

14. Engenharia de Materiais e Metalurgia - Materiais não metálicos

AVALIAÇÃO DE EFEITO CATALÍTICO DE FASES CERÂMICAS DOPADAS: PREPARAÇÃO DAS FASES POROSAS

SIMAO, L., SILVA, L., MONTEDO, O. R. K., DAL-BÓ, A. G.

lisandrosimao@gmail.com, luciano.silva@unesc.net, oscar.rkm@gmail.com, adalbo@unesc.net

Palavras-chave: cerâmica, processamento, porosidade, permeabilidade.

Introdução

Nas últimas décadas, cerâmicas porosas têm atraído grande atenção por seu bom desempenho em relação à várias características como boa inércia química e boa resistência à compressão. [1]

As cerâmicas porosas possuem um elevado potencial para serem usadas em diversas aplicações importantes, tais como: filtros, catalisadores, isolantes térmicos, entre outros. [2]

O presente trabalho objetiva desenvolver uma estrutura cerâmica porosa, que seja aplicável à atividade catalítica e economicamente viável em relação às produzidas atualmente, tendo em vista nesta etapa encontrar o método mais adequado para a produção do material com as propriedades desejadas.

Metodologia

Três formulações formadas por caulim, carbonato de cálcio, feldspatos, quartzo e argila branca [3] foram conformadas por prensagem, colagem e réplica. As formulações preparadas e conformadas foram avaliadas termicamente para determinar as temperaturas de sinterização das amostras. As amostras obtidas por colagem e prensagem foram tratadas termicamente até 900 e 1100 °C para a Formulação 1 e até 900 e 1180 °C para as Formulações 2 e 3, ambos com patamar de 30 min. Os corpos de prova conformados por réplica foram submetidos a aquecimento adequado (para eliminação da esponja) e logo após sinterizadas a 1180 °C com patamar de 30 min. Após a sinterização as amostras foram caracterizadas.

Resultados e Discussão

Os resultados de densidade aparente mostraram que as técnicas de prensagem, seguida da colagem, permitiram a obtenção de corpos de prova com maior densificação, se refletindo na porosidade aparente - Pap e na absorção d'água - AA.

O processo de conformação por réplica, por outro lado, apresentou elevadas Pap, AA e permeabilidade. Com relação às formulações estudadas, F3 apresentou menores Pap e AA. Os testes de resistência mecânica mostram que o método de prensagem permitiu a obtenção de amostras com resistência maior do que aquelas amostras obtidas por colagem, enquanto que a resistência aumentou progressivamente da Formulação F1 para a F3, devido ao comportamento térmico apresentado por estas formulações.

Conclusão

Um estudo comparativo entre três métodos de conformação, prensagem, colagem e réplica, foi realizado para três formulações cerâmicas. A Formulação F3 apresentou maior retração linear, permitindo a obtenção de corpos de prova com menores porosidade aparente e absorção d'água. Entretanto, a Formulação F2 obtida pelo método de réplica apresentou maior permeabilidade, podendo ser empregada em filtros para aerossóis.

Referências Bibliográficas

[1] JO, Y.M.; HUTCHISON, R.B.; RAPER, J.A. Characterization of ceramic composite membrane filters for hot gas cleaning. *Powder Tech.*, v.91, n.1, p.55-62, 1997.

[2] DUTRA, R. P. S.; PONTES, L. R. de Araújo. Obtenção e análise de cerâmicas porosas com a incorporação de produtos. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/ce/v48n308/14893.pdf>>. Acesso em: 01 set. 2011.

[3] SIMAO, L.; MONTEDO, O.R.K.; CALDATO, R.F.; INNOCENTINI, M.D.M.; PAULA, M.M.S.; SILVA, L. Emprego de carbonato de cálcio na obtenção de estruturas cerâmicas porosas. In: 20º CBECIMAT, 2012, Joinville. 20º CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2012. p.1956-1963.

Fonte Financiadora

PIBIC UNESC

ESTUDO E DEFINIÇÃO DE SISTEMAS DE POLIMERIZAÇÃO EM EMULSÃO DE NANOCÁPSULAS POLIMÉRICAS DE EXTRATOS NATURAIS

MARTINS, M., CONSENSO, E. C., TACHINSKI, C. G., PILETTI, R., FIORI, M. A.

monizemartins@hotmail.com, eloisaconsenso@gmail.com, camilatachinski@gmail.com, raquel@unesc.net, mfi@unesc.net

Palavras-chave: Nanocápsulas, Polimerização em emulsão, Polímero natural

Introdução

Nanocápsulas são sistemas reservatórios em que determinada substância encontra-se envolvida por uma membrana, geralmente polimérica, isolando o núcleo do meio externo. As principais funções destes nanomateriais são proteger e transportar uma substância química por diferentes sistemas [1]. Por exemplo, determinados materiais antimicrobianos utilizados em embalagens são degradados durante a etapa de processamento, o mesmo ocorre com substâncias antioxidantes aplicadas em alimentos. Compostos envoltos por nanocápsulas poliméricas adquirem determinada proteção, tornando-se mais resistentes às condições nas quais estarão expostos. Para alcançar as propriedades de interesse, o modo de preparação das nanocápsulas desempenha um papel vital. Assim, é altamente vantajoso conhecer as técnicas de preparação para obter nanopartículas com as propriedades desejadas para uma determinada aplicação [1]. O presente trabalho tem como objetivo estudar a técnica de nanoencapsulação por polimerização em emulsão, determinando-se os componentes a serem utilizados para formação de uma emulsão adequada, analisando a viabilidade de utilização de componentes preferencialmente naturais, com a finalidade de uma possível aplicação na encapsulação de extratos antioxidantes para utilização em alimentos.

Metodologia

Através de estudos preliminares foram determinados os componentes e formulações para emulsão. Os componentes (alginato de sódio, eugenol, lecitina de soja e azobisisobutironitrila) foram misturados em agitador magnético e, posteriormente foram realizadas reações em banho ultrassônico para provocar a cavitação das partículas. Em seguida prosseguiu-se com a reação de polimerização em banho termostático na temperatura de 70°C por três diferentes tempos (10, 15 e 30 minutos) [2]. Antes da realização das

caracterizações típicas de nanopartículas as amostras foram e analisadas em microscópio ótico para verificar se houve encapsulação do eugenol.

Resultados e Discussão

Como óleo encapsulado optou-se pelo eugenol, por ser comprovadamente um extrato antioxidante, com propriedades já conhecidas [3]. Como polímero natural para atuar como agente encapsulante escolheu-se o alginato de sódio por ser constatado experimentalmente que este foi compatível com o eugenol e por possuir características como biocompatibilidade, e estabilidade química para pH entre 5 e 10 [4]. O surfactante escolhido também se tratou de um composto natural, a lecitina de soja. Apenas o iniciador utilizado neste sistema, o 2,2 azobis isobutironitrila (AIBN) é sintético [2]. No ensaio de microscopia ótica não se visualizou a presença de óleo encapsulado em nenhuma das amostras, indicando que a formulação proposta não foi adequada para o método de nanoencapsulação por polimerização em emulsão.

Conclusão

Os compostos escolhidos para a formação de nanocápsulas naturais não foram adequados para encapsular o eugenol através da técnica de polimerização em emulsão. Novos materiais, assim como formulações continuam a ser estudadas visando o aperfeiçoamento e otimização do processo de nanoencapsulação de extratos naturais.

Referências Bibliográficas

- [1] RAO, J.P; GECKELER, K.E. Polymer nanoparticles: Preparation techniques and size-control parameters. Progress in Polymer Science, Coréia do Sul, v.36, p. 887-913, 2011.
- [2] LORCA, B.S.S. et al. Nanoencapsulação de óleo de andiroba via polimerização em miniemulsão,

Universidade Federal de Santa Catarina,
Florianópolis (Brasil), 2009.

[3] ITO, M; MURAKAMI K.; YOSHINO M.
Antioxidant action of eugenol compounds: role of
metal ion in the inhibition of lipid peroxidation. *Food
Chem Toxicol*, v. 43, p. 461-466, 2005.

[4] SAETHER, H.V.; HOLME, H.K.; MAURSTAD, G.;
SMIDSRØD, O.; BJØRN, T.; STOKKE, H.
Polyelectrolyte complex formation using alginate and
chitosan. *Carbohydrate Polymers*, v. 74, p. 813-821,
2008.

[5] CAFAGGI, S. et al. Preparation and evaluation of
nanoparticles made of chitosan or N-trimethyl
chitosan and a cisplatin-alginate complex. *Journal
of Controlled Release*, v. 121, p. 110-123, 2007.

Fonte Financiadora

Programa de Iniciação Científica - PIC 170.

DESENVOLVIMENTO DE FILMES FLEXÍVEIS MULTICAMADAS PEBDL/PEAD/PEBDL

OLIVEIRA, C. M., PILETTI, R., FIORI JÚNIOR, J., TACHINSKI, C. G., FIORI, M. A.

mila_machado@hotmail.com, raquel@unesc.net, juniorfori@gmail.com, camilatachinski@gmail.com, mfi@unesc.net

Palavras-chave: Filmes, antimicrobianos, atóxicos, embalagens

Introdução

Embalagens plásticas são produzidas para atender diversos setores. (PADILHA e BOMTEMPO, 1999).

Tratando-se de alimentos cárneos a decomposição por microrganismos é um fator que diminui o prazo de validade do alimento e a segurança para o mercado consumidor.

O desenvolvimento e a aplicação de materiais com ação antimicrobiana mostram-se como uma forma eficiente para o desenvolvimento de embalagens dotadas de propriedades biocidas que protegem alimentos e demais produtos da decomposição por bactérias e fungos.

Desta forma, o presente trabalho visa à produção de sistemas atóxicos de PEBDL/PEAD/PEBDL-MBZ com propriedade antimicrobiana para aplicação em embalagens alimentícias.

Metodologia

O princípio ativo antimicrobiano adotado foi o KZ (dotado de íons Zn^{2+}), desenvolvido pelo Laboratório de Materiais Avançados e Processamento de Polímeros / UNESC e produzido pela empresa KHER Chemical and Research. O composto foi submetido a ensaios microbiológicos (espécies de bactérias teste: *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus*). Empregou-se o Teste Cometa para avaliar a sua toxicidade.

