

# Engenharia Química

## Oral - Pesquisa

### Engenharias - Engenharia Química

# ESTUDO DA PRODUÇÃO DE HIDROGÊNIO A PARTIR DA DRENAGEM ÁCIDA DE MINA DE CARVÃO

SALA, M. V. B., PETERSON, M.

maria.virginiasala@gmail.com, mpe@unesc.net

Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE

Laboratório / Grupo de Pesquisa: Laboratório de Reatores e Processos Industriais - LabRePI

Palavras-chave: Drenagem Ácida, Pirita, Hidrogênio.

## Introdução

A pirita em contato com o oxigênio do ar e a água inicia uma sequência de reações que levam a geração de drenagem ácida de mina (DAM). Nesse processo são produzidos cátions  $H^+$  e algumas substâncias precipitadas como o hidróxido férrico e ferroso.

A geração de DAM acarretava, em épocas passadas, um grande impacto ambiental negativo nos mananciais aquíferos da região carbonífera catarinense, pois o carvão era beneficiado e a DAM seguia seu curso normal sem nenhum tipo de tratamento. Esse impacto, resultado de décadas de produção de carvão, ainda é observado na atualidade.

Dentro do contexto de recuperação de áreas degradadas com a mineração do carvão e a significativa geração de drenagem ácida de mina, apresenta-se um projeto para a utilização da DAM na produção e armazenamento de hidrogênio como alternativa para evitar a contaminação de mananciais aquíferos.

## Metodologia

A pirita empregada neste trabalho foi doação de uma mineradora da região sul de Santa Catarina. Para realização dos ensaios de lixiviação, britou-se o material até se atingir uma granulometria de 2 – 6mm.

A obtenção da drenagem ácida se deu pela lixiviação da pirita: o material foi imerso em água e o sistema, aquecido a 120°C, foi agitado em agitador magnético durante 20min. Na sequência, filtrou-se a mistura, tendo como resultado a drenagem ácida (filtrado) e também uma pirita com pureza mais elevada (material retido no filtro). Secou-se o sólido em estufa a 100°C e suas fases cristalinas foram determinadas através de um difratômetro de raios-X (marca BRUKER, modelo D8 Advance).

Para auxiliar na acidificação da drenagem, colocou-se o filtrado durante dois dias em ar

comprimido. Efetuaram-se, no Laboratório de Águas do i.PARQUE, ensaios para medidas de pH, ferro total,  $Fe^{2+}$  e  $Fe^{3+}$ . Para determinar o potencial necessário das pilhas a serem utilizadas no esquema eletrolítico, foi usado o potenciostato (marca Microquímica, modelo MQPG – 01), dispositivo eletrônico que controla a diferença de potencial elétrico entre o eletrodo de trabalho e o eletrodo de referência presentes em uma célula eletroquímica.

Um esquema eletrolítico foi montado com ajuda de pilhas em série e fios de cobre e zinco, para liberar  $H^+$  presente na drenagem ácida.

## Resultados e Discussão

A drenagem utilizada neste estudo apresentou qualidade satisfatória, mesmo sem nenhum tratamento adjacente.

Os valores de pH foram de 2,3, demonstrando que a drenagem é realmente muito ácida. Para o ferro total encontrou-se 5,6 g.L<sup>-1</sup>.

Segundo a literatura, o cobre e zinco têm potenciais de eletrodo de +0.34V e -0.76V, respectivamente, medidos em relação a um eletrodo padrão de hidrogênio. Com a montagem do esquema eletrolítico, como esperado, o  $H^+$  é liberado pelo cobre. A oxidação do cobre ocorre produzindo íons cobre e elétrons. Essa reação é encorajada através de íons de hidrogênio individuais  $H^+$  que combinam com moléculas de água  $H_2O$  para produzir íons hidroxilas  $H_3O^+$ .

## Conclusão

O desenvolvimento do trabalho ocorreu como esperado e obtiveram-se bons.

O hidrogênio foi liberado na forma de  $H^+$ , conforme se objetivava. O armazenamento do  $H^+$  liberado na reação foi um problema, necessitando de estudos mais detalhados, incluindo materiais que podem ser empregados como armazenador.

### **Referências Bibliográficas**

BELOLI, M.; QUADROS, J.; GUIDI, A. História do Carvão em Santa Catarina. Criciúma: Imprensa Oficial do Estado de Santa Catarina, 2002.

NASCIMENTO, F. M. F.; MENDONÇA, R. M. G.; MACÊDO, M. I. F.; SOARES, P. S. M. Impactos Ambientais nos Recursos Hídricos da Exploração de Carvão em Santa Catarina. CONGRESSO BRASILEIRO DE MINA A CÉU ABERTO & II CONGRESSO BRASILEIRO DE MINA SUBTERRÂNEA, 2., 2002 – Belo Horizonte, Anais.

### **Fonte Financiadora**

Programa de Iniciação Científica PIC 170/UNESC.

**Oral - Pesquisa****Engenharias - Engenharia Química****ESTUDOS DE SISTEMAS DE POLIMERIZAÇÃO EM MINIEMULSÃO DE NANOCÁPSULAS POLIMÉRICAS DE EXTRATOS NATURAIS****SANTOS, K. G., CONSENSO, E. C., OLIVEIRA, C. M., PETERSON, M., PILETTI, R.***kelvin\_goularte@hotmail.com, eloisacontessi@hotmail.com, machadodeoliveirac@gmail.com, mpe@unesc.net, raquelpiletti@gmail.com***Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE****Laboratório / Grupo de Pesquisa: IABORATÓRIO DE REATORES E PROCESSOS INDUSTRIAIS***Palavras-chave: Nanocápsula, Preservação, Óleo de Andiroba.***Introdução**

A indústria de alimentos tem buscado novas formas de preservar seus produtos, atendendo as exigências dos consumidores. As sacolas ativas têm papel importante na preservação, pois interagem de forma benéfica com o produto. As principais técnicas em embalagens ativas estão relacionadas a substâncias que absorvem oxigênio, etileno, umidade e aquelas que emitem dióxido de carbono, agentes antimicrobianos, antioxidantes e aromas. (VERMEIREN et al., 1999). Porém, muitos compostos não resistem ao processo de fabricação das sacolas e com os avanços da nanotecnologia, surgiu a possibilidade de nanoencapsulamento do princípio ativo, protegendo-o para que, neste processo, apenas as nanocápsulas sejam destruídas, permitindo a criação de embalagens ativas com substâncias que até então não eram possíveis. Um composto com boas propriedades para ser nanoencapsulado é o óleo de andiroba. Extraído da *Carapa guianensis*, é utilizado como inseticida e antisséptico pela indústria farmacêutica. Este trabalho, por sua vez, apresenta os resultados da avaliação de nanocápsulas de metacrilato de metila, tendo como objetivo o nanoencapsulamento do óleo de andiroba e sua utilização em embalagens ativas para conservação de diferentes tipos de alimentos.

