Anais

XXIV Simpósio Brasileiro de

ELETROQUÍMICA & ELETROANALÍTICA

Sociedade Brasileira de Eletroquímica e Eletrocatálise
SBEE

UNISINOS
DESAFIE O AMANHÃ.

PPGAD
Programa de Pós-Graduação em Ambiente e Desenvolvimento

UNIVATES

Simone Stülp
Tatiana Rocha
Leandro Machado de Carvalho
Daniel Ricardo Arsand
Daiane Dias
Pedro Hernandez Jr.
Fernanda Trombetta
Alexandre Schneider
(Orgs.)

Anais do XXIV Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica

1ª edição

EDITORA
UNIVATES

Lajeado/RS, 2024

ISBN 978-85-8167-307-3

Universidade do Vale do Taquari - Univates
Reitora: Profa. Ma. Evania Schneider
Vice-Reitora e Pró-Reitora de Ensino: Profa. Dra. Fernanda Storck Pinheiro
Pró-Reitor de Pesquisa e Pós-Graduação: Prof. Dr. Carlos Cândido da Silva Cyrne

EDITORA UNIVATES

Editora Univates
Coordenação: Prof. Dr. Carlos Cândido da Silva Cyrne
Editoração: Marlon Alceu Cristófoli

Avelino Talini, 171 – Bairro Universitário – Lajeado – RS, Brasil
Fone: (51) 3714-7024 / Fone: (51) 3714-7000, R.: 5984
editora@univates.br / http://www.univates.br/editora

S612 Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica (24. : 2023 : Lajeado, RS)

Anais do XXIV Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica, 2 a 5 de outubro de 2023, Lajeado, RS [recurso eletrônico] / Simone Stülp et al. (org.) – Lajeado : Editora Univates, 2023.

Disponível em: www.univates.br/editora-univates/publicacao/413
ISBN 978-85-8167-307-3

1. Eletroquímica. 2. Eletroanalítica. 3. Anais. I. Stülp, Simone. II. Rocha, Tatiane. III. Carvalho, Leandro Machado de. IV. Arsand, Daniel Ricardo. V. Dias, Daiane. VI. Hernandez Jr., Pedro. VII. Trombetta, Fernanda. VIII. Schneider, Alexandre. IX. Título.

CDU: 543.55

Catalogação na publicação (CIP) – Biblioteca Univates
Bibliotecária Gigliola Casagrande – CRB 10/2798

As opiniões e os conceitos emitidos, bem como a exatidão, adequação e procedência das citações e referências, são de exclusiva responsabilidade dos autores e não refletem necessariamente a visão do Conselho Editorial da Editora Univates e da Univates.

ISBN 978-85-8167-307-3

ANAIS DO XXIV SIMPÓSIO BRASILEIRO DE ELETROQUÍMICA E ELETROANALÍTICA

Comissão Organizadora:

Simone Stülp - Univates

Tatiana Rocha - Unisinos

Leandro Machado de Carvalho - UFSM

Daniel Ricardo Arsand - IFSUL

Daiane Dias - Furg

Pedro Hernandez Jr. - IFSUL

Fernanda Trombetta - FURG

Alexandre Schneider - UFRGS

Comissão Científica:

Christiane de Arruda Rodrigues - Unifesp

Adalgisa Rodrigues de Andrade - USP/Ribeirão Preto

Marco Antonio Siqueira Rodrigues - FEEVALE

Thiago Paixão - USP/São Paulo

Orlando Fatibello Fillho - UFSCAR/São Carlos

Cláudia de Oliveira Trindade - FEEVALE

Edson Ticianelli - USP/São Carlos

Mauro Santos - UFABC

Rodrigo Munoz - UFU

Wallans Torres - UFVJM

Cristiane Luisa Jost - UFSC

Bruno Janegitz - UFSCAR/Araras

Carlos Martinez Huitle - UFRN/Natal

Lauro Kubota - Unicamp

Eliane D'Elia - UFRJ

Emerson S. Ribeiro - UFRJ

ISBN 978-85-8167-307-3

Parceiros e Patrocinadores:

ISBN 978-85-8167-307-3

Apresentação

O SIBEE é um evento bienal realizado desde 1978, sendo o mais importante fórum nacional para discussão dos avanços e desafios da eletroquímica e eletroanalítica, assim como para a divulgação de resultados científicos e tecnológicos. É importante ressaltar que o SIBEE sempre primou pela qualidade e rigor das discussões dos trabalhos apresentados, buscando trazer cientistas nacionais e internacionais de reconhecidas competências para ministrar conferências e discutir ciência no mais alto nível.

Dentre os objetivos específicos destacam-se:

- Divulgação de resultados de pesquisas básicas e tecnológicas de iniciação científica, mestrado, doutorado e pós doutorado em eletroquímica e eletroanalítica e áreas transversais;
- Encontro com pesquisadores nacionais e estrangeiros, palestrantes convidados e de grande reconhecimento em suas respectivas áreas de atuação, possibilitando trocas de experiências e cooperações nacionais e internacionais;
- Promover o encontro de membros da sociedade e de estudantes (graduação e pós-graduação), professores, pesquisadores e profissionais da área de eletroquímica e eletroanalítica e áreas transversais.

Portanto, ao longo dos anos, o SIBEE tem proporcionado uma ótima oportunidade para a celebração da SBEE, divulgação de trabalhos científicos e debate de ideias, visando avanços tecnológicos e trocas de experiências.

ISBN 978-85-8167-307-3

SUMÁRIO

Bioeletroquímica, Biossensores e Bioanalítica

DEVELOPMENT OF AN ELECTROCHEMICAL *CYCLOOXYGENASE* BIOSENSOR TO EVALUATE TARGET-DRUG VIABILITY AND INTERACTIONS 20

AVALIAÇÃO DA MODIFICAÇÃO DE ELETRODOS DE GRAFITE DE LAPISEIRA COM ÁCIDO 4-CUMÁRICO, 4-AMINOBENZAMIDA E ÁCIDO 4-HIDROXIFENILACÉTICO NO DESENVOLVIMENTO DE UM IMUNOSSENSOR PARA LEISHMANIOSE VISCERAL 21

EXPLORANDO OS ASPECTOS MECANÍSTICOS DA REAÇÃO DE OXIDAÇÃO DA ÁGUA PELA BILIRRUBINA OXIDASE ATRAVÉS DE NANOESPECTROELETROQUÍMICA DE ABSORÇÃO DE RAIOS X 22

CONTROLLED GENERATION OF MICRO-SCALE CHEMICAL GRADIENTS: A NEW APPROACH FOR SINGLE-CELL ANALYSES 23

ELECTROCHEMICAL IMMUNOSENSORS BASED ON SCREEN-PRINTED ELECTRODES FOR TRAUMATIC BRAIN INJURY BIOMARKER DETECTION 24

SIMULTANEOUS DETERMINATION OF SARS-COV-2 AND INFLUENZA VIRAL RNA IN SALIVA USING A DISPOSABLE ELECTROCHEMICAL DEVICE 25

STRATEGIES TO IMPROVE THE CHARGE TRANSFER PERFORMANCE OF MICROALGAE-BASED BIOPHOTOELECTRODES 26

A LABEL-FREE ELECTROCHEMICAL BIOSENSOR BASED ON CRISPR/CAS12A FOR THE DETECTION OF *STAPHYLOCOCCUS AUREUS* BACTERIA DNA 27

IMOBILIZAÇÃO ENZIMÁTICA EFICIENTE A PARTIR DE UMA NOVA MATRIZ DE NANOCOMPÓSITO DE POLIPIRROL PARA DETECÇÃO ELETROQUÍMICA DO PESTICIDA CARBARIL 28

LIGHT-DRIVEN DEGRADATION OF CITRUS INDUSTRY WASTEWATER USING INTACT PHOTOSYNTHETIC BACTERIA-BASED PHOTOANODES 29

GENOMAGENETIC METHOD USING MAGNETIC BEADS DECORATED WITH DNA PROBE AND DISPOSABLE DEVICES FOR DETECTION OF MIRNA-208B FOR DIAGNOSIS OF HEART DISEASES 30

ELECTROCHEMICAL APTAMER-BASED BIOSENSOR DEVELOPED TO MONITOR PCA3 AND PSA RELEASED BY PROSTATE CANCER CELLS 31

DISPOSABLE ECOFRIENDLY ELECTROCHEMICAL IMMUNOSENSOR FOR FAST DETECTION OF SARS-COV-2 32

SEROLOGIC DIAGNOSIS OF COVID-19 USING MAGNETO-IMMUNOASSAY FOR ELECTROCHEMICAL DETECTION OF ANTI-SARS-COV-2 NUCLEOCAPSID PROTEIN ANTIBODIES USING DISPOSABLE MICROFLUIDIC DEVICES 33

PRODUCTION OF RHAMONILIPIDS USING FATTY ACIDS FROM AGRO-INDUSTRIAL GUAVA RESIDUES BY BIOELECTROCHEMICAL SYSTEMS 34

ELECTROCHEMICAL PAPER-BASED NANOBIOSENSOR FOR MONKEYPOX DIAGNOSIS AT POINT-OF-CARE 35

IMPEDIMETRIC IMMUNOSENSOR FOR DETECTION OF *CANDIDATUS* LIBERIBACTER ASIATICUS IN CITRUS SAMPLES USING MAGNETIC NANOPARTICLES 36

FABRICAÇÃO DE ELETRODOS IMPRESSOS PARA BIOSSENSORES COM DETECÇÃO CONJUNTA E ESPECÍFICA DA DOENÇA DE CHAGAS E LEISHMANIOSE VISCERAL 37

ELECTROCHEMICAL STUDY OF TARTRAZINE-DNA AND BLUE BRILLIANT-DNA *IN SITU* INTERACTIONS USING A NOVEL DNA-BIOSENSOR CARBON PASTE ELECTRODE MODIFIED WITH NATURAL DEEP EUTECTIC SOLVENT 38

IMUNOSSENSOR ELETROQUÍMICO PARA A DETECÇÃO DO SARS-COV-2 UTILIZANDO ELETRODOS DE GRAFITE DE LAPISEIRA MODIFICADOS COM POLI(ÁCIDO 4-HIDROXIBENZOICO) 39

EMPREGO DE *PSEUDOMONAS* ISOLADA DE SOLO COMO BIOCATALISADOR EM CÉLULA A COMBUSTÍVEL MICROBIANA 40

INVESTIGAÇÃO DO USO DE DIFERENTES MONÔMEROS NO DESENVOLVIMENTO DE UM TRANSDUTOR IMPEDIMÉTRICO DE BAIXO CUSTO PARA DETECÇÃO DO VÍRUS VACCINIA 41

PERFORMANCE OF CHLOROPLAST-BASED BIOPHOTOELECTRODE TO DETECTION OF HERBICIDES 42

BIOSSENSOR IMPEDIMÉTRICO PARA A DETECÇÃO DE SARS-COV-2 EM AMOSTRAS DE SALIVA BASEADO EM NANOTUBOS DE POLIPIRROL, HIDRÓXIDO DE NÍQUEL E FRAGMENTOS DE ANTICORPOS VHH 43

ISBN 978-85-8167-307-3

BIOSSENSOR ELETROQUÍMICO PARA DETECÇÃO DE *HELICOBACTER PYLORI* EM AMOSTRAS DE SALIVA 45

DESENVOLVIMENTO DE UM IMUNOSSENSOR IMPEDIMÉTRICO PARA A DETECÇÃO DO VÍRUS SINCICIAL RESPIRATÓRIO 46

DESENVOLVIMENTO DE UM SENSOR ELETROQUÍMICO DESCARTÁVEL PARA MONITORAMENTO DE METABÓLITO DE INFECÇÃO BACTERIANA EM SALIVA 47

TRIGLYCERIDE IMPEDIMETRIC BIOSENSOR BASED ON SOL-GEL IMMOBILIZATION OF LIPASE ENZYME ON FTO MODIFIED WITH SILICA/ZIRCONIA AND GOLD NANOPARTICLES 48

AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DO PROCESSO DE ATIVAÇÃO EM UM BIOSSENSOR IMPEDIMÉTRICO PARA DETECÇÃO DO VÍRUS VACCINIA UTILIZANDO ELETRODOS DE GRAFITE DE LAPISEIRA COM FILMES POLIMÉRICOS 49

RAPID AND ACCURATE DETECTION OF HERPES SIMPLEX VIRUS TYPE 2 USING AN ELECTROCHEMICAL BIOSENSOR 50

BIOSSENSORES IMPEDIMÉTRICOS CONSTRUÍDOS A PARTIR DE PLATAFORMAS NANOESTRUTURADAS FORMADAS DE POLÍMEROS CONDUTORES E OURO 51

ELECTROCHEMICAL DETECTION OF THE SARS-COV-2 SPIKE PROTEIN IN SEWAGE SAMPLES: AN IMPORTANT INDICATOR OF THE DYNAMICS OF THE COVID-19 OUTBREAK IN THE CITY OF SÃO CARLOS-SP 52

Eletroanalítica e Sensores Eletroquímicos

TÉCNICA VOLTAMÉTRICA PARA DETERMINAÇÃO DE GLUTATIONA EM MEDICAMENTOS MANIPULADOS 54

ELECTROCHEMICAL SENSOR BASED ON CARBON BLACK AND COBALT PHTHALOCYANINE COMPOSITE TOWARDS CYSTEINE DETECTION 55

LASER-SCRIBED GRAPHENE ON PAPER TOWARD SCALABLE FABRICATION OF ECO-FRIENDLY AND DISPOSABLE ELECTROCHEMICAL SENSORS FOR FORENSIC-ORIENTED DETERMINATION OF LIDOCAINE 56

ANÁLISE VOLTAMÉTRICA DA DISTRIBUIÇÃO DE ESPÉCIES DE TÁLIO EM ÁGUAS SUPERFICIAIS DE REGIÃO DE MINERAÇÃO 57

DEVELOPMENT OF A SIMPLE ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR NITRITE DETECTION IN REAL SAMPLES 58

UTILIZING BIO-BASED PLASTICIZER CASTOR OIL AND RECYCLED PLA FOR THE PRODUCTION OF CONDUCTIVE ADDITIVE MANUFACTURING FEEDSTOCK AND DETECTION OF BISPHENOL A 59

BANANA PULP EXTRACT-BASED ELECTROCHEMICAL SENSOR WITH GOLD NANOPARTICLES AND GRAPHENE FOR THE DETERMINATION OF CAFFEIC ACID 60

MONITORAMENTO DA EXPOSIÇÃO DÉRMICA DE TRABALHADORES RURAIS AO HERBICIDA SULFENTRAZONA UTILIZANDO SENSORES ELETROANALÍTICOS IMPRESSOS EM 3D 61

DEVELOPMENT OF AN ACTIVE LAYER FOR OXYTETRACYCLINE SENSING: AN ANTIBIOTIC USED IN AQUACULTURE 62

HYBRID GRAPHENE/GOLD NANOPARTICLES HEPARIN-BASED MATERIAL AS A HIGH-PERFORMANCE ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR THE DETERMINATION OF ESCULETIN 63

3D-PRINTED PENCIL HOLDER: TOWARD IMPROVING REPRODUCIBILITY OF PENCIL-DRAWN PAPER-BASED ELECTRODES 64

RATIOMETRIC ELECTROCHEMICAL SENSOR BASED ON 2D-2D AG NP-MXENE/G-C3N4 HETEROSTRUCTURE MATERIAL FOR THE TYROSINE ELECTROANALYSIS 65

3D-PRINTED ELECTROCHEMICAL SENSORS FOR THE MONITORING OF CONTAMINANTS OF EMERGING CONCERN IN AQUATIC ECOSYSTEMS 66

NATURAL DEEP EUTECTIC SOLVENT-SUPPORTED EXFOLIATED GRAPHITE NANOPLATELETS FOR THE TYRAMINE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION IN FOOD SAMPLES 67

3D SENSOR BASED ON POLYLACTIC ACID AND CARBON BLACK FOR THE SIMULTANEOUS ELECTROANALYSIS OF KOJIC ACID AND ASCORBIC ACID IN COSMETIC PRODUCTS 68

MXENE-BASED NANOMATERIAL FOR THE ELECTROCHEMICAL DETERMINATIONOF THIAMETOXAM IN HONEY SAMPLES 69

ELECTROCHEMICAL DEVICE BASED ON MOLECULARLY IMPRINTED POLY(PYRROLE) ON SURFACE CONTAINING METALLIC NANOPARTICLES AND REDUCED GRAPHENE OXIDE FOR THE ENANTIOSELECTIVE DETERMINATION OF (D)- AND (L)-LIMONENE IN AGROINDUSTRIAL RESIDUES 70

ISBN 978-85-8167-307-3

MXENE/GOLD NANOPARTICLES NANOCOMPOSITE OBTAINED BY SELF-REDUCTION FOR THE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF VANILLIN 71

CONSTRUCTION OF COMPOSITE MATERIAL ELECTRODES IMMOBILIZED ON 3D PRINTED SUPPORT ELECTROCHEMICALLY TREATED AND MODIFIED WITH SILVER NANO PARTICLES FOR THE DETERMINATION OF NIMESULIDE IN SAMPLES OF PHARMACEUTICAL AND CLINICAL INTEREST 72

SIMPLE ELECTROCHEMICAL SCREENING METHOD OF THE SYNTHETIC CATHINONE 4'-METHYL-α-PYRROLIDINOHEXIOPHENONE (MPHP) IN FORENSIC SAMPLES USING A BORON DOPED DIAMOND ELECTRODE 73

DEVELOPMENT OF A PORTABLE METHOD FOR SECNIDAZOLE DETERMINATION IN SEIZED SAMPLES USING A 3-PRINTING ELECTROCHEMICAL SYSTEM 74

FORMULATION OF A SUSTAINABLE CARBON CONDUCTIVE INK BASED ON NADES/CARBON BLACK AND ITS APPLICATION IN THE DEVELOPMENT OF SCREEN-PRINTED ELECTRODE FOR DETERMINATION OF PARACETAMOL 75

DEVELOPMENT OF AN ELECTROCHEMICAL METHOD COUPLED WITH CHEMOMETRICS FOR PRELIMINARY IDENTIFICATION OF SYNTHETIC CATHINONES IN FORENSIC SAMPLES 76

DETECÇÃO DE IMIDACLOPRIDA POR SENSOR ELETROQUÍMICO COM ÓXIDO DE GRAFENO REDUZIDO E NANOPARTÍCULAS DE OURO E PALÁDIO 77

SELF-REDUCTION OF GOLD NANOPARTICLES USING SULFUR-FUNCTIONALIZED GRAPHENE FOR ELECTROCHEMICAL DOPAMINE DETERMINATION 79

PRUSSIAN BLUE ANALOGUE-BASED RATIOMETRIC ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR BUTRALIN DETERMINATION IN VEGETABLES SAMPLES 80

DEVELOPMENT OF ELECTROANALYTICAL METHOD FOR MONITORING NITAZOXANIDE 81

CATALYTIC DIFFERENTIAL PULSE ADSORPTIVE CATHODIC STRIPPING VOLTAMMETRY (CDPADCSV) AS AN IMPORTANT TOOL IN ELUCIDATING GEOCHEMICAL PROCESSES INVOLVING TRACE METALS: THE CASES OF V, MO AND TI IN THE AMAZON ESTUARINE WATERS 82

EXTRACTION INDUCED BY MICROEMULSION BREAKING AND ADSORPTIVE CATHODIC STRIPPING VOLTAMMETRY (ADCSV) TO ASSAY NI AND FE IN BIODIESEL 83

COST-EFFECTIVE PROTOCOL TO PRODUCE 3D-PRINTED ELECTROCHEMICAL DEVICES USING A 3D PEN AND LAB-MADE FILAMENTS TO CIPROFLOXACIN SENSING 84

DETECTION OF PROSTATE CANCER USING AN ELECTROCHEMICAL SENSOR MODIFIED WITH MOLECULARLY IMPRINTED POLYMER 85

DEVELOPMENT OF PORTABLE SENSORS FOR IN SITU ANALYSIS OF ISOFLAVONES IN SOYBEAN CULTIVARS (GLYCINE MAX) IN THE PIAUÍ STATE 86

DESENVOLVIMENTO DE DISPOSITIVO ANALÍTICO EM PAPEL MODIFICADO COM BIOCHAR PARA DETECÇÃO DE PARACETAMOL COMO UMA FERRAMENTA PARA O CONTROLE DE QUALIDADE DE MEDICAMENTOS DE BAIXA QUALIDADE OU FALSIFICADOS 87

COPPER ASSEMBLED ON CARBON NANOTUBES: A NOVEL APPROACH FOR INDIRECT ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF GLYPHOSATE 88

EMPLOYMENT OF GRAPHENE OXIDE-BASED NANOMATERIALS FOR THE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF DOPAMINE 89

ELETRODOS DE PASTA DE CARBONO MODIFICADOS COM NANOPARTÍCULAS DE PRATA ESTABILIZADAS EM *GARCINIA COCHINCHINENSIS* 90

AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE ANTIOXIDANTE DO EXTRATO DA CASCA DA JABUTICABA POR VOLTAMETRIA CÍCLICA 91

OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE PRODUÇÃO DE ELETRODOS DE ÓXIDO DE GRAFENO INDUZIDOS POR LASER PARA APLICAÇÕES ELETROANALÍTICAS 92

DEVELOPMENT OF SENSOR MODIFIED WITH COPPER PHTALOCYANINE AND MULTI-WALLED CARBON NANOTUBES FOR EVALUATING ELECTROCHEMICAL BEHAVIOR OF NITROFURAZONE IN AQUEOUS MEDIA 93

DESENVOLVIMENTO DE SENSORES IMPRESSOS DESCARTÁVEIS BASEADOS EM NANOCOMPÓSITOS DE PALÁDIO PARA A DETERMINAÇÃO DO ESTRADIOL COMO ANABOLIZANTE ZOOTÉCNICO EM AMOSTRAS DE LEITE 94

SENSOR ELETROQUÍMICO BASEADO EM ÓXIDO DE GRAFENO ELETROQUIMICAMENTE REDUZIDO E NANOFOLHAS DE ZNO PARA DETECÇÃO DE TIRAM 95

PLATINUM NANOPARTICLES DECORATED TITANIUM CARBIDE AS AN EFFICIENT ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR THE TRICLOSAN DETERMINATION 96

ISBN 978-85-8167-307-3

ISONIAZID ANTIBIOTIC QUANTIFICATION IN ENVIRONMENTAL WATER SAMPLES USING A RECYCLED E-WASTE ELECTROANALYTICAL PLATFORM SENSOR 97

FABRICAÇÃO DE SENSORES ELETROQUÍMICOS A BASE DE TINTA COMERCIAL DE OXIDO DE GRAFENO EM SUBSTRATO DE PVC PARA QUANTIFICAÇÃO DE CAPSAICINA 98

SELECTIVE IDENTIFICATION OF LYSERGIC ACID DIETHYLAMIDE (LSD) IN FORENSIC SAMPLES USING VOLTAMMETRY ASSOCIATED WITH EHRLICH'S COLORIMETRIC REAGENT 99

DEVELOPMENT OF AN ANTIFOULING STRATEGY FOR THE DETECTION OF A MOLECULE WITH HIGH ADSORPTIVE CAPACITY USING LAB-MADE SCREEN-PRINTED ELECTRODES 100

HIGHLY SENSITIVE ADSORPTIVE-VOLTAMMETRIC METHOD FOR DETERMINATION OF HYDROXYCHLOROQUINE 101

HIGHLY-SENSITIVE GLASSY CARBON ELECTRODE MODIFIED WITH WO_3/RGO COMBINED WITH MULTIWALLED CARBON NANOTUBES FOR RUTIN DETECTION 102

SENSOR MODIFICADO COM NANOFIOS DE ÓXIDO DE MANGANÊS PARA DETERMINAÇÃO DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO 103

SENSOR ELETROQUÍMICO DESCARTÁVEL BASEADO EM CARBON BLACK E ÓXIDO MISTO (SIO_2/TIO_2/NB_2O_5) PARA DETERMINAÇÃO DE TRICLOSAN EM AMOSTRAS DE ÁGUA E ANTISSÉPTICO BUCAL 104

COMPOSITE BASED ON POLY(ALIZARIN RED S) AND CARBON NANOTUBES FOR ANABOLIC ANDROGENIC STEROIDS SENSING 106

DESENVOLVIMENTO E OTIMIZAÇÃO DE UM MÉTODO VOLTAMÉTRICO UTILIZANDO ELETRODO DE DIAMANTE DOPADO COM BORO PARA DETERMINAÇÃO DE BENZOILECGONINA 107

SENSOR DE GRAFITE/ÁCIDO POLILÁTICO IMPRESSO EM 3D PARA A DETERMINAÇÃO ELETROQUÍMICA DE EXPLOSIVOS NITROAROMÁTICOS 108

DEVELOPMENT OF A CHEMICALLY MODIFIED VOLTAMMETRIC SENSOR BASED ON CARBON BLACK AND PECTIN FOR THE DETERMINATION OF BENZOPHENONE-3 109

AVALIAÇÃO DE UM MÉTODO ELETROQUÍMICO (CRAC *ASSAY*) PARA DETERMINAÇÃO DA CAPACIDADE ANTIOXIDANTE TOTAL DE MEL DE ABELHA 110

OTIMIZAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE ESFOLIAÇÃO E REDUÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO PARA A DETECÇÃO ELETROQUÍMICA DE CAFEÍNA EM MEIO ÁCIDO 111

STUDY OF CALCIUM RELEASE BY DENTAL COMPOSITES USING AN ION SELECTIVE SENSOR AND THE SECM TECHNIQUE 112

A NEW APPROACH TO FABRICATING ELECTROCHEMICAL SENSORS FROM COMMERCIAL POLYLACTIC ACID/ COPPER FILAMENTS 113

CONDUCTIVE GRAPHITE-BASED INK AND VARNISH SCREEN PRINTED ELECTRODE: A COST-EFFECTIVE APPROACH FOR ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF DIPYRONE 114

DEVELOPMENT OF A PET-BASED PRINTED ELECTRODE MODIFIED WITH CARBON AND MIP MATERIAL FOR THE DETERMINATION OF PARAQUAT 115

INVESTIGATION OF PERFORMANCE BOROPHENE AS MODIFICATION MATERIAL ON ELECTROCHEMICAL SENSOR 116

SELECTIVE DETERMINATION OF 4-BROMO-2,5-DIMETHOXYPHENETHYLAMINE (2C-B) IN FORENSIC SAMPLES USING ENVIRONMENTALLY-FRIENDLY SCREEN- PRINTED ELECTRODES 117

3D-PRINTED ELECTRODES: DESIGN AND VOLTAMMETRIC RESPONSE 118

SENSOR ELETROQUÍMICO BASEADO EM NANOTUBOS DE CARBONO E NANOPARTÍCULAS DE PRATA PARA O MONITORAMENTO DOS NÍVEIS DE SULFAMETAZINA APÓS PROCESSO DE REMEDIAÇÃO 119

EMPREGO DE ELETRODOS IMPRESSOS ASSOCIADOS A VOLTAMETRIA PARA CLASSIFICAÇÃO DAS BEBIDAS ORIUNDAS DO CAFÉ ARÁBICA 120

ESTUDO COMPARATIVO DE ABORDAGENS DE MODIFICAÇÃO DA SUPERFÍCIE ELETRÓDICA EMPREGANDO PORFIRAZINA PARA A DETECÇÃO DE ÓXIDO NÍTRICO (NO) 121

SIMPLE AND DISPOSABLE DEVICE BASED ON SCREEN-PRINTED CARBON ELECTRODE FOR DETECTION OF CIPROFLOXACIN 122

DESENVOLVIMENTO DE SENSOR ELETROQUÍMICO PORTÁTIL E MINIATURIZADO PARA A DETECÇÃO DE CONTAMINANTES EMERGENTES EM AMOSTRAS DE ÁGUAS 123

CONTROLLING THE ATMOSPHERE CONDITIONS FOR CO_2 LASER PYROLYSIS OF PAPER-BASED SENSORS 124

ISBN 978-85-8167-307-3

ELECTROANALYTICAL CONTRIBUTIONS FOR CLEAN ENERGY PRODUCTION AND ENVIRONMENTAL REMEDIATION 125

A NEW GRAPHITIC CARBON NITRIDE-GRAPHITE/PLA ($g\text{-}C_3N_4$-C/PLA) FILAMENT FOR THE MANUFACTURE OF ALL-IN-ONE 3D PRINTED ELECTRODE FOR THE DETERMINATION OF BRILLANT BLUE (E133) IN ISOTONIC DRINKS 126

GREEN SYNTHESIS OF SILVER NANOPARTICLES IN DEEP EUTECTIC SOLVENT AND ITS APPLICATION IN THE MODIFICATION OF CARBON PASTE ELECTRODE FOR DETECTION OF BISPHENOL A IN BOTTLED WATER 127

PRINTED POLYMERIC ELECTROCHEMICAL PLATFORMS FOR STRIOL AND FOLIC ACID DETECTION 128

TRATAMENTO QUÍMICO/ELETROQUÍMICO COMBINADO COM IRRADIAÇÃO A LASER: UMA ESTRATÉGIA PARA APRIMORAR A RESPOSTA DE ELETRODOS DE CARBONO IMPRESSOS EM 3D PARA DETECÇÃO DE CONTAMINANTES EMERGENTES 129

UTILIZAÇÃO DE SENSORES ELETROQUÍMICOS PORTÁTEIS PARA DETERMINAÇÃO DE DROGAS USADAS NO GOLPE “BOA NOITE CINDERELA” 130

SEQUENTIAL DETECTION OF NITRITE AND NITRATE IN DRINKING WATER BY AU/CD-MODIFIED ELECTROCHEMICAL SENSORS 131

STUDIES ON THE USE OF PRE-ACTIVATED SCREEN-PRINTED CARBON ELECTRODE FOR IN LOCO MONITORING OF NIFEDIPINE 132

CARBON PASTE SENSOR MODIFIED WITH SOYBEAN BIOCHAR APPLIED TO THE DETERMINATION OF TARTRAZINE IN JUICES 133

LASER-SCRIBED POROUS GRAPHENE ELECTRODE MODIFIED WITH PRUSSIAN BLUE AS A SENSITIVE TRANSDUCER FOR ELECTROCHEMICAL ENZYMATIC BIOSENSORS 134

DEVELOPMENT OF FLEXIBLE AND BIODEGRADABLE THERMOPLASTIC ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR IMIDACLOPRID DETECTION 135

DEVELOPMENT OF A NEW RENEWABLE CARBON-PASTE-BASED SENSOR FOR THE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF DIAZEPAM IN DISTILLED SPIRITS 136

SENSOR BASEADO EM CARBONO PRINTEX L6 PARA A DETERMINAÇÃO DE MELOXICAN EM AMOSTRAS DE ÁGUAS 137

SENSOR ELETROQUÍMICO FABRICADO EM SUBSTRATO IMPRESSO EM 3D POR ESTEREOLITOGRAFIA MASCARADA (MSLA): UMA ABORDAGEM INOVADORA, SIMPLES, SUSTENTÁVEL E DE BAIXO PARA A PRODUÇÃO DE PLATAFORMAS ANALÍTICAS 138

FLEXIBLE SCREEN-PRINTED CARBON ELECTRODE MODIFIED WITH PANI AND Fe_3O_4@AU FOR ETHINYLESTRADIOL DETECTION 139

3D PRINTED CARBON BLACK/POLYLACTIC ACID ELECTRODE INCORPORATED WITH SILVER NANOPARTICLES APPLIED TO NITRATE SENSING IN WATER SAMPLES 140

DEVELOPMENT OF A SCREEN-PRINTED ELECTRODE ON BEE WAX ON CARBONACEOUS MATERIAL BASED MODIFIED WITH PRINTEX 6L CARBON@CHITOSAN AND AU FOR FOLIC ACID DETECTION 141

ELECTROANALYTICAL SENSOR DEVELOPED FROM SOYBEAN RESIDUES APPLIED TO CAFFEINE DETERMINATION 142

DEVELOPMENT OF ELECTRONIC TONGUE FOR BRAZILIAN BEER DISCRIMINATION AND ADULTERATIONS 143

DETECTION OF ACETAMINOPHEN BY USING SCREEN-PRINTED ELECTRODE BASED ON *APIS MELLIFERA* BEESWAX SUBSTRATE MODIFIED WITH CARBONACEOUS MATERIAL@CHITOSAN 144

FLEXIBLE AND SUSTAINABLE PLANT-WEARABLE SENSORS FOR ON-SITE AND FAST DECENTRALIZED PESTICIDE DETECTION TOWARD PRECISION AGRICULTURE AND FOOD SAFETY 145

ELECTROCHEMICAL SENSOR BASED ON ELECTROPOLYMERIZATION OF AMINOACID ON SURFACE MODIFIED WITH REDUCED GRAPHENE OXIDE FOR QUANTIFICATION OF SUCROSE IN SUGARCANE JUICE 146

ELECTROCATALYTIC OXIDATION OF ASCORBATE USING A NANOPOROUS GOLD MICROELECTRODE 147

IDENTIFICAÇÃO SELETIVA DE LSD, NBOHS, NBOMES E 2CS EM AMOSTRAS FORENSES USANDO UM NOVO REAGENTE COLORIMÉTRICO ASSOCIADO À DETECÇÃO VOLTAMÉTRICA 148

DEVELOPMENT OF PRINTED PET-BASED ELECTROCHEMICAL SENSORS FOR DETERMINATION OF PROSTATE CANCER BIOMARKER 149

MODIFICAÇÃO DE PASTA DE CARBONO COM MIL-88B-NH_2 NO DESENVOLVIMENTO DE UM SENSOR ELETROQUÍMICO PARA CU^{2+} EM ETANOL COMBUSTÍVEL 150

ISBN 978-85-8167-307-3

ELETRODO QUIMICAMENTE MODIFICADO PARA DETERMINAÇÃO SELETIVA DE ADENOSINA NA PRESENÇA DE DERIVADOS ADENÍLICOS FOSFATADOS 151

DESENVOLVIMENTO DE UM BIOSSENSOR ELETROQUÍMICO BASEADO EM AUNPS PARA A DETECÇÃO QUANTITATIVA DE UM GENOMA BACTERIANO 152

POLÍMERO MOLECULARMENTE IMPRESSO ELETROSSINTETIZADO SOBRE ELETRODO SERIGRAFADO DE CARBONO PRODUZIDO EM LABORATÓRIO PARA DETERMINAÇÃO ELETROQUÍMICA DE PARACETAMOL EM MATRIZES AQUOSAS AMBIENTAIS 153

ELECTROCHEMICAL PAPER-BASED SENSOR FOR SENSITIVE DETERMINATION OF CHLOROQUINE AND HYDROXYCHLOROQUINE DRUGS 154

DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO VOLTAMÉTRICA PARA DETERMINAÇÃO DO ANTICOAGULANTE EDOXABANA 155

DETERMINAÇÃO DE HIDROXIMETILFURFURAL EM MEL DE ABELHA UTILIZANDO TÉCNICAS VOLTAMÉTRICAS E ELETRODOS IMPRESSOS: OTIMIZAÇÃO E ENSAIOS DE VALIDAÇÃO INTRALABORIAL 156

USE OF 3D PRINTING TECHNOLOGY FOR THE MANUFACTURE OF NOVEL SENSORS: EVALUATION OF THE ELECTROCHEMICAL BEHAVIOR OF VITAMINS 157

USO DO GRAFITE DE LAPISEIRA COMO SENSOR VOLTAMÉTRICO DE BAIXO CUSTO PARA DETECÇÃO E DOSEAMENTO DA PRAZOSINA EM AMOSTRAS FARMACÊUTICAS 158

DEVELOPMENT OF AN ELECTROCHEMICAL METHOD FOR PRELIMINARY IDENTIFICATION OF KETAMINE IN FORENSIC SAMPLES USING BORON-DOPED DIAMOND ELECTRODE 159

USO DE MICROCHIP ELETROFORÉTICO NO ESTUDO DE “BOA NOITE CINDERELA” 160

MOLECULARLY IMPRINTED ELECTROCHEMICAL SENSOR BASED ON POLY(GLYCINE) FILM FOR THE DETERMINATION OF MONO-RHAMNOLIPIDS PRODUCED FROM GUAVA RESIDUES 161

DESENVOLVIMENTO DE SENSOR ELETROQUÍMICO FABRICADO COM CANETA 3D E OUTROS INSTRUMENTOS DE BAIXO CUSTO PARA A ELETROANÁLISE DE ÍONS ZINCO EM SOLO 162

Eletroquímica Ambiental e Engenharia Eletroquímica

CONVERSÃO ELETROQUÍMICA DE OLANZAPINA EM PRODUTOS DE ALTO VALOR AGREGADO COM A SIMULTÂNEA PRODUÇÃO DE HIDROGÊNIO VERDE 164

INVESTIGAÇÃO DA ATIVIDADE E SELETIVIDADE DE ELETROCATALISADORES FE/N-C PARA A REAÇÃO DE REDUÇÃO DE DIÓXIDO DE CARBONO EM ELETRODO DE DISCO ANEL ROTATÓRIO 165

COMBINED PROCESS OF ADSORPTION, DESORPTION AND ELECTROCHEMICAL OXIDATION FOR WASTEWATER TREATMENT 166

THE ELECTROCHEMICAL GENERATION OF CHLORINE DIOXIDE FOR USE IN ENVIRONMENTAL REMEDIATION 167

ELETROCONVERSÃO DE UM EFLUENTE REAL CONTAMINADO PARA PRODUTOS DE ALTO VALOR AGREGADO 168

AVALIAÇÃO DO PROCESSO DE OXIDAÇÃO ELETROQUÍMICA AVANÇADA PARA A DEGRADAÇÃO DE UMA MISTURA DE CONTAMINANTES EMERGENTES USANDO ÂNODO DE SI/DDB 169

DEGRADAÇÃO DO *P*-NITROFENOL POR ELETROCOAGULAÇÃO UTILIZANDO ELETRODOS DE FERRO EM UMA CÉLULA ELETROQUÍMICA 170

PROJETO DE UM NOVO REATOR ELETROQUÍMICO EM FLUXO PARA ELETROSSÍNTESE DE H_2O_2. UM ESTUDO DAS CONDIÇÕES HIDRODINÂMICAS E OPERACIONAIS PARA APLICAÇÃO EM AUMENTO DE ESCALA 171

ANALYSIS OF BY-PRODUCTS FROM XYLENE DEGRADATION IN ETHANOL MEDIUM, USING METALLIC OXIDE MIXTURE ANODE 172

REVISÃO DOS PROCESSOS DE ELECTRO-FENTON E FOTO-ELETRO-FENTON PARA A DEGRADAÇÃO DE PRODUTOS FARMACÊUTICOS PRESENTES EM DIFERENTES MATRIZES AQUOSAS 173

RUMO À APLICABILIDADE DAS TECNOLOGIAS ELETROQUÍMICAS PARA PROTEÇÃO AMBIENTAL E CONCEITOS DE ECONOMIA CIRCULAR 175

SIMULTANEOUS ELECTROCHEMICAL PRODUCTION OF OXIDANTS USING A TWO-COMPARTMENT REACTOR EQUIPPED WITH A PL6C-BASED GDE CATHODE AND A BDD ANODE 176

METODOLOGIA INOVADORA PARA A SÍNTESE DE ÂNODOS DE SNO_2-SB E SNO_2-SB-IR COM ELEVADA ESTABILIDADE 177

ISBN 978-85-8167-307-3

BIOGAS POTENTIAL FROM CO-DIGESTION OF SOYBEAN MOLASSES AND TREATED LIGNIN FROM SUGARCANE BAGASSE TREATED BY ELECTRO-OXIDATION: PRELIMINARY BATCH RESULTS 178

POLIPIRROL MODIFICADO COM SÍLICA PARA ELETROSSORÇÃO DE CAFEÍNA 179

DEGRADAÇÃO FOTOELETROQUÍMICA DE RESÍDUOS DE PETRÓLEO UTILIZANDO ELETRODOS DE TIO_2 180

REDUÇÃO ELETROQUÍMICA DE N_2 USANDO MOS_2 AMORFO MODIFICADO COM LIGA DE NIFE 181

REATOR BIFUNCIONAL QUE INTEGRA A DEGRADAÇÃO FOTOELETROQUÍMICA DE EFLUENTE REAL DA INDÚSTRIA TÊXTIL E REDUÇÃO DE CO_2 182

$BIVO_4$ APLICADOS NA ELETROGERAÇÃO DE ESPÉCIES ATIVAS DE CLORO 183

ELECTRO AND PHOTOELECTROOXIDATION OF TETRACYCLINE HIDROCHLORIDE WITH SELF-DOPED TITANIUM DIOXIDE ELECTRODE 184

GERAÇÃO DE HIPOCLORITO EM REATOR ELETROQUÍMICO UTILIZANDO ÂNODO DE TI/$(RUO_2)_{0,3}(TIO_2)_{0,7}$ PRODUZIDO POR LASER 185

AMINOPHYLLINE ELECTROOXIDATION: ANODE MATERIAL INFLUENCE 186

ELECTROCHEMICAL METFORMIN REMOVAL USING A LASER-PREPARED TI/RUO_2-IRO_2-TIO_2 ANODE 187

NOVA APLICAÇÃO PARA ELETRODOS DE CARBONO TIPO DIAMANTE DOPADO COM BORO PARA DEGRADAÇÃO ELETROQUÍMICA DE POLUENTES ORGÂNICOS 188

PRODUÇÃO ELETROQUÍMICA DE H_2 VERDE PARA CONVERSÃO DE NITROBENZENO EM PRODUTOS DE ALTO VALOR AGREGADO VIA CATALISE HETEROGÊNEA 189

ELECTROCHEMICAL TREATMENT OF WASTEWATER FROM A BEAUTY SALON AND ITS RE-USE 190

OXIDATIVE SPECIES FORMED IN ACTIVE AND NON-ACTIVE ELECTRODES DURING DEGRADATION OF POLLUTANTS IN METHANOL 191

SURFACE STUDIES IN ANODES OF MIXED METAL OXIDES (MMO): EFFECT ON GENERATION OF PERSULPHATE BY PHOTOELECTROCATALYSIS 192

SYNTHESIS AND MODIFICATION OF GRAPHENE WITH CERIUM NONOESTRUCTURES FOR ELECTROGENERARION OF H_2O_2 193

DEGRADAÇÃO DE CONTAMINANTES EMERGENTES POR COMBINAÇÃO INTEGRADA DE H_2O_2 ELETROGERADO *IN SITU* E RADIAÇÃO UV-C 194

ELETROCONVERSÃO SELETIVA EM ÁCIDO ACÉTICO A PARTIR DE RESÍDUOS T-CNSL USANDO ELETRODO DE BDD 195

TRATAMENTO DO ALARANJADO DE METILA EM SOLUÇÃO AQUOSA USANDO REATOR EM SÉRIE COM ÂNODOS DE NB/BDD E PBO_2-F PARA PRODUÇÃO DE HIDROGÊNIO 196

COMPORTAMENTO HIDRODINÂMICO E PRODUÇÃO *IN SITU* DE H_2O_2 EM REATOR ELETROQUÍMICO COM DIFERENTES ELETRODOS DE DIFUSÃO GASOSA 197

ELETROSSÍNTESE DE PEROXODISSULFATO NO ELETRODO DE DIAMANTE DOPADO COM BORO: INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS 198

LABMADE MICROELECTRODE WITH GRAPHENE-DECORATED NANOPOROUS GOLD FOR CARBENDAZIM ELECTROCHEMICAL DETECTION 199

OBTENÇÃO DE PRODUTOS DE VALOR AGREGADO A PARTIR DA DEGRADAÇÃO DE CAFEÍNA OXIDAÇÃO ELETROQUÍMICA COM DIAMANTE DOPADO COM BORO 200

ANÁLISE MULTIVARIADA DOS PARÂMETROS QUE AFETAM A MORFOLOGIA DAS BOLHAS DURANTE A PRODUÇÃO ELETROQUÍMICA DE HIDROGÊNIO 201

TRATAMENTO DE EFLUENTE CONCENTRADO DE OSMOSE REVERSA DE LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO POR ELETRO-OXIDAÇÃO 202

APRIMORAMENTO DE ELETRODO DE DIFUSÃO GASOSA (EDG) APLICADO NA DEGRADAÇÃO DE PESTICIDA 203

NANOPARTÍCULAS DE HIDROXIAPATITA CA_{10}-XFEX-YWY$(PO_4)_6(OH)_2$: DEGRADAÇÃO DE AZUL DE METILENO E VERDE RÁPIDO VIA PROCESSO FOTO-FENTON E FOTO-ELETRO-FENTON USANDO CPL6 COMO ELETRODO DE DIFUSÃO GASOSA 204

A NEW PHOTOCATALYTIC MATERIAL ORIGINATED DURING ELECTROCOAGULATION PROCESS AND ANTIBIOTICS DEGRADATION FROM HEMODIALYSIS EFFLUENT 206

FROM LAB TO REAL APPLICABILITY: ELECTROCHEMICAL DEVICE FOR WASTEWATER TREATMENT AND WATER PURIFICATION 207

ISBN 978-85-8167-307-3

SÍNTESE DE VANADATO DE BISMUTO PARA FOTOELETROCATÁLISE DE BIOGÁS 208

OTIMIZAÇÃO DE REATORES PARA DESSALINIZAÇÃO DE ÁGUA UTILIZANDO DIODOS IÔNICOS PERMEÁVEIS COMO ELETRODOS: UMA ABORDAGEM COMPUTACIONAL USANDO CFD 209

PRODUÇÃO DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS A PARTIR DA OXIDAÇÃO ELETROQUÍMICA SELETIVA DE GLICEROL UTILIZANDO ELETRODO DE TI/TIO2-RUO2-IRO2 210

INFLUÊNCIA DAS NANOPARTÍCULAS DE PT E PD DEPOSITADAS ELETROQUIMICAMENTE EM NANOTUBOS DE TIO_2 NA CONVERSÃO FOTOELETROCATALÍTICA DE BIOMETANO EM HIDROGÊNIO 211

CLINDAMYCIN DEGRADATION BY COMBINED PROCESSES OF ADSORPTION WITH ACTIVATED CARBON AND ELECTROOXIDATION IN NON-AQUEOUS MEDIUM 212

COMBINATION OF ADSORPTION, ELECTROCHEMICAL OXIDATION AND PHOTOCATALYSIS FOR THE TREATMENT OF CLINDAMYCIN-CONTAMINATED SOLUTIONS: A PROMISING APPROACH FOR THE REMOVAL OF EMERGING POLLUTANTS IN WATER BODIES 213

Eletroquímica de Materiais Nanoestruturados, Processos Eletroquímicos e Interfaces

ANÁLISE ELETROQUÍMICA DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA OBTIDAS VIA SÍNTESE VERDE 216

AVALIAÇÃO DO PROCESSO DE DEGRADAÇÃO DO CORANTE TÊXTIL INDIGO BLUE (IB) PROMOVIDO POR ADES BASEADOS EM TI/RUO2-TIO2-SNO2-TA2O5 217

AVALIAÇÃO DO EFEITO DO PH NA SÍNTESE DE MO_2C PARA A REAÇÃO DE DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO EM MEIO BÁSICO 218

ANÁLISE DAS CARACTERÍSTICAS ELETROQUÍMICAS DE NIÓBIO ANODIZADO EM LICOR PIROLENHOSO POR MEIO DA TÉCNICA DE ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA 219

ETHANOL ELECTROCHEMICAL REFORMING FOR GREEN HYDROGEN GENERATION ON MOS_x 220

AVALIAÇÃO DA EFICIÊNCIA DO FOTOANODOS DE FILMES DE NANOTUBOS DE TIO_2 DECORADOS COM AG SENSIBILIZADOS POR ANTOCIANINAS OBTIDAS DE EXTRATO DE CASCA DE UVA 221

ELETROCATÁLISE DA REDUÇÃO DE NITROGÊNIO EM ÓXIDO DE GRAFENO SELETIVAMENTE MODIFICADO E DECORADO COM NANOPARTÍCULAS DE MOLIBDÊNIO 222

FILMES FLEXÍVEIS DE PENTÓXIDO DE VANÁDIO PARA APLICAÇÃO EM JANELAS ELETROCRÔMICAS 223

ELECTROCHEMICAL-SURFACE ENHANCED RAMAN SPECTROSCOPY (EC-SERS) STUDY OF C3 POLYALCOHOLS OXIDATION CATALYZED BY AG ROUGHENED ELECTRODE WITH LOW PLATINUM CONTENT 224

OBTENÇÃO DE CARBONO ATIVADO A PARTIR DE BAGAÇO DE CANA DE AÇÚCAR: SÍNTESE DO MATERIAL PARA GERAÇÃO ELETROQUÍMICA DE H_2O_2 225

DISPOSABLE ELECTRODE MODIFIED WITH TIO_2-CO NANOCRYSTALS FOR SELECTIVE DETECTION OF AMOXICILLIN 226

CO_2 PHOTOELECTROREDUCTION PROMOTED TO SELECTIVE PRODUCTS BY TI-O-CU OXIDES SUPPORTED ON A TI-CU ALLOYS 227

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FOTOELETROCATALÍTICAS DOS MATERIAIS HETEROESTRUTURADOS À BASE DE CUWO4 228

MODIFICAÇÃO DE ELETRODOS IMPRESSOS COM NANOTUBOS DE POLIPIRROL PREENCHIDOS COM AGCL: UMA NOVA ABORDAGEM PARA DIAGNÓSTICO NÃO INVASIVO DA FIBROSE CÍSTICA 229

A IMPORTÂNCIA DA ESCOLHA DO SUBSTRATO DURANTE O ESTUDO DE ELETROCATALISADORES: O CASO DO ANÁLOGO DE AZUL DA PRÚSSIA DE NÍQUEL 230

COPPER(II) COMPLEXES WITH WATER-INSOLUBLE LIGANDS AS ELECTROCATALYSTS FOR CARBON DIOXIDE REDUCTION TOWARDS C1 AND C2 PRODUCTS 231

NANOESTRUTURAS DE NIO/GRAFENO INDUZIDO POR LASER PARA SENSOR ELETROQUÍMICO NÃO ENZIMÁTICO DE GLICOSE 232

ESTUDO DOS PARÂMETROS EMPREGADOS NA SÍNTESE DE ELETRODOS AUTODOPADOS DE NANOTUBOS DE DIÓXIDO DE TITÂNIO (SD-TNTS) A PARTIR DA ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA (EIE) 233

DESVENDANDO SEGREDOS INTERFACIAIS: COMO A ANÁLISE DIFERENCIAL DA IMPEDÂNCIA EXPLICA OS PROCESSOS ELETROQUÍMICOS QUE OCORREM NA INTERFACE DE UM ELETRODO DE CARBONO VÍTREO RECOBERTO POR NANOPARTÍCULAS DE TITÂNIA/OURO 234

ISBN 978-85-8167-307-3

AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ELETROCATALÍTICA DAS FTALOCIANINAS DE COBALTO E FERRO SUPORTADAS EM CARBONO PRINTEX L6 APLICADAS DURANTE A REAÇÃO DE REDUÇÃO DE OXIGÊNIO 235

ELETRO-OXIDAÇÃO DA UREIA VIA MAGNETOELETROCATÁLISE SOBRE ELETROCATALISADORES BASEADOS EM NANOPARTÍCULAS NÍQUEL E ÓXIDO DE FERRO MAGNÉTICO COM DIFERENTES MORFOLOGIAS 236

CARACTERIZAÇÃO DE SENSORES ELETROQUÍMICOS PORTÁTEIS FABRICADOS POR GRAVAÇÃO A LASER EM DIFERENTES MATERIAIS POLIMÉRICOS 237

ESTUDO DA ATIVIDADE ELETROCATALÍTICA DE NANOPARTICULAS DE $FESE_2$ SUPORTADAS EM DIFERENTES MATRIZES CARBONOSAS VIA REAÇÃO DE REDUÇÃO DO OXIGÊNIO 238

ELETROSSÍNTESE DE NANOCOMPÓSITO DE ÓXIDO DE GRAFENO E COBRE COMO ADITIVO DISSIPADOR DE CALOR 239

ELETRODOS SERIGRAFADOS MODIFICADOS COM HÍBRIDOS DE POLÍMEROS CONDUTORES E ÓXIDO DE GRAFENO REDUZIDO 240

ESTUDO DA INTERFACE DO GRAFENO ELETROESFOLIADO PELO MÉTODO DE TRASSATI 241

CARBON DIOXIDE ELECTROREDUCTION REACTION TO FORMATE WITH SN AND BI CATALYSTS 242

NANOPARTÍCULAS DE $PT_X@PD_Y/C$ COM ALTO DESEMPENHO CATALÍTICO FRENTE A ELETRO-OXIDAÇÃO DE METANOL 243

IDENTIFYING THE ACTIVE SITE OF CU/CU_2O FOR ELECTROCATALYTIC NITRATE REDUCTION REACTION 244

ELEVADA ATIVIDADE CATALÍTICA DE NANOPARTÍCULAS DE PD@NIFE/C PARA A ELETRO-OXIDAÇÃO DE GLICEROL EM MEIO ALCALINO 245

MAGNETIC FIELD-ENHANCED ORR FOR ELECTROCHEMICAL H_2O_2 PRODUCTION WITH CERIUM OXIDE NANOPARTICLES 246

THE ROLE OF MICROENVIRONMENT ON THE ELECTROCATALYTIC ACTIVITY OF FE-N-C FOR CONVERSION OF CO2 TO SYNGAS 247

TIO_2 NANOTUBES ELECTROCHEMICALLY MODIFIED WITH CU-MOF (BDC) 248

TINTAS CONDUTIVAS A BASE DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA PARA APLICAÇÕES ELETROQUÍMICAS 249

APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ANÁLISE DIFERENCIAL PARA COMPREENSÃO DOS ESPECTROS DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA EM INTERFACES NÃO-ESTACIONÁRIAS 250

REAÇÃO DE ELETRO-OXIDAÇÃO DE AMÔNIA SOBRE ELETROCATALISADORES BASEADOS EM NAOPARTÍCULAS DE PLATINA É ÓXIDO DE FERRO MAGNÉTICO VIA MAGNETOELETROCATALISE 251

ANODIZAÇÃO ELETROQUÍMICA DO COBRE: ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DE FORMAÇÃO USANDO UMA ABORDAGEM EXPERIMENTAL E COMPUTACIONAL 252

EFFECT OF ANIONS ON THE SELECTIVITY OF GLYCEROL ELECTRO-OXIDATION TOWARDS DIHYDROXYACETONE 253

ESTUDO DE DIFERENTES SÍNTESES PARA OBTENÇÃO DE ELETRODOS DE NB_2O_5 COM POTENCIAL FOTOELETROCATALÍTICO 254

ELECTROCHEMICAL PROPERTIES OF WURTZITE 3D ZNO OBTAINED BY MICROWAVE-ASSISTED HYDROTHERMAL METHOD 255

NOVA PERSPECTIVA DA ELETRODEPOSIÇÃO DE PB, CD E ZN EM ELETRODO MODIFICADO COM FILME DE BISMUTO: UMA ABORDAGEM TEÓRICA-EXPERIMENTAL 256

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES ELETROCATALÍTICAS DO CARBONO PRINTEX L6 MODIFICADO COM NANOPARTÍCULAS DO TIPO $FE_{3-X}V_XO_4$ PARA APLICAÇÃO NO PROCESSO DE REAÇÃO DE REDUÇÃO DO OXIGÊNIO 257

DESENVOLVIMENTO DE ELETROCATALISADORES À BASE DE SNO_2, CUO E COO PARA A REDUÇÃO ELETROQUÍMICA DE CO_2 258

CENTRAL COMPOSITE DESIGN AS A TOOL TO INVESTIGATE THE ELECTROCATALYTIC ACTIVITY OF THERMALLY-TREATED NITROGEN-DOPED GRAPHENE FOR THE OXYGEN REDUCTION REACTION 259

ENSAIOS ELETROQUÍMICOS EM FILMES FINOS DE COBALTO SOBRE SUBSTRATOS DE OURO 260

PD NANOPARTICLES ON HYBRID CARBON-OXIDE SUPPORTS FOR THE ETHANOL OXIDATION REACTION 261

AVALIAÇÃO DA POTENCIALIDADE DE NANOTUBOS DE TIO_2 AUTODOPADOS COMO PLATAFORMA DE SENSORES IMPEDIMÉTRICOS 262

ISBN 978-85-8167-307-3

Eletroquímica Fundamental, Eletrossíntese e Eletroquímica Orgânica

BIS-TRIFLUOROMETILAÇÃO ELETROQUÍMICA DE ISOCIANIDAS: UMA REAÇÃO DO TIPO DOMINÓ COM A FORMAÇÃO DE TRÊS NOVAS LIGAÇÕES C-C 264

INVESTIGAÇÃO DA ELETRO-OXIDAÇÃO INDIRETA DO CICLOHEXANOL EM ELETRODOS DE CARBONO VÍTREO E PLATINA 265

THE ELECTRO-OXIDATION OF ETHANOL UNDER OSCILLATORY REGIME ON PLATINUM-TIN ELECTRODES 266

EFFECT OF PLATINUM AS A COCATALYST FOR GLUCOSE PHOTOELECTROOXIDATION IN BIVO4 SEMICONDUCTORS 267

UNDERSTANDING THE METHANOL ELECTRO-OXIDATION REACTION THROUGH COMBINED EXPERIMENTAL AND NUMERICAL APPROACHES 268

OXIDAÇÃO DIRETA DE METANO A METANOL EM UM REATOR DE FLUXO DO TIPO GDE BASEADO EM MEMBRANA DE TROCA ANIÔNICA 269

ELECTROCHEMICAL OXIDATION OF CORTISOL IN ACIDIC MEDIA, AND THE INFLUENCE OF A MIXED MASS INTO MECHANISM ELUCIDATION 270

ELECTROCHEMICAL BEHAVIOR OF PROCAINE IN THE SOLID STATE USING THE VIMP 271

THE CATIONS EFFECT ON GLYCEROL ELECTRO-OXIDATION REACTION ON PT: INTERMEDIATES ANALYSIS USING ATR-SEIRAS 272

METHANOL, ETHYLENE GLYCOL AND GLYCEROL PHOTOELECTROCHEMICAL OXIDATION ON $BIVO_4$ AND $BIVO_4$:MO,ZR/PT THIN FILMS 273

ELETROQUÍMICA NO ENSINO SUPERIOR: QUAIS AS REFERÊNCIAS? IDENTIFICAÇÃO DOS PRINCIPAIS LIVROS RECOMENDADOS NOS CURSOS DE QUÍMICA DAS UNIVERSIDADES PÚBLICAS DO BRASIL 274

ELETROQUÍMICA DE COMPLEXOS DE COBRE COM 2,2'-BIPIRIDINA: EXPLORANDO O MECANISMO DE OXIDAÇÃO HOMOGÊNEA DE ÁLCOOIS 275

THE POTENTIAL AND VERSATILITY OF USING BENCHTOP IN SITU (PHOTO)ELECTROCHEMICAL X-RAY DIFFRACTION 276

INVESTIGAÇÃO DO COMPORTAMENTO ELETROQUÍMICO DO SOLVENTE ORGÂNICO CYRENE 277

NUMERICAL MODELING OF CO_2 DISSOLUTION IN AQUEOUS ELECTROLYTE SYSTEMS 278

ELECTROCHEMICAL MECHANISM: A PROTOCOL TO ELUCIDATE THE REACTIVITY OF CATECHOL 279

A REAÇÃO DE REDUÇÃO DE NITROGÊNIO PARA PRODUÇÃO DE AMÔNIA EM CATALISADORES DE PD E PDRH SUPORTADOS EM CARBONO 280

ENABLING ETHANOL ELECTRO-OXIDATION IN SEAWATER-LIKE ELECTROLYTES THROUGH PH ADJUSTMENT 281

ETHANOL ELECTRO-OXIDATION AT STAINLESS STEEL SURFACES 282

GLYCEROL ELECTRO-OXIDATION REACTION ON RH(100) IN ALKALINE MEDIUM 283

Energia, Baterias Supercapacitores e Células a Combustível

RECHARGEABLE MOLTEN SALT BATTERIES: THE SYSTEM NA/B"-AL_2O_3/$NAALCL_4$/AL 285

ELECTROCATALYSTS PERFORMANCE ON DIFFERENT CARBON ALLOTROPES SUPPORTING PT_3SN TOWARD ETHANOL OXIDATION REACTION 286

ESTUDO CINÉTICO DE CARACTERIZAÇÃO DE CARBONOS DUROS CONDUTORES E O ARMAZENAMENTO DE ENERGIA EM BATERIAS DE FLUXO USANDO ÍONS DE FERRO 287

SELECTIVE GLYCEROL-TO-GLYCERATE ELECTRO-OXIDATION ON CE-AU/C MODIFIED CATALYST PREPARED BY FAST MICROWAVE-ASSOCIATED POLYOL METHOD: FTIR *IN SITU* AND LC-MS STUDIES 288

ESTUDO DA ELETRODEPOSIÇÃO DE BI_2O_3 PARA EMPREGO COMO FILME PRECURSOR DE FOTOANODOS DE BIVO4 VISANDO A GERAÇÃO DE HIDROGÊNIO VERDE 289

INVESTIGAÇÃO DE CATALISADORES M-N-C (M= FE, CO) PREPARADOS USANDO A MOLÉCULA DE TPTZ PARA A REAÇÃO DE REDUÇÃO DE OXIGÊNIO EM CÉLULAS A COMBUSTÍVEL PEMFC 290

GLYCEROL PHOTOELECTROCHEMICAL OXIDATION USING $BIVO_4$ AND CARBON NITRIDE HETEROJUNCTIONS 291

BIFUNCTIONAL IRO_X-DOPED NICKEL SELENIDE ELECTROCATALYSTS FOR THE HYDROGEN AND OXYGEN EVOLUTION REACTIONS 292

ISBN 978-85-8167-307-3

ALKALINE WATER ELECTROLYSIS USING NI-CU-MO CATHODES AND CO-P ANODES ELECTRODEPOSITED ON MESH SUBSTRATES 293

PHOTOELECTROCHEMICAL CO_2 TRANSFORMATION INTO FUELS USING NANOSTRUCURED CU_2O CATALYSTS MODIFIED WITH AU NANOPARTICLES 294

PBO/GRAPHITE COMPOSITE PRODUCED THROUGH BALL MILL METHODOLY AS ELECTRODE FOR LEAD-ACID BATTERIES 295

AMMONIA PRODUCTION BY NITROGEN REDUCTION USING MAGNETIC NANOMATERIALS: A PROMISING APPROACH FOR SUSTAINABLE AMMONIA SYNTHESIS 296

SÍNTESE DE CUS E CUS/C-150 PARA APLICAÇÃO EM ELETRODO TIPO BATERIA, UMA ANÁLISE VIA ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA 297

NOVAS MEMBRANAS COMPÓSITAS BASEADAS EM NAFION MODIFICADA COM OS LÍQUIDOS IÔNICOS PRÓTICOS A BASE DO CÁTION TEA-PS PARA PEMFC 298

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES E PERFORMANCE EM PEMFC DE MEMBRANAS COMPÓSITAS SPEEK-PBI/LI PRÓTICO 299

SÍNTESE VIA DECOMPOSIÇÃO POR MICRO-ONDAS DE LIGAS BIMETÁLICAS PDFE/C E APLICAÇÃO PARA A OXIDAÇÃO DE GLICEROL 300

MANGANESE OXIDE AND MANGANESE ANTIMONATES AS ELECTROCATALYSTS FOR WATER OXIDATION REACTION AND ELECTROCHEMICAL REFORMING OF ORGANIC COMPOUNDS IN ACID MEDIA 301

TRIETHYLAMMONIUM-PROPANESULFONIC ACID TETRAFLUOROBORATE (TEA-PS.BF_4) IONIC LIQUID AS ELECTROLYTE FOR HYDROGEN PRODUCTION THROUGH WATER ELECTROLYSIS USING PD/C CATALYST 302

SUGARCANE BAGASSE CHAR AS SUPPORT FOR PALLADIUM NANOPARTICLES TOWARDS THE ELECTROCATALYSIS OF THE HYDROGEN EVOLUTION REACTION 303

FENIS AS A HIGHLY EFFICIENT ELECTROCATALYST FOR ANION-EXCHANGE MEMBRANE WATER ELECTROLYZERS 304

UM CIRCUITO EQUIVALENTE GENÉRICO DE ELETRODOS POROSOS PARA MODELAR RESULTADOS ELETROQUÍMICOS OBTIDOS POR DIVERSAS TÉCNICAS 305

PULSED PHOTOELECTRODEPOSITED MOS_X CO-CATALYST OVER SB_2S_3 FILMS FOR IMPROVEMENT OF SOLAR-DRIVEN HYDROGEN EVOLUTION REACTION 306

ALKALINE DIRECT LIQUID FUEL CELLS: CATHODE MATERIALS 307

INVESTIGATION OF THE CATALYTIC ACTIVITIES OF NI, CU AND P BASED FILMS AS CATHODES FOR ALKALINE WATER ELECTROLYSIS 308

MEMBRANAS DE SPEEK - MOF COM LÍQUIDO IÔNICO ENCAPSULADO PARA PRODUÇÃO DE ENERGIA EM CÉLULAS A COMBUSTÍVEL RESUMO: 309

MODULATING ELECTROCHEMICAL OSCILLATIONS IN LITHIUM-ION BATTERY SIMULATIONS 310

INFLUÊNCIA DA AGITAÇÃO MAGNÉTICA NA SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ELETRODOS DE POLIPIRROL PARA SUPERCAPACITORES 311

EFEITO DO AGENTE RETICULANTE NAS PROPRIEDADES DE CONDUÇÃO IÔNICA DE ELETRÓLITOS BASEADOS EM UMA REDE POLIMÉRICA SEMI-INTERPENETRANTE (SIPN) 312

AVALIAÇÃO DE ESTRATÉGIAS PARA FORMAÇÃO DE BIOCATALISADORES EM CÉLULAS A COMBUSTÍVEL MICROBIANA (MFCS) 313

COMPÓSITO DE POLIPIRROL/NITRETO DE CARBONO E PARTÍCULAS METÁLICAS PARA REAÇÃO DE DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO 314

Inovações em Eletroquímica e Eletroanalítica

MONTAGEM E CARACTERIZAÇÃO DE SISTEMA ELETROQUÍMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS COM FLUXO FORÇADO 316

ELECTROCHEMICAL INVESTIGATION OF TRIPHASIC OXYGEN STORAGE IN WET NANOPARTICULATE POLYMER OF INTRINSIC MICROPOROSITY (PIM-1) 317

USO DE PIRÓLISE CONTROLADA PARA CONVERSÃO DE RESÍDUOS TÊXTEIS EM MATERIAIS CONDUTORES 318

DETERMINAÇÃO ANALÍTICA DE FURFURAL EMPREGANDO ELETRODO SÓLIDO 319

ISBN 978-85-8167-307-3

CALIBRAÇÃO MULTIPOTENCIAL: UMA ABORDAGEM INOVADORA PARA A CALIBRAÇÃO MULTIENERGÉTICA VISANDO APLICAÇÕES ELETROANALÍTICAS 320

EXTRATO DE *ARMORACEA RUSTICANA* "WASABI" USADO PRIMEIRAMENTE COMO UM INIBIDOR DE CORROSÃO VERDE COM ALTA EFICÁCIA PARA AÇO CARBONO EM MEIO ÁCIDO 321

TUNING THE TRACKS: OPTIMIZING CO_2 LASER PARAMETERS FOR THE FABRICATION OF ELECTROCHEMICAL DEVICES WITH PHENOLIC RESIN SUBSTRATE 322

DESENVOLVIMENTO DE UM PROTÓTIPO PARA A PRODUÇÃO DE HIDROGÊNIO E TRATAMENTO DE EFLUENTES AGROINDUSTRIAIS 323

SMART-EC*3D*: UMA CÉLULA ELETROQUÍMICA IMPRESSA EM 3D SIMPLES, MINIATURIZADA, ADAPTÁVEL, ROBUSTA E TRANSPORTÁVEL 324

RECYCLING 3D PRINTED RESIDUES FOR THE DEVELOPMENT OF PAPER-BASED ELECTROCHEMICAL SENSORS 325

UTILIZAÇÃO DE PROPRIEDADES ELETROQUÍMICAS NA SEPARAÇÃO DE IODO-131 COM ELEVADA PUREZA DE ELEMENTOS INTERFERENTES PROVENIENTES DA REAÇÃO DE FISSÃO DO URÂNIO-235 326

Tratamento, Corrosão e Proteção de Superfícies

ESTUDO DAS PROPRIEDADES DO ÓXIDO ANÓDICO DA LIGA AA2050-T84 OBTIDO EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE ANODIZAÇÃO 328

ELECTROCHEMICAL BEHAVIOUR OF A MAGNESIUM ALLOY CONTAINING RARE EARTH ELEMENTS 329

STUDY OF ANTICORROSIVE COATINGS BASED ON CARBON DOTS 330

REVESTIMENTOS DE NÍQUEL SOBRE AÇO 1010: MORFOLOGIA DOS FILMES E PROPRIEDADE ANTICORROSIVA 331

POTENTIAL APPLICATION OF CARBON QUANTUM DOTS SYNTHESIZED FROM EXPIRED DRUGS AS CORROSION INHIBITORS 332

MEMBRANAS POLIMÉRICAS HÍBRIDAS DE DIACETATO DE CELULOSE E ÓXIDO DE GRAFENO COMO REVESTIMENTOS ANTICORROSIVOS PARA O AÇO API 5L X65 333

EVALUATION OF *THEOBROMA GRANDIFLORUM* CAKE BIOMASS AS A CORROSION INHIBITOR OF CARBON STEEL IN ACID MEDIUM 334

QUALIFICAÇÃO DE SUPERFÍCIE DE TANQUES DE AÇO INOXIDÁVEL APLICANDO A TÉCNICA EIS EM CAMPO 335

SILANE FILM VS/GPTMS MODIFIED WITH GRAPHENE OXIDE AS A CORROSION INHIBITOR OF ASTM 1008 CARBON STEEL 336

MEDIDAS ELETROQUÍMICAS EM PROJÉTEIS DEFLAGRADOS POR ARMAS DE FOGO 337

A NEW GREEN CORROSION INHIBITOR FROM JUÇARA (*EUTERPE EDULIS*) EXTRACT FOR MILD STEEL IN CO_2-SATURATED FORMATION WATER 338

ANTICORROSIVE PERFORMANCE OF CHALCONE-DERIVED MOLECULES AS CORROSION INHIBITORS FOR 1020 CARBON STEEL IN ACID MEDIUM 339

EFFECT OF PH IN DELETERIOUS PHASES QUANTIFICATION IN AN AGED HYPER DUPLEX STAINLESS STEEL USING AN OPTIMIZED LINEAR SWEEP VOLTAMMETRY 340

TEOS SILANE FILM MODIFIED WITH SBA-15 LOADED WITH COCOA HUSK EXTRACT OBTAINED FROM DIFFERENT METHODOLOGY, AS PRETREATMENT OF CARBON STEEL 341

UTILIZAÇÃO DE PONTO QUÂNTICO DE CARBONO OBTIDO A PARTIR DE SEMENTE DE ACEROLA (MALPIGHIA GLABRA) E SUA APLICAÇÃO COMO INIBIDOR DE CORROSÃO PARA O AÇO CARBONO EM MEIO DE ÁCIDO CLORÍDRICO 342

AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE DAS NANOPARTÍCULAS DE PRATA NA INIBIÇÃO DE CORROSÃO DE CHAPAS DE AÇO CARBONO 343

PROTEÇÃO CATÓDICA DA LIGA DE ALUMÍNIO 5050 A PARTIR DE NANOTUBOS DE TIO^2 E LUZ 344

EVALUATION OF TEOS SILANE FILM MODIFIED WITH SBA-15 LOADED WITH COCOA HUSK HYDROALCOHOLIC EXTRACT IN CARBON STEEL PRETREATMENT 345

ISBN 978-85-8167-307-3

Bioeletroquímica, Biossensores e Bioanalítica

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Raphael P. Bacil, Estênio A. O. Marcondes Filho, Marcelo C. Portes, Victor Vendruscolo, Jéssica Luíza M. Cappelletti, Gabriel P. Bacil, Guilherme R. Romualdo, William R. de Araújo, Rafael M. Buoro, Ana M. da Costa Ferreira, Luís F. Barbisan, Silvia H. P. Serrano.