As demais atividades foram organizadas em quatro etapas:

1) Adequação do KZ para aplicação em PEBDL: desenvolvimento de masterbatche (MBZ) via processo de extrusão (PEBDL/KZ e PEAD/KZ – percentual mássico de princípio ativo antimicrobiano definido através de planejamento experimental fatorial e ensaios microbiológicos e de migração das espécies de zinco);

2) Otimização do percentual de KZ em PEBDL e definição de parâmetros de processo: através de planejamento experimental fatorial, de resultados microbiológicos, de migração e toxicidade estabeleceu-se a concentração de MBZ que garante a atividade biocida do PEBDL. A partir de métodos de planejamentos experimentais também foram estabelecidos os parâmetros de extrusão (temperaturas de processo, velocidade de rosca e efeito de resfriamento) para o processamento do PEBDL aditivado;

3) Desenvolvimento e caracterização de filmes monocamadas de PEBDL contendo KZ: empregando extrusoras de filmes tubulares produziram-se filmes de PEBDL/MBZ com diferentes espessuras e diferentes velocidades de puxamento e razões de inflagem. Aplicaram-se também para esses filmes análises microbiológicas, toxicológicas e ensaios de migração.

4) Desenvolvimento e caracterização de filmes multicamadas antimicrobianos atóxicos: Desenvolveram-se filmes com configuração de multicamadas e estes foram caracterizados com testes microbiológicos, de toxicidade e de migração. Nesta etapa foram produzidos filmes com camada externa de PEBDL, com camada intermediária de PEAD, com a função de barreira, e camadas internas de PEBDL/MBZ.

Resultados e Discussão

O composto KZ utilizado apresentou atividade antimicrobiana satisfatória, não demonstrando toxicidade nas concentrações testadas.

Os MBZs, também atóxicos, mostraram efeito antimicrobiano, sendo este efeito maior para os de matriz de PEBDL. A atividade antimicrobiana foi dependente do percentual de KZ presente nos masterbatches.

As embalagens confeccionadas (monocamada e multicamada) apresentaram propriedades bactericidas, atóxicas e taxa de liberação de espécies de zinco inferior à estabelecida pela

ANVISA, potencializando sua aplicação em alimentos.

Tratando-se das condições de processamento, as variáveis estudadas não apresentaram efeito significativo sobre as propriedades antimicrobianas e de migração.

Conclusão

Com os resultados obtidos conclui-se que filmes flexíveis multicamadas PEBDL/PEAD/PEBDL-MBZ apresentam excelentes propriedades antimicrobianas, são atóxicos e enquadram-se no padrão de migração da ANVISA, podendo ser aplicados em embalagens alimentícias, auxiliando na redução da decomposição de alimentos pela ação de micro-organismos.

Referências Bibliográficas

PADILHA, G. M. A.; BOMTEMPO, J. V. Polímeros: Ciência e Tecnologia, vol. 9, nº 3, p. 86-91, 1999.

PREPARAÇÃO DE NOVAS NANOESTRUTURAS SUPRAMOLECULARES OBTIDAS DA ORGANIZAÇÃO DE ANFIFÍLICOS POLIMÉRICOS GLICOCONJUGADOS

DAL-BÓ, A. G., ROSA, T. B., SILVA, L., PAULA, M. M. S., WESTRUP, J. L.

adalbo@unesc.net, tamiresbrnrdsdrs0@gmail.com, lucano.silva@unesc.net, bocaocao@gmail.com, jlw@unescnet

Palavras-chave: Nanoestruturas supramoleculares, anfifílicos glicoconjugados

Introdução

O desenvolvimento e a preparação de nanopartículas a partir de moléculas naturais como os (oligo-e polissacarídeos) constituem, atualmente, um desafio tanto no meio acadêmico como industrial. Neste sentido, o trabalho tem como objetivo a preparação e caracterização de novos anfifílicos, para obtenção de nanopartículas que servirão como suporte para a ligação de (oligo-e polissacarídeos), através do uso de reações de "click chemistry", do tipo cicloadição 1,3-dipolar de Huisgen entre espécies funcionalizadas por um grupamento azida, de um lado, e um alcino terminal do outro. [1, 2]

Metodologia

As suspensões das nanopartículas soluções aquosas micelares foram preparadas por dissolução direta dos diferentes anfifílicos sintetizados em água Milli-Q ou em solução tampão fosfato salino (PBS, 10 mM, pH 7,2, 1 mM CaCl₂, 1 mM MnCl₂) e agitados por 24 horas a 25 °C. As soluções foram filtradas, a fim de remover a poeira e grandes agregados não micelares.

As medidas de fluorescência do estado estacionário do pireno foram executadas em água Milli-Q, a 25,0 °C. Uma solução de pireno $\approx 10^{-6}$ mol.L⁻¹ era preparada em água Milli-Q a partir de uma solução estoque 10^{-3} mol.L⁻¹ de pireno (Aldrich 99%) em etanol.

Os espectros de fluorescência do estado estacionário do pireno foram determinados em um espectrofluorímetro Perkin-Elmer LS50B equipado com uma cela de quartzo de 10 mm termostatizada a 25,0 °C sob agitação magnética. As fendas de excitação e emissão do monocromador foram ajustadas para 2,5 nm. As amostras foram excitadas em 336 nm e os espectros de emissão foram corridos de 360 a 500 nm.

As imagens MET foram feitas em colaboração com o CERMAV (Grenoble, França). O tamanho e a

estrutura da morfologia dos anfifílicos foram gravados em filmes Kodak SO163 utilizando um microscópio eletrônico (Philips CM200, Eindhoven) operando em 80 kV. Os negativos foram digitalizados.

Medidas de DLS foram realizadas a temperatura ambiente, para as soluções dos anfifílicos em um fotogoniômetro ALV-5000/ALV equipado com um laser de He-Ne com potência igual a 22 mW e ($\lambda = 632,8$ nm) como fonte de luz. O CORRELATOR utilizado foi um ALV e fotodiodos operando no modo de pseudo correlação cruzada. As medidas foram realizadas na região angular de 40° até 140°.

As medidas de SAXS foram realizadas no European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) em Grenoble-França na Linha de luz D2AM-BM02 e no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS, Campinas, Brasil).

Resultados e Discussão

A estratégia da síntese dos novos anfifílicos funcionalizados com o monossacarídeo 2-Propargil-2-Acetamido-2-Desoxi- β -D-glicopiranosose (GlcNAc) e o dissacarídeo propargil β -D-galactopiranosil-(1 \rightarrow 4)- β -D-glicopiranosose (Lac), consiste na utilização do polímero flexível PEO, como braço espaçor hidrofílico conectado a diferentes partes hidrofóbicas, através de reações de cicloadição.[1, 2]

A caracterização dos anfifílicos sintetizados foi quanto à estrutura química e composição através de ressonância magnética nuclear (RMN), Infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), espectrometria de massa (MALDI-TOF-MS e ESI-MS) e alta resolução (HRMS). Após a dissolução em água, os anfifílicos auto-associam em micelas altamente regulares com um diâmetro médio de (2RH \sim 10 nm) independente da parte hidrofóbica. Espalhamento de luz dinâmico (DLS), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e espalhamentos de raios-X a baixos ângulos (SAXS) foram utilizados para investigar a estrutura e dinâmica desses anfifílicos.

Conclusão

A estratégia sintética empregada permitiu obter com sucesso os novos anfifílicos funcionalizados com hidratos de carbono. Os anfifílicos glicoconjugados espontaneamente auto-associam em água em micelas esféricas de diâmetro médio de 10 nm e uma estreita polidispersão como evidenciado por DLS, SAXS e experiências MET.

Referências Bibliográficas

1- Dal , A. G.; Soldi, V.; Giacomelli, F. C.; Jean, B.; Pignot-Paintrand, I.; Borsali, R.; Fort, S. *Soft Matter* 2011, 7, 3453.

2 - A. G.; Soldi, V.; Giacomelli, F. C.; Jean, B.; Pignot-Paintrand, I.; Travelet, Christophe Borsali, R.; Fort, S. *Langmuir* 2012, 28, 1418.

Fonte Financiadora

UNESC/PIBIC TERMO DE OUTORGA Nº: TR
2012000333 PROCESSO Nº: FAPESC 3805/2012

PREPARAÇÃO DE NOVAS NANOESTRUTURAS SUPRAMOLECULARES OBTIDAS DA ORGANIZAÇÃO DE ANFIFÍLICOS POLIMÉRICOS GLICOCONJUGADOS

DAL-BÓ, A. G., ROSA, T. B., SILVA, L., PAULA, M. M. S., WESTRUP, J. L.

adalbo@unesc.net, tamiresbrnrdsdrs0@gmail.com, lucano.silva@unesc.net, bocaocao@gmail.com, jlw@unescnet

Palavras-chave: Nanoestruturas Supramoleculares, Anfifílicos Glicoconjugados

Introdução

O desenvolvimento e a preparação de nanopartículas a partir de moléculas naturais como os (oligo-e polissacarídeos) constituem, atualmente, um desafio tanto no meio acadêmico como industrial. neste sentido, o trabalho tem como objetivo a preparação e caracterização de novos anfifílicos, para obtenção de nanopartículas que servirão como suporte para a ligação de (oligo-e polissacarídeos), através do uso de reações de "click chemistry", do tipo cicloadição 1,3-dipolar de huisgen entre espécies funcionalizadas por um grupamento azida, de um lado, e um alcino terminal do outro. [1, 2]

Metodologia

As suspensões das nanopartículas soluções aquosas micelares foram preparadas por dissolução direta dos diferentes anfifílicos sintetizados em água milli-q ou em solução tampão fosfato salino (pbs, 10 mm, ph 7,2, 1 mm cacl₂, 1 mm mncl₂) e agitados por 24 horas a 25 °c. as soluções foram filtradas, a fim de remover a poeira e grandes agregados não micelares.

As medidas de fluorescência do estado estacionário do pireno foram executadas em água milli-q, a 25,0 °c. uma solução de pireno $\approx 10^{-6}$ mol.l⁻¹ era preparada em água milli-q a partir de uma solução estoque 10⁻³ mol.l⁻¹ de pireno (aldrich 99%) em etanol.

Os espectros de fluorescência do estado estacionário do pireno foram determinados em um espectrofluorímetro perkin-elmer ls50b equipado com uma cela de quartzo de 10 mm termostaticada a 25,0 °c sob agitação magnética. as fendas de excitação e emissão do monocromador foram ajustadas para 2,5 nm. as amostras foram excitadas em 336 nm e os espectros de emissão foram corridos de 360 a 500 nm.