**Metodologia**

Obtiveram-se nanocápsulas de metacrilato de metila pelo método de miniemulsão (obtenção de nanocápsula em uma única etapa), utilizou-se 2,2 azobis isobutironitrila (AIBN) como iniciador da reação; para dar estabilidade à nanocápsula foi utilizado lecitina de soja (surfactante). O óleo de andiroba é muito hidrofóbico por isso, além de servir como composto a ser nanoencapsulado, ele atua como co-estabilizador da reação. A polimerização ocorreu a 90 °C após 35 minutos de agitação. Para comprovar a ação bactericida e

fungicida do óleo, aplicaram-se os ensaios microbiológicos de difusão em ágar e concentração inibitória mínima. Na caracterização das nanocápsulas, foram utilizadas quatro técnicas com a finalidade de analisar tanto as características como a estabilidade. Para determinar a temperatura de decomposição das nanocápsulas, empregou-se o método de termogravimetria; verificou-se que as nanocápsulas estavam em escala nano através da distribuição de tamanho de partícula; MET e MEV foram utilizados para as análises morfológicas das nanocápsulas.

**Resultados e Discussão**

Com as rotas testadas até o momento não foi possível a obtenção de nanocápsulas estáveis que sirvam para a fabricação de sacolas ativas para aumentar a vida de prateleira dos alimentos.

**Conclusão**

Os dados aqui apresentados mostram que é possível a obtenção de nanocápsulas de metacrilato de metila e óleo de andiroba pelo método de miniemulsão. Porém, é necessário testar outras rotas que produzam nanocápsulas mais estáveis. O projeto está em andamentos e mais rotas e caracterizações serão realizadas. Todos os resultados obtidos serão apresentados na V Semana de Ciência e Tecnologia da UNESC.

**Referências Bibliográficas**

LORCA, B.S.S. Nanoencapsulação de óleo de andiroba via polimerização em miniemulsão. Revista Brasileira de Ciência Política, Rio de Janeiro, v. 1, n.1, p.2-38, fev. 2009.

STEINMACHER, F.R. Síntese de nanopartículas de poli(acetato de vinila) via polimerização em miniemulsão. 2010. 171p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis.

VERMEIREN, et al. (1999). Developments in the active packaging of foods. Trends in Food Science and Technology, 10 , p. 77–86.

**Fonte Financiadora**

Fundo de Apoio à Manutenção e ao Desenvolvimento da Educação - FUMDES

**Oral/Painel - Pesquisa****Engenharias - Engenharia Química****DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS ANTIMICROBIANOS A PARTIR DA ZEÓLITA 4A****CARDOSO, W., SOUZA, B. N., MELO, C. R., MENDES, E., PICH, C. T., ANGIOLETTO, E.***williancardoso@unesc.net, bruna.nasc@gmail.com, resmini1@yahoo.com.br, erlon@unesc.net, claus.pich@ufsc.br, ean@unesc.net***Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE****Laboratório / Grupo de Pesquisa: laboratório de desenvolvimento de biomateriais e materiais antimicrobianos***Palavras-chave: Zeólita 4A, Efeito Oligodinâmico, Troca iônica, Antimicrobiano***Introdução**

Microrganismos como Vírus, Bactérias, fungos, leveduras e protozoários de forma geral e em particular microrganismos (multi-R), como o MRSA – *Staphylococcus aureus* resistente a metacilina e o VRE – *Enterococcus* resistente a vancomicina devido às constantes mutações tornam difícil sua eliminação. Essas dificuldades preocupam diversos setores como os hospitalares, odontológicos e de alimentos pois pode ocorrer a contaminação através do ar, solo, água, alimentos e próteses. Contudo, o desenvolvimento de materiais antimicrobianos assumiu papel importante para a saúde populacional pois objetiva eliminar microrganismos para melhorar a qualidade de vida. Desenvolveu-se muitos materiais e com este objetivo iniciaram estudos avaliando o chamado efeito oligodinâmico que alguns materiais apresentam. Esse efeito exige a troca de íons, e nesse sentido as zeólitas são materiais bastante adequados. Com o objetivo de desenvolver materiais antimicrobianos foi realizada a troca iônica dos íons sódio (Na<sup>+</sup>) presentes na zeólita 4A, por íons de Lítio (Li<sup>+</sup>), Cobalto (Co<sup>++</sup>) e Cério (Ce<sup>+++</sup>) que possuem propriedades antimicrobianas.

**Metodologia**

Como material de troca iônica utilizou-se a zeólita 4A sintetizada pelos autores. Para definir as quantidades necessárias de cada íon a ser testado Li<sup>+</sup>, Co<sup>++</sup> e Ce<sup>+++</sup> para a troca iônica tomou-se como base os 24% de íons sódio que estão presentes na zeólita 4A. Após definir as massas necessárias dos materiais foram definidas as temperaturas de troca iônica dos mesmos, e depois as misturas foram colocadas em uma mufla por duas horas sob temperatura controlada. Após as trocas iônicas os materiais foram lavados com água deionizada e filtrados para que os materiais solúveis fossem eliminados, principalmente os íons de Na<sup>+</sup>, e em

seguida foram submetidos a análises de caracterização físico-químicas como Difração de raio-X (DRX), Espectroscopia de infravermelho (FTIR), Fluorescência de Raios-X (FRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Para evidenciar o efeito antimicrobiano foram realizadas as análises de Difusão em Agar e Concentração Inibitória Mínima (CIM). Para a análise de Difusão em Agar definiu-se uma massa de 55,5 mg, realizada em triplicata com os microrganismos *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Pseudomonas aeruginosa* e *Candida albicans* e posteriormente foram realizadas as análises de (CIM), onde foram utilizadas as massas de 500,0 ;288,7; 166,7; 96,2 ;55,5 mg em triplicata com os mesmos microrganismos descritos na análise de Difusão em Agar.