Nome dos Apresentadores: Raphael P. Bacil, Estênio A. O. Marcondes Filho, Marcelo C. Portes, Victor Vendruscolo, Jéssica Luíza M. Cappelletti, Gabriel P. Bacil, Guilherme R. Romualdo, William R. de Araújo, Rafael M. Buoro, Ana M. da Costa Ferreira, Luís F. Barbisan, Silvia H. P. Serrano., Raphael P. Bacil

Instituição de Ensino: Institute of Chemistry - USP, Institute of Chemistry - Unicamp, Botucatu Medical School - UNESP, Biosciences Institute -UNESP, São Carlos Institute of Chemistry - USP

DEVELOPMENT OF AN ELECTROCHEMICAL *CYCLOOXYGENASE* BIOSENSOR TO EVALUATE TARGET-DRUG VIABILITY AND INTERACTIONS

Resumo: The process for drug development is costly. The 1st stage, discovery, and development, is carried out throughout trial-and-error tests, involving cultures of animal cells and tissues [1]. The drug development market moved 79.6 billion US$ in 2018 and has been expanding steadily since 2010 [2], with non-steroidal anti-inflammatory drugs (NSAIDs) being the most relevant. In order to facilitate drug development, a biosensor was developed to study the interaction between non-steroidal anti-inflammatory drugs and their target enzyme, cyclooxygenase-2 (COX). For this purpose, a glassy carbon electrode modified with mouse liver homogenate is used to characterize the electrochemical behavior of COX, present in the homogenate. The enzyme showed three reduction processes, all involving one electron and one proton. The 3rd process was attributed to the reduction of Iron IV to III, in the active center of the enzyme, which in the presence of peroxide, originates a catalytic cycle, and represents the peroxidase function of the enzyme. According to Smith and Marnett [3] in the absence of endoperoxide, responsible for the self-activation of the enzyme through the presentation of its metallic site, an enzyme can be inactivated. Thus, a protocol was developed using differential pulse voltammetry to evaluate the signal of the 3rd enzyme reduction process in the presence of its substrate, hydrogen peroxide, and of its substrate in the presence of several NSAIDs. Note that acetylsalicylic acid (AAS), dipyrone (MTM) and ibuprofen (IBU) showed a percentage of flux with the enzyme of 64, 74 and 84%, respectively. In order to distinguish the type of follow-up (by allosteric or by redox interaction) EPR and Hematin (enzyme active site mimetic) were used. The astonishing results that the AAS and the IBU presented a lower slope signal than those obtained by the voltammetric method. In this way, the inflammation caused by AAS and IBU was caused by allostery, while MTM presented a redox. Therefore, the developed sensor allowed discerning the type of trend caused, as well as providing a semi-quantitative value of the trend trend. The values obtained may be used in QSAR studies (quantitative relationship between chemical structure and biological activity), which should facilitate the development of new drugs in academia and industry.

Agradecimento: The authors would like to thank the Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) (Processes n° 140833/2016-1 and n° 150250/2021-5), Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES (Process: PDSE - 88881.187396/2018-01) for the financial support.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Zirlane Coelho Ferreira, Thaís Machado Lima, Helen Rodrigues Martins, Lucas Franco Ferreira.

Nome dos Apresentadores: Zirlane Coelho Ferreira, Thaís Machado Lima, Helen Rodrigues Martins, Lucas Franco Ferreira., Zirlane Coelho Ferreira, Thaís Machado Lima

Instituição de Ensino: UFVJM

AVALIAÇÃO DA MODIFICAÇÃO DE ELETRODOS DE GRAFITE DE LAPISEIRA COM ÁCIDO 4-CUMÁRICO, 4-AMINOBENZAMIDA E ÁCIDO 4-HIDROXIFENILACÉTICO NO DESENVOLVIMENTO DE UM IMUNOSSENSOR PARA LEISHMANIOSE VISCERAL

Resumo: A leishmaniose visceral (LV) é uma doença tropical negligenciada que, quando não diagnosticada e tratada de forma adequada, pode evoluir a óbito [1]. No entanto, a falta de um diagnóstico padrão confiável é um grande desafio [2]. Neste estudo, propomos o desenvolvimento de um biossensor para a detecção da LV utilizando eletrodos de grafite de lapiseira (PGE) modificados com filmes poliméricos, com o objetivo de facilitar o diagnóstico da doença. Para isso, foram realizados procedimentos de preparação, tratamento, avaliação e modificação eletroquímica dos PGEs, seguidos pela construção do imunossensor. A área lateral dos PGEs foi isolada com esmalte e a base dos eletrodos polida. Os PGEs foram submetidos ao tratamento eletroquímico com H_2SO_4 0,5 M aplicando -1,10 V por 100 s. Foram investigados três monômeros contendo em suas estruturas os grupos funcionais: ácido carboxílico, fenol, amida e amina, sendo o fenol e a amina susceptíveis à oxidação eletroquímica, inicializando o processo de modificação dos eletrodos. Por meio da técnica de voltametria cíclica, 2,5 mM do ácido 4-cumárico (-0,25 a +1,25 V), 4-aminobenzamida (-0,2 a +1,3 V) e ácido 4- hidroxifenilacético (0,0 a +1,4 V) foram eletropolimerizados na superfície dos PGEs em H_2SO_4 0,5 M, com 25 ciclos de potencial a 50 mV/s. Antígenos recombinantes de L. infantum (rLci1,2) (1 µg/mL) foram imobilizados nos transdutores, seguidos por albumina de soro bovino (BSA 0,01%). Utilizando a espectroscopia de impedância eletroquímica, foram analisados todos os processos de construção do imunossensor, incluindo a detecção de anticorpos para LV em amostras de soros caninos, diluídos em tampão HBS-EP (pH 7,4) (1:320). Dentre os monômeros investigados, os filmes poliméricos derivados do ácido 4-hidroxifenilacético demonstraram resultados superiores, exibindo valores mais elevados de diferença na resistência à transferência de carga (R_{tc}) entre as amostras positivas e negativas em comparação com os demais monômeros. Essa resposta, além de indicar a formação do filme polimérico, sugere que o material adsorvido na superfície do eletrodo promove a imobilização dos antígenos, e a observação do aumento da R_{tc} quando os soros caninos são imobilizados sugere a ocorrência da interação antígeno-anticorpo. Portanto, a modificação dos eletrodos utilizando poli(4- hidroxifenilacético) se mostra uma alternativa excelente para a detecção da LV, oferecendo facilidade na construção, baixo custo e redução do tempo de análise.

Agradecimento: Agradecimentos: FAPEMIG (APQ-00207-21), FAPEMIG - Rede Mineira Imunobioleish-Minas (RED00032-22), CNPq (404210/2021-0) e ICT/UFVJM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Graziela C. Sedenho,1 Rafael N. Colombo,1 Jéssica C. Pacheco,1 Thiago Bertaglia,1 Itamar T. Neckel,2 and Frank N. Crespilho1

Nome dos Apresentadores: Graziela C. Sedenho,1 Rafael N. Colombo,1 Jéssica C. Pacheco,1 Thiago Bertaglia,1 Itamar T. Neckel,2 and Frank N. Crespilho1, Graziela C. Sedenho

Instituição de Ensino: 1. Instituto de Química de São Carlos (IQSC)-Universidade de São Paulo (USP), 2. Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS)-Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM)

EXPLORANDO OS ASPECTOS MECANÍSTICOS DA REAÇÃO DE OXIDAÇÃO DA ÁGUA PELA BILIRRUBINA OXIDASE ATRAVÉS DE NANOESPECTROELETROQUÍMICA DE ABSORÇÃO DE RAIOS X

Resumo: Multicopper oxidases (MCOs), incluindo bilirrubina oxidase (BOD) e lacase, são conhecidas por catalisar eficientemente a reação de redução de oxigênio via quatro elétrons, sendo amplamente aplicadas em sistemas eletroquímicos de conversão de energia.[1] Apesar da reação de oxidação da água (ROA) ter sido relatada para algumas MCOs, os aspectos mecanísticos ainda têm sido pouco abordados experimentalmente. Neste estudo, foi realizada uma investigação do sítio ativo de cobre da BOD sob condições de oxidação da água, por espectroscopia de absorção de raios-X (XAS) in-situ.[2] A utilização de um feixe de raios-X altamente coerente (linha de luz Carnaúba, LNLS, CNPEM) permitiu a coleta de espectros de absorção na borda K do cobre em nanoescala sob controle eletroquímico (nanoespectroeletroquímica). O ajuste fino do posicionamento de incidência do feixe na amostra posibilitou a seleção de regiões na superfície do eletrodo com alta intensidade de fluorescência. Os espectros foram coletados em diferentes potenciais, e a curva de polarização em estado estacionário em pH 9,1 revelou a reação catalítica O_2/H_2O reversível pela BOD em 0,70 V (vs EPH). Os resultados indicam que os sítios de cobre da enzima são oxidados com o aumento do potencial aplicado, como evidenciado pela mudança na energia de borda de 8981,4 para 8982,7 eV entre 0,38 e 0,78 V. Além disso, quando a ROA é favorecida (> 0,78 V), os valores de energia de borda diminuem para 8981,8 ± 0,2 eV, sugerindo que os íons de cobre não permanecem no estado oxidado nas condições de oxidação da água; e os elétrons são transferidos das moléculas de H_2O para íons de cobre. Estes resultados suportam a hipótese da formação de duas pontes oxo totalmente desprotonadas no sítio catalítico do cobre, que assume uma característica de alta valência no estado de transição O,O reativo. Essas descobertas contribuem para a compreensão do mecanismo bioeletrocatalítico da oxidação da água por MCOs e para o desenvolvimento subsequente de catalisadores bioinspirados para sistemas de eletrólise da água.

Agradecimento: Os autores agradecem à FAPESP (processos: 2021/05665-7, 2018/22214-6, 2019/12053-8, 2019/15333-1, 2020/04796-8, 2020/03681-2 e 2020/15098-0) pelo apoio financeiro. Esta pesquisa utilizou as instalações do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), parte do Centro Brasileiro de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), uma organização privada sem fins lucrativos sob a supervisão do Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações do Brasil (MCTI). A equipe da linha Carnaúba é reconhecida pela assistência durante os experimentos (20210170).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gabriel N. Meloni, Kelsey Cremin, Marlene Hill, Orkun S. Soyer, Patrick R. Unwin

Nome dos Apresentadores: Gabriel N. Meloni, Kelsey Cremin, Marlene Hill, Orkun S. Soyer, Patrick R. Unwin, Gabriel N. Meloni

Instituição de Ensino: University of São Paulo, University of Warwick, University of Warwick, University of Warwick, University of Warwick

CONTROLLED GENERATION OF MICRO-SCALE CHEMICAL GRADIENTS: A NEW APPROACH FOR SINGLE-CELL ANALYSES

Resumo: Exposing individual or few cells in a large population to a very well defined and controlled chemical gradient, allows for individual behavior to be investigated within a group. If the generation of these chemical gradients is performed by delivery of charged or neutral species by a nanopipette,[1,2] or locally generated by a redox reaction over an ultramicroelectrode (UME), the chemical perturbation to the bulk environment extends only a few probe - pipette or UME - radii into solution. The micro-scale chemical gradient formed can be readily predicted by numerical simulations, considering the experimental parameters, and can be used to locally challenge individual or small groups of cells. Unlike population-level studies, largely used in cell biology, the formation of chemical gradients at the micro-scale happens in milliseconds, allowing for transient chemical challenges and the possibility of investigating cellular dynamics at very small time frames. We present a combined scanning ion conductance microscopy (SICM) and a scanning electrochemical microscopy platform, with confocal microscopy, to study individual cell behavior under controlled local chemical challenges. We use intra- and extracellular pH indicator dyes to study the impact of local acid delivered by SICM to individual HeLa cells within a population, and find a strong dependency between the intracellular acidification rate and the extracellular pH imposed by the delivery. We use an intracellular oxygen indicator dye to investigate the response of individual PC12 cells to the quick onset of hypoxic conditions, arising from oxygen reduction reaction at a UME. We demonstrate that this is a feasible approach for quickly establishing low oxygen concentrations over single cells, highlighting individual response dynamics. These are unique methods for concentration gradient challenge studies of cell populations, which will have broad applications in cell biology.

Agradecimento: EPSRC, grant number EP/L015307/1. European Union's Horizon 2020 research and innovation program under the Marie Skłodowska-Curie grant agreement 790615 (FUNNANO) BBSRC, grant number BB/S506783/1. FAPESP grant number 2022/03382-0.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Patricia Batista Deroco, Lauro Tatsuo Kubota

Nome dos Apresentadores: Patricia Batista Deroco, Lauro Tatsuo Kubota, Patricia Batista Deroco

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas

ELECTROCHEMICAL IMMUNOSENSORS BASED ON SCREEN-PRINTED ELECTRODES FOR TRAUMATIC BRAIN INJURY BIOMARKER DETECTION

Resumo: Traumatic brain injury (TBI) is considered a “silent epidemic” worldwide, yet it remains a commonly disregarded disease. Each year in the USA alone, nearly one and a half million people are affected by TBI, resulting in severe disabilities and often leading to death [1]. There is a significant lack of an appropriate diagnostic method, particularly for mild cases such as concussions [2]. Therefore, a fast, portable, and handheld detection system is necessary to expedite patient diagnosis and prevent severe complications. In this study, we propose the design of a novel electrochemical paper-based analytic device for sensitive and reproducible TBI detection in serum fluid. The biosensor was constructed by screen printing conductive carbon ink on an office paper substrate. The working electrode surface was modified with gold nanoparticles (AuNPs), and antibody receptors compatible with TBI biomarkers were covalently immobilized. Scanning electron microscopy (SEM) and electrochemical techniques such as cyclic voltammetry (CV) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) were performed to characterize the immunosensing layer. EIS employing a potentiostat instrument and a sensor connector was used to detect the antigen-antibody interaction. Electrochemical measurements were recorded in a 0.1 M phosphate buffer solution containing 0.1 M KCl, with 1 mM $Fe(CN)_6^{3-}/Fe(CN)_6^{4-}$ used as the redox probe. The Nyquist plots were modeled using a modified Randles circuit, identifying the charge transfer resistance (Rct) as the relevant analytical signal. The developed method was validated based on linearity, sensitivity, reproducibility, stability, and specificity, yielding satisfactory results. Hence, this cost-effective biosensor shows excellent promise for point-of-care analysis in detecting the severity of TBI, enabling on-site patient diagnostics in various environments, particularly in gymnasiums. Its implementation can significantly improve many individuals’ quality of life and lead to a positive social-economic impact.

Agradecimento: FAPESP (2014/50867-3 and 2019/00166-2), CNPq, CAPES e INCTBio.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Daniel Júnior Almeida dos Santos, Tássia Regina de Oliveira, Gabriela Martins de Araújo, Henrique Pott-Junior, Matias Eliseo Melendez, Ester Cerdeira Sabino, Oldair Donizeti Leite , Ronaldo Censi Faria

Nome dos Apresentadores: Daniel Júnior Almeida dos Santos, Daniel Júnior Almeida dos Santos, Tássia Regina de Oliveira, Gabriela Martins de Araújo, Henrique Pott-Junior, Matias Eliseo Melendez, Ester Cerdeira Sabino, Oldair Donizeti Leite , Ronaldo Censi Faria

Instituição de Ensino: Federal University of São Carlos, Federal University of São Carlos, Federal University of São Carlos, National Cancer Institute, University of São Paulo, Federal Technological University of Paraná, University of São Carlos-UFSCar

SIMULTANEOUS DETERMINATION OF SARS-COV-2 AND INFLUENZA VIRAL RNA IN SALIVA USING A DISPOSABLE ELECTROCHEMICAL DEVICE

Resumo: Viral respiratory infections are a health threat and potentially the leading cause of death in the world. Of these diseases, the viruses caused by SARS-CoV-2 and Influenza (H1N1) are involved in the pandemic and endemic panoramas. Despite being different diseases, the initial symptoms are similar, but the control and treatment forms may differ. Sensitive, fast, and affordable methods or analytical procedures that can accurately distinguish the viral source causing the infection are essential tools for indicating the most appropriate treatment. In this work, we present the development of an electrochemical method for the simultaneous detection of viral RNA from SARS-CoV-2 and H1N1 in saliva samples. The method developed was based on the use of a disposable electrochemical device containing two working electrodes sharing the same reference and counter-electrode. For the capture and pre-concentration of viral RNA from the saliva sample, forming a bioconjugate, sequences of oligonucleotides for each virus were designed and used as probes immobilized on magnetic particles. After formation, each magnetic bioconjugate is dispersed over different working electrodes and electrochemically monitored using a differential pulse voltammetry technique. A platform was designed and printed using a 3D printer for carrying out the experiments. The method proposed showed excellent performance for both targets. A linear response in the range of 0.025 pmol L^{-1} to 0.600 pmol L^{-1} and 1 pmol L^{-1} to 500 pmol L^{-1} was obtained for SARS-CoV-2 and Influenza, respectively. The proposed method presented an ultra-low limit of detection (LoD) of 0.025 pmol L^{-1} for SARS-CoV and 1.0 pmol L^{-1} for Influenza. In addition, the test showed similar results of those obtained by using the reverse transcriptase polymerase chain reaction technique (RT-PCR) in positive patients, for 100% in terms of clinical sensitivity and specificity, which confirms the reliability of the method and the accuracy of the genomic assay. The test based on viral RNA detection proposed is suitable for use in centralized applications for mass testing as well as point-of- care, which opens new opportunities for diagnostics and is potentially an alternative for molecular diagnosis of SARS-CoV- 2 and H1N1.

Agradecimento: Institute of Tropical Medicine of USP, Department of Chemistry of UFSCAR, Department of Medicine of UFSCAR, Clyons diagnóstica, FINEP, CAPES, CNPQ, FAPESP

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Caio César Gonçalves Silva, Maria Valnice Boldrin Zanoni, Saulo Santesso Garrido, Wolfgang Schuhmann, Felipe Conzuelo

Nome dos Apresentadores: Caio César Gonçalves Silva, Maria Valnice Boldrin Zanoni, Saulo Santesso Garrido, Wolfgang Schuhmann, Felipe Conzuelo, Caio César Gonçalves Silva

Instituição de Ensino: Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho- Instituto de Química (IQ-UNESP), , Analytical Chemistry-Center for Electrochemical Sciences (CES), Faculty of Chemistry and Biochemistry, Ruhr University Bochum, Instituto de Tecnologia Química e Biológica António Xavier, Universidade Nova de Lisboa (ITQB-NOVA)

STRATEGIES TO IMPROVE THE CHARGE TRANSFER PERFORMANCE OF MICROALGAE-BASED BIOPHOTOELECTRODES

Resumo: Photobiohybrid systems use the sophistication of photosynthetic units, their abundant availability, easy processing, and sustainability, to convert light energy into electricity. The use of microalgae as photobioelectrocatalysts for this purpose is desirable due to their metabolic independence and photoprotection mechanisms. However, the internal and external membrane structure of these microorganisms hinder the efficient transfer of charge to the electrode surface. To overcome this limitation, conductive polymers [1] and redox hydrogels [2] are promising materials, as they can facilitate electronic communication between the microalgae and the electrode. In this context, we investigate the construction of two photobiohybrid platforms based on the interface of microalgae with modified tungsten trioxide (WO_3) semiconductor electrodes. The first strategy explores the use of polydopamine (PDA) as a conductive biopolymer to improve photocurrents, while the second strategy relies on the use of a redox hydrogel constituted by osmium complex-modified poly(vinyl imidazole) (P-Os). The electrodes based on microalgae/PDA/WO_3 show promising results due to the high conductivity of PDA, which also contains several catechol and quinone groups in its structure, serving as an immobilization matrix and improving charge transfer. Our results demonstrate a 20% photocurrent increment when combining microalgae with PDA/WO_3. Regarding the microalgae/P-Os/WO_3 electrode, we obtained a photocurrent increase of 69% compared to bare WO_3. This is because of the ability to immobilize microalgae through crosslinking within the redox hydrogel, with the Os complexes acting as electron mediators. The results obtained encourage the use of microalgae-based bioelectrodes exhibiting sophisticated and stable structures for the development of promising potential applications in photobioelectrocatalysis and energy conversion.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Dagwin Wachholz Junior, Rafael Gonçalves Pontes, Lauro Tatsuo Kubota

Nome dos Apresentadores: Dagwin Wachholz Junior, Rafael Gonçalves Pontes, Lauro Tatsuo Kubota, Dagwin Wachholz Junior

Instituição de Ensino: Institute of Chemistry, UNICAMP, Campinas, Brazil. National Institute of Science and Technology in Bioanalytics (INCTBio), Campinas, Brazil

A LABEL-FREE ELECTROCHEMICAL BIOSENSOR BASED ON CRISPR/CAS12A FOR THE DETECTION OF *STAPHYLOCOCCUS AUREUS* BACTERIA DNA

Resumo: Early and efficient diagnosis is essential for a correct treatment choice, avoiding complications and increasing survival rate. A rapid and selective identification of pathogenic bacteria that causes healthcare-associated infections is a major challenge, once classical methods such as PCR are time-consuming and not applicable to point-of-care settings. In this way, the development of new technologies for detection appears as an alternative, with CRISPR/Cas systems attracting increasing attention in accurate and sensitive nucleic acids detection. This study used a CRISPR/Cas12a system with electrochemical measurements to develop a highly sensitive biosensing assay for *Staphylococcus aureus* bacteria DNA. Considering the unique property that the CRISPR/Cas12a system is activated by either a dsDNA or ssDNA target, we introduce the collateral activity of CRISPR/Cas12a to evaluate the influence of PAM (Protospacer Adjacent Motif) sequences on DNA detection specificity and sensitivity, as well for the construction of a simple and highly sensitive label-free electrochemical sensor for *S. aureus*. First, different target and gRNA sequences (with PAM and without PAM) related to *S. aureus* bacteria were proposed. Then, PAGE analyses were conducted to confirm the programmable Cas12a endonuclease and collateral activity induced by the specific gRNA. In addition, an SH-ssDNA sequence was immobilized on a gold electrode to construct a label-free sensing interface. In the presence of pathogenic bacteria DNA target, the activated Cas12a/gRNA duplex triggered the cleavage of the ssDNA reporter, decreasing the resistance to charge transfer (Rct) of the redox probe $Fe(CN)^{4-/3-}$. The developed Cas12a/gRNA system could recognize bacterial DNA with high specificity, even considering some changes in the target sequence. Under optimized conditions of 1h cleavage at 37°C and with a gRNA:Cas12a (50 nM) ratio of 1:1, the system could detect bacteria DNA with high sensitivity and detectability, achieving a LOD as low as 9 pM for dsDNA, and without any pre-amplification steps. The results have also shown that both systems (with and without PAM) could detect the target sequence. However, without PAM sequence (ssDNA) a LOD of 8 times higher was achieved for the target DNA. The obtained sensor holds great promise in developing simple, highly sensitive, and specific diagnostics tools, achieving a new generation of biosensors for point-of-care applications.

Agradecimento: FAPESP, CNPq, CAPES and INCTBio.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lara Fernandes Loguercio, Anderson Thesing, Pedro Demingos, Carlos D. L. de Albuquerque, Roberta S. B. Rodrigues, Alexandre G. Brolo, Jacqueline F. L. Santos

Nome dos Apresentadores: Lara Fernandes Loguercio, Anderson Thesing, Pedro Demingos, Carlos D. L. de Albuquerque, Roberta S. B. Rodrigues, Alexandre G. Brolo, Jacqueline F. L. Santos, Lara Fernandes Loguercio

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, University of Victoria

IMOBILIZAÇÃO ENZIMÁTICA EFICIENTE A PARTIR DE UMA NOVA MATRIZ DE NANOCOMPÓSITO DE POLIPIRROL PARA DETECÇÃO ELETROQUÍMICA DO PESTICIDA CARBARIL

Resumo: Neste trabalho, filmes de nanocompósito de polipirrol dopado com índigo carmim, dodecilsulfato de sódio e nanopartículas de ouro (PPI-IC-DS-AuNP) foram eletropolimerizados *in situ* para serem utilizados como matriz suporte para imobilização da enzima acetilcolinesterase (AChE) da enguia elétrica. A partir das caracterizações físico-químicas foi observado que a presença e concentração de DS alteram a morfologia, espessura, rugosidade, molhabilidade e composição química superficial dos materiais. Filmes do nanocompósito sintetizados com DS abaixo de sua concentração micelar crítica (DS1) resultou em um material com superfície carregada positivamente e mais hidrofílica, favorecendo uma imobilização eficiente da enzima AChE por *drop casting*. A caracterização do biossensor PPI-IC-DS1-AuNP-AChE por espectroscopia Raman e medidas eletroquímicas mostrou que as estruturas presentes no sítio ativo estão disponíveis e possuem alta densidade de enzimas ativas (3,25 × 10^{-9} mol cm^{-2} de AChE ativa sobre o eletrodo), permitindo interações sensíveis com seu substrato por uma transferência direta de elétrons mais rápida. A determinação do pesticida carbaril, um inseticida de amplo espectro, foi realizada por medidas de cronoamperometria. O biossensor apresentou uma resposta linear na faixa de 0,05 a 0,25 ng mL^{-1}, com limite de detecção de 0,033 ng cm^2 mL^{-1}, limite de quantificação de 0,11 ng cm^2 mL^{-1} e sensibilidade de -59,5 × 103 A cm^{-2} mL g^{-1}. A grande acessibilidade e afinidade do pesticida ao sítio ativo da enzima na superfície foram avaliadas pelo modelo de Langmuir. Foram obtidas boa repetibilidade intra-eletrodo e reprodutibilidade inter-eletrodo, com desvio padrão relativo de 1,8 % e 3,7 % para a oxidação de tiocolina e detecção do pesticida carbaril, respectivamente. A estabilidade do biossensor melhorou quando armazenado em temperatura mais baixa (-15°C). O desempenho do biossensor também foi avaliado utilizando amostras reais de água da torneira, nas quais foram adicionadas diferentes concentrações de soluções padrão de carbaril. Portanto, este trabalho contribui para novas perspectivas sobre como melhorar o desempenho de biossensores de AChE, especialmente em matrizes contendo polímeros condutores.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lilian Danielle de Moura Torquato (1,2), Matteo Grattieri (3,4), Maria Valnice Boldrin Zanoni (1,2)

Nome dos Apresentadores: Lilian Danielle de Moura Torquato (1,2), Matteo Grattieri (3,4), Maria Valnice Boldrin Zanoni (1,2), Lilian Danielle de Moura Torquato

Instituição de Ensino: (1) São Paulo State University (UNESP)-Institute of Chemistry, (2) National Institute for Alternative Technologies of Detection, Toxicological Evaluation and Removal of Micropollutants and Radioactives (INCT-DATREM), (3) Dipartimento di Chimica, Università degli Studi di Bari Aldo Moro (Bari, Italia), (4) IPCF-CNR Consiglio Nazionale delle Ricerche (Bari, Italia)

LIGHT-DRIVEN DEGRADATION OF CITRUS INDUSTRY WASTEWATER USING INTACT PHOTOSYNTHETIC BACTERIA-BASED PHOTOANODES

Resumo: The citrus industry is essential for Brazilian's economic and social development, accounting for over 30% of global orange production, with approximately 16 million ton/year. At the same time, the orange processing industry leads to a massive generation of wastewater. This effluent, which is rich in organic matter, can cause serious environmental impacts if unproperly disposed. Conversely, it can be an excellent substrate for bioenergy production in photobioelectrochemical systems, using purple non-sulfur photosynthetic bacteria (PNSB) that exhibit outstanding metabolic versatility. However, an efficient and long-term photocurrent generation using PNSB requires artificial approaches to harvest the photogenerated electrons. In this work, we have used intact and viable cells of *Rhodobacter capsulatus* to produce electricity in a commercial LED-driven biohybrid photobioelectrochemical device, using the wastewater of the citrus processing industry as substrate. To artificially tune the bacteria-electrode interface, we utilized a bio-inspired approach based on the use of a polydopamine redox-adhesive matrix,[1] which simultaneously facilitates the photoinduced extracellular electron transfer while maintaining the bacteria in close contact with the electrode surface. Additionally, the increase in photocurrent density was achieved using a bagasse biochar-based electrode, which was demonstrated to be a promising low-cost material for creating biohybrid photoanodes. The 3D structure of pyrogenic carbon materials as biochars may promote the better attachment of microorganisms, whereas the quinones and polycondensed aromatic functional groups present in its structure can contribute to the electron transfer process at the biotic/abiotic interface. The integration of different waste-to-energy technologies together with the development of artificial approaches to harvest the photogenerated electrons in PNSB can open new perspectives for the application of these metabolically versatile organisms in a wide range of environmental applications, meeting the need for wastewater treatment[2] as well as the growing demand for clean and sustainable energy.

Agradecimento: M.G. would like to acknowledge funding from Fondazione CON IL SUD, Grant "Brains to South 2018", Project No. 2018-PDR-00914; L.D.M.T. and M.V.B.Z. would like to acknowledge the grants #2019/00463-7 and #2014/50945-4 of São Paulo Research Foundation (FAPESP).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Vagner da Silva Santos (1*), Pablo Roberto Lins da Silva (1), Henrique Pott-Junior (2), Ronaldo Censi Faria (1)

Nome dos Apresentadores: Vagner da Silva Santos (1*), Vagner da Silva Santos (1*), Pablo Roberto Lins da Silva (1), Henrique Pott-Junior (2), Ronaldo Censi Faria (1)

Instituição de Ensino: 1 Department of Chemistry, bioanalytical and electroanalytical laboratory, Federal University of São Carlos-UFSCar, Rod. Washington Luís km 235 - São Carlos, SP, 13565-905, Brazil., 2 Department of Medicine, Federal University of São Carlos-UFSCar, Rod. Washington Luís km 235 - São Carlos, SP, 13565- 905, Brazil.

GENOMAGENETIC METHOD USING MAGNETIC BEADS DECORATED WITH DNA PROBE AND DISPOSABLE DEVICES FOR DETECTION OF MIRNA-208B FOR DIAGNOSIS OF HEART DISEASES

Resumo: Coronary heart disease is the leading cause of cardiovascular complications, which in turn are at the top of the leading causes of death worldwide according to the WHO [01]. Early diagnosis of heart problems, except in congenital cases, is difficult due to the lack of systems capable of providing accurate, fast and low-cost detection. Currently, the recommended tests are electrocardiogram (ECG) and monitoring of serological markers. The ECG requires expensive equipment and specialized personnel since serological monitoring uses proteins not specific to heart damage and are only expressed in the bloodstream hours after the first symptoms. With this problem in mind, we developed a genomagnetic method with electrochemical detection using the system (HRP/H_2O_2/HQ) for capturing miRNA-208b in disposable electrodes. miRNA-208b is considered to be specific to acute myocardial infarction and is expressed at the onset of heart necrosis, enabling an early diagnosis. The method consists of the modification of magnetic beads (MBs) with DNA (hairpin) and biotin-PEG probes. By heating, the hairpin opened and in the presence of a target occurs hybridization in the complementary region. The MBs were then incubated with the probe containing the enzyme as label. After this, hairpin hybridized with the DNA sequence previously immobilized on the surface of the electrode and the miRNA-208b was electrochemically detected. With this strategy, the temperature (Ta) and optimal time (te) for the opening the hairpin; the hairpin concentration (Ch) and incubation time (ti); as well as the probe (Cs) concentration on the surface of the electrode were assessed. The optimization studies showed that the best conditions of the genomagnetic method were Ta = 93 °C; te = 5 min; Ch = 8 µM; ti = 16 h and Cs = 4 µM. Under these conditions the method showed an analytical range of 0.01 to 5000 fM with a detection limit of 0.01 fM. The genomagnetic test showed good specificity when tested in the presence of other non-hairpin-specific sequences. In addition, the system's stability when applied for 24 days, with a significant drop in the current signal only on end of this period. The method was applied in real blood serum samples of individuals with diseases that trigger heart problems and compared with the standard RT-PCR technique, which showed similar results indicating the viability of the genomagnetic test proposed.

Agradecimento: CAPES, FAPESP, FINEP, CNPq, Departamento de Química UFSCAR, LABIE, SBEE.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Valber Pedrosa

Nome dos Apresentadores: Valber Pedrosa, Valber Pedrosa

Instituição de Ensino: Unesp

ELECTROCHEMICAL APTAMER-BASED BIOSENSOR DEVELOPED TO MONITOR PCA3 AND PSA RELEASED BY PROSTATE CANCER CELLS

Resumo: Detection of prostate cancer (PCa) in the early stage of the disease is fundamental for the prevention of metastases and for the initiation of treatment, which may bring a greater chance of the patient cured; so several research groups have sought the manufacturer of a simple and non-invasive methodology. The early diagnosis relies on a prostate-specific antigen (PSA) serum test, even if it shows clear limits. Recently, prostate cancer gene 3 (*PCA3*) is a non-coding mRNA overexpressed in tumor cells compared with noncancerous prostate tissue. Here, we report a new method for detecting prostate cancer- specific antigen 3 (PCA3) and prostate-specific antigen (PSA) released by cancer cells using an aptasensor. Electrochemical impedance spectroscopy (EIS), SEM, and EDS were used to evaluate the biosensor surface. The aptamers were modified through Biosearch Technologies at 5′-terminus in C6-disulfide linker to have it bond to the gold electrode; and at 3′-end in methylene blue (MB) (as redox probe) to perform the electrochemical analysis, which was followed by the HPLC purification process to remove truncated-synthesis products and to enrich the purity of the aptamer sequences. Aptamer immobilization was done by incubation of 1 µM thiolated aptamer on the top of the gold-coated silicon electrode overnight, in the dark, at 4˚C. Subsequently, the electrodes were washed with PBS and a backfilling of 3 mM of MCH aqueous solution for 30 minutes was done to displace the nonspecifically adsorbed aptamer molecules and passivate the electrode surface. Finally, the electrodes were rinsed with PBS to remove MCH excesses. The electrochemical characterization was done in a potentiostat µAutolabIII (Metrohn, NL), using a three-electrode system, which consisted of Ag/AgCl (3M KCl), as reference electrode; Pt wire as a counter electrode; and gold-coated silicon wafer, as a working electrode. The prostate cell lines used were normal human prostate cells (RWPE-1; ATCC® CRL-11™), androgen-sensitive human prostate cancer cells (LNCaP; ATCC® CRL-1740™), and androgen-independent human prostate cancer cells (PC- 3; ATCC® CRL-1435™). The three lineages were chosen to better understand PCA3 and PSA production patterns by different cell types. The gold-coated silicon wafer electrode was analyzed by SEM and EDS, which acts as a working electrode and substrate to anchor the thiolated aptamer on the surface. By using square wave voltammetry, the present aptasensor could monitor the PCA3 and PSA released from prostate cells (normal and cancerous). The PSA and PCA3 detection limits were 1 ng/mL and 9.2 ng/mL, respectively, at a linear range up to 150 ng/mL, and it was also able to detect both biomarkers even in the presence of several interfering compounds (UA, AA, BSA, and MUC1). In addition, the herein-developed aptasensor verified, at the accurate and robust response, the patterns of the PCA3 and PSA released by different cell lines (RWPE-1, LNCaP, and PC3).

Agradecimento: Fapesp, Proge-Prope Unesp, CNPq, Capes.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Danielly S. Rocha1, Thaísa A. Baldo1, Habdias A. Silva-Neto1, Gerson F. D. Júnior1, Gabriela S. Bazílio1, Clayton L. Borges1, Juliana A. Parente1, William R. Araujo2, Thiago L. R. C. Paixão3, Wendell K. T. Coltro1,4

Nome dos Apresentadores: Danielly S. Rocha1, Thaísa A. Baldo1, Habdias A. Silva-Neto1, Gerson F. D. Júnior1, Gabriela S. Bazílio1, Clayton L. Borges1, Juliana A. Parente1, William R. Araujo2, Thiago L. R. C. Paixão3, Wendell K. T. Coltro1,4, Danielly S. Rocha

Instituição de Ensino: 1Universidade Federal de Goiás, 2Universidade Estadual de Campinas, 3Universidade de São Paulo, 4Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Bioanalítica

DISPOSABLE ECOFRIENDLY ELECTROCHEMICAL IMMUNOSENSOR FOR FAST DETECTION OF SARS-COV-2

Resumo: Since 2019, the COVID-19 global pandemic has claimed the lives of millions of people worldwide. In this context, to propose methods for the screening of the disease that are accessible and portable are essential for early diagnosis [1]. Therefore, this study proposes a fast, simple, and ecofriendly strategy for electrochemical detection of severe acute respiratory syndrome coronavirus 2 (SARS-CoV-2) using a novel immunosensor. In this sense, low-cost materials such as polyester sheet, graphite flakes, natural binder were used to fabricate the electrochemical devices through stencil-printing technique. To perform the modification step with biological recognition elements were used gold nanoparticles functionalized with cysteamine (Cys-AuNPs), glutaraldehyde, anti-protein S COVID-19 monoclonal antibody (Ab1) and bovine serum albumin (BSA), followed the incubation of recombinant SARS-CoV-2 Spike as target analyte during 15 min. Regarding analytical performance of the proposed immunosensor, an analytical curve was constructed by the electrochemical oxidation of $[Fe(CN)_6]^{3-/4-}$ and the square wave voltammetry (SWV) readout. The method presented linear response in the concentration range from 250 pg mL^{-1} to 20 µg mL^{-1} S protein, with a limit of detection of 25.6 pg mL^{-1}. Studies of repeatability and reproducibility of the proposed immunosensor were also carried out. Considering the repeatability analysis using 1 ng mL^{-1} spike protein for five electrochemical responses, the calculated RSD was 3.8%. The reproducibility of the SWV biosensor in presence of SARS-CoV-2 S protein and swab samples collected from three different patients ranged from 1.4 to 5.5% and agreed with the requirements for bioanalytical methods. The stability of the manufactured immuno-biosensor was also performed, which its devices were stored at 4.0 °C and demonstrated stable during two weeks of storage. Finally, the proposed immunosensor was successfully explored for detecting S protein in swab samples collected from 44 patients under suspect of infection by COVID-19 trough SWV responses. In parallel, the same samples were analyzed by using quantitative reverse transcription polymerase chain reaction method (qRT-PCR). In comparison with results obtained through qRT-PCR, the proposed immunosensor offered a 100% accuracy, thus emerging as a powerful alternative candidate for routine and decentralized testing, which can be helpful to control the possible COVID-19 outbreak.

Agradecimento: CNPq, CAPES, INCTBio, LACES, LABMIC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Pablo R. L. da Silva, Vagner S. Santos, Henrique Pott-Junior, Ronaldo C. Faria

Nome dos Apresentadores: Pablo R. L. da Silva, Vagner S. Santos, Henrique Pott-Junior, Ronaldo C. Faria, Pablo R. L. da Silva

Instituição de Ensino: Department of Chemistry at the Federal University of São Carlos - UFSCar; São Carlos - SP, Department of Chemistry at the Federal University of São Carlos - UFSCar; São Carlos - SP, Department of Medicine at the Federal University of São Carlos - UFSCar; São Carlos - SP, Department of Chemistry at the Federal University of São Carlos - UFSCar; São Carlos - SP

SEROLOGIC DIAGNOSIS OF COVID-19 USING MAGNETO-IMMUNOASSAY FOR ELECTROCHEMICAL DETECTION OF ANTI-SARS-COV-2 NUCLEOCAPSID PROTEIN ANTIBODIES USING DISPOSABLE MICROFLUIDIC DEVICES

Resumo: The virus called Severe Acute Respiratory Syndrome Coronavirus 2 (SARS-CoV-2) surprised the world in 2019 due to its high transmission rate, leading the World Health Organization (WHO) to declare a critical state of COVID-19 pandemic. Although currently the diagnosis of the disease is made mainly by the gold standard technique known RT-PCR and by immunochromatographic tests (rapid tests), both methods present few limitations. In this sense, although RT-PCR analysis provides more accurate results, the time and cost of the analysis make it impractical for use in regions with few resources [1]. Rapid tests seem to be an excellent alternative for diagnosis even in remote regions, but it is known that most rapid tests have many false positive and false negative results. Therefore, the detection of antibodies at the beginning of the infection window becomes an adequate strategy for the diagnosis and prognosis of COVID-19, which helps to reduce of the transmission rate. Thus, this work proposes a diagnostic method capable of detecting IgM antibodies produced by the immune system at the beginning of a viral infection, which are indicators of current or recent infection, and IgG for monitoring antibodies after vaccination. For that, a magneto-immunoassay was developed that uses magnetic beads (MBs) to pre-concentrate and separate the target from complex matrices to enable an electrochemical detection system with less interference influence. The ultrasensitive immunoassay consists of MBs functionalized and modified with the Nucleocapsid protein (NP) of the SARS-CoV-2 virus, which recognizes anti-SARS-Cov-2 from the serum sample. The developed method used a disposable electrochemical microfluidic device containing eight screen-printed carbon electrodes which allow the analysis of eight samples simultaneously. The developed method obtained a linear range of 0.01 to 100,000 fg mL^{-1} and an ultra-low detection limit of 0.01 fg mL^{-1} for anti-NP IgG antibodies. As there was no pattern of IgM antibodies, sample dilution studies were performed to better differentiate between negative and positive samples (1:50). Finally, the method for diagnosing IgM and IgG was evaluated using the ROC curve and the dot plot. Therefore, the proposed electrochemical immunoassay proved to be a highly sensitive and specific method for the detection of IgG and IgM antibodies. Its simplicity, speed, and ability to detect small amounts of target antibodies make it a useful tool for COVID-19 diagnosis.

Agradecimento: CNPq, CAPES, FAPESP, Finep, PPGQ UFSCar, XXIV SIBEE.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: SOUZA, B.C.A, STRADIOTTO, N.R.

Nome dos Apresentadores: Barbara Camila de Araújo Souza, SOUZA, B.C.A, STRADIOTTO, N.R.

Instituição de Ensino: Institute of Chemistry - UNESP - Araraquara, Bionergy Research Institute (IPBEN-Araraquara)

PRODUCTION OF RHAMONILIPIDS USING FATTY ACIDS FROM AGRO-INDUSTRIAL GUAVA RESIDUES BY BIOELECTROCHEMICAL SYSTEMS

Resumo: Surfactants are molecules with amphipathic properties. These biosurfactants (BS) are attributed numerous advantages such as biodegradability, high stability and low toxicity. Thus, the search for methodologies that will optimize this process and reduce the cost of production is in great demand, since biosurfactants have a significant application in several industries. Additionally, agro- industrial residues from different cultures produced in Brazil may contain different chemical species that are potentially classified as inputs in the process of synthesis of materials with high value. In addition, biochemical systems (BES) are an emerging area of research and in recent years, due to the growing environmental concern coupled with the demand for new forms of energy, has been attracting the attention of the scientific community to the production of chemical substances from waste which would be discarded. Thus, the present work presents a proposal for the synthesis of rhamnolipids from agro-industrial residues from the culture of guava by bacteria (*Pseudomona aeruginosa*), applying bioelectrochemical systems, to increase the reaction yield and decrease the cost of production of these species. Parameters such as time and initial concentration of the oil mixture were investigated. It was observed the majority formation of the di-rhamnolipid in from initial concentrations of 8g/L of the mixture of oils in a period of 24 hours of reaction, applying 0,3V. Parameters such as system agitation and concentration of microorganisms are being investigated, to find the best condition. The present work has an innovative and highly relevant character about the reuse of agro-industrial waste and has shown expressive and promising results regarding the production of rhamnolipids via electrochemistry.

Agradecimento: Fapesp (Thematic Project, process 2017/22401-8), CNPq, INCT-DATREM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lucas F. de Lima(a), Priscila P. Barbosab(b), José L. P. Módenab(b), and William R. de Araujo(a)

Nome dos Apresentadores: Lucas F. de Lima(a), Priscila P. Barbosab(b), José L. P. Módenab(b), and William R. de Araujo(a), Lucas F. de Lima

Instituição de Ensino: (a)Instituto de Química e (b)Instituto de Biologia da Unicamp

ELECTROCHEMICAL PAPER-BASED NANOBIOSENSOR FOR MONKEYPOX DIAGNOSIS AT POINT-OF-CARE

Resumo: Monkeypox virus (MPXV) is a zoonotic *Orthopoxvirus* genus of DNA viruses with symptoms that are similar to smallpox. MPXV presents high human-to-human transmission, which may occur sexually or through large respiratory droplets, and contact with skin lesions. Monkeypox disease was officially declared a public health emergency of international concern (PHEIC) by World Health Organization (WHO) due to the increased number of cases reported around the world in 2022. Here, we report a point-of-care (POC) electrochemical device that detects MPXV antigens in saliva and plasma samples within 15 minutes employing a laser-scribed graphene (LSG) sensor. The electrochemical device was manufactured by localized carbonization of paper substrate induced by CO_2 laser radiation, generating 3D porous graphene-based electrodes. Gold tree-like nanostructures (AuNS) were electrodeposited on the surface of the working electrode (WE), which enables the subsequent anchoring of the specific bioreceptor (A29 monoclonal antibody) to detect the viral envelope A29 MPXV protein. Under optimized lasing conditions (laser power of 10.5% and a scan rate of 40 mm s^{-1}) and functionalization, our nanobiosensor showed excellent electroanalytical performance, allowing the detection of A29 protein and inactivated MPXV strain in concentrations ranging from $1x10^{-14}$ to $1x10^{-7}$ g mL^{-1} and from $1x10^{-1}$ to $1x10^{4}$ PFU mL^{-1}, respectively, using electrochemical impedance spectroscopy (EIS) technique. The nanobiosensor readout is based on the change in the charge transfer resistance of 5.0 mmol L^{-1} $[Fe(CN)_6]^{-3/-4}$ redox probe generated after the incubation of 3.0 µL of virus sample on WE for 10 min. The nanobiosensor technology achieved a limit of detection (LOD) of 3.0 $x10^{-16}$ g mL^{-1} for A29 and $7.8x10^{-3}$ PFU mL^{-1} for inactivated MPXV, and provided recoveries values between 93.9% and 114.1% and ranging from 92.1% to 119.2% when tested in saliva and plasma samples spiked with inactivated MPXV. Importantly, the method presented adequate reproducibility (relative standard deviation (RSD) of 4.67%, n=10 biosensors) when tested in the presence of $1x10^{1}$ PFU mL^{-1} MPXV, and no cross-reactivity (RSD<8.0%) was observed when the nanobiosensor was tested in the presence of other poxvirus and non-poxvirus strains. Collectively, our nanobiosensor uses a green manufacturing method (LSG) on an accessible and biodegradable substrate, yielding a rapid and sensitive MPXV diagnostic method, which can enable frequent MPXV testing.

Agradecimento: This work was supported by the São Paulo Research Foundation (FAPESP) [Grant number: 2018/08782- 1], CNPq (Grant number: 438828/2018-6), and CAPES (Grant number: 88887.479793/2020-00).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lucas Moreira Silva, Elaine Cristina Martins, Antônio Aparecido Pupim Ferreira, Nelson Arno Wulff, Hideko Yamanaka.

Nome dos Apresentadores: Lucas Moreira Silva, Elaine Cristina Martins, Antônio Aparecido Pupim Ferreira, Nelson Arno Wulff, Hideko Yamanaka., LUCAS MOREIRA SILVA

Instituição de Ensino: Institute of Chemistry (IQ)/UNESP/Araraquara/São Paulo/Brazil, National Institute for Alternative Technologies of Detection, Toxicological Evaluation & Removal of Micropollutants and Radioactives (INCT- DATREM)/UNESP/Araraquara/São Paulo/ Brazil, Citrus Defense Fund (Fundecitrus) Araraquara/São Paulo/Brazil

IMPEDIMETRIC IMMUNOSENSOR FOR DETECTION OF *CANDIDATUS* LIBERIBACTER ASIATICUS IN CITRUS SAMPLES USING MAGNETIC NANOPARTICLES

Resumo: Citriculture is one of the best organized sectors of the Brazilian agroindustry. Currently, Brazil is the largest orange producer in the world, responsible for 60% of all world production ; in the last harvest 22/23 12.82 million tons of oranges were produced in the so-called citrus belt of São Paulo and Minas Gerais. However, citrus farming has been facing some challenges due to the spread of different diseases, of which we can highlight Huanglongbing (HLB) also known as “greening”, which is caused by the bacteria *Candidatus* Liberibacter asiaticus and *Candidatus* Liberibacter americanus. The detection of plants contaminated with HLB in the orchard is visual and generally subjective, at the laboratories, biomolecular methods demand analysis time and high financial cost. On the present work, a selective impedimetric immunosensor for the detection of HLB in citrus samples using magnetic nanoparticles (mNP) was developed. The mNP were synthesized by the co-precipitation method of $FeCl_2.4H_2O$ and $FeCl_3.6H_2O$ salts in ammonia medium. The commercial anti-HLB antibody (A) was immobilized on the mNP thought the surface modified with (3- aminopropyl) triethoxysilane (APTES), forming the mNP|A. Physical characterizations were carried out in order to evaluate the chemical and morphological structure of the mNP|A, which presented a Gaussian distribution with d_{med} = 9 nm with n = 400. The affinity reaction was performed by electrochemical impedance spectroscopy (EIS), using vitreous carbon as a working electrode containing a neodymium magnet. For EIS measurements, a 5.0 mM $Fe(CN)_6^{3-/4-}$ redox probe in 500.0 mM KCl medium was used. All measurements were performed in OCP, frequency from 50 kHz to 10 mHz with *a* of 10 mV (*rms*). After the optimization of experimental parameters for the immobilization of antibody, analytical curve was constructed in triplicate, which presented a linear dynamic range from 1.0 fg mL^{-1} to 50.0 pg mL^{-1}, with the equation of the straight line $\Delta Rtc = 245.4 \pm 6.1\ (\Omega) + 202.4 \pm 5.6\ (\Omega/fg\ ml^{-1}) \times \log([Ag])(fg\ ml^{-1})$ with r = 0.9992. Limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ) values were calculated as 0.25 fg mL^{-1} and 0.83 fg mL^{-1}, respectively. The dissociation constant of Ab-Ag (K_d) was calculated as well as the electrical equivalent circuit (EEC) of the working interface was described. The immobilized antibody was placed in contact with the different samples of extracts from the leaves of citrus plants. After the affinity reaction, the material was washed to minimize the matrix effect. The developed device distinguishes HLB-positive samples from HLB-negative samples and from samples positive for other diseases that affect citrus growing. The results obtained by the impedimetric immunosensor corroborate the data obtained by the qPCR technique.

Agradecimento: FAPESP n° 2014/50945-4; CAPES; CNPq 14/50945-4.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thaís Machado Lima, Helen Rodrigues Martins, Lucas Franco Ferreira

Nome dos Apresentadores: Thaís Machado Lima, Helen Rodrigues Martins, Lucas Franco Ferreira, Thaís Machado Lima

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri

FABRICAÇÃO DE ELETRODOS IMPRESSOS PARA BIOSSENSORES COM DETECÇÃO CONJUNTA E ESPECÍFICA DA DOENÇA DE CHAGAS E LEISHMANIOSE VISCERAL

Resumo: A busca por sensores eletroquímicos com sensibilidade, seletividade, estabilidade, baixo custo e fácil aplicação é de grande importância. No entanto, a regeneração das superfícies dos eletrodos representa um desafio significativo para a sua aplicação comercial, pois requer a intervenção de um operador [1]. Nesse sentido, a utilização de eletrodos descartáveis torna-se uma opção prática. A tecnologia *screen-printing* permite a produção em larga escala de eletrodos, oferecendo maior versatilidade e praticidade em comparação aos eletrodos sólidos, além de possibilitar a fabricação de sistemas miniaturizados e diversificados [2]. O objetivo deste estudo foi fabricar um eletrodo impresso e desenvolver um biossensor eletroquímico para detecção conjunta das doenças de Chagas (DC) e Leishmaniose visceral (LV). Para isso, foram fabricados moldes que foram impressos em papel adesivo e fixados sobre um substrato de polietileno, contendo um eletrodo auxiliar, dois eletrodos de trabalho e um eletrodo de referência. As tintas condutoras foram depositadas nos moldes e, em seguida, o molde foi removido. A composição das tintas de grafite foi otimizada, sendo que a tinta contendo 46,3% de pó de grafite, 44,4% de verniz vitral e 9,3% de propilenoglicol apresentou os melhores resultados. Para a tinta de prata, que foi posteriormente clorada, a composição estabelecida foi de 50% de pó de prata e 50% de verniz vitral. A acetona foi utilizada como solvente em ambas as tintas, e o dispositivo final apresentou as dimensões de 18,50 x 31,77 x 0,5 mm. Filmes poliméricos derivados do ácido 4-hidroxifenilacético foram depositados na superfície dos eletrodos de trabalho por meio de Voltametria cíclica. Antígenos recombinantes L. infantum (rLCi1,2) foram imobilizados no primeiro eletrodo de trabalho, enquanto T. cruzi (IBMP 8.1) foi imobilizado no segundo eletrodo, seguido de albumina bovina 0,01% em ambos os eletrodos. Utilizando a Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE), foram realizadas análises de todos os processos de modificação dos eletrodos, bem como detecção de anticorpos (LV e DC) presentes em amostras de soros (cão e humanos). Após a conclusão de todas as etapas, verificou-se que o biossensor proposto foi capaz de diferenciar, com segurança analítica, amostras positivas e negativas para ambas as doenças. O sistema de detecção é portátil, descartável e do tipo *point of care*, o que o torna uma possível alternativa para o avanço do diagnóstico dessas doenças.

Agradecimento: FAPEMIG (APQ-00207-21), FAPEMIG - Rede Mineira Imunobioleish-Minas (RED-00032-22), CNPq (404210/2021-0) e ICT/UFVJM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Beatriz Alves Fernandes, Rafael Martos Buoro

Nome dos Apresentadores: Beatriz Alves Fernandes, Rafael Martos Buoro, Beatriz Alves Fernandes

Instituição de Ensino: Departamento de Química e Física Molecular, Instituto de Química de São Carlos- Universidade de São Paulo

ELECTROCHEMICAL STUDY OF TARTRAZINE-DNA AND BLUE BRILLIANT-DNA *IN SITU* INTERACTIONS USING A NOVEL DNA-BIOSENSOR CARBON PASTE ELECTRODE MODIFIED WITH NATURAL DEEP EUTECTIC SOLVENT

Resumo: The food colorant tartrazine (TZ) and Blue Brilliant (BB) reports showed that can be agents of mutagenic and can cause changes to the DNA [1,2]. DNA-based sensors have been used to detect DNA-binding molecules that interact and induce changes in the DNA structure and electrochemical properties [3]. This work investigated the electrochemical behavior of tartrazine and Blue Brilliant at carbon paste electrode (CPE) modified with natural deep eutectic solvent (NADES) using cyclic and differential pulse voltammetry in a wide pH range. Electrochemical oxidation process were observed for both dyes food. The electrochemical evaluation of the interactions TZ-dsDNA and BB-dsDNA using a dsDNA-electrochemical sensor was studied using differential pulse voltammetry, following changes of DNA structure and conformation detected via electrochemical responses of oxidation peak of guanosine and adenosine residues [4]. The dsDNA interaction mechanism of BB-dsDNA, for shorter incubation times, led to the condensation of the DNA conformation occurring by the binding of BB molecules in the C-G base pair of the dsDNA, indicating the possibility of a process of intercalation between the BB and bases residues of dsDNA. The TZ-dsDNA interaction cause a decrease in the oxidation peaks of adenosine residue electrochemical currents in short times, as TZ can act as an intercalator between the base pairs of dsDNA. Thus, this study showed that both dyes caused changes in the DNA morphological structure and conformational indicating that the compounds could insert into DNA by intercalation. However, TZ and BB did not induce DNA oxidative damage.