As imagens met foram feitas em colaboração com o cermav (grenoble, França). o tamanho e a estrutura

da morfologia dos anfifílicos foram gravados em filmes kodak so163 utilizando um microscópio eletrônico (philips cm200, eindhoven) operando em 80 kv. os negativos foram digitalizados.

Medidas de dls foram realizadas a temperatura ambiente, para as soluções dos anfifílicos em um fotogoniômetro alv-5000/alv equipado com um laser de he-ne com potência igual a 22 mw e ($\lambda = 632,8$ nm) como fonte de luz. o correlator utilizado foi um alv e fotodiodos operando no modo de pseudo correlação cruzada. as medidas foram realizadas na região angular de 40° até 140°.

As medidas de saxs foram realizadas no european synchrotron radiation facility (esrf) em grenoble-frança na linha de luz d2am-bm02 e no laboratório nacional de luz síncrotron (LNLS, Campinas, Brasil).

Resultados e Discussão

A estratégia da síntese dos novos anfifílicos funcionalizados com o monossacarídeo 2-propargil-2-acetamido-2-desoxi- β -d-glicopiranosose (glcnac) e o dissacarídeo propargil β -d-galactopiranosil-(1 \rightarrow 4)- β -d-glicopiranosose (lac), consiste na utilização do polímero flexível peo, como braço espaçor hidrofílico conectado a diferentes partes hidrofóbicas, através de reações de cicloadição.[1, 2]

A caracterização dos anfifílicos sintetizados foi quanto à estrutura química e composição através de ressonância magnética nuclear (rmn), infravermelho por transformada de fourier (ftir), espectrometria de massa (maldi-tof-ms e esi-ms) e alta resolução (hrms). após a dissolução em água, os anfifílicos auto-associam em micelas altamente regulares com um diâmetro médio de (2rh \sim 10 nm) independente da parte hidrofóbica. espalhamento de luz dinâmico (dls), microscopia eletrônica de transmissão (met) e espalhamentos de raios-x a baixos ângulos (saxs) foram utilizados para investigar a estrutura e dinâmica desses anfifílicos.

Conclusão

A estratégia sintética empregada permitiu obter com sucesso os novos anfífilos funcionalizados com hidratos de carbono. Os anfífilos glicoconjugados espontaneamente auto-associam em água em micelas esféricas de diâmetro médio de 10 nm e uma estreita polidispersão como evidenciado por dls, saxs e experiências met.

Referências Bibliográficas

1- DAL , A. G.; SOLDI, V.; GIACOMELLI, F. C.; JEAN, B.; PIGNOT-PAINTRAND, I.; BORSALI, R.; FORT, S. SOFT MATTER 2011, 7, 3453.

2 - A. G.; SOLDI, V.; GIACOMELLI, F. C.; JEAN, B.; PIGNOT-PAINTRAND, I.; TRAVELET, CHRISTOPHE BORSALI, R.; FORT, S. LANGMUIR 2012, 28, 1418.

Fonte Financiadora

UNESC/PIBIC TERMO DE OUTORGA Nº: TR 2012000333 PROCESSO Nº: FAPESC 3805/2012

PRODUTOS OBTIDOS DA CINZA DA CASCA DE ARROZ: SILICATO DE SÓDIO E ZEÓLITAS

FRANCISCO, A. C., ANGIOLETTO, E., MELLO, C. R., ROCHA, M.

ops.anaclaudia@hotmail.com, ean@unesc.net, resmini1@yahoo.com.br, mdr@unesc.net

Palavras-chave: cinza de casca de arroz, zeólitas

Introdução

A queima da casca de arroz para produção de energia é uma alternativa bastante utilizada atualmente. Como a cinza da casca de arroz contém alto teor de sílica (aproximadamente 92 %), isto a torna um resíduo valorizado. Muitas pesquisas têm focado a utilização da casca ou cinza da casca de arroz como matéria-prima para a síntese de diferentes materiais, tais como as zeólitas.

As zeólitas são aluminossilicatos hidratados, cristalinos e microporosos, estruturados em redes tridimensionais. As zeólitas apresentam cavidades e canais interconectados nos quais estão presentes íons de compensação. Se estes íons forem de sódio (Na⁺), tem-se as zeólitas chamadas 4A ou NaA. As zeólitas têm uma infinidade de aplicações, podem ser utilizadas como catalisadores, materiais adsorventes, peneiras moleculares, trocadores iônicos, dentre outros. A presente pesquisa apresenta o desenvolvimento de uma rota eficaz para síntese de zeólitas 4A a partir de cinzas da casca de arroz.

Metodologia

Inicialmente realizou-se a caracterização da cinza e em função do conteúdo de sílica (SiO₂) ajustou-se o teor de hidróxido de sódio para formação do silicato de sódio. Fundiu-se a mistura 1200°C por 2h. Posteriormente, formulou-se a mistura para zeólita ajustando as quantidades de silicato de sódio, hidróxido de alumínio e água. Por reação hidrotermal a 96°C por 2h sob agitação, obteve-se zeólita do tipo 4A. Deixou-se em processo de envelhecimento por 18h. Posteriormente o conteúdo foi filtrado a vácuo e lavado por diversas vezes até pH constante.

Resultados e Discussão

A análise química da cinza de casca de arroz em sua composição apresenta como elementos principais: 92,19% de SiO₂, 0,80% K₂O, 0,39%

MgO, 0,65% de CaO, 0,24% P₂O₅, 5,24% de perda ao fogo. A Difração de Raios-X (DRX) da cinza da casca de arroz indica somente a presença de sílica cristalina na forma de cristobalita, sabendo-se assim que a casca de arroz foi submetida à temperatura acima de 1673 K. O DRX do silicato de sódio, mostrou somente picos correspondentes ao mesmo, o que indica a total transformação da sílica e do hidróxido de sódio neste produto. O mesmo apresentou cores variadas entre o verde claro e o roxo.

A análise química da zeólita sintetizada a partir do silicato possui razão entre silício e alumínio(Si/Al) de 1,6, um valor muito próximo da zeólita. Foi realizada Microscopia Eletrônica de Varredura(MEV) da zeólita sintetizada apresentando morfologia cúbica típica de zeólitas do tipo A.

Conclusão

A rota desenvolvida para síntese de silicato de sódio e posteriormente Zeólitas 4A a partir de cinzas da casca de arroz mostrou-se muito eficaz, tanto do ponto de vista tecnológico como ambiental.

Referências Bibliográficas

- Chareonpanich, M., Namto, T. Kongkachuichay, P. Limtrakul. J., Synthesis of ZSM-5 zeolite from lignite fly ash and rice husk ash. Fuel Processing Technology 85 (2004) 1623–1634.
- Fernandes, A. A. Síntese de zeólitas e wostalonita á partir da cinza de casca de arroz. 2006. 108 f.
- Panpaa, W., Jinawath. S., Synthesis of ZSM-5 zeolite and silicalite from rice husk ash. Applied Catalysis B: Environmental 90 (2009) 389–394.

Fonte Financiadora

PIBIC/CNPQ

PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE POLIIMIDAS

VIEIRA, L. F., SILVA, L., DAL-BÓ, A. G., PAULA, M. M. S., COELHO, F. D. M.

luanavieira_@hotmail.com,
raissaiaigo@hotmail.com

luciano.silva@unesc.net,

adalbo@unesc.net,

bocaocao@gmail.com,

*Palavras-chave: Eletrólito polimérico, poliimididas, eletrólitos catiônicos***Introdução**

Atualmente, as células a combustível são reconhecidas como uma das mais promissoras fontes alternativas de geração de energia para aplicações móveis e estacionárias [1]. Células a combustível de eletrólito polimérico (PEMFCs) se destacam neste meio devido a sua elevada eficiência [2], baixa emissão de poluentes e baixa temperatura de operação [3]. Com relação ao tipo de eletrólito utilizado, as membranas poliméricas apresentam certas vantagens em relação a eletrólitos líquidos e sólidos (ex. Natureza cerâmica). Entretanto, um dos eletrólitos poliméricos mais utilizados neste meio, o Nafion®, apresenta uma forte dependência entre condutividade protônica e a presença de água, o que limita sua temperatura de operação a aproximadamente 80 °C. Membranas de condução protônica a base de hidrocarbonetos aromáticos sulfonados, apresentam excelente estabilidade térmica e química, razoável resistência mecânica e capacidade de formação de filmes. Poliimididas estão entre os polímeros mais resistentes termicamente e são amplamente utilizados em plásticos resistentes a alta temperatura, adesivos, dielétricos, fotoresistentes, entre outros. O estudo da relação estrutura/propriedades tem permitido ampliar a aplicação desta importante família de polímeros [4]. Neste trabalho descrevemos a síntese e caracterização de diferentes poliimididas utilizando como precursores o 1,5-diaminonaftaleno (DIAMIN), o 1,4-diaminobutano (DIAMINO) e o 1,4,5,8-dianidrido naftaleno tetracarboxílico (NTDA). Os copolímeros foram sintetizados e avaliados quanto a estabilidade térmica.

Metodologia

A reação de polimerização foi realizada em m-cresol, utilizando trietilamina como catalisador e dianidrido NTDA. Diferentes diaminas foram utilizadas na polimerização. Na sequência o composto foi recristalizado em N'N'-dimetilacetamida obtendo um sólido com coloração marrom.

Resultados e Discussão

Deformações axiais das ligações C-H (aromático) na região de 3075 – 3028 1/cm, deformações axiais das ligações C-H (alifático) na região de 2976 - 2918 1/cm, as deformações axiais das ligações C=O na região de 1740 1/cm a 1650 1/cm. O fato de não observarmos deformações típicas de ligações n-h, as quais deveriam aparecer na região de 3700 a 3400 1/cm é um indicativo da reação de polimerização. Os copolímeros foram analisados quanto a estabilidade térmica. Nos termogramas obtidos observou-se que para todos os copolímeros a primeira perda de massa ocorre em temperaturas próximas de 100oC, o que deve estar associado a perda de solvente. Esta perda corresponde à variação de massa entre 10 e 20% da massa analisada. A segunda perda de massa, associada à degradação do copolímero, ocorre em temperaturas logo acima de 400oC. O elevado valor da temperatura de decomposição observada está diretamente associada a estabilidade térmica do copolímero. Na comparação entre os diferentes copolímeros preparados, observamos que o copolímero NADIA IV é o que apresenta maior estabilidade térmica. É também no copolímero NADIA IV que encontramos maior proporção da unidade comonômero flexível butil. Esta unidade é responsável por permitir maior flexibilidade e, conseqüentemente, maior empacotamento na cadeia polimérica. Para os demais copolímeros preparados, observamos uma relação direta entre a proporção do comonômero 1,4-diamobutano (DIAMINO) e a estabilidade do copolímero final obtido. Quanto maior a proporção da unidade butil maior a estabilidade térmica do copolímero.

