNPq, FAPEMIG, CAPES e RQ-MG.

Estudo de diferentes materiais de carbono em eletrodos impressos para determinação de fármacos de baixo índice terapêutico

Tiago J. Guedes, Glauber A. R. Andrade, Amanda B. Lima, Morgana F. Alecrim Wallans T. P. dos Santos

Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina-MG, Brasil

Os sistemas conjugados, denominados eletrodos impressos (screen-printed electrodes) têm demonstrado alta versatilidade no monitoramento de diferentes analitos tanto na forma convencional, quanto na forma de eletrodo modificado. Substituem a célula convencional de três eletrodos, uma vez que neste sistema os eletrodos de trabalho, referencia e auxiliar são impressos no mesmo suporte. Os fármacos de baixo índice terapêutico possuem uma dose tóxica muito próxima à terapêutica e um erro na formulação destes medicamentos pode causar a morte do paciente, o que torna de extrema importância o controle de qualidade destes produtos na indústria e, principalmente, nas farmácias de manipulação. No entanto, os métodos oficiais para detecção e quantificação desses compostos utilizam, em geral, técnicas cromatográficas (HPLC/UV), o que inviabiliza a implementação do controle de qualidade para esta classe em farmácias de manipulação devido ao alto custo das análises por esses métodos. Em contrapartida, a determinação de fármacos de baixo índice terapêutico usando métodos eletroanalíticos com eletrodos impressos a base de carbono traria como vantagens o baixo custo, versatilidade, possibilidade de miniaturização, facilidade operacional, além de sua seletividade e sensibilidade adequada para estes analitos. Neste contexto, o presente trabalho propõe a utilização de técnicas simples, rápidas e de baixo custo por meio da detecção eletroquímica com eletrodos impressos a base de carbono para o controle de qualidade de fármacos de baixo índice terapêutico. Como esses eletrodos podem ser formados por diferentes materiais, a escolha do tipo de material empregado se torna importante e por isso diferentes eletrodos a base de carbono foram testados quanto à sensibilidade e seletividade na detecção de dez compostos da classe dos fármacos de baixo índice terapêutico: aminofilina, carbamazepina, clindamicina, colchicina, minoxidil, prazosina, procainamida, teofilina, varfarina e verapamil. Os eletrodos estudados foram adquiridos da Dropsens (modelo 110) sendo testados o eletrodo convencional de carbono (grafite) e outras formas, como por exemplo, grafeno e nanotubos de carbono de paredes múltiplas e paredes simples. As medidas eletroquímicas foram realizadas em um potenciostato da Autolab PGSTAT 128N sendo aplicadas as técnicas de voltametria cíclica e amperometria de múltiplos pulsos acoplado a análise por injeção em batelada (MPA-BIA) para aquisição dos sinais eletroquímicos. Inicialmente foram feitas varreduras de potencial nos diferentes eletrodos para os diferentes fármacos, estando estes na concentração $1 \times 10^{-3} \text{ mol L}^{-1}$ em tampão Britton-Robinson pH 7,0, exceto para colchicina, cujo meio foi estabelecido em H_2SO_4 $0,1 \text{ mol L}^{-1}$. Nesses eletrólitos foi obtida a melhor sensibilidade e a seletividade para todos os fármacos. Com base nesses estudos foi verificado que independente do material de carbono utilizado, todos os fármacos apresentaram uma sensibilidade e seletividade adequada para serem utilizados no controle de qualidade dessa classe de medicamentos. A estabilidade de cada eletrodo de carbono frente ao maior número de análise foi também avaliada por MPA-BIA mediante a otimização desta técnica para cada eletrodo e posterior aplicação de uma sequência de 100 determinações de cada analito. Novamente foi observado que nenhum material de carbono se sobressaiu quanto à estabilidade. Portanto, a escolha do melhor material pode ser baseada no menor custo do eletrodo, que no caso seria o eletrodo convencional de carbono, no qual já foi realizado a validação da maior parte das metodologias. Assim, devido à simplicidade e menor custo das análises, o controle de qualidade de compostos de baixo índice terapêutico pode ser viabilizado nas farmácias de manipulação pela técnica MPA-BIA usando o eletrodo impresso de carbono convencional.

Agradecimentos: FAPEMIG- UFVJM, CNPq, CAPES, RQ-MG.

Explorando as condições de reação entre SWCNT e NO_2^+

Arthur B. Porto¹, Hélio F. Dos Santos¹, Luiz Fernando C. de Oliveira¹

¹ Univerisdade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora- MG, Brasil

Os materiais de carbono, incluindo os nanotubos de carbono (CNT), se destacaram consideravelmente no decorrer das últimas décadas devido as suas mais diversas propriedades físico-químicas. Um ponto em comum, para quase todas as aplicações dos CNT, é a necessidade de se efetuar um tratamento em meio ácido da amostra, visando obter CNT mais puros e quimicamente mais reativos.

Dentre os protocolos utilizados para purificação/oxidação dos CNT, a mistura ácida $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HNO}_3$ ^{1,2} é uma das mais recorrentes, principalmente na proporção 3:1 (v/v). Sob essa perspectiva é conhecido que a mistura $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HNO}_3$ leva a formação do íon nitrônio (NO_2^+), um potencial agente oxidante. Dessa forma, o presente trabalho visa explorar misturas ácidas $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{HNO}_3$, em diferentes proporções v/v, determinando em cada uma delas a quantidade de íon nitrônio presente na solução, conectando esses resultados com o grau de oxidação observado no tubo. Espectroscopia Raman foi utilizada monitorando a banda em 1400 cm^{-1} , característica do estiramento simétrico do íon NO_2^+ . Foram propostas misturas ácidas nas proporções (v/v) 2:1, 3:1, 4:1, 5:1, 5:2, 6:1, 7:1 e 8:1, e selecionado as que possuem maior concentração de íon nitrônio (2:1, 3:1 e 5:2) de acordo com a curva padrão proposta. Para realizar a oxidação, 30 mg de nanotubos de carbono de parede única (SWCNT) foram adicionadas em 50 mL de solução ácida por 4 horas, efetuando-se o monitoramento da reação através de espectroscopia Raman, com a retirada de alíquotas em intervalos de 1 hora.

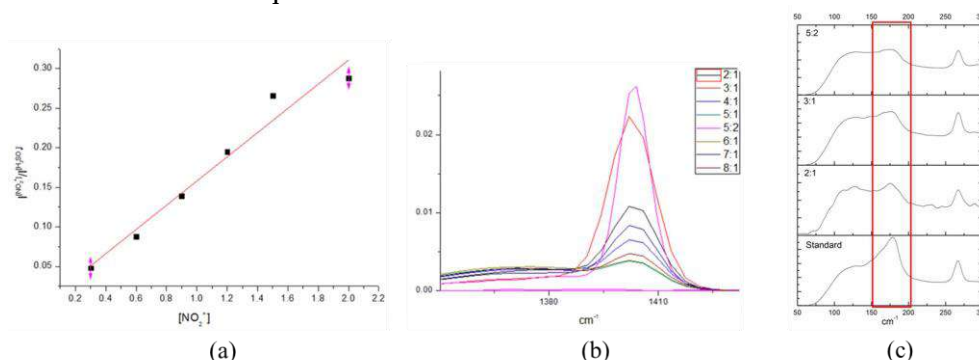


Figura 1: (a) curva de calibração intensidade relativa $\text{NO}_2^+/\text{H}_2\text{SO}_4$, (b) Espectro Raman de diversas misturas ácidas, focado na região de 1400 cm^{-1} , (c) Espectro Raman das amostras de CNT, perfeita (standard) e pós oxidação.

A Figura 1 (a) demonstra a curva de calibração construída para quantificar o íon nitrônio em misturas ácidas. No espectro da Figura 1 (b) fica evidente que misturas diferentes possuem concentrações diferentes e que o entendimento desse processo pode ser decisivo para se controlar a oxidação dos CNT. Por fim a Figura 1 (c) demonstra a diminuição da intensidade da banda referente aos modos de respiração dos CNT, sendo que nas regiões de 175 cm^{-1} temos uma banda referente os tubos de menor diâmetros, os quais são consumidos, ou tem seus diâmetros alterados com a oxidação. Fica evidente ainda que quanto maior a concentração de ion nitrônio em solução, menor a intensidade da banda referente à respiração dos tubos. Dessa forma foi possível elaborar um procedimento de quantificar o ion nitrônio nas misturas ácidas e efetuar o processo de oxidação de SWCNT de forma controlada, bem como verificar a influência da concentração do potencial agente oxidante no processo.

Referências:

- [1] Chiang, Y. C.; Lin, W.H.; Chang, Y. C.; Appl. Surf. Sci. Vol 257, 2401-10, 2011.
- [2] Chen, J.; Chen, Q.; Ma, Q.; J. Coll. Inter. Sci., Vol. 370, 32-38, 2012.

Nanocompósitos preparados com PEAD e CNTs funcionalizados com octadecilamina

Beatriz R. C. de Menezes, Filipe V. Ferreira, Wesley Francisco, Evelyn A. N. Simonetti,
Luciana S. Cividanes, Gilmar P. Thim

Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, SP, Brasil

Os nanotubos de carbono (CNT) têm sido foco de pesquisas na área da nanociência e tecnologia desde sua descoberta por Sumio Iijima em 1991 [1]. Suas propriedades mecânicas excepcionais, como módulo elástico maior que 1 TPa e resistência mecânica de 10 a 100 vezes maior que o aço, aliadas à sua baixa densidade, estão ampliando sua utilização como reforço de materiais compósitos [2]. Entretanto, apesar dessas propriedades mecânicas superiores, a resistência mecânica destes nanocompósitos nem sempre é significativamente melhorada quando comparada com o polímero puro. Existem dois fatores que dificultam esse propósito: fraca interação reforço/matriz e baixa dispersão. A modificação química da superfície dos nanotubos, através da funcionalização com grupos ácidos e alquil, pode melhorar sua solubilidade e compatibilidade com matrizes poliméricas, gerando compósitos mais homogêneos e com melhores características [2,3]. Dessa forma, o trabalho em questão tem como foco principal estudar a funcionalização dos nanotubos de carbono com grupos ácidos ($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{HNO}_3$) e grupo alquil (octadecilamina - ODA) e verificar o efeito de sua adição em uma matriz de polietileno de alta densidade (PEAD). Os nanocompósitos de PEAD e CNT (0,8% peso) foram preparados através da mistura por agitação mecânica da massa fundida e moldados por compressão. Foram preparadas amostras de nanocompósito com nanotubos puros (sem funcionalização), nanotubos funcionalizados com ácido e com ODA. A modificação da superfície do nanotubo foi analisada através de TGA, FT-IR e XPS, e a influência do nanotubo no PEAD pelo ensaio de microdureza Vickers. Foi realizado ensaio de solubilidade em quatro solventes distintos (acetona, etanol, xileno e água) para verificação da dispersabilidade dos CNTs antes e após funcionalização. Os resultados das análises de TGA, FT-IR e XPS apresentaram a presença dos grupos ácidos e de amina na superfície dos nanotubos funcionalizados, confirmando a funcionalização através dos tratamentos utilizados. O ensaio de solubilidade mostrou que a dispersão dos nanotubos são fortemente dependentes da natureza química do solvente, variando de acordo com o seu caráter polar ou apolar. Os dados obtidos para o ensaio de microdureza Vickers mostraram que a adição de nanotubos funcionalizados com ODA melhora a dureza do compósito CNT/PEAD. Dessa forma, pode-se concluir que a modificação superficial utilizando octadecilamina é capaz de melhorar significativamente a compatibilidade reforço/matriz, além de gerar uma dispersão mais homogênea.

Agradecimentos: FAPESP, CNPq e CAPES.

Referências:

- [1] S. Iijima. Nature, Vol. 354, 56-58, 1991.
- [2] C. Chang, Y. Liu. Carbon, Vol. 48, 1289-1297, 2010.
- [3] H. Pang, Y. Piao, C. Cui, Y. Bao, J. Lei, G. Yuan, C. Zhang. J Polym Res, Vol. 20, 304-311, 2013.

Supercapacitor baseado em nanocompósito de polímero conjugado/nanotubos de carbono

Giulia L. R. Souza, Ana Paula P. Alves, João Paulo C. Trigueiro, Hállen Daniel R. Calado, Glaura G. Silva

Grupo de Materiais Poliméricos Multicomponentes, Departamento de Química, Universidade De Minas Gerais, Belo Horizonte - MG, Brasil

Nanocompósitos baseados em polímeros conjugados (PC) e nanotubos de carbono (NTC) têm sido amplamente estudados para aplicação em dispositivos eletrônicos. A inserção de um PC em capacitores eletroquímicos contendo NTC contribui para o aumento da capacitância devido aos processos faradaicos [1].

Neste trabalho, desenvolveu-se e caracterizou-se um nanocompósito de poli(3-hexiltiofeno) (P3HT) ligado covalentemente a NTC de paredes múltiplas (MWNTC) que foi utilizado como material ativo em um supercapacitor de dois eletrodos com eletrólito orgânico. O supercapacitor foi caracterizado por voltametria cíclica (VC), espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) e ciclagem galvanostática de carga e descarga, Figura 1.

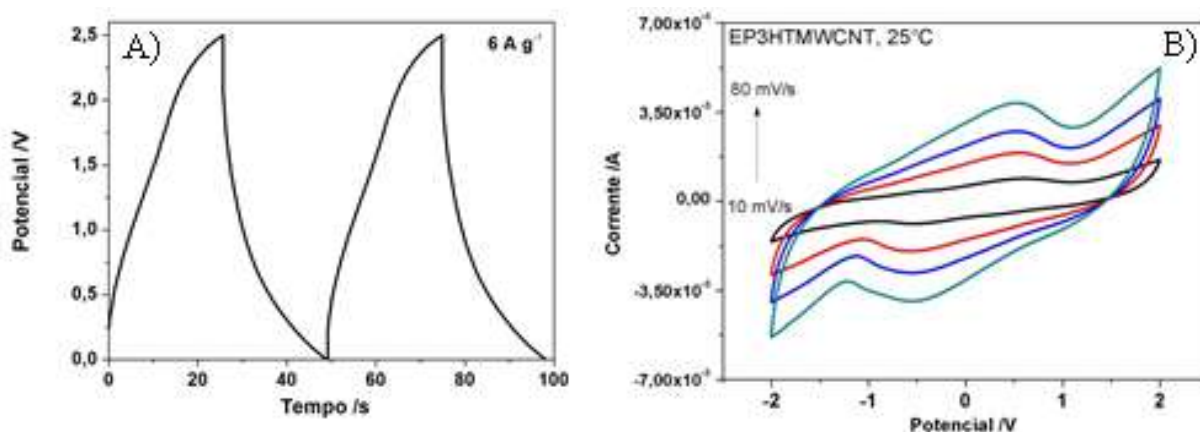


Figura 1 – A) Curvas de carga e descarga e B) Curvas voltamétricas do capacitor EP3HTMWNTC a 25°C.

O supercapacitor baseado em nanocompósito P3HT covalentemente ligado a MWNTC apresentou uma capacitância de $311,8 \text{ F g}^{-1}$ em 10 mV s^{-1} por VC e de $364,2 \text{ F g}^{-1}$ em 2 A g^{-1} por ciclagem de carga e descarga, em relação aquele preparado com MWCNT puro. Além disso, este dispositivo mostrou altos valores de densidade de energia e de potência ($267,1 \text{ Wh kg}^{-1}$ e $6,7 \text{ kW kg}^{-1}$, respectivamente, medidos com densidade de corrente de 2 A g^{-1}). Os resultados obtidos indicam que o nanocompósito preparado e estudado se mostrou promissor para aplicação em dispositivos de armazenamento de energia.