Agradecimento: This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior- Brasil (CAPES) -Finance Code 001.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thaís Machado Lima, Daiane Martins Leal, Zirlane Coelho Ferreira, Danilo Bretas de Oliveira, Lucas Franco Ferreira

Nome dos Apresentadores: Thaís Machado Lima, Zirlane Coelho Ferreira, Thaís Machado Lima, Daiane Martins Leal, Zirlane Coelho Ferreira, Danilo Bretas de Oliveira, Lucas Franco Ferreira

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri (UFVJM)

IMUNOSSENSOR ELETROQUÍMICO PARA A DETECÇÃO DO SARS-COV-2 UTILIZANDO ELETRODOS DE GRAFITE DE LAPISEIRA MODIFICADOS COM POLI(ÁCIDO 4-HIDROXIBENZOICO)

Resumo: O diagnóstico considerado padrão-ouro para a COVID-19 consiste na detecção do genoma do SARS-CoV-2 por meio da técnica de reação em cadeia da polimerase de transcrição reversa. Embora esse método seja altamente eficiente, sua aplicação em larga escala é restrita devido ao tempo necessário para a análise e liberação dos resultados, ao alto custo envolvido, à necessidade de equipamentos e reagentes específicos e profissionais qualificados[1]. Nesse contexto, os sensores eletroquímicos têm se destacado no diagnóstico clínico, pois oferecem vantagens como obtenção de resultados em tempo real, utilização de pequenas quantidades de reagentes e amostras, além de baixo custo, permitindo a realização de testes em massa sem a necessidade de profissionais especializados ou equipamentos sofisticados[2]. Portanto, o presente trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de um novo biossensor eletroquímico utilizando eletrodos de grafite de lapiseira (PGE) modificados com poli(ácido 4-hidroxibenzóico), nos quais foram imobilizados anticorpos anti-SARS-CoV- 2 na presença de nanopartículas de prata. A modificação dos PGE foi realizada por meio da eletropolimerização do monômero, utilizando a técnica de Voltametria cíclica. As condições de eletropolimerização, como concentração do monômero, número de ciclos de potencial e velocidade de varredura, foram otimizadas, sendo que as melhores respostas para a detecção do vírus foram obtidas utilizando uma solução de 2,5 mM do monômero preparada em 0,50 M de H_2SO_4 com 25 ciclos de potencial sucessivos, a uma velocidade de varredura de 50 mV/s, na faixa de potencial de 0,0 V a +1,4 V. Para a detecção do vírus, as condições otimizadas consistiram em uma diluição de 1:250 de anticorpos e vírus, imobilizados por 30 minutos e 20 minutos, respectivamente, além da adsorção de 0,01% de soro de albumina bovina por 10 minutos. Pools positivos e negativos de amostras clínicas foram analisados em diferentes diluições para investigar os efeitos da matriz, e os resultados demonstraram que a diluição de 1:10 do vírus minimiza tais efeitos. Foram avaliadas 10 amostras de soros humanos positivos e 10 amostras de soros negativos, nas quais o biossensor proposto apresentou alta especificidade e seletividade. Além disso, vírus como Influenza A e B, HIV e Vaccinia não apresentaram interferência na determinação do SARS-CoV-2. Com essa abordagem, o biossensor eletroquímico se mostrou um material promissor para a detecção do SARS-CoV-2 em amostras reais.

Agradecimento: FAPEMIG (APQ-00207-21), CNPq (404210/2021-0) e ICT/UFVJM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ana Clara Bonizol Zani, João Pedro Rueda Furlan, Eliana Guedes Stehling, Adalgisa Rodrigues de Andrade, Valeria Reginatto

Nome dos Apresentadores: Ana Clara Bonizol Zani, João Pedro Rueda Furlan, Eliana Guedes Stehling, Adalgisa Rodrigues de Andrade, Valeria Reginatto, Ana Clara Bonizol Zani

Instituição de Ensino: Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto (USP)/ Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto (USP)

EMPREGO DE *PSEUDOMONAS* ISOLADA DE SOLO COMO BIOCATALISADOR EM CÉLULA A COMBUSTÍVEL MICROBIANA

Resumo: Células a combustíveis microbianas (CCM) são sistemas bioeletroquímicos capazes de converter energia química em elétrica empregando microrganismos que atuam como biocatalisadores. Microrganismos do gênero *Pseudomonas* spp. são considerados promissores biocatalisadores, pois são capazes de produzir diferentes classes de compostos que podem atuar como mediadores de elétrons, aumentando a transferência eletrônica e a geração de energia. Este trabalho avaliou a cepa *Pseudomonas poae* S734, isolada a partir de uma amostra de solo da cidade de Montes Claros/MG, como biocatalisador em um ânodo de CCM para obtenção de energia. Como ânodo foi utilizado um tecido de carbono inerte (9 cm^2) conectado ao cátodo por uma resistência (1000 Ω). O cátodo foi constituído por um tecido de carbono com platina (40%) prensado a uma membrana trocadora de prótons (Nafion117). Como meio de cultura, foi utilizada uma solução Lovley com glicerol 1 gL^{-1} como fonte de carbono, que também foi usada como eletrólito suporte nas análises eletroquímicas [1]. As medidas de voltagem da CCM foram obtidas a cada 15 minutos utilizando uma placa micro controladora (Arduino Mega). Os testes de curva de potência foram realizados a 2 mVs^{-1} em um potenciostato AUTOLAB PGSTAT 128N (Software NOVA 1.11) e as medidas cronoamperométricas a um potencial de +0,3 V vs. Ag/AgCl por 1h. Os cincos ciclos de alimentação da CCM resultaram em valores de corrente de 32,9; 30,0; 70,1; 43,6 e 27,1 mAm^{-2}, respectivamente. Provavelmente, esse comportamento está relacionado com a formação do biofilme, sendo os dois primeiros ciclos correlacionados com a fixação das células no eletrodo, o terceiro ciclo com a maturação do biofilme e os dois ciclos finais com a dispersão do biofilme. A de curva de potência realizada sob condições abióticas apresentou uma densidade de potência de 2,2 mWm^{-2} e uma corrente de 16,8 mAm^{-2}. A introdução do biocatalisador elevou em 7,7 vezes a densidade de potência do sistema (17,1 mWm^{-2}) e 3 vezes a corrente (50,5 mAm^{-2}). A medida cronoamperométrica no tecido abiótico demonstrou uma transferência de carga de 8,9 mC, e com o biocatalisador o valor aumentou para 112,6 mC (12,6 vezes). Diante disso, pode- se concluir que a cepa S734 aumentou a transferência eletrônica e a produção de energia, sendo um vantajoso biocatalisador capaz de metabolizar glicerol.

Agradecimento: Os autores agradecem a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) (Processos: 2021/07294-6 e 2022/04024-0).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Alexandre Rafael Morais da Silva, Priscila Izabela Soares, Rafael Mendes Coelho, Kamila Lorene Soares Rocha, Danilo Bretas de Oliveira, Lucas Franco Ferreira

Nome dos Apresentadores: Alexandre Rafael Morais da Silva, Priscila Izabela Soares, Rafael Mendes Coelho, Kamila Lorene Soares Rocha, Danilo Bretas de Oliveira, Lucas Franco Ferreira , Priscila Izabela Soares, Rafael Mendes Coelho

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri

INVESTIGAÇÃO DO USO DE DIFERENTES MONÔMEROS NO DESENVOLVIMENTO DE UM TRANSDUTOR IMPEDIMÉTRICO DE BAIXO CUSTO PARA DETECÇÃO DO VÍRUS VACCINIA

Resumo: A Varíola, que havia sido considerada erradicada globalmente na década de 80, tem apresentado recentemente o surgimento de novas cepas mais virulentas em alguns países[1]. Os métodos sorológicos convencionais, como ELISA e PCR são amplamente utilizados para diagnosticar a presença do vírus Vaccinia (VACV), causador da Varíola[2]. Entretanto, esses métodos são inviáveis para uso em larga escala devido ao longo tempo de resposta, alto custo, necessidade de equipamentos e reagentes específicos. Diante desse cenário, sensores eletroquímicos têm se destacado como uma abordagem promissora para diagnósticos clínicos, oferecendo vantagens como tempo de resposta e custo reduzidos, menor quantidade de reagentes e amostras biológicas necessárias, além da possibilidade de automação do sistema[3]. Este trabalho teve como objetivo desenvolver um imunossensor impedimétrico utilizando eletrodos de grafite de lapiseira (PGE) (B e 2B), modificados pela eletropolimerização (EP) dos monômeros: 4-hidroxibenzamida (4-HBZ) e 2-hidroxibenzamida (2- HBZ). A ativação dos PGE foi realizada em solução de H_2SO_4 0,05 M (+1,10 V por 300s). A modificação dos PGE foi realizada por cronoamperometria aplicando um potencial de +1,3 V (300s) em solução 2,50 mM dos monômeros preparada em 0,50 M de H_2SO_4. Após a modificação dos PGE, os anticorpos anti-VACV foram imobilizados, via adsorção, em concentração de 100 ng/mL (30 min), seguido pelo bloqueio da superfície com 0,01% de albumina de soro bovino (10 min). Cada imunossensor foi colocado em contato com um pool de amostras de soros bovinos contendo o VACV diluídas a 1:10 (30 min), para fins de investigar a influência e eficiência do polímero na superfície do PGE. Ao analisar os valores de resistência à transferência de carga (R_{tc}), constatou-se que, dentre os filmes poliméricos depositados sobre o PGE (B), o poli(2-HBZ) apresentou resultados mais promissores para a detecção do VACV, exibindo um aumento de 77,2% da R_{tc} para o controle positivo. Por outro lado, em relação ao PGE (2B), o poli(4-HBZ) apresentou melhores resultados, com uma redução de 21% nos valores de R_{tc} para o controle positivo. Essas observações sugerem que a composição e as características dos PGE exercem uma influência direta na reposta. Estudos adicionais, focados na otimização das etapas de EP e fabricação do imunossensor, estão em andamento para aprimorar a construção desse dispositivo, buscando elevar sua sensibilidade, seletividade e reprodutibilidade.

Agradecimento: FAPEMIG, CNPq, ICT/UFVJM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Marina Ceccon Dias, Caio César Gonçalves Silva, Saulo Santesso Garrido, Maria Valnice Boldrin Zanoni

Nome dos Apresentadores: Marina Ceccon Dias, Caio César Gonçalves Silva, Saulo Santesso Garrido, Maria Valnice Boldrin Zanoni, Marina Ceccon Dias

Instituição de Ensino: São Paulo State University (UNESP), Institute of Chemistry, Araraquara - SP - Brazil

PERFORMANCE OF CHLOROPLAST-BASED BIOPHOTOELECTRODE TO DETECTION OF HERBICIDES

Resumo: Photosynthesis relies on light-controlled electron transfer reactions. It usually involves a chlorophyll-protein complex located in the thylakoid membrane inside the chloroplasts, which has several applications in bioelectrochemical systems, such as biosensors for the detection of herbicides. In this context, this work investigated the extraction, characterization, and application of chloroplasts, a photosynthetic entity, immobilized on tungsten trioxide (WO3) semiconductor electrode modified with polydopamine (PDA), a conductive polymer. The WO3 substrate was used due to its compatible characteristics, such as low band gap, chemical stability, absorption in the visible region, and biocompatibility, the electrode was synthesized by anodizing a W sheet at 40 V, for 15 minutes in 0 .1 mol L-1 of sodium sulfate with 0.7% (w/v) ammonium fluoride and calcined at 450˚C. The WO3 electrode was modified with a PDA by autopolymerizing 5mg mL-1 of dopamine in a medium of 10mmol L-1 of Tris-HCl pH= 8.5 at 4°C ± 2°C for 2 hours. After that, 30µL of a solution of 200µg mL-1 of chloroplasts was dripped onto the surface of the electrode and allowed to dry at room temperature. chloroplasts. The photoelectrochemical perfomance of the construction steps of the photobioelectrochemical device described were carried out in 0.1 mol L-1 PBS medium, using the scanning linear voltammetry (LSV) technique, irradiated with a filter using a 1.5 AMG solar simulator, in this preliminary stage, it can be seen that the use of PDA as a chloroplast immobilization matrix is effective, as this material has advantageous properties, such as strong adhesion, biocompatibility, absorption in the visible region and functional groups (quinones and semiquinones) that facilitate the transport of charge contributing to the improvement of photocurrent. The use of chloroplasts amplified the photocurrent in 88.4% compared to the PDA/WO3 electrode . Finally, this work contributes to the understanding of the use of chloroplasts as a new class of materials with sophisticated and intricate structures, promising remarkably improved quantum efficiency with applied potentials in photobioelectrocatalysis, which will be explored in the future.

Agradecimento: The authors are grateful to the following Brazilian research funding agencies for the financial support provided during the course of this research: Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES), Conselho Nacional de Pesquisa e Desenvolvimento, CNPq (grant number #465571/2014-0), and Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP (grant number #2014/50945-4).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Bruna M. Hryniewicz, Alecsandra Santos, Ana Paula Macedo de Souza Brandão, Hellen Abreu, Larissa Bach-Toledo, Stella Schuster da Silva, Andrei E. Deller, Vanessa Rogerio, Dayane S. B. Rodrigues, Priscila M. Hiraiwa, Beatriz G. Guimarães, Luís F. Marchesi, Jaqueline C. Oliveira, Daniela F. Gradia, Frederico L.F. Soares, Nilton I.T. Zanchin, Carolina C. Oliveira, Marcio Vidotti.

Nome dos Apresentadores: Bruna M. Hryniewicz, Alecsandra Santos, Ana Paula Macedo de Souza Brandão, Hellen Abreu, Larissa Bach-Toledo, Stella Schuster da Silva, Andrei E. Deller, Vanessa Rogerio, Dayane S. B. Rodrigues, Priscila M. Hiraiwa, Beatriz G. Guimarães, Luís F. Marchesi, Jaqueline C. Oliveira, Daniela F. Gradia, Frederico L.F. Soares, Nilton I.T. Zanchin, Carolina C. Oliveira, Marcio Vidotti., Bruna M. Hryniewicz

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Paraná, Instituto Carlos Chagas - FIOCRUZ Paraná, Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer, Universidade Tecnológica Federal do Paraná

BIOSSENSOR IMPEDIMÉTRICO PARA A DETECÇÃO DE SARS-COV-2 EM AMOSTRAS DE SALIVA BASEADO EM NANOTUBOS DE POLIPIRROL, HIDRÓXIDO DE NÍQUEL E FRAGMENTOS DE ANTICORPOS VHH

Resumo: Com o surgimento da pandemia da COVID-19 tornou-se necessário o desenvolvimento de novos sistemas de detectação de infecções ativas do vírus SARS-CoV-2 a fim realizar a testagem em massa da população. Neste contexto, vários biossensores eletroquímicos foram desenvolvidos buscando resultados com alta especificidade e sensibilidade. No entanto, a combinação destes parâmetros com detecção rápida, simplicidade e portabilidade ainda é um grande desafio. Neste trabalho, um biossensor impedimétrico foi desenvolvido utilizando um fragmento de anticorpo derivado de camelídeos (VHH), denominado Sb#15-His6. VHHs tipicamente apresentam maior sensibilidade, estabilidade e menor custo de produção em comparação aos anticorpos convencionais. O biossensor foi construído com nanotubos de polipirrol (PPI- NTs) que possuem elevada área superficial, alta condutividade e dispensam o uso de uma sonda redox no eletrólito para detecção, pois este apresenta reações faradaicas e, portanto, resistência de transferência de carga associada. Os PPI-NTs foram recobertos com filme de $Ni(OH)_2$, fundamental para imobilizar o Sb#15-His6 na superfície do eletrodo de maneira orientada através da interação da hexahistidina do VHH com o Ni^{2+}. Os materiais foram caracterizados por imagens de microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia na região do infravermelho (FTIR) e métodos eletroquímicos. Cada etapa de construção do biossensor foi caracterizada por espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) e FTIR, que demonstraram a imobilização efetiva do VHH. O biossensor foi utilizado para a detecção do RBD da proteína Spike utilizando EIS e os dados foram ajustados com um modelo de circuito equivalente e linha de transmissão. O limite de quantificação obtido foi de 0,01 pg/mL, menor do que os valores obtidos com anticorpos monoclonais comerciais. Os biossensores foram empregados para a detecção da proteína Spike em salivas pré-caracterizadas por RT-qPCR. Utilizando análise estatística para o cálculo do *cut-off*, verificou-se que as variantes Ômicron e Delta foram detectadas com precisão em amostras positivas apenas com os biossensores de Sb#15-His6, que atendeu aos requisitos de sensibilidade e especificidade recomendados pela Organização Mundial de Saúde para diagnóstico *in vitro*. Em resumo, uma nova perspectiva aliando VHHs recombinantes com desenvolvimento de biossensores para testagem de amostras reais foi explorada em resposta à necessidade de biossensores precisos, rápidos e sensíveis.

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

ISBN 978-85-8167-307-3

Financiamento 001 e AUXPE 88881.504691/2020-0. Este trabalho também foi financiado pela CNPq 03038/2019-5; 408635/2018-5; 304167/2019-3 e 304788/2018-0), CNPq/MCTI/FNDCT N° 18/ 2021 (408589/2021-3), INCTBio (FAPESP 2014/50867-3 e CNPq 465389/2014-7), Fundação Araucária/FIOCRUZ e Universidade Federal do Paraná (PROIND-2020). Os autores agradecem ao Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR e às plataformas da FIOCRUZ RPT-15A e RPT-08L.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Stella Schuster da Silva, Tatiana Lima Valério, Bruna Maria Hryniewicz, Mel De Souza Wendhausen Araújo, Hussamaldeen Jaradat, Olfa Kanoun, Marcio Vidotti, Carolina Camargo de Oliveira

Nome dos Apresentadores: Stella Schuster da Silva, Tatiana Lima Valério, Bruna Maria Hryniewicz, Mel De Souza Wendhausen Araújo, Hussamaldeen Jaradat, Olfa Kanoun, Marcio Vidotti, Carolina Camargo de Oliveira, Stella Schuster da Silva, Tatiana Lima Valério

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Paraná, Universidade Federal do Paraná, Universidade Estadual de Campinas, Universidade Federal do Paraná, Technische Universität Chemnitz, Technische Universität Chemnitz, Universidade Federal do Paraná, Universidade Federal do Paraná

BIOSSENSOR ELETROQUÍMICO PARA DETECÇÃO DE *HELICOBACTER PYLORI* EM AMOSTRAS DE SALIVA

Resumo: *Helicobacter pylori* é uma bactéria reconhecida como agente carcinogênico de Grupo 1 pela Agência Internacional de Pesquisa com Câncer. Estima-se que esteja presente em mais da metade da população mundial. No Brasil, a prevalência pode chegar de 70 a 90% em regiões com baixa condição socioeconômica. A infecção por *H. pylori* está associada ao desenvolvimento de gastrite crônica, úlcera péptica e até mesmo câncer gástrico. Para diagnóstico da infecção por *H. pylori* no Brasil é considerado padrão-ouro a análise histológica de biópsia do estômago obtida por endoscopia digestiva, um exame invasivo e custoso que necessita de profissionais altamente qualificados. Após o tratamento da infecção confirmada com antibióticos, é necessário repetir a endoscopia para confirmar a erradicação da infecção. Sendo assim, há necessidade de desenvolver técnicas diagnósticas não-invasivas rápidas e acessíveis, que possam servir como triagem para referir pacientes para testes mais complexos subsequentes. Neste trabalho foi desenvolvido um biossensor eletroquímico baseado em nanotubos de polipirrol (PPI-NTs) e $Ni(OH)_2$ em eletrodos impressos de carbono para detecção da proteína de membrana HopQ da *H. pylori* em amostras artificiais de saliva. A saliva é uma amostra biológica interessante de ser explorada, especialmente em dispositivos *point-of-care*, visto que sua coleta é fácil, indolor e permite autocoleta. O material de PPI-NTs/$Ni(OH)_2$ foi caracterizado por imagens de microscopia eletrônica de transmissão e varredura e por medidas eletroquímicas, confirmando sua deposição na superfície do eletrodo. Os anticorpos policlonais específicos para a proteína foram imobilizados na superfície do eletrodo a partir da afinidade do níquel por grupamentos amina na estrutura da biomolécula. O passo a passo da construção do biossensor e a detecção de HopQ foram feitos utilizando espectroscopia de impedância eletroquímica e os dados foram ajustados com um modelo de linha de transmissão. Foi construída uma curva analítica a partir do ΔRct, calculado em relação ao branco, que aumenta proporcionalmente à concentração do analito dada a característica isolante da proteína sendo detectada. Desta forma, obteve-se uma faixa linear de trabalho de 0,5 pg/mL a 3,3 ng/mL. Este trabalho, portanto, combina a afinidade do Ni2+ com as biomoléculas, pouco explorada na área de biossensores, para detecção específica e sensível do antígeno da *H. pylori* de forma não-invasiva em amostras de fácil coleta.

Agradecimento: O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001. Os autores também agradecem a Universidade Federal do Paraná pelas instalações onde foram conduzidos os experimentos, os grupos de pesquisa LCIN - Laboratório de Células Inflamatórias e Neoplásicas e GPMIn - Grupo de Pesquisa em Macromoléculas e Interfaces e o apoio da Technische Universität Chemnitz e do Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFPR.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Tallita Stéfanne e Silva, Diego Leoni Franco

Nome dos Apresentadores: Tallita Stéfanne e Silva, Diego Leoni Franco, Tallita Stéfanne e Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Uberlândia

DESENVOLVIMENTO DE UM IMUNOSSENSOR IMPEDIMÉTRICO PARA A DETECÇÃO DO VÍRUS SINCICIAL RESPIRATÓRIO

Resumo: O vírus sincicial respiratório (VSR) é um importante patógeno responsável por infecções das vias aéreas, acometendo principalmente crianças de até cinco anos, podendo levar à morte [1]. O diagnóstico laboratorial precoce é imprescindível para diminuir o número de óbitos, pois permite o uso de tratamento adequado. As metodologias disponíveis para a detecção do VSR apresentam algumas desvantagens [2,3], contornadas pelo desenvolvimento de um imunossensor eletroquímico baseado nas interações específicas entre anticorpos comerciais e o antígeno viral. Neste trabalho, eletrodos de carbono grafite de lapiseira (ECGL) modificados com polímero funcionalizado derivado do ácido 3-aminofenilacético (3AFA) foi usado para a imobilização de anticorpos (Ab) via ligação covalente para o desenvolvimento de um biossensor para detecção do vírus como antígeno (Ag). O mecanismo de eletropolimerização foi proposto utilizando equações de Nernst [6], Tafel [7] e Laviron [8], sugerindo uma reação iniciada com a perda de um próton e um elétron com a geração de um produto com grupos carboxílicos disponíveis para reações. A caracterização eletroquímica foi feita comparando-se os voltamogramas cíclicos (VCs) dos ECGLs limpo e modificado em soluções do eletrólito suporte e padrões aniônicos e catiônicos. As correntes geradas sugerem a formação de um polímero com características condutoras. O biossensor foi desenvolvido sobre esta matriz com a ativação dos grupos carboxílicos do poli(3AFA) em solução contendo EDC/NHS por 30 min seguido da reação de substituição nucleofílica com os grupos amino presentes no Ab. Posteriormente, o ECGL/poli(3AFA) foi imerso em solução de glicina para bloquear a superfície contra interações inespecíficas, seguido da imobilização do Ag. As detecções ocorreram por espectroscopia de impedância eletroquímica e os dados foram avaliados pelos circuitos equivalentes. Houve o aumento nos valores de resistência à transferência de carga (Rtc) conforme o ECGL foi modificado, na seguinte ordem: ECGL < ECGL/poli(3AFA) < ECGL/poli(3AFA)/Ab < ECGL/poli(3AFA)/Ab/Ag. Assim, o sistema foi otimizado buscando as melhores condições para detecção. Foi usada a variação de resposta (ΔRtc) entre o sistema completo contendo Ab/Ag e o sistema contendo somente Ab (n = 3). Foi escolhido 100 ng de Ab, e o tempo de imobilização de Ab, glicina e Ag foram, respectivamente, 3 h, 50 min e 30 min. O LOD calculado foi de 22,54 PFU/mL, com faixa linear entre 50-2000 PFU/mL (y = 1,66x + 57,39).

Agradecimento: Propp-UFU, CAPES, CNPq e FAPEMIG.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Guida Hellen Mota do Nascimento, William Reis de Araujo

Nome dos Apresentadores: Guida Hellen Mota do Nascimento, William Reis de Araujo, Guida Hellen Mota do Nascimento

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas, Universidade Estadual de Campinas

DESENVOLVIMENTO DE UM SENSOR ELETROQUÍMICO DESCARTÁVEL PARA MONITORAMENTO DE METABÓLITO DE INFECÇÃO BACTERIANA EM SALIVA

Resumo: Pseudomona aeruginosa é uma bactéria patogênica gram negativa aeróbia que pode causar infecções no trato respiratório de hospedeiros imunodeficientes e imunocomprometidos.1 O aumento da virulência dessa bactéria é expressa pela síntese da piocianina (PioC), que é um biomarcador redox que tem sido utilizado para identificação eletroquímica indireta de P. aeruginosa em infecções clínicas. A faixa típica de concentração reportada na literatura é de 0,6 a 1,9 µM de PioC em amostras de saliva.2 Assim, torna-se imprescindível o desenvolvimento de métodos rápidos, portáteis e de baixo custo para monitorar esse biomarcador de maneira não invasiva em pacientes infectados. Nesse trabalho foi desenvolvido um dispositivo eletroquímico para diagnóstico de P. aeruginosa por meio da quantificação de PioC em amostras de saliva. O dispositivo miniaturizado foi desenvolvido em substrato de acetato de celulose, que apresenta boa flexibilidade e biocompatibilidade, características idealmente desejadas para fabricação de dispositivos vestíveis. O sensor eletroquímico foi fabricado por meio da técnica de stencil-printing, empregando tintas condutivas de carbono e de Ag/AgCl. A superfície eletródica do eletrodo de trabalho foi modificada com quitosana 1.0 mg mL-1, proporcionando uma estrutura polimérica tridimensional que permite a pré-concentração da PioC, contribuindo para o aumento da magnitude do sinal analítico obtido pela técnica de voltametria de onda quadrada. Em condições otimizadas de pré-concentração de 190 segundos e pH=6,0 foi possível detectar a PioC em uma faixa linear de 0,5 µmol L-1 a 100 µmol L-1, com R2=0,995. Os limites de detecção e quantificação foram calculados utilizando LD = 3s/S e LQ = 10 s/S, resultando em valores de 0,05 µM e 0,18 µM, respectivamente. Além disso, o dispositivo apresentou boa seletividade, com desvio padrão relativo (DPR) inferiores a 15% na presença de potenciais moléculas interferentes (glicose, ácido ascórbico, ácido úrico, creatinina e amilase) em concentrações comumente encontradas na saliva humana. Ademais, foi obtido boa reprodutibilidade quando o sensor foi aplicado na presença de 2,0 µmol L-1 de PioC em 0.1 mol L-1 de PBS (pH=6,0), resultando em DPR de 3,76% (n=10 sensores). Esses parâmetros analíticos associados a simplicidade, baixo custo e portabilidade permitem apontar o método como uma excelente opção de monitoramento não invasivo de PioC em amostras de saliva de pacientes infectados.

Agradecimento: Os autores agradecem ao apoio financeiro provido pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP - processo n° 2023/03483-4) e a Universidade Estadual de Campinas (Unicamp).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Karine dos Santos Caetano, Gabriela Lieberknecht, Edilson Valmir Benvenutti, Marcelo Barbalho Pereira, Ruth Hinrichs, Plinho Francisco Hertz, Rafael Costa Rodrigues, Eliana Weber de Menezes, Leliz Ticona Arenas, Tania Maria Haas Costa*

Nome dos Apresentadores: Karine dos Santos Caetano, Gabriela Lieberknecht, Edilson Valmir Benvenutti, Marcelo Barbalho Pereira, Ruth Hinrichs, Plinho Francisco Hertz, Rafael Costa Rodrigues, Eliana Weber de Menezes, Leliz Ticona Arenas, Tania Maria Haas Costa* , Karine Caetano

Instituição de Ensino: Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS, CP 15003, CEP 91501- 970, Porto Alegre, RS, Brazil, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS, CP 15003, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brazil, Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS, CP 15051, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brazil, Instituto de Geociências, Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS, CP 15001, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brazil, Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS, CP 15090, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brazil, Instituto de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS, CP 15090, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brazil, Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS, CP 15003, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brazil. Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS, CP 15003, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brazil. Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul -UFRGS, CP 15003, CEP 91501-970, Porto Alegre, RS, Brazil.

TRIGLYCERIDE IMPEDIMETRIC BIOSENSOR BASED ON SOL-GEL IMMOBILIZATION OF LIPASE ENZYME ON FTO MODIFIED WITH SILICA/ZIRCONIA AND GOLD NANOPARTICLES

Resumo: A novel platform was developed from the deposition of a sequence of films, on conductive FTO glass (fluorine-doped tin oxide), obtained by the sol-gel method using dip coating technique. Initially, thin films of silica/zirconia mixed oxide (SiO_2/ZrO_2,) were deposited, in sequence an ionic silsesquioxane film stabilizing and controlling the size of gold nanoparticles was deposited, and then the lipase enzyme (*Candida rugosa*) was immobilized into a silica film (FTO/SiO_2/ZrO_2/AuNP/lipase) maintaining operational stability. The films were characterized by UV-Vis spectroscopy, by scanning electron microscopy with EDS analysis in the SiO_2/ZrO_2 films, X-ray photoelectron spectroscopy. The thickness of each film on the FTO glass was evaluated by optical profilometry. The immobilization of the enzyme was evidenced with cyclic voltammetry using ρ-nitrophenyl palmitate. This platform was applied successfully as a biosensor for tributyrin determination by electrochemical impedance spectroscopy EIS, with a detection limit (LD) of 1.86×10^{-6} mol L^{-1} and the sensitivity of 5.37×10^{-6} Ω mol^{-1} L

Agradecimento: This work was supported by: Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico, Tecnológico, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul and Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior. Acknowledgements to Centro de Microscopia e Microanálise of UFRGS for images.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rafael Mendes Coelho, Alexandre Rafael M. da Silva, Andressa O. Almeida, Kamila L. S. Rocha, Danilo B. de Oliveira, Lucas F. Ferreira

Nome dos Apresentadores: Rafael Mendes Coelho, Alexandre Rafael M. da Silva, Andressa O. Almeida, Kamila L. S. Rocha, Danilo B. de Oliveira, Lucas F. Ferreira, Rafael Mendes Coelho

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina, Minas Gerais, Brasil

AVALIAÇÃO DOS EFEITOS DO PROCESSO DE ATIVAÇÃO EM UM BIOSSENSOR IMPEDIMÉTRICO PARA DETECÇÃO DO VÍRUS VACCINIA UTILIZANDO ELETRODOS DE GRAFITE DE LAPISEIRA COM FILMES POLIMÉRICOS

Resumo: Atualmente, detecções eletroquímicas se destacam devido à sua praticidade, sensibilidade, relação custo-benefício, possibilidade de realização descentralizada e rapidez, especialmente no contexto de análise de amostras clínicas [1]. Nesse sentido, os eletrodos de grafite de lapiseira (PGE) modificados com filmes poliméricos (FP) surgem como potenciais plataformas para o desenvolvimento de biossensores. O presente trabalho aborda estudos sobre os efeitos da ativação dos PGE (0,9 mm HB) modificados com FP aplicados num biossensor para o diagnóstico do vírus Vaccinia (VacV), que é uma variante altamente resistente do vírus da varíola. A ativação dos PGE envolveu a análise da solução eletrolítica utilizada (KCl e H_2SO_4) e a concentração do eletrólito (0,02 a 0,5 M). Após a eletropolimerização (EP), o imunossensor foi configurado com a imobilização de anti-VacV (15 µL, 100 ng/mL, 30 min) para a posterior detecção do VacV em amostras de soros bovinos (15 µL, 1:10, 30 min), analisando-se os valores de resistência à transferência de carga (R_{tc}) obtidos por espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE). Ao aplicar uma ativação de PGE em +1,1 V por 300 s, observou-se que o eletrólito que proporcionou os melhores resultados na etapa de detecção impedimétrica do VacV foi o H_2SO_4 (ΔR_{tc} = 418,5 *vs.* 73,1 Ω cm^2). Este fato provavelmente está associado a polarização anódica em ácido aplicada como forma de ativação do eletrodo, gerando grupos terminais hidrogenados na superfície eletródica, mais adequada para o uso do par redox ferro-ferricianeto de potássio [2,3]. Dentre as concentrações de H_2SO_4 analisadas, as menores tiveram um impacto mais efetivo na etapa de detecção, permitindo uma distinção satisfatória entre o imunossensor e o controle positivo, além de uma variação pouco significativa na R_{tc} com o controle negativo. A escolha da concentração do ácido em 0,02 M foi norteada pela maior reprodutibilidade nos resultados. Além disso, eletrólitos ácidos mais diluídos podem promover a formação de óxido de grafite na superfície do eletrodo e também a hidratação desta plataforma, tornando-a mais condutiva em relação ao par redox estudado[4]. Este estudo apresenta resultados promissores em relação ao biossensor proposto para detecção da infecção Vaccinia via EIE. Estudos de otimização (EP e imobilização) estão sendo realizados para o desenvolvimento do imunossensor a fim de garantir maior reprodutibilidade e sensibilidade na análise.

Agradecimento: FAPEMIG (APQ-00207-21), CNPq (404210/2021-0) e ICT/UFVJM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: André Lopes Ferreira, Lucas Felipe de Lima, William Reis de Araujo

Nome dos Apresentadores: André Lopes Ferreira, Lucas Felipe de Lima, William Reis de Araujo, André Lopes Ferreira

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP)

RAPID AND ACCURATE DETECTION OF HERPES SIMPLEX VIRUS TYPE 2 USING AN ELECTROCHEMICAL BIOSENSOR

Resumo: Herpes simplex virus (HSV), HSV-1 and HSV-2, may cause significant health problems and result in viral transmission to healthy individuals. HSV-1, also known as oral herpes, infects the lips, mouth, eyes, and brain; while HSV-2, also known as genital herpes, is associated mainly with genital infections and transmitted almost exclusively through sexual contact [1]. The World Health Organization (WHO) recently estimates the global prevalence of HSV-2 as 13.2% of the world's population, or 491.6 million people aged 15-49 years. Rapid and accessible diagnostic technologies are promising approaches to help manage HSV-2 infections through frequent testing. Glycoprotein D (gD), found within the viral envelope, is responsible to binds to host cell receptors such as nectin-1, initiating a sequence of events that allow HSV to fuse with the host's cell plasma membrane[2]. Here, we describe an impedimetric biosensor for the rapid, ultrasensitive detection of HSV-2. Instead of traditional genosensors and serological tests, we report, for the first time, the use of nectin-1 as a cellular receptor[3] for the development of a novel and accurate electrochemical diagnostic for HSV-2. Our simple technology uses carbon screen- printed electrodes functionalized with the conductive polymer polyethyleneimine (PEI), the bioreceptor nectin-1, and a chitosan semipermeable membrane. In order to develop a sensitive, robust, and rapid test, we carefully evaluated each functionalization step, investigating the optimal strategy to biofunctionalize the working electrode. Under optimal conditions, our device detected the virus within 9 minutes (sample incubation + analysis), displayed a limit of detection (LOD) of 0.019 fg mL^{-1} for gD2 protein and 0.057 PFU mL^{-1} for titered viral samples in an interval concentration ranging from 0.1 fg mL^{-1} to 10.0 ng mL^{-1} gD2 and from $1x10^{0}$ to $1x10^{7}$ PFU mL^{-1} HSV-2. The biosensor presented 88.9% sensitivity, 100% specificity, and 95% accuracy when tested on 20 pre-clinical samples from the guinea pig vaginal canal (11 negative samples and 9 positive samples). Importantly, the method presented adequate manufacturing reproducibility (relative standard deviation of 5.12 %, n = 6 biosensors), and no cross-reactions with viruses other than HSV-2 were detected, indicating the adequate robustness and selectivity of our biosensor for HSV detection. In summary, our low-cost (US$1.00) technology could facilitate frequent and decentralized testing of HSV-2.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Andrei Elias Deller, Marcio Vidotti

Nome dos Apresentadores: Andrei Elias Deller, Marcio Vidotti, Andrei Elias Deller

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Paraná

BIOSSENSORES IMPEDIMÉTRICOS CONSTRUÍDOS A PARTIR DE PLATAFORMAS NANOESTRUTURADAS FORMADAS DE POLÍMEROS CONDUTORES E OURO

Resumo: Neste trabalho foi realizado o desenvolvimento e estudo de duas plataformas, sendo uma baseada em um material híbrido de poli(3,4 etilenodioxitiofeno) (PEDOT) e nanopartículas de ouro (AuNPs), e outra em polipirrol e AuNPs, com objetivo de construir biossensores impedimétricos para diferentes sistemas biológicos. Realizou-se a caracterização morfológica do material por microscopias eletrônica de varredura e de transmissão. As caracterizações por voltametria cíclica e por espectroscopia de impedância eletroquímica indicaram que a adição de nanopartículas de ouro ao polímero resultou em uma melhora significativa na propriedade capacitiva e nas transferências de carga, em comparação com o eletrodo apenas com o polímero. A construção do biossensor envolveu a análise das respostas por voltametria cíclica e espectroscopia de impedância eletroquímica. Foi observado que as biomoléculas dificultam as transferências e armazenamento de carga. Os testes iniciais com Avidina-HRP e o anticorpo anti-avidina (biotinilado) foram empregados com o objetivo de verificar interações bioquímicas na superfície da plataforma, e os resultados indicaram que o material torna possível e favorável a imobilização e posteriores reações entre biomoléculas. Os estudos prosseguiram com as moléculas do grupo Folato, as quais, são muito estudadas por serem potenciais biomarcadores de câncer. O receptor de folato α foi utilizado como biorreceptor, e a partir dele buscou-se a detecção do anticorpo anti-FR e também do ácido fólico. Realizou-se testes de detecção do anticorpo anti-FR, bem como, da estabilidade da resposta frente à uma mesma concentração do anticorpo anti-FR, indicando que a proteína permaneceu estável e em uma orientação favorável para a reação com os analitos estudados. A detecção do anticorpo anti-FR utilizando o eletrodo com PEDOT e AuNPs forneceu parâmetros analíticos que indicam um R2 = 0,8583 para a curva analítica, com do limite de detecção (LOD) de 0,675 pg/mL e um limite de quantificação (LOQ) de 2,25 pg/mL. Para o eletrodo baseado em PPI/AuNPs, realizou-se a detecção de FA, com uma curva analítica com R2 = 0,9408, LOD de 0,015 ng/mL e LOQ de 0,047 ng/mL. Tanto para o eletrodo baseado em PEDOT e nanopartículas de ouro quanto para polipirrol e nanopartículas de ouro, os valores dos LOD e LOQ obtidos estão dentro de uma faixa de interesse clínico, indicando que as plataformas propostas neste trabalho têm potencial para aplicação e detecção destas biomoléculas.

Agradecimento: CAPES, C`NPQ, Fundação Araucária.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Evair Dias Nascimento, Wilson Tiago da Fonseca, Guilherme Martins Grosseli, Leila Jorge Patrizzi, Pedro Sergio Fadini and Ronaldo Censi Faria

Nome dos Apresentadores: Evair Dias Nascimento, Wilson Tiago da Fonseca, Guilherme Martins Grosseli, Leila Jorge Patrizzi, Pedro Sergio Fadini and Ronaldo Censi Faria, Evair Dias Nascimento

Instituição de Ensino: Federal University of São Carlos-UFSCar, Federal University of São Carlos-UFSCar, Federal University of São Carlos-UFSCar, Water Treatment Plant of São Carlos, Federal University of São Carlos-UFSCar, Federal University of São Carlos-UFSCar

ELECTROCHEMICAL DETECTION OF THE SARS-COV-2 SPIKE PROTEIN IN SEWAGE SAMPLES: AN IMPORTANT INDICATOR OF THE DYNAMICS OF THE COVID-19 OUTBREAK IN THE CITY OF SÃO CARLOS-SP

Resumo: Since the emergence of the COVID-19 pandemic, caused by the Severe Acute Respiratory Syndrome Coronavirus 2 (SARS-CoV-2), understanding the prevalence of the disease has been essential to guide public health responses and help contain the spread of the virus. Currently, the COVID-19 diagnosis is based on individual tests, with Reverse Transcription Polymerase Chain Reaction (RT-PCR) as the gold. However, individual diagnoses can delay data collection and follow-up of cases, which can make it difficult for the agencies responsible for maintaining control of the disease to act proactively. As an alternative, community monitoring is already being used in some countries to obtain more accurate data on the frequency of positive cases for specific diseases through sewage samples, providing crucial information to public health authorities[1]. With that in mind, we developed an ultrasensitive magneto-assay using magnetic beads (MBs) and gold nanoparticles (AuNPs) conjugated with human angiotensin-converting enzyme 2 (ACE2) peptide (Gln24-Gln42) for the capture and detection of SARS-CoV-2, respectively, in sewage samples. The method proposed involved the use of a disposable electrochemical device containing eight screen-printed carbon electrodes that allow the simultaneous analysis of eight samples. The magneto-assay exhibited an ultra-low limit of detection and quantification of 0.04 ag mL^{-1} and 0.12 ag mL^{-1}, respectively, for the detection of Spike SARS-CoV-2 protein in sewage. The magneto-assay was tested on 63 sewage samples collected between July 2021 and March 2022 at the sewage treatment station in the city of São Carlos-SP. In terms of efficiency, the proposed technique showed an excellent correlation between the concentration Spike protein of SARS- CoV-2 and the number of confirmed cases in the County. For the recovery study, three concentrations were evaluated, with 3 replicates (n = 3). The mean recoveries obtained were 108.2%, 105.9% and 90.1%, indicating good precision. In addition, the calculated t-test value for the three concentrations is lower than the critical value (95% confidence level), indicating that there is no significant difference between the obtained and desired recovery (100%). The good results obtained indicate the potential application of this simple and low-cost magneto-assay to evaluate the prevalence and severity of the disease, assisting in decision-making by governmental agencies about the pandemic based on sewage samples.

Agradecimento: CAPES, CNPq, FAPESP, Finep, Water Treatment Plant of São Carlos.

ISBN 978-85-8167-307-3

Eletroanalítica e Sensores Eletroquímicos

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ana Caroline Domingos Dias Moraes, Artur Azambuja da Silva, Jaqueline Garda Cacciamani Buffon, Ananda Fagundes Guarda, Daiane Dias.

Nome dos Apresentadores: Ana Caroline Domingos Dias Moraes, Artur Azambuja da Silva, Jaqueline Garda Cacciamani Buffon, Ananda Fagundes Guarda, Daiane Dias., Artur Azambuja da Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal do Rio Grande.

TÉCNICA VOLTAMÉTRICA PARA DETERMINAÇÃO DE GLUTATIONA EM MEDICAMENTOS MANIPULADOS

Resumo: A glutationa (GSH) é um tripeptídeo, que desempenha um importante papel no corpo humano uma vez que na sua forma reduzida atua como antioxidante nas células, promovendo a manutenção do estado redox intracelular e a eliminação de radicais livres1,2 . Uma vez que medicamentos manipulados podem não conter a concentração exata de GSH que é indicada nos rótulos, faz-se necessário o desenvolvimento de métodos analíticos rápidos, sensíveis e de baixo custo para sua determinação. Desta forma, o objetivo desse trabalho é utilizar a voltametria como técnica analítica para determinação de GSH em medicamentos manipulados. As determinações foram realizadas por SWV (eletrodo de trabalho HMDE, auxiliar de platina e referência de Ag/AgCl/KCl 3 mol L -1) e as condições voltamétricas foram faixa de potencial de -0,2 a -0,8 V, potencial de deposição de -0,2 V, tempo de deposição de 5 segundos (s), eletrólito tampão borato 0,05 M, pH 9,23,4 . Avaliou-se a influência dos parâmetros voltamétricos nas respostas de redução da GSH (-0,58 ± 0,02 V) e as maiores intensidades de corrente foram obtidas com frequência de 150 Hz, amplitude de 0,04 V e Estep de 0,005 V. Nessas condições, avaliou-se a linearidade do método na faixa de 20 a 100 µg L-1 (r 2 de 0,9999), assim como calculou-se os limites de detecção e quantificação (0,1 e 0,3 µg L-1 , respectivamente). Três cápsulas de medicamento manipulado obtidas em Rio Grande (RS) foram analisadas em triplicata e as massas de GSH determinadas foram de 21,14; 18,82 e 17,75 mg (RSD menores 8,5). O fabricante indica que cada cápsula apresenta 250 mg de GSH e uma vez que as amostras apresentaram incompleta dissolução, no momento estamos avaliando o efeito matriz na determinação voltamétrica assim como realizando análises por espectrofotometria.

Agradecimento: FURG, EQA, FAPERGS.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Charbel Nagib Mouchrek, Dianderson Cristiano Monteiro Ferreira, Luiza Maria Ferreira Dantas, Rodrigo Alejandro Abarza Munoz, Iranaldo Santos da Silva,

Nome dos Apresentadores: Charbel Nagib Mouchrek, Dianderson Cristiano Monteiro Ferreira, Luiza Maria Ferreira Dantas, Rodrigo Alejandro Abarza Munoz, Iranaldo Santos da Silva, , Dianderson Cristiano Monteiro Ferreira

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Maranhão, Universidade Federal do Maranhão, Universidade Federal do Maranhão, Universidade Federal de Uberlândia, Universidade Federal do Maranhão

ELECTROCHEMICAL SENSOR BASED ON CARBON BLACK AND COBALT PHTHALOCYANINE COMPOSITE TOWARDS CYSTEINE DETECTION

Resumo: Biothiols are organosulfur compounds characterized by the presence of the thiol functional group (-SH) and can be classified as low and high molecular weight. Among the biothiols, cysteine (CYS) is an amino acid that is present in most proteins and plays an essential role in the biological system, also serving as a significant indicator of disease risk[1]. Elevated levels of CYS in the human body are associated with many disorders to human health such as cancer, hypoglycemia, brain and liver damage, embryonic retardation, skin damage and toxins [2 3]. In the present work an electrochemical sensor modified with carbon black (CB) and cobalt phthalocyanine (CoPc) for CYS determination in drug samples was developed. The ratio of cobalt phthalocyanine in carbon black on the composite mixture was investigated. The best composite ratio of 4 mg CB to 1 mg CoPc (4:1; *w:w*) was established. The suspension of CB/CoPc was prepared using 3 mg of the composite (4:1) in 20 µL of Nafion® solution (5%), 490 µL of ethanol and 490 µL of deionized water, and electrode modification was carried out by drop casting procedure of 5 µL of the suspension onto the glassy carbon electrode (GCE) surface. The electrochemical measurements were made using the GCE modified with CB/CoPc, Ag|AgCl (KCl 3 mol L^{-1}) and a platinum wire as working, reference and auxiliary electrodes, respectively. The pH study on the electrochemical behavior of CYS was made in the range from pH 2.0 to 13.0, which pH 13 was defined as standard according to the lowest potential applied (0.09 V). Moreover, the study of the scan rate established that the CYS oxidation process has characteristics of an irreversible electrochemical process under diffusional control. The proposed sensor was coupled to a batch injection analysis system, and in the optimized analysis conditions the method proved to be rapid with 150 injections h^{-1}, having a limit of detection of 0.75 µmol L^{-1}, a sensibility of 0.05637 µA L $µmol^{-1}$ and present a wide linear range, from 1.0 to 150.0 µmol L^{-1}. The CB/CoPc-modified GCE showed to be satisfactory for CYS detection in terms of the obtained analytical parameters and energy gains.

Agradecimento: Agradeço a FAPEMA, CAPES, CNPq e UFMA por ter financiado está pesquisa.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Elisa D. Bottelli, Lucas F. de Lima, William Reis de Araujo

Nome dos Apresentadores: Elisa D. Bottelli, Lucas F. de Lima, William Reis de Araujo, Elisa D. Bottelli

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP

LASER-SCRIBED GRAPHENE ON PAPER TOWARD SCALABLE FABRICATION OF ECO-FRIENDLY AND DISPOSABLE ELECTROCHEMICAL SENSORS FOR FORENSIC-ORIENTED DETERMINATION OF LIDOCAINE

Resumo: Electrochemical paper-based analytical devices (ePAD) have gained notable prominence in recent years due to their advantageous characteristics, such as low cost, simplicity, portability, and disposability. The use of laser-scribing graphene (LSG) technique to pattern electrodes on paper substrates allows the scalable and green manufacturing of ePADs without the need for stencils and conductive inks.[1] Therefore, in this work, an ePAD was fabricated on paper substrate using a CO2 laser scribing process and applied for the electrochemical determination of lidocaine (LID). Despite being widely used as a local anesthetic, LID is commonly found as an adulterant of seized cocaine samples and even in alcoholic beverages, serving as an easily obtainable drug of abuse.[2][3] Chromatographic paper sheet was chemically treated in a 0.1 mol/L sodium tetraborate solution, serving as a flame retardant. Then, the Ecoflex® biodegradable polymer was used to hydrophobize the paper. Under optimized lasing conditions (9.5% laser power and speed of 35 mm/s), conductive and adherent carbon-based electrodes were fabricated on the paper substrate. Following, the working electrode was modified with 1 mg/mL of multiwalled carbon nanotubes (MWCNT) dispersion prepared in 1 mg/mL poly(3,4-ethylenedioxythiophene):polystyrene sulfonate (PEDOT:PSS). The unmodified and modified electrodes were characterized by Raman spectroscopy, Scanning Electron microscopy, and electrochemistry. The electrochemical characterization revealed the superior performance of the modified electrode with the composite nanomaterial by decreasing the charge transfer resistance, enhancing the peak current values for [Fe(CN)6]-3/-4 redox probe, and presenting a 2.4-fold increased electroactive area. The LID presented an irreversible and pH-dependent process in the pH range of 3 to 11, with two linear fittings (pH 3 to 7 and 7 to 11). Under optimized conditions (pH=7.0 (0.1 mol L-1 BR buffer), and 5 µL of modifier), a calibration curve was built by Differential Pulse Voltammetry technique in a concentration range of 0.1 to 20 µmol/L. The limits of detection and quantification were calculated (3s/S) as 1.7x10-8 and 5.7x10-8 mol/L, respectively. The results demonstrate the development of a sensitive, sustainable, and low-cost ePAD that has the potential to be used as a portable device for detecting lidocaine in forensic scenarios.

Agradecimento: FAPESP, CAPES, CNPq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Kasley Barreto, Cristina Ramos Trindade, Leandro Machado De Carvalho

Nome dos Apresentadores: Kasley Barreto, Cristina Ramos Trindade, Leandro Machado De Carvalho, Kasley Barreto

Instituição de Ensino: Universidade Federal De Santa Maria

ANÁLISE VOLTAMÉTRICA DA DISTRIBUIÇÃO DE ESPÉCIES DE TÁLIO EM ÁGUAS SUPERFICIAIS DE REGIÃO DE MINERAÇÃO

Resumo: Os processos industriais como o refino de minério podem interferir na qualidade do ecossistema aquático levando a efeitos prejudiciais devido à mobilização de metais potencialmente tóxicos que interagem com o meio ambiente. Neste trabalho, avaliou-se a distribuição de espécies do metal Tl em amostras de águas superficiais coletadas na região Norte do Brasil, localizadas próximas à região de mineração às margens do estuário do rio Pará (Belém-PA). As amostras foram coletadas em triplicata de 52 pontos de amostragem e analisadas nas frações totais dissolvidas (filtradas em membrana <0.22 µm e digeridas em reator UV com lâmpada de mercúrio de 250W), reativa dissolvida (filtradas em membrana<0.22 µm e digeridas). Para a determinação de Tl foi empregada a técnica de voltametria de redissolução anódica (ASV) em eletrodo de mercúrio (HMDE), utilizando tampão acetato de amônio (pH 4,6) como eletrólito e ácido dietilenotriamino pentaacético (DTPA) como reagente complexante. Os voltamogramas de pulso diferencial foram registrados utilizando um potenciostato 693 VA Processor em combinação com um VA Stand 694 (Metrohm AG). As medidas voltamétricas foram realizadas empregando o eletrodo de mercúrio de gota pendente (HMDE) como eletrodo de mercúrio, Ag/AgCl (KCl 3 mol/L) como eletrodo de referência e eletrodo de platina como contra-eletrodo. Os parâmetros eletroquímicos da medida voltamétrica foram os seguintes: potencial de deposição -800 mV, tempo de deposição 300 s, velocidade de varredura 20 mV/s, amplitude de pulso 50 mV. As concentrações dos elementos foram calculadas em µg/L (ppb), sendo que para as amostras de água total dissolvida variaram de 1,82 a 340 ng/L. Para a fração reativa dissolvida, as concentrações variaram de 1,80 a 175,4 ng/L. Na fração total, o máximo quantificado foi de 6,09 µg/L e o mínimo de 0,014 µg/L. O Tl reativo dissolvido teve uma concentração relativa que variou de 0,56% a 54% da fração total dissolvida.

Agradecimento: LACHEM, FUNDEP, CAPES, CNPq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Matos Gilberto, Ademar Wong , Maria D.P.T. Sotomayor.

Nome dos Apresentadores: Matos Gilberto, Ademar Wong , Maria D.P.T. Sotomayor. , Gilberto Matos .

Instituição de Ensino: Institute of Chemistry, State University of Sao ˜ Paulo (UNESP), 14801-970 Araraquara, SP, Brazil

DEVELOPMENT OF A SIMPLE ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR NITRITE DETECTION IN REAL SAMPLES

Resumo: This paper reports the development of a voltammetric sensor using glassy carbon electrode based on hierarchical porous carbon (HPC) with silver sulfide nanoparticles (Ag_2SNP), Nafion and fullerene (C_{60}) for the determination of nitrite in foods. Raman spectroscopy, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy and energy-dispersive X-ray were used to characterize the morphology and composition of the materials. The use of HPC and C_{60} in the construction of the electrode contributed toward the enlargement of the specific surface area and the improvement of the electrochemical performance of the device. The electrochemical behavior of nitrite in different electrodes was evaluated by cyclic voltammetry in the potential range of 0.4 - 1 V. Using the optimal conditions, a linear response ranges of 4.0 - 148 µmol L^{-1} , a limit of detection of 0.09 µmol L^{-1} and a sensitivity of 0.05 µA µmol L^{-1} cm^{-2} were obtained. The results showed that the proposed method can selectively detect nitrite in the presence of other compounds without interference and with good stability. The proposed method was successfully applied for the detection of nitrite in food samples where it demonstrated a good degree of accuracy and satisfactory efficiency.

Agradecimento: The authors gratefully acknowledge the financial support granted by FONDECYT (Contract 237-2015- FONDECYT), CNPq (465571/2014- 0 and 408050/2018-7), FAPESP (2014/50945-4 and 2019/00677-7) and PROJ. AUX/PE/ PROEX N° 0674/2018 CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Robert D. Crapnell, Iana V.S. Arantes, Matthew J. Whittingham, Evelyn Sigley, Cristiane Kalinke, Bruno C. Janegitz, Juliano A. Bonacin, Thiago R.L.C. Paixão, Craig E. Banks

Nome dos Apresentadores: Robert D. Crapnell, Iana V.S. Arantes, Matthew J. Whittingham, Evelyn Sigley, Cristiane Kalinke, Bruno C. Janegitz, Juliano A. Bonacin, Thiago R.L.C. Paixão, Craig E. Banks, Iana V. S. Arantes

Instituição de Ensino: Manchester Metropolitan University, University of São Paulo, Manchester Metropolitan University, Manchester Metropolitan University, University of Campinas, Federal University of São Carlos, University of Campinas, University of São Paulo, Manchester Metropolitan University

UTILIZING BIO-BASED PLASTICIZER CASTOR OIL AND RECYCLED PLA FOR THE PRODUCTION OF CONDUCTIVE ADDITIVE MANUFACTURING FEEDSTOCK AND DETECTION OF BISPHENOL A

Resumo: This work shows the production of electrically conductive additive manufacturing (AM) feedstock from carbon black (CB), recycled poly(lactic acid) (rPLA) from coffee machine pods [1], and bio-based plasticizer castor oil. The filament was used to print additively manufactured electrodes (AMEs), which were electrochemically benchmarked against geometrically identical AMEs printed from a commercially available conductive filament (Protopasta). The castor oil/rPLA AMEs produced an enhanced heterogeneous electrochemical rate constant of (1.71 ± 0.22) x 10^{-3} cm s^{-1} compared to (0.30 ± 0.03) x 10^{-3} cm s^{-1} for the commercial AME, highlighting the improved performance of this filament for the production of working electrodes. A bespoke electroanalytical cell was designed and utilized for the detection of bisphenol A (BPA). BPA is an endocrine-disruptor agent mostly associated with metabolism problems, and can be found in polymer materials that are widely applied in plastic food and water containers, it has also been detected in seafood and water sources [2,3]. The AMEs made from the castor oil/rPLA gave an enhanced electroanalytical performance for BPA compared to the commercial filament, producing a sensitivity of 0.59 µA $µM^{-1}$, a LOD of 0.10 µM and LOQ of 0.34 µM. This system was then successfully applied to the detection of BPA in spiked bottled and tap water samples, producing recoveries between 89-104%, indicating that the production of conductive filaments may be done more sustainably, whilst still improving on performance.

Agradecimento: FAPESP (2019/15065-7, 2022/07552-8, 2021/07989-4, 2019/00473-2, 2017/21097-3, and 2013/22127-2), CAPES (88887.504861/202000), and CNPq (303338/2019-9 and 308203/2021-6).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Diogo Emanoel Felix dos Santos, Luan Gabriel Baumgarten, Juliana Priscila Dreyer, João Paulo Winiarski, Edson Roberto Santana, Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Diogo Emanoel Felix dos Santos, Luan Gabriel Baumgarten, Juliana Priscila Dreyer, João Paulo Winiarski, Edson Roberto Santana, Iolanda Cruz Vieira, Diogo Emanoel Felix dos Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

BANANA PULP EXTRACT-BASED ELECTROCHEMICAL SENSOR WITH GOLD NANOPARTICLES AND GRAPHENE FOR THE DETERMINATION OF CAFFEIC ACID

Resumo: Caffeic acid (CA) is a phenolic compound found in various everyday food items, such as vegetables, fruits, wines, teas, and coffee [1]. Studies have shown the relationship its consumption has many positive effects on human health [2]. The CA can contribute to the prevention of tumors, and reduce the impacts of diabetes, atherosclerosis, Alzheimer's disease, or bacterial and viral infections [2]. CA exhibits other biological activities, such as antioxidant capacity, anticoagulant and anti-inflammatory properties, and remaining is a relevant compound for studies in several areas [2]. Therefore, the development of analytical tools for the quantification of CA is significant. In this study, a novel electrochemical sensor was developed based on banana (*Musa sapientum*) pulp crude extract. The banana pulp extract served as a reducing agent and stabilizing agent for the green synthesis of gold nanoparticles (Au NPs) from a gold precursor [3]. Furthermore, the extract acted as a dispersant to allow the homogeneous insertion of graphene (Gr) into the bio nanocomposite to which it was later added. Electron microscopy images confirmed the presence of Au NPs with an average diameter of 13.5 ± 3.6 nm dispersed over the graphene sheets. The electrochemical sensor was built using the drop coating method, in which a film of the bio nanocomposite was formed on the surface of a glassy carbon electrode (GCE). Optimization parameters such as the extract/water ratio and graphene proportion were investigated by to improve the electrochemical performance. Cyclic voltammetry and electrochemical impedance spectroscopy studies characterized the proposed sensor and validated its performance against bare GCE. On the sensor, the CA showed a reversible electrochemical behavior recording the oxidation and reduction peaks at +0.52 and +0.46 V *vs*. Ag/AgCl, respectively, which was controlled by diffusion. Under optimized conditions, the calibration plot of CA was constructed in 0.1 mol L^{-1} Britton-Robinson buffer solution (pH 2.0) by square wave voltammetry in the range of 0.05 to 15 µmol L^{-1} with a limit of detection of 30.8 nmol L^{-1}. Also, the electrochemical sensor was effectively employed in the quantification of CA in coffee samples, providing data with adequate accuracy, which were compared by UV-vis spectrometry.

Agradecimento: CNPq, Capes, Fapesc e UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Jacqueline Marques Petroni, Bruno Gabriel Lucca, Jonas Raul Balbinoti

Nome dos Apresentadores: Jacqueline Marques Petroni, Bruno Gabriel Lucca, Jonas Raul Balbinoti, Jacqueline Marques Petroni

Instituição de Ensino: SESIMS-CIS/UFMS, UFMS, SESIMS-CIS

MONITORAMENTO DA EXPOSIÇÃO DÉRMICA DE TRABALHADORES RURAIS AO HERBICIDA SULFENTRAZONA UTILIZANDO SENSORES ELETROANALÍTICOS IMPRESSOS EM 3D

Resumo: Os herbicidas têm sido utilizados há décadas como principal ferramenta no controle de ervas daninhas em muitos sistemas de cultivo. Sua eficácia na redução dessas espécies de plantas é amplamente responsável pela produção abundante de alimentos e fibras[1]. Em culturas de eucalipto, o alto potencial produtivo da espécie torna a proteção dos plantios necessária principalmente na fase inicial pois, as espécies indesejadas podem reduzir o crescimento das árvores em função do sombreamento e do aprofundamento parcial das raízes. Na fase de semeadura, são utilizados agroquímicos pré-emergentes, como a Sulfentrazona (SFT), de modo a evitar a germinação das plantas indesejadas. Uma característica significativa para o uso deste herbicida é a ação por período prolongado. No entanto, esse efeito residual pode afetar culturas subsequentes[2]. Além disso, por ser altamente solúvel em água, viabiliza sua mobilidade em solo, podendo contaminar águas subterrâneas e superficiais que podem promover a intoxicação de animais e seres humanos pelo contato indireto[3-5]. Outra preocupação, é a intoxicação por contato direto dos trabalhadores que manuseiam as formulações comerciais deste composto. Mesmo utilizando os EPIs recomendados, é de grande relevância realizar estudos para monitorar a exposição dérmica dos operadores no labor como forma de garantir a segurança e a saúde dos mesmos. Pensando nisso, a impressão 3D oferece rapidez e versatilidade para o desenvolvimento de dispositivos eletroanalíticos para serem utilizados em análises em campo. Desta forma, foi desenvolvida uma metodologia utilizando voltametria de onda quadrada para a determinação da SFT por meio de sua eletrooxidação na superfície de um eletrodo impresso em filamento de ácido poliláctico dopado com carbono *black* (PLA-CB). A partir dos parâmetros otimizados para a técnica, obteve-se linearidade na faixa de concentração de 3,50 a 101,10 µM, com coeficiente de correlação de 0,998 e limite de detecção de 1,05 µM. O método desenvolvido foi aplicado na determinação quantitativa de SFT por simulação de exposição ao produto comercial por um período de 3 horas, de modo externo e interno frente ao EPI selecionado, sendo encontrados respectivamente as concentrações de 6,55 mM (2,53 g L^{-1}) e 0,13 mM (0,052 g L^{-1}) , indicando que o método analítico proposto pode ser empregado para a detecção de SFT em manipuladores de produto comercial à base deste composto.