**Resultados e Discussão**

As análises de caracterização de DRX, FTIR, FRX comprovaram que troca iônica foi realizada, sendo possível perceber que o Li<sup>+</sup>, Co<sup>++</sup> e Ce<sup>+++</sup> trocaram com os íons Na<sup>+</sup>. Ficou evidenciado ainda pela observação no MEV que a estrutura cúbica das zeólitas foi bastante alterada, indicando um possível destruição. Nas análises antimicrobianas de Difusão em Agar os halos inibitórios tiveram um diâmetro representativo comprovando que a zeólita 4A trocada tem efeito antimicrobiano, nas análises de concentração inibitória mínima foi possível determinar as quantidades com maior eficiência para inibir o crescimento antimicrobiano.

**Conclusão**

Os resultados das análises de caracterização e de análises antimicrobianas determinou a eficiência da troca iônica e da atividade antimicrobiana da zeólita 4A com o Li<sup>+</sup>, Co<sup>++</sup> e Ce<sup>+++</sup>, não sendo possível uma mensuração que definisse de forma clara a influência do NOX dos íons testados. Entretanto, os resultados foram satisfatórios atingindo os objetivos atingidos.

### **Referências Bibliográficas**

Lemmena, S.W., Häfner, H., Zolldanna, D., Stanzel, S., Lütticken, R., Distribution of multi-resistant Gram-negative versus Gram-positive bacteria in the hospital inanimate environment. *Journal of Hospital Infection*, v. 56, pg. 191–197, 2004.

Melo, C. R., Riella, H. G., Kuhnen, Ni. C., Angioletto, E., Melo, A. R., Bernardin, A. M., da Rocha, M. R., da Silva, L., Synthesis of 4A zeolites from kaolin for obtaining 5A zeolites through ionic exchange for adsorption of arsenic. *Materials Science & Engineering. B, Solid-State Materials for Advanced Technology*, v. 177, p. 345-349, 2012.

### **Fonte Financiadora**

CNPq / PIBIT

## Oral - Pesquisa

### Engenharias - Engenharia Química

# USO DE OZÔNIO NO CONTROLE DE MICRORGANISMOS FORMADORES DA DRENAGEM ÁCIDA DE MINERAÇÃO EM ESTÉREIS DE MINERAÇÃO DE CARVÃO

FELTRIN, A. C., GOMES, T., ANGIOLETTO, E., ANGIOLETTO, E.

carolfeltrin6@gmail.com, thauan.gomes@gmail.com, everton.an@yahoo.com.br, ean@unesc.net

Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE

Laboratório / Grupo de Pesquisa: LADEBIMA

Palavras-chave: *Microrganismos, Metais Pesados, Drenagem Ácida de Mineração, Estéreis de Mineração, Ozônio*

## Introdução

A mineração, de um modo geral, ocasiona grandes danos ambientais, que persistem impactando por tempo prolongado. Entre esses impactos de longa duração pode ser destacada a geração de drenagem ácida de mina (DAM). Ela é resultado da oxidação natural de pirita (FeS<sub>2</sub>) e de outros minerais sulfetados quando expostos à ação combinada de água e oxigênio, podendo ser acelerada por alguns microrganismos. A concentração de íons férricos em solução depende do pH e da ação das bactérias ferrooxidativas e das bactérias sulfato redutoras. Estas aceleram a produção de íon férrico a partir de íon ferroso, o que acelera o processo de geração de drenagem ácida. Considerando a influência negativa da DAM deve-se buscar estratégias de prevenção na formação e verificar a possibilidade de tratamento da DAM formada. Sabendo das propriedades antimicrobianas do ozônio, a proposta da pesquisa é avaliar a viabilidade de minimizar a geração de DAM nas pilhas de bota-fora por meio da eliminação dos microrganismos catalisadores das reações que geram ácido a partir dos minerais. No entanto a oxidação por ozônio na presença de água pode desencadear a solubilização do ferro da pirita e sua oxidação, agravando ainda mais a situação. Portanto, o objetivo desta pesquisa é encontrar o ponto ótimo de aplicação de ozônio que resulte na minimização da geração da DAM.

## Metodologia

O experimento foi realizado em laboratório, com amostra de estéril de mineração de carvão, trazidas da área identificada como Rio Pio no município de Treviso SC. Realizou-se um planejamento experimental onde combinou-se três variáveis. As amostras ficaram dispostas em lisímetros. As amostras foram identificadas como: branco (nada aplicado ao estéril), O<sub>3</sub> (ozônio injetado), TF (*Thiobacillus ferrooxidans* injetado), SR (Sulfato redutoras injetada), SR + TF, TF + O<sub>3</sub>, SR + O<sub>3</sub> e TF + SR + O<sub>3</sub>, e cada amostra foi

feita em triplicata. As aplicações do ozônio e dos MOs eram feitas com intervalos de 21 dias, tempo em que as bactérias em uso levam, teoricamente, para atingir a fase de crescimento plena. E, juntamente com estas aplicações, era feita a "chuva", onde aproximadamente 2 L de água eram também aplicados. Ao final de cada ciclo, todo líquido era retirado dos lisímetros antes da próxima aplicação, para que pudessem ser realizadas as análises. Para identificar o comportamento das bactérias, foi feita a identificação através da técnica do número mais provável (NMP), que consiste em identificar e quantizar as bactérias presentes em determinada amostra, através de diluições. Assim como foram feitas análises de pH e metais dissolvidos.