Conclusão

Quatro diferentes copolímeros foram sintetizados. Os copolímeros sintetizados demonstram dependência com a unidade alifática flexível, compatível com a estabilização da geometria molecular, o que no aumento da estabilidade térmica. Entretanto, todos os copolímeros sintetizados apresentaram elevada estabilidade

térmica, comparando com poliimidas comerciais, o que é característico desta classe de compostos, as poliimidas.

Referências Bibliográficas

1. Jacobson mz, colella wg, golden dm, cleaning the air and improving health with hydrogen fuel-cell vehicles. *Science* 2005; 308: 1901-5.
2. Lee TH, Park CY, Lee G, Dorris SE, Balachandran U, Hydrogen transport properties of palladium film prepared by colloidal spray deposition. *J. Membr Sci* 415–416 (2012) 199–204.
3. Der-jiang, kung-li wang; ying-chi huang; kueir rain lee; juin-yih lai; chang-sik ha, advanced polyimide materials: syntheses, physical properties and applications. *Prog. Polym. Sci*, 2010, 739, 176.

Fonte Financiadora

PIBIC/CNPQ

DESENVOLVIMENTO DE VITROCERÂMICOS A PARTIR DE RESÍDUOS DO SETOR SIDERÚRGICO

ALVES, I. T., LUZA, A. L., MILAK, P. C., BAESSO, J., MONTEDO, O. R. K.

indialves@hotmail.com,
oscar.rkm@gmail.com

andreluza83@hotmail.com,

pmda.milak@gmail.com,

joelsonbaesso@gmail.com,

Palavras-chave: vitrocerâmicos, cerâmicos, carepa de aço

Introdução

A indústria siderúrgica produz grande quantidade de resíduos, a maioria deles é depositada em aterros industriais ou simplesmente se acumulam em áreas abertas, que é caro e ambientalmente insatisfatório, pois metais pesados são ambientalmente poluentes (HAN, 2008). A carepa é o nome dado ao resíduo sólido composto majoritariamente por óxido de ferro (> 90%) formado através da oxidação da superfície do aço quando este, a elevada temperatura, entra em contato com a temperatura ambiente (DELLA, 2005). Entre as diferentes metodologias de tratamento e reciclagem que têm sido desenvolvidas para reutilizar o resíduo industrial e para imobilizar o elemento tóxico, a vitrificação tem se mostrado um método condizente com os objetivos almejados. O objetivo deste trabalho é desenvolver um material vitrocerâmico a partir de carepa.

Metodologia

Seis composições de vidro com alto teor de ferro foram definidas, contendo diferentes percentuais de carepa, alumina, carbonato de cálcio, carbonato de sódio, óxido de zinco e sílica, sendo identificadas como G1 e G2. Às composições G1L e G2L foi adicionado carbonato de lítio. Às composições G1Z e G2Z foi adicionado dióxido de zircônio. Cada formulação foi homogeneizada em moinho planetário, calcinadas por 1h a 1000 °C em forno mufla e fundidas em forno elétrico tipo elevador. As fritas obtidas foram moídas a úmido, peneiradas e secas. Os pós foram compactados e os corpos de prova obtidos foram sinterizados em forno mufla entre 780 e 950°C. Com os corpos de prova, foram realizados ensaios de caracterização química por FRX, ensaio de resistência à flexão, dureza Knoop e análise dilatométrica.

Resultados e Discussão

Os resultados mostraram que a incorporação do ferro foi de até 24% em massa de ferro. Os resultados de resistência à flexão apresentaram

valores entre 39 e 72 MPa, enquanto que os de dureza Knoop indicaram valores de até 373 HK.

Conclusão

Os resultados comprovam que vitrocerâmicos com alto teor de ferro possuem excelentes propriedades mecânicas. Cerca de 90% do ferro inicialmente adicionado foi incorporado, sendo assim o vitrocerâmico estudado possivelmente apresenta propriedades magnéticas que devem ser estudadas para aplicações futuras.

Referências Bibliográficas

DELLA, V.P., JUNKES, J.A., MORAES, E.G., MONTEDO, O.R.K., OLIVEIRA, A.P.N., HOTZA, D., Obtenção de hematita a partir de carepa de aço para síntese de pigmento cerâmico, 49º Congresso Brasileiro Cerâmica, São Paulo, SP, junho de 2005.

HAN, W., Glass ceramic of high hardness and fracture toughness developed from iron-rich wastes, Acta Metall. Sin., v.22, n.3, p.181-190, 2009.

Fonte Financiadora

Os autores agradecem à UNESC e ao CNPq – Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico pelo suporte financeiro a este trabalho (PIBIC/CNPq).

INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA DE SINTERIZAÇÃO EM MASSA CERÂMICA COM ADIÇÃO DE CAREPA/RESÍDUO DE LAMINAÇÃO

MELLER, J. G.

joana.gmeller@gmail.com

Palavras-chave: carepa, cerâmica vermelha, temperatura

Introdução

A carepa, um dos resíduos do processo de laminação a quente de aço, é constituída basicamente de óxidos de ferro, e poderia ser utilizada no setor cerâmico na forma de pigmento. Essa possibilidade deve estar relacionada não toxicidade, estabilidade química, baixo custo e fixação de tonalidade. O elemento ferro presente nestes óxidos age como elemento de absorção de cor, conferindo ao material cerâmico coloração. A tendência do pigmento a solubilizar-se numa matriz, durante uma aplicação industrial, depende da área superficial específica, e, portanto da distribuição granulométrica. Como uma alternativa de utilização do resíduo/sub-produto do processo de laminação, neste trabalho, será estudada a viabilidade de incorporação de carepa de laminação a uma massa de cerâmica vermelha comercial a partir da sinterização em diferentes temperaturas.[1,2]

Metodologia

A carepa de laminação utilizada foi caracterizada por difração de raios-X (Shimadzu, modelo XRD 6000) e via fluorescência de raios-X (Philips, modelo PW 24000). A massa cerâmica utilizada foi inicialmente seca (Servitech, mod.CT 242) em 100°C por 24h e desaglomerada. Posteriormente foi moída no moinho de bolas (Servitech, modelo CT24m), em 200 rpm por 1 hora, sendo então peneirada até a malha 18 mesh ABNT (1 mm). A partir da massa cerâmica, foram preparadas duas condições de formulação: uma definida como referência (sem adição de carepa) e outra, com a adição de 5% de carepa (em massa). Foram preparadas 500g de cada formulação. Após homogeneizadas por 24 horas, peneiradas (18 mesh) e prensadas (300 MPa) na forma de pastilhas (120 mm x 20 mm) foram secas em estufa por 24 horas (100° C). As formulações foram sinterizadas nas temperaturas de 900°C, 950°C e 1000°C (forno elétrico - Jung, modelo 0913), por 2 horas com taxa de aquecimento igual a 3°C/min e caracterizadas quanto à perda ao fogo, retração linear de queima, absorção de água (ABNT NBR 15310:2005), ensaio

de flexão em três pontos e tonalidade, via colorimetria (ABNT 15310:2005).

Resultados e Discussão

Em relação ao ensaio de perda ao fogo, nas diferentes temperaturas ensaiadas, as amostras mostraram comportamentos semelhantes. Foi verificada discreta alteração nas temperaturas de 950° C (9,89 %) e 1000° C (9,62 %) com adição de 5% de carepa.

No ensaio de retração de queima, as amostras sinterizadas na condição referência e com adição de 5% de carepa a 950 °C e 1000 °C apresentaram valores na ordem de 2%, enquanto, na temperatura de 900°C o valor médio foi de 1%.

Na quantificação de absorção de água das amostras sinterizadas, o fator temperatura de queima mostrou-se com discreta variação. Na temperatura de 900°C as amostras, na condição referência e com adição de 5% de carepa apresentaram valores em torno de 14%. Nas demais temperaturas foram obtidos valores médios de 12%.

Em relação à resistência mecânica das amostras sinterizadas, os valores obtidos com a formulação contendo 5% de carepa e sinterizada a 950° C foram 50% superiores, quando compararmos com as demais temperaturas. Para essa condição atingiu-se valores de 18,36 MPa e nas demais temperaturas e formulações ensaiadas valores médios de 10 MPa. É importante salientar que tanto o valor obtido a 950° C e nas demais temperaturas caracterizam esse material nas normas brasileiras para resistência à compressão para materiais cerâmicos na forma de blocos estruturais.

No ensaio de colorimetria, foi observado que a adição de carepa deu origem a amostras mais escuras, menos vermelhas e muito menos amarelas, nas temperaturas ensaiadas. A adição de carepa proporcionou as amostras variação de tonalidade mais visível.

Conclusão

A incorporação de carepa, resíduo metalúrgico, em massa cerâmica, pode ser empregado como substituto do pigmento à base de óxido de ferro.

Referências Bibliográficas

[1]CUNHA ET all. Caracterização, beneficiamento e reciclagem de carepas geradas em processos siderúrgicos. METALURGIA & MATERIAIS. Março, 2006. p.111-116.

[2]NASCIMENTO, T,C.F.; MOTHÉ, C.G. Gerenciamento de resíduos sólidos industriais. Revista ANALYTICA. Fevereiro/março, no 27.p.36-48.

Fonte Financiadora

Governo do Estado de Santa Catarina.