Agradecimento: Fundect-MS, SESIMS-CIS, CNPQ e CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rafaella de Jesus Silva Pereira, Iranildo Costa Raújo, Geanderson Emílio de Almeida, Amando Oliveira Matias, Emanuel Airton de Oliveira Farias e Carla Eiras

Nome dos Apresentadores: Rafaella de Jesus Silva Pereira, Iranildo Costa Raújo, Geanderson Emílio de Almeida, Amando Oliveira Matias, Emanuel Airton de Oliveira Farias e Carla Eiras, Amando Oliveira Matias e Emanuel Airton de Oliveira Farias

Instituição de Ensino: Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Novos Materiais e Sistemas Sensores (MATSENS) - Universidade Federal do Piauí (UFPI)

DEVELOPMENT OF AN ACTIVE LAYER FOR OXYTETRACYCLINE SENSING: AN ANTIBIOTIC USED IN AQUACULTURE

Resumo: Oxytetracycline (OTC) is a broad-spectrum antibiotic belonging to the tetracycline class and is widely used in treating infectious diseases in fish farming. Because it is a bioaccumulative and magnificent compound, it is important to monitor it in wastewater systems [1]. Currently, the quantification of this compound is done by the technique of high-performance liquid chromatography (HPLC), limiting OTC studies. In this sense, electrochemical sensors become promising alternatives due to their reduced cost and possibility of in-loco analysis compared to HPLC. Thus, this study proposes the development of an electrochemical sensor for detecting and monitoring oxytetracycline in fish farm tanks. The sensor was prepared from the modification of the conductive glass electrode (ITO) by a layer-by-layer (LbL) film of a nanocomposite consisting of gold nanoparticles, synthesized in the presence of sodium citrate and stabilized with *Amburana cearensis* polysaccharide (AuNPs-GAmb), chitosan (Chit) (0.05% in 1% acetic acid) and nickel phthalocyanine (NiTsPc - Aldrich) at 1.0 mg/mL, which was solubilized in phosphate solution (KH_2PO_4 / H_3PO_4), pH 1.62, thus composing an ITO/AuNPs/Chit/NiTsPC trilayer system, used as a working electrode. A platinum plate was used as an auxiliary electrode, and a saturated calomel electrode (SCE) was used as a reference. The AuNPs-GAmb were characterized by UV-Vis, where an absorption band was observed at 525 nm, characteristic of spherical nanostructures [2]. The average size of 57 nm and the zeta potential of -28.5 mV of AuNPs-GAmb were obtained by DLS. Subsequently, these nanoparticles were used in the constitution of the trilayer film, which was evaluated using the techniques of cyclic voltammetry (VC) and differential pulse voltammetry (VPD) in phosphate electrolyte. In the electrochemical analyses, a peak at +0.70V vs. SCE was recorded, characteristic of NiTsPc macrocycle oxidation [3]. Subsequently, when adding 3.13 mM of OTC, a small displacement of the NiTsPc process to +0.71V vs. SCE was observed, in addition to the appearance of an oxidation process at +0.61V vs. ESC referring to the antibiotic. Still, in their initial phase, the studies showed promise for advancing the exploration of the trilayer film in OTC sensing.

Agradecimento: Os autores agradecem a Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado do Piauí (FAPEPI), a CAPES e ao CNPq pelos recursos disponibilizados.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Vinicius José da Silva, João Paulo Winiarski, Edson Roberto Santana, Luan Gabriel Baumgarten, Juliana Priscila Dreyer, Almir Spinelli, Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Vinicius José da Silva, João Paulo Winiarski, Edson Roberto Santana, Luan Gabriel Baumgarten, Juliana Priscila Dreyer, Almir Spinelli, Iolanda Cruz Vieira , Iolanda Cruz Vieira, Luan Gabriel Baumgarten

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina - UFSC

HYBRID GRAPHENE/GOLD NANOPARTICLES HEPARIN-BASED MATERIAL AS A HIGH-PERFORMANCE ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR THE DETERMINATION OF ESCULETIN

Resumo: Esculetin (ESC) is a coumarin-derived molecule found in many plants that have attracted increasing attention due to its therapeutic effects, which include anti-inflammatory and antioxidant properties [1]. The consumption of herbs containing ESC in traditional Chinese medicine is more common through the ingestion of herbal teas. However, herbal effects mainly related to ESC have aroused the interest of the pharmaceutical industry, which has been adopting common plants of traditional Chinese medicine. Likewise, the food industry has incorporated raw materials considered functional in fortified or enriched foods to obtain therapeutic levels [2]. Thus, the development of simple and accurate analytical methods for the determination of ESC in the most diverse consumable products is of paramount importance. This way, the work aims the development and characterization of a novel electrochemical sensor for the determination of ESC based on the modification of a glassy carbon electrode (GCE) with a nanocomposite consisting of graphene and gold nanoparticles stabilized in heparin (AuNP-Hep-Gr). AuNPs stabilized in heparin were characterized by UV-Vis spectroscopy and transmission electron microscopy. A plasmonic band localized in 533 nm was assigned to the formation of AuNPs and the average diameter size of the nanomaterial of 15.2±3.0 nm was confirmed by TEM. The electrochemical platforms were characterized by electrochemical impedance spectroscopy and cyclic voltammetry. The resistance to charge transfer of different electrochemical platforms: GCE (1200 Ω), AuNPs-Hep/GCE (598 Ω) and Gr-AuNPs-Hep/GCE (113 Ω) showed the last the most promised to electroanalytical applications. It was observed the reversible behavior of ESC at E_{po} = +0.61 V and E_{pr} = +0.58 V (*vs.* Ag/AgCl), with the transfer of two moles of protons and two moles of electrons per mole of ESC using Gr-AuNPs-Hep/GCE. With optimized parameters of square wave voltammetry, a calibration plot was obtained with a linear range from 0.1 to 20.5 μmol L^{-1} (R^2 = 0.992), with a detection and quantification limit of 46.0 and 140.0 nmol L^{-1}, respectively. The AuNP-Hep-Gr/GCE electrode showed satisfactory results for repeatability and stability. This sensor was successfully applied in the determination and recovery of ESC in samples of blackberry jam, commercial tea, and tea prepared from white blackberry leaf powder.

Agradecimento: CNPq, CAPES, FAPESC e Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME/UFSC).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lucas Costa Faustino, João Paulo do Carmo Cunha, Welter Cantanhêde, Lauro Tatsuo Kubota, Everson Thiago Santos Gerôncio.

Nome dos Apresentadores: Lucas Costa Faustino, João Paulo do Carmo Cunha, Welter Cantanhêde, Lauro Tatsuo Kubota, Everson Thiago Santos Gerôncio., Lucas Costa Faustino, Everson Thiago Santos Gerôncio.

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Piauí, Universidade Estadual do Piauí, Universidade Federal do Piauí, Universidade Estadual de Campinas, Universidade Federal do Piauí.

3D-PRINTED PENCIL HOLDER: TOWARD IMPROVING REPRODUCIBILITY OF PENCIL-DRAWN PAPER-BASED ELECTRODES

Resumo: Currently, several studies have focused on the miniaturization of electrochemical devices, making it possible to perform quick, in-place and low-cost analyses. Mitigating some of the difficulties of traditional laboratory analysis, which are often laborious, expensive, time-consuming, which makes them unavailable for point-of-care applications. [1]. Pencil drawing is one of the most basic and cost-effective methods of producing miniaturized electrodes on a paper substrate [2]. It is, however, restricted by the lack of consistency in the electrode drawing procedure, causing a low reproducibility in the manufacture of these devices [3]. The use of a 3D-printed pencil holder (3DPH) for easy, repeatable, and low-cost hand- drawn production of paper-based electrochemical devices is presented here. 3DPH was created to maintain the pressure and angulation of the graphite mine on the paper substrate consistent, independent of the user/operator. This method significantly improved the reproducibility and cost of producing reliable pencil-drawn electrodes (PDEs). In terms of sheet resistance and electrochemical behavior, the results demonstrated that the 3DPH-assisted electrodes made by four distinct operators had great reproducibility and accuracy. CV curves in the presence of $[Fe(CN)6]^{3-/4-}$ redox probe showed only 3.9% variation for the anodic peak currents of different electrodes prepared by different operators, showing the high reproducibility when compared to electrodes prepared without the 3DPH (11.6%). SEM analyses revealed a more uniform graphite deposition/design of the electrodes prepared with 3DPH, which corroborates the results obtained by CV. As a proof of concept, 3DPH-assisted PDEs were employed for dopamine detection in synthetic saliva (with DPV), showing a proportional increase in anodic peak current at 0.12 V vs. carbon pRE with increasing DA concentration, with a detection limit of 0.39µmol L^{-1}. Moreover, in the recovery study it was found 93-104% of DA (4-7% RSD) in synthetic saliva for three different concentrations, demonstrating the reliability of such approach. Finally, we believe this approach can make pencil-drawn technology more robust, accessible, reliable, and inexpensive for real on-site applications, particularly in difficult-to-reach regions or research institutes, with little investment.

Agradecimento: Universidade Federal do Piauí(UFPI), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Guinther Schlösser Schmitz, Edson Roberto Santana, Luan Gabriel Baumgarten, Juliana Priscila Dreyer, João Paulo Winiarski, Almir Spinelli, Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Guinther Schlösser Schmitz, Edson Roberto Santana, Luan Gabriel Baumgarten, Juliana Priscila Dreyer, João Paulo Winiarski, Almir Spinelli, Iolanda Cruz Vieira, Guinther Schlösser Schmitz

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

RATIOMETRIC ELECTROCHEMICAL SENSOR BASED ON 2D-2D AG NP-MXENE/G-C3N4 HETEROSTRUCTURE MATERIAL FOR THE TYROSINE ELECTROANALYSIS

Resumo: The period of social isolation resulting from the COVID-19 pandemic has had various impacts on mental health, such as an increase in cases of depression and stress [1]. Among the alternatives to monitor the progression of these disorders, one prominent approach is to perform non-invasive assessments using biomarkers present in bodily fluids obtained without aggression to the body [2]. L-tyrosine (Tyr) is a non-essential amino acid found in various biological fluids, such as blood and sweat, and changes in its fluid concentration may be alert for cases of depression [3]. In this area, electroanalytical methods stand out due to the specificity and sensitivity of the results, low operational cost, and no need for sample preparation. One of the emerging materials in the field of electroanalysis is titanium carbide (MXene), which is a 2D material with remarkable properties such as high electrical conductivity, large specific surface areas and superior electrochemical properties [4]. Similar properties are also observed in the graphitic carbon nitride (g-C_3N_4). Thus, in this work, a 2D-2D MXene/g-C_3N_4 heterostructure was prepared with subsequent formation of silver nanoparticles (Ag NP) obtained by a self-reduction process (Ag NP-MXene/g-C_3N_4). Electron microscopy images showed Ag NP homogeneously dispersed on MXene/g-C_3N_4 sheets having an average diameter of 69.9 ± 4.6 nm. The 2D-2D material was immobilized on the surface of a glassy carbon electrode using the drop coating method. Cyclic voltammetry studies recorded the oxidation peak at +0.25 V *vs*. Ag/AgCl with a stable current, while the Tyr oxidation peak was recorded at +0.80 V *vs*. Ag/AgCl, being this an irreversible electrochemical process. These results showed that the Ag NP oxidation signal can be used as an internal reference to improve the precision and accuracy of the ratiometric sensor. In addition, the surface-modified sensor exhibited almost five-fold improvement in the Tyr sensing properties in comparison to the unmodified surface. The influence of the pH of the supporting electrolyte was evaluated using 0.1 mol L^{-1} Britton-Robinson buffer (pH 2.0 to 7.0), recording the best responses at pH 5.0. Under optimized conditions, the ratiometric sensor was applied with adequate sensitivity in the determination of Tyr in artificial sweat samples, obtaining satisfactory accuracy from recovery tests.

Agradecimento: CNPq, Capes, Fapesc e UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Eduardo Constante Martins, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Almir Spinelli, Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Eduardo Constante Martins, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Almir Spinelli, Iolanda Cruz Vieira, Eduardo Constante Martins

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

3D-PRINTED ELECTROCHEMICAL SENSORS FOR THE MONITORING OF CONTAMINANTS OF EMERGING CONCERN IN AQUATIC ECOSYSTEMS

Resumo: Population growth and the development of the agrochemical, cosmetic, and pharmaceutical industries led to the increased production of numerous compounds which are continuously consumed and disposed of on a daily basis by millions of people worldwide [1]. As a consequence, the occurrence of these contaminants of emerging concern in different environmental matrices could be detected and became a topic of public concern [1]. In that regard, 17β-estradiol (E2) is a female hormone from the natural steroid class and acetaminophen (AP) is considered a drug from the nonsteroidal anti- inflammatory class [2]. These compounds are commonly found in everyday medications. However, E2 and AP pose risks to health and the environment, as they are considered potential endocrine disruptors and bio accumulative molecules [2]. Therefore, it becomes extremely important to develop sensitive and low-cost analytical methods for the *in loco* monitoring of these compounds. The development of printed electrochemical sensors using 3D printing technology has become a promising and versatile proposal due to the fact that it presents numerous application possibilities, low-cost, ease of customization and manufacturing on demand [3]. A S3X 3D printer (Sethi3D, Brazil) was used for the print of sensors. An array containing the working, pseudo-reference and auxiliary electrodes were printed using a carbon black-polylactic acid conductive filament (ProtoPasta, USA) on a non-conducting substrate of acrylonitrile butadiene styrene (ABS) [3]. The electrodes were electrochemically activated (0.1 mol L^{-1} NaOH, +1.2 V *vs.* Gr-PLA pseudo-reference, 900 s) for exposing the conductive material and removing excess PLA from the electrode surface. On the printed sensors, AP and E2 presented quasi-reversible and irreversible electrochemical behaviors, respectively, both controlled by adsorption. The influence of the pH of the supporting electrolyte on the electrochemical response of AP and E2 was examined in the range of pH 2.0 to 12.0 using the Britton-Robinson buffer. The value of pH 3.0 showed the best current intensities. The relationships between the peak potentials *vs.* pH showed slopes of −63.7 and −57.2 mV pH^{-1} for AP and E2, respectively, indicating that there was the transfer of the same number of mol of protons and electrons in both analyzed reactions. These results showed that the proposed 3D sensors can be a promising tool for monitoring contaminants of emerging concern in aquatic ecosystems.

Agradecimento: CNPq, Capes, Fapesc e UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lucas Puhl dos Santos, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Vinícius Feldstein Haddad, Luciano Vitali, Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Lucas Puhl dos Santos, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Vinícius Feldstein Haddad, Luciano Vitali, Iolanda Cruz Vieira, Edson Roberto Santana

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

NATURAL DEEP EUTECTIC SOLVENT-SUPPORTED EXFOLIATED GRAPHITE NANOPLATELETS FOR THE TYRAMINE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION IN FOOD SAMPLES

Resumo: Species from the group of biogenic amines such as tyramine (Tyr) are widely found in foods that undergo fermentation processes such as beer and fermented milk [1]. Thus, normally some foods already have a certain level of these amines. However, the degradation of the food over time causes an increase in the levels of these amines, which can cause problems for human health [1]. Tyr acts in the human body as a neuromodulator, affecting both the cardiovascular and immune systems [2]. Symptoms of Tyr poisoning include nausea, migraines and hypertension [2]. Therefore, the development of analytical tools capable of monitoring Tyr becomes relevant. In this field, natural deep eutectic solvents (NADES) have been gaining prominence, since they are obtained by ecologically viable processes. In electroanalysis, the employment of these solvents as electrode modifiers has interesting characteristics, since they intensify the interaction of the analyte with the electrode and also act as dispersing agents for other modifiers such as exfoliated graphite nanoplatelets (xGnP) [3]. Therefore, in this work, a novel electrochemical sensor for the determination of Tyr was developed based on a glassy carbon electrode (GCE) modified with xGnP dispersed in NADES. The NADES was obtained from caprylic acid and menthol (1:1). The modifier agent was prepared by diluting 10.0 µL of NADES in 440 µL of acetone and adding 0.2 mg of xGnP. Then, 2.0 µL of dispersion was dropped onto the GCE. In front of the sensor, Tyr showed an irreversible behavior, with an oxidation peak at +0.71 V *vs*. Ag/AgCl. The increase in Tyr response in comparison to bare GCE was explained by the improvement in the interaction of the analyte with NADES and the better conductivity provided by the xGnP. The optimized conditions were the use of 0.1 mol L^{-1} phosphate buffer (pH 7.0) and square wave voltammetry. The calibration plot was constructed in the range from 0.137 to 2.690 mg L^{-1}, obtaining detection and quantification limits of 0.059 and 0.197 mg L^{-1}, respectively. The interference capacity of compounds such as L-phenylalanine, histamine and dopamine was evaluated, obtaining deviations smaller than 7% in the responses of Tyr. Samples of beer and fermented milk were analyzed using the proposed sensor getting satisfactory recovery data. Therefore, the novel sensor showed promise for monitoring Tyr in beverage samples.

Agradecimento: CNPq, Capes, Fapesc e UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Larissa Gil Lucas, Eduardo Constante Martins, Pãmyla Layene dos Santos, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Iolanda Cruz Vieira, Almir Spinelli

Nome dos Apresentadores: Larissa Gil Lucas, Eduardo Constante Martins, Pãmyla Layene dos Santos, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Iolanda Cruz Vieira, Almir Spinelli, Larissa Gil Lucas

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

3D SENSOR BASED ON POLYLACTIC ACID AND CARBON BLACK FOR THE SIMULTANEOUS ELECTROANALYSIS OF KOJIC ACID AND ASCORBIC ACID IN COSMETIC PRODUCTS

Resumo: Globally, the demand for natural skin-lightening agents is rising day by day [1]. Skin whiting is a process used to improve the appearance of skin as well as the lighting of the skin through artificial such as creams, lotions, and soaps. The global skin-lightening market is projected to be worth US$12·3 billion by 2027 [2]. In that regard, kojic acid has gained its importance after it was known worldwide that the substance is an organic acid and functions primarily as a skin-lightening agent [1]. Allied with this, ascorbic acid (vitamin C) prevents cell aging, inhibiting, and delaying the effect that free radicals impose on the dermis, in addition to being an excellent antioxidant [3]. Thus, the objective of this work was the production of an electrochemical sensor printed with 3D technology to serve as an analytical tool for the simultaneous monitoring of kojic acid and ascorbic acid in skin-lightening products. A conductive carbon black/polylactic acid (CB/PLA) filament (ProtoPasta, USA) was utilized to produce the working electrodes. A S3X 3D printer (Sethi3D, Brazil) operating with an extrusion temperature of 190 ˚C and a print bed heated at 65 ˚C was used for the printing of the 3D CB/PLA electrodes. The electrodes presented a disc shape of 3.00 mm in diameter and 0.50 mm in thickness with a connection of 21.45 mm in length and 0.50 mm in thickness [4]. The electrochemical activation of 3D CB/PLA electrodes was performed in 1.00 mol L^{-1} NaOH by applying a potential of +1.2 V *vs*. Ag/AgCl during 1800 s using a portable potentiostat PalmSens 4 (Palm Instruments BV, The Netherlands). The sensor surface was characterized by electrochemical and microscopic techniques. Cyclic voltammetry studies in 0.1 mol L^{-1} B-R buffer (pH 6.0) have shown oxidation reactions of ascorbic acid and kojic acid occurring at +0.2 and +0.8 V *vs*. Ag/AgCl, respectively. The analytical method was optimized to improve the sensitivity of the 3D sensor for both analytes, the following conditions being selected: 0.1 mol L^{-1} Britton-Robinson buffer (pH 6.0), square wave voltammetry (amplitude 70.0 mV, frequency 30.0 Hz, and scan increment 3.0 mV). The 3D sensor was applied in the quality control of skin-lightening products through the simultaneous monitoring of the active ingredients kojic acid and ascorbic acid, furnishing accurate and precise results.

Agradecimento: CNPq, Capes, Fapesc e UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Luan Gabriel Baumgarten, João Paulo Winiarski , Edson Roberto Santana , Juliana Priscila Dreyer , Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Luan Gabriel Baumgarten, João Paulo Winiarski , Edson Roberto Santana , Juliana Priscila Dreyer , Iolanda Cruz Vieira , Luan Gabriel Baumgarten

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

MXENE-BASED NANOMATERIAL FOR THE ELECTROCHEMICAL DETERMINATIONOF THIAMETOXAM IN HONEY SAMPLES

Resumo: Thiamethoxam (TMX) is an insecticide of the neonicotinoid class commonly utilized in agricultural practices for pest control. This compound that has recently been detected in honey samples [1]. Therefore, there is a potential risk of contamination in the nectar and pollen of plants, which are essential resources collected by bees during the production of honey [2]. The presence of TMX residues in samples of honey and derivatives highlights the need for proper monitoring and control to ensure the quality and safety of this food product. Newly, two-dimensional titanium carbide ($Ti_3C_2T_x$) also known as MXene, has emerged as a promising material in the development of electrochemical sensors due to its hydrophilic surface and high electrical conductivity, which favor its electroanalytical applications [3]. In order to produce a highly sensitive sensor to determine TMX in food matrices, a novel nanomaterial was synthesized. Exfoliated graphite nanoplatelets (xGnP) and $Ti_3C_2T_x$ were prepared and the resulting material was characterized using TEM, SEM, FTIR, XPS, XRD and UV-Vis techniques. A novel electrochemical sensor was developed by depositing the material onto a surface of a glassy carbon electrode (GCE), which exhibited remarkable electrochemical performance to TMX. The electrochemical and interfacial characteristics of the xGnP-$Ti_3C_2T_x$/GCE were evaluated by cyclic voltammetry and electrochemical impedance spectroscopy. The modified electrode displayed a remarkable improvement in current responses for the reduction of TMX compared to the bare GCE. Under optimized conditions, a calibration plot was established for TMX by differential pulse voltammetry in phosphate buffer (0.1 mol L^{-1} ; pH 7.0) in the range of 0.048 to 30.0 µmol L^{-1} and the limit of detection was calculated to be 20.3 nmol L^{-1}. Recovery data from 90 to 105% were obtained in honey samples and derivatives using the proposed electrochemical sensor. The excellent performance of the electrochemical device indicated that the xGnP-$Ti_3C_2T_x$ is a promising nanomaterial for the voltammetric determination of TMX with excellent precision and accuracy results.

Agradecimento: CNPq , CAPES e FAPESC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Bruna Gabrielle Olsen, Nelson Ramos Stradiotto

Nome dos Apresentadores: Bruna Gabrielle Olsen, Nelson Ramos Stradiotto, Bruna Gabrielle Olsen

Instituição de Ensino: Institute of Chemistry São Paulo State University (UNESP) - Araraquara, Bioenergy Research Institute (IPBEN) - Araraquara

ELECTROCHEMICAL DEVICE BASED ON MOLECULARLY IMPRINTED POLY(PYRROLE) ON SURFACE CONTAINING METALLIC NANOPARTICLES AND REDUCED GRAPHENE OXIDE FOR THE ENANTIOSELECTIVE DETERMINATION OF (D)- AND (L)-LIMONENE IN AGROINDUSTRIAL RESIDUES

Resumo: Limonene is a compound found in citrus that has the isomers D- and L-limonene, and it is used in the chemical, pharmaceutical and food industry. The enantioselective detection holds the fact that the two isomers are found together in different quantities, in which each has its own properties. The preferential use of one isomer depends on the purpose, D-limonene is a great solvent while L-limonene has organoleptic properties and is also used in the cosmetic and personal hygiene industry. The methods for enantioselective detection existing in the literature involves the techniques of GC-MS and HPLC. This is the first electrochemical sensor for enantioselective determination of D and L-limonene and is important to have a simple and faster method to determine both. Using a dual template technique, with both limonene enantiomers and pyrrole as monomer, forming a molecularly imprinted polymer film and determining the analyte one-by-one by saturating the cavities of one specific isomer to determine the other, using an electrochemical probe and differential pulse voltammetry. Initially a suspension of 0.4 $mg.mL^{-1}$ of graphene oxide in 0.1 $mol.L^{-1}$ of Na_2SO_4 solution was reduced on the glassy carbon electrode surface through chronoamperometry (CA). Then, the AuNPs were electrodeposited from a 5.0×10^{-4} $mol.L^{-1}$ HAuCL solution in 0.5 $mol.L^{-1}$ H_2SO_4 onto the GCE/rGO, through CA. Next, in the electropolymerization, a solution containing pyrrole and both limonene isomers in phosphate buffer solution (PBs) was used for 5 consecutive voltammetric cycles (VC) on the GCE/rGO/AuNPS electrode, applying a potential range from 0.0V to 1.0V in a scan rate of 20 mVs^{-1}. The extraction of the template molecules involved the application of consecutives VC in NaOH 0.1 $mol.L^{-1}$ in a potential range from 0.0V to 1.5 V (50 mVs). For the rebinding process, the electrode was placed for several minutes in different concentrations of one specific isomer after saturation of the other enantiomer, in PBs. All experimental parameters that influences analytical performance were optimized, such as pyrrole concentration, electropolymerization and extraction cycles, rebinding times, electropolymerization and rebinding pH and nanoparticle charge. The electrode was characterized by scanning electron microscopy, energy dispersive X-ray spectroscopy, electrochemical impedance spectroscopy and cyclic voltammetry. The analytical methodology was developed. Furthermore, this method was applied in real sample.

Agradecimento: FAPESP (processes 2023/00817-9, 2017/22401-8), CNPq and CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Nathalia Nardi, João Paulo Winiarski, Luan Gabriel Baumgarten, Juliana Priscila Dreyer, Edson Roberto Santana, Almir Spinelli, Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Nathalia Nardi, João Paulo Winiarski, Luan Gabriel Baumgarten, Juliana Priscila Dreyer, Edson Roberto Santana, Almir Spinelli, Iolanda Cruz Vieira, Nathalia Nardi

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

MXENE/GOLD NANOPARTICLES NANOCOMPOSITE OBTAINED BY SELF-REDUCTION FOR THE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF VANILLIN

Resumo: Due to the ever-increasing demand for food, adaptations in manufacturing systems were necessary. Changes in agricultural crops have made production less seasonal dependent, as well as changes in society's dietary patterns were observed [1]. Overweight, obesity and degenerative diseases may be connected to the consumption of processed and ultra-processed foods, which contain substances whose use consequences have received more attention from authorities and researchers [2]. The so-called 'food additives' are any ingredient intentionally added to food, to maintain or improve their safety, freshness, taste, texture, or appearance. Vanillin (4-hydroxy-3-methoxybenzaldehyde) (VAN) is a natural phenolic compound extracted from beans and pods of orchids from the *Vanilla* genus, used as a flavoring agent in many processed foods. It has antioxidant, anti-inflammatory, antimutagenic, antimetastatic, anxiolytic and antidepressant activities, but, in excess, can affect kidney, liver, and cause nausea, vomiting and headaches [3]. This way, it is important to create new methods to determinate VAN in food matrices. An emerging class of two-dimensional materials, MXene, has remarkable properties for designing novel electrochemical sensors. Its large surface area and conductivity can be combined with other materials for sensing applications. In this work, we proposed a novel nanocomposite based on MXene and gold nanoparticles obtained by a self-reduction method (AuNP/MXene) using MXene nanosheets and $HAuCl_4$ as a gold precursor. The as-synthetized AuNP decorated in the MXene 2D material showed a plasmonic band in 550 nm and 60±5 nm of diameter average size, obtained by UV-Vis spectroscopy and TEM, respectively. The nanocomposite was used to modify a glassy carbon electrode (GCE) and the AuNP-MXene/GCE showed four- and two-fold current response for VAN when compared to bare GCE and MXene/GCE electrodes, respectively. Optimized experimental conditions of supporting electrolyte buffer and square-wave voltammetry (f= 60 Hz, a = 40 mV and ΔE_S = 2 mV) were used to construct a calibration plot in the range of 0.1 to 28 µmol L^{-1} with a limit of detection of 40 nmol L^{-1}. The proposed sensor showed excellent precision and accuracy and was applied to determine VAN in different food matrices.

Agradecimento: CNPq, CAPES, Fapesc, UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Wallace Burger Veríssimo de Oliveira, Thalles Pedrosa Lisboa, Raylla Santos Oliveira, Gabriela Couto da Silva, Cassiano Cunha de Souza, Esther de Jorge Duarte, Maria Auxiliadora Costa Matos, Renato Camargo Matos

Nome dos Apresentadores: Wallace Burger Veríssimo de Oliveira, Thalles Pedrosa Lisboa, Raylla Santos Oliveira, Gabriela Couto da Silva, Cassiano Cunha de Souza, Esther de Jorge Duarte, Maria Auxiliadora Costa Matos, Renato Camargo Matos, Gabriela Couto da Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Juiz de Fora

CONSTRUCTION OF COMPOSITE MATERIAL ELECTRODES IMMOBILIZED ON 3D PRINTED SUPPORT ELECTROCHEMICALLY TREATED AND MODIFIED WITH SILVER NANO PARTICLES FOR THE DETERMINATION OF NIMESULIDE IN SAMPLES OF PHARMACEUTICAL AND CLINICAL INTEREST

Resumo: Nimesulide (NIM) is a nonsteroidal anti-inflammatory drug of the sulfonanilide group that has analgesic and antipyretic action, being currently considered an emerging contaminant. The objective of this work was to construct a disposable sensor using composite material (graphite + enamel) immobilized on 3D printed support of acrylonitrile butadiene styrene (ABS) for the determination of NIM in different samples using flow injection analysis amperometry (FIA-AMP). The electrochemical sensor was electrochemically treated using a KOH solution and further modified by electrodeposition of silver nanoparticles (3Ds-eCME-AgNP). Surface characterization of the electrodes before and after the modifications was performed using scanning electron microscopy, electrochemical impedance spectroscopy (EIS), RAMAM, and cyclic voltammetry. In EIS it was observed that the Rtc value for the unmodified sensor was 94.01 Ω, while for 3Ds-eCME/AgNP it was 52.18 Ω. The area of the modified sensor showed an increase from 27.59 ± 0.28 mm^2 to the value of 36.42 ± 1.11 mm^2, showing an 87 % relative increase in the current density of the NIM. The electrochemical behavior of the NIM was studied at different pH values (5.0 to 9.0) and the results showed an irreversible character of the analyte, and the pH 7 phosphate buffer was chosen because it showed a significant increase in the current signal and good solubility of the NIM. For the determination of NIM using FIA-AMP the optimized instrumental parameters were the applied potential (+ 1.2V), sampling loop (100 µL) and flow rate (7 mL min-1). After optimization, the sensor was applied for the analysis of NIM in samples of pharmaceutical formulations, tap water and synthetic urine, which underwent a simple dilution process in supporting electrolyte. The linear range obtained by the sensor (3Ds-eCME/AgNP) was 5 to 25 µmol L-1 for NIM, in addition to good precision (RSD < 7 %) and detection limit of 0.81 µmol L-1. The accuracy of the method was evaluated by a recovery study, which showed values ranging from 92 to 104 %. The mass of NIM found in the sample of pharmaceutical formulation was 97.8 ± 4.3 mg of NIM per tablet, presenting no significant difference at 95 % confidence with the value indicated by the manufacturer (100 mg). Thus, the proposed disposable device proved to be a promising analytical tool for routine analysis of NIM in different samples.

Agradecimento: This research was supported by FAPEMIG (Research Support Foundation of the State of Minas Gerais) (process: APQ-00042-21), CNPq (National Council for Scientific and Technological Development, process: 303815/2022- 1), CAPES (Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel) and PROPESQ/UFJF.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Jamille Soares de Castro, Camila Diana Lima, Lara Lima Machado, Dilton Martins Pimentel, Luciano Chaves Arantes, Wallans Torres Pio dos Santos

Nome dos Apresentadores: Jamille Soares de Castro, Camila Diana Lima, Lara Lima Machado, Dilton Martins Pimentel, Luciano Chaves Arantes, Wallans Torres Pio dos Santos, Jamille Soares de Castro

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales de Jequitinhonha e Mucuri

SIMPLE ELECTROCHEMICAL SCREENING METHOD OF THE SYNTHETIC CATHINONE 4'-METHYL-α-PYRROLIDINOHEXIOPHENONE (MPHP) IN FORENSIC SAMPLES USING A BORON DOPED DIAMOND ELECTRODE

Resumo: Synthetic cathinones (SCs) are stimulant drugs and constitute one of the most widespread groups that have been monitored by the United Nations Office on Drugs and Crime (UNODC). Among these SCs, some are considered new psychoactive substances (NPS), such as 4'-Methyl-α-pyrrolidinohexanophenone (MPHP), which has been widely used as a recreational illicit drug, known as "bath salts". Due to the potent stimulant effect of MPHP, the indiscriminate use of this drug can cause global public health and safety problems. Thus, the development of quick and simple analytical methods for the preliminary identification of MPHP in seized samples is of great interest for application in forensic investigations, especially for issuing arrest warrants in flagrante delicto.Electroanalytical methods have been successfully applied as screening tests for various illicit drugs in seized samples, as their sensors have demonstrated simplicity, portability, low cost, and rapid analysis. In this context, we present a simple and rapid method for detecting MPHP using square wave voltammetry (SWV) and a boron-doped diamond electrode (BDDE). The electrochemical behavior of MPHP on BDDE was evaluated by cyclic voltammetry in Britton-Robinson Buffer 0.1 M pH 2 to 12, and the best condition regarding sensitivity and selectivity for identification was at pH 8, where redox processes were observed at -1.68V, -1.35V, +0.87 V, and +1.01 V (Ag vs Ag/AgCl). Scan rate studies indicated that MPHP's mass transport control over BDDE is partially controlled by adsorption and diffusion.The SWV parameters were optimized to determine MPHP with an increment of 5.0 mV, a frequency of 20 Hz, and an amplitude potential of 50 mV. Under these conditions, good stability of the electrochemical responses was obtained for three consecutive MPHP analyses (500 µM), with DPR = 2.9%. A linear range was obtained between 25.5 and 76 µM with a detection limit of 7.5 µM. Interference studies were performed for other different SCs and illicit drugs, such as ecstasy (MDMA), demonstrating that the proposed method is highly selective for the electrochemical screening of MPHP in forensic analysis. Therefore, the proposed method presents a great perspective as a screening test for the preliminary identification of MPHP in seized forensic samples.

Agradecimento: UFVJM, CNPQ, CAPES, FAPEMIG e PC-DF.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Isabella C. O. F. Silva, Diele A. G. Araújo, Rodrigo A. A. Muñoz, Eduardo M. Richter.

Nome dos Apresentadores: Isabella C. O. F. Silva, Diele A. G. Araújo, Rodrigo A. A. Muñoz, Eduardo M. Richter., Isabella C. O. F. Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Uberlândia, Universidade de São Paulo

DEVELOPMENT OF A PORTABLE METHOD FOR SECNIDAZOLE DETERMINATION IN SEIZED SAMPLES USING A 3-PRINTING ELECTROCHEMICAL SYSTEM

Resumo: Secnidazole (SCZ) is a 5-nitroimidazole-based drug with antibiotic and anticoccidial activities used for treatment of trichomoniasis, giardiasis, amoebiasis and bacterial vaginosis. The quality control of pharmaceutical products is of great importance to avoid adulteration and maintain the drug efficacy. Adulterations in drugs can cause problems such as lack of effect expect and intoxication, which can lead the victim to death[4]. Most analytical methods proposed for the determination of SCZ are time-consuming, high-cost, and require several sample preparation steps[1,2,3]. This study presents the use of a low-cost electrochemical sensor produced by 3D-printed for SCZ determination in seized samples. Both electrochemical cell and working electrode were produced using a 3D printer and commercial nonconductive (ABS) and conductive (carbon black + PLA) filaments, respectively. Electrochemical measurements were carried out in a three-electrode configuration cell (3D-CB/PLA as working electrode, Pt wire as counter electrode and an Ag/AgCl as reference electrode) with total volume of 10 mL. Initially, the electrochemical performance of the proposed 3D-printed CB/PLA electrode was investigated using untreated and electrochemical treated surfaces in alkaline medium (0.5 mol L^{-1}). Poor electrochemical profile was observed on the untreated 3D-printed surface. In contrast, with the electrochemical treated 3D-printed surface, a well-defined reduction peak was observed for SZC at -0.31 V. Next, the effect of pH (2-10) on the electrochemical behavior of SZC was evaluated using BR buffer solutions and better performance (current intensity and peak shape) was observed at pH 2. Therefore, a supporting electrolyte at pH 2 (BR buffer) was selected for subsequent studies. Two voltammetric techniques were evaluated (SWV and DPV) and better results were obtained using SWV. Calibrations curves was constructed using previously optimized conditions (step potential: 5 mV; amplitude: 40 mV; frequency: 40 Hz) and a linear concentration range was obtaining from 2.5 to 250.0 µmol L^{-1} (r^2= 0.998; LOD = 0.25 µmol L^{-1}; LOQ = 0.83 µmol L^{-1}). Relative standard deviation (RSD) values smaller than 3.8 e 2.3 % were found in repeatability studies using 10 and 100 µmol L^{-1} of SCZ, respectively. Initial studies carried out with seized samples showed that the system proposed here has great potential for fast detection and quantification of SCZ in these samples.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Suysia Ramos D'Almeida, Rafael Martos Buoro

Nome dos Apresentadores: Suysia Ramos D'Almeida, Rafael Martos Buoro, Suysia Ramos D'Almeida

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos (IQSC), Universidade de São Paulo (USP), Av. Trabalhador São - Carlense, 400 - São Carlos - SP - Brazil

FORMULATION OF A SUSTAINABLE CARBON CONDUCTIVE INK BASED ON NADES/CARBON BLACK AND ITS APPLICATION IN THE DEVELOPMENT OF SCREEN-PRINTED ELECTRODE FOR DETERMINATION OF PARACETAMOL

Resumo: Carbon ink is the most common ink used for SPE printing because of its low price, chemical inertness, capable of mass production and easy modification [1]. The composition of printing inks can be modified by adding very diverse substances such as metals, enzymes, polymers, complexing agents, ionic liquid and natural deep eutectic solvent. NADES can be defined as a mixture of two or more natural organic compounds when at a particular molar ratio, having a melting point significantly lower than that of either individual component [2]. In this work, a NADES (glyceline) based on choline chloride and glycerol was proposed for the modification of screen-printed electrodes. The NADES was synthesized adapting the method proposed by Abbott [3]. Choline chloride (HBA) and glycerol (HBD) were mixed simultaneously in a 1:2 molar ratio (HBA/HBD) under vigorous stirring and controlled temperature (80˚C) until a homogeneous liquid was obtained. The resulting conductive ink consisted of graphite/carbon black (mass/mass) and cellulose acetate/glyceline (mass/mass). The morphological and electrochemical characterization of SPE and SPE_CB-10%/NADES-25% were performed with High Resolution Electron Microscopy (SEM-FEG), cyclic and differential pulse voltammetry. The modified printed electrode (SPE_CB-10%/NADES-25%) were evaluated towards their efficiency for determination of emergent pollutant (paracetamol) by electrochemical techniques. SPE_CB-10%/NADES-25% showed the increased performance with higher peak current values when compared to SPE, demonstrating increased ink cohesion and adhesion. For NADES percentages greater than 25%, the ink poorly adheres to the substrate after drying.

Agradecimento: This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Finance Code 001, CNPq and São Paulo Research Foundation - FAPESP (2017/13307-8).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Camila Diana Lima, Luciano Chaves Arantes, Thiago Regis Longo César da Paixão, Wallans Torres Pio dos Santos

Nome dos Apresentadores: Camila Diana Lima, Luciano Chaves Arantes, Thiago Regis Longo César da Paixão, Wallans Torres Pio dos Santos, Camila Diana Lima

Instituição de Ensino: Departamento de Química, Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Polícia Civil do Distrito Federal, Laboratório de Química e Física Forense, Instituto de Criminalística, Polícia Civil do Distrito Federal, Instituto de Química - Universidade de São Paulo, Departamento de Farmácia, Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Diamantina

DEVELOPMENT OF AN ELECTROCHEMICAL METHOD COUPLED WITH CHEMOMETRICS FOR PRELIMINARY IDENTIFICATION OF SYNTHETIC CATHINONES IN FORENSIC SAMPLES

Resumo: Synthetic cathinones (SCs) represent one of the largest and most diverse class of synthetic drugs, with over 210 structures reported to the United Nations Office on Drugs and Crime. Due to their high health risk and association with hallucinations, paranoia, and fatal intoxications, SCs present significant challenges in terms of legal implications and the development of analytical methods for screening illicit drugs[1]. Screening tests play vital role in forensic analysis and law enforcement, providing crucial information about seized substances and serving as immediate evidence to track criminal network and their activity patterns. This work introduces a new approach to SC screening, combining electrochemical detection with chemometric analysis. The electrochemical method utilized differential pulse voltammetry (DPV) with boron-doped diamond electrode (BDDE) to investigate 15 SC standards belonging to five distinct chemical groups: N-alkylated, 3,4-methylenedioxy-N-alkylated, N-pyrrolidine, 3,4-methylenedioxy-N-pyrrolidine, and thiophene-N-pyrrolidine. Optimal parameters were determined to ensure stable electrochemical responses, a broad linear range, and a suitable detection limit for forensic applications. The selectivity of the proposed method was further evaluated by examining adulterants and other illicit drugs. Electrochemical studies showed a characteristic cathodic process for SCs at the BDDE around -1.65V (vs. Ag/AgCl), enabling differentiation from adulterants and other drugs such as phenylethylamine derivatives (NBOMes, NBOHs, and amphetamines like ecstasy). Discrimination among these SCs was achieved by employing unsupervised pattern recognition methods (PCA: principal component analysis and HCA: hierarchical cluster analysis) using recorded voltammograms generated by DPVs. The combination of electrochemical detection, PCA, and HCA successfully categorized the 15 SCs into five distinct groups based on their chemical structures and electrochemical profiles. Therefore, the proposed method demonstrates a great potential for simple and fast preliminary identification of various SCs in forensic samples.

Agradecimento: CNPq, FAPEMIG, FAPESP, PCDF, CAPES e UFVJM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Cassiano Augusto Rolim Bernardino, Maria Carolina da Costa Marques, Claudio Fernando Mahler, Julia Oliveira Fernandes, Claudio Sabbatini Capella Lopes, Francisco Walison Lima Silva, Bernardo Ferreira Braz, Ricardo Erthal Santelli, Fernando Henrique Cincotto

Nome dos Apresentadores: Cassiano Augusto Rolim Bernardino, Maria Carolina da Costa Marques, Claudio Fernando Mahler, Julia Oliveira Fernandes, Claudio Sabbatini Capella Lopes, Francisco Walison Lima Silva, Bernardo Ferreira Braz, Ricardo Erthal Santelli, Fernando Henrique Cincotto, Cassiano Augusto Rolim Bernardino

Instituição de Ensino: Programa de Engenharia Civil - COPPE - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química Analítica - Instituto de Química - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Programa de Engenharia Civil - COPPE - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química Analítica - Instituto de Química - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química Analítica - Instituto de Química - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química Analítica - Instituto de Química - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química Analítica - Instituto de Química - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química Analítica - Instituto de Química - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil

DETECÇÃO DE IMIDACLOPRIDA POR SENSOR ELETROQUÍMICO COM ÓXIDO DE GRAFENO REDUZIDO E NANOPARTÍCULAS DE OURO E PALÁDIO

Resumo: A imidacloprida [1-(6-chloro-3-pyridylmethyl)-N-nitroimidazolidin-2-ylideneamine] é um inseticida neonicotinoide sintético amplamente utilizado na agricultura para o controle de pragas e pode ocasionar danos ambientais e na saúde humana [1]. Os sensores eletroquímicos têm se tornado uma alternativa para a determinação pesticidas em água devido a sua alta sensibilidade, seletividade, portabilidade, tempo de resposta rápido e baixo custo [2,3]. O objetivo do estudo foi detectar e quantificar imidacloprida em água, usando um sensor eletroquímico desenvolvido com carbono vítreo modificado com óxido de grafeno e nanopartículas de ouro e paládio (GCE/rGO/AuPdNPs). A caracterização morfológica e o desempenho eletroquímico do sensor foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura e de alta resolução, espectroscopia de energia dispersiva de raio X, voltametria de onda quadrada e voltametria de pulso diferencial. Os resultados indicaram que o sensor (GCE/rGO/AuPdNPs) apresentou excelente desempenho para a determinação de imidacloprida. A caracterização morfológica indicou que o sensor apresenta uma superfície porosa e rugosa, no qual favorece a adsorção eletroquímica de espécies químicas na interface eletrodo/solução. Além disso, a combinação do óxido de grafeno reduzido e as nanopartículas de ouro e paládio melhorou a sensibilidade do sensor. O sensor eletroquímico GCE/rGO/AuPdNPs apresentou uma ampla faixa linear (0,059 - 0,516 µmol L^{-1}), baixo limite de detecção (0,0108 µmol L^{-1}) e a alta sensibilidade. Essas características demonstram grande capacidade analítica do sensor. A análise de interferentes demonstrou que o sensor é seletivo para a detecção de imidacloprida, e que outros pesticidas e íons não interferem significativamente na qualidade da medida do sensor. No entanto, TMX pode afetar a sensibilidade e seletividade do sensor em amostras ambientais em que há este pesticida. Então, o sensor GCE/rGO/AuPdNPs pode ser uma ferramenta valiosa para a detecção e monitoramento de imidacloprida em amostras ambientais, bem como em outras áreas de aplicação, como a agricultura.

Agradecimento: Todos os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), Conselho Nacional de Desenvolvimento

ISBN 978-85-8167-307-3

Científico e Tecnológico (CNPq) e Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) (Cincotto Proc. E-26/ 202.696/2019, Proc. E-26/010.002267/2019 e E-26/210.304/2022) pelo apoio financeiro.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Guilherme Ventura de Quadros, André Felipe F. da Silva, João Paulo Winiarski, Edson Roberto Santana, Juliana Priscila Dreyer, Luís Otávio de Brito Benetoli, Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Guilherme Ventura de Quadros, Guilherme Ventura de Quadros, André Felipe F. da Silva, João Paulo Winiarski, Edson Roberto Santana, Juliana Priscila Dreyer, Luís Otávio de Brito Benetoli, Iolanda Cruz Vieira

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

SELF-REDUCTION OF GOLD NANOPARTICLES USING SULFUR-FUNCTIONALIZED GRAPHENE FOR ELECTROCHEMICAL DOPAMINE DETERMINATION

Resumo: Graphene is considered an outstanding material for electrochemical applications. Indeed, graphene-based functionalized materials may provide additional properties for electroanalysis [1]. Owing to its conductive properties, multilayer graphene exists as a superposition of sp^2 carbon sheets that exhibit interesting anisotropic behavior. Recently, emerging functional atoms (e.g., B, N, P, and S)-functionalized carbon nanomaterials have received considerable attention for designing effective electrocatalysts [2]. Sulfur-functionalized graphene (S-Graph), obtained by a non-thermal plasma synthesis with a sulfur-containing precursor aqueous solution, shows thiol and sulfonic groups, which can act as reducing and dispersion agents in aqueous medium, respectively. Such characteristics demonstrate promising potential in creating new nanocomposites in conjunction with gold nanoparticles (AuNPs) through the great affinity of sulfur with gold. AuNPs were synthesized using S-Graph as a reducing and stabilizing agent and confirmed by UV-Vis spectroscopy. A plasmonic band appeared at 535 nm with the disappearance of $[AuCl_4]^-$ band at 300 nm, indicating the reduction of Au^{3+} ions by S-Graph material. TEM images were recorded and AuNPs with spherical shape and an average size of 53±12 nm were obtained in the edges of the S-Graph, showing the interaction of S-functionalized atoms of graphene with AuNPs. The AuNPs-S- Graph/GCE showed a minor resistance to charge transfer value in EIS spectra (233 Ω) when compared with S-Graph/GCE (404 Ω) and GCE bare (794 Ω). Dopamine behaviour was verified using the modified sensor and exhibited up to six-fold improvement in dopamine sensing properties in comparison to the unmodified surface. Optimized parameters of supporting electrolyte and square-wave voltammetry were achieved (Britton-Robinson buffer, pH 6.0, f = 40 Hz, a = 100 mV, and ΔEs = 1.0 mV) and a calibration plot was constructed in the range of 0.05 to 20 μmol L^{-1}. The calculated limits of detection and quantification were 32 and 50 nmol L^{-1}, respectively, showing a promising sensor for dopamine determination. Samples of injectable dopamine ampules were analysed using SWV with high accuracy and precision.

Agradecimento: CNPq, CAPES, Fapesc, UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Marcio Cristiano Monteiro, João Paulo Winiarski, Edson Roberto Santana, Bruno Szpoganicz, Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Marcio Cristiano Monteiro, João Paulo Winiarski, Edson Roberto Santana, Bruno Szpoganicz, Iolanda Cruz Vieira , João Paulo Winiarski

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

PRUSSIAN BLUE ANALOGUE-BASED RATIOMETRIC ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR BUTRALIN DETERMINATION IN VEGETABLES SAMPLES

Resumo: Prussian blue (PB) was the first polymeric coordination compound recorded in the literature by Diesbach and Dippel in the early 18^{th} century [1]. Regarding the application of electrochemical sensors, for PB and Prussian blue analogues (PBA), both oxidized and reduced forms have catalytic activity [2]. Furthermore, their high electronic transfer rate is another benefit for the electroanalysis. Traditional electrochemical sensors usually depend on the precise measurement of a single current intensity, which further leads to low repeatability, reliability, and accuracy, and occasionally false negative results [3]. For this reason, ratiometric electrochemical sensors have recently attracted extensive attention. These special sensors quantify the analyte with ratiometric a record of two signals (one is from the analyte and the other is from the inner reference). A peak intensity ratio ($I_{analyte}/I_{inner\ reference}$) is used as the measurement criteria for analytes [4]. Commonly, this ratiometric strategy reduces the intrinsic errors or background electric signals and exhibits a significant ability to further improve the accuracy and precision of the measurements [5]. This way, we proposed a novel ratiometric electrochemical sensor based on a carbon paste electrode modified with a quinazoline-engineered ZnFe Prussian blue analogue (PBA-qnz) for the determination of herbicide butralin (BTL). Regarding BTL, this herbicide is slightly soluble in water and moderately persistent in the environment causing a potential threat to human health, becoming an analyte of importance for monitoring. The PBA-qnz was synthesized by mixing an excess aqueous solution of zinc chloride with an aqueous solution of precursor sodium pentacyanido(quinazoline)ferrate. The PBA-qnz was characterized by spectroscopic techniques such as UV-Vis, FTIR and EPR, as well as cyclic voltammetry. The stable signal of PBA-qnz at +0.15 V *vs.* Ag/AgCl, referring to the reduction of iron ions, was used as an internal reference for the ratiometric sensor. Furthermore, the PBA-qnz-based sensor provided higher current responses for BTL compared to the bare carbon paste electrode. The calibration plot for BTL was obtained by square wave voltammetry in the range of 0.5 to 30.0 µmol L^{-1}, with a limit of detection of 0.17 µmol L^{-1}. The ratiometric sensor showed excellent precision and accuracy and was applied to determine BTL in lettuce and potato samples.

Agradecimento: CNPq, CAPES, Fapesc e UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ana Clara M. Oliveira (PG), Diele A. G. Araújo (PG), Eduardo M. Richter (PQ), Thiago R. L. C. Paixão (PQ), Rodrigo A. A. Muñoz* (PQ)

Nome dos Apresentadores: Ana Clara M. Oliveira (PG), Diele A. G. Araújo (PG), Eduardo M. Richter (PQ), Thiago R. L. C. Paixão (PQ), Rodrigo A. A. Muñoz* (PQ), Ana Clara M. Oliveira

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Uberlândia - Institute of Chemistry - Uberlândia (Brazil), Universidade de São Paulo - Institute of Chemistry - São Paulo (Brazil), Universidade Federal de Uberlândia - Institute of Chemistry - Uberlândia (Brazil), Universidade de São Paulo - Institute of Chemistry - São Paulo (Brazil), Universidade Federal de Uberlândia - Institute of Chemistry - Uberlândia (Brazil)

DEVELOPMENT OF ELECTROANALYTICAL METHOD FOR MONITORING NITAZOXANIDE

Resumo: The coronavirus 19 (COVID-19), discovered in China in 2019, gave rise to the COVID-19 pandemic. Due to the severity of this disease, the search for therapeutic options had a direct impact on the increased consumption of some medications to make the treatment feasible, such as hydroxychloroquine, azithromycin, ivermectin and nitazoxanide. As a consequence, the increase in waste generated containing these drugs has raised a concern which is the contamination of natural waters. In this perspective, the development of analytical methods that help in the monitoring of these drugs in water is of great relevance, since a large part of the medicines consumed by human beings is excreted in the non-metabolized form. Among the mentioned compounds, for the determination of nitazoxanide (NTZ)[1] there are few works in the literature, which use HPLC[2], spectrophotometry[3] and electrochemical techniques using modified electrodes[4]. From this perspective, the objective of this work is the development of a fast, simple and effective method for the determination of NTZ. For this, an electrochemical cell obtained by 3D-printing was used, which allows the minimization of the solution volume. Boron-doped diamond electrodes, Ag/AgCl/KCl_{sat} and a platinum wire were used as working, reference and auxiliary electrodes, respectively. For the first studies, the influence of parameters such as electrochemical activation of the working electrode, supporting electrolyte and pH were evaluated. In addition, parameters related to the technique employed (SWV) were optimized. Thus, under optimized conditions, like Britton- Robinson buffer (pH 4) for supporting electrolyte, frequency of 75 Hz, modulation amplitude of 50 mV and step of 8 mV for the technique, an analytical curve with satisfactory linearity (R^2>0.99) was constructed for the concentration range of 2-20 µmol L^{-1}. The limit of detection (LOD) was 1.5 µmol L^{-1}. Thus, this work describes a promising method for the determination of NTZ, since it presents potential for its monitoring, low residue generation and satisfactory analytical performance. In addition, the system allows changes in its configuration, such as the use of screen-printed electrodes, modifications to the electrode surface, integration of sample preparation steps, increasing the system's application possibilities, to monitor the drug in influents and effluents.

Agradecimento: UFU, Capes, FAPEMIG, NuPE, ETCS and Institute of Chemistry.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Alexandre B. Schneider, Cristian H. Krause, Andrea Koschinsky, Imelda Velasquez

Nome dos Apresentadores: Alexandre B. Schneider, Cristian H. Krause, Andrea Koschinsky, Imelda Velasquez, Alexandre

B. Schneider

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Constructor University Bremen, Isotrace New Zealand Ltd.

CATALYTIC DIFFERENTIAL PULSE ADSORPTIVE CATHODIC STRIPPING VOLTAMMETRY (CDPADCSV) AS AN IMPORTANT TOOL IN ELUCIDATING GEOCHEMICAL PROCESSES INVOLVING TRACE METALS: THE CASES OF V, MO AND TI IN THE AMAZON ESTUARINE WATERS

Resumo: During research cruise M147 (GEOTRACES process study GApr11), in the period of high river discharge in 2018, we collected water samples from the Amazon and Pará estuaries, whose rivers and tributaries are important sources of trace metals into the Atlantic. Our study focused on the behavior of molybdenum (Mo), vanadium (V) and titanium (Ti) in the dissolved (<0.2 µm), soluble (<0.015 µm), and truly dissolved (<10 kDa and <1 kDa) fractions, during the mixing of river (S < 1) with seawater (S > 35), as well as during the aging of the plume as it flowed northward along the coast. The mangrove belt zone at the Pará river mouth was also sampled. The methods applied to determine sequentially V and Mo by cDPAdCSV onboard *RV Meteor* involved the complex formation between V(V) and cupferron, with autocatalytic effect, and Mo(VI) with mandelic acid and the catalytic effect of chlorate ions. Titanium, in turn, was determined in the home-laboratory, and its method involved the complex formation between Ti(IV) and cupferron with catalytic effect caused by bromate ions. Their concentrations were also evaluated in the Certified Reference Materials SLRS-6 (river water), SLEW-3 (estuarine water), NASS-5 and NASS-6 (seawater). Additionally, a comparison between cDPAdCSV and ICP-MS methods was conducted for V and Mo. To ensure accuracy, we applied statistical treatments to the data. Regarding the results, V exhibited a general conservative mixing pattern, but with more variability in the data compared to Mo, and removal at low to mid-salinities. Molybdenum behaved conservatively during estuarine mixing and showed no colloidal fraction, suggesting that it was solely present in the soluble or truly dissolved form. There was no significant removal or release of Mo and V in the water column profiles, indicating their conservative behavior in the estuarine water column. Dissolved Ti, on the other hand, behaved non-conservatively along the mixing gradients, with pronounced removal at low salinities and some enrichments at higher salinity ranges. These results imply adsorption and desorption of Ti from suspended particles originating from both riverine and marine sources, as well as flocculation and aggregation of colloids and particulate matter from the rivers. Furthermore, desorption of Ti occurred in the salinity range of 5-15. The substantial colloidal Ti fraction in the river water was greatly reduced after mixing with seawater, where most of the Ti was found in the soluble form.

Agradecimento: This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Finance Code 001. The German Research Foundation DFG is also acknowledged for funding RV Meteor cruise M147.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Cristian H. Krause, Alexandre B. Schneider, Lauren T. T. Oliveira, Pedro H.S.R. de Morais, Leandro Kolling, Márcia M. da Silva

Nome dos Apresentadores: Cristian H. Krause, Alexandre B. Schneider, Lauren T. T. Oliveira, Pedro H.S.R. de Morais, Leandro Kolling, Márcia M. da Silva, Cristian H. Krause

Instituição de Ensino: Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS, Brazil

EXTRACTION INDUCED BY MICROEMULSION BREAKING AND ADSORPTIVE CATHODIC STRIPPING VOLTAMMETRY (ADCSV) TO ASSAY NI AND FE IN BIODIESEL

Resumo: The presence of metals, including Ni and Fe,[1-3] can reduce the oxidation stability of biodiesel, causing formation of insoluble gums, filter plugging, corrosion of the fuel system and darkening of the fuels.[3-5] There is an increasing demand for monitoring these inorganic contaminants to ensure the quality control of this biofuel. Therefore, stripping voltammetry can contribute to creating alternative procedures for fast and simple determination of metals such as Fe and Ni. The direct determination of elements in biodiesel samples represents a challenge for voltammetric techniques, due to the high electrical resistivity in this type of matrix[6]. Studies that have addressed the development of analytical methods for the determination of Ni in biodiesel are mostly based on spectrometric techniques.[7-8] Thus, to overcome this difficulty, the extraction induced by microemulsion breaking (EIMB) is a suitable method to extract inorganic species into an aqueous phase with a strong electrolyte, which we have already used for the determination of Cd, Pb and Cu in biodiesel.[9] The composition of the EIMB was optimized and the best condition was achieved by adding 0.80 mL of ultrapure water in a water-in-oil microemulsion (ME) prepared with 7.00 mL biodiesel, 2.70 mL n-propanol and 0.30 mL of the 0.25 mol L^{-1} HNO_3 solution followed by stirring for 15 minutes, resulting in an upper organic phase and 1.30 mL of a lower aqueous phase extract (APE), to which the analytes were extracted. The optimization of the instrumental parameters and the validation of the methods were also conducted, and square wave was applied for Ni and differential pulse for Fe. The accumulation of Ni as Ni(II)-dimethylglyoxime at the glassy carbon electrode (GCE) was carried out in a cell with 0.01 mol L^{-1} ammonium buffer (pH 9.5) and 50 µL of the APE. The limit of detection (LOD) and limit of quantification (LOQ) were 0.2 µg L^{-1} and 0.8 µg L^{-1}, respectively. The quantification of Fe was accomplished by the accumulation of the Fe(III)-PAN (1-(2- Pyridylazo)-2-naphthol) at the GCE in a cell with 0.05 mol L^{-1} acetate buffer (pH 4.0) and 25 µL APE. The LOD and LOQ were 1.4 µg L^{-1} and 4.5 µg L^{-1}, respectively. The accuracies of the methods were evaluated by recovery assays of spiked samples and analyzing a standard reference material. The use of EIMB together with AdSV proved to be a low-cost alternative to carry out simple, sensitive, selective and accurate measurements of Ni and Fe in biodiesel samples.

Agradecimento: This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Finance Code 001 (grant N°.88887.496090/2020-00). The authors also thank the Centro de Combustíveis, Biocombustíveis, Lubrificantes e Óleos (CECOM-UFRGS) and regional biodiesel manufacturer companies.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thalles Pedrosa Lisboa, Lucas Vinícius de Faria, Wallace Burger Veríssimo de Oliveira, Raylla Santos Oliveira, Maria Auxiliadora Costa Matos, Rafael Machado Dornellas, Renato Camargo Matos

Nome dos Apresentadores: Thalles Pedrosa Lisboa, Lucas Vinícius de Faria, Wallace Burger Veríssimo de Oliveira, Raylla Santos Oliveira, Maria Auxiliadora Costa Matos, Rafael Machado Dornellas, Renato Camargo Matos, Raylla Santos Oliveira

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Juiz de Fora, Universidade Federal da Grande Dourados, Universidade Federal Fluminense

COST-EFFECTIVE PROTOCOL TO PRODUCE 3D-PRINTED ELECTROCHEMICAL DEVICES USING A 3D PEN AND LAB-MADE FILAMENTS TO CIPROFLOXACIN SENSING

Resumo: Here, a novel conductive filament based on graphite (Gr) dispersed in polylactic acid polymer matrix (PLA) is described to produce 3D-electrochemical devices (Gr/PLA). This conductive filament was used to additively manufacture electrochemical sensors using the 3D pen. Thermogravimetric analysis confirmed that Gr was successfully incorporated into PLA, achieving a composite material (40:60 % w/w, Gr and PLA, respectively), while Raman and scanning electron microscopy revealed the presence of defects and a high porosity on the electrode surface, which contributes to improved electrochemical performance. The 3D-printed Gr/PLA electrode provided a more favorable charge transfer (335 Ω) than the conventional glassy carbon (1277 Ω), and 3D-printed Proto-pasta® (3750 Ω) electrodes. As a proof of concept, the ciprofloxacin antibiotic, a species of multiple interest, was selected as a model molecule. Thus, a square wave voltammetry (SWV) method was proposed in the potential range from +0.9 to +1.3 V (vs Ag|AgCl|KCl(sat)), which provided a wide linear working range (2 to 32 µmol L^{-1}), 1.79 µmol L^{-1} limit of detection (LOD), suitable precision (RSD < 7.9%), and recovery values from 94 to 109% when applied to pharmaceutical and milk samples. Additionally, the sensor is free from the interference of other antibiotics routinely employed in veterinary practices. This device is disposable, cost-effective, feasibly produced in financially limited laboratories, and consequently promising for evaluation of other antibiotic species in routine applications.

Agradecimento: CNPq, CAPES, FAPEMIG, PROPP-UFJF.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ademar Wong (PQ), Shakeel Zeb (PG), Anderson M. Santos (PQ), Maria Del Pilar Taboada Sotomayor (PQ)

Nome dos Apresentadores: Ademar Wong (PQ), Shakeel Zeb (PG), Anderson M. Santos (PQ), Maria Del Pilar Taboada Sotomayor (PQ), Ademar Wong

Instituição de Ensino: São Paulo State University (UNESP), Federal University of São Carlos (UFSCar)

DETECTION OF PROSTATE CANCER USING AN ELECTROCHEMICAL SENSOR MODIFIED WITH MOLECULARLY IMPRINTED POLYMER

Resumo: Prostate cancer (PCa) has become the second most common malignancy tumors in male genito-urinary system. Sarcosine is a tumor metabolite that increases significantly with the depravity and metastase of prostate cancer [1]. It is considered a differential metabolite and can be detected non-invasively in urine. Thus, it can be said that sarcosine is a valuable tumor marker for the diagnosis of prostate cancer. Recently, many papers have reported sarcosine detection, but most of these methods are time consuming and the analyzes are very expensive [2]. A viable way to overcome this difficulty is development of the development of a class of compounds called MIP (Molecularly Imprinted Polymers). MIPs are obtained from a polymerization, so that they present selective sites, complementary to the template molecule. This recognition takes place through the affinity and interactions between the functional monomer, which constitutes the MIP, and the analyte [3]. In this context, an electrochemical platform based on carbon paste electrode modified with MIP with character magnetic was proposed for sensitive determination of sarcosine in biological matrices. The proposed sensor showed a large increase in the anodic peak current (ipa) when evaluated the electrochemical profile of the electrodes using the differential pulse voltammetry technique. Under optimized conditions, the proposed sensor presented by square wave voltammetry a linear range for sarcosine from 2.5 $\times 10^{-6}$ to 1.2 $\times 10^{-4}$ mol L^{-1} and a detection limit of 6.2 $\times 10^{-7}$ mol L^{-1}. The repeatability and reproducibility were investigated using the electrochemical sensor, and the results showed a relative standard deviation (RSD) less than 4.0%. When applied in biological samples, the results were very satisfactory with recoveries near 100% (n=3).