## Resultados e Discussão

De acordo com a NMP realizada para as condições iniciais de solo, a quantidade de bactérias presente era de 1,8.10<sup>2</sup> NMP/mL de *Thiobacillus ferrooxidans* e 1,6.10<sup>2</sup> NMP/mL de Sulfato redutoras. Após três 3 ciclos de aplicações que foram realizadas até o presente momento, percebeu-se que não manteve-se nenhum padrão entre as retiradas para quase todas as amostras. Para as *Thiobacillus ferrooxidans*, na amostra TF + O<sub>3</sub> houve aumento de células da bactéria em destaque, podendo demonstrar uma maior resistência dessa bactéria indicando que estes microrganismos necessitam de maior tempo (concentração) de ozonização para sua completa eliminação. Para as bactérias Sulfato redutoras percebeu-se que houve também aumento das células na amostra TF + O<sub>3</sub>. No lisímetro em que apenas ozônio foi injetado, notou-se-se pouca alteração da concentração das bactérias redutoras de sulfato entre os 3 ciclos.

## Conclusão

Através dessas análises, percebe-se que é necessário um maior número de ciclos para que se obtenha uma tendência clara para a redução na formação de DAM. Enfatiza-se que o projeto ainda está em andamento. Deve-se também

considerar erros de contagem, levando em consideração que o método NMP tem limite de confiança de 95%.

### **Referências Bibliográficas**

GARCIA JR., G. Estudos da biolixiviação de minérios de urânio por *Thiobacillus ferrooxidans*. 1989. 279 f. Tese (Doutorado em Ciências Genéticas). UNICAMP Universidade Estadual de Campinas. São Paulo – SP.1989.

GARCIA JR., O. Remoção de metais por biosorção ou biolixiviação. Florianópolis, 1997. Apostila do 3º Curso de Tratamento Biológico de Resíduos.

### **Fonte Financiadora**

BNDES- Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico Social

## Oral - Pesquisa

### Engenharias - Engenharia Química

## ESTUDO DO AVANÇO DO OZÔNIO EM ESTÉRIL DE MINERAÇÃO

FELTRIN, A. C., GOMES, T., ANGIOLETTO, E., ANGIOLETTO, E.

carolfeltrin6@gmail.com, thauan.gomes@gmail.com, everton.an@yahoo.com.br, ean@unesc.net

Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE  
Laboratório / Grupo de Pesquisa: LADEBIMA

Palavras-chave: ozônio, permeabilidade, simulação

### Introdução

A geração de Drenagem ácida de mina (DAM) é um problema resultante da atividade de mineração, e tem sido objeto de investigação desde a década de 1960. A formação da DAM é um processo complexo mediado pela geoquímica e microbiologia do sistema. Fundamentalmente trata-se da oxidação química de minerais sulfetados, em especial a pirita, acelerado pela presença de microrganismos que utilizam em seu metabolismo a oxidação do íon ferroso para obtenção de energia. Estudos demonstraram que a presença de microrganismos oxidantes acelera a reação do íon ferroso para férrico em um fator maior que 106 em relação às condições abióticas. A oxidação química *in situ* tem sido uma ferramenta poderosa para tratamento de solos contaminados, consistindo num sistema de entrega de substâncias oxidantes abaixo da superfície. O ozônio é um gás que tem como resultado de sua auto-decomposição o oxigênio. Assim a eliminação de microrganismos do tipo *Thiobacillus ferrooxidans*, por meio de injeção de ozônio diretamente no solo com o intuito de minimizar a geração de DAM surge como alternativa tecnológica para solução do problema. Por outro lado, a oxidação por ozônio na presença de água pode desencadear a solubilização de metais, como o próprio ferro, tornando o efluente ainda mais indesejável. Portanto, este trabalho teve como objetivo o estudo do avanço do ozônio em colunas de solo, com modelagem e simulação, para contribuição na busca por um ponto ótimo de aplicação de ozônio.

### Metodologia

O procedimento experimental consistiu em recheir uma coluna metálica com solo e determinar o coeficiente de permeabilidade pela técnica da pressão decrescente<sup>4</sup>, que gera uma característica da dificuldade do escoamento do ozônio. Esta medida foi necessária para modelagem e simulação utilizando o software COMSOL Multiphysics. A mesma coluna foi submetida à injeção de ozônio e detecção do gás

na saída. Foi utilizado um gerador de ozônio (modelo BRO3), e um sensor com faixa de detecção de 0-5000ppb. A dependência da concentração com o tempo obtida experimentalmente foi comparada ao modelo construído no software. Medidas de porosidade, necessárias ao modelo, foram realizadas pelo método de adição de etanol. A velocidade da reação da auto-decomposição do ozônio foi medida utilizando o detector inserido em um reservatório vedado e submetido inicialmente a uma concentração do gás de 2000ppb.

### Resultados e Discussão

A permeabilidade do solo ao ozônio mostrou clara dependência com a compactação do solo na coluna, sendo o coeficiente da ordem de 10-11 m<sup>2</sup>. As curvas de detecção da passagem do gás oxidante através da coluna empacotada foram compatíveis com o modelo construído no software COMSOL Multiphysics. Foi observado que existe uma demanda de ozônio necessária para tornar o estéril de mineração menos reativo. Isto pode ser entendido pela aplicação sucessiva de ozônio, fazendo com que o material que constitui o solo seja oxidado pelo gás permeante, tornando a transferência de massa do processo relativamente mais rápida. O trabalho ainda estimou por simulação numérica uma cinética de primeira ordem para o sistema solo-ozônio. A constante de velocidade para a auto-decomposição deste gás foi de 1.10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup> com R<sup>2</sup> de 0,996.

### Conclusão

A medida do coeficiente de permeabilidade contribuiu para o desenvolvimento da técnica de determinação deste parâmetro de resistência ao escoamento. Os resultados do avanço de ozônio através da coluna demonstraram compatibilidade com o modelo elaborado no software de compilação multifísica. Este trabalho contribuiu ainda para validação de um modelo de injeção gasosa para oxidação química *in situ* de proporções reais.