Agradecimentos: Petrobrás, CNPq, FAPEMIG, Centro de Microscopia da UFMG, PRPq – UFMG, Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia em Nanomateriais de Carbono.

Referências:

- [1] Kuila, B. K.; Park, K. and Dai, L. *Macromolecules*. Vol. 43, pp. 6699-6705, 2010.
- [2] Zhang, H.; Hu, Z.; Li, M.; Hu, L. and Jiao, S. *J. Mater. Chem. A*. Vol. 2, pp. 17024, 2014.

Síntese de nanomateriais de carbono por CVD sobre cimentos aluminosos utilizando como catalisador resíduo siderúrgico

Fabíola A. S. Ribeiro¹, Norval R. Oliveira Junior^{1,2}, Carla O. F. Gonçalves¹, Jefferson P. Nascimento¹, José V. Matos Júnior², Modestino A. Brito², Clascídia A. Furtado¹, Adelina P. Santos¹

¹ Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, CDTN, Belo Horizonte-MG, Brasil

² Magnesita Refratários S. A., Cidade Industrial, Contagem, MG, Brasil

Os nanotubos de carbono (CNT's) têm sido um dos principais materiais utilizados na produção de compósitos devido às suas excelentes propriedades mecânicas, eletrônicas, térmicas somadas à possibilidade de síntese em larga escala. Tem sido relatado recentemente que a introdução de CNT's em concretos à base de cimento Portland (à base de silicato de cálcio) leva a um aumento significativo da resistência à compressão. O maior desafio enfrentado nesta área é conseguir uma dispersão homogênea dos CNT's e sua interação com a matriz cimentícia, uma vez que estas nanoestruturas são altamente hidrofóbicas e inertes quimicamente. Uma estratégia recentemente relatada para contornar esta dificuldade baseia-se no crescimento de CNTs diretamente no clínquer de cimento Portland pelo método de deposição química da fase vapor [1].

Seguindo esta estratégia, neste trabalho, compósitos contendo nanoestruturas de carbono foram obtidos utilizando-se como substratos dois tipos de cimentos aluminosos comerciais à base de aluminato de cálcio (CAC), a saber, o CA270, fornecido pela Almatiss e o SECAR71, fabricado pela Kerneos. Estes cimentos são utilizados em concretos refratários para aplicações em temperaturas acima de 1000 °C. O crescimento *in situ* dos nanocarbonos foi realizado em um forno com tubo de quartzo, utilizando-se o etileno como fonte de carbono e o argônio como gás de arraste. Como catalisador, utilizou-se resíduo siderúrgico rico em ferro. A caracterização dos compósitos obtidos foi feita utilizando-se as técnicas de termogravimetria, microscopias eletrônicas de varredura e de transmissão e espectroscopia Ramam. Foi observada a formação de nanoestruturas de carbono com diâmetros variando de 20 a 70 nm em todos os substratos aluminosos, sendo os principais componentes: CNT's de múltiplas paredes, nanofibras e nanoestruturas *bamboo-like* e *onion-like*.

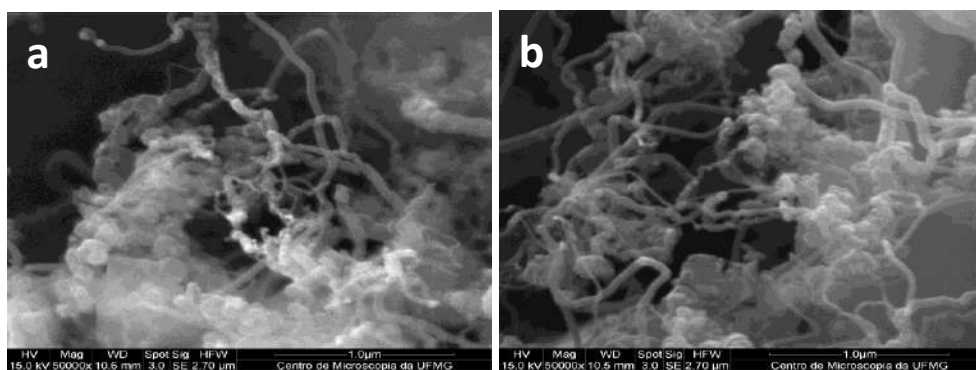


Figura 3- Imagens obtida por microscopia eletrônica de varredura dos compósitos contendo nanocarbonos obtidos a partir dos substratos: (a) CA270 e (b) SECAR-71.

Agradecimentos: À FAPEMIG (Process CEX - APQ-00562-13), CNPq, Magnesita Refratários S.A., INCT de Nanomateriais de Carbono e Rede SisNANO/MCTI.

Referências:

[1] P Ludvig, JM Calixto, J.M., LO Ladeira, ICP Gaspar. Materials, Vol.4, pp.575-584, 2011.

Dispersão de MWCNTs em diferentes solventes para aplicações industriais

Indiana R. Oliveira¹, Fabíola A. S. Ribeiro¹, Thalles A. L. Cunha¹, Norval R. Oliveira Junior¹, Clascídia A. Furtado¹, Adelina P. Santos¹

¹ Centro de Desenvolvimento de Tecnologia Nuclear, CDTN, Belo Horizonte, MG, Brasil

Os nanotubos de carbono (CNTs) têm sido amplamente estudados devido às suas multifuncionalidades decorrentes das excelentes propriedades mecânicas, eletrônicas, ópticas, térmicas e químicas por eles apresentadas. Um dos desafios para muitas das aplicações industriais propostas para estes nanomateriais é conseguir uma dispersão uniforme e estável dos mesmos em líquidos, uma vez que estas nanoestruturas apresentam baixa solubilidade em água e solventes orgânicos, além de serem fornecidas como feixes fortemente entrelaçados. A dispersão dos CNTs pode ser obtida pela assistência de agentes dispersantes que auxiliam na desagregação e na estabilização da dispersão. Estes compostos aderem à superfície das nanopartículas, alterando suas características e possibilitando a interação com o solvente [1]. Neste estudo, diferentes amostras de nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNTs), produzidos comercialmente em larga escala, foram dispersos em água e dois tipos de álcoois: etanol e etano-1,2-diol, com a ajuda de um dispersante de copolímero, a fim de obter uma combinação em que a dispersão se mantivesse estável. Duas amostras foram empregadas: 1) NC7000, Nanocyl (Bélgica), sem funcionalização e 2) MWCNT-OH, CheapTubes Inc. (EUA), funcionalizados com grupos hidroxilas. Os nanomateriais foram dispersos por meio de métodos mecânicos, como o ultrassom de banho e de ponta.

A análise da qualidade das dispersões obtidas foi feita visualmente e com auxílio da técnica de microscopia eletrônica de transmissão (TEM). A Fig. 1 representa imagens de TEM de uma das dispersões que apresentou boa estabilidade. Pela imagem de menor ampliação observa-se CNT's isolados, evidenciando que o método e o dispersante utilizado possibilitou uma boa desagregação dos aglomerados. Pela imagem de maior ampliação, observa-se um filme fino e amorfo recobrendo o CNT, evidenciando a boa aderência das moléculas do dispersante na superfície do nanotubo, característica que foi relacionada à boa qualidade da dispersão obtida.

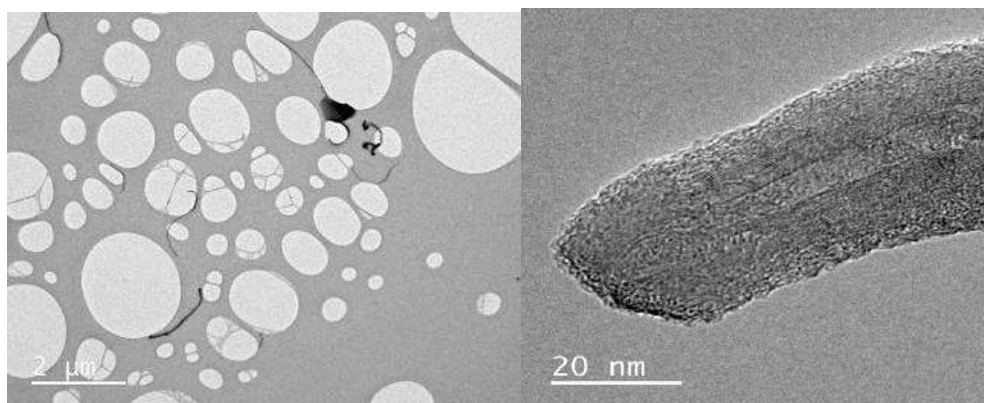


Fig.1- Imagens obtidas por TEM com menor (a) e maior ampliação (b) da dispersão de MWCNTs em etano-1,2-diol utilizando dispersante

Agradecimentos: À Fapemig (APQ-00562-13), CNPq, SisNANO/MCTI.

Referências:

[1] L Vaisman, HD Wagner, G. MAROM. Adv. Colloid Interface Sci., Vol. 128, pp. 37-46, 2006.

Funcionalização de nanotubos de carbono com polímero conjugado para aplicação em células fotovoltaicas orgânicas

Luiza De L. Ferreira¹, Hállen D. R. Calado¹

¹Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, Brasil

O aumento da demanda energética e o interesse na busca de energias renováveis e de baixo custo apontam as células solares fotovoltaicas orgânicas (OPVs) como alternativas promissoras. OPVs baseadas em polímeros conjugados (PC) e nanoestruturas de carbono tem atraído grande interesse nestes aspectos. Os polímeros conjugados (PCs) são largamente estudados como camada ativa de OPVs por apresentarem boas propriedades elétricas e ópticas. A inserção de nanocarga (nanotubo de carbono – NTC) na matriz polimérica reduz a resistência na transferência de carga o que justifica sua eficácia nas propriedades optoeletrônicas². Os NTCs podem formar uma estrutura que interage com os PCs por meio de interações π - π , potencializando suas propriedades³. A baixa eficiência das OPVs em comparação às fotocélulas de Si pode ser compensada pela utilização de dispositivos com maiores áreas o que é possível uma vez que os PC utilizados poderem ser processados como filmes finos.

Neste trabalho, nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWNTC) de fabricação nacional (CT-Nanotubos UFMG) foram funcionalizados com amina e posteriormente um monômero de tiofeno obtido a partir do ácido 3-tiofenocarboxílico. Os MWNTCs foram oxidados (NTC-OX) empregando-se uma mistura ácida $\text{H}_2\text{SO}_4\text{:HCl}$ (3:1). Os NTC-OXs passaram por uma etapa de amidação, onde foram utilizadas duas aminas distintas: tetraetilenopentamina – TEPA (NTC-TEPA) e 1,3-diaminopropano – DAP (NTC-DAP). A cada um dos produtos gerados foi ligado um monômero do tiofeno através da reação com o ácido 3-tiofenocarboxílico (ATC). A efetivação das ligações sugeridas foram identificados por FTIR-ATR e XPS. Na Fig. 1 estão apresentadas curvas termogravimétricas e suas derivadas para as amostras de MWNTC de partida e para as demais etapas de funcionalizações. Os resultados mostram um funcionalização dos NTC-OX de 5% e dos NTC-TEPA 9%.

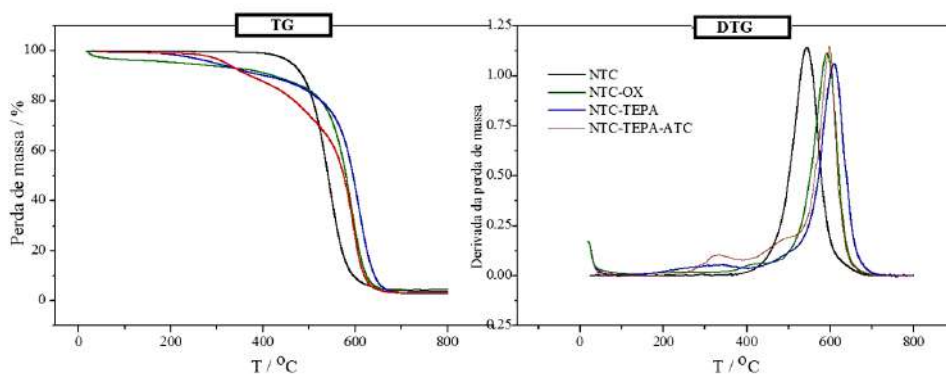


Fig.1 – Análise termogravimétrica e sua derivada para o NTC-TEPA-ATC.

As análises realizadas para a cada etapa de funcionalização dos NTCs permitem concluir que os grupos funcionais foram ligados covalentemente ao NTC de partida, viabilizando a polimerização deste material para aplicação como camada ativa de células solares.

Agradecimentos: Aos órgãos de fomento FAPEMIG, CNPq e Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia em Nanomateriais de Carbono.

Referências:

- [2] Kuan-Yu, S. *et al.* Solar Energy Materials & Solar cells. Vol. 98, p. 294-299, 2012.
- [3] Kuilia, B. K. *et al.* Macromolecules, Vol. 40, p. 278, 2007.

Processo de quebra de nanotubos de carbono utilizando moinho de bolas e caracterização

Gonçalves, R. K. F., Ladeira, L. O., Ávila, E. S.

Universidade Federal de Minas Gerais - Departamento de física, laboratório de Nanomateriais da, Belo Horizonte, Brasil.

Os nanotubos de carbono (NTC) são nanomateriais aplicados em diversas áreas, devido a suas excelentes propriedades mecânicas e elétricas, além de possuir uma grande biocompatibilidade, possibilidade de carregamento e liberação controlada de biomoléculas [1]. Um dos grandes desafios hoje é controlar o tamanho dos nanotubos produzidos já que as aplicações dependem desse fator. Pesquisas comprovam a habilidade dos nanotubos em penetrar na célula de mamíferos, demonstrando serem excelentes agentes carreadores, principalmente quando em menor comprimento, o que facilita a penetração nas células [2]. O objetivo deste artigo foi desenvolver uma metodologia de quebra dos nanotubos de carbono utilizando moinho de bolas a fim de obter comprimentos entre 100 e 500 nm que atendam as demandas de pesquisas biomédicas, especificamente em testes de carregamento de drogas e transfecção celular.

Os nanotubos foram processados em tempos de 24, 36, 48 e 72 horas, respectivamente, a fim de controlar os tamanhos produzidos de acordo com o tempo. As amostras avaliadas pela técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura – MEV (Figura 1) mostra que os nanotubos foram quebrados em todos os tempos avaliados, porém os tamanhos menores foram obtidos entre 48 e 72 horas.

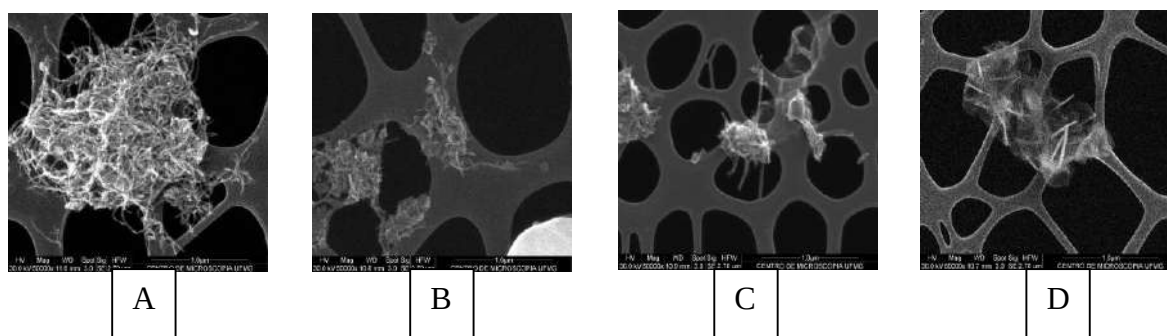


Figura 1. Micrografias das amostras de Nanotubo de Carbono de Paredes Múltiplas processadas nos tempos: (A) 24 horas; (B) 36 horas; (C) 48 horas e (D) 72 horas.