Agradecimento: Institute of Chemistry, Unesp (Araraquara) and PROPe.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Emanuel Airton de Oliveira Farias, Geanderson Emílio de Almeida, Lívio Cesar Cunha Nunes e Carla Eiras

Nome dos Apresentadores: Emanuel Airton de Oliveira Farias, Geanderson Emílio de Almeida, Lívio Cesar Cunha Nunes e Carla Eiras, Emanuel Airton de Oliveira Farias, Geanderson Emílio de Almeida

Instituição de Ensino: Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Novos Materiais e Sistemas Sensores (MATSENS) - Universidade Federal do Piauí (UFPI)

DEVELOPMENT OF PORTABLE SENSORS FOR IN SITU ANALYSIS OF ISOFLAVONES IN SOYBEAN CULTIVARS (GLYCINE MAX) IN THE PIAUÍ STATE

Resumo: Isoflavones are among the main metabolites produced by Soy (Glycine max) and have been associated with a wide variety of biological activities, such as immune enhancement, combating cardiovascular disease, anti-aging, antitumor activity, hemolytic activity, antioxidant and estrogenic activity [1-4]. Among the 12 existing isoflavones, Genistein (GEN) stands out for representing about 50% of the total content of soy isoflavones. However, its added technological value is little explored due to limited methods for sensing this herbal medicine. Thus, this work aims to develop portable electrochemical sensors for detecting the isoflavone content directly in soybean crops. For this purpose, screen-printed electrodes (SPE) containing graphite as a working electrode (WE) and as an auxiliary electrode (AE) and silver as a reference electrode (RE) were used as transducers during electrochemical tests. GEN was used as a model in the initial stages, as it shares the same electroactive groups as the other isoflavones. In Britton-Robinson (BR) pH 1.6 buffer, GEN (37 µM) exhibited a slight irreversible oxidation peak at + 0.51 V vs. SCE when using the unmodified electrode. However, after its modification by a suspension of multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs), the electrochemical signal for isoflavone increased by 7x. Subsequently, the MWCNTs were combined with gold nanoparticles (AuNPs) to form a nanocomposite capable of amplifying the electrochemical signal from GEN. These AuNPs were synthesized in the presence of sodium ethoxide (EtONa) at a temperature (90 °C), using the polysaccharide extracted from the exudate of the *Amburana Cearensis* tree as a stabilizer. Surprisingly, the GEN electrochemical signal increased by 80x when the SPE/MWCNT-AuNPs system was used compared to the unmodified electrode. The next steps of this research will consist of investigating the electrode's ability to distinguish between the main isoflavones and evaluating the analytical performance of the proposed system.

Agradecimento: The authors are grateful to FAPEPI for the financial and technical support (FAPEPI/CNPq n° 0011000202/2022-28).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Martin Kassio Leme da Silva, Guilherme Sousa, Rafael Plana Simões, Francisco Contini Barreto, Samriddha Dutta, Ashok Mulchandani, Ivana Cesarino

Nome dos Apresentadores: Martin Kassio Leme da Silva, Guilherme Sousa, Rafael Plana Simões, Francisco Contini Barreto, Samriddha Dutta, Ashok Mulchandani, Ivana Cesarino, Martin Kassio Leme da Silva

Instituição de Ensino: Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (UNESP) , Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (UNESP), Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (UNESP), Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (UNESP), University of California Riverside (UCR), University of California Riverside (UCR), Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (UNESP)

DESENVOLVIMENTO DE DISPOSITIVO ANALÍTICO EM PAPEL MODIFICADO COM BIOCHAR PARA DETECÇÃO DE PARACETAMOL COMO UMA FERRAMENTA PARA O CONTROLE DE QUALIDADE DE MEDICAMENTOS DE BAIXA QUALIDADE OU FALSIFICADOS

Resumo: Os produtos farmacêuticos de qualidade inferior e falsificados representam uma ameaça significativa à saúde pública. Esses produtos são resultado de processos de fabricação e controle de qualidade ineficientes e podem ser comercializados de maneira fraudulenta, especialmente em países subdesenvolvidos [1]. Dessa forma, o presente trabalho apresenta o desenvolvimento de um dispositivo eletro(analítico) em papel (ePAD) modificado com Biochar Funcionalizado (BCF) para a detecção de Paracetamol (PAR) como uma ferramenta de controle de qualidade. A fabricação do sensor envolveu várias etapas. Primeiramente, uma barreira hidrofóbica na forma de um círculo foi impressa em uma folha de papel fotográfico usando uma impressora ColorQube 8580 da Xerox (cera sólida). Em seguida, a folha de papel foi levada a uma estufa por 2 minutos a 100°C. Um sistema de três eletrodos (trabalho, referência e auxiliar) foi impresso no substrato usando uma tinta condutiva à base de grafite/verniz vitral. Esses eletrodos foram moldados com a ajuda de um estêncil de Ácido Polilático (PLA) impresso em 3D [2]. Após 12 horas de secagem em temperatura ambiente, o eletrodo de trabalho do ePAD foi modificado com 10 µL de BCF (1,0 mg/ml). O sensor foi caracterizado usando técnicas como espectroscopia na região do infravermelho (IR), microscopia eletrônica de varredura (FEG-SEM), ângulo de contato e técnicas eletroquímicas de Voltametria Cíclica (CV) e Varredura Linear (LSV). Os resultados obtidos por CV mostraram que o sensor ePAD/BCF apresentou um par de picos redox bem definidos na presença de 5,0 mmol L^{-1} Fe(CN) $]^{3-/4-}$ em tampão fosfato (0,1 mol L^{-1}, pH 7). Experimentos de LSV na presença de PAR (50 µmol L^{-1}) revelaram um aumento de 25% na corrente de pico anódico (I) para o sensor ePAD/BCF em comparação com o sensor não modificado no processo de oxidação do fármaco (E = 0,45 V *vs.* Grafite). A curva de calibração mostrou uma linearidade entre 5,0 e 60 µmol L^{-1} de PAR (R^2 = 0,9834), com um limite de detecção (LOD) de 2,5 µmol L^{-1}. O sensor foi aplicado no controle de qualidade de comprimidos comerciais de paracetamol e antigripais que continham o fármaco, bem como na presença de excipientes comumente usados em formulações farmacêuticas. O sensor apresentou recuperações entre 93,4% e 97,5% nos testes realizados em amostras e na presença de interferentes. Portanto, o sensor demonstrou ser uma alternativa viável e de baixo custo para o controle de qualidade de medicamentos contendo paracetamol.

Agradecimento: FAPESP (2022/03762-8 e 2022/03334-6), PDSE/CAPES (88881.690078/2022-01).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Kelline Alaide Pereira Sousa, Caroline Maroli, Franciele de Matos Morawski, Daniela Zambelli Mezalira, Cristiane Luisa Jost

Nome dos Apresentadores: Kelline Alaide Pereira Sousa, Caroline Maroli, Franciele de Matos Morawski, Daniela Zambelli Mezalira, Cristiane Luisa Jost, Kelline Alaide Pereira Sousa

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

COPPER ASSEMBLED ON CARBON NANOTUBES: A NOVEL APPROACH FOR INDIRECT ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF GLYPHOSATE

Resumo: Glyphosate [N-(phosphonomethyl)glycine] (GLY) is the most widely used herbicide in the world. Since GLY is a non- electroactive compound [1], its indirect sensing mediated by complexation with metals is an interesting approach [2]. Thus, a novel electrochemical method based on a glassy carbon electrode (GCE) modified with copper oxide supported on carbon nanotubes (Cu/CNT/GCE) is hereby proposed. Morphological and structural characterization of Cu/CNTs showed the presence of copper particles with a size lower than 100 nm immobilized on the surface of CNTs. Thermogravimetric analysis (TGA) data highlighted adequate thermic stability compatible with the application; X-ray diffractograms showed characteristic peaks of CNTs, metallic copper, and copper oxide. The electrochemical performance of the modified electrode was investigated by cyclic voltammetry (CV) in PBS solution in the potential range from 0.6 to -0.6 V *vs.* Ag/AgCl, revealing an oxidation process at -0.05 V that can be associated with the oxidation of Cu^0 to Cu^+. A discrete peak follows this process at +0.27 V that can be related to the oxidation of Cu^+ to Cu^{2+}. In the reverse scan, the presence of two overlapped peaks at -0.07 and -0.18 V indicates the two-step reduction of Cu^{2+}. The electrochemical behavior of Cu/CNT/GCE in the redox probe $K_3[Fe(CN)_6]/K_4[Fe(CN)_6]$ exhibited higher anodic (i_{pa}) and cathodic (i_{pc}) peak current intensities when compared to the controls GCE and CNT/GCE. In the presence of GLY, there was a significant decrease in the copper peak current, which may be attributed to the copper complexation on the sensor surface. Under optimized conditions, square wave voltammetry (SWV) was employed for GLY determination, presenting a linear range of 2-20 mg L^{-1}. The inhibitory calibration plot was developed based on the difference in the i_{pc} before and after the addition of the analyte. The limit of detection (LOD) was estimated considering the standard deviation of the blank (n=10) and the slope of the calibration plot. The LOD value was found to be 0.6 mg L^{-1}. In addition, the proposed sensor showed good stability (RSD < 5%) observed over up to 2 months. Also, the novel method offered proper selectivity in the presence of other pesticides such as diuron, fluometuron, bifenox, pendimethalin, oryzalin, triclosan, and ions. The proposed electrochemical sensor Cu/CNT/GCE presented promising features for GLY sensing in environmental and food samples.

Agradecimento: The authors wish to thank the Brazilian government agency Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) for scholarships and financial support.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Adriano R. S. Lima1, Caio R. Vanoni1, Albina Mikhraliieva2, Michael Nazarkovsky3,4, Volodymyr Zaitsev2, and Cristiane L. Jost1

Nome dos Apresentadores: Adriano R. S. Lima1, Caio R. Vanoni1, Albina Mikhraliieva2, Michael Nazarkovsky3,4, Volodymyr Zaitsev2, and Cristiane L. Jost1, Adriano R. S. Lima1

Instituição de Ensino: 1. Chemistry Department, Federal University of Santa Catarina (UFSC). Florianópolis/SC, 88040- 900, Brazil. 2. Chemistry Department, Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro (PUC-Rio). Rio de Janeiro/RJ, 22451-900, Brazil. 3. Department of Chemical and Materials Engineering, Pontifical Catholic University of Rio de Janeiro, Rio de Janeiro/RJ, 22451-900, Brazil. 4. Mount Engineering, Consulting, Commerce and Participation Ltd, Rio de Janeiro/RJ, 20031-007, Brazil.

EMPLOYMENT OF GRAPHENE OXIDE-BASED NANOMATERIALS FOR THE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF DOPAMINE

Resumo: Novel boric acid-modified graphene quantum dots (B-GQDs) were synthesized by chemical etching of single/double-layer(ed) graphene oxide (GO) into graphene quantum dots[1] (GQDs) with further modification of the dots by H_3BO_3. According to electron microscopy, B-GQDs can aggregate into 2D porous nanosheets of boron-porous graphene oxide (B-PGO) due to cross-linking reaction. Unlike GO, B-PGO tends to form stable water suspensions, which serves to separate B-PGO from the precursor. Unlike B-GQDs, B-PGO does not demonstrate photoluminescence and readily coagulates in the normal saline solution (0.9% of sodium chloride), making possible their purification from GQDs. GO, B-GQDs, and B-PGO were characterized by scanning electron microscopy (SEM), inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), and zeta potential measurements. The B loading for B-PGO was evaluated by ICP-MS as 116 ppm. The zeta potential value of aqueous B-PGO was estimated as -36.4 mV which characterizes a stable suspension because of interparticle electrostatic repulsion[2]. The porous structure and high surface area of B-PGO (diameter of formed pore is 75-83 nm) allow us to consider the material as attractivefor electrode modification enabling an enhanced electron transfer rate. Reportedly, different electrochemical sensors were constructed using GO-based nanomaterials and drop-casting techniques[3]. After the studies by means of cyclic voltammetry (CV), the B-PGO/Nafion/GCE platform was selected for dopamine sensing. The designed sensor ensures a favorable electrocatalytic profile and an increase in current of *ca*. 30 times, as compared to the unmodified glassy carbon electrode (GCE). CV analysis revealed a *quasi*-reversible reaction profile controlled by adsorption involving the identical number of protons and electrons. The nature of the supporting electrolyte was also investigated. Further studies were conducted in a B-R buffer solution (0.05 mol L^{-1}, pH 2.0). Square wave voltammetry (SWV) was prioritized in view of its higher sensitivity toward the analyte. The parameters were set as followed: frequency = 50 Hz, potential increment = 5 mV, pulse amplitude = 50 mV. The collected SW voltammograms evidenced well-defined peaks at the potential of *ca*. +0.58 V (*vs*. Ag/AgCl). The peak current intensity varied linearly in the concentration range of 0.7 to 3.48 µmol L^{-1} (R^2 = 0.9991), with a calculated limit of detection (LOD) value of 0.05 µmol L^{-1}. The proposed nanocomposite-based electrochemical platform has shown excellent intra-day and inter-day repeatability with relative standard deviations of 4.12% and 7.52%, respectively.

Agradecimento: The authors wish to thank the Brazilian government agency Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) for scholarships and financial support. Nazarkovsky is thankful for the financial support received from FAPERJ (grant E-26/202.400/2021, grant of Edital N° 02/2022-Programa Luiz Pinguelli Rosa de Apoio à Mobilidade e Instalação de Pesquisadores Originários de Regiões em Conflito) and also acknowledges Prof. Bojan A. Marinkovic (PUC Rio) and Prof. Rogério C.S. Navarro (PUC Rio).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: André Vitor Bassani, Cassia Gonçalves Magalhães

Nome dos Apresentadores: Christiana Andrade Pessoa, André Vitor Bassani, Cassia Gonçalves Magalhães

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Ponta Grossa

ELETRODOS DE PASTA DE CARBONO MODIFICADOS COM NANOPARTÍCULAS DE PRATA ESTABILIZADAS EM *GARCINIA COCHINCHINENSIS*

Resumo: Extratos vegetais, como polímeros biodegradáveis, microrganismos e polissacarídeos podem atuar na síntese de MNPs como agentes redutores e estabilizantes (SALEM, FOUDA, 2020). O gênero *Garcinia* (*Clusiaceae*) é utilizado extensivamente pela medicina tradicional devido as suas propriedades terapeuticas (CHEN, *et al*., 2018; SHARMA, *et al*., 2015). As espécies da *Garcinia* são ricas em metabólitos secundários, incluindo flavonoides e biflavonoides, podendo ser utilizados síntese de MNPs. Estas MNPs possuem grande área superficial e condutividade elétrica, podendo atuar como modificadoras de eletrodos de pasta de carbono (EPC), proporcionando um aumento da resposta de corrente e da sua sensibilidade. Desta forma, este trabalho buscou sintetizar nanopartículas de prata (AgNPs) utilizando o extrato de *Garcinia Cochinchinensis* (GAR) para a modificação de EPC e aplicação deste na detecção do neurotransmissor dopamina. O extrato foi obtido de acordo com procedimento já descrito na literatura (NAVES, *et* al., 2019). Para a produção das AgNPs-GAR foram utilizadas 10 ml de solução de 0,5 mmol L^{-1} de $AgNO_3$ e 15 µL de solução 1 mol L^{-1} de NaOH (pH 11). Adicionou-se então 15 µL do extrato etanólico da GAR a 60° C, e após 10 min, se visualizou a cor amarela. A formação das AgNPs foi evidenciada por espectroscopia de UV/Vis pela presença da banda de ressonância plasmônica de superfície em 410 nm. Estas apresentaram um diâmetro médio de partículas de 24,51 nm obtidos por DLS e Potencial-ζ de -57,20 mV, indicando que as AgNPs apresentam carga negativa, além de serem estáveis. A caracterização eletroquímica das AgNPs-GAR foi realizada por VC, onde o EPC modificado (I_{pa} = 483,9 µA e I_{pc}= -434,7µA) apresentou resposta de corrente superior ao EPC (I_{pa} = 317,4 e I_{pc}= -279,9 µA), além de um potencial menos positivo (E_{pa}= 0,58 V e E_{pa}=0,19 V para o EPC e EPC/AgNPs-GAR, respectivamente). Tais resultados indicam que as AgNPs além de aumentarem a área superficial, eletrocatalisam o processo redox da molécula sonda ($K_4Fe(CN)_6/K_3Fe(CN)_6$). O EPC/AgNPs-GAR foi aplicado para a detecção de dopamina (DOP), pela técnica VOQ, obtendo-se uma equação da reta de I = 0,1125[DOP] + $2{,}773.10^{-6}$ com R^2 = 0,9960, e limites de detecção (LOD) e quantificação (LOQ), com 95% de confiança de 22,55 µmol L^{-1} e 68,33 µmol L^{-1} respectivamente, demonstrando a sensibilidade do eletrodo construído.

Agradecimento: CAPES, CNPq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Diego Araujo Costa, Sabrine de Araujo Aquino, Daiane Dias, Carla Rosane Barboza Mendonça.

Nome dos Apresentadores: Diego Araujo Costa, Sabrine de Araujo Aquino, Daiane Dias, Carla Rosane Barboza Mendonça., Diego Araujo da Costa

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Pelotas, Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal de Pelotas.

AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE ANTIOXIDANTE DO EXTRATO DA CASCA DA JABUTICABA POR VOLTAMETRIA CÍCLICA

Resumo: O extrato da casca de jabuticaba é rico em compostos fenólicos, com destaque para as antocianinas, os ácidos fenólicos e os flavonóides, sendo considerado fonte de fibras e minerais (principalmente ferro, potássio, magnésio e manganês), mas apresenta também compostos bioativos, que lhe conferem atividade antioxidante [1]. O uso de extratos vegetais ricos em antocianinas é uma boa alternativa para aplicação em alimentos, devido a sua atividade antioxidante [2]. Os métodos eletroquímicos são uma alternativa para quantificar a capacidade antioxidante destes extratos, visto que são considerados métodos sensíveis, rápidos e de baixo custo. Através de técnica como voltametria cíclica (VC) se obtém informações sobre os valores da capacidade antioxidante total, o que representa o impacto cumulativo de todos os antioxidantes presentes na amostra [3]. Neste trabalho a capacidade antioxidante do extrato da casca de jabuticaba foi avaliada via VC. As análises foram realizadas em célula eletroquímica convencional de três eletrodos, consistindo de um eletrodo de trabalho de carbono vítreo com diâmetro de 2 mm (GCE), um eletrodo de referência de Ag/AgCl (KCl 3 mol L^{-1}) e um eletrodo auxiliar de platina. Os voltamogramas cíclicos foram obtidos na faixa de potencial de -0,2 a 1,0 V a uma velocidade de varredura de 25 mV s^{-1}, utilizando tampão acetato 0,1 M pH 4,5 como eletrólito suporte. A capacidade antioxidante foi calculada a partir das curvas de calibração dos padrões e expressa em termos de equivalente de ácido ascórbico e gálico [4]. Os voltamogramas registrados para o extrato da casca de jabuticaba apresentaram apenas um pico de oxidação. As curvas de calibração obtidas para os ácidos gálico e ascórbico apresentaram relação linear entre a correntee a faixa de concentração inicialmente avaliada (0,02 a 0,12 mg mL^{-1}): $i(\mu A)=10{,}46C_{AG}+0{,}02$ e $i(\mu A)=7{,}99C_{AA}+0{,}02$ respectivamente, com R^2 de 0,99 para ambas as equações. Testes preliminares demonstraram a necessidade da diminuição da faixa de concentração da curva analítica e, desta forma, se avaliará a linearidade em menor faixa de concentração para posterior aplicação do método na determinação da atividade antioxidante dos extratos de casca de jabuticaba.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ângelo Rafael Machado, Lucas Franco Ferreira

Nome dos Apresentadores: Ângelo Rafael Machado, Lucas Franco Ferreira, Ângelo Rafael Machado

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri

OTIMIZAÇÃO DOS PARÂMETROS DE PRODUÇÃO DE ELETRODOS DE ÓXIDO DE GRAFENO INDUZIDOS POR LASER PARA APLICAÇÕES ELETROANALÍTICAS

Resumo: A produção de eletrodos de óxido de grafeno induzidos por laser (ELIG) é uma abordagem inovadora e eficiente para a obtenção de filmes finos com controle preciso de espessura e morfologia. A utilização desses dispositivos como sensores eletroquímicos é viável, desde que as condições de produção sejam adequadas. Este trabalho teve como objetivo otimizar os parâmetros de fabricação dos ELIG para aplicações eletroanalíticas. Inicialmente, fitas de poliimida kapton fixadas em substratos de cerâmica foram submetidas ao processo de gravação a laser utilizando o equipamento KKcare A5M50, resultando no sistema eletroquímico de três eletrodos. Um pseudo-referência de Ag/AgCl foi gerado na superfície do sistema. Os parâmetros de controle do laser (potência, velocidade de gravação, distância do laser e número de linhas por milímetro) foram avaliados utilizando a metodologia de Superfície de Resposta, empregando delineamento experimental aleatorizado sem blocagem Box-Behnken. A distância entre os picos obtidos na voltametria cíclica (VC) para o par ferro- ferricianeto de potássio 5,0 mM contendo KCl 0,1 M (-0,2 a 0,5 V; 50 mV/s, 3 ciclos; sonda) foi considerada como variável de resposta. Após, foram realizadas modificações no eletrodo de trabalho por meio de eletropolimerização do ácido p-cumárico 2,50 mM em solução de H_2SO_4 0,50 M (0,25 a 1,25 V; 50 mV/s e 25 ciclos). A análise de componentes principais (PCA) foi utilizada para visualizar e comparar os resultados obtidos com os ELIG com eletrodos de grafite (EG) submetidos às mesmas modificações. Os resultados indicaram que as melhores condições de gravação foram alcançadas com uma potência de 1,925 W, velocidade de 3000 mm por minuto, 16,667 linhas por mm de gravação e distância de 8 mm entre o laser e o substrato de poliimida. Essas condições resultaram em diferenças entre picos de 80 mV. Os voltamogramas obtidos para ambos os eletrodos (EG e ELIG) tanto para o par redox utilizado quanto para a eletropolimerização foram semelhantes. Através da PCA, foram observadas diferenças entre os dispositivos testados, porém, essas diferenças foram reduzidas após a modificação dos eletrodos. Estudos estão sendo realizados para explorar a aplicação dos ELIG em biossensores, uma vez que tais dispositivos oferecem vantagens significativas em relação aos eletrodos convencionais, incluindo os impressos como praticidade, custo e produção em larga escala laboratorial.

Agradecimento: FAPEMIG (APQ-00207-21), CNPq (404210/2021-0) e ICT/UFVJM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Charles de Lima Brito, Elizabeth Igne Ferreira, Mauro Aquiles La-Scalea

Nome dos Apresentadores: Charles de Lima Brito, Elizabeth Igne Ferreira, Mauro Aquiles La-Scalea, Charles de Lima Brito

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo

DEVELOPMENT OF SENSOR MODIFIED WITH COPPER PHTALOCYANINE AND MULTI-WALLED CARBON NANOTUBES FOR EVALUATING ELECTROCHEMICAL BEHAVIOR OF NITROFURAZONE IN AQUEOUS MEDIA

Resumo: Nitrofurazone (NF), a nitroheterocyclic compound that is regularly used in burns as an antimicrobial and also has antichagasic activity, presents itself as a promising prototype in the search for new antichagasic drugs, with the objective of improving its b_iological activity[1,2]. The proposed mechanism of action predicts the formation and stabilization of nitro-anion radical R-NO_2). Copper phtalocyanine (CuPc) when linked to functionalized carbon nanotubes (C-MWCNT) can allow an increase in electrocatalytic performance and a reduction in charge transfer resistance, which makes it more suitable for mechanistic and analytical applications[3]. Cyclic voltammograms were recorded by using an electrochemical cell with three electrodes: $Ag/AgCl_{sat.}$, Pt and modified glassy carbon electrode with C-MWCNT combined with Cu-Pc (GCE-C-MWCNT-Cu- Pc), in aqueous medium. This modified sensor showed only one irreversible diffusion-controlled cathodic process ($E_{pc,1}$) and one anodic process ($E_{pa,1}$), which was noticed in acidic medium, $E_{pc,1}$,involving four electrons for the hydroxylamine derivative and $E_{pa,1}$, nitroso derivative. The $E_{pc,1}$ presented with 80 mV potential anticipation and current peak 45 times higher when compared to the bare glassy carbon electrode, GCE. From pH > 9, the NF reduction to hydroxylamine derivative occurred in two reduction peaks steps, $E_{pc,1}$, and $E_{pc,2}$ were observed with their respective anodic components ($E_{pa,2}$). These reduction peaks refer to the hydroxylamine and nitro-anion radical derivatives, respectively. The $E_{pc,2}$ peak had the lowest potential for systems modified with Cu-Pc, registering an anticipation of approximately 364 mV in comparison with bare GCE. The peak currents for the modified system were around 7 times higher than the bare GCE electrode. The molecular O_2 was confirmed as the best radical scavengers against the glutathione and cysteine and it was 2 times more stable on modified sensor than on the GCE. Therefore, this device displayed attractive performance characteristics in identifying peaks of reduction products, $E_{pc,1}$ and E_{pc2} ,thus indicating that it has great potential to be applied as a new catalytic system to study the voltammetric behavior and stability of radicals for the analysis of other nitroheterocyclics. Hence, this approach indicates a great potential to be applied as a new catalytic system to study the voltammetric behavior and stability of radicals for the analysis of other nitroheterocyclics.

Agradecimento: CNPq, Fapesp e Capes.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Claudio Sabbatini Capella Lopes, Juliana Santos Fernandes, Julia Oliveria Fernandes, Francisco Walisson Lima Silva, Cassiano Augusto Rolim Bernardino,Thiago da Cruz Canevari, Ricardo Erthal Santelli, Fernando Henrique Cincotto

Nome dos Apresentadores: Claudio Sabbatini Capella Lopes, Juliana Santos Fernandes, Julia Oliveria Fernandes, Francisco Walisson Lima Silva, Cassiano Augusto Rolim Bernardino,Thiago da Cruz Canevari, Ricardo Erthal Santelli, Fernando Henrique Cincotto, Claudio Sabbatini Capella Lopes, Julia Oliveria Fernandes, Cassiano Augusto Rolim Bernardino

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio de Janeiro

DESENVOLVIMENTO DE SENSORES IMPRESSOS DESCARTÁVEIS BASEADOS EM NANOCOMPÓSITOS DE PALÁDIO PARA A DETERMINAÇÃO DO ESTRADIOL COMO ANABOLIZANTE ZOOTÉCNICO EM AMOSTRAS DE LEITE

Resumo: O uso de anabolizantes sintéticos contendo estradiol (E2) em gado de leite é proibido pela legislação vigente[1]. A absorção excessiva de E2 por humanos através da cadeia alimentar gera doenças endócrinas como câncer de mama e testículos[2].Considerando o dinamismo da cadeia produtiva leiteira, é necessário desenvolver métodos rápidos e sensíveis para determinação de E2 em amostras de leite. Nanopartículas de paládio (PdNps) possuem alta atividade eletrocatalítica, e são utilizadas em reações de acoplamento C-C[3]. Visando um maior ganho de eletrocatálise é possível combinar PdNps com Carbon dots (C.dots) os quais possuem excelente transferência de elétrons e grupamentos funcionais propícios a interações com materiais a base de sílica (SiO_2) gerando nanoestruturas de maior porosidade e protegendo-as do efeito de solvatação[4]. Assim, foi desenvolvido um sensor impresso modificado (SPE/PdNPs/C.dots/SiO_2) conforme descrito a seguir. Os C.dots foram preparados eletroquimicamente conforme descrito por Canevari[5]. Posteriormente PdNPs foram incorporados aos Cdots (PdNPs-Cdots) a partir do sal de cloreto de paládio [$PdCl_4$] conforme descrito por Ferreira[6]. O material foi seco em estufa a 50˚C, pesado e dissolvido em 2 ml de etanol para modificação dos sensores SPEs. Os sensores SPEs foram fabricados utilizando folhas de vinil cortadas com auxílio de uma impressora de corte conforme descrito por Fava[7], e depois pintados com uma tinta eletrocondutiva. Alguns sensores SPES tiveram seus eletrodos de trabalho modificados com 5µL de solução de PdNPs/C.dots/SiO_2 para os estudos eletroquímicos comparativos a seguir: Através da técnica voltametria de pulso diferencial (DPV) foram realizados estudos comparativo entre SPE e SPE/PdNPs/C.dots/SiO_2 em diferentes valores de pH (3,4,7,8,9) para avaliação do pH ótimo para oxidação eletroquímica de E2. Para a otimização do pico de corrente anódica referente analito E2, foram realizados estudos de modulação do potencial STEP (V); amplitude (ms) e tempo (s). No pH 7,0 o sensor SPE modificado apresentou um sinal de corrente anódica superior ao SPE. O novo sensor apresentou uma alta sensibilidade para a determinação de E2 entre uma faixa linear de $3{,}75\times10^{-5}$ à $9{,}37\times10^{-7}$ µmol L^{-1}e um limite de detecção de $2{,}3\times10^{-8}$ µmol L^{-1}. Serão realizados estudos de adição e recuperação de E2 em amostra de leite e estudo de potenciais substâncias interferentes, para obter uma metodologia eletroquímica robusta na determinação de E2 em amostras de leite.

Agradecimento: Este trabalho foi possível graças aos recursos disponibilizados pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq); Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) e Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Nádia Cristina da Silva Pedro, Kelly Leite dos Santos Castro Assis, Carlos Alberto Achete

Nome dos Apresentadores: Nádia Cristina da Silva Pedro, Kelly Leite dos Santos Castro Assis, Carlos Alberto Achete, Nádia Cristina da Silva Pedro

Instituição de Ensino: Programa de Pós-Graduação em Metrologia, Divisão de Materiais (DIMAT), Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO), Duque de Caxias, RJ, Brazil

SENSOR ELETROQUÍMICO BASEADO EM ÓXIDO DE GRAFENO ELETROQUIMICAMENTE REDUZIDO E NANOFOLHAS DE ZNO PARA DETECÇÃO DE TIRAM

Resumo: Em matrizes como águas superficiais, do mar, subterrâneas e mananciais podemos encontrar diversos contaminantes, muitos deles capazes de comprometer a saúde do ser humano e de outros seres vivos, como os agrotóxicos, em especial o tiram, um fungicida da classe dos ditiocarbamatos. Embora no Brasil seja permitido, na União Europeia encontra-se proibido após a publicação de um estudo que apontou risco elevado para aves e mamíferos, além da formação de N,N- dimetilnitrosamida, uma substância com alto potencial carcinogênico, em águas subterrâneas e superficiais[1]. Com a perspectiva de redução dos impactos se faz necessário o desenvolvimento de dispositivos que sejam capazes de detectar pequenas quantidades desse poluente. As técnicas eletroquímicas tem se destacado nos últimos anos, apresentando vantagens frente às técnicas clássicas: análise simples e rápida, baixo custo de instrumentação, alta sensibilidade e seletividade [2,3]. Com o objetivo de melhoria da seletividade e da sensibilidade, nanomateriais podem ser empregados para a modificação dos eletrodos. O grafeno tem sido utilizado devido às propriedades elétricas diferenciadas e baixo custo. A elevada área superficial (2630 m^2g^{-1} para uma monocamada), excelente condutividade elétrica, eletronegatividade, alta estabilidade térmica e mecânica propiciam maior reatividade e capacidade de funcionalização, conferindo maior eficiência na detecção de poluentes presentes nos recursos hídricos[3,5]. Nanoestruturas de óxidos metálicos, como o óxido de zinco (ZnO) têm sido utilizadas devido às suas propriedades químicas estáveis, transferência rápida de elétrons e boa atividade eletroquímica[6,7]. Nesta perspectiva, foi desenvolvido e validado parcialmente um sensor eletroquímico baseado em ErGO e nanofolhas de ZnO para detecção de tiram. Através da técnica de voltametria de onda quadrada em tampão Britton-Robinson 0,1 $mol.L^{-1}$ pH 5,0 foi possível realizar a detecção. Os limites de detecção (LD) e quantificação alcançados foram 0,002 e 0,005 $\mu g.mL^{-1}$, respectivamente, sendo o LD inferior aos limites máximos permitidos no Brasil e internacionalmente, apresentando grande potencial para ser empregado no monitoramento de tiram em águas.

Agradecimento: Rede Fluminense para Pesquisa e Desenvolvimento de Nanomateriais e Nanobiossistemas, Programa Nacional de Desenvolvimento da Metrologia, Qualidade e Tecnologia (PRONAMETRO) e Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thomaz Henrique Boff Silveira, Luan Gabriel Baumgarten, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Juliana Priscila Dreyer, Almir Spinelli , Iolanda Cruz Vieira

Nome dos Apresentadores: Thomaz Henrique Boff Silveira, Luan Gabriel Baumgarten, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Juliana Priscila Dreyer, Almir Spinelli , Iolanda Cruz Vieira, Thomaz Henrique Boff Silveira

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

PLATINUM NANOPARTICLES DECORATED TITANIUM CARBIDE AS AN EFFICIENT ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR THE TRICLOSAN DETERMINATION

Resumo: Triclosan (TCS) is an organochlorine composite used as an antibacterial and fungicide, commonly present in personal care products and cosmetics [1]. Nonetheless, over the years its harms to the environment are being considered because of its accumulation power in biosolids, wastewater and environmental places like rivers, oceans and sediments [2]. That bioaccumulation power comes from its lipophilic features and stability in nature, in addition to its long biodegradation time and high half-life time [2]. Problems like that make TCS an emerging contaminant, so it is essential to develop new analytical methods for the detection of TCS in different matrices. That way, we proposed an electrochemical sensor based on a glassy carbon electrode (GCE) modified with platinum nanoparticles (PtNPs) decorated two-dimensional titanium carbide ($Ti_3C_2T_x$ - MXene) to increase the sensibility to TCS. The nanomaterial PtNPs/$Ti_3C_2T_x$ was synthesized by a self- reduction process that utilized $Ti_3C_2T_x$ as a reducing and stabilizing agent for PtNPs [3]. PtNPs/$Ti_3C_2T_x$ has been successfully characterized by UV-Vis spectroscopy by the disappearance of the transition band of the precursor complex $[PtCl_6]^{2-}$ and by the change of color dispersion. Transmission electron microscopy revealed the interaction between PtNPs and $Ti_3C_2T_x$ and showed an average size of PtNPs of 18.0 ± 3.3 nm. The electrochemical behavior of TCS on the proposed sensor presented an irreversible oxidation peak, being the system controlled by adsorption mass transport. Under differential pulse voltammetry optimized conditions, the calibration plot was established for TCS in 0.1 mol L^{-1} Britton- Robinson buffer (pH 7.0) in the range of 0.004 to 6.0 µmol L^{-1} and the limit of detection was calculated to be 1.26 nmol L^{-1}. Lastly, the electrochemical sensor was applied in the quantification of TCS in bar soaps and residual water samples with high accuracy and precision.

Agradecimento: CNPq, Capes, Fapesc e UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Jorge Leandro Aquino de Queiroz, Carlos A. Martínez-Huitle, Pollyana Souza Castro

Nome dos Apresentadores: Jorge Leandro Aquino de Queiroz, Jorge Leandro Aquino de Queiroz, Carlos A. Martínez- Huitle, Pollyana Souza Castro

Instituição de Ensino: Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Universidade Federal do Rio Grande do Norte

ISONIAZID ANTIBIOTIC QUANTIFICATION IN ENVIRONMENTAL WATER SAMPLES USING A RECYCLED E-WASTE ELECTROANALYTICAL PLATFORM SENSOR

Resumo: Over the last decades with the populational, industrial and technological growth, many environmental concerns arise from the intense water pollution. In this sense, emerging pollutants have been increasingly detected at low levels in surface water, and there is concern that these compounds may have an impact on human and aquatic life [1]. Isoniazid (INH) is an antibiotic widely used on tuberculosis treatment by oral administration and about 75% of the compound is excreted unmodified [2]. Thus, the pollutant determination in water matrices is, then, significantly interesting in the environmental monitoring perspective facing rapidity, simplicity, cost-effectivity, high sensitivity and selectivity, and onsite detection [3]. The first experimental step was the development of an electrochemical sensor based on obsolete computers integrated circuits (microchips), which possess an array of gold microelectrodes (Au-μEA) under a polymeric cover. To expose the Au-μEA, the microchip surface was polished with sandpaper (ranging from #100 to #1500). Electrical contact was achieved passing a copper wire trough the microchip pins. Afterwards, the system was sealed in epoxy resin and the set-up was finished by coupling a plastic tube (volume = 1.0 mL), serving as a chamber to analyte holding. To quantify isoniazid (INH), a surface modification with electrochemically reduced graphene oxide (ERGO) was applied to form ERGO/Au-μEA sensor. Briefly, 100 μL of 0.5 mg mL^{-1} graphene oxide (GO) water dispersion was cast on the Au-mEA surface. After drying, a potential of -0.90 V (vs. Ag/AgCl, 3.0 mol L^{-1} KCl) was applied during 300 s in phosphate buffer (pH = 7.0) to electrochemically reduce the GO. INH was quantified by linear scan voltammetry, where an oxidation peak was observed at +0.28 V. A clear correlation between INH concentration and the peak height was observed in the range of 5 - 100 μmol L^{-1} (R^2 = 0.9926) and the estimated limit of detection (LOD) was 1.38 μmol L^{-1}. Finally, the sensor was applied to INH determination in river and lagoon water samples spiked with 25 μmol L^{-1} isoniazid. The recoveries were 108.2 and 92.5%, respectively. These results shows that the recycled electroanalytical platform is a sustainable alternative for environmental water monitoring/screening of hostile substances. The easiness, cost-effective procedure, small volume sample required, with no need of pre-treatment aligned to e-waste reuse value enable to address water-related challenges and in accordance with circular economy principles.

Agradecimento: The authors acknowledge the financial support provided by Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) - Finance Code 001, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), project CNPq - 421777/2022-2 and FAPERN. We also acknowledge Raffael Andrade Costa de Melo and Prof. Carlson Pereira de Souza from Laboratório de Materiais Nanoestruturados e Reatores Catalíticos (MAMNRC-UFRN) for providing the computer microchips and Prof. Jose H. O. Nascimento (ECT-UFRN) for providing graphene oxide.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Bruno Ferreira, Iana V S Arantes , Juliana L M Gongoni, Lauro A Pradela-Filho,Thiago R L C Paixão

Nome dos Apresentadores: Bruno Ferreira, Iana V S Arantes , Juliana L M Gongoni, Lauro A Pradela-Filho,Thiago R L C Paixão, Bruno Ferreira

Instituição de Ensino: Departamento de química fundamental - Instituto de Química - Universidade de São Paulo

FABRICAÇÃO DE SENSORES ELETROQUÍMICOS A BASE DE TINTA COMERCIAL DE OXIDO DE GRAFENO EM SUBSTRATO DE PVC PARA QUANTIFICAÇÃO DE CAPSAICINA

Resumo: Dispositivos eletroquímicos descartáveis receberam atenção considerável nos últimos anos, devido à facilidade de fabricação e custo baixo[1]. Neste trabalho, diferentes substratos foram avaliados para fabricação de sensores eletroquímicos utilizando tinta de óxido de grafeno comercial. Os substratos incluem papel Canson, papel Kraft, papel sulfite, fita adesiva de cloreto de polivinila (PVC) e transparência utilizada para retroprojeção. Uma máscara adesiva, usada para delimitar a geometria dos eletrodos, foi inicialmente incorporada sobre a superficies dos substratos. Em seguida, a tinta condutora foi manualmente espalhada sobre essa máscara, possibilitando a criação os sistemas eletroquímicos de três eletrodos. Ferricianeto de potássio foi utilizado como sonda redox para as otimizações e caracterizações dos sensores. Eletrodos fabricados com fita adesiva de PVC apresentaram melhor resposta eletroquímica. Consequentemente, PVC foi selecionado como melhor substrato para fabricação dos sensores. Os eletrodos resultantes foram caracterizados utilizando diferentes velocidade de varreduras, obtendo um perfil difusional similar aos perfis obtidos com eletrodos comerciais de carbono vítreo. A área eletroativa (0,010±0,002 cm^2) foi estimada pela equação de Cottrell e a resistência à transferência de carga foi calculada por espectroscopia de impedância eletroquímica (1,14±0,04 kΩ). Esses parâmetros foram comparados com um eletrodo impresso comercial de grafeno, demonstrando resultados eletroquímicos promissores. Além disso, a reprodutibilidade de fabricação foi avaliada para 5 diferentes eletrodos, resultando em um desvio padrao relativo (DPR) de 8%. A repetibilidade de resposta foi também avaliada para 14 medidas consecutivas, gerando um DPR de 2%. Esses aspectos tornam esses dispositivos como ferramentas atrativas para aplicações analíticas. Os sensores foram testados para a quantificação de capsina, gerando perfis voltametricos bem definidos para essa espécie[2]. Portanto, um método analítico será desenvolvido para a quantificação de capsaicina em amostras de alimentos e de interesse forense, como pimenta e spray de pimenta.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Mariane Olivier Brandão Arrieiro, Luciano Chaves Arantes, Wallans Torres Pio dos Santos

Nome dos Apresentadores: Mariane Olivier Brandão Arrieiro, Luciano Chaves Arantes, Wallans Torres Pio dos Santos, Mariane Olivier Brandão Arrieiro

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri

SELECTIVE IDENTIFICATION OF LYSERGIC ACID DIETHYLAMIDE (LSD) IN FORENSIC SAMPLES USING VOLTAMMETRY ASSOCIATED WITH EHRLICH'S COLORIMETRIC REAGENT

Resumo: The use of screening methods for the presumptive identification of illicit substances, such as Lysergic Acid Diethylamide (LSD), is very important in forensics investigation. The Ehrlich's colorimetric reagent (EHR) is commonly used to detect LSD, which produces a characteristic color change upon reaction with this drug. However, this method lacks selectivity and it can provide false-positive or misinterpreted results. In this context, we propose a new approach using the electrochemical detection associated with the HER. This combination between voltammetric and colorimetric techniques increased the selectivity for the preliminary identification of LSD in forensic samples. The electrochemical detection of LSD, EHR, and LSD+EHR was optimized using a screen-printed graphite electrode (SPE-Gr) in phosphate buffer pH 12, where two irreversible oxidation processes were exhibited for LSD at around E_{pa}= +0.35 V (Ox_1) and +0.65 V (Ox_2), and for EHR at +0.62 V and +0.83 V (vs Ag/AgCl). LSD+EHR exhibited three irreversible oxidation processes at +0.35 V, +0.66 V, and +0.86 V, respectively. The proposed method provided three different analytical responses for LSD identification: (1) by color change after EHR test; (2) by voltammetric detection of two oxidation processes (Ox_1 and Ox_2) of LSD at SPE-Gr; (3) by voltammetric detection after reaction between LSD and EHR, due to decreasing of peak current of the LSD at Ox_1. Furthermore, the proposed method enables a quantification of LSD, with a low LOD (1.17 µM) and an adequate stability for electrochemical responses, using the same or different SPEs (RSD < 3.0%). Interference studies were performed with other illicit drugs, which results provided a reliable and selective detection of LSD in forensic samples by proposed method. Moreover, addition-recovery studies of LSD in real seized samples were close to 100%, which the preliminary identification of LSD in these samples was also confirmed by LC/MS analyses. Therefore, the use of voltammetry with SPE-Gr in association with EHR presents a great potential for application of a rapid, simple and selective screening test of LSD in forensic analysis.

Agradecimento: CAPES, FAPEMIG, CNPq, UFVJM, Polícia Civil do Distrito Federal.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Anastácio A. Boane, Diele A. G. Araújo, Rodrigo A. A. Muñoz, Eduardo M. Richter

Nome dos Apresentadores: Anastácio A. Boane, Diele A. G. Araújo, Rodrigo A. A. Muñoz, Eduardo M. Richter , Anastácio A. Boane

Instituição de Ensino: Institute of Chemistry, UFU, Av. João Naves de Ávila, 2121 - Santa Mônica, Uberlândia - MG, 38408-100 & Faculty of Natural and Exact Sciences, Av. FPLM, 111 - Cimento Neighborhood, Massinga -Mozambique

DEVELOPMENT OF AN ANTIFOULING STRATEGY FOR THE DETECTION OF A MOLECULE WITH HIGH ADSORPTIVE CAPACITY USING LAB-MADE SCREEN-PRINTED ELECTRODES

Resumo: Screen-printed electrodes (SPEs) are versatile and low-cost electrochemical devices commonly used as disposable sensors for point-of-care analysis [1]. However, the use of SPEs as disposable devices also has drawbacks, such as increased cost and lower precision for inter-device analysis. When the same SPE is used in repetitive analysis, a common limitation of solid electrodes tends to occur (irreproducible responses from fouling phenomena on the solid working electrode) [2]. In this study, lab-made SPEs based on conductive ink derived from mixture of graphite and glass varnish [3] were produced and tested for the detection of analytes such as $[Fe(CN)_6)]^{4-/3-}$ and sulfamethoxazole (SMX). Initially, the SPEs were produced as described in previous paper [3]. These sensors were tested by cyclic voltammetry (CV) using 1 mmol L^{-1} $[Fe(CN)_6)]^{4-}$ (in KCl 0.5 mol L^{-1} as redox probe and typical results for this probe were obtained (without fouling problems). However, when tests with the antibiotic SMX (supporting electrolyte: 0.12 mmol L^{-1} BR buffer, pH 2) were performed by CV or differential pulse voltammetry (DPV), typical responses were only observed for the first scan. For subsequent scans, a sudden decrease or even absence of oxidation current was observed (probable nonspecific adsorption or fouling on the electrode surface). To avoid or minimize this type of phenomenon, studies were conducted using a portable electrochemical flow system (batch injection analysis - BIA) with amperometric detection. When conventional amperometry was used (E = +1.3 V), similar bad results to those obtained with CV and DPV were observed for five successive injections of 100 µM of SMX (RSD = 59 %). After this, easily implementable strategies at the BIA cell (stirring of the solution inside the cell and application of additional potential pulses) were evaluated. After optimization of these parameters, excellent repeatability (RSD < 3.8 %; n = 3) and good coefficient of determination (R^2 = 0.998) for the calibration curve of SMX (5 to 50 µM) were obtained. These conditions were achieved after the solution was inside the BIA cell under stirring and the use of two additional potential pulses (+1.5 V/20 s and -1.5 V/20 s) between injections. Without the use of the potential pulses, a worse coefficient of determination (R^2 = 0.913) was obtained. Additional studies of optimization and application of the method in sample analysis are now in progress.

Agradecimento: UFU, CAPES, CNPq, FAPEMIG, Institute of Chemistry - UFU.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: João Pedro de Carvalho Silva, Carlos Eduardo Costa Lopes, Domingos Rosa Dos Santos Neto, Luiza Maria Ferreira Dantas, Iranaldo Santos da Silva

Nome dos Apresentadores: João Pedro de Carvalho Silva, Carlos Eduardo Costa Lopes, Domingos Rosa Dos Santos Neto, Luiza Maria Ferreira Dantas, Iranaldo Santos da Silva, João Pedro de Carvalho Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Maranhão

HIGHLY SENSITIVE ADSORPTIVE-VOLTAMMETRIC METHOD FOR DETERMINATION OF HYDROXYCHLOROQUINE

Resumo: In March 2020, the World Health Organization declared the COVID-19 pandemic, caused by the SARS-Cov-2 virus. Due to this scenario, a large portion of the world's population started using hydroxychloroquine as an "early treatment" for the disease, causing its consumption to increase drastically[1,2], especially in Brazil [3]. For this reason, the risk of environmental contamination is high, considering the use and production of this compound on a large scale. As a result, this fact raised concerns about monitoring hydroxychloroquine contamination in natural waters. As an alternative for this problem, the present work proposes an easy implementation and low-cost electroanalytical method for detecting and quantifying hydroxychloroquine in pharmaceutical and drinking water samples. The proposed method was developed using a glassy carbon electrode (GCE) modified with Super P carbon black (SPCB). For this purpose, a suspension containing 5 mg of SPCB in 1 mL of DMF was made. After that, the composite had been homogenized in an ultrasonic bath for 2 hours and for the electrode modification process a volume of 5 µL was cast onto the GCE surface. Optimal analysis conditions were optimized and established, resulting in a concentration of 5.0 g L^{-1} of suspension concentration, pH of the solution equal to 7.00, as well as the ideal pre-concentration time of 2 min for the analysis. The analytical parameters were also investigated, the detection and quantification limits were 0.0093 µmol L^{-1} and 0.0312 µmol L^{-1}, respectively, with a linear working range between 0.1 and 10 µmol L^{-1}. According to the sample analyses, the accuracy of the method was also evaluated by the addition and recovery method, being 114% for tap water and 100.5% for drug samples, indicating good accuracy, mainly for determination in pharmaceutical samples.

Agradecimento: I would like to express my gratitudes to the Federal University of Maranhão for funding my research and providing the space and qualified professors. The support helped me to achieve my goals.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Antonio Gomes dos Santos Neto, Jose Antonio de Oliveira Junior, Camila Silva de Sousa, Sergio Yesid Gomez Gonzalez, Marco Aurélio Suller Garcia, Cristiane Luisa Jost

Nome dos Apresentadores: Antonio Gomes dos Santos Neto, Jose Antonio de Oliveira Junior, Camila Silva de Sousa, Sergio Yesid Gomez Gonzalez, Marco Aurélio Suller Garcia, Cristiane Luisa Jost , Antonio Gomes dos Santos Neto

Instituição de Ensino: Federal University of Santa Catarina (UFSC), Federal University of Maranhão

HIGHLY-SENSITIVE GLASSY CARBON ELECTRODE MODIFIED WITH WO3/RGO COMBINED WITH MULTIWALLED CARBON NANOTUBES FOR RUTIN DETECTION

Resumo: Rutin is a polyphenolic compound found in fruits, grains, herbs, vegetables and human samples.[1] It possesses diverse pharmacological properties and potential health benefits, including antioxidant, anti-inflammatory, and cancer prevention effects.[1-3] This makes rutin an attractive candidate for pharmaceutical applications. However, there is a need for fast, accurate, low-cost, and miniaturized methods to detect rutin in human plasma and serum samples. Electrochemical methods are desirable for rutin detection due to their sensitivity, accuracy, and low limits of detection.[4-6] Nanomaterials, particularly metal or metal oxide-based nanostructures, are recommended to enhance these characteristics.[7] In this study, we used cost-effective precursors to synthesize a nanocomposite of tungsten trioxide (WO3) and reduced graphene oxide (rGO). The addition of multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) further improved the sensitivity of the nanocomposite for rutin detection. The WO3-rGO/MWCNT nanocomposite was prepared by simultaneously reducing the tungsten precursor and graphene oxide. The utilization of the WO3-rGO/MWCNT nanocomposite on modifying substrates demonstrated a significant 30-fold increase in response when deposited on a glassy carbon electrode (GCE) compared to the unmodified one, indicating its effectiveness in facilitating electron transfer processes. The sensor WO3-rGO/MWCNT/GCE exhibited a linear response range of 0.183 to 2.849 µmol L^{-1} through careful optimization of conditions and voltammetric parameters. Limits of detection and quantification were determined to be 9.00 and 65.00 nmol L^{-1}. The method exhibited exceptional selectivity by accurately quantifying 1.9 µmol L^{-1} of rutin even in the presence of other organic compounds commonly found in samples. Validation of rutin determination in human serum and plasma samples yielded a recovery range of 85.5- 108.7%, confirming the sensor's reliability when applied to real biological samples. In conclusion, the facile fabrication of the nanocomposite has resulted in a highly sensitive voltammetric sensor for rutin quantification. Its synergistic effect, linear response, low limits of detection and quantification, selectivity, and accuracy in real samples emphasize its potential as a valuable tool for developing ultra-sensitive methods in various pharmaceutical applications.

Agradecimento: Authors acknowledge the financial support from Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq, Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES, MackGraphe, MackPesquisa National Institute of Science and Technology of Carbon (INCT-Nanocarbon) and National Institute of Science and Technology of Nanomaterials for Life (INCT -NanoLife). The authors are also grateful to Fundação de Amparo à Pesquisa e ao Desenvolvimento Científico e Tecnológico do Maranhão - FAPEMA (no. INFRA-02264/21), Fundação de Amparo à Pesquisa e Inovação de Santa Catarina (FAPESC), and Programa de Pós-Graduação em Química - Universidade Federal de Santa Catarina (PPGQ-UFSC).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Matheus BLuiza Marros Garcez, Nayla Iasmin Santos da Miranda, Gabrielly Pereira da Silva, João Pedro de Carvalho Silva, Dianderson Cristiano Monteiro Ferreira, Iranaldo Santos da Silva, Luiza Maria Ferreira Dantas

Nome dos Apresentadores: Matheus BLuiza Marros Garcez, Nayla Iasmin Santos da Miranda, Gabrielly Pereira da Silva, João Pedro de Carvalho Silva, Dianderson Cristiano Monteiro Ferreira, Iranaldo Santos da Silva, Luiza Maria Ferreira Dantas, João Pedro de Carvalho Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Maranhão

SENSOR MODIFICADO COM NANOFIOS DE ÓXIDO DE MANGANÊS PARA DETERMINAÇÃO DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO

Resumo: Devido à compatibilidade ambiental, não toxicidade, abundância natural e diversos estados de oxidação[1], o óxido de manganês desperta o interesse nas subáreas da eletroquímica, tais como armazenamento de energia[2] e sensores[3]. Neste sentido, o presente trabalho mostra os resultados para a aplicação de nanomateriais 1D (nanofios) de óxido de manganês com e sem nanopartículas de ouro (MnO_2 e MnO_2-Au) para modificação de eletrodo de carbono vítreo (ECV) visando a determinação de peróxido de hidrogênio em amostra comercial de enxaguante bucal por meio da técnica de amperometria. Foram aplicadas técnicas de caracterização física para confirmar a morfologia 1D do MnO_2 e MnO_2-Au. Análise de XPS foi empregada para confirmar a presença de ouro na forma reduzida na superfície do óxido. Voltametria cíclica em tampão fosfato foi executada para avaliar o comportamento redox da modificação do eletrodo, nos quais foram observados processo faradáicos tanto para o ECV/MnO_2 quanto para ECV/MnO_2-Au. Em seguida, o efeito catalítico dos eletrodos foi avaliado para a redução do peróxido de hidrogênio (H_2O_2) e a melhor resposta eletroquímica foi obtida com o ECV/MnO_2-Au, mostrando um efeito sinergético do MnO_2 e das nanopartículas de ouro. Com relação a isso, foram feitos estudos para otimização das condições experimentais, tais como eletrólito de suporte, pH do meio, camadas de modificante e potencial aplicado na amperometria, onde as melhores condições de análise são: tampão fosfato 0,1 mol L^{-1}, pH 7,00, 1 camada e -0,5 V vs. Ag|AgCl (KCL 3 mol L^{-1}). A curva de calibração com a técnica amperométrica apresentou faixa linear de concentração de 0,25 a 14,41 mmol L^{-1}, limite de determinação de 0,09 µmol L^{-1} e limite de quantificação de 0,29 µmol L^{-1}. Por último, o método foi aplicado para determinação de H_2O_2 em amostra real de enxaguante bucal, no qual foi obtido um valor de 87,2% de recuperação, mostrando que o método é adequado para a aplicação proposta.

Agradecimento: FAPEMA, CAPES, CNPq, UFMA e o Laboratório de Eletroquímica da UFMA.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Julia Oliveira Fernandes, Guilherme Barros de Oliveira, Francisco Walison Lima Silva, Cassiano Augusto Rolim Bernardino, Claudio Fernando Mahler, Braulio Soares Archanjo, Emerson Schwingel Ribeiro, Ricardo Erthal Santelli, Fernando Henrique Cincotto

Nome dos Apresentadores: Julia Oliveira Fernandes, Guilherme Barros de Oliveira, Francisco Walison Lima Silva, Cassiano Augusto Rolim Bernardino, Claudio Fernando Mahler, Braulio Soares Archanjo, Emerson Schwingel Ribeiro, Ricardo Erthal Santelli, Fernando Henrique Cincotto, Julia Oliveira Fernandes

Instituição de Ensino: Departamento de Química analítica - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química analítica - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química analítica - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Engenharia Civil - COPPE - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Engenharia Civil - COPPE - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia - Inmetro - Duque de Caxias -Brasil, Departamento de Química Inorgânica - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química analítica - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil, Departamento de Química analítica - Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro - Brasil.

SENSOR ELETROQUÍMICO DESCARTÁVEL BASEADO EM CARBON BLACK E ÓXIDO MISTO ($SiO_2/TiO_2/Nb_2O_5$) PARA DETERMINAÇÃO DE TRICLOSAN EM AMOSTRAS DE ÁGUA E ANTISSÉPTICO BUCAL

Resumo: O triclosan (5-cloro-2-(2,4-diclorofenoxi)fenol, TCS) é uma substância usada como agente antimicrobiano em produtos de higiene pessoal, como sabonetes e antissépticos bucais[1]. Este composto é considerado um poluente emergente, pois é bioacumulativo e potencialmente tóxico para flora, fauna e os seres humanos, uma vez que pode causar desregulação hormonal e resistência bacteriana[2]. Considerando o amplo uso dessa substância e seu efeito nocivo ao ecossistema e à saúde humana, é de grande interesse o seu monitoramento. Diversos métodos de determinação de TCS têm sido reportados na literatura empregando técnicas como: cromatografia[3], espectrometria de massas[4] e eletroforese capilar[5]. Entretanto, em sua maioria apresentam alto custo, longo tempo de análise e complexo preparo de amostras. Visando o desenvolvimento de um método que supere essas desvantagens, este trabalho propõe o uso de técnicas eletroquímicas empregando eletrodos impressos descartáveis para a determinação direta do poluente emergente triclosan em amostras de água e enxaguante bucal. Os eletrodos impressos (SPE, do inglês *screen-printed electrodes*) têm sido amplamente aplicados, pois são sensíveis, portáteis, fáceis de produzir, descartáveis, baratos e utilizam pouca quantidade de amostra por análise[6]. O processo de produção do SPE usado neste trabalho consistiu na criação de uma máscara sobre uma folha de acetato coberta de um adesivo de vinil usando uma impressora de corte e posterior aplicação de uma tinta de carbono. A superfície do eletrodo impresso e descartável foi modificada com *carbon black* (CB) e um óxido misto ($SiO_2/TiO_2/Nb_2O_5$) a fim de atribuir benefícios à taxa de transporte de massa e de transferência de elétrons na superfície do eletrodo, melhorando a sua seletividade e sensibilidade. O óxido misto foi sintetizado pelo método sol-gel e incorporado ao CB por ultrassom. As técnicas eletroquímicas utilizadas foram voltametria cíclica (CV) e voltametria de pulso diferencial (DPV) e a caracterização morfológica do material compósito CB/SiTiNb foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Após a otimização dos parâmetros voltamétricos e do pH, o sensor proposto foi aplicado e apresentou limite de detecção de 1,23 nmol L^{-1} em uma faixa linear de 0,025 a 57,01 µmol L^{-1}.

ISBN 978-85-8167-307-3

Além disso, foi realizado um estudo frente a interferentes e o sensor demonstrou-se bastante seletivo à oxidação do triclosan.

Agradecimento: Todos os autores agradecem à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ) (Cincotto Proc. E-26/ 202.696/2019, Proc. E-26/010.002267/2019 e E- 26/210.304/2022) pelo apoio financeiro.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Geanderson Emílio de Almeida, Emanuel Airton de Oliveira Farias e Carla Eiras

Nome dos Apresentadores: Geanderson Emílio de Almeida, Emanuel Airton de Oliveira Farias e Carla Eiras, Geanderson Emílio de Almeida, Emanuel Airton de Oliveira Farias

Instituição de Ensino: Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Novos Materiais e Sistemas Sensores (MATSENS) - Universidade Federal do Piauí (UFPI)

COMPOSITE BASED ON POLY(ALIZARIN RED S) AND CARBON NANOTUBES FOR ANABOLIC ANDROGENIC STEROIDS SENSING

Resumo: The detection of anabolic androgenic steroids (AAS) has become a constant concern in sports and health. Misuse as a method for muscle hypertrophy and its addition to cosmetics and food supplements have contributed to the increased consumption of these compounds and harm to health. Given this scenario, effective, sensitive and low-cost methods for recognizing these hormones have become a priority [1,2]. In this study, pyrolytic graphite electrodes (PGE) modified with multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs), which were dispersed in a matrix constituted by polysaccharide from the exudate of a plant native to the Brazilian Northeast, *Amburana cearensis* gum (GAmb), were used as a substrate for the electrosynthesis of Poly(Alizarin Red S) (PARS). The proposed system (PGE/MWCNTs-GAmb/PARS) was used as a sensitive identification platform for tracking Testosterone, Testosterone Propionate and Oxandrolone. Electrochemical measurements were performed in a 0.1 mol/L KH_2PO_4/H_3PO_4 solution, pH 1.62 and/or artificial urine using cyclic voltammetry (CV) and differential pulse (DPV) techniques. PGE modification with MWCNTs-GAmb increased the faradaic processes characteristic of PARS formation by 922% compared to clean PGE. Subsequently, when using the MWCNTs-GAmb/PARS nanocomposite as an AAS sensor, a decrease in the faradaic current of processes II and III of the PARS was observed with the concentration increase of the analyte in solution, suggesting that the electroactive sites of these processes are inhibited by direct interaction with the hormones studied [3]. Distinct linear intervals and a greater sensitivity to lower concentrations tested were observed in the calibration curves. EGP/MWCNTs/PARS tracking effectiveness was confirmed by the low mean values of detection limits (0.275 µg/L) and quantitation limits (0.916 µg/L) for the AAS tested. In the preliminary tests of addition and recovery of analytical standards in artificial urine, a recovery rate close to 100% was obtained. So far, the results are promising for detecting EAAs, with potential use in anti-doping, medical and environmental procedures.

Agradecimento: Os autores agradecem a Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado do Piauí (FAPEPI), a CAPES e ao CNPq pelos recursos disponibilizados.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Sidnei de Barros Gomes Junior, Nathália dos Santos Conceição, Gabriel Fernandes Souza dos Santos, José Guilherme Aquino Rodrigues, Rafael Queiroz Ferreira

Nome dos Apresentadores: Sidnei de Barros Gomes Junior, Nathália dos Santos Conceição, Gabriel Fernandes Souza dos Santos, José Guilherme Aquino Rodrigues, Rafael Queiroz Ferreira, Sidnei de Barros Gomes Junior

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Espírito Santo

DESENVOLVIMENTO E OTIMIZAÇÃO DE UM MÉTODO VOLTAMÉTRICO UTILIZANDO ELETRODO DE DIAMANTE DOPADO COM BORO PARA DETERMINAÇÃO DE BENZOILECGONINA

Resumo: Após o consumo da cocaína, cerca de 80 a 90% da mesma é excretada pela urina na forma de benzoilecgonina (BE) e metilecgonina [1]. A BE, em particular, possui maior interesse para análises químicas e forenses, pois possui um tempo de meia-vida seis vezes maior que o composto de origem [2]. Contudo, na literatura, há poucos estudos que citam o comportamento eletroquímico da BE. Em comum, todos utilizaram o eletrodo gotejante de mercúrio para traçar o perfil eletroquímico desse metabólito, embora o emprego desse eletrodo vai de encontro as propostas da química verde. Nesse sentido, o presente trabalho apresenta a utilização do eletrodo de diamante dopado com boro (DDB) para a determinação da BE, devido às suas excelentes propriedades eletroquímicas, incluindo alta estabilidade, ampla faixa de potencial e baixa corrente de fundo. O desenvolvimento do método envolveu a seleção e a otimização de parâmetros experimentais gerais, tais como, composição do eletrólito de suporte e pH. Foi empregado um tratamento eletroquímico na superfície do DDB para garantir a reprodutibilidade e confiabilidade das medidas, como sugerido por Suffredini e colaboradores (2004) [3]. O meio escolhido para se trabalhar foi uma solução de H_2SO_4 0,5 mol L^{-1}, com pH próximo de 0,4 devido a estabilidade do sinal eletroquímico. Já, na otimização da técnica foi empregado o planejamento de experimentos, a fim de reduzir o número de ensaios necessários. As variáveis da voltametria de onda quadrada estudadas foram frequência, incremento de potencial e amplitude. Deste modo, foi empregado o planejamento composto central estudando as três variáveis em cinco níveis, totalizando 17 experimentos. Assim, os parâmetros ótimos encontrados foram 30,795 Hz para frequência, 6,023 mV para incremento de potencial e 87,045 mV para amplitude. Após a otimização, foram construídas diversas curvas padrões em diferentes dias e com diferentes operadores para obtenção dos principais parâmetros de desempenho da metodologia proposta. Deste modo, foi obtido um limite de detecção de 12,00 µmol L^{-1}, em uma faixa de linearidade 51 µmol L^{-1} - 950 µmol L^{-1} e um R^2 de 99,01%. Em conclusão, a metodologia oferece uma abordagem confiável para a determinação desse importante analito. Os resultados desta pesquisa contribuem para o campo da química eletroanalítica e fornecem informações valiosas para aplicações na toxicologia forense e clínica.