DESENVOLVIMENTO DE POLÍMEROS ELETRÓLITOS. SÍNTESE E PROPRIEDADES DO ESTIRENO - 5 - (4-OXIPENTILFENIL)-2-OCTILTETRAZOL SER APLICADO COMO O ELETRÓLITO

GURALSKI, C., SILVA, L., DAL-BÓ, A. G., FRIZON, T., BETTIOL, Á. D.

cris_mdm_13@hotmail.com, luciano.silva@unesc.net, adalbo@unesc.net, tiagofrizon@gmail.com, aureofsc@gmail.com

Palavras-chave: Membranas de transferência de prótons, 5 - (4-oxipentenefenil)-2-octiltetrazol; estireno, células de combustível, polímero eletrólito

Introdução

Os altos índices de poluição causada pela queima de combustíveis fósseis, utilizados para a geração de energia, especialmente na utilização de veículos em geral, faz com que a atenção seja direcionada para as fontes limpas de geração de energia. Em relação a isso, as células de combustível aparecem como fontes magníficas de geração de energia limpa. No entanto, estes materiais têm limitações para a aplicação, como a dependência de água, o que limita a temperatura de operação das células e permeabilidade metanol o que dificulta a sua aplicação em células de hidrogênio. Com o objetivo de elucidar a relação entre a estrutura e propriedades, um novo derivado de eletrólito a partir dos compostos químicos 5 - (4-oxipentenyfenil)-2-octiltetrazol e estireno foram sintetizados. O copolímero foi sintetizado na proporção molar de 92:8 de estireno: 5 - (4-oxipentenyfenil)-2-octiltetrazol. Os copolímeros foram avaliados quanto à sua estrutura química, estabilidade térmica e propriedades físicas foram investigados.

Metodologia

Os métodos de síntese obtidos da literatura foram adaptados para os sistemas utilizados. As reações foram acompanhadas por cromatografia em camada delgada. As sínteses dos compostos foram realizadas a partir do 4-cianofenol. Assim foi realizado 6 sínteses até chegar ao produto final, sendo elas: Preparação do 5-(4-hidroxifenil)tetrazol; Preparação do 5-(4-acetoxifenil)tetrazol; Preparação dos 5-(4-acetoxifenil)-2-octiltetrazol; Preparação dos 5-(4-hidroxifenil)-2-octiltetrazol; Preparação do 5-(4-oxipentilfenil)-2-octiltetrazol; Preparação do Poli (estireno-co- 5-(4-oxipentilfenil)-2-octiltetrazol.

Resultados e Discussão

Os compostos foram caracterizados por espectroscopia FTIR usando um espectrômetro

infravermelho com transformada de Fourier - modelo IR Prestige 21, mostrando as bandas principais a seguir para cada composto.

O espectro de infravermelho do monômero de 5-(4-oxipentilfenil)-2-octiltetrazol apresenta bandas de absorção características a 3.001,24 cm⁻¹ relacionados com a axial CH deformação do anel aromático; 2920 será entre 2,852 cm⁻¹ CH alifático deformação axial, 1616 cm⁻¹ C = N cíclico deformação axial, a deformação axial da ligação C = C em 1.543,05 cm⁻¹, e de deformação axial da ligação OH na 3.078,39 cm⁻¹.

Após a polimerização pode-se observar um aumento significativo em bandas de deformação axial na ligação CH aromático 3.016,67 cm⁻¹ e deformação axial de ligação CH alifático em 2.927,94 cm⁻¹, confirmando de modo que a polimerização.

Analisando os termogramas, observamos que o copolímero apresenta estabilidade térmica até a temperatura de aproximadamente 380°C. Este valor é superior ao observado para o comonômero 5-(4-oxipentilfenil)-2-octiltetrazol e também para o poliestireno puro. Observamos que a decomposição térmica do copolímero acontece em etapas. A primeira etapa inicia em cerca de 120 ° C, característico da libertação de solventes utilizados para as reações. Em 264°C observamos uma segunda perda de massa e, posteriormente, em 380°C observamos a terceira etapa de perda de massa. Nas duas primeiras etapas, a massa perdida é de aproximadamente 10% da massa da amostra, o que pode estar associado a liberação de solvente.

Conclusão

Neste trabalho descrevemos a síntese de um novo copolímero. Para tanto, a unidade tetrazol foi introduzida no sistema para alterar polarizabilidade molecular buscando maior efeito de empacotamento. Todos os intermediários foram

caracterizados quimicamente e o produto final foi caracterizado quanto a estrutura e estabilidade térmica. Os resultados obtidos demonstram um aumento da estabilidade térmica o qual deve esta associado ao fator empacotamento molecular. Os estudos de caracterização desta molécula ainda estão em curso. Já foram encaminhadas análises de RMN de hidrogênio e carbono. Massa molar por técnica de GPC e análise por RAMAN também estão sendo efetuadas.

Referências Bibliográficas

[1] A. J. Bard and L. R. Faulkner, *Electrochemical Methods, Fundamentals and Applications*, 2nd ed., John Wiley & Sons, Inc., N. Y., (2000).

[2] D. R. Santos, tese, FURB, 2006.

Fonte Financiadora

PIBIC/UNESC

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA COM APLICAÇÃO EM CÉLULAS A COMBUSTÍVEL: AVALIAÇÃO TÉRMICA

BAESSO, A. S., PAULA, M. M. S., SILVA, L., DAL-BÓ, A. G., SOUZA, H. J.

alice_baesso@hotmail.com,
heltonjeremias@gmail.com

bocaocao@gmail.com,

luciano.silva@unesc.net,

adalbo@unesc.net,

Palavras-chave: polímeros, sulfonação, termogravimetria

Introdução

Células a combustível são dispositivos eletroquímicos que convertem energia química diretamente em energia elétrica, e são desejáveis como fonte alternativa de energia por possuírem alta eficiência e baixa emissão de poluentes.

Células a Combustível de Eletrólito Polimérico (PEMFC) usam membranas poliméricas como eletrólito. Estas exigem alta condutividade protônica, estabilidade química, térmica e mecânica. O Nafion®, material padrão neste segmento, é ainda custoso, sendo necessário o desenvolvimento de um material mais barato. Neste trabalho visou-se obter e avaliar as propriedades térmicas do copolímero poli(estireno-co-ácido acrílico) 92:8, em proporção molar, seguido do mesmo sulfonado e ambos dopados com nanopartículas de ouro (GNP) e prata (SNP).

Metodologia

O copolímero foi sintetizado utilizando 0,05% em mol de peróxido de benzoíla como iniciador, à 100°C sob agitação mecânica por 2 horas, seguido de precipitação em metanol. Parte foi sulfonada com ácido sulfúrico 98% à 40°C sob agitação mecânica por 2 horas.(1)

As GNPs e SNPs foram sintetizadas por redução química dos precursores H₂AuCl₄ e AgNO₃ (2, 3) e caracterizadas por UV-Visível.

As nanopartículas foram incorporados ao copolímero, sob agitação magnética por 8h. Amostras sulfonadas e não sulfonadas e impregnadas com GNP e SNP foram caracterizadas por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e termogravimetria (TGA).

Resultados e Discussão

Espectros eletrônicos das GNP e SNP mostraram bandas de plasmon ressonante em 524 nm e 409 nm, respectivamente. Os tamanho médios de partículas determinados a partir dos difratogramas e raios-X, foram de 14 e 28 nm, respectivamente e estão em concordância com a literatura.(2, 3)

O espectro vibracional do copolímero não sulfonado apresentou bandas em 3300 cm⁻¹, (deformação axial da ligação OH); entre 3100 e 3000 cm⁻¹ (deformação axial da ligação C-H aromáticos); em 2920 cm⁻¹ (deformação axial da ligação C-H alifático); em 1705 cm⁻¹ (deformação axial da ligação C=O). A adição de GNP ao copolímero causa deslocamento na banda do C=O e alteração na intensidade. A adição de SNP levou a redução da banda correspondente a deformação axial da ligação OH e estreitamento da banda de deformação da ligação C=O. O copolímero sulfonado apresentou deformação em 1196 cm⁻¹ referente a ligação S=O, que sofreu deslocamento para 1182 cm⁻¹ após adição de GNP e ou SNP.

Os termogramas dos copolímeros sulfonados apresentaram 3 eventos térmicos de decomposição. O primeiro associado a perda do grupo HSO₃, o segundo a decomposição térmica da cadeia principal, e o terceiro a possíveis reações dos produtos de decomposição iniciais. Importante ressaltar que a incorporação de GNP e SNP aumenta sensivelmente a estabilidade térmica da matriz polimérica sulfonada. Isto fica evidenciado pela menor perda de massa a altas temperaturas quando se comparara com o apenas sulfonado.(1)

Conclusão

A incorporação de nanopartículas de ouro e prata à matriz polimérica sulfonada aumenta a sua estabilidade térmica. Em adição, nanopartículas de prata conferem maior estabilidade térmica em comparação às nanopartículas de ouro. É razoável supor que a ação estabilizante se dê pela interação das nanopartículas com os grupos sulfona.

Referências Bibliográficas

1. Oenning LW, Cantú RB, Paula MMS, Silva L. Entrecruzamiento, sulfonación y incorporación de nanopartículas metálicas en membranas de poli(estireno-co-ácido acrílico) y su implicación en celdas de combustible. Saltillo: Centro de Investigación en Química Aplicada; 2012.
2. da Silva Paula MM, Franco CV, Baldin MC, Rodrigues L, Barichello T, Savi GD, et al. Synthesis, characterization and antibacterial activity studies of poly-{styrene-acrylic acid} with silver nanoparticles. *Materials Science and Engineering: C*. 2009;29(2):647-50.
3. Turkevich J, Stevenson PC, Hillier J. A study of the nucleation and growth processes in the synthesis of colloidal gold. *Discussions of the Faraday Society*. [10.1039/DF9511100055]. 1951;11(0):55-75.

Fonte Financiadora

PIBIC/CNPq/UNESC

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS DE MATRIZ POLIMÉRICA COM APLICAÇÃO EM CÉLULAS A COMBUSTÍVEL: AVALIAÇÃO TÉRMICA

BAESSO, A. S., PAULA, M. M. S., SILVA, L., DAL-BÓ, A. G., SOUZA, H. J.

alice_baesso@hotmail.com,
heltonjeremias@gmail.com

bocaocao@gmail.com,

luciano.silva@unesc.net,

adalbo@unesc.net,

Palavras-chave: polímeros, sulfonação, termogravimetria

Introdução

Células a combustível são dispositivos eletroquímicos que convertem energia química diretamente em energia elétrica, e são desejáveis como fonte alternativa de energia por possuírem alta eficiência e baixa emissão de poluentes.