### **Referências Bibliográficas**

Gleisner, Magdalena; Herbert Jr., Roger B.; Kockum, Paul C. Frogner. Pyrite oxidation by Acidi *Thiobacillus ferrooxidans* at various concentrations of dissolved oxygen. Stockholm, Sweden,2005.

Robert C. Borden, et AL. In Situ Chemical Oxidation for Groundwater Remediation. New York,2011.

### **Fonte Financiadora**

BNDES - Banco Nacional do Desenvolvimento Econômico Socia

**Oral/Painel - Pesquisa****Engenharias - Engenharia Química****SÍNTESE E PROPRIEDADES DO ESTIRENO - 5 - (4-OXIPENTILFENIL)-2-OCTILTETRAZOL SER APLICADO COMO O ELETRÓLITO****GURALSKI, C., SILVA, L., PAULA, M. M. S., DAL-BÓ, A. G., OENNING, L. W.***cris\_mdm\_13@hotmail.com, luciano.silva@unesc.net, rms@unesc.net, adalbo@unesc.net, wo.leo@hotmail.com***Instituição: UNESC -****Laboratório / Grupo de Pesquisa: Iapem***Palavras-chave: 5 - (4-oxipentilfenil)-2-octiltetrazol; estireno; células de combustível, polímero eletrólito.***Introdução**

Devido à necessidade de manter a economia mundial estável, pesquisas de fontes alternativas de energia estão sendo realizadas na grande maioria dos centros de pesquisa ao redor do mundo. No entanto, devido ao alto índice de poluição causada por combustíveis fósseis, especialmente por causa de veículos em geral, fontes de energia limpa têm vindo a receber mais ampla atenção recentemente. Em relação a isso, as células de combustível aparecem como fontes magníficas para a geração de energia limpa. Nas células de combustível, as membranas de polímeros são usadas como eletrólitos, (membrana de troca de próton -PEMFC). Este trabalho tem por objetivo elucidar a relação entre a estrutura e propriedades de novos materiais que possam ser empregados como eletrólito sólido em células a combustível. Para tanto, foram preparados e caracterizados copolímeros obtidos a partir dos monômeros 5-(4-oxipentilfenil)-2-octiltetrazol e estireno. O copolímero foi sintetizado na proporção molar de 92:8 de estireno: 5-(4-oxipentilfenil)-2-octiltetrazol. Com o objetivo de elucidar também as características de copolímero e efeito da estrutura do material e as propriedades físicas foram investigados.

**Metodologia**

Os métodos de síntese obtidos da literatura foram adaptados para os sistemas utilizados. Para a preparação dos copolímeros foram realizadas as seguintes sequências de reações:

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)

Dopagem de nano partículas em fase polimérica

**Resultados e Discussão**

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

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

Analisando os termogramas, observamos que o copolímero dopado com nanopartículas de prata apresenta estabilidade térmica até a temperatura de aproximadamente 400°C. Este valor é superior ao observado para o copolímero puro e também para o monômero 5-(4-oxipentilfenil)-2-octiltetrazol. Observamos que a decomposição térmica do copolímero dopado acontece em etapas. A primeira etapa inicia em cerca de 120°C, característico da liberação de solventes utilizados para as reações. Em 268°C observamos uma segunda perda de massa e, posteriormente, em 400°C observamos a terceira etapa de perda de massa. Nas duas primeiras etapas, a massa perdida é de aproximadamente 9% da massa da amostra, o que pode estar associado à liberação de solvente.

Foi realizado a análise de difração de raio x (DRX) no copolímero dopado com nano partículas de prata, onde analisando o espectro observou-se que realmente ocorreu a dopagem, e a nano

partícula se mostraram-se com tamanho de 15nm.

### **Conclusão**

Neste trabalho apresentamos a síntese de um novo composto o poli (estireno-co- 5-(4-oxipentilfenil)-2-octiltetrazol. Desde modo, a unidade tetrazol foi introduzida no sistema para alterar polarizabilidade molecular buscando maior efeito de empacotamento. Todos os compostos intermediários e finais foram caracterizados quimicamente, e quanto à estrutura e estabilidade térmica. Portanto, os resultados obtidos demonstram um aumento da estabilidade térmica o qual deve estar associado ao fator empacotamento molecular.

### **Referências Bibliográficas**

GREELEY; R.S. Long Road Ahead For Hydrogen Fuel Cell Cars Science Vol. 295, p. 1235, (2002).

SERVICE; R.F. Shrinking Fuel Cells Promise Power In Your Pocket Science Vol. 296, p. 1222, (2002).

### **Fonte Financiadora**

UNESC-CNPQ

**Painel - Pesquisa****Engenharias - Engenharia Química****DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE VIDROS BACTERICIDAS E FUNGICIDAS CONTENDO ESPÉCIES DE  $Zn^{2+}$  PARA APLICAÇÃO COMO ADITIVO ANTIMICROBIANO****ZALDGUIER, E. O., MENDES, E., RIELLA, H. G., MENDES, E.**

zaldguer@unesc.net, elt.kof@hotmail.com, riella@enqufsc.br, erlon@unesc.net

**Instituição: UNESC - UNESC****Laboratório / Grupo de Pesquisa: Grupo de Reatores e Simulação Numérica***Palavras-chave: Troca iônica, Vidro biocida.***Introdução**

O desenvolvimento e a aplicação de materiais com ação antimicrobiana têm se mostrado uma forma eficiente para a redução de riscos oferecidos à vida humana pela ação de fungos, bactérias e outros patógenos. Sabe-se que, através do efeito oligodinâmico – efeito tóxico dos íons metálicos sobre diversos microrganismos, mesmo em concentrações relativamente baixas – alguns metais promovem a morte de microrganismos e impedem a proliferação dos mesmos. Em particular, a incorporação de íons zinco concede aos materiais alta propriedade bactericida e fungicida, com efeitos proporcionais a concentração de íons. Empregando o processo de troca iônica entre íons de sódio, presentes em materiais vítreos, e íons de zinco, poderá ser desenvolvido um material vítreo em pó com propriedades bactericidas e fungicidas para uso em inúmeros produtos. O objetivo deste trabalho é avaliar o efeito da concentração de sulfato de zinco no meio iônico e do tempo de reação na eficiência bactericida e fungicida de aditivos vítreos biocidas produzidos por processo de troca iônica em solução aquosa.