Agradecimento: Os autores agradecem à Capes, Ufes, LPDE e LabPetro pelo apoio técnico e financeiro.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gilvana P. Siqueira, Diele A. G. Araújo, Lucas V. de Faria, David L. O. Ramos, Tiago A. Matias, Eduardo M. Richter, Thiago R.L.C. Paixão, Rodrigo A. A. Muñoz

Nome dos Apresentadores: Gilvana P. Siqueira, Diele A. G. Araújo, Lucas V. de Faria, David L. O. Ramos, Tiago A. Matias, Eduardo M. Richter, Thiago R.L.C. Paixão, Rodrigo A. A. Muñoz, Gilvana P. Siqueira

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Uberlândia, Universidade de São Paulo, Universidade Federal Fluminense, Universidade Federal de Uberlândia, Universidade Federal de Uberlândia, Universidade Federal de Uberlândia, Universidade de São Paulo, Universidade Federal de Uberlândia

SENSOR DE GRAFITE/ÁCIDO POLILÁTICO IMPRESSO EM 3D PARA A DETERMINAÇÃO ELETROQUÍMICA DE EXPLOSIVOS NITROAROMÁTICOS

Resumo: Neste trabalho, biocompósitos de grafite e ácido poliláctico (Gpt-PLA) produzidos em laboratório foram usados para fabricar eletrodos por meio da técnica de impressão 3D modelagem por deposição fundida visando à determinação de explosivos nitroaromáticos, considerados poluentes orgânicos persistentes [1,2] que consequentemente, podem representar sérios problemas para a saúde humana, com efeitos cancerígenos, hepatogênicos e mutagênicos [3,4]. A superfície do Gpt-PLA foi caracterizada por MEV e espectroscopia Raman que revelaram alta rugosidade e presença de defeitos na estrutura do grafite. Usando a sonda eletroquímica $Fe(CN)_6]^{4-/3-}$ uma relação de corrente Ipa/Ipc por voltametria cíclica próxima da unidade (0,92±0,05) foi obtida, o que indica reversibilidade da reação eletroquímica em sua superfície; e por espectroscopia de impedância eletroquímica, obteve-se um baixo valor de resistência à transferência de carga (Rct) de (154,0±4,6 Ω) . O eletrodo Gpt-PLA impresso em 3D usando voltametria de onda quadrada possibilitou a determinação rápida de resíduos do explosivo 2,4,6-trinitrotolueno (TNT) (em torno de 7^{-1}s), com limite de detecção de 0,52 µmol L . O método proposto foi aplicado para determinar TNT em diferentes amostras de água (água da torneira, água do rio e água do mar) sem nenhuma etapa de diluição (análise direta). Valores de recuperação entre 98 e 106% confirmaram a exatidão das análises. Além disso, seletividade adequada (92,5 a 106,9%) foi alcançada mesmo na presença de outros explosivos nitroaromáticos (ciclotrimetilenotrinitramina (RDX), ácido pícrico, tetranitrato de pentaeritritol, e nitrobenzeno) usados por agências militares e encontrados como impurezas no TNT, de íons metálicos (Cu^{2+} e Fe^{3+}) e moléculas orgânicas que podem estar presentes em águas naturais (como surfactantes, paracetamol, cafeína, ácido acetilsalicílico e glicose). Além disso, o Gpt-PLA tem se mostrado uma ferramenta promissora para a detecção simultânea de TNT e RDX em aproximadamente +0,11 e +0,85 V, respectivamente, em tampão BR 0,12 mol L^{-1} pH=6,0 por voltametria de pulso diferencial, a partir dos processos de oxidação provenientes das reduções dos grupos nitros de suas estruturas. Tais resultados indicam que o dispositivo proposto é capaz de quantificar resíduos de compostos nitroaromáticos in loco em águas naturais.

Agradecimento: À Universidade Federal de Uberlândia, à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais- FAPEMIG, à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior-CAPES, ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico-CNPq, ao Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia em Bioanalítica (INCTBio), à Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro, FAPERJ, ao Laboratório Multiusuário da universidade (RELAM-UFU) e ao Laboratório Multiusuário do Instituto de Física (INFIS).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ana Paula de Oliveira Lopes Inacio, Mayara Mombach Lorenz, Emilly Cristine de Britto Dornelles, Rafaela Vendramim Comunello, Juliana Villela Maciel, Andre Ricardo Fajardo, Daiane Dias

Nome dos Apresentadores: Ana Paula de Oliveira Lopes Inacio, Mayara Mombach Lorenz, Emilly Cristine de Britto Dornelles, Rafaela Vendramim Comunello, Juliana Villela Maciel, Andre Ricardo Fajardo, Daiane Dias , Ana Paula de Oliveira Lopes Inacio, Rafaela Vendramim Comunello

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal do Rio Grande, Universidade Federal de Pelotas, Universidade Federal do Rio Grande

DEVELOPMENT OF A CHEMICALLY MODIFIED VOLTAMMETRIC SENSOR BASED ON CARBON BLACK AND PECTIN FOR THE DETERMINATION OF BENZOPHENONE-3

Resumo: Faced with the damage caused by the increased incidence of ultraviolet rays on the planet, the use of sunscreens is increasing.[1] Of the active principles, benzophenone-3 (BZ3) is one of the most used due to its photostable characteristics. [2] However, studies point to BZ3 as an endocrine disruptor and pollutant with the potential for bioaccumulation and biomagnification.[3] Thus, it is proposed the modification of a glassy carbon electrode (GCE) with carbon black (CB) and pectin for the determination of BZ3 in sunscreen samples. For modification of the GCE, dispersions were prepared from 1 mg of pectin, 1 mL of ultrapure water and 1 mg of CB, with 8 µL immobilized on the previously polished surface of the GCE. In order to verify the influence of crosslinking of the biopolymer, three procedures were evaluated: crosslinking with glutaraldehyde (GA), epichlorohydrin (ECH) and physical crosslinking in successive scans against $K_4Fe(CN)_6$ 0.1 mol L^{-1} in 0.5 mol L^{-1} KCl medium. Established the best reticulation, the pH parameters (4; 5; 6; 7; 8); electrolyte (phosphate and BR buffers) and its concentration (0.01; 0.05 and 0.1 mol L^{-1}), as well as voltammetric parameters such as deposition potential (-0.4; -0.5; -0.6; -0.7 and -0.8 V); E_{step} (-0.0008; -0.010; -0.012; -0.014 and -0.016 V) and amplitude (0.05; 0.07; 0.09; 0.11 and 0.13) were evaluated by Differential Pulse Voltammetry from -1.0 to -1.3 V. The choice of parameters was based on the highest current values. Thus, among the crosslinks evaluated, the pectin film submitted to physical crosslinking showed the best performance ($4.852x10^{-7}$ A), being chosen for the sequence of the experiments. Among the evaluated parameters, the best responses for BZ3 were obtained in BR buffer at a concentration of 0.1 mol L^{-1}, pH 6 (BZ3 reduction potential was -1.25 V), deposition potential of -0.7 V, E_{step} of -0.012 and amplitude of 0.09 V. At the moment, the proposed study is in the evaluation of linearity, LOD and LOQ values. After, BZ3 will be determined in commercial sunscreen samples by the proposed method.

Agradecimento: FURG, EQA, CAPES and CNPq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Izabela de França Schaffel, Gabriel Fernandes Souza dos Santos, Bruna Marine Damm, Ronaldo Augusto de Souza Santos, José Gustavo Lima Almeida, Edna Maria Mendes Aroucha, Rafael de Queiroz Ferreira

Nome dos Apresentadores: Izabela de França Schaffel, Gabriel Fernandes Souza dos Santos, Bruna Marine Damm, Ronaldo Augusto de Souza Santos, José Gustavo Lima Almeida, Edna Maria Mendes Aroucha, Rafael de Queiroz Ferreira, Rafael de Queiroz Ferreira

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Espírito Santo (Ufes)

AVALIAÇÃO DE UM MÉTODO ELETROQUÍMICO (CRAC *ASSAY*) PARA DETERMINAÇÃO DA CAPACIDADE ANTIOXIDANTE TOTAL DE MEL DE ABELHA

Resumo: A composição química do mel é vasta, contendo a presença de compostos antioxidantes, os quais podem variar conforme à sua origem botânica, região e clima [1]. Dentre as técnicas para determinação da capacidade antioxidante total (CAT), pode-se mencionar os métodos espectrofotométricos e eletroquímicos. Vários estudos têm relatado falta de consistência dos métodos espectrofotométricos, com a presença de amostras coloridas ou turvas [2]. Dessa forma, o presente trabalho avaliou a CAT por um método espectrofotométrico (*ferric reducing antioxidant power*, FRAP) e eletroquímico (*ceric reducing antioxidant capacity*, CRAC), com 12 amostras comerciais de mel, empregando a técnica padrão para avaliação de cor de méis (Pfund) e correlação de Pearson (r). O FRAP foi realizado a partir de uma curva de padrão de $FeSO_4.7H_2O$ de 0,20 a 1,0 × 10^{-3} mol L^{-1}. Para a reação acrescentou-se 60 µL de mel (0,20 g mL^{-1} em H_2SO_4 0,50 mol L^{-1}), 1800 µL do reagente FRAP e 180 µL de água ultrapura, reagindo por 4 minutos a 37 °C e ao final a absorbância foi medida à 595 nm [3]. Já o CRAC foi feito a partir de uma curva de padrão de Ce^{IV} em H_2SO_4 0,50 mol L^{-1} de 0,20 a 1,0 × 10^{-3} mol L^{-1}. Para a reação acrescentou-se 15 mL da solução de Ce^{IV} 1,0 × 10^{-3} mol L^{-1} em H_2SO_4 0,50 mol L^{-1} com 100 µL de solução de trolox (1,0 × 10^{-5} mol L^{-1}) ou de mel (0,40 g mL^{-1} em H_2SO_4 0,50 mol L^{-1}) por 4 minutos [4]. A classificação de cor foi realizada obtendo as absorbâncias a 560 nm [5]. Com os resultados de FRAP, classificou-se na seguinte ordem: capixingui (6; 0,274 ± 0,006 TE (*trolox equivalent*)) < café (8) < laranja (4) < café (3) < café com macadâmia (10) < café (9) < silvestre (1) < aroeira (7) < silvestre (2) < mamoninha (11) < camará (12) < camará (5; 0,993 ± 0,028 TE). Já com os resultados do ensaio CRAC, a ordem de CAT dos méis foram: silvestre (1; 0,89 ± 0,05 TE) < silvestre (2) < mamoninha (11) < aroeira (7) < café (3) < camará (12) < café (9) < café com macadâmia (10) < café (8) < laranja (4) < capixingui (6) < camará (5; 3,09 ± 0,21 TE). Contudo, o FRAP apresentou uma alta correlação com a cor (r = 0,770), enquanto para o CRAC essa correlação foi baixa (r = 0,434). Além disso, podemos observar uma baixa correlação entre os ensaios CRAC e FRAP (r = 0,309). Por fim, o ensaio CRAC não é afetado pela presença de substâncias coloridas, ao contrário do FRAP, sendo assim o CRAC pode ser mais adequado para avaliar a CAT de amostras de mel.

Agradecimento: Os autores são gratos aos órgãos de fomento FAPES e CNPq pelo apoio financeiro, e ao LPDE, LabPetro, e Lab pós-colheita da UFERSA pelo apoio técnico.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: José G. A. Rodrigues, Gabriel F. S. dos Santos, Maurício G. S. Barreto, Tainara L. G. Costa, Wanderlã L. Scopel, Rafael de Q. Ferreira e Jair C. C. Freitas

Nome dos Apresentadores: José G. A. Rodrigues, Gabriel F. S. dos Santos, Maurício G. S. Barreto, Tainara L. G. Costa, Wanderlã L. Scopel, Rafael de Q. Ferreira e Jair C. C. Freitas, José G. A. Rodrigues

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Espírito Santo

OTIMIZAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE ESFOLIAÇÃO E REDUÇÃO DE ÓXIDO DE GRAFENO PARA A DETECÇÃO ELETROQUÍMICA DE CAFEÍNA EM MEIO ÁCIDO

Resumo: As propriedades eletroquímicas dos materiais grafênicos são bem estabelecidas, abrangendo diferentes áreas da eletroquímica, tais como supercapacitores, sensores e biossensores [1,2]. O óxido de grafeno (OG), que corresponde ao material resultante da esfoliação do óxido de grafite, é um dos mais importantes precursores de materiais grafênicos obtidos por meio de rotas químicas [3]. Nesse sentido, o óxido de grafite é dispersível em água e pode ser esfoliado em folhas de OG e obter óxido de grafeno reduzido (OGr) por meio de tratamentos térmicos, químicos e/ou eletroquímicos. O OGr apresenta várias vantagens quando usado na área da eletroquímica, associadas à sua maior condutividade elétrica em relação ao OG e à presença de grupos funcionais oxigenados residuais e de defeitos gerados durante a redução, o que resulta em um aumento da atividade eletroquímica [4]. Dessa forma, o presente trabalho trata de um estudo sobre o papel das etapas de esfoliação e redução eletroquímica do OG para obtenção de eletrodos modificados para a eletroanálise de cafeína (CAF). Inicialmente, foi preparada uma solução de OG com concentração de 0,5 g L^{-1} em água destilada. Em seguida, o tempo de esfoliação dessa solução foi avaliado em intervalos de 20, 40, 60, 80 e 120 min, usando um sonicador de ponteira. A partir dessas soluções, foram adicionados 10 µL para modificar o eletrodo de trabalho (eletrodo de grafite, EG). Na etapa de redução eletroquímica do EG/OG, foi empregada a técnica de cronoamperometria, aplicando um potencial de −1,5 V durante 60 s, utilizando uma solução tampão fosfato salino (pH = 7,2) [5]. A resposta mensurada foi a corrente de pico de oxidação na presença de 1,0 mmol L^{-1} de CAF em solução de ácido sulfúrico 0,5 mol L^{-1}. Os resultados iniciais mostraram um aumento de 64 % na corrente de pico de oxidação da CAF utilizando o EG modificado com OGr obtido após 120 min de sonicação (EG/OGr120), em comparação com o eletrodo não modificado. Além disso, ao adicionar três alíquotas de 10 µL da solução de OG sobre o EG e, subsequentemente, produzir OGr, observou-se um aumento de 174 % na corrente de oxidação da CAF. Portanto, fica evidente a importância das condições experimentais de esfoliação e redução do OG para maximizar a resposta eletroquímica da CAF. Estudos multivariados estão em andamento para ampliar e avaliar as variáveis envolvidas nos processos de esfoliação e redução do OG, a fim de obter as condições ótimas para a eletroanálise de CAF em meio ácido.

Agradecimento: Os autores são gratos ao órgãos de fomento FAPES e CNPq pelo apoio financeiro, e ao LPDE, LabPetro e LMC pelo apoio técnico.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Paula C. Falcoswki, Bruna M. Fronza, Roberto R. Braga, Mauro Bertotti

Nome dos Apresentadores: Paula C. Falcoswki, Bruna M. Fronza, Roberto R. Braga, Mauro Bertotti, Paula C. Falcoswki

Instituição de Ensino: Instituto de Qu´ímica da Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, Instituto de Qu´ímica da Universidade de São Paulo

STUDY OF CALCIUM RELEASE BY DENTAL COMPOSITES USING AN ION SELECTIVE SENSOR AND THE SECM TECHNIQUE

Resumo: Dental restorations are usually replaced due to the appearance of cavities near the tooth base. This process is caused by bacterial biofilm deposition in the gap between the resin and the tooth, inducing its demineralization [1]. Recent studies have shown that ion-donor materials can minimize this effect by reducing biofilm penetration. The calcium and phosphate donation to dentin can promote remineralization and restore its mechanical properties [2]. Therefore, the Ca^{2+} release is an important parameter for these materials´ characterization and is usually made by spectroscopic methods such as ICP-OES. These measurements are carried out at different times after the sample is immersed in deuterated water [1]. However, using electrochemical sensors for such a study is still not very explored in the literature, as calcium ions are not electroactive. On the other hand, potentiometric microsensors can be an alternative to supply the spectroscopic technique limitations and obtain more information about the release kinetics. In this context, this work aims at developing an ion sensor capable of detecting calcium ions released from a dimethacrylate-based light-curing resin containing silanated barium glass and dicalcium phosphate dihydrate particles at different proportions (0%, 50%, 100%). Moreover, the Scanning Electrochemical Microscopy (SECM) technique makes it possible to measure calcium release in real-time and at a small distance from the substrate, collecting information associated with Ca^{2+} release in the interface of dentine and the composite. The Ca^{2+} detection was performed using a potentiometric ion-selective sensor (ISE), which was fabricated with an ion-selective membrane fixed into a borosilicate micropipette tip with a Nafion ® membrane, an internal solution of 10 µmol L^{-1} calcium chloride and a Ag|AgCl wire that works as an internal reference electrode. The calibration against a Ag|AgCl reference electrode indicates a linear response between 3 x 10^{-5} and 0.3 mol L^{-1}. The sensor positioning 20 µm above the composite surface was carried out by the micromanipulator of the SECM equipment assisted by a charged- coupled device (CCD) camera. The results show that the calcium release is negligible3 hours after the resins are immersed in distilled water.

Agradecimento: For the financial support of Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível superior (CAPES) and Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP, 2018/08782-1).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Priscila Simões Luis Silva, Debora Nascimento Medeiros, Diele Aparecida Gouveia Araújo, Lauro Antonio Pradela Filho e Thiago Regis Longo Cesar Paixão

Nome dos Apresentadores: Priscila Simões Luis Silva, Debora Nascimento Medeiros, Diele Aparecida Gouveia Araújo, Lauro Antonio Pradela Filho e Thiago Regis Longo Cesar Paixão , Priscila Simões Luis Silva

Instituição de Ensino: Instituto de Química - Universidade de São Paulo

A NEW APPROACH TO FABRICATING ELECTROCHEMICAL SENSORS FROM COMMERCIAL POLYLACTIC ACID/COPPER FILAMENTS

Resumo: Fused deposition modeling (FDM), a 3D printing technique, is often used to fabricate electrochemical sensors [1]. Despite the popularity, the resultant sensors face poor electrical conductivity caused by spaces between the printed layers associated with the high proportion of insulating material in the filament composition. Surface post-printing treatments overcome this problem, improving the electrode's electrical properties. Alternative circumventing this problem include (electro)chemical treatments, CO_2 laser ablation, and thermal annealing [1,2,3]. Herein, we demonstrate the possibility of fabricating electrochemical sensors using commercial polylactic acid and copper (PLA/Cu) filaments. A plate with 10 mm height x 10 mm width x 0.5 mm thickness was initially printed with the respective filament, followed by CO_2 laser treatment (WorkSpecial 9060C, São Paulo, Brazil), obtaining the resulting PLA/Cu electrodes. The cyclic voltammetric measurements were carried out in a 5 mL electrochemical cell containing PLA/Cu electrodes as the working electrode, Pt wire as the counter electrode, and Ag/AgCl electrode as the reference electrode. PLA/Cu electrodes without CO_2 laser treatment were first evaluated in this study. However, due to their high electrical resistance, no electrochemical response was observed with nontreated surfaces, demonstrating that PLA/Cu filaments require surface treatment to enhance their electrical properties. Then, the 3D-PLA/Cu was subjected to CO_2 laser treatment using the following parameters: laser power of 1,3 W, scan rate of 15 mm s^{-1}, and focal distance of 12 mm. The electrical conductivity, measured with a multimeter, was used as a proxy for surface treatment, demonstrating that laser treatment provides electrical conductivity to PLA/Cu electrodes. Such a feature opens the possibility of using them for sensing applications. Furthermore, the electrochemical responses for the treated electrodes in 0.5 mol L^{-1} KOH were consistent with the expected behavior for copper-based electrodes, generating voltammetric peaks corresponding to the electrochemical formation of Cu(I), Cu(II), and Cu(III) [4]. Further optimization will be performed to improve the electrodes' electrochemical performance. Therefore, the preliminary results demonstrated that a simple and fast CO_2 laser ablation significantly enhances the electrical properties of the copper-based filaments, demonstrating that they are promising candidates for electrode fabrication.

Agradecimento: IQ-USP, FAPESP, CAPES, Cnpq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gabriela Couto da Silva, Wallace B. V. de Oliveira, Cassiano C. de Souza, Thalles P. Lisboa, Esther de Jorge Duarte, Raylla S. de Oliveira, Maria A. C. Matos and Renato C. Matos.

Nome dos Apresentadores: Gabriela Couto da Silva, Wallace B. V. de Oliveira, Cassiano C. de Souza, Thalles P. Lisboa, Esther de Jorge Duarte, Raylla S. de Oliveira, Maria A. C. Matos and Renato C. Matos. , Gabriela Couto da Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Juiz de Fora, Universidade Federal de Juiz de Fora, Universidade Federal de Juiz de Fora, Universidade Federal da Grande Dourados, Universidade Federal de Juiz de Fora, Universidade Federal de Juiz de Fora, Universidade Federal de Juiz de Fora and Universidade Federal de Juiz de Fora.

CONDUCTIVE GRAPHITE-BASED INK AND VARNISH SCREEN PRINTED ELECTRODE: A COST-EFFECTIVE APPROACH FOR ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF DIPYRONE

Resumo: Dipyrone is an analgesic and antipyretic with a fast acting effect on the human organism. Due to its indiscriminate use by the population, it is currently considered an emerging pollutant. Thus, its detection is crucial since its presence in the aquatic environment has been reported in the literature[1]. This work presents the development of an electrochemical sensor using conductive graphite powder based ink combined with alkyd varnish on acetate sheet for the detection of dipyrone in drug samples, supply water, and synthetic urine. The sensors were fabricated via screen printing, and the composition of the conductive ink was analyzed since a sensor of considerable flexibility and optimal analytical performance are desired. The conductive ink was prepared in proportions of 30, 40 and 50, 60, and 70 % (graphite/varnish) dispersed in 200 µL acetone (/g material). The composite material is arranged in a mask under acetone, and dried over an oven at 60° C for about 15 min. Geometric areas were delineated with the help of an insulating polymer, which was then polished with water sandpaper (2000 grt). The electrochemical cell was composed of an Ag|AgCl(s)|KCl(sat) reference electrode and a platinum auxiliary electrode. The probe $[Fe(CN)6]^{3-}$/$[Fe(CN)6]^{4-}$ (5 mmol L^{-1} in 0.5 mol L^{-1} KCl), was employed for determination of the electroactive areas and the charge transfer resistance, using chronoamperometry for 15 s applying a potential of 0.256 V and electrochemical impedance spectroscopy (EIS), with a frequency range of 10,000 to 0.1 Hz. The sensor at the 30 % ratio was chosen, as it showed greater flexibility with a longer lifetime, less brittle, and greater polishing resistance; however, it showed a low electroactive area (0.078 mm^2) and intermediate impedance (625.3 Ω). The sensor showed a better response for the oxidation of dipyrone at pH 6.0 (phosphate buffer 0.1 mol L^{-1}) and the mass transport regime was evaluated and determined to be diffusion controlled. The instrumental conditions of analysis for square wave voltammetry were 80 mV for amplitude, 5 mV for the potential step, and 10 Hz frequency. An analytical curve from 20 to 100 µmol L^{-1} was constructed, the detection limit was 0.006 µmol L^{-1}, and the sensitivity was 21.3 µA L mol^{-1} cm^{-2}. The sensor was applied to the drug samples, and the recovery was found to be 80 to 101 %.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Malena Karla Lombello Coelho de Souza, Daniela Nunes da Silva, Arnaldo César Pereira

Nome dos Apresentadores: Malena Karla Lombello Coelho de Souza, Daniela Nunes da Silva, Arnaldo César Pereira, Daniela Nunes da Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São João del Rei (UFSJ)

DEVELOPMENT OF A PET-BASED PRINTED ELECTRODE MODIFIED WITH CARBON AND MIP MATERIAL FOR THE DETERMINATION OF PARAQUAT

Resumo: Paraquat (PQ) is a pesticide from the herbicide class that is highly toxic to human health, however, it is one of the most used herbicides in 130 countries around the world due to its low price, among others. The aim of this work was to develop a screen-printed electrode (SPE) modified with molecularly imprinted polymer (MIP) and multiwall carbon nanotube (MWCNTs) to determine PQ in a real sample.[1,2] For the production of the SPE, a conductive ink was used as a base for the three electrodes (work, reference and auxiliary), obtained from a mixture of 80% graphite and 20% cellulose acetate, using a mixture of solvents, 50% of acetone and 50% of cyclohexanone. A silver ink, developed by other students in the group, was used for the *quasi*-reference electrode.[3] The electrode was printed on a PET (Poly(ethylene terephthalate)) sheet obtained from soda bottles.[4] PET was chosen because it has good flexibility and because it is a recycled material. The synthesis of the MIP used in the electrode modification was based on a literature synthesis.[5] Characterizations were carried out, both for the conductive ink and for the modifying materials. After optimizing the construction of the screen-printed electrode, an analytical curve was constructed using different concentrations of potassium ferrocyanide. Two linear ranges of response were obtained, 0.1 mM-1.4 mM R = 0.99007; 1.4 mM - 4.1 mM R = 0.99002. The results demonstrate an excellent sensor response as a function of concentration, demonstrating that the developed sensor has the potential to be used as a voltammetric sensor. In addition, the cost of the ink developed (US$ 0.049/g) is much lower than the value of other inks already commercialized. After optimizing the experimental parameters (such as: modifier, ionic strength, pH and supporting electrolyte), an analytical curve for PQ was obtained from successive additions of a PQ stock solution. The developed method presented linearity of 12.5-500.0 µmol L^{-1} with sensitivity equal to 0.033 µA/µmol L^{-1}, detection limit of 11.0 µmol L^{-1} and quantification of 12.5 µmol L^{-1} . With the studies carried out so far, it is possible to highlight that the developed SPE has promising characteristics for use in the determination of PQ in real samples. In addition to being a disposable electrode, low cost and fast production. Another advantage that can be highlighted is the manufacture of a simpler and cheaper paint compared to other paints already commercialized.

Agradecimento: CAPES, CNPq, FAPEMIG, INCT-DATREM, UFSJ, DCNAT, FQMAT.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thiago Gabry Barbosa, Arnaldo César Pereira

Nome dos Apresentadores: Thiago Gabry Barbosa, Arnaldo César Pereira, Thiago Gabry Barbosa

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São João del Rei - UFSJ

INVESTIGATION OF PERFORMANCE BOROPHENE AS MODIFICATION MATERIAL ON ELECTROCHEMICAL SENSOR

Resumo: Currently different types of modifications are used for to increase selective and sensibility of sensor. Investigation of news two-dimensional (2D) materials composite a single type of atom, increased after the effective synthesis of graphene in 2004. Studies were doing with different groups of periodic table arising different 2D material. These new materials it presented distinct properties of your macro structures, as greater electrically conductive, greater thermal conductive, among others. This way, a new promisor material is borophene (2D-B), 2D material, what consisted a monolayer of boron atoms. Boron it is interesting element, because yours physical-chemistry properties are only, as coexistence of covalent and ionic characteristics. In turn, 2D-B present characteristics of metal, being able superconductor, conductor or semiconductor, depending on structure synthesized. Due possibility of superconducting and/or conduction of borophene and low cost of synthase, it is attractive for modify surface of electrode aiming development an electrochemical sensor, since, to add a conductor material in an electrode increase the transference of electrons, possibility a reduction from capacitive current, so favoring an increase in sensibility of sensor. Therefore, investigation of the possibility modification an electrode with 2D-B is attractive. Consequently, this work investigation possibility of use 2D-B for modification electrochemical sensor. Through cyclic voltametric (CV) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) in condition of open circuit potential was realized qualitative studies about effective modification with 2D-B. The qualitative studies used seven different analytes, identifying increased of faradic current in CV for each analyte, comparing copper electrode modification with borophene (Cu/2D-B) and bare electrode, copper electrode (E_{Cu}). Furthermore, analyzed process of transfer electron after add 2D-B in surface of copper electrode through EIS, noting heightened capacitance and reduction resistance of electrode. Observed in qualitative studies effective of used 2D-B because this possibility a reduction of resistance of system and increasing faradic current (i_f) in CV. Of the seven analytes just one don't have increasing i_f after modification, two don't have response in E_{Cu} and among increasing i_f at least 250 % in comparison E_{Cu}. Therefore, borophene is promisor material of modification sensor and have good result.

Agradecimento: Universidade Federal de São João del Rei, Labsensor; GPPE; FQMat; CNPq; Fapemig; INCT-DATREM; CAPES;.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Anne Alves Macedo, Dilton Martins Pimentel, Luciano C. Arantes, Wallans Torres Pio dos Santos

Nome dos Apresentadores: Anne Alves Macedo, Dilton Martins Pimentel, Luciano C. Arantes, Wallans Torres Pio dos Santos, Anne Alves Macedo

Instituição de Ensino: Departamento de Química e Departamento da Farmácia da Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Seção de Perícias e Análises Laboratoriais, Instituto de Criminalística, Polícia Civil do Distrito Federal

SELECTIVE DETERMINATION OF 4-BROMO-2,5-DIMETHOXYPHENETHYLAMINE (2C-B) IN FORENSIC SAMPLES USING ENVIRONMENTALLY-FRIENDLY SCREEN-PRINTED ELECTRODES

Resumo: Sustainable and environmentally-friendly analytical methods has gained notable relevance in different applications, which are also known as a green analytical chemistry alternative. In addition, the development of simple, fast and on-site methods is of great interest in many fields of analytical chemistry, as for forensic analysis. The 4-bromo-2,5- dimethoxyphenethylamine, better known as 2C-B, is stimulant drug, that belongs to group of phenethylamine derivatives. The 2C-B has been widely consumed and found in seized forensic samples, such as like-ecstasy tablets. However, has not been reported an efficient method to perform a preliminary identification of the 2C-B in forensic analysis. Electroanalytical methods have been successfully applied for many illicit drugs, providing simple and fast screening tests in seized samples, specially using screen-printed electrodes (SPEs). On the other hand, SPEs are disposable sensors, which increases waste generation and is incompatible with one of the principles of green chemistry. Moreover, in several countries, such as Brazil, the commercial SPEs are still expensive for application in routine analysis. In this context, we present the reuse of commercial SPEs with a simple modification of the working electrode using a graphite and chitosan composite (SPE- Gr/CTS) for 2C-B detection in forensic samples. The development of an electrochemical method for 2C-B determination, for the first time, is presented. The method was optimized using square-wave adsorptive stripping voltammetry (SWAdSV) in Britton-Robinson buffer solution (0.1 mol L^{-1}) at pH 2.0. A selective and sensitive detection of 2C-B is demonstrated using independent oxidation and reduction processes of this drug at SPE-Gr/CTS. Linear ranges between 0.2 and 7.5 µmol L^{-1} were obtained for 2C-B determination with limit of detection of 0.02 µmol L^{-1}. A good stability of analytical responses for 2C-B detection was achieved using the same or different SPEs-Gr/CTS, with RSD < 5.0% (N=3). Interference studies for thirteen other drugs and the application in real seized samples containing 2C-B demonstrated that the proposed method is highly selective for a preliminary identification of this drug. Therefore, the SPE-Gr/CTS with SWAdSV provides fast and simple screening method of 2C-B in forensic analysis. Furthermore, the reuse of commercial SPEs can be applied as a green analytical chemistry method.

Palavras-chave: Green chemistry; abuse drugs; forensic analysis; Screening tests.

Agradecimento: CAPES, FAPEMIG, CNPq, PCDF.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: William B. Veloso, Gabriel N. Meloni, Thiago R.L.C. Paixão

Nome dos Apresentadores: William B. Veloso, Gabriel N. Meloni, Thiago R.L.C. Paixão, William B. Veloso

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo (USP)

3D-PRINTED ELECTRODES: DESIGN AND VOLTAMMETRIC RESPONSE

Resumo: 3D printing has found much applicability in several research areas, with wide adoption by researchers in the electrochemistry and electroanalytical areas. In these fields, 3D printers fabricate custom-designed electrochemical cells and electrodes [1]. These devices often present poor electrochemical performance after the printing process. This behavior is often explained in the filament composition employed for printing, which has a large percentage of insulating material (around 85%) [2]. Developing custom-made filaments, surface treatment, and modification strategies are often used to overcome this challenge [3]. These methods can improve the electrochemical performance of 3D-printed devices, but the voltammetric profile of reversible redox probes still needs to be recovered. Here, the limiting aspects in the voltammetric response of 3D-printed devices were investigated through tailored geometry electrodes and numerical simulations. The 3D-printed electrodes were printed with a carbon black/polylactic acid (CB/PLA) conductive filament using a single filament fused deposition modeling (FDM) 3D printer. A dual filament FDM 3D printer and masked stereolithography (MSLA) 3D printer were used to fabricate the electrode housings. After printing and assembly, the 3D-printed electrodes were modified with a gold nanostructured film using CO_2 laser photochemical treatment. Severe diffusion limitations, resulting from a recessed electrode geometry, were founded in a commonly used 3D-printed electrode and electrochemical cell design, impeding the investigation of electron transfer kinetics at these electrodes by classical methods. Then, the new 3D-printed electrode design, an inlaid disc geometry, was used to investigate the voltammetric response of printed electrodes without mass transport limitation. At this point, it was clear that the voltammetric response was limited by the contact electrical resistance arising from the filament's low electrical conductivity. Thus, other electrodes were deliberately designed with different contact resistances, obtaining voltammetric profiles closer to reversibility. By accounting for contact resistance, voltammograms recorded with 3D-printed electrodes were predicted before printing by numerical simulations, allowing electrode designs to be optimized in the virtual space.

Agradecimento: IQ/USP, CNPq, CAPES, FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Francisco Contini Barreto, Martin Kassio Leme da Silva, Ivana Cesarino

Nome dos Apresentadores: Francisco Contini Barreto, Martin Kassio Leme da Silva, Ivana Cesarino, Francisco Contini Barreto

Instituição de Ensino: Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (UNESP Botucatu)

SENSOR ELETROQUÍMICO BASEADO EM NANOTUBOS DE CARBONO E NANOPARTÍCULAS DE PRATA PARA O MONITORAMENTO DOS NÍVEIS DE SULFAMETAZINA APÓS PROCESSO DE REMEDIAÇÃO

Resumo: A sulfametazina (SMZ) pertence a uma classe de antibióticos de amplo espectro. Devido ao seu baixo custo, é comumente utilizada no âmbito veterinário, seja como aditivo em rações ou para promover crescimento na produção de suínos. Na aquicultura, alimentos para peixes contendo esse antibiótico como aditivo são jogados na água para alimentá-los e, com isso, frações desse medicamento são liberadas em recursos hídricos. Portanto, o uso excessivo e/ou indiscriminado desse fármaco eleva o risco de poluição ambiental e pode representar uma ameaça a saúde pública. Tendo essas problemáticas em vista, é fundamental o desenvolvimento de novas metodologias para degradar e determinar a SMZ em baixas concentrações. Nesse sentido, sensores eletroquímicos baseados em nanotubos de carbono mostram-se promissores devido a sua alta estabilidade química, boa condutividade elétrica e alta capacidade de adsorção. Como forma de intensificar essas características, os nanotubos costumam ser modificados com nanoparticulas metálicas, as de prata (AgNPs), por demonstrarem excelente atividade eletrocatalítica, alta taxa de transferência de elétrons e grande área superficial tornam-se uma excelente alternativa. Objetivando a determinação em baixas concentrações e o monitoramento da redução dos índices da SMZ após um processo de degradação eletroquímica (DE), um sensor baseado em nanotubos de carbono de paredes múltiplas (MWCNT) e AgNPs foi desenvolvido. O compósito MWCNT-AgNPs foi sintetizado utilizando uma suspensão etanólica de MWCNT (20 mg), com 8 mg de SDS e 16 mg $NaBH_4$. Em seguida, 8 mg de $AgNO_3$ foram adicionados sob agitação para a formação e incorporação das NPs. O material obtido foi suspenso e uma alíquota foi gotejada na superfície de um eletrodo de carbono vítreo (GC). O material foi caracterizado por microscopia eletrônica de varredura, EDS e voltametria cíclica. Os parâmetros foram otimizados e o sensor foi aplicado na determinação de SMZ usando voltametria de pulso diferencial (DPV). A faixa analítica para a determinação do fármaco foi de 2 a 75 µmol L, com limites de detecção e quantificação de 1,65 e 5,5 µmol L^{-1}, respectivamente. Por fim, o sensor foi usado para monitoramento de SMZ em água após um processo de DE utilizando um eletrodo e uma placa de platina como ânodo e cátodo, variando a densidade de corrente de 50 a 90 mA cm^{-2}. O uso do material como modificador de eletrodo mostrou-se, assim, uma boa alternativa para os objetivos propostos.

Agradecimento: Processo nº 2022/03334-6, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Tárcila Mathiasso Nascimento da Silva, Gabriel Fernandes Souza dos Santos, Izabela de França Schaffel, Nathalia dos Santos Conceição, Helder Knidel, Rafael de Queiroz Ferreira, Iago Henrique Assis Souza Barros

Nome dos Apresentadores: Tárcila Mathiasso Nascimento da Silva, Gabriel Fernandes Souza dos Santos, Izabela de França Schaffel, Nathalia dos Santos Conceição, Helder Knidel, Rafael de Queiroz Ferreira, Iago Henrique Assis Souza Barros, Tárcila Mathiasso Nascimento da Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Espirito Santo

EMPREGO DE ELETRODOS IMPRESSOS ASSOCIADOS A VOLTAMETRIA PARA CLASSIFICAÇÃO DAS BEBIDAS ORIUNDAS DO CAFÉ ARÁBICA

Resumo: O café arábica é uma das bebidas mais apreciadas e consumidas em todo o mundo devido ao seu aroma e sabor distintos. Nesse contexto, a classificação das bebidas de café arábica torna-se essencial para garantir a qualidade e autenticidade desses produtos [1]. Este estudo propõe o emprego de eletrodos impressos (do inglês *screen-printed electrodes,* SPE) associados a técnicas voltamétricas e a análise de componentes principais (do inglês *principal componentes analysis,* PCA), para a classificação das bebidas oriundas do café arábica. Os eletrodos impressos oferecem uma abordagem inovadora e prática para a análise eletroquímica, apresentando vantagens como baixo custo, facilidade de uso e portabilidade. Além disso, a técnica de voltametria permite avaliar as propriedades eletroquímicas das amostras de café arábica, proporcionando uma "impressão digital" de suas características sensoriais [2]. Neste estudo, foram realizados experimentos utilizando os SPE de carbono (C110) e ouro (com cura a baixa temperatura, BT, e alta temperatura, AT). Além disso, foi empregada a voltametria cíclica para analisar algumas qualidades de bebidas de café arábica (duro mais, duro, duro riado, rio, rio zona e apenas mole). Com isso, para cada amostra foi preparada dez porções, semelhante ao *modus operandi* realizado nas cooperativas para avaliar a qualidade do café. A fim de se assemelhar a forma de preparo dos avaliadores do café, as amostras foram preparadas pesando 2,7 g do pó de café, adicionando 20 mL de água destilada a 95 ˚C, seguido por uma filtração em papel de filtro 102, e as análises foram realizadas quando a bebida alcançou a temperatura de 30 ˚C. Deste modo, foi empregado a voltametria cíclica, nas bebidas preparadas, de forma direta, sem a adição de qualquer eletrólito de suporte. Tendo como parâmetros velocidade de varredura de 100 mV s^{-1}, com incremento de potencial de 12 mV e 3 ciclos. As respostas eletroquímicas obtidas foram submetidas a PCA. Assim, foi possível reduzir a dimensionalidade dos dados e a identificação de padrões e agrupamentos nas amostras de café arábica com base nas características eletroquímicas. Com base nas análises de PCA, o SPE-BT apresentou melhor performance para estabelecer um modelo de classificação eficiente para as bebidas de café arábica. Os resultados obtidos demonstraram a eficácia do emprego de eletrodos impressos associados a voltametria e PCA na distinção e classificação das bebidas de café arábica com alta precisão e confiabilidade.

Agradecimento: Os autores agradecem o apoio fornecido pelos órgãos de fomento CAPES, CNPq e FAPES (edital n˚ 16/2022), além do apoio técnico fornecido pelo LPDE. Por fim, os autores gostariam de agradecer também a parceria com a empresa ASM - Indústria de Alimentos Santa Maria LTDA por fornecer as amostras e auxiliar no tratamento de dados.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Bruna Bossard, Leonardo M. A. Ribeiro, Douglas P. M. Saraiva, Hiago N. Silva, Marcos M. Toyama, Henrique E.Toma, Mauro Bertotti

Nome dos Apresentadores: Bruna Bossard, Leonardo M. A. Ribeiro, Douglas P. M. Saraiva, Hiago N. Silva, Marcos M. Toyama, Henrique E.Toma, Mauro Bertotti, Bruna Bossard

Instituição de Ensino: Instituto de Química da Universidade de São Paulo, Instituto de tecnologia Mauá

ESTUDO COMPARATIVO DE ABORDAGENS DE MODIFICAÇÃO DA SUPERFÍCIE ELETRÓDICA EMPREGANDO PORFIRAZINA PARA A DETECÇÃO DE ÓXIDO NÍTRICO (NO)

Resumo: A molécula de óxido nítrico (NO) é conhecida como um importante sinalizador intercelular para modulação imunológica, neurológica e vascular. A detecção direta do NO ainda é um desafio devido a fatores como baixa concentração, interferentes e calibração *in vivo*[1]. O uso de sensores eletroquímicos modificados é uma abordagem para superar estes empecilhos. A porfirazina é uma classe de compostos em destaque para a modificação de sensores eletroquímicos devido à promoção de efeitos catalíticos e aumento de sensibilidade[2]. Neste contexto, o trabalho tem por objetivo desenvolver um sensor eletroquímico para NO empregando uma nova porfirazina, a TRuClPhenCoTPyPz (ClPhenCo), comparando duas abordagens para modificação da superfície, *dip coating* e eletropolimerização. Inicialmente, a ClPhenCo foi eletrocaracterizada com um macroeletrodo de platina (d = 3,8 mm), constatando-se que ela é eletropolimerizável pela redução do ligante Cl-phen liberando Cl_2 e formando ligações C-C entre os ligantes periféricos em E = -1,8 V *vs* Ag|$AgNO_3$, resultando na deposição de filmes na superfície do eletrodo. O microeletrodo foi construído pela inserção de uma fibra de platina (d = 25 µm) em uma ponta de micropipeta preenchida com resina epóxi para isolamento da fibra com o contato elétrico externo feito com fio Ni-Cr e *carbon black*[3]. A modificação da superfície do eletrodo com ClPhenCo foi realizada por dois métodos diferentes: por *dip coating* e por eletropolimerização. O *dip coating* foi realizado em uma solução metanólica de ClPhenCo 0,1 mM, e a otimização deste procedimento foi monitorada por voltametria cíclica em solução aquosa de NO 0,9 mM em PBS (pH =7) com remoção do O_2 dissolvido pelo borbulhamento com argônio. O melhor resultado foi obtido com duas deposições com o tempo de 2 min cada, o que promoveu um aumento de corrente de 2,5 vezes em relação ao eletrodo polido. Para a eletropolimerização, foi realizada em uma solução de ClPhenCo 0,1 mM em acetonitrila seca empregando $TBAF_6P$ 0,1 M como eletrólito de suporte e a modificação foi realizada por amperometria em E = -2,0 V *vs* Ag|$AgNO_3$. Observou-se que melhor resultado foi obtido com t =15 s, o que promoveu um aumento de duas vezes em relação ao eletrodo polido, e um *shift* do potencial de *onset* de 50 mV. Posteriormente, será caracterizado e avaliado o desempenho analítico dos sensores com a superfície modificada com as diferentes técnicas por meio de curva de calibração e análise de interferentes.

Agradecimento: FAPESP, CNPq, Instituto de Química da Universidade de São Paulo.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Daniela Nunes da Silva, Arnaldo César Pereira

Nome dos Apresentadores: Daniela Nunes da Silva, Arnaldo César Pereira, Daniela Nunes da Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São João Del-Rei

SIMPLE AND DISPOSABLE DEVICE BASED ON SCREEN-PRINTED CARBON ELECTRODE FOR DETECTION OF CIPROFLOXACIN

Resumo: Ciprofloxacin (CPX) is a second-generation fluoroquinolone antibiotic applied to treat several infectious diseases. CPX is not fully metabolized and considering the environmental aspect, is less susceptible to bacterial decomposition processes and as a consequence remains in the environment for a longer period in comparison with other antibiotics. Antibiotic residues threaten the ecological balance and can cause various human health problems Therefore, highly sensitive and simple methods that provide reliable detection of CPX in environmental samples are needed. As a viable alternative, the carbon electrodes screen-printed (SPEs) have been utilized to design disposable and portable electrochemical sensors for the environmental monitoring of various compounds. Thus, the present work consisted of the immobilization of gold nanoparticles (AuNPs) on the surface of an electrode printed supported by polyethylene terephthalate (PET) for the detection of ciprofloxacin. The working and counter electrodes were printed with conductive ink based on graphite, carbon black (CB), nail polish, and acetone by a screen-printing method, and a silver/silver chloride ink in the development of the reference electrode. The AuNPs were synthesized by the Turkevich method. The proposed electrode called, SPE-CB- AuNPs, was compared with the configurations SPE (electrode printed with ink containing only graphite and nail polish) and SPE-CB (electrode printed with ink based on graphite, CB, and nail polish). The oxidation of CPX is irreversible and occurs at the -NH group.CPX oxidation on SPE-CB-AuNPs occurred at +0.79V and showed a shift in potential by about 40 mV to a less positive value, concerning the SPE electrode. A +403% increase in the peak current for the oxidation of CPX at the modified electrode confirms the increase in active surface area and is an indication of a catalytic effect of the constituent nanomaterials of the sensor, AuNPs, and CB. Under optimized conditions, the developed sensor provided a linear range from 0.050 to 86.50 μmol L^{-1}, limits of detection of 0.015 μmol L^{-1}, and quantification of 0.050 μmol L^{-1}. The method was effectively applied to monitor CPX in samples of water and pharmaceutical formulation and exhibited excellent recovery values (between 97 and 102 %). The SPE-CB-AuNPs is simple, inexpensive, and stable and it showed a low detection limit and wide linear range compared to the recently reported sensors for the detection of CPX.

Agradecimento: UFSJ, DCNAT, FQMAT, CNPq, FAPEMIG, CAPES, INCT-DATREM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Tássia Heloísa da Silveira, Ms. Lillia Iamar Leite Maciel Gama, Dr. William Reis de Araujo

Nome dos Apresentadores: Tássia Heloísa da Silveira, Ms. Lillia Iamar Leite Maciel Gama, Dr. William Reis de Araujo, Tássia Heloísa da Silveira, Ms. Lillia Iamar Leite Maciel Gama, Dr. William Reis de Araujo

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP

DESENVOLVIMENTO DE SENSOR ELETROQUÍMICO PORTÁTIL E MINIATURIZADO PARA A DETECÇÃO DE CONTAMINANTES EMERGENTES EM AMOSTRAS DE ÁGUAS

Resumo: Os contaminantes emergentes são um grupo diversificado de compostos que se tornaram uma preocupação global devido aos riscos impostos aos ecossistemas aquáticos e à saúde humana[1]. Dentre eles, a hidroquinona (HQ) é largamente empregada em produtos cosméticos e frequentemente encontrada em águas residuárias de indústrias químicas e farmacêuticas devido ao descarte e/ou tratamentos inapropriados[2]. A tartrazina (TT), é um corante amarelo da classe azo amplamente utilizado na coloração de alimentos e bebidas[3]. A cafeína (CF) é um composto psicoativo da classe das metilxantinas, largamente consumido em bebidas e assim, excretado em esgotos domésticos, sendo resistente aos métodos convencionais de tratamento de águas[4,5]. Assim, o desenvolvimento de novas tecnologias para a realização de análises e monitoramento descentralizado é importante para a rápida triagem, principalmente na saída de efluentes[2]. Neste sentido, relatamos o desenvolvimento de um sensor eletroquímico portátil e de fácil operação para a detecção de HQ, TT e CF como modelos de contaminantes emergentes. Os sensores eletroquímicos foram fabricados utilizando a técnica de serigrafia[6] em placas de fenolite com tintas condutivas de carbono e Ag/AgCl. Na sequência, o eletrodo de trabalho foi modificado com *carbon dots* sintetizados de acordo com Kasprzyk e colaboradores[7]. As caracterizações voltamétricas dos 3 analitos foi realizada por meio da técnica de voltametria cíclica e indicaram que as espécies apresentam processos de oxidação e são dependentes do pH do meio. Sob as condições ótimas, construiu-se curvas analíticas para os 3 analitos utilizando a técnica de voltametria de onda quadrada em meio de tampão Britton-Robinson 0,1M (pH=2,0). A HQ apresentou linearidade entre os valores de pico de corrente com os valores de concentrações na faixa de 200 a 450 µM e limites de detecção (LD) e quantificação (LQ) de 35,5 e 117,2 µM, respectivamente. A tartrazina apresentou boa linearidade no intervalo de concentrações de 2 a 50 µM com LD e LQ de 2,56 e 8,46 µM, respectivamente. Já a curva analítica construída para a cafeína apresentou linearidade para valores de concentrações na faixa de 150 a 500 µM com LD e LQ de 31,17 e 102,8 µM, respectivamente. Com base nos resultados analíticos e baixo custo de fabricação dos sensores, permitindo seu uso descartável, podemos apontá-los como ferramentas promissoras para o monitoramento e triagem destes contaminantes emergentes nas saídas de efluentes.

Agradecimento: IQ-UNICAMP, CAPES, CNPq e Fapesp.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Juliana Luz Melo Gongoni, Fernando Amaral Fernandes, Lauro Antônio Pradela-Filho, Gabriel Negão Meloni, Thiago Regis Longo Cesar da Paxião

Nome dos Apresentadores: Juliana Luz Melo Gongoni, Fernando Amaral Fernandes, Lauro Antônio Pradela-Filho, Gabriel Negão Meloni, Thiago Regis Longo Cesar da Paxião, Juliana Luz Melo Gongoni

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo

CONTROLLING THE ATMOSPHERE CONDITIONS FOR CO_2 LASER PYROLYSIS OF PAPER-BASED SENSORS

Resumo: The development of disposable electrochemical sensors has grown significantly in the last decades [1]. Among the techniques used for fabricating these devices is CO_2 laser patterning, an automated method capable of producing reproducible electrodes and allowing fabrication scalability [2,3]. This study reports on fabricating electrodes by CO_2 laser patterning on Kraft paper in different atmospheres, including argon, oxygen, and ambient conditions. The electrochemical behavior of the electrodes was evaluated with three redox probes: Potassium ferricyanide, ascorbic acid, and hexaammineruthenium (III) chloride. Similar voltammetric profiles were seen for hexaammineruthenium (III) chloride regardless of carbonization conditions, expected for an outer-sphere probe (surface insensitive). In contrast, the oxygen-rich atmospheres significantly changed the voltammetric profile of the inner-sphere probes, potassium ferricyanide, and ascorbic acid, indicating the formation of different functional groups in the electrode surface [3] depending on the carbonization conditions. The resulting electrodes will be next characterized by Raman and X-ray photoelectron spectroscopies to elucidate the chemical composition of the surface. These results suggest that it is possible to control the surface composition of electrodes fabricated by CO_2 laser patterning, allowing the fabrication of electrodes "tuned" for particular sensing applications, which we will explore further.

Agradecimento: CAPES, CNPq e FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Juliana Ferreira de Brito

Nome dos Apresentadores: Juliana Ferreira de Brito, Juliana Ferreira de Brito

Instituição de Ensino: Instituto de Química de Araraquara - UNESP

ELECTROANALYTICAL CONTRIBUTIONS FOR CLEAN ENERGY PRODUCTION AND ENVIRONMENTAL REMEDIATION

Resumo: Our energy generation causes significant environmental impacts, as well as other industrial processes on which our current lifestyle is based. We must change this scenario by producing clean energy and treating the waste we generate. Among the various environmental problems existing in our society, wastewater generation has considerably increased, leading to undesirable effects on human health and natural resources[1]. Equally important are the CO_2 emissions and their consequences for the Earth's climate[2]. The use of fossil fuels and certain widely employed industrial processes are major contributors to CO_2 emissions. A prime example is the production of ammonia, which is essential for agricultural advancement[3]. However, its manufacture through the Haber-Bosch process accounts for approximately 3% of all energy consumed on the planet[3], in addition to utilizing around 5% of the world's natural gas production and generating hundreds of millions of tons of CO_2 annually[4]. Proper waste treatment, as well as alternatives to fossil fuels and processes for chemical compound production, are crucial to address these issues. In this regard, (photo)electrochemical techniques such as electrocatalysis (EC) and photoelectrocatalysis (PEC) can aid in the clean and cost-effective treatment of wastewater, while also generating new fuels and commercially valuable chemical compounds. Reduction reactions can be specifically applied to (i) CO_2 molecules, producing fuels like alcohols, ketones, and aldehydes, among others, (ii) N_2 molecules, generating NH_3, and (iii) H^+ species, producing H_2. Oxidation reactions can be employed for organic and inorganic molecules present in real effluents, aiming to treat contaminated water before its disposal[5]. Electrochemistry and electroanalytical chemistry can contribute not only to those redox reaction process but also to the synthesis of catalytic materials utilized in both reactions, making them more cost-effective, specific, and efficient. Therefore, the field of electrochemistry and electroanalytical chemistry is essential for opening new perspectives in the generation of environmentally friendly chemical compounds with added value, clean energy production (non-petroleum energy), and minimizing the economic impact of environmental wastewater treatments.

Agradecimento: National Council for Scientific and Technological Development (Proc. CNPq #465571/2014-0 and #406156/2022-0), São Paulo Research Foundation (Proc. FAPESP #2014/50945-4 and #2022/13321-9), Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel (Proc. CAPES 88887136426/2017/00)"

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Igor Coreixas de Sá, Lucas de Faria, Amanda Nicotte, Amanda Garcia, Rafael Dornellas, Wagner Pacheco

Nome dos Apresentadores: Igor Coreixas de Sá, Lucas de Faria, Amanda Nicotte, Amanda Garcia, Rafael Dornellas, Wagner Pacheco, Igor Coreixas de Sá

Instituição de Ensino: Universidade Federal Fluminense

A NEW GRAPHITIC CARBON NITRIDE-GRAPHITE/PLA ($g\text{-}C_3N_4$-C/PLA) FILAMENT FOR THE MANUFACTURE OF ALL-IN-ONE 3D PRINTED ELECTRODE FOR THE DETERMINATION OF BRILLANT BLUE (E133) IN ISOTONIC DRINKS

Resumo: Recently, additive manufacturing often referred as 3D printing has been remodeling many research areas. Due to its cost-effectiveness and unprecedented capability of fabricating new materials and designs, this technology enables the production of electrochemical sensors for various applications. Most 3D printed electrodes that have been published are made of commercially available filaments[1]. However, these filaments contains high amounts of insulating material, to avoid this drawback many physical and chemical treatments have been tested. In this study, a new filament of graphite and PLA doped with carbon nitride ($g\text{-}C_3N_4$) is used for the manufacture of an all-in-one electrode determine the dye Brilliant Blue. To synthesize the $g\text{-}C_3N_4$, 10g of urea was heated at 773 K for 2h at a heating rate of 5 K/min in a crucible. The preparation of the carbon nitride filament is adapted from previous works[2] and briefly consists of mixing 30g of PLA in a mixture of acetone/chloroform (3:1) under reflux with the addition of 17.5g of graphite powder and 2.5g of $g\text{-}C_3N_4$. The mixture was filtered, dried, and cut into pieces to be extruded into filaments of 1.75mm diameter. Customized 3D resin platforms were printed and used as a support for the deposition of the proposed composite into three electrodes (working, pseudo-reference and counter) by using an affordable 3D pen and copper wires. The electrodes were polished on wet sandpapers without additional surface treatment. The electrochemical response of the $g\text{-}C_3N_4$-C/PLA as well as the C/PLA were assessed using 1mM $[Fe(CN)_6]^{-3/-4}$ as a redox probe in 0.1 mol L^{-1} KCl as supporting electrolyte. CV studies revealed that the proposed electrode had higher peak currents and better reversibility when compared with the C/PLA electrode. As for the EIS studies, Rct values were estimated for $g\text{-}C_3N_4$-C/PLA and C/PLA obtaining 1.2 and 3.8 kΩ respectively. This lower resistance displays a synergistic effect between the graphite and the semiconductor $g\text{-}C_3N_4$, enhancing the electron transport resulting in a more interconnected network. For the determination of the dye, pH 4 was selected as having the higher oxidation peak using the BR buffer 0.04 mol L^{-1} and the quantification was carried out using SWV 1.0 to 1.6V, Amplitude of 100mV. A linear relationship was observed (R^2=0.998), LOD=50µg L^{-1} To evaluate the accuracy, recuperation tests ranged from 92-105% and method comparison with UV-Vis spectrometry showed no statistical difference.

Agradecimento: CAPES, FAPERJ, CNPQ, UFF.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rafael do Prado Kawanishi, Suysia Ramos D'Almeida, Rafael Martos Buoro

Nome dos Apresentadores: Rafael do Prado Kawanishi, Suysia Ramos D'Almeida, Rafael Martos Buoro, Suysia Ramos D'Almeida

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo

GREEN SYNTHESIS OF SILVER NANOPARTICLES IN DEEP EUTECTIC SOLVENT AND ITS APPLICATION IN THE MODIFICATION OF CARBON PASTE ELECTRODE FOR DETECTION OF BISPHENOL A IN BOTTLED WATER

Resumo: The investigation of the applicability of Deep Eutectic Solvent (DESs) in the field of nanoparticle synthesis has of great interest due to DES unique properties. DESs can be defined as a mixture of two compounds when at a particular molar ratio, having a melting point significantly lower than that of either individual component [1]. In this work, a DES-silver nanoparticle modification (RE-AgNPs) was proposed for the modification of carbon paste electrodes [2]. Reline was synthesized adapting the method proposed by Abbott [1]. Choline chloride (HBA) and Urea (HBD) were mixed simultaneously in a 1:2 (nHBA/nHBD) ratio under vigorous stirring and controlled temperature (80˚C). The AgNPs was synthesized adapting the method proposed by Lemes [3]. A mixture of 3.0 mL of reline previously heated to 105 °C, 0.5 mL of tri sodium citrate solution (14.6 mg) was added and 0.250 mL of $AgNO_3$ solution (91.1 mg) was prepared and kept under heating until a yellow color appeared. The carbon paste composite was prepared by substituting a fraction (10%) of the binder (mineral oil) by the RE-AgNPs. The electroanalytical performance of the electrodes was evaluated and characterized using cyclic and square wave voltammetry. The modified carbon paste electrodes (CPE/RE_AgNPs-10%) showed the increased peak values for the oxidation of BPA when compared to CPE and CPE/RE demonstrating a synergistic interaction between the DES and AgNP Due the higher sensitivity of proposed sensor, this electrode was successfully applied to quantify *BPA* in bottled water, in both carbonated and non-carbonated samples.

Agradecimento: CNPq, Fapesp (2017/13307-8) and Capes.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Igor Gabriel Silva Oliveira (PG), Adriana Calonga da Silva (IC), Fernando Colombo Gallina (IC), Silvia Maria Martelli (PQ), Willyam Róger Padilha Barros (PQ)

Nome dos Apresentadores: Igor Gabriel Silva Oliveira (PG), Adriana Calonga da Silva (IC), Fernando Colombo Gallina (IC), Silvia Maria Martelli (PQ), Willyam Róger Padilha Barros (PQ), Igor Gabriel Silva Oliveira

Instituição de Ensino: Universidade Federal da Grande Dourados

PRINTED POLYMERIC ELECTROCHEMICAL PLATFORMS FOR STRIOL AND FOLIC ACID DETECTION

Resumo: Screen-printed electrodes (SPEs) have the advantages of being cheap, simple, with good reproducibility, wide range of materials and production scalability, in addition to being versatile.[1,2] Thus, this work aimed to develop and modify different SPEs based on carbonaceous material and conductive polymers for striol (E3) and folic acid (FA) detection. The SPE was defined in the dimensions of 3.5cm x 2.0cm, using polyethylene sheets as substrate. The SPE ink was made using powdered graphite as conductive carbonaceous material and stained-glass varnish (Acrilex) as binder. The characterization was performed by cyclic voltammetry (CV) using 1.0 mMol (KCl 0.1M) $Fe(CN)^{3-/4-}$. The proportions of graphite/varnish and the number of ink layers were studied in order to obtain the ideal parameters, using the reversibility parameters. The SPE response stability was studied by chronoamperometry, while the intraday, interday and cyclic stability studies were performed by CV. For the E3 detection, the SPE was modified with electrodeposited Au and electropolimerizated ß-cyclodextrin (ß-CD), obtaining the SPE/Au/p-ß-CD. On the other hand, the FA detection, the the electrochemical platform used was Printex 6L carbon at chitosan (CP6L@Chi) plus electrodeposited Au and polyaniline@ deep eutectic solvent (Pani@DES), obtaining the sensor SPE/CP6L@Chi/Au/Pani@DES. The detection of both analytes was performed using differential pulse voltammetry (DPV), in the potential range from -0.2 to +1.0 V, using a fixed concentration of analyte (2×10^{-4} M) in 0.1M PBS (pH 7.0) and 0.1M BR buffer (pH 6.0) for E3 and FA, respectively. For E3, SPPE/Au/p-ß-CD presented higher current peak (1.18 µA at +0.19 V) than SPE and SPE/p-ß-CD, which obtained currents of 0.26 µA and 0.58 µA, respectively. In the FA detection, SPPE/CP6L@Chi/Au/Pani@DES presented a current peak equal to 2.89 µA at +0.53 V, being this value higher, when compared to the electrodes CP6L@Chi and CP6L@Chi/Au, which obtained currents of 0.79 µA and 2.00 µA, respectively. The electrochemical platforms are promising for detection and quantification of E3 and FA in different biological and clinical samples.