O método utilizando moinho de bolas é eficiente para obtenção de nanotubos de carbono em tamanhos desejados.

Referências:

- [1] EE Silva, [Síntese e aplicação de nanotubos de carbono em biotecnologia](#). Departamento de Física – UFMG - MG, 2007.
- [2] MS Ladeira. Utilização de Nanotubos de Carbono como agente de transfecção para siRNA em diferentes tipos de células de mamíferos. Departamento de Física – UFMG - MG, 2004.

Nanotecnologia na construção civil: aplicação de nanotubos de carbono em cimento portland CP-V ARI

Paloma A. Soares¹, Felipe W. F. Oliveira^{1,2}, Fabíola A. S. Ribeiro², Carla O. F. Gonçalves², Sérgio C. Reis², Tércio A. Pedrosa², Maíra M. Morais¹, Adelina P. Santos²

¹ Centro Universitário de Belo Horizonte - UNIBH, Belo Horizonte-MG, Brasil,

² Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear - CDTN, Belo Horizonte-MG, Brasil

O desenvolvimento da nanociência aplicada ao cimento Portland [1] tem um enorme potencial a ser explorado, uma vez que o reforço com fibras nanométricas pode conferir um controle mais rigoroso, em nanoescala, das microfissuras nas estruturas à base de cimento [2]. Os nanotubos de carbono (CNT's) são os nanomateriais mais estudados para este fim. Um dos grandes desafios da utilização de nanotubos de carbono na construção civil tem sido realizar uma boa dispersão destas nanoestruturas na mistura cimentícia, devido à superfície fortemente hidrofóbica e quimicamente inerte dos materiais de carbono [3].

Neste trabalho, compósitos de pasta de cimento contendo CNT's de múltiplas paredes (MWCNTs) foram obtidos empregando-se dois métodos: (1) adição direta, (2) incorporação dos MWCNTs dispersos em água e goma arábica. Duas amostras comerciais de MWCNTs foram empregadas: 1) NANOCYLTM NC7000, Nanocyl (Bélgica), sem funcionalização, diâmetros de 9,5 nm e comprimentos de 1,5 µm e 2) MWCNT-OH, CheapTubes Inc. (EUA), funcionalizados com grupos hidroxilas, diâmetros de 50-80 nm e comprimentos de 10-20 µm. A caracterização dos CNT's e das dispersões foi realizada por TGA, SEM e TEM e a microestrutura dos compósitos por SEM, TEM, picnometria a hélio e BET.

A adição de MWCNTs por ambas as rotas teve um efeito positivo na resistência à compressão axial. Todavia, a rota via dispersão prévia empregando o material da CheapTubes favoreceu a obtenção de uma pasta de cimento bem mais homogênea, com melhor distribuição dos CNT's e resultou em um aumento de 120% da resistência de compressão axial em relação à pasta sem CNT's, conforme os resultados mostrados na Fig. 1.

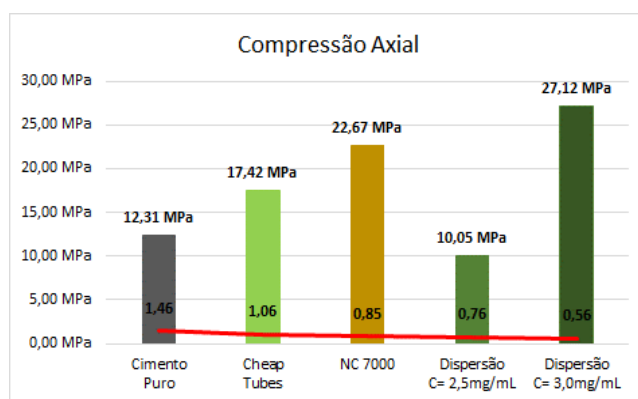


Fig. 4- Valores médios de compressão axial das pastas de cimento puro e com adição de CNTs

Agradecimentos: Ao CDTN, Fapemig (APQ-00562-13), SisNANO/MCTI, CNPq e Holcim.

Referências:

- [1] ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 5733: Cimento Portland de alta resistência inicial. Rio de Janeiro, pp.2-5, 1991.
- [2] MS Konsta-Gdoutos, ZS Metaxa, *et al.*. Cem. Concr. Res., Vol. 40, pp.1052-1059, 2010.
- [3] G Ferro, JM Tulliani, S MUSSO. Fract. Struc. Integ., Vol. 18, pp.49-59, 2011.

Estudo eletroquímico da eletrodeposição de HAp em nanofibras condutoras

Cintia M. R. Rosa¹, Francilio C. Oliveira², Jancineide O. Carvalho³, Anderson O. Lobo⁴

^{1,4} Universidade Vale do Paraíba, São José dos Campos- SP, Brasil

^{2,3} Centro Universitário Uninovafapi Teresina-Pi, Brasil

As matrizes sintéticas de hidroxiapatita, $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$, HAp principal fosfato de cálcio constituinte dos tecidos ósseos e dentários, vêm sendo alvo de investigações para aplicações como material para implantes. Os nanotubos de carbono (NTC) possuem um grande potencial para aplicações biomédicas devido as suas propriedades únicas, tais como, condutividade elétrica, alta estabilidade química, alta resistência mecânica e facilitação para incorporação de grupos funcionais para produção de arcabouços para sustentação celular [1, 2].

O processo de deposição eletroquímica foi realizado em um Potenciostato/Galvanostato (AUTOLAB, PGSTAT 128N, HOLANDA), operando em modo Potenciostático. Para a eletrodeposição de HAp, foram utilizados como ânodo o nanocompósitos (PPY/PBAT/CNT) acoplado à um porta-eletrodo (formato de cachimbo), de teflon, com área circular exposta de $2,8 \times 10^{-5} \text{ m}^2$. O processo foi realizado com uma estação de trabalho eletroquímica fornecendo energia de corrente contínua, onde foram avaliados os potenciais aplicados entre -2,0 V - 5V, durante intervalos de tempos de 15-60 minutos. Utilizou-se como contra-eletrodo um bastão de platina com $5 \times 10^{-2} \text{ m}$ de comprimento e $2 \times 10^{-4} \text{ m}$ de diâmetro. O monitoramento do pH foi realizado através do módulo pX1000 acoplado ao AUTOLAB 128N (METHOHM.) Ajustou-se a faixa de pH entre 3– 6,6 com solução de NaOH ou HCl. [3]

Observou-se nos voltamogramas cíclicos uma não uniformidade nos fenômenos químicos mostrando tanto processos reversíveis como quase reversivos. Entretanto sugere-se que há um ponto de nucleação do fosfato de cálcio fornecido pela solução eletrolítica, no caso HAp, manifestados no ponto de intersecção do voltamograma. Através do CV pode notar ainda, a melhor faixa de tensão para se trabalhar e, uma vez obtida a resposta de condução de corrente, tem-se a prova de que a membrana polimérica é condutora. Novos estudos estão sendo realizado no intuito de inferir sobre as melhores condições para manipulação do tipo de cristal por meio da variação do pH da solução eletrolítica.

Agradecimentos: Laboratório de Nanotecnologia Biológica (NANOBIO) alocado no Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento (IP&D) na Universidade do Vale do Paraíba (UNIVAP)

Referências:

- [1] Moraes, S.B; Botan R.; Lona, L.M.F.; Quím. Nova. 37 (1) 2014
- [2] Balint, R.; Cassidy, N.J.; Cartmell, S.H.; Acta Biomaterialia, (10), 23341-53, 2014
- [3] Rosa, C. M. R. ; Ferreira, T. ; Cristovan, F. H. ; Marciano, F. R. ; Lobo, A. O. . Meeting & Exhibit, Boston. 2014.

Dispersion of CNTs on solvents: epoxy functionalization influence

Wesley Francisco¹, Filipe V. Ferreira¹, Beatriz R. C. Menezes¹, Luciana S. Cividanes¹,
Aparecido R. Coutinho², Gilmar P. Thim¹

¹ Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, Brasil

² Universidade Metodista de Piracicaba, Santa Barbara d'Oeste, Brasil

Since their discovery by Iijima in 1991 carbon nanotubes (CNTs) have attracted great attention due to its interesting mechanical, electronic and thermal properties [1]. Because of these characteristics, CNTs have shown great potential for application in many science fields. However, the poor dispersion into solvents or polymers has been a fundamental problem that still remains. Functionalization of CNTs is an effective way to overcome this problem. Therefore, the study of surface modification of carbon nanotubes and their dispersibility is relevant. This study will help to understand the relationship between CNT surface and its interaction with solvents and polymers. Furthermore, surface modifications broaden considerably the potential for developing new functional materials with interesting and promising applications in various fields [2]. Therefore, the aim of this work is to study the dispersion of CNTs functionalized or not in different solvents. CNTs without treatment (CNT-WT) were treated using H₂SO₄/HNO₃ (CNT-AC) and functionalized subsequently by epichlorohydrin (CNT-EP). Surface modifications on CNTs were characterized by FT-IR, XPS and TEM. The dispersion state of CNTs in different solvents was based on visual observations. FT-IR and XPS results confirmed the presence of carboxyl and epoxy groups on CNT-AC and CNT-EP surfaces, respectively. TEM images showed that the diameter of CNTs was increased after each surface modification. The study of dispersion showed that the dispersibility of CNTs is strongly dependent on chemical nature of solvent. Accordingly, the dispersion of CNTs on polar solvents was increased in the following order: CNT-WT < CNT-AC < CNT-EP. On the other hand, the dispersion into nonpolar solvents remained the same. Taking into regard the promising applications of carbon nanotube, the capacity to customize the surface of CNTs and the full understanding of their influence on dispersion stability broaden considerably the potential applications of this important carbon-based nanomaterial.

Acknowledgements: The authors acknowledge CNPq (Grant 141197/2014-5) and FAPESP (Grant 2013/20218-0 and 2013/23042-0) for financial support, LAS/INPE and LEFE/UNESP for collaboration.

References:

- [1] S Iijima, S. Nature (London), Vol. 354, pp. 56-58, 1991.
- [2] L Cividanes, D Brunelli, E Antunes, E Corat, K Sakane, K, G Thim. *J. Appl. Polym. Sci.*, Vol. 27, pp. 544-553, 2012.

Influence of dodecylamine functionalization of CNT on mechanical properties of CNT/PEHD nanocomposites

Filipe V. Ferreira¹, Wesley Francisco¹, Beatriz R. C. Menezes¹, Luciana S. Cividanes¹,
Aparecido R. Coutinho², Gilmar. P. Thim¹

¹ Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos-SP, Brasil

² Universidade Metodista de Piracicaba, Santa Barbara d'Oeste-SP, Brasil

Nanotechnology and nanoscience are fields that show great advancement and interest. Several nanomaterials with different size and shape were prepared during the past few decades, such as carbon nanotubes (CNTs). CNTs were discovered by Iijima in 1991 and since then they are one of the most widely explored carbon based nanomaterial due to their extraordinary structure and properties. Some of these properties are the Young modulus around 1 TPa and the maximum tensile strength that can reach 300 GPa. Due to these characteristics, carbon nanotubes are potentially applicable in several areas. One of the most promising applications is the use as reinforcement fillers. Polyethylene (PE) is an inexpensive polyolefin based on thermoplastic polymers. The addition of nanotubes into PE may cause improvement in mechanical properties of PE. However, the nanotube agglomeration and the poor interfacial interaction between CNTs and polymer often limit its application. Chemical functionalization by adding functional groups to CNT surface is able to increase the interfacial interactions and to avoid the nanotube agglomeration. The increase in interfacial interactions is an effective way to improve the compatibility of CNTs with polymeric matrix by formation of new chemical bondings. Currently, numerous functional groups have been used for CNTs functionalization, such as carboxyl and amino groups. However, there has been no information in the literature regarding the use of dodecylamine (DDA) functionalized CNTs in CNT/polyethylene nanocomposites. Therefore, the main focus of this work is to evaluate the effect of DDA functionalized CNT on the mechanical properties of the CNT/polyethylene nanocomposite. The improvements and technical breakthroughs in the nanocomposites properties can increase the range of their applications. CNT was functionalized with acid group and then with DDA. The nanocomposites were prepared by mixing 0.8 wt.% of CNT with melted polyethylene. Surface modification was analyzed by FT-IR and XPS. Vickers hardness and DMA tests were carried out on the nanocomposites and neat polyethylene. FT-IR and XPS results showed presence of oxygen content and alkanes groups on the CNT surfaces. Vickers hardness tests showed an increase in the hardness of the DDA-functionalized CNT nanocomposites as compared of non-functionalized CNT one and neat PE. The increase in the Vickers hardness is related to an increase in the chemical surface interactions between the functionalized nanotube and PE matrix, resulting in a good load transfer effect. DMA results showed an increase in the storage and loss modulus properties in the nanocomposite prepared with DDA-functionalized CNT. The greater storage modulus is also related to the stronger interaction between the nanotubes and the polymeric matrix. Furthermore, a larger loss modulus indicates a great restriction in chain mobility of the polymer and, consequently, a harder material. Therefore, DDA functionalization of carbon nanotube has presented positive effects on the composites mechanical properties.

Acknowledgements: FAPESP (Grant 2013/20218-0) and CNPq (Grant 141197/2014-5) for financial support, LAS/INPE and LEFE/UNESP for collaboration.

Influência das condições experimentais para a obtenção de óxido de grafeno reduzido

Fabiana de C. Fim¹, Maria Edvânia A. Lima¹ Thuany Maraschin², Nara R. de S. Basso²,
Griselda B. Galland³

¹ Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa/PB, Brasil

² Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Porto Alegre/RS, Brasil

³ Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre/RS, Brasil

Os estudos envolvendo a obtenção de grafeno têm sido um tema de pesquisa bastante investigado nos últimos anos. O grande desafio tecnológico é o isolamento de grafeno em quantidades razoáveis e a baixo custo para aplicações industriais. Uma maneira de se conseguir isso é através da esfoliação do óxido de grafite para a produção de monolâminas de óxido de grafeno, com dimensões de até algumas centenas de micra que são solúveis em solventes comuns, como a água [1].

O presente trabalho tem como objetivo desenvolver uma metodologia para a obtenção de grandes quantidades de óxido de grafeno reduzido com poucas lâminas partindo de grafite expandida (GE).

O processo de oxidação utilizado foi o método Staudenmaier [2]. Vários tempos de reação de oxidação foram testados (24, 48, 72 e 96 h), além de diferentes temperaturas de redução (600, 700, e 1000 °C). Os óxidos de grafeno foram caracterizados por um conjunto de técnicas complementares como DRX (difração de raios-X), Espectroscopia Raman, MEV (microscopia eletrônica de varredura), MET (microscopia eletrônica de transmissão) e FTIR (espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier).

A formação de óxido de grafite (GO) é indicada pelo aumento do espaço entre as camadas ao longo do eixo c (d_{002}) devido à inserção de vários grupos funcionais contendo oxigênio na estrutura da grafite. O espectro de Raman mostrou que o tempo de 96h de oxidação parece danificar excessivamente a rede grafitica do material de partida, pois a rede sp^2 de carbono foi restaurada após a redução térmica, porém com muitos defeitos. Menores tempos de oxidação e menores temperaturas de redução não diminuíram significativamente a densidade de defeitos nas lâminas de grafeno e nem o grau de desordem durante o processo de redução, conforme pode ser observado a partir dos resultados de Raman, TEM e MEV. O processo de redução do óxido de grafite é fundamental para a obtenção de grafeno com um pequeno empilhamento de lâminas. Neste trabalho estudamos o processo de redução térmico e verificamos que as melhores temperaturas são de 700 e 1000°C e que 24h de oxidação é o tempo mais adequado considerando que se trata de um grafite previamente esfoliado, conforme as caracterizações por MEV, MET, FTIR e Raman.