**Metodologia**

O pó de vidro foi submetido à troca iônica em um meio iônico contendo  $ZnSO_4$  como fonte de íons zinco e  $NaNO_3$  como auxiliar de reação. Neste processo, o vidro foi imerso em uma solução contendo o meio iônico e mantido sob constante agitação. Após a troca iônica, cada amostra foi lavada em água deionizada por dois dias, para que o sódio residual incorporado na superfície do vidro durante a troca iônica fosse removido. Diferentes quantidades de  $ZnSO_4$  no meio iônico (4,00; 11,00; 18,00 g) e diferentes tempos de reação (2,0; 5,0; 8,0 h) foram utilizados no desenvolvimento das amostras e o efeito das ações bactericida e fungicida foram avaliados empregando o método de planejamento experimental fatorial e técnicas de caracterização

microbiológica – método disco-difusão com as espécies de bactéria *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus* e a espécie de fungo *Candida albicans*. O projeto experimental utilizado foi do tipo fatorial  $2^k$ , com dois fatores.

**Resultados e Discussão**

Os resultados microbiológicos foram analisados estatisticamente, de acordo com o planejamento experimental. A análise estatística dos resultados mostra que as variações da massa de  $ZnSO_4$  utilizada no meio iônico e do tempo de reação, em processos de troca iônica efetuados em solução aquosa, foram significativas para a área do halo de inibição obtida pelo método disco-difusão para as bactérias *Escherichia coli* e *Staphylococcus aureus* e para o fungo *Candida albicans*.

**Conclusão**

A formação do halo de inibição durante a análise microbiológica comprova a propriedade biocida de íons  $Zn^{2+}$  e mostra que o uso de  $ZnSO_4$  como sal fornecedor de íons zinco é adequado. Os resultados ainda mostram que o processo de troca iônica pode ser realizado em solução aquosa, sem necessidade de tratamento térmico. A análise estatística dos dados mostra que a massa de  $ZnSO_4$  utilizada no meio iônico e o tempo de reação são significativos para o desenvolvimento de vidros com propriedades bactericida e fungicida.

**Referências Bibliográficas**

- [1] FIORI, M. A.; PAULA, M. M. S.; BERNARDIN, A. M.; RIELLA, H. G. e ANGIOLETTO, E. Materials Science and Engineering C (2009), p. 1-5.
- [2] CHAKRAVARTI, A.; GANGODAWILA, S.; LONG, M. J.; MORRIS, N. S.; BLACKLOCK, A. R. e STICKLER, D. J. The Journal of Urology 174 (2005), p. 1129-1132.

[3] SILVER, Simon. Bacterial silver resistance: Fems Microbiology Reviews, University Of Illinois - Chicago USA, p.1-13, 29 abr. 2003.

**Fonte Financiadora**

Engenharias - Engenharia Química

## Painel - Pesquisa

### Engenharias - Engenharia Química

## ESTADO DA ARTE DOS MATERIAIS UTILIZADOS NO DESENVOLVIMENTO DE BATERIAS

ZALDGUER, E. O., MENDES, E., RIELLA, H. G., MENDES, E.

*zaldguer@unesc.net, elt.kof@hotmail.com, riella@enqfsc.br, erlon@unesc.net*

**Instituição:** UNESC - UNESC

**Laboratório / Grupo de Pesquisa:** Grupo de Reatores e Simulação Numérica

*Palavras-chave:* Baterias; Eletrodos; Lítio.

### Introdução

A tecnologia das baterias de íons lítio têm dominado o campo das fontes avançadas de energia, substituindo diversas baterias já existentes no mercado, particularmente na área da comunicação, computação e eletrônica. O progresso significativo das baterias de íons lítio se deve principalmente às inúmeras inovações no desenvolvimento de materiais para baterias, no projeto e nos aspectos de segurança das mesmas.

Um material adequado à utilização em baterias deve ser um condutor misto iônico/eletrônico. Suas propriedades de transporte iônico e eletrônico determinam os níveis de corrente máximo e estacionário na bateria. Buscam-se materiais onde a posição do nível de Fermi do material dê origem a diferenças de potencial adequadas.

O objetivo deste trabalho é avaliar as vantagens e desvantagens do emprego de diferentes materiais no projeto de baterias recarregáveis de íons lítio.

### Metodologia

Uma bateria de íons lítio é composta pelo catodo (óxido de metal de transição intercalado com íons lítio), pelo anodo (grafite intercalado com íons lítio), eletrólito (solvente não aquoso) e separadores apropriados (polímero separador). Nela, os íons lítio devem ser reversivelmente intercalados na estrutura do grafite (eletrodo negativo) e do óxido metálico (eletrodo positivo) durante os processos de carga e descarga, respectivamente. O eletrólito é a fase onde as cargas são transportadas pelo movimento dos íons em solução. Devido a problemas associados à corrosão, inflamabilidade e demais, surgiu a necessidade de desenvolvimento de eletrólitos sólidos.

O potencial de célula de uma bateria recarregável de íons lítio é determinado pela diferença entre os potenciais eletroquímicos do lítio dentro de seus eletrodos. Os eletrodos positivo e negativo devem

ser compostos capazes de intercalar reversivelmente íons lítio durante os sucessivos ciclos de carga e descarga.

### Resultados e Discussão

A maioria das melhorias implementadas para materiais anódicos na última década envolvem materiais carbonáceos. Embora a troca do eletrodo negativo (anodo) de lítio metálico por carbono litiado ocasione um significativo sacrifício na densidade energética da célula (de 3860 para 372 mAh/g), oferece vantagens expressivas em termos de segurança e ciclo de vida da bateria.