Células a Combustível de Eletrólito Polimérico (PEMFC) usam membranas poliméricas como eletrólito. Estas exigem alta condutividade protônica, estabilidade química, térmica e mecânica. O Nafion®, material padrão neste segmento, é ainda custoso, sendo necessário o desenvolvimento de um material mais barato. Neste trabalho visou-se obter e avaliar as propriedades térmicas do copolímero poli(estireno-co-ácido acrílico) 92:8, em proporção molar, seguido do mesmo sulfonado e ambos dopados com nanopartículas de ouro (GNP) e prata (SNP).

Metodologia

O copolímero foi sintetizado utilizando 0,05% em mol de peróxido de benzoíla como iniciador, à 100°C sob agitação mecânica por 2 horas, seguido de precipitação em metanol. Parte foi sulfonada com ácido sulfúrico 98% à 40°C sob agitação mecânica por 2 horas.(1)

As GNPs e SNPs foram sintetizadas por redução química dos precursores HAuCl₄ e AgNO₃ (2, 3) e caracterizadas por UV-Visível.

As nanopartículas foram incorporados ao copolímero, sob agitação magnética por 8h. Amostras sulfonadas e não sulfonadas e impregnadas com GNP e SNP foram caracterizadas por espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e termogravimetria (TGA).

Resultados e Discussão

Espectros eletrônicos das GNP e SNP mostraram bandas de plasmon ressonante em 524 nm e 409 nm, respectivamente. Os tamanho médios de partículas determinados a partir dos difratogramas e raios-X, foram de 14 e 28 nm, respectivamente e estão em concordância com a literatura.(2, 3)

O espectro vibracional do copolímero não sulfonado apresentou bandas em 3300 cm⁻¹ (deformação axial da ligação OH); entre 3100 e 3000 cm⁻¹ (deformação axial da ligação C-H aromáticos); em 2920 cm⁻¹ (deformação axial da ligação C-H alifático); em 1705 cm⁻¹ (deformação axial da ligação C=O). A adição de GNP ao copolímero causa deslocamento na banda do C=O e alteração na intensidade. A adição de SNP levou a redução da banda correspondente a deformação axial da ligação OH e estreitamento da banda de deformação da ligação C=O. O copolímero sulfonado apresentou deformação em 1196 cm⁻¹ referente a ligação S=O, que sofreu deslocamento para 1182 cm⁻¹ após adição de GNP e ou SNP.

Os termogramas dos copolímeros sulfonados apresentaram 3 eventos térmicos de decomposição. O primeiro associado a perda do grupo HSO₃, o segundo a decomposição térmica da cadeia principal, e o terceiro a possíveis reações dos produtos de decomposição iniciais. Importante ressaltar que a incorporação de GNP e SNP aumenta sensivelmente a estabilidade térmica da matriz polimérica sulfonada. Isto fica evidenciado pela menor perda de massa a altas temperaturas quando se comparara com o apenas sulfonado.(1)

Conclusão

A incorporação de nanopartículas de ouro e prata à matriz polimérica sulfonada aumenta a sua estabilidade térmica. Em adição, nanopartículas de prata conferem maior estabilidade térmica em comparação às nanopartículas de ouro. É razoável supor que a ação estabilizante se dê pela interação das nanopartículas com os grupos sulfona.

Referências Bibliográficas

1. Oenning LW, Cantú RB, Paula MMS, Silva L. Entrecruzamiento, sulfonación y incorporación de nanopartículas metálicas en membranas de poli(estireno-co-ácido acrílico) y su implicación en celdas de combustible. Saltillo: Centro de Investigación en Química Aplicada; 2012.
2. da Silva Paula MM, Franco CV, Baldin MC, Rodrigues L, Barichello T, Savi GD, et al. Synthesis, characterization and antibacterial activity studies of poly-{styrene-acrylic acid} with silver nanoparticles. *Materials Science and Engineering: C*. 2009;29(2):647-50.
3. Turkevich J, Stevenson PC, Hillier J. A study of the nucleation and growth processes in the synthesis of colloidal gold. *Discussions of the Faraday Society*. [10.1039/DF9511100055]. 1951;11(0):55-75.

Fonte Financiadora

PIBIC/CNPq/UNESC

SÍNTESE DE FILMES ELETRODEPOSITADOS DE POLIPIRROL PARA APLICAÇÕES OPTOELETRÔNICAS

NOTOYA, F., PAULA, M. M. S., OENNING, L. W.

fred051236@msn.com, bocaocao@gmail.com, wo.leo@gmail.com

Palavras-chave: Síntese Filmes Eletroquímica Polipirrol PPY Optoeletrônico

Introdução

Polímeros condutores, também denominados metais sintéticos, têm provado serem materiais promissores para aplicação em dispositivos eletrônicos, entre outros. Os mais comuns são o polipirrol, polianilina e politiofeno. Podem ser facilmente preparados por via química e eletroquímica, sendo estáveis no ar, além de apresentarem boas propriedades elétricas. Dentre estes, o polipirrol (PPy) têm atraído a maior atenção devido às suas propriedades redox, biocompatibilidade, boa condutividade elétrica e estabilidade química. Sua eficiência é demonstrada pela vasta gama de aplicações em potencial, como por exemplo, eletrodos para baterias, diodos emissores de luz (LED's), células fotovoltaicas, sensores, entre outras.

Metodologia

O pirrol (CAS 109-97-7) foi purificado. Em resumo, o pirrol (15 mL) foi seco com NaOH e destilado fracionadamente à pressão reduzida. A pureza do pirrol foi confirmada a partir das análises dos espectros vibracionais (Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier - FTIR) do respectivo destilado que foi coletado e armazenado em atmosfera inerte de Ar, protegido da luz a -5°C. A seguir, com o intuito de se conhecer especificamente qual a janela de potencial em que ocorre a oxidação do monômero de pirrol e consequentemente a formação do filme polipirrólico, empregou-se a técnica de polarização linear em dois diferentes eletrodos de platina. Verificou-se que a faixa de potencial em que ocorre o processo de formação do filme é aproximadamente entre 0.5V a 1 V em relação ao Eletrodo de referência. Diante da reprodutibilidade do sistema e dos potenciais determinados foi possível empregar a voltametria cíclica para a geração e caracterização dos filmes de polipirrol. A voltametria cíclica foi empregada na geração e caracterização de filme de polipirrol levando em consideração os potenciais de oxidação obtidos anteriormente por Polarização Linear. Para esta etapa empregou-se uma célula eletroquímica

de 3 eletrodos. O eletrodo de trabalho de platina, o contra-eletrodo um fio de platina e o eletrodo de referência de Ag/AgNO₃ em HTBA 0.1M em acetonitrila. A solução eletrolítica consistiu de HTBA 0.1 M + Pirrol 0.1M em acetonitrila. Antes da aplicação do potencial o sistema foi degaseificado com Argônio por 5 minutos. A janela de potencial empregado foi de -0.7 V até 1 V em relação ao eletrodo de referência com uma velocidade de varredura de 50 mV/s e apenas um ciclo.

Resultados e Discussão

Houve a formação de trace-crossing em aproximadamente 0.5V. O potencial citado representa o ponto em que ocorre o fenômeno de nucleação de domínios propensos ao crescimento de polipirrol. Sendo que a elevação da corrente em direção a potenciais mais positivos representa o crescimento das cadeias poliméricas. O trace-crossing observado em 0.95 V se relaciona com a degradação da cadeia polimérica formada anteriormente. Já em direção ao potencial catódico percebe-se a formação de uma banda de redução (0.26 V) que possivelmente esteja relacionada a cadeia polimérica formada. Este eletrodo foi levado a uma nova solução de HTBA 0.1 M em acetonitrila para sua caracterização. Nesta, verificou-se a formação de uma corrente capacitiva devido ao deslocamento de corrente apresentado pelo filme polipirrólico formado em relação ao mesmo voltamograma do eletrodo de platina puro. Entretanto, percebe-se que entre a janela de potencial utilizado, -0.7V a 0.5V, o filme de PPy se mantém estável.

Conclusão

Com os resultados apresentados, pode-se afirmar que filmes de PPy podem ser gerados com eficiência, determinada através de experimentos, para fins que requeiram um filme condutor de diminuta espessura. Com as técnicas eletroquímicas utilizadas, definiu-se o ponto de crescimento das cadeias poliméricas, que

representa o crescimento do filme sobre o eletrodo e assim a total reprodutibilidade da técnica.

Referências Bibliográficas

1 – Zhou, M. and J. Heinze, Electropolymerization of pyrrole and electrochemical study of polypyrrole: 1. Evidence for structural diversity of polypyrrole. *Electrochimica Acta*, 1999. 44(11): p. 1733-1748

Fonte Financiadora

ANEEL - PIBIC - CNPQ

OBTENÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE NiO A PARTIR DE PROCESSO SOL-GEL

PERUCCHI, M. B., BATISTA, B. T., UGGIONI, E., BERNARDIN, A. M.

mariperucchi@hotmail.com, bruna.battista@yahoo.com.br, edu@unesc.net, amb@unesc.net

Palavras-chave: NiO, sol-gel, nanotecnologia

Introdução

Pós nanocristalinos, em função de seu tamanho médio de partícula (abaixo de 100nm), podem mostrar comportamentos diversos resultantes da energia de superfície mais alta devido à grande área superficial dos mesmos e à abertura mais larga entre a banda de valência e a banda de condução, efeitos estes característicos dos tamanhos próximos aos átomos. Estes fenômenos podem aumentar o potencial de uso do material, incluindo propriedades óticas, químicas, eletromagnéticas, entre outras. Assim, devido as suas qualidades físicas e químicas excepcionais o óxido de níquel (NiO ou Ni₂O₃) nanométrico é uma matéria-prima importante para muitas aplicações, como um excelente condutor eletrônico.

As nanopartículas de óxido de níquel (NiO), ou nano-pós, são partículas óxidas esféricas e brancas de elevada área superficial. Partículas de óxido de níquel apresentam tipicamente 10-30 nm, e têm área superficial específica (SSA) de 130-150 m²/g. Nano partículas de óxido de níquel também estão disponíveis como nano-fluidos. Nano-fluidos são nanopartículas suspensas em solução por ação de um tensoativo ou por tecnologia de cargas superficiais. Outras nano-estruturas incluem nanobastões, nano-fibras, nano-tubos, nano-pirâmides e nano-compósitos.