Agradecimento: CAPES and CNPq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Mayane Sousa Carvalho[1], Lucas Vinicius de Faria[1], Diele Aparecida Gouveia Araújo[2], Thiago Regis Longo César Paixão[2], Eduardo Matias Richter[1], Rodrigo Alejandro Abarza Muñoz[1]

Nome dos Apresentadores: Mayane Sousa Carvalho[1], Lucas Vinicius de Faria[1], Diele Aparecida Gouveia Araújo[2], Thiago Regis Longo César Paixão[2], Eduardo Matias Richter[1], Rodrigo Alejandro Abarza Muñoz[1], Mayane Sousa Carvalho, Diele Aparecida Gouveia Araújo

Instituição de Ensino: [1]Universidade Federal de Uberlândia, 2 Universidade de São Paulo

TRATAMENTO QUÍMICO/ELETROQUÍMICO COMBINADO COM IRRADIAÇÃO A LASER: UMA ESTRATÉGIA PARA APRIMORAR A RESPOSTA DE ELETRODOS DE CARBONO IMPRESSOS EM 3D PARA DETECÇÃO DE CONTAMINANTES EMERGENTES

Resumo: A produção de sensores eletroquímicos impressos em 3D usando filamentos condutores (principalmente usando de negro de fumo em ácido poliláctico (CB/PLA)) vem proporcionando um grande avanço nas aplicações eletroanalíticas. No entanto, devido ao baixo material condutivo(~22% w/w), pesquisadores propuseram protocolos de ativação da superfície desses sensores visando expor os sítios ativos condutores [1] . Além de tratamentos químicos e eletroquímicos, o uso de gravação a laser de CO 2 tem sido reportado na literatura como alternativas promissoras para melhora do desempenho eletroquímico de eletrodos CB/PLA impresso em 3D (3D-CB/PLA) [2,3] . Portanto, propõem-se aqui avaliar o efeito da irradiação à laser (IL) combinado com o tratamento químico/eletroquímico (QE) para aprimorar a performance eletroquímica do 3D-CB/PLA visando a detecção de hidroxicloroquina (HCQ) e paracetamol (PRT). Para o tratamento IL foi empregada uma impressora homemade 3D Hypercube em um arranjo Core-XY contendo uma fonte de laser (3,5 W; 405-449,2 nm, da Eleksmaker) fixada no manipulador adaptado a partir da substituição do extrusor de uma impressora do tipo FDM [4] , e o tratamento QE foi adaptado de um estudo prévio do nosso grupo de pesquisa [5] . Os eletrodos foram impressos em formato retangular (33 mm x 11 mm x 2mm) via FDM e após polimento mecânico e, uma área de 0,57cm 2 destes foi submetida a ablação a laser UV, variando a proporção de intensidade de potência entre 10-18 %), e velocidade (10-30 mm s -1). Sob as condições ótimas, P de 16 % (0,56W) e V de 30 mm s -1 foi investigado o efeito do tratamento QE na superfície do sensor. Usando o eletrodo com tratamento combinado (IL/QE) e [Fe(CN) 6] 3-/4- como sonda redox, melhor reversibilidade e menor resistência a transferência de carga (I pa /I pc =1,03 e Δ Ep = 247mV, Rct = 2.89 KΩ) foi obtido em comparação aos eletrodos não tratados sem nenhum tratamemto(I pa /I pc =0,58 e Δ Ep = 891 mV, Rct = 204 KΩ) e tratados QE (I pa /I pc =1,02 e Δ Ep = 322 mV, Rct = 8,78 KΩ) evidenciando melhora na resposta eletroquímica do sensor. A aplicabilidade do sensor 3D-CB/PLA-IL-QE foi avaliada para a detecção de HCQ e PRT por voltametria de onda quadrada. Faixas lineares de 0,25-12,60 µmol L -1 e 1-30 µmol L -1 foram obtidas para HCQ e PRT. Além disso, os LD de 0,04 e 0,10 µmol L -1 , e os LQ de 0,14 e 0,33 µmol L -1 , nesta ordem HCQ e PRT, indicam que a proposta é promissora para monitorar baixos níveis de concentração destes contaminantes em ambientes aquáticos.

Agradecimento: FAPEMIG, CAPES, CNPq, UFU, USP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ellem de França Lima, Jaciara de Sousa da Silva, Paulo de Tarso Garcia, Tarciso Silva de Andrade Filho

Nome dos Apresentadores: Ellem de França Lima, Jaciara de Sousa da Silva, Paulo de Tarso Garcia, Tarciso Silva de Andrade Filho, Ellem de França Lima

Instituição de Ensino: UNIFESSPA - Universidade do Sul e Sudeste do Pará

UTILIZAÇÃO DE SENSORES ELETROQUÍMICOS PORTÁTEIS PARA DETERMINAÇÃO DE DROGAS USADAS NO GOLPE "BOA NOITE CINDERELA"

Resumo: O golpe "Boa Noite, Cinderela" é um crime facilitado por drogas e é caracterizado quando um indivíduo é vítima de um ato criminoso estando sob o efeito de álcool ou drogas atuantes no sistema nervoso. As drogas frequentemente utilizadas nesse golpe, de acordo com a sua principal ação no Sistema Nervoso Central são: 1) depressores: opiáceos/opioides, etanol e barbitúricos, como é o caso da flunitrazepam; 2) estimulantes: cocaína ou crack, anfetaminas, metanfetaminas (como MDMA) e anorexígenos; 3) perturbadores: drogas alucinógenas, como lidocaína, psilocibina, mescalina e canabinoides. A proposta do estudo é desenvolver metodologia analítica para a determinação de drogas utilizadas no golpe "Boa noite Cinderela", com ênfase no flunitrazepam, utilizando sensores eletroquímicos portáteis. Foram utilizados sensores fabricados em plástico pelo método de serigrafia, contendo um arranjo de três eletrodos, sendo o eletrodo de trabalho e auxiliar composto de tinta de carbono e o eletrodo de referência de tinta de prata. Visando aprimorar as respostas eletroquímicas, os parâmetros experimentais dos métodos serão otimizados, e futuramente, comparados com outros métodos reportados na literatura, como a Espectroscopia de Absorção Molecular. O processo de adsorção do flunitrazepam na superfície do eletrodo foi investigado através do método aproximado de densidade de carga auto consistente e Teoria Funcional de Densidade (SCC-DFTB), e as interações de pares são descritas pelos parâmetros de Slater-Koster. Ao aplicar os métodos computacionais foi perceptível que a interação existente entre o analito e a superfície do eletrodo de trabalho se dá por dispersão. A metodologia analítica aplicada apresentou resultados promissores para a análise do Flunitrazepam, onde percebeu-se a característica adsortiva de alguns picos. Utilizando a Voltametria de Onda Quadrada (VOQ), otimizou-se os seguintes parâmetros: amplitude, frequência, e incremento de potencial. Com a otimização dos parâmetros foi possível construir uma curva analítica, que apresentou linearidade na faixa de 4,6 mg/L a 14,4 mg/L (R^2 = 0,98), mostrando assim que o sensor demonstra potencialidade para utilização na área forense. As próximas etapas visam a aplicação em amostras de bebidas, bem como realização de testes de interferentes e comparação com técnicas convencionais.

Palavras-chave: Drogas de abuso; Flunitrazepam; Sensores Eletroquímicos Portáteis; SCC-DFTB.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: João Vitor Fernandes Paiva, Daniel A. de Azevedo, Pedro V. V. Romanholo, Sergio A. S. Machado, Lívia Florio Sgobbi.

Nome dos Apresentadores: João Vitor Fernandes Paiva, Daniel A. de Azevedo, Pedro V. V. Romanholo, Sergio A. S. Machado, Lívia Florio Sgobbi. , João Vitor Fernandes Paiva

Instituição de Ensino: Instituto de Química - Universidade Federal de Goiás, Instituto de Física - Universidade Federal de Goiás, Instituto de Química - Universidade Federal de Goiás, Instituto de Química de São Carlos - Universidade de São Paulo, Instituto de Química - Universidade Federal de Goiás.

SEQUENTIAL DETECTION OF NITRITE AND NITRATE IN DRINKING WATER BY AU/CD-MODIFIED ELECTROCHEMICAL SENSORS

Resumo: Nitrite and nitrate ions are inorganic compounds available in nature from the nitrogen cycle and are also part of metabolic processes in various organisms. In humans, nitrate reduces to nitrite forms nitrosamines that are carcinogenic, causing esophageal and gastric cancer. Due to their toxicities, the Ministry of Health and the National Council for the Environment (CONAMA) defined that the maximum limit of nitrite and nitrate in drinking water should be 1.0 mg L^{-1} and 10.0 mg L^{-1}, respectively. Based on this, electrochemical sensors have emerged as a viable alternative to quantification of this ions, since they are easy-to-construct, portable, low-cost and they are highly sensitive and enable on-site fast analyses. This work presents the sensor modification based on the electrodeposition of gold and cadmium nanoparticles on the surface of a conductive carbon ink electrode fabricated by screen printing on polyethylene terephthalate (PET) substrate for sequential detection and quantification of nitrite and nitrate in drinking water. Gold electrodeposition was performed by chronoamperometry, applying -0.3 V for 600 s in a 1.5 mmol L^{-1} tetrachloroauric acid solution. The characterization of the modified electrodes was performed by Field Emission Gun Scanning Electron Microscope (FEG-SEM), Energy Dispersive X- Ray Spectroscopy (EDS) and Time-of-Flight Secondary Ion Mass Spectrometry (TOF-SIMS). The detection was performed by Cyclic Voltammetry, monitoring the oxidation of nitrite in NaClO (0.1 mol L^{-1}) + H SO (pH 4) and the reduction of nitrate catalyzed by the electrodeposition of cadmium (1.0 mmol L^{-1}) in NaClO (0.1 mol L^{-1}) + H SO (pH 4). With this purpose, single detections of each analyte and also the sequential detection of both were performed. The analytical curve of single detection of NO^- obtained a linear range from 0.30 to 0.80 mmol L^{-1} and the limit of detection was 0.0955 mmol L^{-1} (R^2 = 0.980). The NO^- curve had a linear range from 2.0 to 70.0 µmol L^{-1} and LOD of 4,10 µmol L^{-1} (R^2 = 0.987). Regarding the analytical curve of sequential detection, the linear range for NO^- curve was 0.080 to 0.70 mmol L^{-1} and the limit of detection was 0.0247 mmol L^{-1} (R^2 = 0.996). In addition, the linear range for NO^- curve was 5.0 to 100.0 µmol L^{-1} and LOD of 7.12 µmol L^{-1} (R^2 = 0.987). The next steps will be recovery and selectivity assays and application in real samples, initially, drinking water.

Agradecimento: We thank Universidade Federal de Goiás, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Centro Regional para o Desenvolvimento Tecnológico e Inovação (CRTI) and the XXIV Simpósio Brasileiro de Eletroquímica e Eletroanalítica.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gabriel Chitolina, Sthephany V. Sebrock, Adriano R. S. Lima, Caio R. Vanoni, Cristiane L. Jost

Nome dos Apresentadores: Gabriel Chitolina, Sthephany V. Sebrock, Adriano R. S. Lima, Caio R. Vanoni, Cristiane L. Jost, Gabriel Chitolina

Instituição de Ensino: ampere - Department of Chemistry, Federal University of Santa Catarina (UFSC). Campus Trindade, 88040-900, Florianópolis/SC, Brazil.

STUDIES ON THE USE OF PRE-ACTIVATED SCREEN-PRINTED CARBON ELECTRODE FOR IN LOCO MONITORING OF NIFEDIPINE

Resumo: Nifedipine (NIF) is a widely used drug for cardiovascular diseases and for prevention of preterm labor [1]. NIF is commonly prescribed for the treatment of hypertension and is known as an emerging contaminant. In this study, screen-printed carbon electrodes (SPCEs) were used to develop a methodology for the in loco sensing of NIF, taking into account the benefits of chemical activation steps toward analytical sensitivity. In loco monitoring has attracted attention from the scientific community due to its ability to preserve the nature of both analyte and sample, which conventional methodologies frequently fail to achieve [2]. By cyclic voltammetry (CV) data collection, NIF exhibited two electrochemical processes: one for oxidation and another for reduction, at ca. -0.25 V and ca. -0.32 V (vs. Ag), respectively. Similar peak current intensities and peak-to-peak potentials indicate a quasi-reversible reaction. Higher peak current intensities were achieved using a 0.15 mol L^{-1} Britton-Robinson buffer solution (pH 7.0), with square wave voltammetry (SWV) chosen as the preferred technique due to its higher sensitivity towards the analyte. The optimized parameters and values were as follows: frequency (f) = 2 Hz, potential increment (ΔEs) = 8 mV, and pulse amplitude (a) = 40 mV. Within these parameters, two calibration curves were constructed to evaluate the pre-activation on SPCE employing Na2CO3. The concentration range investigated in the calibration curve was from 4.0 to 42 µmol L^{-1} (r^2 = 0.99481) for SPCE. The limits of detection (LOD) and quantification (LOQ) for NIF were 0.925 µmol L^{-1} and 2.804 µmol L^{-1}, respectively. For the aSPCE, two linear ranges were obtained within the calibration curve, where the first is between 4 to 8 µmol L^{-1} (r^2 = 0.99907) and the second from 12 to 28 µmol L^{-1} (r^2 = 0.99980). For the first linear range, the LOD = 0.442 µmol L^{-1} and LOQ = 1.340 µmol L^{-1}. For the second, LOD = 0.699 µmol L^{-1} and LOQ = 2.121 µmol L^{-1}. The proposed electroanalytical method for NIF sensing along with the pre-activation step is promising for in loco monitoring regarding the presence of emerging contaminants in the environment. Results have shown great potential for the development of new methodologies aiming to improve the electrochemical response of commercial screen-printed electrodes.

Agradecimento: The authors would like to thank the funding agencies CNPq and FAPESC (Chamada pública FAPESC N° 03/2022, 2022TR001391, CLJ) for granted scholarships and financial support. Gabriel Chitolina wishes to thank UFSC for the undergrad scholarship (PIBIC-UFSC/CNPq 2022-2023).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Enedina Sena Alves de Lima, Sara Alves da Cunha, Lenon Medina Ferreira, Eliézer Quadro Oreste, Luiz Antonio De Almeida Pinto, Tito Roberto Sant'Anna Cadaval Junior

Nome dos Apresentadores: Enedina Sena Alves de Lima, Sara Alves da Cunha, Lenon Medina Ferreira, Eliézer Quadro Oreste, Luiz Antonio De Almeida Pinto, Tito Roberto Sant'Anna Cadaval Junior, Enedina Sena Alves de Lima, Lenon Medina Ferreira

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Rio Grande (FURG)

CARBON PASTE SENSOR MODIFIED WITH SOYBEAN BIOCHAR APPLIED TO THE DETERMINATION OF TARTRAZINE IN JUICES

Resumo: Annually, tons of agro-industrial waste is generated from the processing of various raw materials. In Rio Grande do Sul, the soybean crop has great economic relevance, occupying approximately 6.568 million hectares of total planted area[1]. However, this biomass, which is an environmental passive, can be used to obtain new products, such as biochar (BC), which is obtained through the pyrolysis of the residue under different conditions of temperature and time in a system with low oxygen content. BC can be used to obtain chemically modified electrodes[2] and this modification can improve the catalytic properties of the electrodes that can be applied to organic compound technology, such as tartrazine (TZ), which is an azo compound used in food and which can cause allergies, among other health problems[3]. In this work, different pyrolysis conditions were used to obtain BC from soybeans residue and the same was used to obtain a chemically modified carbon paste electrode (CMCPE) with BC through the maceration of 70% graphite powder, 20 % mineral oil and 10% BC for 40 minutes. In preliminary tests, the best voltammetric responses (DPV) for TZ in 0.1 mol L^{-1} pH 2 phosphate buffer were obtained when the material was burned at 373 °C for 49 min and this modification increased the sensor response by 60% when compared to the unmodified electrode. The best proportion of BC (2.5 to 10%) was also evaluated, with the highest response being obtained with 5% of the material. Afterward, the influence of voltammetric parameters in the determination of TZ was evaluated and the highest current responses were obtained at E_{step} of 0.01 V and amplitude of 0.12 V (deposition potential was set at 0.5 V, deposition time of 10 seconds, initial potential of 0.5 V, final potential of 1.2 V, time modulation of 0.01 s, time delay of 0.1 and scan rate of 80 mV s^{-1}). We are currently in the stage of validating and obtaining figures of merit for the method for further analysis of powdered juice samples that will be purchased in the local market. Additionally, BC is being characterized by Scanning Electron Microscopy, Fourier Transform Infrared Spectroscopy, BET as well as the electrodes will be characterized by Cyclic Voltametry and Electrochemical Impedance Spectroscopy.

Agradecimento: Fapergs, CNPq, Capes.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Mayra Venturini Paschoarelli, Ms. Lucas Felipe de Lima, Prof. Dr. William Reis de Araujo

Nome dos Apresentadores: Mayra Venturini Paschoarelli, Mayra Venturini Paschoarelli, Ms. Lucas Felipe de Lima, Prof.

Dr. William Reis de Araujo

Instituição de Ensino: Universidade Estdual de Campinas (UNICAMP)

LASER-SCRIBED POROUS GRAPHENE ELECTRODE MODIFIED WITH PRUSSIAN BLUE AS A SENSITIVE TRANSDUCER FOR ELECTROCHEMICAL ENZYMATIC BIOSENSORS

Resumo: Hydrogen peroxide (H_2O_2) is a powerful oxidizing agent and is used in fuel cells and food systems.[1] In addition, H_2O_2 plays an important role in several biological systems and originated as a byproduct of oxidase enzyme activity. Several examples of relevant enzymes, such as glucose oxidase, lactate oxidase, and alcohol oxidase can be mentioned. Therefore, the determination of H_2O_2 levels is of great relevance for the development of biosensors for indirect quantification of target biomarkers or in kinetics studies of enzymatic activity. The laser scribing graphene (LSG) technique is a promising technology to pattern graphene-based electrodes in non- conductive polymeric materials, such as polyimide (PI) substrate by localized and controlled superficial carbonization induced by CO_2 laser radiation.[2] Because of its simple manufacturing route without the need for additional chemicals or sophisticated laboratory infrastructure, the LSG method is a versatile and suitable method for development of high- performance sensors[3]. Therefore, in this work, we fabricated and optimized an LSG sensor consisting of a 3-electrodes configuration on PI film. Under optimal lasing conditions (laser power of 10.5% and speed of 40 mm/s), the electrochemical sensor presented a low resistance to change transfer of 20 Ω and a heterogeneous electron transfer constant (k^0) of $2.2x10^{-3}$ cm/s for the ferri/ferrocyanide redox probe. The Raman spectra and micrograph images of the LSG material demonstrated a graphene derivative material with high structural defects and porosity, which can contribute to catalytic sites and active area for the sensor. In sequence, Prussian Blue was synthesized adapting the method reported by Sgobbi[4] and the nanomaterial was dispersed in a 5% Nafion solution (2 mg/mL). This suspension was used to modify the working electrodes by drop-casting method. Using the optimized volume of 4 µL of the modifier, an analytical curve for H_2O_2 detection in the concentration range of 200 to 2,000 µmol L^{-1} in 0.1 M KCl solution by the chronoamperometry technique applying -0.05 V was constructed. A limit of detection of 50.8 µmol L^{-1} was calculated (3s/S). The reproducibility of the devices was evaluated by testing 6 sensors and a relative standard deviation of 5.5% was obtained, showing adequate manufacturing reproducibility. These attractive features highlight the potential of the device to be used as an eco-friendly and simple manufacturing transducer for enzymatic biosensors.

Agradecimento: We thank SAE/Unicamp, Capes, CNPQ and FAPESP for funding this study.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Mathias Stahl Kavai. William Reis de Araujo

Nome dos Apresentadores: Mathias Stahl Kavai. William Reis de Araujo, Mathias Stahl Kavai

Instituição de Ensino: Instituto de Quimica UNICAMP

DEVELOPMENT OF FLEXIBLE AND BIODEGRADABLE THERMOPLASTIC ELECTROCHEMICAL SENSOR FOR IMIDACLOPRID DETECTION

Resumo: Imidacloprid (IMC) is an insecticide of the neonicotinoids class and one of the most used insecticides in the world. Considering only 2020, more than 9.4 thousand tons of IMC were sold in Brazil[1]. However, recent studies demonstrate that IMC presents great risks to organisms that are essential for crops, such as bees[2]. Moreover, it has been reported toxicity for mammals[3]. Another environmental concern is related to the massive use of nonrecyclable or biodegradable plastics that persistently pollute and cause severe impacts on the fauna and flora[4]. Therefore, herein, we developed a novel biodegradable and flexible thermoplastic sensor composed of poly(butylene adipate-co-terephthalate) (PBAT) and graphite microparticles for on-site monitoring of imidacloprid. Briefly, the PBAT was mixed with graphite powder and dissolved in a mixture of 3:1 (v/v) chloroform:dimethylformamide. This mixture was transferred to a petri dish and evaporated the solvents in an oven at 70 °C up to dry and form the conductive film. The thermoplastic films were cut, fixed in a flexible PBAT sheet, and used as a counter and working electrodes. A conductive Ag/AgCl ink was used to paint the pseudoreference electrode and to improve the electrical contacts of the sensor. Lastly, a hot glue barrier was applied to limit the electrode area. The composition of the film was optimized and a 30% (m/m) graphite was selected due to the adequate balance between the high moldability/stretchability and electrochemical performance. To improve the sensor's performance, an anodic surface pretreatment (applying 2.0V for 120s in 0.2 M KOH) was used. The electrochemical characterization of IMC by cyclic voltammetry (CV) showed that this insecticide presents an irreversible reduction process at -1.x V (pH=6). A mass transport study involved in the reduction of IMC was evaluated by CV measurements and revealed that the redox process is majority controlled by adsorption. The study of the pH effect on the voltametric response of IMC was performed using differential pulse voltammetry (DPV) in the pH range from 2 to 10. This study revealed the reduction process of IMC is pH-dependent in the interval of pH 2 to 8, involving a 1:1 electron:proton ratio. For quantification purposes, the optimal detection was obtained at pH 6. Thus, using an optimized DPV method, an analytical curve was constructed with a linear response in the concentration ranging from 5 to 100 µM IMC, resulting in a detection limit of 1.04 µM.

Agradecimento: Fapesp (Grant number: 2022/09639-3), CAPES, CNPq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Isabelle de O. Borges, Rayane B. Goularte, Caio R. Vanoni, Daniela Z. Mezalira, Luciano Vitali, Hellen K. Stulzer, and Cristiane L. Jost

Nome dos Apresentadores: Isabelle de O. Borges, Rayane B. Goularte, Caio R. Vanoni, Daniela Z. Mezalira, Luciano Vitali, Hellen K. Stulzer, and Cristiane L. Jost, Caio R. Vanoni

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). Departamento de química e farmácia. Campus Trindade, 88040-900, Florianópolis/SC, Brazil.

DEVELOPMENT OF A NEW RENEWABLE CARBON-PASTE-BASED SENSOR FOR THE ELECTROCHEMICAL DETERMINATION OF DIAZEPAM IN DISTILLED SPIRITS

Resumo: Diazepam (DZP) is a benzodiazepine with long-lasting anticonvulsant, anxiolytic, sedative, muscle relaxant and amnesic properties. Despite being a controlled substance, DZP is low-priced and easily found on the illegal market. This substance is known as a date rape drug[1], which may be detected in a significant number of samples related to drug-facilitated sexual assaults. Therefore, it is crucial to prioritize the development of faster and more cost-effective techniques for detecting this substance. Thus, this work reports the preparation and characterization of a new electrochemical sensor for the determination of DZP focusing on lab daily routines. An unprecedented combination of graphite carbon, powdered glassy carbon, and multi-walled carbon nanotubes generated the sensor namely CPE/GCPE/MWCNTs, further characterized by linear stripping voltammetry (LSV), electrochemical impedance spectroscopy (EIS), and scanning electron microscopy (SEM). Cyclic voltammetry (CV) revealed that DZP electrochemical process is pH-dependent, involving an equal number of protons and electrons. The reduction of DZP occurs through the 4,5-azomethine group, forming 4,5-dihydro-diazepam, consistent with previous studies.[2-5] The data evaluation showed that the reaction on the electrode surface occurs by an irreversible and diffusion-controlled process at *ca*. -0.70 V (*vs*. Ag/AgCl(sat)). The determination of DZP was optimized using square wave voltammetry (SWV) and 0.1 mol L^{-1} B-R solution as supporting electrolyte (pH 1.0). The calibration curve was constructed in the range from 1.49 to 21.53 µmol L^{-1}; the limit of detection (LOD) was estimated as 0.33 µmol L^{-1}. DZP was quantified in spiked samples of distilled spirits through the standard addition method. Statistical analyses revealed no significant differences between the data obtained by voltammetry and the reference method based on HPLC-DAD.[6] Overall, this study demonstrates the potential of the new carbon-based electrode for the determination of DZP in distilled spirits as a viable alternative to current routine procedures.

Agradecimento: The authors wish to thank the Brazilian government agency Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) for scholarships and financial support (MCTI/CNPq/Universal 14/2014 n. 446757/2014- 4). Special thanks to the Central Laboratory of Electron Microscopy (LCME) at UFSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: L. A. Goulart (1), Marcos R. V. Lanza(2) e L. H. Mascaro(1)

Nome dos Apresentadores: L. A. Goulart (1), Marcos R. V. Lanza(2) e L. H. Mascaro(1), L. A. Goulart

Instituição de Ensino: (1) Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), (2) Instituto de Química de São Carlos (USP)

SENSOR BASEADO EM CARBONO PRINTEX L6 PARA A DETERMINAÇÃO DE MELOXICAN EM AMOSTRAS DE ÁGUAS

Resumo: A persistência e bioacumulação dos fármacos no ambiente, associado à baixa remoção destes e de seus metabólitos em estações de tratamento de águas residuais, e os seus potenciais riscos à saúde e ao meio ambiente, são uns dos grandes problemas do uso contínuo e da liberação diária destes compostos no esgoto. Isso tem se agravado com a pandemia do COVID-19. O meloxican (MLX) é um anti-inflamatório não esteroidal (NSAIDs) amplamente usado no tratamento de síndromes dolorosas agudas e crônicas, no tratamento de artrite reumatoide e outras doenças articulares [1]. Além disso, este anti-inflamatório é eficaz no alívio de diferentes tipos de dor e tem sido usado no tratamento do COVID-19. No entanto, a bioacumulação deste composto no meio ambiente pode levar a riscos potenciais ao meio ambiente e a saúde humana. Assim, vários métodos analíticos têm sido estudados para o controle de qualidade de águas contendo fármacos, entre estes estão os métodos eletroanalíticos, que apresentam elevada sensibilidade na detecção de substâncias orgânicas e inorgânicas em níveis de traço de concentração. Diferentes sensores eletroquímicos baseados em nanoestruturas de carbono têm sido investigados. O carbono Printex L6 (CPL6) é um tipo de *"Carbon Black"* com elevada área superficial e boas propriedades catalíticas [2], sendo interessante na fabricação de sensores. Dentro deste contexto, neste trabalho foi desenvolvido um sensor eletroquímico baseado em eletrodo de carbono vítreo (GCE) modificado com carbono Printex L6 (CPL6) para a detecção de MLX em diferentes matrizes de águas. O CPL6 foi disperso em DMF e depositado pelo método casting sobre GCE, obtendo-se o sensor CPL6/GCE. A caracterização morfológica dos sensores foi feita por microscopia eletrônica de varredura e o comportamento eletroquímico do CPL6/GCE foi avaliado por voltametria cíclica na presença de $K_4[Fe(CN)_6]$ e MLX, e comparado com o GCE sem modificação. Sob condições ótimas, ampla faixa linear (0,50 a 18,6 μmol L^{-1}) foi obtida na detecção de MLX, com LOD de 0,37 μmol L^{-1}. O CPL6/GCE apresentou ótimo desempenho na determinação de MLX em amostras de água real fortificada, nas concentrações de 2,84 e 14,2 μmol L^{-1}, além de excelente reprodutibilidade e estabilidade. Desta forma, os resultados sugerem que o CPL6 é um excelente material para a fabricação rápida de sensores, com elevada sensibilidade para a detecção de fármacos em amostras de águas mais complexas, o que mostra a real aplicação do método desenvolvido.

Agradecimento: CNPq, FAPESP e CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Bruno Gabriel Lucca, Natália Canhete de Moraes

Nome dos Apresentadores: Bruno Gabriel Lucca, Bruno Gabriel Lucca, Natália Canhete de Moraes

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (UFMS)

SENSOR ELETROQUÍMICO FABRICADO EM SUBSTRATO IMPRESSO EM 3D POR ESTEREOLITOGRAFIA MASCARADA (MSLA): UMA ABORDAGEM INOVADORA, SIMPLES, SUSTENTÁVEL E DE BAIXO PARA A PRODUÇÃO DE PLATAFORMAS ANALÍTICAS

Resumo: O desenvolvimento de sensores analíticos miniaturizados, sustentáveis, ecologicamente corretos, robustos e com baixo custo de produção é uma tendência atual em todo o mundo. Neste contexto, este trabalho apresenta pela primeira vez o uso de substratos impressos em 3D usando estereolitografia mascarada (MSLA, do inglês *masked stereolithography*) para a fabricação de sensores eletroquímicos de grafite por meio da técnica de desenho à lápis (PDE, do inglês *pencil drawn electrode*). O uso de um material não tóxico como o lápis (eletrodos), juntamente com uma resina de impressão 3D biodegradável (substrato), permitiu a produção de dispositivos a um custo irrisório (cerca de R$ 0,05 por sensor) e com baixo impacto ambiental. Comparado ao papel, que é o substrato mais usado para a fabricação de PDEs, o substrato impresso em 3D utilizado aqui possui as vantagens de não absorver água (hidrofobicidade), não enrugar e nem enfraquecer sua estrutura quando em contato com soluções. Essas características proporcionam sensores mais reprodutíveis, confiáveis, estáveis e duráveis. O sensor desenvolvido (denominado como 3D-PDE) possui os eletrodos de trabalho, auxiliar e pseudo- referência integrados. Um *holder* (impresso em 3D) personalizado também foi desenvolvido para acoplar o sensor. O 3D- PDE não requer procedimentos de ativação e mostrou excelente robustez e um perfil eletroquímico semelhante ao observado para o eletrodo de carbono vítreo. A aplicabilidade analítica do 3D-PDE foi explorada por meio da quantificação de omeprazol em produtos farmacêuticos. Um limite de detecção (LD) de 0,72 µmol L^{-1} foi alcançado. A faixa linear de concentração observada foi de 10 a 200 µmol L^{-1}. A análise de amostras reais forneceu resultados concordantes com aqueles obtidos por espectrofotometria UV-Vis (erro relativo ≤ 1,50%). Além disso, o alinhamento desta abordagem com os conceitos de Química Analítica Verde foi avaliado e confirmado por meio de uma metodologia quantitativa (índice *Eco- Scale*). Desta forma, o 3D-PDE surge como uma nova ferramenta analítica sustentável com grande potencial de uso na Química Eletroanalítica.

Agradecimento: CNPq, CAPES e Fundect-MS.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Adriana Calonga da Silva, Fernando Colombo Gallina, Igor Gabriel Silv Oliveira, Willyam Róger Padilha Barros

Nome dos Apresentadores: Adriana Calonga da Silva, Fernando Colombo Gallina, Igor Gabriel Silv Oliveira, Willyam Róger Padilha Barros, Adriana Calonga da Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal da Grande Dourados

FLEXIBLE SCREEN-PRINTED CARBON ELECTRODE MODIFIED WITH PANI AND FE3O4@AU FOR ETHINYLESTRADIOL DETECTION

Resumo: Ethinylestradiol (EE2) is a bioactive estrogen, synthetic female sex hormone derived from 17□-estradiol. This compound is used in several areas, such as medicine[1,2] and is one of the most common hormones found in aquatic and biota environments. Thus, it is necessary to use sensitive and sensitive techniques for EE2 detection of. The present work presents the development of a screen-printed polyethylene electrode based on modified graphite (SPPE). The SPPE was modified with a mixture of chitosan and Printex 6L carbon (P6LC) plus polyaniline (PANI) and Fe_3O_4@Au nanoparticles. In this sense, the electrode was named SPPE-P6LC@Chi/PANI/Fe_3O_4@Au. The study of graphite ink layer variation and graphite ink ratio variation were performed by CV in 1.0 mmol L^{-1} $Fe(CN)_6^{3-/4}$ at 0.1 mol L^{-1} KCl as electrolyte, demonstrating that the adhesion of 3 layers for the ratio graphite:varnish 70%/30% (w/v) obtained the best electrochemical responses to the reversibility criteria. The pH (5 to 10) study was carried out in 0.1 mol L^{-1} sodium acetate, and a greater current response was observed at 0.34 V, reaching 0.96 µA. According to the linearity (pH versus E/V) of the tolerated response, it is tolerated that the EE2 presentation mechanism corresponds to the same number of protons and electrons. Disregarding the detection of EE2 by SWW, the concentration range studied was 0.5 µmol L^{-1} to 100.0 µmol L^{-1}, obtaining LD= 0.3 µmol L^{-1}. The SPPE-P6LC@Chi/PANI/Fe_3O_4@Au is a promising sensor for EE2 detecting in different biological and clinical samples.

Agradecimento: Acknowledgments: CNPq and CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Anderson D. O. Alves1, Natália M. Caldas1, Amanda G. Batista1, Amanda S. Nicotte1, Brenno E. Danho1, Suéllen F. S. Lima1, Lucas. V. de Faria1, Wagner F. Pacheco1, Felipe S. Semann1, Rafael M. Dornellas1.

Nome dos Apresentadores: Anderson D. O. Alves1, Natália M. Caldas1, Amanda G. Batista1, Amanda S. Nicotte1, Brenno E. Danho1, Suéllen F. S. Lima1, Lucas. V. de Faria1, Wagner F. Pacheco1, Felipe S. Semann1, Rafael M. Dornellas1. , Anderson D. O. Alves

Instituição de Ensino: Universidade Federal Fluminense, Outeiro São João Batista, s/n - Niterói - RJ - Brasil, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Av. Brigadeiro Trompowsky, s/n, Rio de Janeiro - RJ- Brasil.

3D PRINTED CARBON BLACK/POLYLACTIC ACID ELECTRODE INCORPORATED WITH SILVER NANOPARTICLES APPLIED TO NITRATE SENSING IN WATER SAMPLES

Resumo: Additive manufacturing, also called 3D printing, has been causing tremendous advances in electrochemical sensing due to the availability of accessible conductive filaments, such as carbon black incorporated into the polylactic acid matrix[1]. Under such technology, electrochemical devices are produced on a large scale at reduced cost in different designs[2]. Monitoring nitrate in aquatic systems is of fundamental importance since its presence at high levels can result in adverse effects on human health[3]. Thus, we produce 3D-printed electrochemical sensors for determining nitrate in water samples. For this, a 3D pen was filled with CB/PLA filament, and the material was extruded onto a 3D-printed support (cylindrical design, using acrylonitrile butadiene styrene filament). The electrode surface was chemically/electrochemically treated using 0.5 mol L^{-1} NaOH as the supporting electrolyte and applying a potential of +1.4 V followed by -1.0 V, both for 200 s[4]. Subsequently, silver nanoparticles (AgNPs) were electrodeposited by cyclic voltammetry (CV, two successive cycles between -0.9 to +0.6) on the 3D printed CB/PLA electrode surface[5]. Scanning electron microscopy images and analysis by energy dispersive spectroscopy confirmed the presence of AgNPs on the porous carbonaceous surface. Preliminary CV studies showed that only the modified surface (CB/PLA/AgNPs) exhibited a nitrate reduction process around -1.2 V vs. $Ag|AgCl|KCl_{(sat.)}$. A square wave voltammetry (SWV) method has been proposed whose instrumental parameters (frequency of 20 Hz, step potential of 7 mV, and amplitude of 60 mV) have been carefully optimized. Under these conditions, a linear range between 10 to 100 mg L^{-1} (R^2 = 0.99) was achieved, with a detection limit of 3.4 mg L^{-1}, which is below the maximum level permitted (50 mg L^{-1}) by the World Health Organization (WHO). Repeatability (intra-electrode, n = 10) and reproducibility (inter-electrode, n = 3) studies were performed, and RSDs < 10.0 % were found, demonstrating good precision of the analysis and that the manufacturing process of the sensors was reproducible. Additionally, in the addition/recovery tests, percentage values close to 100% confirmed the accuracy and reliability of the analyses. The developed strategy can be useful for sensing nitrate in water samples in remote locations.

Agradecimento: FAPERJ.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Fernando Colombo Gallina (IC), Adriana Calonga da Silva (IC), Igor Gabriel Silva Oliveira (PG), Willyam Róger Padilha Barros (PQ)

Nome dos Apresentadores: Fernando Colombo Gallina (IC), Adriana Calonga da Silva (IC), Igor Gabriel Silva Oliveira (PG), Willyam Róger Padilha Barros (PQ), Fernando Colombo Gallina

Instituição de Ensino: Universidade Federal da Grande Dourados

DEVELOPMENT OF A SCREEN-PRINTED ELECTRODE ON BEE WAX ON CARBONACEOUS MATERIAL BASED MODIFIED WITH PRINTEX 6L CARBON@CHITOSAN AND AU FOR FOLIC ACID DETECTION

Resumo: Folic acid (FA) is a crucial vitamin for regular physiological functions, as well as, is essential for DNA and RNA formation, and it detection is relevant, mainly in biological samples[1]. The bee wax utilization emerges from the necessity of ecofriendly materials for application in species detection systems[2]. The present work proposes the development of a screen-printed electrode on bee wax based on graphite ink (SPWE) modified with Printex 6L Carbon (P6LC) at chitosan plus electrodeposited Au. The electrode was named as SPWE/P6LC@Chi/Au. For the electrodes production, the bee wax is melted on plates with thickness of 0.1 cm, being the graphite ink, applied on its surface. The same wax was reused three times, and tests made by cyclic voltammetry (CV) were carried out, resulting in electrochemical profiles that demonstrated stability, with a decay of 6,2% in current. The electrochemical characterization was performed by CV with 1.0 mmol L^{-1} (KCl 0.1 mol L^{-1}) $Fe(CN)\ 3^{-/4}$ as supporting electrolyte for the reversibility parameters. The electrode with 3 ink layers and a proportion of 70% graphite:30% varnish, obtained the best results in terms of reversibility parameters, reaching values of electroactive real area of 90.8%; $i\ /i$ = 1.04; ΔEp= 139.3 mV e K^0=1.68E^{-03} cm s^{-1}. The kinetic study was made by CV in the potential range of 5 to 100 mV s^{-1}, obtaining R^2 values of 0.99271 and 0.98993 for the anodic and cathodic linearity, respectively. The stability of the system was tested by chronoamperometry for 4,5 h, presenting a current deviation of 0.16 µA. For FA detection (2x10^{-4} mol L-1 at BR buffer, pH 6.0) at SPWE/P6LC@Chi/Au sensor , DPV was carried out and the obtained current response was 7.8 µA at +0,48 V. This sensor, when compared with other platform (SPWE), had an increase in the electrochemical sensitivity of 84%, showing that this sensor is promising for the FA quantification in various types of samples.

Agradecimento: À CNPQ.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Caroline Athaídes Miler, Juliana Martins Dias, Sara Alves da Cunha, Juliana Villela Maciel, Ananda Fagundes Guarda, Tito Roberto Sant'Anna Cadaval Junior, Luiz Antonio de Almeida Pinto, Daiane Dias

Nome dos Apresentadores: Caroline Athaídes Miler, Juliana Martins Dias, Sara Alves da Cunha, Juliana Villela Maciel, Ananda Fagundes Guarda, Tito Roberto Sant'Anna Cadaval Junior, Luiz Antonio de Almeida Pinto, Daiane Dias, Caroline Athaídes Miler, Juliana Martins Dias

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande, FURG, Universidade Federal do Rio Grande, FURG, Universidade Federal do Rio Grande, FURG ,Universidade Federal do Rio Grande, FURG, Universidade Federal do Rio Grande, FURG, Universidade Federal do Rio Grande, FURG, Universidade Federal do Rio Grande, FURG, Universidade Federal do Rio Grande, FURG

ELECTROANALYTICAL SENSOR DEVELOPED FROM SOYBEAN RESIDUES APPLIED TO CAFFEINE DETERMINATION

Resumo: The generation of residual biomass is a problem associated with the agro-industrial and environmental sector and it is of great importance to evaluate the potential to direct such waste to new applications[1]. Soybean is one of the largest commodities in the world, generating tons of waste that can be applied to the production of new materials such as biochar (BC), a carbonaceous product resulting from the pyrolysis of lignocellulosic waste[2,3]. The BC has several applications, among them the development of electrodes for the determination of analytes of pharmaceutical and environmental interest[3,4] such as caffeine (CF), a popular alkaloid widely used[5,6]. In this way, the present work proposes the manufacture of a sustainable and environmentally eco-friendly electroanalytical sensor through the use of BC, produced from soybean residues, for the development of chemically modified film electrodes (CMFE) applied to the determination of CF. For this, 20 g of the soybean residue (250 mesh) was pyrolyzed with a ramp of heating of 25 °C min^{-1} and pyrolysis at 300 °C during 120 minutes. For the manufacture of CMFE, the dispersion prepared by graphite (G) and BC was immobilized by drop-casting in the glassy carbon electrode (GCE). Planning to expand the responses of the analyses and the stability of the films, dispersions that additionally contain the biopolymer alginate (ALG) and crosslinkers (Glutaraldehyde - GLU or Epichlorohydrin - EPC) were evaluated. The sensors were kept overnight in the desiccator for solvent evaporation and were then used to evaluate the efficiency in the determination of CF by differential pulse voltammetry (DPV). The results showed that the CMFE obtained from the dispersion of G+BC+ALG was the most sensitive to the CF determination, with 55% higher current in relation to the control (G+ALG). These results reveal that the application of BC from soybean residues in the production of CMFE is advantageous, increasing the method's sensitivity. Future steps will provide the optimization of the voltammetric parameters as well as the evaluation of the stability of the CMFE and method validation that will evaluate sensitivity (LD and LQ), precision, accuracy, repeatability and selectivity. It is intended to apply the method in the determination of CF in samples of pharmaceutical interest.

Agradecimento: FURG, EQA, CAPES, CNPQ and LEEA.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Débora Nascimento Medeiros, Thiago Regis Longo César da Paixão

Nome dos Apresentadores: Débora Nascimento Medeiros, Thiago Regis Longo César da Paixão, Débora Nascimento Medeiros

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo

DEVELOPMENT OF ELECTRONIC TONGUE FOR BRAZILIAN BEER DISCRIMINATION AND ADULTERATIONS

Resumo: Beer is the most popular alcoholic beverage globally [1]. Its composition consists of macro and micronutrients that, when combined, contribute to its distinct characteristics, such as alcohol content, bitterness, sweetness, and more. Consequently, obtaining a unique “chemical fingerprint” from these compounds is possible. Typically, specific electrochemical devices detect and quantify individual compounds, whether constituents or interfering substances [2]. However, electronic tongues offer the advantage of simultaneously providing information on various quality parameters, considering beer’s complexity [3]. Furthermore, when coupled with multivariate pattern recognition techniques, the arrangement of electrochemical sensors in electronic tongues becomes a valuable tool for comprehensive and optimized data analysis. Based on this premise, the objective is to develop an electronic tongue that utilizes electrochemical measurements to differentiate between beer samples and identify potential contaminants while also focusing on cost-effective manufacturing methods. In this study, the instrumental setup of the electrochemical device included a working electrode (commercial copper, glassy carbon, and gold electrodes), an auxiliary electrode (platinum), and a reference electrode (commercial $Ag/AgCl_{KCl(sat)}$). Cyclic voltammetry was employed as the electrochemical technique to generate a distinctive “fingerprint” for each beer sample. Data visualization and analysis were conducted using the *Statistica* software, with the evaluated parameter being the resulting current from the electronic transfer between the samples and different working electrodes. Significant differences were observed by visually comparing the average voltammograms of the various samples, and principal component analysis (PCA) yielded satisfactory distinctions. These findings demonstrate the feasibility of effectively distinguishing between different beer samples using this electrode arrangement. Therefore, the objective is to evaluate pure beer’s fingerprint profiles and detect potential contaminants, including notable substances such as ethylene glycol.

Agradecimento: CNPQ, CAPES (PROEX: 88887.673431/2022-00), FAPESP, Davi Marques de Farias.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Fernando Colombo Gallina (IC), Igor Gabriel Silva Oliveira (PG), Adriana Evaristo de Carvalho (PQ), Willyam Róger Padilha Barros (PQ)

Nome dos Apresentadores: Fernando Colombo Gallina (IC), Igor Gabriel Silva Oliveira (PG), Adriana Evaristo de Carvalho (PQ), Willyam Róger Padilha Barros (PQ), Fernando Colombo Gallina

Instituição de Ensino: Universidade Federal da Grande Dourados - UFGD

DETECTION OF ACETAMINOPHEN BY USING SCREEN-PRINTED ELECTRODE BASED ON *APIS MELLIFERA* BEESWAX SUBSTRATE MODIFIED WITH CARBONACEOUS MATERIAL@CHITOSAN

Resumo: Acetaminophen (ACTP) or paracetamol (*N*-acetyl-*para*-aminophenol) is a widely used drug with analgesic and antipyretic properties. This compound can be detected in different biological and environmental matrices using different platforms[1]. Screen-printed stands out as an emerging device for electrochemical detection systems. This work proposes the development of a carbon screen-printed electrode (CSPE) modified with Printex 6L@chitosan and Vulcan XC 72R@chitosan as electrochemical sensor of ACTP. The production of CSPE, the bee wax is melted on plates with thickness of 0.1 cm and the graphite ink was applied on its surface. The substrate was reused several times, and tests by cyclic voltammetry (CV) were carried out, resulting in electrochemical profiles that demonstrated stability, with a decay of only 6,2% in current. The electrochemical characterization was performed by CV with 1.0 mmol L^{-1} (KCl 0.1 mol L^{-1}) $Fe(CN)_e3^{-/4}$ as supporting electrolyte for the reversibility parameters. The electrode with 3 ink layers and a proportion of 70% graphite/30% varnish, obtained demonstrated high reversibility, reaching values of electroactive real area of 91%; i_{pa}/i_{pc}= 1.02; ΔEp= 140 mV e K^0=1.68x10^{-03} cm s^{-1}. The kinetic study was made by CV in the potential range of 5 to 100 mV s^{-1}, obtaining R^2 values of 0.9930 and 0.9900 for the anodic and cathodic linearity, respectively. The stability of the system was tested by chronoamperometry for 270 min., presenting a current deviation of 0.16 µA. Considering the ACTP detection (2.0x10^{-4} mol L^{-1} at PBS, pH 6.5), DPV was carried out and the obtained current was of 13.6 and 59.5 µA at +0.075 V when applied the CSPE/Printex6L@chitosan and CSPE/Vulcan@chitosan. When compared with CSPE without modification, the sensor sensitivity increased significantly, being promising for the ACTP quantification in different samples.

Agradecimento: CNPq and CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rafaella T. Paschoalin, Nathalia O. Gomes , Gabriela F. Almeida, Stanley Bilatto, Cristiane S. Farinas, Sergio A.S. Machado, Luiz H.C. Mattoso, Osvaldo N. Oliveira Jr., Paulo A. Raymundo-Pereira

Nome dos Apresentadores: Rafaella T. Paschoalin, Nathalia O. Gomes , Gabriela F. Almeida, Stanley Bilatto, Cristiane S. Farinas, Sergio A.S. Machado, Luiz H.C. Mattoso, Osvaldo N. Oliveira Jr., Paulo A. Raymundo-Pereira, Paulo A. Raymundo-Pereira

Instituição de Ensino: São Carlos Institute of Physics, São Carlos Institute of Chemistry, Embrapa Instrumentation,

FLEXIBLE AND SUSTAINABLE PLANT-WEARABLE SENSORS FOR ON-SITE AND FAST DECENTRALIZED PESTICIDE DETECTION TOWARD PRECISION AGRICULTURE AND FOOD SAFETY

Resumo: On-site monitoring the presence of pesticides on crops and food samples is essential for precision and post-harvest agriculture, which demands nondestructive analytical methods for rapid, low-cost detection that is not achievable with gold standard methods. The synergy between eco-friendly substrates and printed devices may lead to wearable sensors for decentralized analysis of pesticides in precision agriculture. In this paper we report on a wearable non-enzymatic electrochemical sensor capable of detecting carbamate and bipyridinium pesticides on the surface of agricultural and food samples. The low-cost devices (<US$ 0.08 per unit) contained three-electrode systems deposited via screen-printing technology (SPE) on solution-blow spinning mats of poly (lactic acid) (PLA). The flexible PLA/SPE sensors can be used on flat, curved and irregular surfaces of leaves, vegetables and fruits. Detection was performed using differential pulse voltammetry and square wave voltammetry with detection limits of 43 and 57 nM for carbendazim and diquat, respectively. The wearable non-enzymatic sensor can discriminate and quantify carbendazim and diquat on apple and cabbage skins with no interference from other pesticides. The use of such wearable sensors may be extended to other agrochemicals, including with incorporation of active bio (sensing) layers for online monitoring of any type of agricultural products and foods.

Agradecimento: his work was supported by São Paulo Research Foundation (FAPESP) [grant numbers 2017/18725-2, 2020/09587-8, 2018/10899-4, 2016/10636-8, 2022/02164-0, 2019/01777-5, 2018/22214-6 and 2016/01919-6], Brazilian National Council for Scientific and Technological Development (CNPq) (Grant 423952/2018-8, 164569/2020-0, 307070/2022-0, 151200/2022-0 and 309370/2021-3). LSCM images were made at LNNano - Brazilian Nanotechnology National Laboratory, CNPEM/MCTIC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: De Prinsipe, G.C., Barbieri, A. L., Falone, M. F., Buffon, E, Stradiotto, N.R

Nome dos Apresentadores: De Prinsipe, G.C., Barbieri, A. L., Falone, M. F., Buffon, E, Stradiotto, N.R, Max Fabrício Falone

Instituição de Ensino: Federal Institute of São Paulo IFSP), São Paulo State Unversity, (UNESP), Bioenergy Research Institute (IPBEN)

ELECTROCHEMICAL SENSOR BASED ON ELECTROPOLYMERIZATION OF AMINOACID ON SURFACE MODIFIED WITH REDUCED GRAPHENE OXIDE FOR QUANTIFICATION OF SUCROSE IN SUGARCANE JUICE

Resumo: Sugarcane is a major global crop grown in 109 countries across 26.9 million hectares of land. Its chemical composition is primarily made up of carbohydrates like glucose, fructose, and sucrose (13% of the composition). Sucrose (SUC) is a versatile raw material that finds applications in various industries, including chemicals, high-value by-product development, and particularly in sugar and alcohol industry. Traditionally, quantification methods for SUC are chromatography, spectrophotometry and titration as described in literature and regulatory guidelines. However, no electrochemical sensors are reported even though these devices have several advantages such as high precision and accuracy, frequent analysis capability, low limits of detection (LOD), stability, and reproducibility. The literature highlights the importance of using rGO-modified surfaces coated with molecularly imprinted polymers (MIPs) in the determination of compounds of interest. These materials offer selectivity and high analytical performance making them a promising alternative for advanced analytical applications. In this context, amino acids are excellent candidates for the electrosynthesis of MIPs in view of their and considerable electrocatalytic activity and high stability. Furthermore, the poly(aminoacid) films are biodegradable, which makes the sensor environmentally friendly. This work aims to build an electrochemical platform based on the electropolymerization of aspartic acid on a surface modified with rGO for the quantification of sucrose in sugarcane juice. The electrochemical device was prepared from the electrodeposition of rGO at a potential fixed at -1.4V (500 s). Then, the electropolymerization of aspartic acid (AAp) was carried out in a potential range from -1.5 V to 2.0 V. Experimental conditions such as monomer concentration, electropolymerization cycles and pH, extraction time, pH and rebinding time were optimized. The electrochemical and morphological characterizations indicate that the sensor construction steps were successful. An analytical curve was constructed in the linear range from 1.0×10^{-14} mol L^{-1} to 1.0×10^{-12} mol L^{-1}, showing LOD of 6.8×10^{-15} mol L^{-1}. Selectivity analyzes did not indicate significant interference from molecules structurally similar. The sensor exhibited good repeatability, reproducibility and high stability (20 days; RSD: 4.5%) and is suitable for application in sugarcane juice samples.

Agradecimento: The authors would like to thank FAPESP (São Paulo Research Foundation; processes #2017/22401-8 and # 2023/01137-1)

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Pedro H. A. Damasceno, Gilberto J. Silva Junior, Mauro Bertotti

Nome dos Apresentadores: Pedro H. A. Damasceno, Gilberto J. Silva Junior, Mauro Bertotti, Pedro H. A. Damasceno

Instituição de Ensino: Instituto de Química da Universidade de São Paulo

ELECTROCATALYTIC OXIDATION OF ASCORBATE USING A NANOPOROUS GOLD MICROELECTRODE

Resumo: Ascorbate (or acid ascorbic, its oxidized form) is a water-soluble vitamin with many functions. Among them, antioxidizing is one of the most important and known. In the immunologic system, ascorbate is a potent agent against free radicals produced endogenously and exogenously, and humans can get it by alimentation. Ascorbic acid reacts rapidly with radicals, like hydroxyl, showing strong trends in its use as an efficient antioxidant. In this work, we report a microelectrode modified with a nanoporous gold film fabricated by an amperometric approach recently reported in the literature by our research group and for the first time it will be applied for the anodic oxidation of ascorbic acid in cellular samples. The modification step was performed by applying - 3 V for 150 s in a 0.5 mol L^{-1} H_2SO_4 solution containing 5 mmol L^{-1} $HAuCl_4$, forming µNPG electrode. Parameters such as potential and time were previously optimized. The electrochemical characterization was performed and the values of the electrochemical surface area (ECSA) found were 4×10^{-5} and 0.05 cm^2 for the µAu and µNPG electrodes, respectively. In addition, we have calculated the roughness factor (RF) values of 8.0 and 10×10^3 for the µAu and µNPG electrodes, respectively. These results showed a significant increase in the active area of the µNPG electrode compared to µAu, which may form new active sites that cause a highly efficient electrocatalytic effect for the anodic oxidation of ascorbate. Compared to the µAu surface, the anodic oxidation of ascorbate exhibited a peak potential shift of about 600 mV to a less positive value using the µNPG modified electrode, and a 40-fold current increase. Such a remarkable performance can be attributed to the synergic effect caused by the presence of numerous active sites in the NPG structure. Morphological and electrochemical characterizations were performed by Scanning Electron Microscopy (SEM) and Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) techniques to evaluate the distribution of the catalyst particles in both sensors and to understand the mechanism involving the electron transfer step. An interference study was carried out, and a calibration curve was obtained along an extended ascorbate concentration range. The sensor will be applied as a miniaturized tool to get information on the role of ascorbate against cellular disorders caused by oxidative stress induced by UV irradiation in HaCaT cells (intra and extracellular).

Agradecimento: FAPESP, CNPq, CAPES, LSEME.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Larissa Magalhães de Almeida Melo, Cláudia Mancilha Rocha, Luciano Chaves Arantes, Clésia Cristina Nascentes, Ângelo de Fátima, Wallans Torres Pio dos Santos

Nome dos Apresentadores: Larissa Magalhães de Almeida Melo, Cláudia Mancilha Rocha, Luciano Chaves Arantes, Clésia Cristina Nascentes, Ângelo de Fátima, Wallans Torres Pio dos Santos, Larissa Magalhães de Almeida Melo

Instituição de Ensino: Departamento de Química - Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Departamento de Química - Universidade Federal de Minas Gerais, Departamento de Química - Universidade Federal de Minas Gerais, Departamento de Química - Universidade Federal de Minas Gerais, Departamento de Química - Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri.

IDENTIFICAÇÃO SELETIVA DE LSD, NBOHS, NBOMES E 2CS EM AMOSTRAS FORENSES USANDO UM NOVO REAGENTE COLORIMÉTRICO ASSOCIADO À DETECÇÃO VOLTAMÉTRICA

Resumo: As drogas do tipo LSD e os derivados de feniletilaminas (NBOHs, NBOMes e 2Cs) são os grupos mais reportados em apreensões na forma de selo (papel mata-borrão). Atualmente não existe um método de triagem que seja seletivo para identificação desses grupos de drogas, sendo de extrema importância o desenvolvimento de um teste preliminar para detecção dessas substâncias. Os testes colorimétricos são usados na detecção de algumas drogas, porém estes são propensos a apresentar resultados falso-positivos e falso-negativos, devido à similaridade entre as moléculas e/ou presença de outras substâncias na amostra. Nesse sentido, a associação com os métodos eletroquímicos pode apresentar uma alternativa na discriminação de compostos de interesse forense. Portanto, este trabalho apresenta a associação inédita de um novo teste colorimétrico com sensores eletroquímicos para fornecer informações qualitativas e quantitativas na investigação de NBOHs, NBOMes, 2Cs e LSD. O teste consiste em duas etapas: (**1**) Reação do analito com os reagentes colorimétricos, onde ocorre mudança de cor quando há presença de NBOHs; (2) Aplicação da voltametria de pulso diferencial com redissolução adsortiva (AdSDPV) para detectar os produtos gerados após reação colorimétrica usando eletrodos impressos de grafite (SPE-Gr) em tampão Britton-Robinson pH 10 (0,1 M). A presença de NBOHs na amostra é confirmada pela mudança de coloração e o surgimento de um processo de oxidação em −0,30 V (P_{oxi}). O P_{oxi} apresentou transporte de massa controlado por adsorção e o uso de SPE-Gr com AdSDPV forneceu respostas eletroquímicas estáveis usando o mesmo ou diferentes SPEs-Gr com RSD (N=3) < 5%. Além disso, uma ampla faixa linear para determinação de NBOHs foi obtida (10-1000 µg/mL) com um baixo LOD (5 µg/mL). A diferenciação entre os NBOHs e os demais grupos, pode ser realizada após a reação colorimétrica, com ausência de cor e P_{oxi}, apresentado outros processos redox em +0,32 V para LSD, em +0,59 V e +0,88 V para NBOMes; em + 0,87 V para 2Cs. O método proposto foi aplicado em 29 amostras de selos apreendidas contendo essas substâncias, cujos resultados de identificação das drogas apresentaram 100% de concordância com o teste definitivo por CG-MS. Portanto, o método colorimétrico-eletroquímico demonstrou ser uma opção de triagem seletiva para detecção de NBOHs, NBOMes, 2Cs e LSD em análises forenses, proporcionando uma identificação preliminar rápida e simples dessas drogas em amostras apreendidas.

Agradecimento: CAPES, CNPq, FAPEMIG, RMCF, UFMG, UFVJM, PCDF.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thaís Cristina de Oliveira Cândido, Arnaldo César Pereira

Nome dos Apresentadores: Thaís Cristina de Oliveira Cândido, Arnaldo César Pereira, Thaís Cristina de Oliveira Cândido

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São João del Rei - UFSJ

DEVELOPMENT OF PRINTED PET-BASED ELECTROCHEMICAL SENSORS FOR DETERMINATION OF PROSTATE CANCER BIOMARKER

Resumo: Prostate cancer (PCa) is the second type of cancer that most affects the male population in a global panorama. The effectiveness of clinical treatment for PCa depends on the stage at which the disease is detected. Therefore, the diagnosis of the disease in the early stages is essential to increase the survival rate of the patient. Electrochemical sensors are devices used in analytical tests that aim to investigate the presence of species in a given sample and appear as an alternative method for quantify biomarkers of PCa. Printed electrodes are an excellent alternative in the field of sensor development, because they are easy to prepare, versatile and applicable in different areas, too presenting high selectivity and sensitivity. Therefore, in this work a printed electrochemical immunosensor capable of detecting and quantifying the PSA biomarker was developed. The sensor containing the working, reference and auxiliary electrode were printed by the screen printing technique with dimension 2,5 cm^2 and graphite-based ink, carbon black and nail polish on the poly(ethylene terephthalate) support. The reference electrode was obtained by modification with silver ink and sodium hypochlorite. The sensor was characterized by cyclic voltammetry with $K_4[Fe(CN)_6]$ 0.1 $mol.L^{-1}$ in 0.1 $mol.L^{-1}$ phosphate buffer medium pH 7.0 and electrochemical impedance spectroscopy was performed in KCl 0,1 $mol.L^{-1}$ redox couple $Fe(CN)_6^{3-/4-}$, and the results demonstrated the applicability of the electrochemical sensor. After the development of the printed electrode, an immunosensor was built, with the addition of 30 µL of synthesized gold nanoparticles, antibody (Anti- PSA) and bovine serum albumin (BSA) in the working electrode, with subsequent application in the detection of PSA antigen. After each modification, the electrodes were washed with phosphate buffer and incubated at 4 °C. The optimal parameters for the best performance of the immunosensor were: incubation time 30 min (Anti-PSA and BSA) and 10 min (PSA), pH 7.0 and BSA concentration 1 $mg.mL^{-1}$. The study of the electrochemical behavior of the immunosensor was monitored by the reduction of the current signal, resulting from each modification made. With each decrease in the current it was possible to prove the effectiveness of the immobilization and the detection of PSA. The results were reproducible and will be applied in the next stage of the work in the determination of prostate cancer biomarkers in real blood serum samples.

Agradecimento: UFSJ, DCNAT, FQMAT, CNPq, CAPES, FAPEMIG, and INCT-DATREM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gabriel Fernandes Souza dos Santos, Ramon Raoni Ferreira da Fonseca, José Guilherme Aquino Rodrigues, Priscilla Paiva Luz, Rafael de Queiroz Ferreira

Nome dos Apresentadores: Gabriel Fernandes Souza dos Santos, Ramon Raoni Ferreira da Fonseca, José Guilherme Aquino Rodrigues, Priscilla Paiva Luz, Rafael de Queiroz Ferreira, Gabriel Fernandes Souza dso Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Espírito Santo, Ufes - Av. Fernando Ferrari, 514 - Goiabeiras, Vitória - ES, 29075-910

MODIFICAÇÃO DE PASTA DE CARBONO COM MIL-88B-NH_2 NO DESENVOLVIMENTO DE UM SENSOR ELETROQUÍMICO PARA CU^{2+} EM ETANOL COMBUSTÍVEL

Resumo: As redes metalorgânicas (do inglês *metal-organic framework*, MOF) representam uma classe relativamente nova de materiais híbridos inorgânico-orgânicos cristalinos e porosos [1]. Esses materiais têm despertado interesse na pesquisa devido às suas promissoras aplicações, tais como catalisadores, adsorventes e sensores eletroquímicos. Nesse sentido, os MOFs têm sido testados como modificadores, seja na forma de tinta, ou até mesmo incorporação em eletrodo de pasta de carbono (EPC) para a análise de múltiplos analitos [2]. Dessa forma, neste trabalho foi avaliada a capacidade de detecção do MOF MIL-88b-NH_2 sintetizado à base de Fe^{III} e o ligante ácido 2-aminotereftálico para a detecção de Cu^{2+} em etanol (EtOH). O Cu^{2+} é considerado um contaminante para o EtOH combustível, e possui uma quantidade máxima permitida pela legislação de 0,07 mg kg^{-1}. Além disso, valores acima do permitido podem levar a catálise da oxidação do combustível. Assim, foram empregadas as técnicas de difração de raio-X em pó e espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier para confirmar a síntese do MIL-88b-NH_2. Posteriormente, o MIL-88b-NH_2/EPC foi construído misturando 70 mg de grafite, 10 mg do MOF, aproximadamente 30 mg de óleo mineral em um almofariz até completa homogeneização. Assim, para ser testado como um sensor de cobre, essa pasta homogênea foi inserida em um eletrodo oco com 3 mm de diâmetro. Subsequentemente, a técnica de voltametria de onda quadrada com redissolução anódica foi utilizada para quantificar Cu^{2+} em EtOH. Os parâmetros da técnica selecionada, foram otimizados empregando planejamento composto central. Os valores ótimos encontrados foram 16 mV para incremento de potencial, 30 Hz para frequência, 90 mV para amplitude, −0,6 V para potencial de deposição e 130 s para tempo de deposição. Após a etapa de otimização, foi avaliado a estabilidade do sinal analítico do eletrodo, que apresentou bons resultados (RSD = 5,2%). Posteriormente, foram construídas diversas curvas de calibração externa, e delas obtivemos os seguintes parâmetros de desempenho: faixa linear de trabalho de 0,118 à 1,07 µmol L^{-1}, r e R^2 foram iguais a 0,999 e 99,8%, respectivamente, com um limite de detecção de 0,020 µmol L^{-1}. Por fim, foi avaliado possíveis interferentes no EtOH combustível, e a metodologia apresentou bons valores de recuperação (83 - 96%). Consequentemente, esses resultados indicam que o EPC modificado por MIL-88b-NH2 é um sensor apropriado para quantificar Cu^{2+} em EtOH.