Os materiais catódicos mais investigados são: LiCoO<sub>2</sub>, LiNiO<sub>2</sub>, LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> e misturas de óxidos de metais de transição.

O composto lamelar LiCoO<sub>2</sub> exibe boas propriedades eletroquímicas e é o composto mais usado como catodo em baterias comerciais de íons lítio. Este eletrodo proporciona uma alta tensão de célula de cerca de 4 V e uma capacidade específica reversível de cerca de 140 mAh/g.

O LiNiO<sub>2</sub> possui como principal vantagem elevada capacidade específica reversível (aproximadamente 170 mAh/g) e menor custo em comparação ao material isoestrutural LiCoO<sub>2</sub>. Porém, eventual sobrecarga em um catodo de LiNiO<sub>2</sub> pode ocasionar problemas devido à instabilidade térmica do óxido NiO<sub>2</sub>.

A utilização do espinélio LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> como catodo resulta em uma capacidade específica reversível de 120 mAh/g e uma tensão entre 3 e 4 V. Entretanto as baterias de LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> apresentam acentuada queda da capacidade específica à medida em que os ciclos de carga e descarga ocorrem.

### Conclusão

Entre os diversos compostos catódicos de inserção de lítio conhecidos, os óxidos LiCoO<sub>2</sub>, LiNiO<sub>2</sub> e LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> possuem um elevado potencial de eletrodo (4 V versus Li<sup>+</sup>), se tornando catodos

atrativos para células de íons lítio. Embora catodos constituídos por óxidos mistos como  $\text{LiMnCoO}_4$  ofereçam um potencial de 5 V versus lítio, o longo período para estabilizar o catodo e o eletrólito sob alta tensão precisa ser avaliado antes de considerá-los células comerciais. Por outro lado, grafite e coque possuem um baixo potencial de eletrodo ( $< 1$  V versus lítio metálico) e baixo peso, tornando-se anodos atrativos.

### **Referências Bibliográficas**

[1] JULIEN, C. e STOYNOV, Z. Materials for Lithium-Ion Batteries. Dordrecht: NATO Science Series, 2000, 641 p.

[2] NAZRI, G. e PISTOIA, G. Lithium Batteries: Science and Technology. New York: Springer Science + Business Media, LLC, 2009. 708 p.

[3] YOSHIO, M.; BRODD, R. J. e KOZAWA, A. Lithium-Ion Batteries: Science and Technologies. New York: Springer Science + Business Media, LLC, 2009. 452 p.

**Painel - Pesquisa****Engenharias - Engenharia Química****DESENVOLVIMENTO DA CINÉTICA MICROBIANA DA BIOPRODUÇÃO DE HIDROGÊNIO E USO DE CÉLULA A COMBUSTÍVEL COMO MÉTODO ANALÍTICO PARA A QUANTIFICAÇÃO DE HIDROGÊNIO****SILVA, N. S., NIERO, D. F., ALEXANDRE, E. S., MENDES, E.***naiana-nah@hotmail.com, danila\_niero@hotmail.com, dizandra.alexandre@hotmail.com, erlon@unesc.net***Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE**  
**Laboratório / Grupo de Pesquisa: ladebima***Palavras-chave: Hidrogênio - Produção biológica - Célula a combustível***Introdução**

O hidrogênio tem se destacado como uma nova fonte de energia por ser um elemento leve e possuir o mais alto poder calorífico quando comparado com outros combustíveis [1]. É de fonte renovável e não poluente, sendo fácil de converter em energia elétrica através das células a combustível.

**Metodologia**

A obtenção do hidrogênio foi através da bactéria *Clostridium acetobutylicum* ATCC 824. A partir de uma cepa refrigerada a -20°C foi realizada uma pré-cultura submetendo-a a um Meio Clostidial Reforçado (RCM) para reativá-la. O meio foi inoculado em capela de fluxo laminar esterilizada, e então colocado em um jarro de anaerobiose com um sachet do produto Anaerogen da Oxoid por 24 horas. Logo após, o meio RCM foi separado em alíquotas e transportado para garrafas que foram tampadas com rolhas de silicone contendo dois tubos de vidro e adaptadas com mangueiras de silicone, uma mangueira para a saída do gás e outra para entrada do nitrogênio e retirada das alíquotas de hora em hora para análise e fechadas com pinças de Mohr. Em seguida, as garrafas foram colocadas em um agitador orbital e foi borbulhado nitrogênio para garantir a saída de todo oxigênio. As mangueiras de saída de ar foram ligadas a lavadores de gás com uma solução de 1M de NaOH, para capturar CO<sub>2</sub>. De uma das garrafas, o lavador de gás foi conectado a uma proveta invertida para poder quantificar o gás gerado. Da outra, o lavador de gás foi conectado a uma célula a combustível e esta conectada a um multímetro, para quantificar a tensão elétrica gerada pelo hidrogênio produzido pela bactéria. O procedimento teve duração de 11 horas. A medida da concentração de célula foi realizada por turbidimetria e por peso seco, já a concentração de substrato foi obtida por refratometria. A proveta invertida permitiu obter o volume de hidrogênio produzido, o que foi

convertido para concentração de produto. Os dados obtidos foram tratados para a obtenção dos parâmetros cinéticos tendo como base a equação de Monod (1) e procedimentos de Engenharia Bioquímica [2].

$$\mu = (\mu_m \cdot S) / (K_s + S) \quad (1)$$

**Resultados e Discussão**

Os dados cinéticos foram obtidos usando cálculos de um reator a batelada. Assim, obteve-se para a proveta invertida os seguintes parâmetros cinéticos e estequiométricos:  $\mu = 0,2371 \text{ h}^{-1}$ ,  $\mu = 0,3058 \text{ gX/gS}$  e  $\mu = 0,3931 \text{ gX/gP}$ , a velocidade específica de crescimento máximo, o fator de conversão de substrato em células e a correlação entre a geração de produto e produção de células, respectivamente. Para a célula a combustível os valores foram  $\mu = 0,2187 \text{ h}^{-1}$ ,  $\mu = 0,2901 \text{ gX/gS}$  e  $\mu = 0,3119 \text{ gX/gP}$ . Um valor de 4,5 gS/L para a constante foi o mesmo para as duas variantes do experimento. Uma comparação de pressão e voltagem foi realizada com hidrogênio puro, obtido por eletrólise da água, e o experimental, onde os valores de 0,4 kgf/cm<sup>2</sup> e 1,40 V foram encontrados para o H<sub>2</sub> puro e 0,075 kgf/cm<sup>2</sup> e 0,067 V para H<sub>2</sub> experimental, o que evidenciou a falta de eficiência dos lavadores de gás na remoção do CO<sub>2</sub>. As diferenças de pressão e voltagem obtidas permitiram estimar uma fração molar de hidrogênio no gás de 25%.