Agradecimentos: Os autores agradem ao CNPq e CAPES pelo apoio financeiro e à Nacional de Grafite Ltda. pela doação de grafite Micrograf HC11.

Referências:

- [1] G. Eda, J. Ball, C. Mattevi, M. Acik, L. Artiglia, G. Granozzi, Y. Chabal, T. D. Anthopoulos, M. Chhowalla. *J. Mater. Chem.*, Vol. 21, pp. 11217-, 2011.
- [2] L. Staudenmaier. *Ber Dtsch Chem Ges.*, Vol. 31, pp. 1481-, 1898.

Estudo de propriedades elétricas em função do número de camadas de filmes finos de óxido de grafeno

Gabriel Munaro, Marina Sparvoli

Universidade Federal do ABC, ABC, Santo André – SP, Brasil

O grafeno é na atualidade um dos mais promissores nanomateriais em estudo no mundo, devido às suas excelentes propriedades elétricas, térmicas e ópticas [1,2]. Considera-se que o grafeno constitui a base de toda a família de materiais de carbono, com exceção do diamante. Para a sua produção diversos métodos têm sido pesquisados, exemplificados por esfoliação, deposição pela técnica de CVD, entre outros. Entretanto, sua produção em grande escala ainda apresenta alguns desafios tecnológicos [3].

Neste trabalho foi realizada a deposição de óxido de grafeno reduzido (rGO) com diversas camadas (1 a 6 camadas) com a finalidade de se estudar as propriedades elétricas e ópticas dos filmes finos formados por este material. Em uma primeira etapa, foi feita a esfoliação de grafite, através de métodos químicos de baixo custo, que resultou em grafenos funcionalizados. Filmes finos de óxido de grafeno foram obtidos sobre substratos de vidro a partir de deposição pelo método de dip coating. O material sofreu funcionalização com ácido iodídrico (HI).

As propriedades elétricas dos filmes de rGO foram medidas através do método de 4 pontas e efeito Hall; os materiais possuem uma resistividade baixa. Já a transmitância, foi medida através de espectroscopia UV-visível.

Agradecimentos: Ao Dr. Mauro F. P. Silva pelo apoio técnico e à FAPESP e CNPq pelo apoio financeiro.

Referências:

[1] P. A. Denis. J. Phys.Chem. C, 2013, 117, 3895–3902.

[2] Lu, W; Soukiassian, P.; Boeckl, J. MRSBulletin, v.37, 2012.

[3]<http://www2.joinville.udesc.br/~i9/2012/07/24/chip-hibrido-grafeno-silicio-poderaprocessar-dados-opticamente/>

Estudo de propriedades elétricas em função do número de camadas de filmes finos de óxido de grafeno aditivado com prata

Arthur Cesarino, Marina Sparvoli

Universidade Federal do ABC, ABC, Santo André – SP, Brasil

O óxido de grafeno (GO), utilizado como precursor para uma produção em larga escala de materiais à base de grafeno, tem atraído uma grande atenção nos últimos anos. Stankovich et al. relataram que o GO é eletricamente isolante, e a redução química pode restaurar a condutividade elétrica destes materiais [1]. A redução do óxido de grafeno tem sido amplamente utilizada para controlar as propriedades de materiais à base de grafeno. Os métodos tradicionais incluem remover completamente grupos funcionais oxigenados dos óxidos de grafeno. Xu et al. mostraram que o etanol, etileno-glicol e glicerol podem reduzir seletivamente os grupos epoxi em óxido de grafeno, enquanto os grupos hidroxila e carboxila permanecem inalterados [2]. Hidrato de hidrazina pode reduzir os grupos funcionais de oxigênio exceto grupos carboxila [3,4].

Neste trabalho foi realizada a deposição de óxido de grafeno com 1% de prata (GO 1% Ag) com diversas camadas (1 a 6 camadas) e estudadas as propriedades elétricas dos filmes finos formados por este material. Em uma primeira etapa, foi feita a esfoliação de grafite, através de métodos químicos de baixo custo, adição de 1% de prata, que resultará em grafenos funcionalizados. Filmes finos de grafeno aditivados com prata foram obtidos sobre substratos de vidro.

A caracterização das amostras de filmes de rGO 1% Ag se realizou através de medidas de efeito Hall, 4 pontas e transmitância no UV-visível.

Agradecimentos: Ao Dr. Mauro F. P. Silva pelo apoio técnico e à FAPESP e CNPq pelo apoio financeiro.

Referências:

- [1] Stankovich S, Dikin D A, Piner R D, et al. [J]. Carbon, 2007, 45(7): 1558-1565.
- [2] Chao Xu 1, *, Ru-sheng Yuan 1, Xin Wang. New Carbon Materials, 2014, 29(1):61–66.
- [3] I. Kaminska, M. R. Das, Y. Coffinier, J. Niedziolka-Jonsson et al., Chem. Commun., 2012, 48, 1221–1223.
- [4] P. A. Denis. J. Phys. Chem. C, 2013, 117, 3895–3902.

Deposição de filmes finos de óxido de grafeno aditivado com prata por dip coating para fabricação de sensores

Felipe Banin, Marina Sparvoli

Universidade Federal do ABC, ABC, Santo André – SP, Brasil

O grafeno e seus derivados, atualmente, representam a nova fronteira como materiais, com elevado potencial de aplicação em componentes eletrônicos, em função das suas propriedades elétricas, mecânicas e ópticas não-usuais [1-6].

Neste trabalho, o método de obtenção do filme fino é simples e pouco custoso. Como se trata de uma pesquisa inicial, foi feita a caracterização do material obtido quanto às suas propriedades elétricas e ópticas.

Este projeto tem como objetivo primário a produção e caracterização de filmes de grafeno visando à sua caracterização quanto a propriedades elétricas. Numa primeira etapa, foram refinados procedimentos já em prática no grupo para a preparação de GOs 0,1% Ag funcionalizados a partir do grafite. Os filmes finos foram depositados pelo método de dipcoating sobre substrato de vidro, produzindo 6 amostras com várias camadas (1 a 6 camadas). Tais filmes foram funcionalizados com ácido bromídrico (HBr).

Em uma segunda etapa, foi feita a caracterização das amostras de óxido de grafeno com prata através de medidas de efeito Hall, 4 pontas e transmitância no UV-visível; o material se mostrou transparente e com baixa resistividade.

Agradecimentos: Ao Dr. Mauro F. P. Silva pelo apoio técnico e à FAPESP e CNPq pelo apoio financeiro.

Referências:

- [1] Otsuji, T.; Tombet, S. A. B. et al. MRS Bulletin, v.37, 2012.
- [2] Pantelides, S. T.; Puzyrev, Y. et al. MRS Bulletin, v.37, 2012.
- [3] Avouris, P.; Xia, F. “Graphene applications in electronics and photonics”
- [4] WANG, S. J. et al. Carbon, 48, 2010. 1815-1823.
- [5] SUN, Y.; SHI, G. Journal of Polymer Science Part B - Polymer Physics, 51, 2013. 231- 253.
- [6] YOUN, D. -H. et al. Nanotechnology, 24, 2013. 1-7.

Síntese e caracterização de óxidos de grafite utilizando como precursores grafites de diferentes cristalinidades

Mariana A. Vieira¹, Carolina M. R. Frasson¹, Daniel F. Cipriano¹, Gustavo R. Gonçalves¹, Miguel A. Schettino Jr.¹, Eloi A. Silva Filho², Alfredo G. Cunha¹, Francisco G. Emmerich¹, Jair C. C. Freitas¹

¹Laboratório de Materiais Carbonosos e Cerâmicos, Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil

²Departamento de Química, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil

A influência das características estruturais do precursor de grafite sobre as propriedades do óxido sintetizado tem sido o foco de uma série de estudos recentes [1]. Botas e colaboradores [2] investigaram o efeito do grafite precursor na estrutura de OG usando como precursores grafites sintéticos com diferentes tamanhos de cristalito. Mais recentemente, Chowdhury e colaboradores [3] investigaram o papel desempenhado pelo grafite precursor e pelo NaNO₃ na síntese de OG. Neste trabalho foi investigada a influência do grau de cristalinidade do grafite sobre a produção de OG. Para tal, utilizaram-se como precursores diferentes amostras de grafite, dentre as quais: grafite natural (GN), grafite em flocos (GF) e um grafite comercial (GMax). Além destas, foram produzidas amostras de grafite com diferentes graus de cristalinidade a partir da moagem de um grafite de alta pureza e cristalinidade em um moinho de alta energia por variados tempos (0, 10, 20, 30, 40, 50, 60 e 120 minutos), chamados GMx (x = tempo de moagem em minutos).

Todas as amostras foram submetidas à oxidação pelo método de Hummers modificado [4]. Os óxidos obtidos a partir de grafites moídos foram denominados adicionando-se a letra O no início das siglas previamente citadas para cada precursor. Os diferentes precursores e respectivos óxidos foram caracterizados por difração de raios X (DRX), termogravimetria (TG) e ressonância magnética nuclear (RMN) de ¹³C no estado sólido. O grau de oxidação de cada óxido foi avaliado através da razão entre as intensidades dos picos observados no espectro de RMN de ¹³C associados a grupos C-OH/C-O-C e a átomos de carbono sp², sendo essas regiões espectrais indicadas como A e B, respectivamente. Os difratogramas de raios X dos OGMs mostram o aparecimento de um pico de difração intenso em 2θ de 11° para as amostras OGM30 a OGM60, e sua posição em baixo ângulo implica em um aumento da distância entre planos sucessivos na estrutura do grafite associada à presença de grupos funcionais oxigenados e moléculas de água intercaladas entre os planos basais [1]. Este pico também foi observado nos difratogramas de raios X das amostras OGN e OGMax, porém um pouco abaixo de 11° indicando maior grau de oxidação dessas amostras. Confirmando os resultados de DRX, a estimativa do grau de oxidação pela razão A/B obtida dos espectros de RMN de ¹³C mostrou claramente que a amostra mais oxidada foi OGN, com razão A/B igual a 1,7, seguida de OGM30, OGM40 e OGMax (A/B igual a 0,9). As amostras OGF e os óxidos de grafites moídos por períodos muito longos ou muito curtos (0, 10, 20 e 120 min) apresentaram grau de oxidação muito baixo. Tais resultados evidenciam a relação entre as características estruturais do precursor e a eficiência obtida no processo de oxidação.

Agradecimentos: CAPES, FAPES, Nacional de Grafite.

Referências:

- [1] DREYER, D.R., PARK, S., BIELAWSKI, C.W., RUOFF, R.S. Chem. Soc. Rev., 39, 228-40. 2010.
- [2] BOTAS, C., ALVAREZ, P., BLANCO, C., SANTAMÉRIA, R., GRANDA, M., ARES, P., RODRÍGUEZ-REINOSO, F., MENÉNDEZ, R. Carbon, 50, 275-82. 2012.
- [3] CHOWDHURY, D.R., SINGH, C., PAUL, A. RCS Adv., 4, 15138-45. 2014.
- [4] WANG, G., SHEN, X., WANG, B., YAO, J., PARK, J. Carbon, 47, 1359-64. 2009.

Síntese e utilização de óxido de grafeno na intercalação de bentonita sódica para a produção de compósitos

Érika B. Jorge¹, Murilo P. Moisés², Silvia L. Fávaro¹, Eduardo Radovanovic¹

¹ Universidade Estadual de Maringá, Maringá-PR, Brasil

² Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Apucarana-PR, Brasil

O óxido de grafeno tem despertado o interesse de muitos pesquisadores e diferentes formas de utilização desse material vem sendo estudadas. Isso se deve principalmente às suas propriedades físicas, químicas, mecânicas, térmicas, elétricas e de barreira, às vezes únicas, comparadas a outros materiais [1]. Os argilominerais também tem sido muito estudados em aplicações para a produção de nanocompósitos poliméricos, onde busca-se melhorar as propriedades mecânicas, térmicas e de barreira a gases dos polímeros [2]. Como objetivo deste trabalho, visa-se utilizar o óxido de grafeno modificado como substituinte dos cátions nas camadas de argila bentonita, para posterior aplicação como reforço em compósitos de polietileno de alta densidade (PEAD). No presente trabalho o óxido de (GO) foi obtido pelo método de Hummers modificado, em seguida o GO foi aminado utilizando-se a etilenodiamina (EDA) e a *N,N*-Dietilenodiamina. Utilizou-se o óxido de grafeno aminado como espaçador da bentonita sódica, com o objetivo de se produzir compósitos de polietileno reforçado. A caracterização dos materiais produzidos foi feita pelas técnicas de FTIR, RAMAN, MET, MEV, DRX e DSC. Observou-se através de MEV e TEM que o grafeno oxidado apresenta-se na forma de folhas empacotadas e dobradas, de diversos tamanhos e formas. O óxido de grafeno modificado com melhores características foi obtido a partir da modificação com a *N,N*-Dietilenodiamina. Através dos dados de DRX, houve indícios de que a modificação da bentonita sódica ocorreu. Desta forma, supõe-se que parte da argila sofreu intercalação com o óxido de grafeno. Os compósitos obtidos com matriz de PEAD e reforço de bentonita intercalada com GO foram caracterizados por análises mecânicas: ensaio de resistência a tração e ao impacto, apresentando melhores propriedades mecânicas quando comparados ao polímero puro.

Agradecimentos: Ao COMCAP-UEM.

Referências:

[1] A K GEIM, KS NOVOSELOV, Nature Materials, v. 6 , p. 183- 191, 2007

[2] GF BRITO, A D OLIVEIRA, EM ARAÚJO, TJ A MELO, Polímeros: Ciência e Tecnologia, v. 18, p. 170-77, 2008.

Estudo comparativo na obtenção de grafeno por esfoliação química em fase líquida usando ultrassom e agitação mecânica

Anderson F. Mesquita¹, Cristiano C. Caliman¹

¹ Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória-ES, Brasil

Desde a sua descoberta em 2004, o grafeno, uma folha bidimensional formada por átomos de carbono com a mesma estrutura das camadas individuais do grafite, tem atraído grande atenção devido às suas excelentes propriedades tais como alta condutividade térmica e elétrica e resistência mecânica¹. O isolamento das monocamadas de grafeno tem sido estudado por diversos métodos, como o uso de ultrassom e por tensão cisalhante em sistemas turbulentos no caso da esfoliação em fase líquida². No presente trabalho foram feitos testes comparativos de esfoliação de grafite sintético em pó (tamanho máximo de partícula de 210 μm) em meio aquoso utilizando copolímero tribloco não-iônico. A esfoliação foi conduzida utilizando ponta de ultrassom Hielscher UP200S com amplitude de 80% por 2 horas, tendo sido colhidas alíquotas a cada 30 min para análise e em processador Ultra-turrax IKA T25 a 15 krpm por 4 horas, com retiradas de alíquotas a cada 1 hora, ambas com iguais concentrações de grafite e copolímero. As alíquotas retiradas foram diluídas 50 vezes e foram feitas análises de absorção em Espectrofotômetro de Absorção Molecular UV-Vis de 200 a 700 nm.

As curvas de absorção para as várias alíquotas são mostradas na Figura 1. A partir da absorbância a 660 nm é possível calcular a concentração de grafeno pela lei de Lambert-Beer³, cujos valores são apresentados na Tabela 1.