Nanopartículas com superfícies funcionalizada permitem que as partículas sejam preferencialmente adsorvidas formando uma interface sobre as superfícies utilizando polímeros quimicamente ligados. Estão em curso pesquisas de nano-NiO como materiais para nano-eletrônica e fotônica, tais como, MEMS (sistemas micro-eletromecânicos) e NEMS (sistemas nano-eletromecânicos); nanobiomateriais, tais como, biomarcadores, biodiagnóstico e biossensores para utilização em polímeros, têxteis, células de combustível, camadas, compósitos e materiais para energia solar.

Neste projeto de pesquisa propõe-se o uso da síntese sol-gel para a produção de pós de óxido de

níquel nano estruturado a fim de avaliar as influências destas condições na estrutura e morfologia dos pós obtidos.

Metodologia

Cloreto de níquel, nitrato de níquel e hidróxido de sódio com grau analítico foram utilizados como precursores para a síntese. Em um reator, o NaOH foi dissolvido em água destilada a uma concentração de 1,0 M. A solução resultante foi aquecida, sob agitação constante, à temperatura de reação desejada (50°C e 90°C). Depois de atingir a temperatura desejada, uma solução 0,5 M e 1,0 M de cloreto e outra de 0,5 M e 1,0 M de nitrato foram adicionadas lentamente no reator. Após gotejamento completo, cada solução do planejamento experimental permaneceu sob agitação por um período de duas horas, mantendo-a na temperatura desejada. Após síntese cada pó foi analisado por DRX (Cu-Kα (λ=1,5418Å), 40 kV e 30 mA, 2θ de 0 a 80°, com passo de 0,05° e tempo de 1 s). A análise UV-Vis foi realizada com leitura entre 200 e 800 nm em um espectrômetro de duplo feixe em porta-amostra de quartzo (4 mL), sendo lida a absorbância das soluções.

Resultados e Discussão

A partir das condições de síntese estabelecidas na metodologia foi estabelecido um planejamento experimental fatorial completo onde os fatores de estudo foram o tipo de precursor (nitrato ou cloreto de níquel), temperatura de síntese (50 ou 90°C) e concentração do precursor (0,5 e 1,0 M), resultando em 11 experimentos.

As análises de DRX e UV-vis ainda estão sendo realizadas, e os resultados serão analisados por análise de variância (ANOVA).

Conclusão

Foram obtidas nanopartículas de óxido de níquel a partir de uma rota sol-gel rápida e simples,

utilizando-se cloreto e nitrato de níquel como precursores.

A estrutura formada e a energia de band gap estão sendo determinadas por análise de DRX e UV-vis, respectivamente.

Referências Bibliográficas

PRELLIER, W.; FOUCHET, A.; MERCEY, B. Journal of Physics Condensed Matter, v.15, R1583, 2003.

SOUSA, V.C. et al. International Journal of Inorganic Materials, v.1, p.235-241, 1999.

VAEZI, M.R.; SADRNEZHAAD, S.K. Mater. Des., v.28, p.515-519, 2007.

WANG, J.; GAO, L. Solid State Communications, v.132, p.269-271, 2004.

WU, C.; QIAO, X.; CHEN, J.; WANG, H.; TAN, F.; LI, S. Mater. Lett., v.60, p.1828-1832, 2006.

Fonte Financiadora

PIC 170/UNESC

OBTENÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE FEXOY A PARTIR DE PROCESSO SOL-GEL

BATISTA, B. T., PERUCCHI, M. B., UGGIONI, E., BERNARDIN, A. M.

bruna.battista@yahoo.com.br, mariperucchi@hotmail.com, edu@unesc.net, amb@unesc.net

Palavras-chave: *FexOy, sol-gel, nanopartículas***Introdução**

Nanopartículas de óxidos de metais de transição do tipo MO, onde M seria Mn, Co, Ni ou Fe, têm atraído um enorme interesse recentemente devido ao seu potencial como materiais de eletrodos para baterias de estado sólido recarregáveis, como catalisadores eficientes para reações em células de combustível, e como modelos magnéticos em nanoescala para a compreensão do efeito do nanomagnetismo. A wüstita (FeO) é uma das formas dos óxidos de ferro mais comuns, um grupo que também inclui a hematita (Fe₂O₃ α), maghemita (Fe₂O₃ γ) e magnetita (Fe₃O₄).

Apresenta a estrutura do sal-gema, com Fe e O não-estequiométricos formando o FexO (x=0,83-0,96) e também lacunas de Fe em uma distribuição ordenada. A estrutura não é quimicamente estável e tende a se decompor em Fe α e espinélio inverso Fe₃O₄ por um processo de desproporção de duas etapas ou por oxidação, para formar Fe₃O₄, Fe₂O₃ γ e/ou Fe₂O₃ α. Esta reatividade química torna difícil a obtenção de nanopartículas de FeO, e as preparadas a partir da decomposição de fases à alta temperatura de uma solução de sal de ferro não foram totalmente caracterizadas.

Uma rota de fácil execução para obtenção de nanopartículas de FeO monodisperso é a síntese orgânica por decomposição redutora em alta temperatura de acetilacetonato de ferro (III) ([Fe-(acac)₃] com ácido oléico (OA) e oleilamina (OAM), como surfactantes e solventes. Os tamanhos das partículas podem ser ajustados entre 14-100 nm controlando-se as condições de aquecimento, e as formas das partículas são controladas para serem esféricas ou octaedros truncados dependendo da razão do volume entre o OA e o OAM usados na reação.

Neste projeto de pesquisa propõe-se o uso da síntese sol-gel para a produção de pós de óxido de ferro nano estruturado para três condições diferentes de aquecimento e de pH, a fim de avaliar as influências destas condições na estrutura e morfologia dos pós obtidos. O nano-FeO (ou nano-

Fe₂O₃ ou mesmo nano-Fe₃O₄) obtido será utilizado para aplicações nanomagnéticas.

Metodologia

Cloreto de ferro, nitrato de ferro e hidróxido de sódio com grau analítico foram utilizados como precursores para a síntese. Em um reator, o NaOH foi dissolvido em água destilada a uma concentração de 1,0 M. A solução resultante foi aquecida, sob agitação constante, à temperatura de reação desejada (50°C e 90°C). Depois de atingir a temperatura desejada, uma solução 0,5 M e 1,0 M de cloreto e outra de 0,5 M e 1,0 M de nitrato foram adicionadas lentamente no reator. Após gotejamento completo, cada solução do planejamento experimental permaneceu sob agitação por um período de duas horas, mantendo-a na temperatura desejada. Após síntese cada pó foi analisado por DRX (Cu-Kα (λ=1,5418Å), 40 kV e 30 mA, 2θ de 0 a 80°, com passo de 0,05° e tempo de 1 s). A análise UV-Vis foi realizada com leitura entre 200 e 800 nm em um espectrômetro de duplo feixe em porta-amostra de quartzo (4 mL), sendo lida a absorbância das soluções.

Resultados e Discussão

A partir das condições de síntese estabelecidas na metodologia foi estabelecido um planejamento experimental fatorial completo onde os fatores de estudo foram o tipo de precursor (nitrato ou cloreto de ferro), temperatura de síntese (50 ou 90°C) e concentração do precursor (0,5 e 1,0 M), resultando em 11 experimentos.

As análises de DRX e UV-vis ainda estão sendo realizadas, e os resultados serão analisados por análise de variância (ANOVA).

Conclusão

Foram obtidas nanopartículas de óxido de ferro a partir de uma rota sol-gel rápida e simples, utilizando-se cloreto e nitrato de ferro como precursores.

A estrutura formada e a energia de band gap estão sendo determinadas por análise de DRX e UV-vis, respectivamente.

Referências Bibliográficas

RELLIER, W.; FOUCHET, A.; MERCEY, B. *Journal of Physics Condensed Matter*, v.15, R1583, 2003.

SOUSA, V.C. et al. *International Journal of Inorganic Materials*, v.1, p.235-241, 1999.

VAEZI, M.R.; SADRNEZHAAD, S.K. *Mater. Des.*, v.28, p.515-519, 2007.

WANG, J.; GAO, L. *Solid State Communications*, v.132, p.269-271, 2004.

WU, C.; QIAO, X.; CHEN, J.; WANG, H.; TAN, F.; LI, S. *Mater. Lett.*, v.60, p.1828-1832, 2006.

Fonte Financiadora

PIBIT/CNPq

DESENVOLVIMENTO DE GEOPOLÍMEROS A PARTIR DE CINZAS DE CASCA DE ARROZ

SERAFIM, F. R., SPRICIGO, L. P., ELYSEU, F., UGGIONI, E., BERNARDIN, A. M.

francielli_serafim@hotmail.com, lpspricigo@gmail.com, elyseufabio@hotmail.com, edu@unesc.net, amb@unesc.net

Palavras-chave: geopolímeros, síntese inorgânica, resíduos, cinzas

Introdução

Similarmente ao processo geológico de transformação de algumas rochas vulcânicas em zeólitas que ocorre a baixas pressões e temperaturas durante a formação de rochas sedimentares, a geopolimerização pode ser modelada e conduzida em sistemas cimentícios. A síntese direta de aluminossilicatos alcalinos na composição de fase de tais sistemas cimentícios pode assegurar excelente durabilidade de rochas artificiais formadas lado a lado com novas propriedades, pois as estruturas e propriedades das zeólitas variam muito. Estes sistemas cimentícios de aluminossilicatos alcalinos foram denominados primeiramente de “solossilicatos”.

A geopolimerização é análoga à síntese de zeólitas, pois a química envolvida é similar, embora os produtos resultantes sejam diferentes em composição e estrutura. Os produtos geopoliméricos não apresentam composição estequiométrica e compreendem misturas de uma estrutura amorfa a semicristalina com partículas cristalinas de Al-Si. São necessárias três fontes para a síntese de geopolímeros: as matérias-primas, uma carga inerte e o licor geopolimérico. As matérias-primas podem ser minerais naturais (aluminossilicatos) ou resíduos industriais como cinzas leves, escórias e resíduos de vidros. A carga inerte, principalmente caulinita e metacaulinita, é usada para fornecer íons Al^{3+} . O licor geopolimérico é uma solução de hidróxido alcalino necessária para a dissolução das matérias-primas enquanto a solução de silicato de sódio (ou potássio) age como um ligante, ativador alcalino e dispersante ou plastificante.