**Conclusão**

Através dos dados obtidos houve comprovação da geração biológica de hidrogênio, tendo um percentual de aproximadamente 25%. Porém, a geração de gás CO<sub>2</sub> no experimento causou uma baixa produção de energia elétrica. Mesmo com limitações, a célula a combustível se mostrou promissora na determinação da concentração de hidrogênio produzido pela bactéria.

## **Referências Bibliográficas**

[1] SANTOS, F. M. S. M. D.; SANTOS, F. A. C. M. D. O combustível "hidrogênio". Educação, ciência e tecnologia, 2004. Disponível em:<<http://www.ipv.pt/millennium/millennium31/15.pdf> >. Acesso em: 08/14.

[2] SCHMIDELL, Willibaldo; LIMA, Urgel de Almeida; BORZANI, Walter; AQUARONE, Eugênio. Biotecnologia industrial. São Paulo: Edgard Blücher, 2001. 4 v. ISBN 8521202792

**Oral - Pesquisa****Engenharias - Engenharia Química****APLICAÇÃO DE NANOFERRO PARA REAÇÃO DE DECOMPOSIÇÃO DE ORGANOCOLORADOS****FELTRIN, N., VIEIRA, G. B., SOUZA, C. M., PETERSON, M.***nil\_feltrin@hotmail.com, gabinha24@hotmail.com, cirtia.maximo@yahoo.com.br, mpe@unesc.net***Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE**  
**Laboratório / Grupo de Pesquisa: iparque***Palavras-chave: Nanopartículas. Ferro Zero-Valente.***Introdução**

Devido à poluição do solo por meio dos rejeitos das atividades industriais, surge a necessidade de técnicas alternativas para a remediação ambiental. Nesse sentido, a nanotecnologia tem se mostrado eficiente devido à elevada reatividade dos materiais utilizados e o reduzido uso da quantidade de matéria-prima. Assim, novas técnicas vêm sendo estudadas como o uso de ferro com valência zero na degradação dos resíduos poluentes.

Este trabalho, por sua vez, visa a síntese de nanopartículas de ferro zero valente (nZVI) e apresenta resultados do processo de degradação do corante azul de metileno.

**Metodologia**

Para sintetizar as nZVI utilizaram-se duas soluções: uma 0,5 M de cloreto férrico e outra 0,8 M de boro hidreto de sódio.

A solução de cloreto férrico foi adicionada a um balão de três bocas devidamente tampado e submetido à agitação magnética. A solução de boro hidreto de sódio foi colocada em uma bureta.

Adicionou-se a solução de boro hidreto de sódio à solução de cloreto férrico a uma vazão aproximada de 1 gota a cada 2 segundos.

Assim que se iniciou a reação, observou-se a formação de precipitado preto de ferro. Para separá-lo, empregou-se o processo de filtração a vácuo. Após a filtragem, para proteger o material retido no filtro da oxidação, este foi lavado com acetona.

Aplicaram-se na caracterização do precipitado as análises de difração de raios-X, difração a laser e microscopia eletrônica de transmissão.

Para testar a adsorção do azul de metileno pelas nZVI na coluna em leito fixo, prepararam-se soluções com concentração de 100 mg/L. A coluna cotendo 280 g de areia foi conectada a um controlador de vazão na entrada e contaminada

até que a concentração de azul de metileno na saída se igualasse a da entrada.

Posteriormente, essas colunas contaminadas foram submetidas à degradação: uma utilizando somente água, para comparação com o uso de nanopartículas de ferro zero valente, e outra utilizando solução de nanopartículas de ferro zero valente, objetivando o estudo do efeito da concentração de nZVI na degradação do corante.

**Resultados e Discussão**

As nZVI sintetizadas demonstraram características do material ferro em valência zero (Fe<sup>0</sup>).

O uso da acetona se mostrou eficaz, pois uma análise 20 dias após o primeiro teste provou a permanência do material em valência zero.

As nZVI apresentaram vários tamanhos de aglomerados de partículas, porém as partículas de ferro zero valente possuem tamanho nano menor do que 100 nm e formato esférico em sua maioria.

Os resultados dos testes para a degradação do corante em leito fixo utilizando somente água apresentou concentrações maiores de corante do que os testes utilizando solução de nZVI.

**Conclusão**

A síntese de nanopartículas de ferro zero valente teve bons resultados e é de simples realização, resultando em partículas de formato esférico e diâmetro entre 10-100 nm. Os resultados dos testes demonstram que as nanopartículas agem sobre o contaminante, logo o uso de nZVI para a degradação do corante azul de metileno na areia é eficaz.

**Referências Bibliográficas**

VIEIRA, Gabriela Bonfanti. Uso de nanopartículas de ferro zero-valente na remediação de solos contaminados: degradação redutiva do azul de metileno. 2014. 109 f. Dissertação (Mestrado em

Engenharia Química) – Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Química, Florianópolis, 2014.

Yu-Hao Lin, Hui-Hsin Tseng, Ming-Yen Wey, Min-Der Lin, Characteristics of two types of stabilized nano zero-valent iron and transport in porous media, Science of the Total Environment 408 (2010) p. 2260–2267.

#### **Fonte Financiadora**

Programa de Iniciação Científica PIC 170/UNESC.