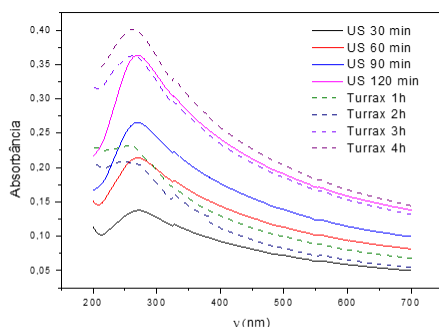


Fig.1 – Espectros de Absorção UV-Vis para as várias alíquotas.

Tabela 1 – Concentração de grafeno calculada para as várias alíquotas.

Tempo (min)	Conc. Turrax (mg/ml)	Conc. US (mg/ml)
30	-	0,040
60	0,055	0,065
90	-	0,079
120	0,044	0,11
180	0,10	-
240	0,11	-

Na Figura 1 observa-se que todos os espectros apresentam pico de absorção intenso na região de 250 a 300 nm referente à ressonância π plasmônica típica de materiais grafíticos³. Além disso nota-se um aumento de absorbância com o tempo para ambas formas de agitação, exceto para a curva Turrax 2h, que apresenta valores inferiores aos exibidos pela curva Turrax 1h, possivelmente devido a algum erro de amostragem. A partir dos dados da Tabela 1 pode-se concluir que o aumento na concentração de grafeno é mais acentuado utilizando-se o ultrassom do que com o processador, embora após certo tempo de agitação este atinja concentrações da mesma ordem de grandeza que o primeiro, porém outros testes são necessários a fim de se obter uma melhor comparação entre os métodos.

Agradecimentos: LMC, FAPES, NCQP.

Referências:

- [1] AA Balandin. Nature Materials, Vol. 0, pp.569-581, 2011.
- [2] E Varrla, KR Paton, C Backes. Nanoscale, Vol. 6, pp. 11810-11819, 2014.
- [3] JWT Seo, AA Green, AL Antaris. J. Phys. Chem. Lett, Vol. 2, pp. 1004-1008, 2011.

Aplicação de Nanolâminas de Grafeno como agente passivante em metais

Vagner M. Gomes, Vitor Alves, Rogério A. Sousa

Centro Universitário das Faculdades Associadas de Ensino - UNIFAE, São João da Boa Vista, SP, Brasil.

O Grafeno é um composto com inúmeras propriedades que vem despertando a curiosidade do meio científico, entre elas, pode-se citar sua capacidade de prevenir corrosão em metais [1,2]. No presente trabalho, as Nanolâminas de Grafeno (NG) foram obtidas por esfoliação química da grafite natural em pó, onde a fragmentação da molécula foi promovida inicialmente por uma quebra ácida e com agentes oxidantes, seguida de uma expansão térmica e uma quebra ultrassônica dos planos de Grafeno [1,2]. Após, as NG foram depositadas na superfície de placas de Cu através de suspensões realizadas com éter etílico, clorofórmio e acetato de etila, onde após a evaporação dos mesmos a temperatura ambiente as NG foram adsorvidas pelas camadas da superfície do metal. Para melhorar a interação entre as NG e a superfície, expôs-se os metais a 1000°C por 30s. Com isso, a ação passivante das NG foram testadas mediante a simulação de ataques corrosivos utilizando-se ácido sulfúrico 6,0 mol/L e um agente revelador de superfície (solução contendo 5,0 g de cloreto de ferro III, 30,0 mL de ácido clorídrico concentrado e 100 mL de água destilada).

Durante a deposição das NG nos metais, observou-se melhores resultados naqueles onde utilizou-se o solvente acetato de etila. Devido seu maior P.E em relação aos outros solventes utilizados, verificou-se que a sedimentação das NG ocorrem de modo mais ordenado e uniforme, fazendo com que o recobrimento dos metais sejam graduais e mais efetivo.

Os resultados obtidos nos ataques químicos são apresentados na Fig. 1, na qual verifica-se que devido ao recobrimento eficaz da peça, não houve oxidação da mesma evidenciado pelo não surgimento de pontos azulados e esverdeados assim como ocorreram nos padrões.

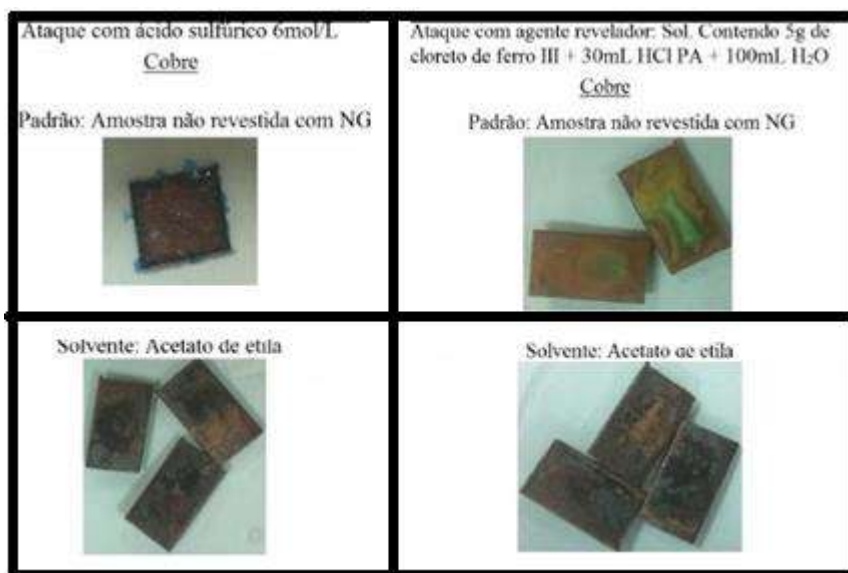


Fig.1 – Resultados dos ataques químicos

Agradecimentos: Ao Prof. Dr. Rogério Adelino Sousa; e à UNIFAE.

Referências:

- [1] AC Januario, BR Remédio, RA Sousa, **Anais do XX COBEQ-2014**, vol.1, n.2, pp. 1-7, 2015.
- [2] RM Frazier, DT Daly, RP Swatloski, KW Hathcock, Recent Pat. Nanotechnol., vol. 3, pp.164-176, 2009.

Preparação e caracterização de pontos de carbono a partir de celulose

Larissa D. Caminhas¹, Débora R. S. Souza¹, João Paulo de Mesquita², Luciano A. Montoro¹ e Fabiano V. Pereira¹

¹ Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte-MG, Brasil

² Universidade Federal do Vale do Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina –MG, Brasil

A descoberta de um novo material carbonoso em 2004, os chamados Pontos de Carbono (PC), incitou uma variedade de pesquisas a respeito de novas rotas sintéticas e suas aplicações¹. Esses PC são nanoesferas de carbono com propriedades fotoluminescentes, providas do tamanho e defeitos de superfície, e possuem um grande potencial para aplicação biomédica como já foi descrito na literatura². Os pontos de carbono podem ser sintetizados a partir de diversos materiais de partida, desde materiais como grafite de alta pureza, até aqueles amplamente disponíveis, como açúcares e carboidratos³.

No presente trabalho, a celulose foi explorada como precursor para a obtenção dos PC. A técnica utilizada para a síntese do material foi a de carbonização hidrotérmica, com o uso de um forno de micro-ondas como fonte de radiação. Essa metodologia apresenta grandes vantagens quando comparada a outras rotas sintéticas, como o baixo custo, rapidez, homogeneidade do sistema e o emprego de temperaturas relativamente baixas.

Para testar a influência do pH no sistema, foram feitas três diferentes sínteses, uma na presença de ácido sulfúrico, outra em água e finalmente uma em hidróxido de sódio. As amostras preparadas apresentaram dispersão uniforme de tamanho na faixa de 8nm, emissão na região do verde ou azul do espectro visível e valores de rendimento quântico variando entre 1,0% a 4,0%, dependendo das condições aplicadas para a obtenção do nanomaterial (Figura 1). A amostra obtida em meio básico apresentou maior valor de rendimento quântico.

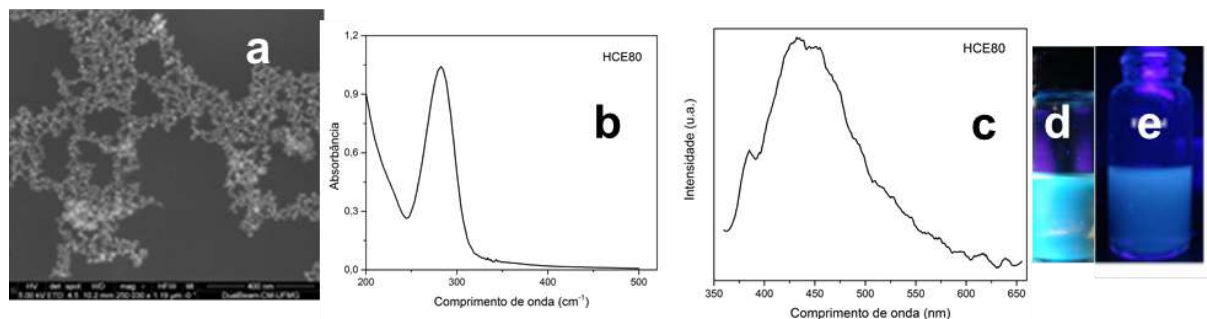


Fig.1 – (a) Imagem de MEV dos PC, (b) Espectro de absorção no UV-vis e (C) Espectro de emissão de amostra de celulose carbonizada, (d) Amostra de celulose carbonizada em meio básico, dispersa em água, sob iluminação UV (365nm) e (e) amostra de celulose carbonizada dispersa em etanol, sob iluminação UV (365nm).

Agradecimentos: Ao Departamento de Química da UFMG, ao CNPq, ao Centro de Microscopia da UFMG.

Referências:

- [1] Xu, X. Y., Ray, R., Gu, Y. L., Ploehn, H.J., Gearheart, L., Raker, K., Scrivens, W. A. Journal of the American Chemical Society v. 126, n. 40, p. 12736-12737, 2004.
- [2] Baker, S. N.; Baker, G. A. Angewandte Chemie, v. 49, p. 6726 – 6744, 2010.
- [3] Esteves Da Silva, J. C. G., Gonçalves, H. M. R. Trends in Analytical Chemistry, v. 30, n. 8, p. 1327-1336, 2011.

Reversible control of the magnetic properties of doped graphene bilayer/Cu(111)

Everson S. Souza¹, Wanderlã L. Scopel^{1,2}, Roberto H. Miwa³

¹ Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória-ES, Brasil

² Universidade Federal Fluminense, Volta Redonda-RJ, Brasil

³ Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG, Brasil

The functionalization of graphene is an important issue addressing future (technological) application of graphene; where the substitutional doping has been a promising route to adjust their electronic properties, and thus expand their possible applications. In this sense, recent experimental studies demonstrate the possibility of insert substitutional Co atoms in graphene monolayer upon the presence of vacancy defects [1]. Further theoretical studies have shown that some transition metal atoms (e.g. cobalt) are energetically stable in single vacancy regions, with the emergence of magnetic moment associated with the substitutional defect. Concomitantly, the control of magnetic properties of defective graphene through electric field or doping effect is desirable for spintronics applications [2,3].

In this work, we have performed an *ab initio* theoretical investigation of substitutional cobalt atoms in the graphene bilayer supported on the Cu(111) surface (Co/GBL/Cu). Initially we examined the separated systems, namely, graphene bilayer adsorbed on Cu(111) (GBL/Cu), and a free standing Co doped GBL (Co/GBL). In the former system, the GBL becomes *n*-type doped, where we map the net electronic charge density distribution along the GBL-Cu(111) interface. The substitutional Co atom in Co/GBL lies between the graphene layers, and present a net magnetic moment mostly due to the unpaired Co-*d*_{z2} electrons. In Co/GBL/Cu, we found that the Cu(111) substrate rules (i) the energetic stability, and (ii) the magnetic properties of substitutional Co atoms in the graphene bilayer. In (i) the substitutional Co atom becomes energetically more stable lying on the GBL surface, and in (ii) the magnetic moment of Co/GBL has been quenched due to the Cu(111) ® Co/GBL electronic charge transfer. We verify that such a charge transfer can be tuned upon the application of an external electric field, and thus mediated by a suitable change on the electronic occupation of the Co-*d*_{z2} orbitals, we found a way to switch-on and -off the magnetization of the Co doped GBL adsorbed on the Cu(111) surface.

Acknowledgment: The authors acknowledge financial support from the Brazilian agencies CAPES, CNPq, and FAPEMIG, and computational support from CENAPAD/SP.

References:

- [1] H. Wang et al. Nano Lett., 12, pp. 141-144, 2012.
- [2] R. R. Nair et al. Nature Commun., 4, pp. 1-6, 2013.
- [3] O. O. Brovko, P. Ruiz-Diaz, T. R. Dasa, V. S. Stepanyuk. J. Phys.: Condens. Matter, 26, pp. 093001-93025, 2014.

Síntese e caracterização estrutural de um compósito híbrido de ZnO@Cr com carbono amorfo

Gisele S. Silveira, Marcos A. L. Nobre, Silvania Lanfredi

Laboratório de Compósitos e Cerâmicas Funcionais- LaCCeF, Faculdade de Ciências e Tecnologia – FCT, Universidade Estadual Paulista – UNESP, Presidente Prudente, Brasil

Carbono, em diversas formas, tais como nanotubos, grafeno, pirocarbonos, grafite, carvão ativado e carbono amorfo tem encontrado aplicações em diversas áreas tais como biomedicina, eletrônica, óptica e fotocatalise¹. Neste sentido, este trabalho tem como objetivo a preparação do compósito C/ZnO@Cr a partir do método de pirólise parcial baseado no método Pechini^{1,2}. O compósito obtido foi caracterizado por difração de raios X (DRX), espectroscopia vibracional de absorção no infravermelho (FT-IR) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O difratograma obtido do compósito C/ZnO@Cr mostrou linhas de difração cristalina mal definidas, sobrepostas por halos, provenientes da matriz de carbono amorfo, as quais foram indexadas com base na simetria hexagonal e grupo espacial P6₃mc (186) do ZnO. A partir do espectro de absorção no infravermelho foi possível identificar bandas associadas à presença das nanopartículas de ZnO@Cr (vibrações metal-oxigênio), bem como bandas associadas a presença da matriz de carbono amorfo (vibrações C-O, C=O, C-H). O espectro de infravermelho obtido é mostrado na Figura 1a.

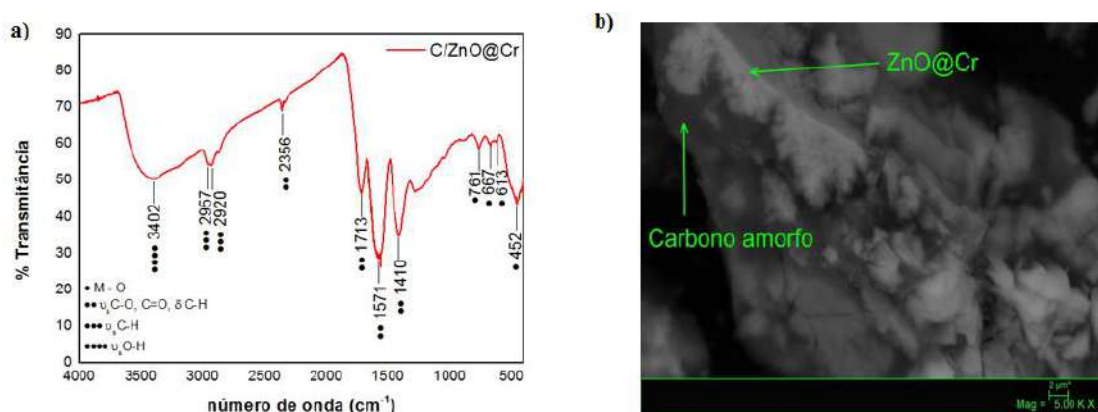


Fig. 5- a) Espectro FT-IR para o compósito C/ZnO@Cr. b) Micrografia eletrônica de varredura para o compósito C/ZnO@Cr.