Desta forma, o objetivo deste trabalho foi o de reaproveitar as cinzas resultantes da queima de casca de arroz na região sul do Estado de Santa Catarina para o desenvolvimento de geopolímeros pela rota de síntese alcalina.

Metodologia

Cinzas de casca de arroz e resíduo de anodização de alumínio foram utilizadas como fonte de aluminossilicatos. A partir de um lote padrão as cinzas e o resíduo foram secos e moídos em moinho de bolas de laboratório (jarro e elementos moedores de alta alumina) durante 12 h. Os resíduos moídos foram caracterizados por fluorescência de raios X (FRX) para determinação de sua composição química e por difração a laser para determinação da distribuição de tamanho de partículas (DTP) após moagem. Para a síntese alcalina foi utilizado NaOH de grau analítico, além de silicato de sódio (razão molar 3:1 entre $SiO_2:Na_2O$). As estequiometrias mais adequadas para geopolimerização seriam: $SiO_2/Al_2O_3=3,0-4,5$; $MxO/SiO_2=0,2-0,5$; e $H_2O/MxO=10-25$.

A partir da análise química da cinza foram preparadas soluções com as seguintes estequiometrias: $SiO_2:Al_2O_3=2,5$, $Na:Al=0,85$, $K:Al=0,85$ e $H_2O:SiO_2=2,0(24-25)$. A síntese dos geopolímeros foi feita pela mistura da cinza e resíduo com solução alcalina de NaOH 10 M, usando-se silicato de sódio e misturando-se o gel por 5 min em um misturador mecânico. Após a mistura o gel foi vertido em formas cilíndricas ($\phi=40$ mm, $h=40$ mm) e curado em temperatura ambiente durante 24 h.

Finalmente, os corpos de prova obtidos foram submetidos a ensaios de compressão (máquina universal de ensaios, 10 mm/min, média de 3 CP's) após cura por 14 dias. Para análise das variáveis de síntese foi utilizado um projeto fatorial de misturas. Os fatores adotados foram os teores de cinza, resíduos de galvanização, NaOH e silicato e as sínteses foram feitas à temperatura ambiente.

Resultados e Discussão

Pela análise dos resultados para a resistência à compressão das amostras em função dos teores de cinza, resíduo de galvanização, NaOH e silicato de sódio, a análise de variância do sistema mostra que os fatores mais importantes para a resistência à

compressão são os teores de NaOH e silicato de sódio.

Apesar da literatura indicar temperaturas da ordem de 120°C para a síntese dos geopolímeros, os resultados obtidos neste estudo mostram que se pode obter resistência à compressão em temperatura ambiente.

Conclusão

É possível obter geopolímeros a partir de cinzas da queima de casca de arroz, com adição de resíduos de galvanização. O único tratamento necessário aos resíduos é a diminuição do tamanho das partículas.

Referências Bibliográficas

CIOFFI, R., MAFFUCCI, L., SANTORO, L. Resources Conservation and Recycling 40 (1), 27-38, 2003.

Fonte Financiadora

PIC 170/UNESC

DESENVOLVIMENTO DE VIDRADO CONDUTIVO A PARTIR DE VIDROS DE SÍLICA E LÍTIA

MACAN, T. P., ELYSEU, F., UGGIONI, E., BERNARDIN, A. M.

tatynhamacan@hotmail.com, elyseufabio@hotmail.com, edu@unesc.net, amb@unesc.net

Palavras-chave: Vidrado, sílica, lítia, condutividade

Introdução

A maioria dos vidros óxidos são eletrólitos condutores por cátions monovalentes alcalinos ou prata. A condução iônica apresentada por esses vidros é sensível à temperatura e à composição dos vidros. No caso de silicatos simples, um aumento de frações no teor de óxido alcalino pode induzir um aumento de duas a três ordens de grandeza na condutividade iônica. Sendo a condutividade iônica o produto da concentração de portadores de carga efetivos por sua mobilidade, o aumento de condutividade observado pode ser atribuído tanto a um aumento na mobilidade quanto a um aumento na concentração destes portadores de carga efetivos. Medidas experimentais dessas grandezas não são triviais. Em especial, a medida da mobilidade iônica por efeito hall é extremamente difícil devido a uma baixa relação sinal-ruído.

Os valores de mobilidade calculados encontram boa correlação com valores usualmente medidos por outras técnicas em cristais iônicos ou soluções eletrolíticas. Assim, para explicar as importantes variações no número de portadores de carga efetivos em função da concentração em modificador no vidro, propõe-se que o vidro contendo óxido alcalino e sílica seja similar a uma solução onde a sílica é o solvente e o óxido alcalino o soluto. A dissociação do soluto em seu solvente (sílica) é então descrita através de equilíbrios químicos simples. Estas "soluções eletrolíticas" podem ser descritas por um modelo termodinâmico "quasi-químico" que leva em consideração as importantes modificações ocorridas nas ligações químicas, resultantes da reação de um óxido modificador (óxido alcalino) e um óxido formador de rede (sílica).

Desta forma, o objetivo deste projeto de pesquisa é o desenvolvimento de fritas cerâmicas com condutividade elétrica – iônica, eletrônica ou mista – visando a obtenção de vidrados condutores a partir de vidros de silicato contendo lítio.

Metodologia

Reagentes de grau analítico (sílica, carbonato de lítio, carbonato de estrôncio, carbonato de sódio, ácido bórico) foram misturados em um moinho excêntrico de 500 mL sem elementos moedores por 5 min segundo um planejamento experimental de misturas, tendo os teores de cada óxido como os fatores de entrada.

Após mistura, cada formulação foi analisada por calorimetria exploratório diferencial (Netzsch DSC/TG, 10°C/min, Ar a 10 mL/min) e as temperaturas características foram utilizadas como os fatores de resposta do planejamento experimental, sendo analisadas por análise de variância (ANOVA).

Resultados e Discussão

A partir das condições de síntese estabelecidas na metodologia foi estabelecido um planejamento experimental de misturas onde os fatores de estudo foram os teores de cada reagente (sílica, carbonato de lítio, carbonato de estrôncio, carbonato de sódio, ácido bórico) em forma de óxido.

As análises de DSC/TG ainda estão sendo realizadas, e os resultados serão analisados por análise de variância (ANOVA).

Conclusão

Foram obtidos vidros a partir da fusão de reagentes simples. As temperaturas características dos sistemas vítreos estão sendo determinadas por análise de DSC/TG. A condutividade dos sistemas será determinada pela técnica de impedância, utilizando-se um potenciostato.

Referências Bibliográficas

NIKOLSKY et al. United States Patent 3773642, 1973

HERCZOG, A. United States Patent 4375503, 1983

Fonte Financiadora

PIBIC/UNESC

NANOENCAPSULAMENTO DE EXTRATOS NATURAIS ANTIMICROBIANOS PARA APLICAÇÃO COMO ADITIVOS POLIMÉRICOS

TACHINSKI, C. G., PILETTI, R., MARTINS, M., CONSENSO, E. C., FIORI, M. A.

camilatachinski@gmail.com, raquel@unesc.net, monizemartins@hotmail.com, eloisaconsenso@gmail.com, mfi@unesc.net

Palavras-chave:

Introdução

A nanotecnologia abrange numerosas áreas da ciência e é fundamentada na manipulação da matéria em nível atômico e molecular, sendo que estes estão geralmente em escala nano métrica, ou seja, são da ordem de 10^{-9} metros. Tem-se o conhecimento de que as características de nano partículas são comumente distintas em relação ao mesmo material em escala macroscópica, apresentando, por exemplo, diferentes propriedades mecânicas, químicas, maior área superficial, aumento da estabilidade física, dentre outras. Este trabalho tem como objetivo obter resultados preliminares para o desenvolvimento de nano cápsulas antimicrobianas a partir de extratos naturais. A matriz polimérica utilizada foi o polimetilmetacrilato (PMMA) por ser atóxicos e por apresentar rigidez ao filme. A polimerização foi feita em miniemulsão e as nano cápsulas foram caracterizadas no Laboratório de Controle de Processos (LCP) na Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) o qual foi utilizado o equipamento Zeta Sizer Nano S – Marvern Instruments.

Metodologia

O extrato natural utilizado foi o óleo essencial de alho. O monômero utilizado foi o metacrilato de metila (MMA) por ser rígido e compatível com o extrato natural. O iniciador utilizado foi o 2,2'-azo-bis-isotironitrila (AIBN). Utilizou-se lecitina como surfactante a fim de reduzir a tensão interfacial entre as fases orgânica e aquosa. A reação de polimerização das nano cápsulas ocorreu inicialmente com a adição da fase orgânica (MMA, lecitina, AIBN e óleo de alho) em um agitador magnético durante 20 minutos. Em seguida, a fase orgânica foi adicionada a fase aquosa (água) e procedeu-se a agitação por mais 15 minutos, em um agitador magnético. Através de um dispersor por ultrassom durante 4 minutos a $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ foi obtida a miniemulsão. Então, as amostras de miniemulsão foram adicionadas a ampolas de vidro e imersas em um banho termostático a 70°C . As ampolas foram

retiradas em intervalos regulares de tempos e tiveram a reação de polimerização interrompida através da adição de 5 gotas de uma solução de hidroquinona a 1% em massa.

Resultados e Discussão

O óleo essencial de alho foi caracterizado através da Concentração Inibitória Mínima (CIM) para as bactérias *Escherichia coli* (EC) e *Staphylococcus aureus* (SA) com concentrações de 0,0002 mL/mL, 0,002 mL/mL e 0,02 mL/mL. A solução de alho utilizada para obtenção das nano cápsulas foi a de 0,02 mL/mL por ter apresentado um resultado mais satisfatório para ambas as bactérias.

A caracterização das nano cápsulas foi feita pelo equipamento Zeta Sizer Nano S – Marvern Instruments. O valor do diâmetro médio obtido para as nano partículas ficou entre 488 à 298 nm caracterizando assim a partícula como nano.

Conclusão

Foram obtidas as nano cápsulas do óleo essencial de alho em uma matriz sintética de polimetilmetacrilato (PMMA).

Referências Bibliográficas

EMERICH D.F., THANOS C.G. Nanotechnology and medicine, Expert Opin Biol Ther v.3, p. 655–663, 2003.

MATSUDAI, M.; HUNT, G. Nanotechnology and public health, Nippon Koshu Eisei Zasshi, v. 52, p. 923–927, 2005.

Fonte Financiadora

PIBIT-CNQP/UNESC