A micrografia obtida para o compósito (Figura 1b) mostrou a presença de clusters com diferentes tamanhos e formas, onde as nanopartículas ZnO@Cr encontram-se inseridas em uma matriz com grande quantidade de carbono e organizada na forma de placas sobrepostas. A metodologia empregada foi adequada na síntese do compósito híbrido de ZnO@Cr com carbono amorfo. As caracterizações mostraram que o compósito reúne tanto as características das nanopartículas core/shell, quanto da matriz de carbono amorfo, mostrando um sinergismo entre o semiconductor e a matriz de carbono amorfo.

Agradecimentos: CAPES, FAPESP, LabMev – FCT UNESP.

Referências:

- [1] Moraes, P.G.P.; Lanfredi, S.; Matos, J.; Nobre, M.A.L. The Annual World Conference on Carbon, 2013, v. I.
- [2] Lanfredi, S.; Nobre, M.A.L.; Moraes, P.G.P.; Matos, J. Ceram. Int. 2014, 40, 9525–9534.

Uma opção à medição da resistividade elétrica em fibras de carbono

Caroline Jovine¹, Luiz Depine de Castro¹

¹ Centro Tecnológico do Exército, Rio de Janeiro-RJ, Brasil

Apesar da numerosa quantidade de defeitos presentes na rede das fibras de carbono, esses filamentos apresentam propriedades de transporte interessantes, sendo utilizadas em blindagem eletromagnética e anti-eletrostáticas pela indústria de defesa e em diferentes aplicações elétricas e eletrônicas [1].

A determinação experimental das propriedades de transporte de monofilamentos representa um desafio devido à natureza da amostra. De fato, o diâmetro dos filamentos de carbono não são os mesmos em um “tow” e nem sempre é o mesmo ao longo de um dado filamento. Além disso, a seção transversal da amostra nem sempre é circular. Esses fatos são complicadores na medição da resistividade elétrica de filamentos, razão pela qual frequentemente se opta por fazer essa medição em cabos e até mesmo nos compósitos, uma vez que a imprecisão na determinação da seção reta do filamento introduz uma grande incerteza na estimação do valor absoluto da resistividade [2]. Essa última opção, no entanto, limita muito a possibilidade de estudar a influência das variáveis de processo e, principalmente, o efeito de sua microestrutura sobre a resistividade elétrica das fibras de carbono.

Nessa proposta, a medição da resistividade elétrica um monofilamento de carbono é feita quando o mesmo repousa em uma placa isolante, como mostra a Fig. 1. Os contatos elétricos são garantidos por meio de gotas de cola de prata, as quais possibilitam a continuidade do circuito composto pela fibra de carbono e pelos fios de cobre.

A fim de descontar o efeito da resistência de contato na medição, foi utilizado o método das quatro pontas. Neste esquema, os contatos externos ficam conectados a uma fonte de corrente, enquanto os outros dois contatos ficam conectados a um voltímetro de elevada impedância.

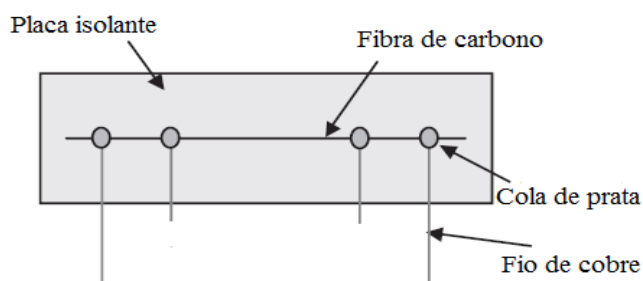


Fig. 6 – Diagrama esquemático do porta amostra [3]

Foi medida a resistividade elétrica de diferentes fibras comerciais variando-se diversos parâmetros do aparato, tendo como objetivo avaliar a reprodutibilidade e repetitividade do ensaio, utilizando-se o “data sheet” dos fabricantes como valor de referência para as resistividade elétricas medidas.

Agradecimentos: Ao Centro Tecnológico do Exército e à Petrobras.

Referências:

- [1] PAUL, C.R. Introduction to Electromagnetic Compatibility. [s.l.]: John Wiley, 2006
- [2] DELHAËS, P. Fibers and Composites.
- [3] NISHI Y., HIRANO M.. Materials Transactions, Vol. 48, pp. 2735 to 2738, 2007.

Efeito da concentração de fibras de carbono em matriz epóxi sobre a condutividade elétrica e o coeficiente de expansão térmica dos compósitos

Caroline Jovine¹, Alexandre T. Castro¹, Luiz D. Castro¹

¹ Centro Tecnológico do Exército, Rio de Janeiro-RJ, Brasil

Polímeros termofixos são amplamente utilizados na indústria aeroespacial e em aplicações automotivas como matrizes para fabricação de fibra, compósitos reforçados e adesivos de componentes estruturais. Apesar de fornecerem propriedades mecânicas satisfatórias, as matrizes poliméricas apresentam tipicamente uma baixa condutividade elétrica. Representando um desafio em relação à proteção de aeronaves contra raios e interferências eletromagnéticas. Além disso, uma boa condutividade elétrica é necessária para atender a regulamentação de retardador de chama e anti-estática de equipamentos de mineração, armazenamento e transporte de petróleo e gás [1]. Desta forma, é relevante a melhoria das propriedades elétricas de compósitos poliméricos.

As fibras de carbono são elétrica e termicamente condutoras, em contraste com as matrizes poliméricas, podendo, desta forma, servir, não apenas, como um reforço estrutural, mas também melhorar das propriedades de transporte do compósito [2]. Os compósitos de matriz polimérica preenchidos com fibras de carbono podem se tornar condutores desde que contenham um percentual de fibra excedendo o limiar de percolação, que é relativamente baixo para essa carga, devido a sua geometria [3].

Além disso, as fibras de carbono podem atuar como um aditivo minimizador do coeficiente de dilatação térmica, uma vez que seu coeficiente é quase nulo. A combinação da alta condutividade térmica com o baixo coeficiente de dilatação térmica torna os compósitos de fibra de carbono úteis, também, na dissipação de calor, principalmente em estruturas que necessitem de estabilidade dimensional [2].

Compósitos em matriz epóxi, reforçados com diferentes fibras de carbono e variadas frações mássicas (0-30% m/m) foram produzidos e avaliados através das medidas de resistividade elétrica, condutividade térmica e coeficiente de expansão térmica. As amostras para cada uma das medidas podem ser observadas na Figura 1. Nas medidas das propriedades elétricas observou-se a diminuição da resistividade com o aumento da fração dos aditivos condutores, estando em conformidade com a teoria da percolação. Esse efeito tem maior destaque em frações superiores à 10% m/m, nas quais a redução da resistividade é de pelo menos duas ordens de grandeza.



Figura 7- Compósitos em resina epóxi com adição de 10% m/m de fibra de carbono (Torayca M46J, com 5 μm de diâmetro e 9 $\mu\Omega\cdot\text{m}$ de resistividade elétrica)

Agradecimentos: Ao Centro Tecnológico do Exército e à Petrobras.

Referências:

- [1] LADANI, R. B., WU, Shuying, KINLOCH, A. J., et al. Composites Science and Technology, Vol 117, pp. 146-158, 2015.
- [2] CHUNG, D. D. L.. Carbon Fiber Composites.
- [3] DONNET, J.B.. Carbon fiber. 3ª edição. Nova York: Marcel Dekker, 1998.

Caracterização da microestrutura e análise de poros de diferentes coques precursores de grafites especiais

Priscilla Sieira, Luiz D. de Castro

Centro Tecnológico do Exército, Rio de Janeiro-RJ, Brasil

Sabe-se que a estrutura cristalográfica da grafite artificial depende principalmente da temperatura de grafitização, enquanto a textura dessas grafites é basicamente uma função das matérias primas usadas na fabricação e das etapas de produção. Sendo assim, pode-se concluir que as propriedades mecânicas, térmicas e elétricas das grafites artificiais que são submetidas ao mesmo processo de grafitização dependem somente da textura das grafites [1].

O fator que mais influencia na textura é o tamanho de grão do coque, que é o principal constituinte da grafite. Além desta matéria prima, é preciso um “binder” para garantir a aglomeração dos grãos do coque [2]. Antes de ser misturado com este “binder”, o coque passa por quatro etapas: a pré-moagem, que diminui o diâmetro máximo dos grãos; a peneiração, que separa de acordo com o tamanho de partícula; a micropulverização, que garante os grãos mais finos; e a homogeneização [3].

Este trabalho visa caracterizar a microestrutura de três tipos diferentes de coque, que serão utilizados na fabricação de grafites especiais. Este estudo inicial mostra como as operações de moagem, classificação e micropulverização atuam no coque regular, no petrocoque e no coque agulha. Microscopia ótica, porosidade e difração a laser foram utilizadas para a caracterização e comparação dos tamanhos e formatos das partículas.

Agradecimentos: Ao Centro Tecnológico do Exército e à Petrobras.

Referências:

- [1] US PATENT, 4217336, 1980.
- [2] ASTM Standard D7219, Standard specification for isotropic and near-isotropic nuclear graphites, 2014.
- [3] US PATENT, 3492382, 1965.

Estudo sobre a influência da radiação gama em grafite

Adelina P. Santos¹, Clascídia A. Furtado¹, Daniele S.C. Gomes¹, Max P. Ferreira¹, Moacyr A. Rodrigues¹, Vanessa A. Chaves¹, Wagner N. Mussel²

¹ Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, Belo Horizonte-MG, Brasil

² Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte-MG, Brasil

O grafite é uma forma alotrópica de carbono, que compreende várias camadas empilhadas de grafeno, onde os átomos de carbono estão fortemente empacotados numa rede bidimensional de hexágonos sucessivos. Alguns dos métodos tradicionais de obtenção de grafeno consistem em esfoliação química ou física de grafite natural. Considerável atenção tem sido dada ao estudo dos efeitos da irradiação de raios γ em materiais, em aplicações diretas, como blindagem por exemplo, mas também o uso de radiação a fim de alterar as propriedades e características dos materiais, que talvez não seriam possíveis em outras condições [1,2]. Assim, desejamos neste trabalho verificar o efeito da irradiação γ na estrutura de grafite [3], buscando obter um material com propriedades apropriadas a uma dada aplicação, dentre elas, a esfoliação química para obtenção de grafenos.

Flocos de grafite natural foram irradiados sob 370 kGy, 740 kGy e 2000 kGy, em uma fonte de irradiação de ^{60}Co . A fim de colimar o feixe de radiação, os flocos foram colocados dentro de dois tijolos de chumbo. Difração de raios-X, microscopia eletrônica de varredura e espectroscopia Raman foram utilizadas para avaliar os sistemas antes e após cada irradiação.

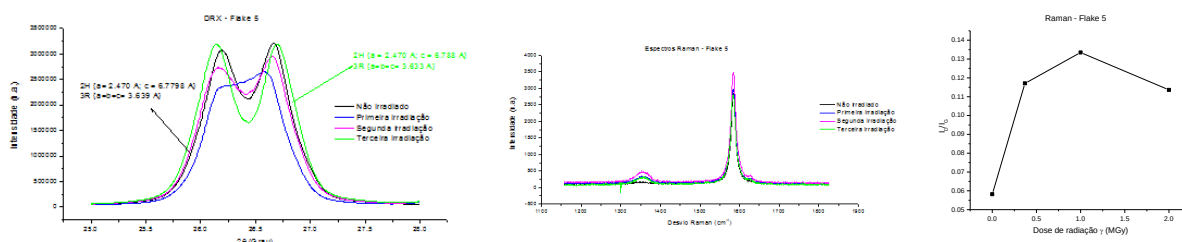


Fig.1 – Resultados de Difração de raios X e de espectroscopia Raman da amostra de grafite natural. Parâmetros de rede da figura seguem legenda de cores.

Resultados de difração de raios X mostraram a existência de dois picos de difração referentes ao plano 002 da grafite natural (26,2 e 26,6), o que revela a presença dos dois polimorfos da grafite, sendo as formas hexagonal (grafite 2H) e romboédrica (3R). Uma análise do difratograma juntamente com a espectroscopia Raman, sugerem que inicialmente a radiação γ gera uma quantidade significativa de defeitos, fato que fica muito evidenciado tanto pela forma assumida pela curva no difratograma, quanto pelo aparecimento da banda D no espectro Raman. Contudo, ao fornecer uma quantidade significativa de energia para o sistema, notou-se uma separação mais bem definida entre as duas fases cristalinas do grafite, além do fato de que a quantidade relativa de defeitos sofre uma diminuição. Mais estudos têm sido realizados a fim de elucidar o comportamento da amostra frente à irradiação, sobretudo em doses maiores.

Agradecimentos: À CAPES, à FAPEMIG, ao CNPq, à CNEN, ao INCT de Nanomateriais de Carbono.

Referências:

- [1] CATALDO, F. A Raman study on radiation-damaged graphite by γ -rays, *Carbon*, v. 38, p. 634-636, 2000.
- [2] FENG, Y. et al. The effect of gamma ray irradiation on the structure of graphite and multi-walled carbon nanotubes. *Carbon*, v. 60, p. 186-192, 2013.
- [3] XU, Z., et al. Nano-structure and property transformations of carbon systems under γ -ray irradiation: a review, *RSC Advances*, v. 3, p. 10579-10597, 2013.

Tribological behavior of graphite analyzed from the influence of the optical domain

Maria A. M. Souza^(1,2), Luiz C. Pardini^(1,2)

(1) *Instituto Tecnológico de Aeronáutica (ITA)*

(2) *Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE) -*

Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial (DCTA)

Pça Mal. Eduardo Gomes, 50 – V. das Acácias

Many dynamic engineering systems have interferences and interactions that cause wear under friction effect. The study of wear is performed through the tribological behavior. Tribology is the science that involves the fields of mechanics, physics, chemistry and materials to the knowledge of lubrication, friction and wear to predict the behavior of physical interacting systems. The tribological features of a physical interacting system depends on the environment, operational parameters and their interaction, besides the material properties. Tribological tests are used as an alternative to prior analyzes in the development and characterization stages of products for systems where there is interaction between bodies and consequent wear. The friction and wear are not intrinsic properties of materials, but they are specific characteristics of a certain tribological systems [1].

Carbonaceous materials such as graphite are of great interest in engineering systems due to their thermal and lubricants properties, and their versatility as a material for applications in the areas of mechanics, transportation, energy systems and sensitive technologies. Under normal environmental working conditions (23 °C / 30% RH) and normal force of 1 N, the coefficient of friction stands between 0.1 and 0.3. Steel, under the same conditions, presents coefficient of friction in the range of 0.4 to 1.0 [2]. In graphite the presence of gases such as steam is required to enable the lubrication effect of graphite [3]. In this case, the tribological pair starts damage (dangling bonds) in basal plane due to the frictional effect. High-energy regions are generated due to exposure of the electrons at the point of rupture of the basal plane, which creates regions with higher adhesion capability. Friction and wear are reduced if these high-energy regions are neutralized by moisture adsorption. The lubricating action resulted from interaction with moisture can be explained as a result of the interaction of moisture with the debris formed during the wear process, which leads to formation of a lubricant film by physical adsorption. This adsorption effect reduces the interaction between the contact faces, reducing the adhesion between them and consequently resulting in decrease in the coefficient of friction and wear.

This study evaluates the tribological behavior of three samples of graphite, in a controlled environment at 20 °C and 50% RH. Results of tribological behavior were correlated considering the prevalence of basal plane, identified by polarized light optical microscopy, as a function of the tribological behavior, measured by tests with pin on disc tribometer. The friction coefficient was measured. The results showed that the coefficient of friction behavior is directly related to the basal plane domain and the extension of the damage generated on this plan due to the contact between the tribological pair. The materials studied presented an increase in the friction coefficient values with increasing area of the basal plane domain.

References:

- [1] Gonçalves, J. F. De S. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica Aeronáutica) - Instituto Tecnológico De Aeronáutica, São José dos Campos, 2013.
- [2] Berman, D. et al. *Materials Today*, v. 17, n. 1, p. 31-42, 2014.
- [3] Yen, B. K. ; Schwickert, B.; Toney, M. F. *Applied Physics Letters*, v. 84, n. 23, pp. 4702-4704, June 2004.

Dielectric properties of carbon fiber/epoxy composites by impedance spectroscopy

Anderson Ferreira¹, Luiz C. Pardini¹

¹ Institute of Aeronautics and Space, São José dos Campos, Brazil

Impedance spectroscopy has been used for materials characterization. Electrical properties of carbon fiber composites are particularly important because they are conductive and allows electromagnetic shielding and other functional applications. Measurements of impedance were done in two unidirectional carbon fiber/epoxy composites having 64% and 32% of volume of fibers and in a bi-directional carbon fiber/epoxy composite having 40% of volume of fibers. Measurements were done in the direction of fibers, perpendicular to the direction of fibers and through the thickness of the composites, the frequency was in the range of 100 Hz to 13 MHz. Impedance data of the composite was obtained as a function of frequency. The dielectric properties (dielectric constant and dielectric loss) of three carbon fiber/epoxy composites were calculated from the measured impedances to the three direction of measurement. The Fig.1 shows one of the results, the dielectric loss through the thickness for 1D composites (64% and 32% of volume of fibers) and for 2D composite (40% of volume of fibers) as a function of frequency.

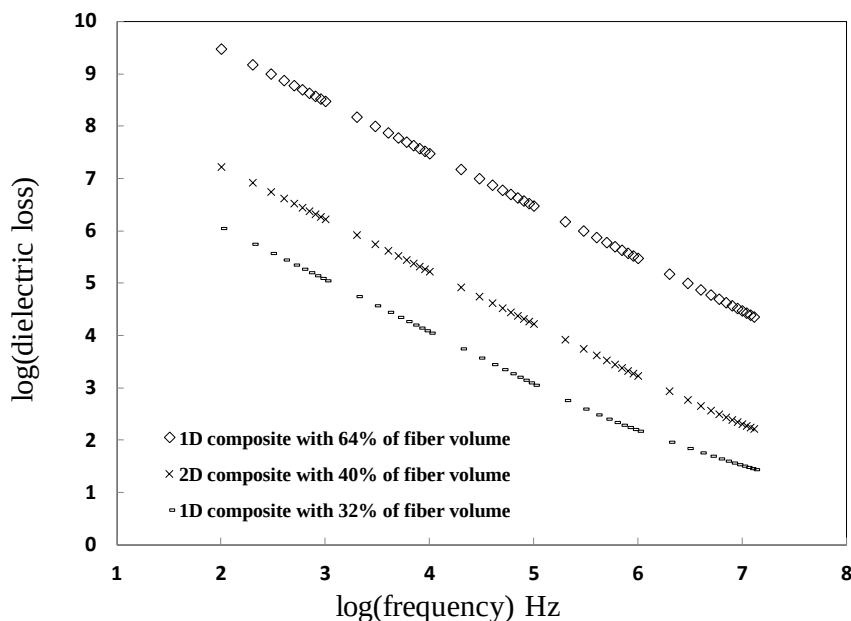


Fig.1 - Dielectric loss through the thickness for 1D composites and for 2D composite.

The linear behavior in Fig. 1 is related to the electronic transport pathway. Composites with the highest percentages of fiber volume showed higher electrical conductivity regardless of the direction of measurement, leading to higher dielectric loss.

References:

- [1] MH Choi, BH Jeon, IJ Chung. Polymer, Vol. 41, pp. 3243-3252, 2000.
- [2] ZM Elimat, MS Hamideen, KI Schulte, H Wittich, A de la Vega, M Wichmann, S Buschhorn. J Mater Sci, Vol. 45, pp. 5196-5203, 2010.
- [3] A Ferreira, LC Pardini. BCCM2, 2014.

Influência da rugosidade da superfície de grafite de grão fino na espectroscopia Raman

Miguel A. Amaral Jr¹, Emerson S. Gonçalves⁴, Mirabel C. Rezende³, Neidenêi G. Ferreira, Jossano S. Marcuzzo^{1,2}, Maurício R. Baldan¹

¹INPE - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, Brasil

²FATEC - Faculdade de Tecnologia de São Paulo, São José dos Campos, Brasil

³UNIFESP - Universidade Federal de São Paulo, São José dos Campos, Brasil

⁴CTA - Centro Tecnológico Aeroespacial, São José dos Campos, Brasil

O estudo sobre as propriedades físicas dos materiais carbonosos tem aumentado significativamente nos últimos anos depois do desenvolvimento de novos materiais, tais como, fulereno e nanotubos [1]. A espectroscopia Raman é amplamente aplicada em caracterização de materiais carbonosos, os espectros Raman de todos os materiais carbonosos exibem picos característicos na região entre 1000 e 1800 cm⁻¹ para energia de excitação no visível, as bandas encontradas neste intervalo são conhecidas como bandas D (1200 a 1400 cm⁻¹) e G (1500 a 1600 cm⁻¹). Sendo a banda G relacionada com as vibrações C-C no grafite, por outro lado, a banda D tem relação com a desordem da estrutura hexagonal do grafite. Desta forma, a banda D está associada a pobre grafitização, sendo conhecida como a banda da “desordem” [2]. De modo geral, a técnica Raman permite compreender a propriedade estrutural dos materiais carbonoso, em particular, é utilizada para investigar os defeitos presentes na rede de carbono. O principal objetivo deste trabalho é compreender a influência da rugosidade sob a superfície de um grafite de grão fino (GGF) através da espectroscopia Raman. Para isto, realizou-se o lixamento da superfície de um GGF, com intenção de causar danos mecânicos sob a superfície e assim aumentar rugosidade a fim de se obter informação sobre a modificação do espectro Raman causado por ranhuras superficiais. O processo de lixamento foi realizado utilizando-se lixas 180, 320 400, 2500 e polida com sílica coloidal. Os espectros Raman foram adquiridos durante os intervalos de cada lixa. Com o espectro Raman foi possível investigar quantitativamente a variação da organização do material em função das lixas utilizadas na superfície aplicando um “fitting” matemático com combinação de quatro bandas Lorentziana (G, D1, D2, D4) aproximadamente em 1580, 1350, 1620 e 1200 cm⁻¹ e uma banda Gaussiana (D3) aproximadamente em 1500 cm⁻¹ [3]. Após os ajustes foram realizados o cálculo das relações das bandas de defeito (D1 e D2) pela banda do grafite (G). Observou-se que houve um aumento na taxa de defeitos em função da rugosidade da superfície. Para este trabalho conclui-se que a rugosidade da superfície influencia significativamente na resposta Raman para um grafite de grão fino.

Referências:

- [1] R. Saito et al., Physical Properties of Carbon Nanotubes, imperial college press, longon, 1998.
- [2] M. R. Baldan et al., Raman Validity for crystallite size La determination on reticulated carbon with different graphitization index., Applied Surface Science, v.254, p.600-603, 2007.
- [3] A. Sadezky et al., Raman microspectroscopy of soot and related carbonaceous materials: Spectral analysis and structural information., Carbon, v.43, p.1731-1742, 2005.

Caracterização dos grupos funcionais ácidos de *carbon dots* por meio de regressão não linear de dados das curvas de titulação potenciométrica

Arthur H. de Castro, Larissa. A. Almeida, João P. de Mesquita

Universidade Federal dos Vales Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina, Brasil

Carbon dots (CD) são os mais novos de materiais de carbono descobertos em 2004 durante a purificação eletroforética de nanotubos de carbono de parede simples [1]. Os CDs apresentam distintas propriedades eletrônicas e ópticas (fluorescência e fosforescência). Entretanto, diferentemente dos pontos quânticos metálicos, nos CDs estas propriedades são altamente dependentes dos grupos funcionais presentes na superfície. A maioria dos CDs são ricos em grupos funcionais oxigenados e dependendo das abordagens sintéticas usadas, a quantidade de oxigênio presente nestas nanoestruturas pode chegar até 50% [2]. A presença de tais grupos na superfície dos CDs, especialmente nas bordas das camadas de grafeno, além de interferir diretamente nas propriedades eletrônicas dos CDs, contribui para a sua excelente solubilidade em água e também como plataforma química para posterior funcionalização da superfície com diferentes compostos químicos. Neste trabalho, *carbon dots* com tamanho médio de $2,7 \pm 0,5$ nm foram preparados por meio de reações de desidratação e oxidação de celulose de algodão. A obtenção dos CDs foi confirmada com HRTEM e os grupos funcionais ácidos presentes em suas superfícies foram caracterizados por meio do ajuste dos dados das curvas de titulação potenciométrica usando um método de regressão não linear baseado no algoritmo Levenberg-Marquardt. Os resultados obtidos por tratamento estatístico dos dados de curva de titulação mostrou que o melhor ajuste foi obtido considerando a presença de cinco ácidos de Bronsted-Lowry na superfície dos CDs com constantes de ionização características de ácidos carboxílicos, ésteres cíclicos, compostos fenólicos e grupos tipo pirona (Tabela 1). O número total de grupos de ácidos oxigenados obtidos foi de $4,83 \text{ mmol g}^{-1}$, com cerca de 65% ($\sim 2,9 \text{ mmol g}^{-1}$) provenientes de grupos com $\text{pK}_a < 6$. A metodologia mostrou boa reprodutibilidade e estabilidade com desvios padrão abaixo de 5%. A natureza dos grupos mostrou-se independente das pequenas variações nas condições experimentais, ou seja, as massas tituladas e a concentração inicial da solução de HCl.

Tabela 1. Valores médios de pK_a 's e grupos funcionais ácidos obtidos para os CDs com o ajuste não linear dos dados de várias curvas de titulação potenciométrica.

pKa	Grupos ácidos / mmol g^{-1}
3.59 ± 0.26	1.85 ± 0.12
5.01 ± 0.41	1.30 ± 0.07
6.19 ± 0.27	0.58 ± 0.03
7.57 ± 0.56	0.24 ± 0.06
9.30 ± 0.13	0.85 ± 0.05
Total	4.83 ± 0.27

Finalmente, acredita-se que a metodologia utilizada aqui, em conjunto com outras técnicas analíticas, é uma ferramenta poderosa para a caracterização das propriedades de equilíbrio ácido-base complexas destas nanopartículas tão interessantes e intrigantes.

Agradecimentos: UFVJM, FAPEMIG, RQMG, CNPq.

Referências:

- [1] Xu X, Ray R, *et al.* J Am Chem Soc.126 (40):12736-7, 2004.
- [2] Baker SN, Baker GA. Angew Chem Inter Ed.49 (38):6726-44, 2010.

Efeito da temperatura de pirólise nas características estruturais e superficiais de carbonos preparados a partir de colágeno hidrolisado

Arthur H. de Castro¹, Tatiana A. R. dos Santos, Fernanda G. de Mendonça², Fabiane C. Ballotin², Henrique S. de Oliveira², Luiz C. A. de Oliveira², João P. de Mesquita¹.

¹ Universidade Federal dos Vales Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina, Brasil

² Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Brasil

Recentemente, há um claro interesse da comunidade científica no desenvolvimento de catalisadores baseados em materiais de carbono (Do inglês: *Carbocatalysis*) devido as suas versatilidade e propriedades físico-químicas [1]. Materiais de carbono funcionalizados com grupos nitrogenados têm sido extensivamente estudados uma vez que a presença de nitrogênio melhora a estabilidade química dos materiais e em muitos casos as suas propriedades catalíticas [2,3]. Neste trabalho, colágeno hidrolisado obtido de resíduos de couro *wet blue* foi utilizado na preparação de carbonos N funcionalizados. Em especial, nós avaliamos o efeito de três diferentes temperaturas de tratamento térmico 300, 400 e 600°C, nas características estruturais e superficiais dos materiais. Os resultados obtidos com a análise elementar mostram que nas três temperaturas avaliadas os materiais apresentam entre 11 e 13% de nitrogênio. Estudos com espectroscopia Raman indicam a formação carbono amorfo (banda D) e grafítico (banda G). A razão entre as bandas D (1350cm^{-1}) e G (1600cm^{-1}) obtidas para os materiais foram 0,96, 0,90 e 1,28 para os materiais preparados em 300, 400 e 600°C, respectivamente. De um modo geral, espera-se que o aumento da temperatura aumente o grau de cristalinidade dos materiais de carbono. Todavia, a Banda D é ativada pela presença no plano de heteroátomos, vacâncias ou outros defeitos e ainda por efeitos de tamanho finito, ou seja, todos os parâmetros que diminuem a simetria do retículo quase infinito [4]. Este resultado sugere que em temperaturas mais elevadas ocorre a diminuição do tamanho das partículas e/ou a modificação da disposição dos heteroátomos na estrutura dos carbonos. A partir da análise das curvas de titulação potenciométrica, o total de grupos funcionais (-COOH, -OH, -NH₂, >N, etc) obtidos foram $0,44\text{mmol g}^{-1}$, $0,32\text{mmol g}^{-1}$ e $0,062\text{mmol g}^{-1}$ para as amostras tratadas termicamente a 300, 400 e 600 °C, respectivamente. Em adição, o monitoramento por TG/MS dos sinais $m/z=17$ (NH₃) e $m/z=30$ (NO) mostra um aumento da temperatura de dessorção destas moléculas com o aumento da temperatura de pirólise. Uma vez que as quantidades de nitrogênio presentes nas amostras são similares, conclui-se que na amostra obtida a 600 °C, os grupos predominantes são aqueles incorporados no plano basal substituindo átomos de carbono (nitrogênio quartenário) enquanto que nas amostras obtidas em temperaturas de 300-400 °C são encontradas uma maior variedade de grupos funcionais nitrogenados incluindo os grupos piridínicos, pirrólicos, amidas e aminas. Estudos preliminares com voltametria cíclica indicam que os materiais preparados apresentam atividade eletrocatalítica para evolução de oxigênio a partir da oxidação da água.

Agradecimentos: UFVJM, Capes, CNPq, Fapemig e RQ-MG.

Referências:

- [1] Sergio Navalón *et al.* Chem. Rev., 114, 6179–6212, 2014
- [2] Shankhamala Kundu, *et al.* Phys.Chem.Chem.Phys., 12, 4351–4359, 2010.
- [3] Wenzhong Shen e Weibin Fan J. Mater. Chem. A, 1, 999–1013, 2013.
- [4] Ferrari, A.C. e J. Robertson. Physical Review B, **61**(20): 14095-14107, 2000.

Estudo da incorporação de boro em filmes de diamante crescidos com diferentes concentrações de CH₄/Ar

Rosana A. Gonçalves, André F. Sardinha, Jossano S. Marcuzzo, Neidenêi G. Ferreira, Maurício R. Baldan

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos - SP, Brasil

Neste estudo foram analisadas dois diferentes lotes de filmes de diamante, ambos crescidos sob substratos de silício em reator de filamento quente através do método Chemical Vapour Deposition (CVD). O lote 1 é constituído por amostras com diferentes concentrações de CH₄ (1, 3, 5 e 7%) enquanto o lote 2 é constituído por amostras com diferentes concentrações de Ar (0, 50, 60, 70 e 80%). Os dois lotes foram dopadas com boro (30 000 ppm) durante a deposição dos filmes, por meio da passagem de uma linha adicional de hidrogênio em um borbulhador contendo óxido de boro (B₂O₃) dissolvido em metanol. Os filmes foram caracterizados morfológica e estruturalmente por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia Raman e Espectroscopia de Fotoelétrons Excitados por Raios X (XPS).

As imagens de MEV das amostras do lote 1 mostram filmes microcristalinos contínuos e homogêneos com grãos orientados aleatoriamente. Foi observada também uma redução do tamanho de grão com o aumento de CH₄. As imagens das amostras do lote 2 mostram claramente que com o aumento da concentração de argônio o tamanho de grão é reduzido, exibindo a transição de uma estrutura micro- para nano-cristalina. Espectroscopia Raman confirma o crescimento de diamante a partir da linha característica em 1332 cm⁻¹ e a dopagem dos filmes com o surgimento das bandas em 1220 e 500 cm⁻¹ [1], em ambos os lotes. As análises de XPS foram realizadas a partir de varreduras com variação azimutal e variação angular do feixe de raios X em relação à amostra. Os resultados mostram, para amostras do lote 1, uma dependência da concentração de boro com a concentração de CH₄ presente nas amostras especialmente com a variação angular nas medidas. As amostras do lote 2 apresentam picos de boro mais proeminentes para varreduras com variação angular que para variação azimutal, indicando que possivelmente o boro se encontre em regiões mais profundas nessas amostras. A figura 1 apresenta os espectros XPS das amostras analisadas no modo de varredura com variação angular para uma dada posição. Em **1a** são mostrados os espectros do boro para as amostras do lote 1 enquanto **1b** apresenta os espectros das amostras do lote 2.

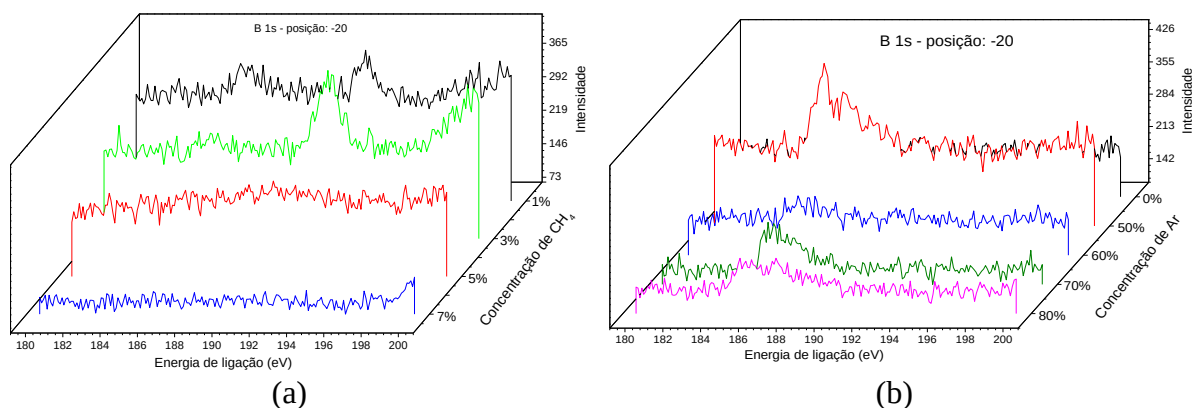


Fig.1 – Espectros de XPS do boro das amostras para varredura com variação angular.

Agradecimentos: Ao CNPq pelo auxílio financeiro.

Referências:

[1] L.M. Fernanda, D. A. Marcela, R. B. Maurício, R. V. L. Marcos, G. F. Nêidenei. Thin Solid Films, vol. 564, p. 97-103, 2014.

Avaliação estrutural de lignina Kraft carbonizada em diferentes taxas de aquecimento

Tayra R. Brazil, Marcos Massi, Mirabel C. Rezende

Instituto de Ciência e Tecnologia - Universidade Federal de São Paulo, São José dos Campos-SP, Brasil.

A estrutura cristalina do carvão é caracterizada pela presença reduzida de regiões grafíticas, rodeadas por extensas regiões amorfas. O domínio da presença de uma maior quantidade de material altamente desordenado (carbono amorfo) contribui com a formação de picos largos na difração de raios X, que caracterizam a denominada estrutura turbostrática. Estrutura essa intermediária entre a grafítica e a amorfa [1]. Nesse sentido, o objetivo deste trabalho é avaliar a influência do tempo de tratamento térmico (TTT) de carbonização no rendimento de carbono e no ordenamento cristalográfico de carvões obtidos a partir de lignina Kraft. Amostras de carvões foram obtidas por meio da carbonização de lignina Kraft, tratada até 1000 °C, em atmosfera inerte de N₂, variando-se os tempos de carbonização em 90, 180 e 420 min, ou seja, nas taxas de aquecimento de aproximadamente 11; 5,6 e 2,4 °C/min, respectivamente. O material carbonoso resultante foi caracterizado por medidas gravimétricas da conversão da lignina seca em carvão (%C) e por análises de difração de raios X (utilizando um equipamento Rigaku, modelo Ultima IV). A Figura 1 apresenta os difratogramas de raios X das três amostras de carvões, indicando dois picos largos e difusos, centrados em 23° e 43°, que correspondem às reflexões (002) e (100), sendo bandas características da estrutura turbostrática, referentes à estrutura dos microcristalitos grafíticos [2]. As distâncias interplanares das bandas (d_{002}) foram calculadas a partir da Lei de Bragg, resultando em 1,91; 1,90 e 1,89 Å. Essa diminuição do d_{002} com o aumento do tempo de carbonização indica um melhor ordenamento cristalográfico da amostra obtida em taxas mais lentas de aquecimento. Verifica-se também a mesma tendência para os valores de largura a meia altura (FWHM = 0,73; 0,72 e 0,63 mm), que indicam uma estrutura mais organizada pelo aumento de pequenos domínios de empilhamentos, ou seja, maior a altura média dos cristalitos, com o decréscimo da taxa de carbonização. Os resultados da %C são iguais a 41, 43 e 44% em massa, respectivamente, indicando uma ligeira influência do decréscimo do TTT na %C. A literatura [1] cita que além dos parâmetros de carbonização (tempo e temperatura), as características físico-químicas e a composição química do precursor controlam o ordenamento do material carbonoso, sendo esses os fatores mais relevantes nas características do produto final.

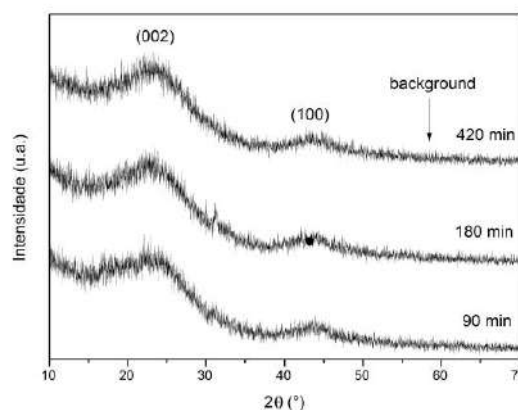


Fig.1 – Difratogramas de raios X das amostras de carvões de lignina Kraft, obtidos em diferentes tempos de tratamento térmico.

Agradecimentos: Os autores agradecem à FAPESP (Processo nº 2014/12918-5), CNPq, CAPES/PVNS e à empresa Fibria Celulose S.A.

Referências:

- [1] LU, L. et al. Quantitative X-ray diffraction Analysis and its application to various coals. Carbon, Vol. 39, pp. 21-33, 2001.
- [2] MARSH, H. Activated Carbon, pp. 554, 2006.

Porosidade do carbono vítreo obtido com diferentes catalisadores ácidos

Fábio D. Origo¹, Júlia C. Ariseto², Fernanda L. Seixas³, Walter Miyakawa¹, Alvaro J. Damiao¹, Sílvia S. Oishi⁴, Edson C. Botelho⁴

1 Divisão de Fotônica, Instituto de Estudos Avançados /DCTA, Trevo Coronel Aviador José Alberto Albano do Amarante, 1, São José dos Campos, SP, CEP 12228-001, Brasil.

2 Universidade Federal de São Paulo, R. Talim, 330, São José dos Campos, SP, CEP 12231-280, Brasil..

3 Departamento de Engenharia Química, Universidade Estadual de Maringá, Av. Colombo, 5790, Maringá, PR, 87020-900, Brasil.

4 Departamento de Materiais e Tecnologia, Universidade Paulista - UNESP, Av. Ariberto Pereira da Cunha, 333, Guaratinguetá, SP, CEP 12516-410, Brasil.

O Carbono Vítreo Monolítico (CVM) se destaca por ser condutor de eletricidade, resistente a altas temperaturas, com baixa reatividade química. Devido às suas propriedades, microestruturas de carbono vítreo têm sido propostas para aplicações como grades de difração [1], micropeneira [1], biossensores [2], micromoldes de carbono vítreo [3], padrões de rugosidade [4], microcanais para escoamento de fluidos [5], entre outras.

Neste estudo se comparou a influência de cinco diferentes catalisadores ácidos na taxa de polimerização da resina furfurílica e na porosidade do carbono vítreo monolítico obtido a partir dessa resina. Os catalisadores empregados foram os ácidos para-tolueno sulfônico, clorídrico, nítrico, sulfúrico e fosfórico. A comparação foi feita empregando-se a mesma concentração molar para cada catalisador. Através de espectrofotometria, se estudou a taxa de polimerização da resina, medindo-se a variação temporal da transmitância de filme fino da resina furfurílica preparado com cada catalisador. Obteve-se um decaimento exponencial da transmitância do filme de resina furfurílica, adicionada ao catalisador, em função do tempo. Cada catalisador corresponde a um diferente expoente da função exponencial. Amostras de carbono vítreo monolítico foram preparadas a partir da carbonização de diferentes lotes de resina furfurílica, misturados com cada um dos catalisadores. Durante a lenta carbonização (taxa de 6°C/h), em atmosfera inerte até 1200 °C, o material libera água, CO₂ e outros voláteis, terminando com uma matriz quase pura de carbono. Após a carbonização, as amostras foram polidas com pó de diamante numa politriz. Parte das amostras foi triturada e a sua microporosidade foi estudada por isotermas de adsorção/dessorção de nitrogênio. A macroporosidade foi estudada por microscopia óptica e também por microscopia eletrônica de varredura. Não se observou relação direta entre a força do ácido e o tempo de polimerização da resina. As amostras de carbono vítreo obtidas apresentaram área específica superficial (BET), abaixo de 10 m²/g. O ácido nítrico produziu a matriz de carbono vítreo com a maior área específica, de 7 m²/g. O ácido fosfórico foi o catalisador que correspondeu à menor macroporosidade aparente (3,7%), obtida por técnicas de microscopia. Neste trabalho mostramos a relação entre o tempo de polimerização e o tamanho dos macroporos.

Agradecimentos: Ao Msc Marcos Valentim pelo polimento das amostras.

Referências:

- [1] OJA Schueller, ST Brittain, GM Whitesides, Sensors and Actuators, A72, p. 125, 1999.
- [2] Y Xia, GM Whitesides, Annu. Rev. Mater. Sci. 1998;28, p. 153, 1999.
- [3] SW Youn, M Takahshi, H Goto, R Maeda, Microelet. Eng. 83, p. 2482, 2006.
- [4] F Dondeo, AJ Damião, GM Simões, A Aumiller, XXXIII CBRAVIC, p. 64, 2012.
- [5] SF Tseng, MF Chen, WT Hsiao, et. al, Opt. and Laser in Eng. 57, p. 58. 2014.

**ÍNDICE DOS AUTORES
APRESENTADORES DE TRABALHO**

Índice dos autores apresentadores de trabalhos

- Alexandre, Sandra A. – O27
Almeida, Eduardo S. – P56
Amaral-Labat, Gisele – O15
Amaya, Alejandro – O6
Araújo, Marcus H. de – P54
Arruda, Eduardo J. de – P68
Ávila, Erick S. – O21
Balzaretto, Naira M. – O17
Banin, Felipe – P87
Bentes, Vera L. I. – P64
Bindá, Rosane S. – P63
Brazil, Tayra R. – P53, P105
Brito, Gilberto M. – P58
Caliman, Cristiano C. – P90
Caminhas, Larissa D. – P92
Castro, Arthur H. – P103
Castro, Luiz Depine – C1
Cesarino, Arthur – P86
Cevolani, Messias B. – P55
Cipriano, Daniel F. – P57
Costa, Rubens S. – O37
Cunha, Thalles A. L. – P77
Dollinger, Christian Von – O30
Duarte, Rosângela V. L. – P42
Ferreira, Luiza de L. – P78
Figueiredo, Marco A. G. de – P59
Franceschi, Fabio – O31
Frasson, Carolina M. R. – P88
Ghosh, Anupama – O38
Gomes, Daniele S. C. – P98
Gomes, Vagner M. – P91
Gonçalves, Gustavo R. – O9
Gonçalves, Rosana A. – P104
Heggie, Malcolm – C3
Jagiello, Jacek – C2
Jovine, Caroline – P95, P96
Labat-Marcos, Rodrigo – P69
Lima, Jackieline S. V. – O5
Lima, Jackieline S. V. – P41
Lima, Liliane S. – O8
Lima, Liliane S. – P62
Lima, Maria E. A. – O26
Lima, Maria Edvânia – P84
Lopes, Thierry R. – O10
Maciel, Gabriela P. S. – O12
Marcuzzo, Jossano S. – O33, P49, P101
Méndez, Manoel O. A. – P52
Meneguín, Joziane G. – P40
Menezes, Beatriz R. C. – P74
Mesquita, João P. – P102
Moisés, Murilo P. – P47, P89
Moshkalev, Stanislav A. – O19
Munaro, Gabriel – P85
Nunes, Kátia S. D. – O32
Oliveira, Aline A. S. – O23
Oliveira, Elaine C. – O14, P67
Oliveira, Francilio de C. – P81
Oliveira, Raquel K. F. G. – P79
Origo, Fábio D. – O36, P106
Pardini, Luiz C. – P99, P100
Paula, Rosemeire F. O. – P70
Pereira, Maria H. – O34
Pessoa, Letieri F. – P61
Plens, Ana C. O. – P45, P46
Porto, Arthur B. – P73
Ramos, Josy E. T. – P39
Ribeiro, Fabíola A. S. – P76
Rodrigues, Liana A. – O11, P50, P51
Rombaldo, Carla F. S. – P43
Roque, Aléxia de O. – P65
Rosa, Ingrid A. – P66
Santos, Ariane M. S. – P48
Santos, Wallans T. P. – P71, P72
Scopel, Wanderlã L. – O22
Sieira, Priscilla – O29, P97
Silva, Valmir J. – O7
Silveira, Gisele S. – O13, P94
Soares, Liliana A. – O16
Soares, Paloma A. – P80
Souza, Débora R. S. – O18
Souza, Everson S. – P93
Souza, Fabio A. L. – O20
Souza, Giulia L. R. – P75
Sparvoli, Marina – O25
Tardelli, Edgard R. – P44
Teixeira, Edwalder S. – P60
Thim, Gilmar P. – O28, P82, P83
Vasconcelos, Ado Jório – C4
Vieira, Mariana A. – O24
Yapuchura, Enrique R. – O35