Agradecimento: Os autores são gratos aos órgãos de fomento CAPES, CNPq e FAPES (N°01/2023) pelo apoio financeiro, e ao LPDE, LabPetro, e GPMIF pelo apoio técnico.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rafael Alessandro Chioquetti de Lima, Silvia Helena Pires Serrano

Nome dos Apresentadores: Rafael Alessandro Chioquetti de Lima, Silvia Helena Pires Serrano, Rafael Alessandro Chioquetti de Lima

Instituição de Ensino: Instituto de Química - USP

ELETRODO QUIMICAMENTE MODIFICADO PARA DETERMINAÇÃO SELETIVA DE ADENOSINA NA PRESENÇA DE DERIVADOS ADENÍLICOS FOSFATADOS

Resumo: Eletrodos de pasta de carbono foram modificados em soluções de bases purínicas de DNA e derivados, de modo a apresentarem alta seletividade para adenosina (ADO) na presença de potenciais interferentes: os nucleotídeos mono-, di- e trifosfato de adenosina (respectivamente, AMP, ADP e ATP). Adenosina e os nucleotídeos derivados de adenina são biomoléculas fundamentais tanto nas vias metabólicas para obtenção de energia quanto na sinalização purinérgica extracelular.[1-3] Esses compostos, principalmente ATP e ADO, são atualmente foco de pesquisas relacionadas à tumorigênese. O ATP, presente em concentrações muito maiores que a basal em microambientes tumorais, pode ser hidrolisado a ADO em meio extracelular por ectoenzimas.[4,5] Esses compostos exercem papéis complexos nesses microambientes, de modo que é de grande importância o desenvolvimento de métodos de detecção e quantificação rápida e barata desses compostos. Os métodos eletroanalíticos são bastante atrativos para a quantificação de derivados adenílicos, dado o comportamento eletroquímico amplamente estudado desses compostos.[6-8] No entanto, em um meio que contém ADO e nucleotídeos adenílicos simultaneamente, como no caso dos microambientes tumorais, a distinção entre os sinais de oxidação desses compostos é praticamente inviável, pois os potenciais de pico de oxidação desses compostos em pH fisiológico são praticamente idênticos. Nesse trabalho foram desenvolvidos eletrodos de pasta de carbono modificados quimicamente em soluções de bases purínicas de DNA e derivados que, diferentemente de outros eletrodos, como os de carbono vítreo e pasta de carbono sem modificação, permitem a observação seletiva do sinal de ADO em voltametria de pulso diferencial em pH fisiológico. Foi possível observar um crescimento linear da corrente de pico em soluções com concentrações de ADO da ordem de $1x10^{-6}$ mol L^{-1}, enquanto soluções contendo ATP em concentrações da ordem de $1x10^{-4}$ mol L^{-1} não apresentaram um pico anódico observável.

Agradecimento: Instituto de Química USP; Reitoria USP (Bolsa PUB), CNPq e FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Felipe Zahrebelnei, Dhesmon Lima, Salomé Urrea-Valencia, Carolina W. Galvão; Rafael M. Etto, Lucas

S. de Lara, Christiana A. Pessôa, Karen Wohnrath

Nome dos Apresentadores: Felipe Zahrebelnei, Dhesmon Lima, Salomé Urrea-Valencia, Carolina W. Galvão; Rafael M. Etto, Lucas S. de Lara, Christiana A. Pessôa, Karen Wohnrath, Karen Wohnrath

Instituição de Ensino: University of Manitoba Department of Chemistry - Canadá, Universidade Estadual de Ponta Grossa - Brasil

DESENVOLVIMENTO DE UM BIOSSENSOR ELETROQUÍMICO BASEADO EM AUNPS PARA A DETECÇÃO QUANTITATIVA DE UM GENOMA BACTERIANO

Resumo: Neste trabalho será relatado o desenvolvimento de um biossensor eletroquímico para a detecção quantitativa de um genoma bacteriano. Este biossensor foi desenvolvido utilizando eletrodo de carbono vítreo (GCE) previamente oxidado, seguido de sua modificação utilizando CNT-AuNPs-SSQ, um nanocompósito formado por nanotubos de carbono oxidados (CNT) e nanopartículas de ouro estabilizadas em um polímero de silsesquioxano (AuNPs-SSQ). Os estudos de dinâmica molecular foram realizados para avaliar as interações entre AuNPs-SSQ e CNT. Esse biossensor foi baseado no processo de hibridação das fitas que compõem o DNA bacteriano, sendo a detecção realizada por técnicas voltamétricas. O eletrodo modificado foi incubado com um DNA de fita simples tiolado (SH-ssDNA) com uma sequência de bases nitrogenadas específicas para hibridação com o genoma bacteriano. O biossensor foi incubado em uma amostra contendo o genoma bacteriano desnaturado para hibridação. A sonda redox, solução de ferricianeto/ferrocianeto de potássio foi utilizada como indicador eletroativo da hibridização e esse processo foi detectado por voltametria de onda quadrada (SWV). A construção do biossensor foi analisada pelas técnicas eletroquímicas voltametria cíclica (CV) e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS). A presença do nanocompósito no eletrodo resultou em um aumento significativo nos valores de corrente de pico anódica (ipa) e catódica (ipc), e em uma grande diminuição no valor de resistência de carga de transferência (Rct), devido à diminuição da repulsão entre a sonda redox e o eletrodo. Após a incubação com a sonda, ocorreu uma diminuição nos valores de ipa e ipc e um aumento no valor dos valores de Rct devido à repulsão entre os grupos fosfato do HS-ssDNA com a sonda eletroquímica [1]. Finalmente, após a hibridação com o genoma bacteriano, observou-se uma diminuição da corrente de pico e um aumento dos valores de Rct devido à presença de fitas de DNA na superfície do eletrodo. Para realizar a detecção quantitativa do genoma bacteriano usando SWV, o biossensor foi incubado em diferentes concentrações do genoma. A faixa linear do limite de detecção e quantificação foi obtida na faixa de ng μL-1. Portanto, será exposto o desenvolvimento de um biossensor sensível contendo um DNA metagenômico através de estudos de otimização.

Agradecimento: INCT de Eletrônica Orgânica (INEO), CNPq e CLabmu-UEPG por fornecer as instalações de espectroscopia.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thaynara Dannehl Hoppe, Daniela Brondani

Nome dos Apresentadores: Thaynara Dannehl Hoppe, Daniela Brondani, Thaynara Dannehl Hoppe

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina

POLÍMERO MOLECULARMENTE IMPRESSO ELETROSSINTETIZADO SOBRE ELETRODO SERIGRAFADO DE CARBONO PRODUZIDO EM LABORATÓRIO PARA DETERMINAÇÃO ELETROQUÍMICA DE PARACETAMOL EM MATRIZES AQUOSAS AMBIENTAIS

Resumo: Sensores eletroquímicos baseados em polímeros molecularmente impressos obtidos por eletropolimerização (e-MIPs) vêm recebendo uma crescente atenção devido aos seus sistemas de reconhecimento altamente seletivos obtidos por uma síntese relativamente simples, rápida e ambientalmente amigável [1]. O emprego dos e-MIPs em conjunto com os eletrodos serigrafados de carbono (SPCEs) tem possibilitado a realização de análises *in loco* e por um baixo custo [2]. No presente trabalho, SPCEs produzidos em laboratório foram modificados com e-MIPs para a aplicação em sistemas portáteis de sensoriamento ambiental para a detecção do poluente emergente paracetamol, que pode ser usado como indicador de contaminação por esgoto doméstico em águas superficiais. Os SPCEs foram produzidos com diferentes tintas condutoras de carbono *labmade*, sendo a tinta selecionada composta por 30% de grafite em pó (< 50 µm), 30% de nanografite (área superficial 175 $m^2 g^{-1}$) e 40% de resina alquídica, em massa. O uso combinado desses 2 grafites proporcionou um aumento de cerca de 6 vezes na corrente de resposta quando comparado às tintas produzidas com os grafites individuais. Para a obtenção dos e-MIPs, o ácido cafeico e a L-metionina foram selecionados como monômeros, sendo eletropolimerizados conjuntamente (na razão molar 1:1) por método potenciostático (E = +1,9 V, t = 100 s, tampão fosfato pH 7), na presença e na ausência do paracetamol (molécula molde) para obtenção do MIP e do NIP (polímero não impresso), respectivamente. O filme MIP dos monômeros combinados apresentou um desempenho eletroquímico significativamente superior comparado aos filmes MIPs dos monômeros individuais. Após a eletropolimerização, a retirada da molécula molde da cavidade do polímero foi realizada por submersão do eletrodo em água, sob agitação por 3 min. Então, o sensor é colocado em contato com uma solução contendo paracetamol por 5 min para religação e subsequente medida voltamétrica. Sob condições ainda não totalmente otimizadas, o SPCE-MIP apresentou correntes de pico para o paracetamol cerca de 60 vezes maiores quando comparado ao SPCE não modificado e o dobro da corrente em relação ao SPCE-NIP para uma concentração de paracetamol de 0,50 µmol L^{-1}. Após a conclusão das otimizações experimentais, os sensores serão empregados em estudos de desempenho analítico, incluindo estudos de interferentes, estabilidade e reuso dos sensores, bem como na detecção de paracetamol em matrizes aquosas ambientais.

Agradecimento: UFSC, FAPESC, CNPq, CAPES, LAEES, Create.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Paula Cristine Rocha Corsato, Lucas Felipe de Lima, William Reis de Araujo

Nome dos Apresentadores: Paula Cristine Rocha Corsato, Lucas Felipe de Lima, William Reis de Araujo, Paula Cristine Rocha Corsato

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP)

ELECTROCHEMICAL PAPER-BASED SENSOR FOR SENSITIVE DETERMINATION OF CHLOROQUINE AND HYDROXYCHLOROQUINE DRUGS

Resumo: Chloroquine (CQ) and hydroxychloroquine (HCQ) are two drugs widely used in malaria treatment.[1] The HCQ, a less toxic and with fewer side effects than CQ, was intensively investigated for the treatment of COVID-19 in 2020. However, clinical trials have proven its ineffectiveness and highlighted several adverse health effects.[1] With their increasing use in recent years, fast and sensitive CQ and HCQ determination methods in biofluids and drug formulations have become necessary. Herein, we describe electrochemical paper-based device (ePAD) manufactured by the stencil-printing method using tracing paper and conductive carbon and Ag/AgCl inks. The working electrode was modified with multiwalled carbon nanotubes and poly(3,4-et hylenedioxythiophene):poly(styrene sulfonate) for sensitive detection of CQ and HCQ. The redox characterization of CQ and HCQ was performed by cyclic voltammetry and revealed that both drugs present two irreversible and pH-dependent oxidation processes. Therefore, all electroanalytical studies were performed using a 0.1M Britton-Robinson buffer pH=12.0. The voltammetric studies varying the scan rate values show that the electrooxidation of both drugs presents adsorptive features on the electrodic surface. Thus, the use of disposable ePADs facilitates accurate routine analysis by non-specialists. The electrochemical quantification of CQ and HCQ was performed by the differential pulse voltammetry technique. Under optimized experimental conditions, analytical curves were built for HCQ and CQ, with linear behavior in concentration ranges of 1 to 100 µM, and from 10 to 150 µM, respectively. Limits of detection and quantification of 0.29 and 0.95 µM, and 2.00 and 6.60 µM were achieved for HCQ and CQ, respectively. The selectivity study was performed for both analytes evaluating compounds found in urine and in pharmaceutical formulations (uric acid, glucose, ascorbic acid, creatinine, lactose, and methylparaben) and found that except creatinine and methylparaben, the other species present signal variation lower than 10%. The reproducibility of the method was evaluated and presented relative standard deviations of 4.0% (n=7) and 4.1% (n=6) for the detection of HCQ and CQ, respectively. To assess the accuracy of the method, a commercial HCQ drug (400mg) purchased from a local pharmacy was analyzed, and we reached a value of 415.7mg of HCQ, which is a 3.9% variation compared to labeled by the manufacturer, highlighting the accuracy of our ePAD.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Manoelly Oliveira Rocha, Martin Steppe, Jacqueline Arguello Da Silva

Nome dos Apresentadores: Manoelly Oliveira Rocha, Martin Steppe, Jacqueline Arguello Da Silva, Manoelly Oliveira Rocha

Instituição de Ensino: UFRGS

DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO VOLTAMÉTRICA PARA DETERMINAÇÃO DO ANTICOAGULANTE EDOXABANA

Resumo: O desenvolvimento de metodologias analíticas para determinação e quantificação de fármacos é essencial, uma vez que contribui para a garantia da eficácia e segurança dos medicamentos. Inúmeras técnicas analíticas são empregadas para essa finalidade sendo a cromatografia a metodologia mais aplicada, porém trata-se de uma técnica dispendiosa, que requer um pré-tratamento de amostra, grande geração de resíduos e alto custo de análise [1]. Neste contexto, os métodos eletroquímicos constituem-se como alternativas viáveis, uma vez que apresentam baixo custo e mínima geração de resíduos, além de apresentar sensibilidade e seletividade [2]. Neste contexto, um eletrodo de pasta de carbono foi utilizado para detecção e quantificação do anticoagulante edoxabana (EDX). As análises foram realizadas em um potenciostato Autolab através da voltametria de pulso de diferencial. O processamento de dados foi realizado no software NOVA 2.0. A célula eletroquímica empregada para as medidas foi uma célula convencional de vidro contendo três eletrodos: o eletrodo de trabalho (pasta de carbono), o contra eletrodo (fio enrolado de platina) e um eletrodo de referência (eletrodo de Ag/AgCl). A validação foi efetuada conforme as recomendações do ICH e a RDC n° 166 [3] [4] e se apresentou linear (3,565 x 10^{-6} - 8,505 x 10^{-5} mol L^{-1}) e sensível (LD = 3,9 x 10^{-7}mol. L^{-1}). Conforme os guias de recomendações farmacêuticas, o método demostrou excelente precisão (DPR =1,04) e exatidão (DPR = 0,80), além de ser específico para determinação do fármaco em amostras farmacêuticas. A fácil preparação do eletrodo e a sensibilidade obtida tornam a metodologia proposta útil para a determinação precisa e exata da EDX em análises de controle de qualidade.

Agradecimento: A CAPES pela bolsa de Doutorado, CNPQ, INCTBio, Propesq-UFRGS e PPGQ-UFRGS.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ronaldo Augusto de Souza Santos*, Izabela de França Schaffel, Gabriel Fernandes Souza dos Santos, José Guilherme Aquino Rodrigues, Rafael de Queiroz Ferreira.

Nome dos Apresentadores: Ronaldo Augusto de Souza Santos*, Izabela de França Schaffel, Gabriel Fernandes Souza dos Santos, José Guilherme Aquino Rodrigues, Rafael de Queiroz Ferreira., Ronaldo Augusto de Souza Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Espírito Santo (Ufes)

DETERMINAÇÃO DE HIDROXIMETILFURFURAL EM MEL DE ABELHA UTILIZANDO TÉCNICAS VOLTAMÉTRICAS E ELETRODOS IMPRESSOS: OTIMIZAÇÃO E ENSAIOS DE VALIDAÇÃO INTRALABORIAL

Resumo: O hidroximetilfurfural (HMF) pode estar presente em diversos alimentos, sobretudo em alimentos ricos em carboidratos. Dentre esses alimentos, podemos destacar o mel, amplamente consumido no mundo. Contudo, o consumo de HMF em quantidades elevadas é prejudicial à saúde humana, sendo o valor máximo permitido no mel de *apis mellifera* de 60 mg kg^{-1}. [1,2] Deste modo, se faz necessário desenvolver metodologias que sejam capazes de monitorar a concentração de HMF de forma simples. Contudo, as principais metodologias empregadas envolvem ensaios espectrofotométricos e cromatográficos. Alternativamente, visando a criação de um método portátil, uma metodologia eletroanalítica foi desenvolvida empregando eletrodos impressos comerciais de carbono. Assim, inicialmente, foram otimizados diversos parâmetros, como pH, eletrólito, velocidade de varredura e parâmetros eletroquímicos gerais. O estudo de pH foi realizado por voltametria cíclica na faixa de 3,0 a 11,0, com velocidade de varredura de 50 mV s^{-1}. Já o comportamento difusional do analito foi avaliado no intervalo de velocidades de varredura de 10 a 800 mV s^{-1}. Para otimizar a técnica para quantificação por voltametria de onda quadrada, foi utilizado um método multivariado. O planejamento fatorial 2^3 identificou os parâmetros mais significativos na resposta do sinal (frequência e amplitude). Em seguida, aplicou-se o planejamento composto central, determinando os valores ótimos para a metodologia: amplitude de 81,5 mV, incremento de potencial de 22,5 mV e frequência de 5 Hz. Com os parâmetros otimizados, construiu-se uma curva de calibração com R^2 = 98,9%, na faixa de trabalho linear de 2,0 × 10^{-4} a 2,0 × 10^{-3} mol L^{-1}. O limite de detecção foi de 9,2 × 10^{-5}mol L^{-1} e o limite de quantificação foi de 3,0 × 10^{-4} mol L^{-1}, abrangendo os valores limites permitidos para o mel de *apis mellifera*. A precisão intermediária foi avaliada entre curvas analíticas feitas em diferentes dias e equipamentos, não havendo diferença estatisticamente significativa entre as curvas. A seletividade da metodologia foi avaliada na presença de alguns interferentes do mel, tais como os açúcares majoritários do mel em suas diferentes concentrações, como galactose, maltose monohidratada, glicose anidra e sacarose, com bons resultados. [3] Em resumo, essa metodologia é uma alternativa portátil para a análise de HMF, especialmente em mel. Os resultados obtidos contribuem para futuros estudos no campo da eletroanalítica, principalmente na análise de alimentos e controle de qualidade.

Agradecimento: Os autores agradecem às agências de fomento CNPq e CAPES, Laboratório de Eletroquímica e Eletroanalítica (LPDE) e ao Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento de Metodologias para Análise de Petróleos da Ufes (LabPetro).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Matheus Minatti Medeiros, Eduardo Constante Martins, Marie Hartmann Farines, Pãmyla Layene dos Santos, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Iolanda Cruz Vieira, Almir Spinelli

Nome dos Apresentadores: Matheus Minatti Medeiros, Eduardo Constante Martins, Marie Hartmann Farines, Pãmyla Layene dos Santos, Edson Roberto Santana, João Paulo Winiarski, Iolanda Cruz Vieira, Almir Spinelli, Marie Hartmann Farines

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)

USE OF 3D PRINTING TECHNOLOGY FOR THE MANUFACTURE OF NOVEL SENSORS: EVALUATION OF THE ELECTROCHEMICAL BEHAVIOR OF VITAMINS

Resumo: 3D printing is an emerging technology in manufacturing electrochemical sensors with the advantages of developing novel customizable materials and manufacturing tailored designs, as well as low waste and fast fabrication [1]. The material used to make 3D printed electrodes contains a fixed percentage of conductive material (e.g., carbonaceous matrices) which is mixed with a non-conductive thermoplastic such as polylactic acid (PLA) [2]. Carbon black (CB)/PLA conductive filaments have emerged as an inexpensive alternative to conventional carbon-based electrodes [3]. In addition, as CB/PLA filament has a reasonably low specific resistance value, the adjustment of the manufacture and electrochemical activation procedures might improve the electron transfer properties of electrodes 3D printed from this composite [3]. In the proposed approach, the working electrode was printed using a CB/PLA conductive filament (ProtoPasta, USA) for the development of a novel analytical tool for the simultaneous electroanalysis of riboflavin and ascorbic acid. A S3X 3D printer (Sethi3D, Brazil) operating with an extrusion temperature of 190 ˚C and a print bed heated at 65 ˚C was used for the printing of the 3D CB/PLA electrodes. The electrodes presented a disc shape of 3.00 mm in diameter and 0.50 mm in thickness with a connection of 21.45 mm in length and 0.50 mm in thickness [4]. The electrochemical activation procedure of 3D CB/PLA electrodes was optimized: application of +1.2 V vs. Ag/AgCl during 1800 s in 1.00 mol L −1 NaOH using a portable potentiostat PalmSens 4 (Palm Instruments BV, The Netherlands). The sensor surface was characterized by electrochemical and microscopic techniques. Cyclic voltammograms in 0.1 mol L −1 Britton-Robinson buffer (pH 2.0) have shown a quasi- reversible system for riboflavin with reduction and oxidation peaks at −0.16 and −0.10 V vs. Ag/AgCl, respectively, and an irreversible oxidation peak at +0.52 V vs. Ag/AgCl for ascorbic acid. The analytical method was optimized to improve the sensitivity of the 3D sensor for both analytes, the following conditions being selected: 0.1 mol L −1 Britton-Robinson buffer (pH 2.0), square wave voltammetry (amplitude 40.0 mV, frequency 20.0 Hz, and scan increment 4.0 mV). With the optimization and validation procedure, the 3D CB/PLA electrode was applied to the simultaneous determination of riboflavin and ascorbic acid in food supplements samples with precision and accuracy.

Keywords: 3D sensor, riboflavin, ascorbic acid, carbon black.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lívia M. S. Aranha, Larissa M. A. Melo, Anne A. Macedo, Dilton M. Pimentel, Wallans T. P. dos Santos.

Nome dos Apresentadores: Lívia M. S. Aranha, Larissa M. A. Melo, Anne A. Macedo, Dilton M. Pimentel, Wallans T. P. dos Santos., Lívia Maria dos Santos Aranha

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri

USO DO GRAFITE DE LAPISEIRA COMO SENSOR VOLTAMÉTRICO DE BAIXO CUSTO PARA DETECÇÃO E DOSEAMENTO DA PRAZOSINA EM AMOSTRAS FARMACÊUTICAS

Resumo: A prazosina (PRA) é um medicamento antihipertensivo, sendo classificada como fármaco de baixo índice terapêutico (FBIT), cuja dose terapêutica é próxima da dose tóxica[1]. Nesse sentido, conforme a ANVISA[1], os FBITs, tal como a PRA, podem ser comercializados em farmácias magistrais somente após a realização do doseamento das formulações manipuladas. Isso inviabiliza a comercialização desses medicamentos por esses estabelecimentos devido ao custo elevado de doseamento pelos métodos oficiais cromatográficos. Neste contexto, apresentamos a determinação de PRA usando a técnica de voltametria de onda quadrada (VOQ) com um eletrodo de grafite de lapiseira (EGL), sem nenhum pré-tratamento de superfície. A célula eletroquímica foi composta pelo EGL (eletrodo de trabalho), Ag/AgCl (eletrodo de referência) e um fio de platina (eletrodo auxiliar). O comportamento eletroquímico da PRA foi investigado por voltametria cíclica em tampão Britton-Robinson (TBR) 0,1 M na faixa de pH 2 a 12. Outros eletrólitos suporte e diferentes concentrações de tampão foram também avaliados. O TBR pH 8,0 a 0,05 M apresentou a melhor sensibilidade e seletividade para detecção da PRA, onde os processos de oxidação desta molécula apresentaram-se mais definidos no EGL. Nessas condições, a PRA exibiu três processos de oxidação no EGL em + 0,84 V (P1), + 1,0 V (P2) e + 1,15 V (P3). A detecção da PRA foi otimizada pela VOQ com parâmetros de 80 mV de amplitude de pulso, 10 Hz de frequência e 2,5 mV de incremento de potencial. Dessa forma, o método proposto apresentou uma boa faixa linear de trabalho em P1 de 26 a 242 µM com R^2 = 0,997 e um limite de detecção de 7,8 µM para determinação de PRA. O estudo de repetibilidade e reprodutibilidade usando o mesmo e diferentes EGLs apresentaram RSDs < 5% (N=3), tanto para os potenciais de pico quanto para as correntes de pico da PRA. A quantificação da PRA pelo método proposto foi avaliada em três amostras reais de comprimidos, sendo os valores comparados e validados pelo método oficial recomendado pela Farmacopeia. Estudos de adição-recuperação da PRA nessas amostras reais apresentaram recuperações em torno de 100%, mostrando ausência do efeito de matriz para doseamento deste fármaco. Portanto, o desempenho analítico do método proposto demonstrou que o EGL com VOQ pode ser usado com sucesso para realizar o controle de qualidade da PRA em amostras farmacêuticas, proporcionando uma alternativa viável para doseamento deste FBIT em farmácias de manipulação.

Agradecimento: UFVJM, CNPq, CAPES e FAPEMIG.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: L. L. Machado, C. D. Lima, L. C. Arantes, D. M. Pimentel, W. T. P. dos Santos

Nome dos Apresentadores: L. L. Machado, C. D. Lima, L. C. Arantes, D. M. Pimentel, W. T. P. dos Santos , Lara Lima Machado

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri

DEVELOPMENT OF AN ELECTROCHEMICAL METHOD FOR PRELIMINARY IDENTIFICATION OF KETAMINE IN FORENSIC SAMPLES USING BORON-DOPED DIAMOND ELECTRODE

Resumo: The ketamine, 2-(2-chlorophenyl)-2-(methylamino)-cyclohexanone, is a psychoactive drug with stimulant and dissociative effects. Although, the use of ketamine is only allowed in hospital environment or with a medical prescription, the number of seizures of illicit drugs containing this substance has been widely reported by the United Nations Office on Drugs and Crime in last years. These drugs have been marketed under the names of “happy water”, “k-powdered milk” and “pink cocaine”, where were found the presence of ketamine with different illicit drugs, as ecstasy, LSD, methamphetamine, cocaine, opioids and new psychoactive substances2. In this context, the development of analytical methods for screening tests of ketamine in seized samples is of great interest for forensic analysis. However, to the best our knowledge, there is not an efficient analytical method to perform a preliminary identification of ketamine in forensic samples. On the other hand, electroanalytical methods can be an attractive alternative for application as screening test of ketamine, since they provide simplicity, portability and rapid analysis. Thereby, we present, for the first time, the development of an electroanalytical method using square wave voltammetry (SWV) with a boron-doped diamond electrode (BDDE) for ketamine detection. The electrochemical behavior of ketamine was evaluated by cyclic voltammetry in Britton Robson buffer (TBR) 0.1 M between pH 2 and 12, where two oxidation processes at BDDE were observed at around +1.2 (O1) and +1.8 V (O2) (vs Ag/AgCl). Optimized conditions for ketamine detection were in supporting electrolyte of 0.1 M phosphate buffer pH 8 and SWV parameters of 60Hz frequency, 60 mV pulse amplitude and 5mV potential increment. A good stability of electrochemical responses for ketamine (10 µM) detection using BDDE and SWV were obtained, with relative standard deviation of 2.7 % (N=3). The proposed method presented a working linear range between 5.1 and 88.6 µM for ketamine determination with a limit of detection of 1.6 µM, which is sufficiently low to detect this drug in forensic samples. Therefore, the proposed method shows a great perspective to be used as a screening test in the identification preliminary of ketamine in forensic analysis. Interference studies and application of the proposed method in real seized samples are still being performed.

Agradecimento: CNPq, FAPEMIG, PCDF, CAPES and UFVJM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Hellen Inácia dos Santos, Kemilly Mara Pires Pinheiro, Eduardo Mathias Richter, Wendell Karlos Tomazelli Coltro

Nome dos Apresentadores: Hellen Inácia dos Santos, Kemilly Mara Pires Pinheiro, Eduardo Mathias Richter, Wendell Karlos Tomazelli Coltro, Hellen Inácia dos Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Goiás, Universidade Federal de Goiás, Universidade Federal de Uberlândia e Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Bioanalítica, Universidade Federal de Goiás e Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Bioanalítica

USO DE MICROCHIP ELETROFORÉTICO NO ESTUDO DE "BOA NOITE CINDERELA"

Resumo: A escopolamina (SCO), conhecida como hioscina, burundanga na América do Sul ou bafo do diabo na Ásia, é um alcaloide tropânico usado clinicamente devido aos seus efeitos anticolinérgicos e antiespasmódicos [1,2]. Entretanto, nas últimas décadas, tem sido utilizada para fins recreativos e também para cometer agressões sexuais e/ou roubos [3]. Apesar da SCO poder ser adquirida apenas com prescrição médica, relatos na literatura indicam que ela pode ser adquirida a partir da degradação térmica da butilescopolamina (BSCO) - princípio ativo do Buscopan® -, medicamento de venda livre, aumentando o risco de obtenção à SCO [2]. Este trabalho apresenta pela primeira vez o uso de microssistema eletroforético (MSE) acoplado com detecção condutométrica sem contato (C^4D) para identificação, separação e detecção da SCO e BSCO em amostras de bebidas (cachaça, vodca, uísque, cerveja, Coca-cola e suco de uva), urina, além de investigar a conversão de BSCO presente nos comprimidos de Buscopan® em SCO, após a degradação térmica. O método proposto permitiu a separação da SCO e BSCO em cerca de 115 segundos, com resolução de 1,3 e valores de eficiência de separação variando de $1{,}4x10^5$ a $1{,}5x10^5$ placas m^{-1}. A melhor performance analítica foi obtida utilizando um tampão composto por 40 mmol L^{-1} de ácido butírico e 25 mmol L^{-1} de hidróxido de sódio (pH = 5,0). O método proposto alcançou limites de detecção de 1,1 µmol L^{-1} para ambas as substâncias. Além disso, apresentou satisfatória linearidade com coeficientes de correlação linear acima de 0,99 para concentrações entre 25 e 200 µmol L^{-1}. A repetibilidade foi aceitável (quarenta e oito injeções), com desvio padrão relativo (DPR) abaixo de 3,3% para o tempo de migração e entre 4,8% e 9,4% para as áreas dos picos. A precisão interdiária foi avaliada para dezesseis injeções (uma sequência de quatro injeções realizadas em quatro dias) e os valores de DPR foram inferiores a 6,6% para áreas de pico e 2,2% para tempo de migração. Por fim, os valores de recuperação da SCO e BSCO nas amostras de bebidas, urina e dos comprimidos de Buscopan® variaram entre 95% e 114%. Com o uso de MSE-C^4D foi alcançado resultados satisfatórios, demonstrando ser uma ferramenta simples, rápida e promissora na análise de drogas com fins criminosos e recreativos, contribuindo em investigações criminais.

Agradecimento: CAPES, INCTBio, UFU e UFG.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Matheus Bispo de Souza, Nelson Ramos Stradiotto

Nome dos Apresentadores: Matheus Bispo de Souza, Nelson Ramos Stradiotto, Matheus Bispo de Souza

Instituição de Ensino: São Paulo State University (UNESP) - Araraquara, Bioenergy Research Institute (IPBEN) - Araraquara

MOLECULARLY IMPRINTED ELECTROCHEMICAL SENSOR BASED ON POLY(GLYCINE) FILM FOR THE DETERMINATION OF MONO-RHAMNOLIPIDS PRODUCED FROM GUAVA RESIDUES

Resumo: In the present work, an electroanalytical methodology was developed for the quantification of monorhamnolipid (mono- RHL), using a molecularly imprinted polymer electrochemical sensor (MIP). The mono-RHL has a variety of applications, among which stand out the use as a biosurfactant, bioremediation of pollutants (oil), biodegradability of hydrocarbons, mobility and reduction of metal toxicity and the inhibition of biocidal activity, which makes it a compound of great interest in further studies. This compound can be obtained from agro-industrial residues, being produced by different types of microorganisms such as bacteria, fungi, and yeasts, with Pseudomonas aeruginosa being the most used species. The developed sensor is made of glassy carbon (GCE) and was coated with reduced graphene oxide (rGO) to increase conductivity and substrate function, with electropolymerization of glycine (Gly), an amino acid with properties of biocompatibility, stability, and interaction with carbon nanomaterials which helps in the sensitivity and also in the selectivity of the sensors. The study carried out was the electrochemical characterization of the chosen analyte, where it did not show redox peaks in the potential range from -1.0 to 1.8 V, therefore the potassium ferricyanide electrochemical probe was used. The parameters used in the molecular printing of the film were optimized, the optimal number of polymerization cycles was 9, the concentration ratio [mono-RHL:Gly] was [1:100], the extraction time was 2.5 minutes, the rebinding time of 10 minutes and the rebinding pH was 7. Electrochemical characterizations of the sensor were performed using cyclic voltammetry (CV) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). The calibration curve was obtained in the concentration range 5.0 $x10^{-14}$ - 1 $x10^{-12}$ mol L^{-1}, and the detection and quantification limits were calculated, 2.1 $x10^{-14}$ and 7.0 $x10^{-14}$ mol L^{-1}, respectively, with a sensitivity of 227.5 µA/pM. The developed method will be applied to a mono-RHL sample produced from guava waste.

Agradecimento: Fapesp (Thematic Project, process 2017/22401-8), CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Fabiano Mendonça de Oliveira, Cristina Silva Cunha, Rodrigo Amorim Bezerra da Silva, Edmar Isaias de Melo

Nome dos Apresentadores: Fabiano Mendonça de Oliveira, Cristina Silva Cunha, Rodrigo Amorim Bezerra da Silva, Edmar Isaias de Melo, Fabiano Mendonça de Oliveira

Instituição de Ensino: Instituto de Química da Universidade Federal de Uberlândia, Instituto de Ciências Agrárias da Universidade Federal de Uberlândia, Instituto de Química da Universidade Federal de Uberlândia, Instituto de Química da Universidade Federal de Uberlândia,

DESENVOLVIMENTO DE SENSOR ELETROQUÍMICO FABRICADO COM CANETA 3D E OUTROS INSTRUMENTOS DE BAIXO CUSTO PARA A ELETROANÁLISE DE ÍONS ZINCO EM SOLO

Resumo: O desenvolvimento de métodos analíticos para a determinação de metais pesados em amostras ambientais é de fundamental importância para reduzir problemas ambientais e de saúde pública. O zinco é um micronutriente essencial para todos os seres vivos, sua presença em grande quantidade no meio ambiente, entretanto é um problema. Este trabalho descreve um eletrodo de trabalho de baixo custo manufaturado com equipamentos portáteis aplicado na eletroanálise de Zn^{2+} em amostras de solo empregando voltametria de redissolução anódica por onda quadrada (SW-ASV). O eletrodo foi fabricado usando uma caneta 3D que extrudou um filamento condutor de negro de fumo e ácido polilático (CB-PLA) comercial (Protopasta®, USA) em uma ponteira de micropipeta (20 a 200 mL). Os eletrodos foram submetidos a polimento manual e ativação eletroquímica por amperometria (+1,4 V / 160s e -1,0 V / 160s) em NaOH 0,5 mol L^{-1}. Primeiramente, foi observado um pico voltamétrico de Zn^{2+} em -1,1 V, sendo as variáveis da SW-ASV otimizadas para melhor detectabilidade. Empregando as condições otimizadas (potencial de deposição: -1.4 V (vsAg/AgCl), tempo de deposição:180 s, amplitude: 30 mV, frequência: 30 Hz, Incremento = 5 mV), bons parâmetros analíticos foram obtidos, como razoável faixa linear (33 a 150 µg L^{-1}) e alta sensibilidade (0,204 µA μg^{-1} L cm^{-2}), além de baixos limites de detecção e quantificação (2,8 e 9,4 µg L^{-1}, respectivamente). Para a determinação de Zn^{2+} em solo, três amostras ficaram em contato com solução trocadora de HCl 0,1 mol L^{-1} durante 30 min sob agitação, e uma alíquota do extrato (após filtração) transferida para a célula eletroquímica contendo tampão acetato 0,1 mol/L, e determinação realizada pelo método da adição padrão. Os teores de Zn^{2+} encontrados nas amostras de solo oscilaram de 0,17 a 0,23 mg/kg. Para validar os resultados, os extratos foram analisados por Espectrometria de Absorção Atômica por chama (FAAS). Através de testes estatísticos (teste F e teste t), verificou-se que o método proposto (SW-ASV) apresentou precisão e exatidão comparáveis ao método FAAS, uma vez que os valores encontrados foram menores do que os valores críticos a 95 % de confiança ($F_{calculado}$ = 1,24 < $F_{critico}$ = 19,00; $t_{calculado}$ = 0,13 < $t_{critico}$ = 4,30; n = 3). O método eletroquímico mostrou-se eficaz para a determinação do teor de zinco em amostras de solo, configurando uma alternativa de baixo custo, portátil e com desempenho analítico semelhante a metodologia por FAAS

Agradecimento: CNPQ e Capes.

ISBN 978-85-8167-307-3

Eletroquímica Ambiental e Engenharia Eletroquímica

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Jussara Câmara Cardozo, Danyelle Medeiros de Araújo, Marco Antonio Quiroz Alfaro, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Elisama Vieira dos Santos

Nome dos Apresentadores: Jussara Câmara Cardozo, Danyelle Medeiros de Araújo, Marco Antonio Quiroz Alfaro, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Elisama Vieira dos Santos, Jussara Câmara Cardozo

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Norte

CONVERSÃO ELETROQUÍMICA DE OLANZAPINA EM PRODUTOS DE ALTO VALOR AGREGADO COM A SIMULTÂNEA PRODUÇÃO DE HIDROGÊNIO VERDE

Resumo: A importância de preservar e/ou recuperar os sistemas hídricos e promover uma segurança energética é essencial para a sociedade atual e gerações futuras. Assim, a Organização das Nações Unidas (ONU) propôs os Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS), a fim de estabelecer uma abordagem que permita consolidar medidas que busquem a circularidade dos recursos e desenvolvam sistemas econômicos e sustentáveis [1]. Nos últimos anos, o consumo de medicamentos tem aumentado, com isso, resultando na elevada geração de resíduos farmacológicos, ocasionando várias consequências ao meio ambiente [3]. Neste contexto, o presente estudo investiga a conversão eletroquímica da Olanzapina, em ácidos carboxílicos e H_2, para tanto, os experimentos eletroquímicos foram desenvolvidos em uma célula de dois compartimentos, ambos separados por uma membrana de Nafion-350. A oxidação eletroquímica foi realizada usando 1 L de 50 mg L^{-1} de olanzapina, que circulou pelo compartimento anódico a uma taxa de fluxo constante de 90 mL min^{-1}. Como catódo foi investigado o uso de uma malha Ni-Fe em meio ácido de H_2SO_4 0,25 M como eletrólito. As variáveis investigadas nos ensaios de conversão eletroquímica da Olanzapina foram: (i) a natureza do ânodo (BDD, PbO_2 dopado com Flúor, e Ru-IrO_2); e (ii) a natureza do eletrólito de suporte (H_2SO_4, Na_2SO_4 e $HClO_4$). O estudo foi conduzido aplicando 30 mA cm^{-2} em 240 min. Os resultados demonstram 80% de remoção do carbono orgânico total (COT) usando BDD, 66% para PbO_2-F e 20% para Ru-IrO_2, em presença de 50 mM de Na_2SO_4. A produção de ácidos carboxílicos foi monitorada ao longo do tempo para as diferentes condições testadas, e observou-se uma produção seletiva de ácido carboxílico. A quantidade de H_2 produzida foi superior a 1,7 L, com uma eficiência faradaica de 98%, após 240 min. Uma vantagem importante da eletrólise híbrida é o custo termodinâmico mais favorável de oxygen evolution reaction (OER) vs. hydrogen evolution reaction (HER) ao usar substratos orgânicos. A tecnologia aqui proposta usa uma matriz fotovoltaica como fonte de energia para impulsionar a operação da célula do tipo PEM projetada, estabelecendo uma alternativa promissora, eficiente e sustentável para produzir H_2 verde.

Agradecimento: Financial supports from Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, Brazil) (306323/2018-4, 312595/2019-0, 439344/2018-2, 315879/2021-1, 409196/2022-3, 408110/2022-8), and from Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Brazil), FAPESP 2014/50945-4 and 2019/13113-4, are gratefully acknowledged. The authors thank the Núcleo de Processamento Primário e Reúso de Água Produzida e Resíduos (NUPPRAR) for providing HPLC analyses.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Vitória Pistori Guimarães, Dr. Edson A. Ticianelli

Nome dos Apresentadores: Vitória Pistori Guimarães, Dr. Edson A. Ticianelli, Vitória Pistori Guimarães

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos - Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos - Universidade de São Paulo

INVESTIGAÇÃO DA ATIVIDADE E SELETIVIDADE DE ELETROCATALISADORES FE/N-C PARA A REAÇÃO DE REDUÇÃO DE DIÓXIDO DE CARBONO EM ELETRODO DE DISCO ANEL ROTATÓRIO

Resumo: O atual cenário ambiental é preocupante, devido aos efeitos negativos da emissão de dióxido de carbono (CO_2), entre outros poluentes, na atmosfera. Entre as alternativas atualmente investigadas para mitigar estes efeitos estão tecnologias eletroquímicas, que potencialmente permitem a conversão do CO_2 em produtos de valor agregado, pela reação de redução de CO_2 ($RRCO_2$). Porém, ainda há muitos desafios para otimização destas reações, entre os quais está o desenvolvimento de catalisadores mais eficientes, acessíveis e estáveis. Neste contexto, este trabalho desenvolveu catalisadores para a $RRCO_2$, formados por Fe coordenado com carbono nitrogenado (Fe/N-C), com teores de Fe de 1, 2 e 5% (m/m), e preparados usando várias proporções de carbono e do complexo $Fe[TPTZ]_2^{2+}$, submetidos à pirólise a 800 ^oC em atmosfera de NH_3. Os materiais produzidos foram caracterizados por diversas técnicas quanto às suas características estruturais e químicas, compreendendo o grau de fixação do nitrogênio e sua distribuição no substrato de carbono. Os resultados obtidos para o material com 5% de Fe mostraram que a proporção de Fe acompanha o teor nominal do componente e indicaram a presença de Fe/N-C e Fe_3O_4 no material produzido. Os estudos eletroquímicos foram realizados em solução de $KHCO_3$ 0,1 mol L^{-1} saturada com CO_2, usando eletrodo de disco-anel rotatório (EDAR) para detecção rápida no anel dos produtos da $RRCO_2$ gerados no disco de carbono vítreo recoberto com um filme do material catalítico. A otimização operacional do sistema EDAR foi realizada usando disco-anel de Au-Pt e um tratamento do eletrólito com resina trocadora de íons (Chelex® 100). A comparação dos resultados dos materiais aqui estudados com os do eletrodo de Au demonstrou atividade similar do catalisador de Fe/N-C à do eletrodo de Au. Voltamogramas obtidos para o anel de Pt referentes à oxidação dos produtos da $RRCO_2$ gerados no disco com os catalisadores Fe/N-C indicaram a formação do íon formiato, o que foi comprovado por curvas de calibração e pela ausência de CO ou outros produtos, em análises por DEMS. Estimativas da eficiência faradaica (EF) indicaram que a formação do íon formiato ocorre com menor EF em potenciais mais negativos que -0,7 V vs. ERH, onde inicia-se um aumento progressivo da produção de H_2. Os valores de EF também evidenciaram maior atividade catalítica para a $RRCO_2$ e maior especificidade à produção de formiato no material com 1% de Fe.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Daniel da Silva Ribeiro, Artur de Jesus Motheo

Nome dos Apresentadores: Daniel da Silva Ribeiro, Artur de Jesus Motheo, Daniel da Silva Ribeiro

Instituição de Ensino: USP - Universidade de São Paulo

COMBINED PROCESS OF ADSORPTION, DESORPTION AND ELECTROCHEMICAL OXIDATION FOR WASTEWATER TREATMENT

Resumo: Improper disposal of medications has been increasing in Brazil and worldwide [1]. An example of improper disposal is antibiotics, whose presence in water can lead to drug-resistant infections [2]. Since, this type of pollutant is not entirely removed by conventional wastewater treatments, other types of treatments such as electrochemical are necessary. In this way, the aim of this study was the electrooxidation of tetracycline (an antibiotic). However, due to the low concentration and large volumes of water that hinder the diffusion of these pollutants towards the anodic surface, pre-concentration steps are required. In this work, the pre-concentration of tetracycline hydrochloride ($C_{22}H_{24}N_2O_8$, 95%) followed by electrochemical oxidation was studied. The pre-concentration step involved the adsorption of tetracycline onto activated carbon (granular activated carbon (1-2 mm) and activated carbon from water filters) using 100 mL samples with a concentration of 300 mg L^{-1} in Milli-Q water. The solutions were mixed with different masses of activated carbon (ranging from 0.10 to 1.50 g) under magnetic stirring at 180 rpm for 120 hours or 72 hours, and the experiment was conducted with two types of activated carbon. Adsorption tests with activated carbon showed adsorption isotherms for three types of carbon, with the best fit obtained using a Freundlich isotherm ($y=186.10x-2017.42^{x\wedge-2.41}$). Additionally, the results obtained from high-performance liquid chromatography (HPLC) analyses indicated that the activated carbon from the filter had a greater capacity to adsorb tetracycline, but it formed particles with low surface area, making it difficult to handle. Subsequently, the electrochemical oxidation of tetracycline was studied using a filter press cell with a commercial anode containing ADE-Cl_2 ($Ti/Ru_{0.3}Ti_{0.7}O_2$) with a supporting electrolyte of 0.051 mol L^{-1} H_2SO_4, pH 1-2, and an applied current of 10 mA cm^{-2} for 1.5 and 6 hours, during which the concentration decay was observed using HPLC with a detection wavelength of 360 nm. The electro-oxidation of tetracycline in an alcoholic medium showed high efficiency, achieving removal rates of 87.6% in an aqueous medium and 84.5% in an ethanol medium after 6 hours of electrolysis. Thus, it was demonstrated that the pre-concentration process with activated carbon and electro-oxidation in an alcoholic medium is a promising strategy for its utilization in effluent treatment.

Agradecimento: Financial support from the Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel (CAPES, Brazil) [2017/10118-0] is gratefully acknowledged.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Leticia Mirella da Silva, Ismael Fernández Mena, Miguel A. Montiel, Cristina Saez, Artur J. Motheo, Manuel A. Rodrigo

Nome dos Apresentadores: Leticia Mirella da Silva, Ismael Fernández Mena, Miguel A. Montiel, Cristina Saez, Artur J. Motheo, Manuel A. Rodrigo, Artur de Jesus Motheo

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos/Universidade São Paulo São Carlos/Brazil, Department of Chemical Engineering/Faculty of Chemical Sciences and Technologies/University of Castilla La Mancha/Spain

THE ELECTROCHEMICAL GENERATION OF CHLORINE DIOXIDE FOR USE IN ENVIRONMENTAL REMEDIATION

Resumo: Although chlorine dioxide is widely applied in water treatment stations, where it is produced chemically by combining chlorite with hydrochloric acid [1], its production involves large amounts of products. Thus, in this work an improvement of this process was sought, using a different route for the continuous production of chlorine dioxide, susceptible to being used for effluent remediation. In this production route [2], chlorate and hydrogen peroxide are produced continuously using electrochemical cells specially designed to obtain high efficiencies in these electrochemical processes. During this study, prototypes were used, with appropriate conception and design, manufactured by 3-D printing. The characterization of the cells was performed as a function of fluid dynamics, mass transfer, and production of target compounds. The prototype developed for chlorate production, with an electrode surface of 78.5 cm2, was capable of producing up to 1,200 mg h-1 of a chlorate solution with a purity of 50%. On the other hand, the prototype developed for the production of H2O2, with an electrode surface area of 10.9 cm2, was capable of producing up to 9 mg h-1 with a concentration of up to 70 mg L-1. To verify the viability of using the ClO2 produced in environmental applications, this oxidant was transferred through an airflow to a gaseous stream where it was added to solutions containing iodine and methomyl. It was obtaining total oxidation of iodine added (2 mol L-1) in 3 hours, and the total removal of methomyl (0.1 mMol L-1) in 1 hour. These results demonstrate that this technology can be applied in environmental remediation, confirming the good perspectives of electrochemical technology mediated by gaseous oxidants using chlorine dioxide for waste remediation.

Agradecimento: 1) Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - Brasil - Processos: 2021/06908-0; 2018/26475-9;e 2017/10118-0, 2) MCIN/AEI/10.13039/501100011033/ e “European Union Next Generation EU/PRTR” - Espanha - PID2019-107271RB-I00.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Danyelle Medeiros de Araújo, Zeltzin Fernanda López Calixto, Jussara Câmara Cardozo, Jéssica Pires de Paiva Barreto, Emily Cintia Tossi, Maria Valnice Boldrin Zanoni, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Elisama Vieira dos Santos

Nome dos Apresentadores: Danyelle Medeiros de Araújo, Zeltzin Fernanda López Calixto, Jussara Câmara Cardozo, Jéssica Pires de Paiva Barreto, Emily Cintia Tossi, Maria Valnice Boldrin Zanoni, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Elisama Vieira dos Santos , Danyelle Medeiros de Araújo, Jussara Câmara Cardozo, Maria Valnice Boldrin Zanoni, Carlos Alberto Martínez-Huitle

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Universidad de las Américas Puebla, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Universidade Federal do Rio Grande do Norte

ELETROCONVERSÃO DE UM EFLUENTE REAL CONTAMINADO PARA PRODUTOS DE ALTO VALOR AGREGADO

Resumo: Nos últimos anos o tratamento e reutilização de águas residuais tem recebido uma atenção especial da comunidade científica e de órgãos ambientais, devido aos grandes volumes gerados durante o processo industrial, atrelado a sua composição química que possui elevada carga orgânica [1]. A mesma atenção não é ainda dispensada aos efluentes domésticos, como é o caso do efluente gerado da lavagem de roupa, pois são produzidos internamente e descartados diretamente no sistema de esgoto sem nenhum pré-tratamento [1]. Este efluente além de possuir elevada carga orgânica pela presença de tensoativos e corantes, possui microplásticos, tecidos e fibras, que prejudicam diretamente ao habitat marinho e consequentemente a saúde humana [1]. Quando degradados os efluentes reais via oxidação anódica, frequentemente ocorre uma degradação parcial a geração de altas concentrações de ácidos carboxílicos como intermediários. No entanto, o processo de oxidação anodica esta renascendo como uma interessante alternativa para produzir compostos de alto valor agregado a partir do tratamento de efluentes reais tais como o descarte de um salão de beleza. Assim, podendo ser armazenados e utilizados os produtos de valor agregado para outros fins [2]. O presente estudo aplicou a oxidação anódica em batelada utilizando dois ânodos, o diamante dopado com boro (BDD) e o dióxido de rutênio, irídio e titânio suportado em titânio ($RuIrTiO_2$), a fim de converter os compostos orgânicos presentes na água de lavagem de roupa a produtos de alto valor agregado, aplicando diferentes densidades de corrente (7,5, 15 e 30 $mAcm^{-2}$). De acordo com os resultados obtidos, os ácidos fórmico e oxálico foram detectados em maior proporção durante a eletrólise do efluente com o BDD especialmente a baixas densidades de corrente (15 $mAcm^{-2}$), quando comparado as concentrações obtidas com $RuIrTiO_2$. No entanto, o aumento da densidade favoreceu o aumento dos intermediários gerados ao utilizar o ânodo ativo. Avaliando os resultados, as concentrações obtidas são maiores as reportadas na literatura e os produtos de alto valor agregado podem ser usados como carregadores/transportadores de hidrogênio, favorecendo a transição energética.

Agradecimento: Os autores agradecem ao CNPQ pelo financiamento do trabalho através do Processo 116925/2022-1 PDJ.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Camila Fernanda Zorzo*, Louidi Lauer Albornoz*, Andréa Moura Bernardes*, Fernando Henrique Borba**, Salatiel Wohlmuth da Silva*

Nome dos Apresentadores: Camila Fernanda Zorzo*, Louidi Lauer Albornoz*, Andréa Moura Bernardes*, Fernando Henrique Borba**, Salatiel Wohlmuth da Silva*, Camila Fernanda Zorzo

Instituição de Ensino: *Universidade Federal do Rio Grande do Sul, **Universidade Federal da Fronteira Sul

AVALIAÇÃO DO PROCESSO DE OXIDAÇÃO ELETROQUÍMICA AVANÇADA PARA A DEGRADAÇÃO DE UMA MISTURA DE CONTAMINANTES EMERGENTES USANDO ÂNODO DE SI/DDB

Resumo: A presença de contaminantes emergente (CE), incluindo fármacos e agroquímicos, no meio ambiente tem aumentado nos últimos anos, despertando preocupação em relação aos seus efeitos adversos [1, 2]. As principais fontes de CE para o meio ambiente são agrícolas via poluição difusa e as estações de tratamento de efluentes, que em sua maioria possuem processos convencionais de tratamento que não são eficazes na remoção de CE [3, 4]. Por esse motivo, o processo de oxidação eletroquímica avançada (OEA) tem sido uma alternativa promissora para a oxidação de CE. Diante disso, este trabalho tem por objetivo avaliar o processo de OEA na degradação e mineralização de uma matriz de CE composta por atrazina (ATZ), carbamazepina (CPZ) e sulfametoxazolol (SMX). Para tanto, uma célula eletroquímica composta por um ânodo de diamante dopado com boro suportado em silício (Si/DDB) e um cátodo de Ti/TiO_2(70%)RuO_2(30%) foi utilizada. 1 L de uma solução contendo 5 mg L^{-1} de cada CE e eletrólito suporte em água deionizada foi armazenada em um reservatório e recirculada pelo sistema. Experimentos foram conduzidos para avaliar o efeito de diferentes eletrólitos (Na_2SO_4 e NaCl, com mesma força iônica), densidades de corrente (*j*) (10, 20 e 30 mA cm^{-2}) e vazões (Q) (50, 150 e 250 L h^{-1}) na degradação e mineralização dos CE. As análises de degradação e mineralização foram realizadas em HPLC e analisador de TOC, respectivamente. Primeiramente, foi avaliado o efeito dos eletrólitos em condições de *j* = 30 mA cm^{-2}, Q = 250 L h^{-1} e 240 minutos. Com NaCl a degradação dos CE foi mais rápida, possivelmente devido a oxidação de íons cloreto formando HClO ou OCl^- que potencializaram a velocidade de degradação [5]. Usando NaCl, ensaios em diferentes *j* foram realizados. Resultados semelhantes de degradação foram obtidos com 10 e 30 mA cm^{-2}, portanto se optou por empregar 10 mA cm^{-2} nos ensaios subsequentes para reduzir o consumo energético. Em seguida, diferentes vazões foram testadas. Em Q mais altas (150 e 250 L h^{-1}) ocorreu maior degradação e mineralização dos CE, que pode ser atribuído ao aumento do transporte de massa para a superfície do eletrodo [6]. A Q = 250 L h^{-1} apresentou resultados mais significativos com degradação de >93% em 5 min e mineralização de >64% em 60 min para os CE. Análises de ácidos orgânicos destas amostras serão realizados. Contudo, por meio destes testes preliminares se verificar que a OEA apresenta resultados promissores na degradação dos CE estudados.

Agradecimento: Agradecemos ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do RS (FAPERGS), a Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) e a Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Joselaine dos Santos Dias, Cristina Benincá

Nome dos Apresentadores: Joselaine dos Santos Dias, Cristina Benincá, Joselaine dos Santos Dias, Cristina Benincá

Instituição de Ensino: FURG- Universidade Federal do Rio Grande

DEGRADAÇÃO DO *P*-NITROFENOL POR ELETROCOAGULAÇÃO UTILIZANDO ELETRODOS DE FERRO EM UMA CÉLULA ELETROQUÍMICA

Resumo: O *p*-nitrofenol (PNP) é um composto nitro aromático que possui alta toxicidade e carcinogenicidade além de potencial de bioacumulação, encontrado como um precursor e também um produto final de outros poluentes. Seu uso industrial na fabricação de diversos produtos como pesticidas, fármacos, síntese de corantes, explosivos, petroquímicos, na indústria do couro e demais produtos, o torna um potencial poluidor do meio ambiente principalmente em rejeitos aquosos e também no ar atmosférico. Por sua grande ocorrência o *p*-nitrofenol compõe uma lista de poluentes tóxicos de alta prioridade pela Agência Americana de Proteção Ambiental US EPA, (United States Environmental Protection Agency) [1]. A grande ocorrência do *p*-nitrofenol na água e no solo, devido a contaminação antropogênica é resultante de sua alta estabilidade e solubilidade [2] sendo que, estas características em particular, o tornam um agente poluidor difícil de ser eliminado de efluentes industriais. Neste sentido, diferentes técnicas para sua remediação vêm sendo estudadas. Dentre elas, a eletrocoagulação vem demonstrando ser uma técnica eficiente para remoção de contaminantes em águas residuais, por sua simplicidade, com custo operacional reduzido e não necessita da adição de novos produtos químicos no efluente a ser tratado. Em particular, sua aplicação em efluente sintético contendo PNP demonstra alta capacidade de remoção deste poluente [3]. Visto isso, o presente trabalho propõe a utilização da técnica de eletrocoagulação, com eletrodos de ferro, aplicando a corrente de 0,1 A, como meio de remediação deste poluente em um efluente sintético em condições oxidativas, utilizando o NaCl como eletrólito de suporte, em um reator com volume de 250mL. A degradação do PNP foi acompanhada por HPLC e espectroscopia UV, partindo de uma concentração inicial de 15 mg/L, 10mg/L e 5 mg/L do poluente, também foram realizadas as medidas de pH e temperatura da solução durante às 3 horas de ensaio.

Agradecimento: CAPES, CNPq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Robson da Silva Souto, Paulo Jorge Marques Cordeiro Junior, Larissa Pinheiro de Souza, Bruno Ramos, Antônio Carlos Silva Costa Teixeira, Robson da Silva Rocha e Marcos Roberto de Vasconcelos Lanza.

Nome dos Apresentadores: Robson da Silva Souto, Paulo Jorge Marques Cordeiro Junior, Larissa Pinheiro de Souza, Bruno Ramos, Antônio Carlos Silva Costa Teixeira, Robson da Silva Rocha e Marcos Roberto de Vasconcelos Lanza., Robson da Silva Souto

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo

PROJETO DE UM NOVO REATOR ELETROQUÍMICO EM FLUXO PARA ELETROSSÍNTESE DE H_2O_2. UM ESTUDO DAS CONDIÇÕES HIDRODINÂMICAS E OPERACIONAIS PARA APLICAÇÃO EM AUMENTO DE ESCALA

Resumo: Neste trabalho, é apresentado uma nova abordagem e discussão sobre reatores eletroquímicos em fluxo (RE), tendo em sua configuração eletrodos de difusão gasosa (EDG). Desta forma, um novo design de RE foi aplicado em reações de redução de oxigênio (RRO) para a produção *in-situ* de peróxido de hidrogênio (H_2O_2). De forma geral, o estudo realizado visa esclarecer o comportamento hidrodinâmico (RE+EDG), e sua correlação com os efeitos eletroquímicos. Para avaliação hidrodinâmica, modelos de macromistura foram calculados a partir do tempo médio (t_m), número de *Peclet*, além dos desvios e variância da distribuição de tempos de residência (DTR), utilizando metodologia traçador-pulso (1 mL de KCl = 3 mol L^{-1}). Além disso, para avaliação das condições operacionais, foram utilizadas ferramentas matemáticas, como planejamento fatorial e metodologia de resposta de superfície (MRS). Sendo que o as variáveis hidrodinâmicas, como vazão de fluído (15 a 45 L h^{-1}) e distância entre eletrodos (11 a 19 mm), e eletroquímicas, como densidade de corrente (mA cm^{-2}), fluxo de gás O_2 (mL min^{-1}), e condutividade (kWh kg^{-1}), foram utilizadas para determinar a correlação entre efeitos. Os resultados demonstram que o DTR tem implicações consideráveis no comportamento de um REF, podendo ser utilizado para modular o acúmulo de H_2O_2. Em um RE de volume interno de 5 mL, com baixos valores de DTR (0,28 min), a concentração de H_2O_2 é baixa, 9 mg L^{-1}. Porém, quando os valores de DTR aumentam (0,72 min), a concentração de H_2O_2 pode ser elevada a 113 mg L^{-1}. Os gráficos de DTR explicam com clareza o comportamento cinético observado na geração de H_2O_2, e os modelos macroscópicos de reatores não ideias com efeito pistão e tanque agitado contínuo, foram os mais adequados para explicar o comportamento do fluido no RE. Ademais, o modelo matemático obtido por MRS, permitiu uma melhor compreensão das condições operacionais eletroquímicas, como o efeito significativo do EDG nas condições de corrente e gás O_2, alcançando 78% de eficiência para ambos os fatores. A condutividade é responsável pelo consumo de energia, podendo-se obter valores inferiores a 10 kWh kg^{-1} de H_2O_2. Por fim, um sistema de passagem única no reator foi comparado com a configuração de recirculação, sendo o último com 34% menor em eficiência na geração de H_2O_2. No geral, o presente estudo permite uma compreensão do comportamento hidrodinâmico de RE baseados em EDG, com condições de operação moduladas por MRS.

Agradecimento: Agradecimentos pelo financiamento ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), projetos #303759/2014-3 and #303943/2021-1, e a Fundação de Amparo à Pesquisa de São Paulo (FAPESP), projetos #2014/50945-4; #2016/19612-4 and #2017/10118-0, pelo suporte nessa pesquisa.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: João Paulo Alves Della Guardia, Arthur de Jesus Motheo

Nome dos Apresentadores: João Paulo Alves Della Guardia, João Paulo Alves Della Guardia, Arthur de Jesus Motheo

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos - Universidade de São Paulo

ANALYSIS OF BY-PRODUCTS FROM XYLENE DEGRADATION IN ETHANOL MEDIUM, USING METALLIC OXIDE MIXTURE ANODE

Resumo: The presence of emerging pollutants (EP'S) in aquatic systems such as rivers, lakes, groundwater, poses risks to human and environmental health. Emerging pollutants are possibly toxic substances that are not usually removed in conventional water treatment processes. Among these EP'S we highlight xylene, which is used as a raw material in various industrial processes, in addition to being used as a component in detergents, solvents for paints, and gasoline. The indiscriminate disposal of this compound makes it a major environmental concern [1,2]. In this sense, the electrochemical method is a viable alternative for the treatment of these pollutants. However, the aim of this work were to evaluate the degradation of xylene in an alcoholic medium, varying the supporting electrolytes and current densities. For this, an electrochemical cell with an anode mixture of metallic oxides was used, and the effect of different types of support electrolytes was studied in ethanol medium, such as H2SO4, HCl and NaOH, and removal values of 93.91, 88.52 and 62.59%, respectively, were obtained. It was noted that the degradation of the contaminant was favored by the presence of sulfate ions. By evaluating the removal of xylene with the current density, it was possible to observe that with the application of higher current densities, the xylene was removed with greater speed. And the increase in removal speed was probably due to the generation of a greater amount of oxidative species that can accelerate the transmission process. The following results are obtained for the different current densities: 93.91, 79.55 and 73.72% at 40, 30 and 20 mA/cm², respectively. Finally, when analyzing the reaction by-products through gas chromatography coupled to mass spectrometry, the following compounds were obtained: mono-2-ethylhexyl phthalate, isooctyl phthalate, di-n-octyl phthalate and bis-2-ethylhexyl phthalate. Among the by-products, added value was found for isooctyl phthalate, di-n-octyl phthalate and bis-2-ethylhexyl phthalate, which are used as plasticizers, lubricating agents and adhesion promoters, respectively[3,4,5]. Furthermore, studies in the literature have demonstrated the formation of isooctyl phthalate and bis-2-ethylhexyl phthalate from the electro-oxidation of phthalic anhydride, in the present work the same product were obtained through the electro-oxidation of ortho-xylene[6].

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Pedro Sanabria, Shirley Navas

Nome dos Apresentadores: Pedro Sanabria, Shirley Navas, Pedro Sanabria

Instituição de Ensino: UFRGS

REVISÃO DOS PROCESSOS DE ELECTRO-FENTON E FOTO-ELETRO-FENTON PARA A DEGRADAÇÃO DE PRODUTOS FARMACÊUTICOS PRESENTES EM DIFERENTES MATRIZES AQUOSAS

Resumo: Águas residuais de hospitais, efluentes de fabricantes farmacêuticos e águas residuais domésticas são as principais fontes de produtos farmacêuticos no ambiente aquático. As águas residuais domésticas são responsáveis por aproximadamente 80% dos produtos farmacêuticos presentes no ambiente. Geralmente, os tratamentos de doenças são realizados em regime ambulatorial, os pacientes deixam o hospital após o tratamento e, consequentemente, os pacientes fora dos hospitais liberam esses micros poluentes nas estações de tratamento de águas residuais (ETARs), excretando esses produtos farmacêuticos [1]. No entanto, como a maioria dos produtos farmacêuticos apresenta toxicidade e sua eliminação nas ETARs convencionais é insatisfatória, isso contribui para sua contribuição frequente e contínua ao meio ambiente. Na verdade, um número crescente de estudos tem relatado a presença de produtos farmacêuticos em águas residuais hospitalares, efluentes de ETARs, bem como em amostras de água de rios. Este estudo revisa os principais avanços no tratamento de produtos farmacêuticos por meio de processos de oxidação com electro-Fenton e foto-eletro-Fenton em várias matrizes aquosas, por meio de uma análise sistemática e bibliométrica com ênfase em produtos de transformação (TP). Uma análise bibliométrica e sistemática consiste em definir as revistas, artigos, autores e palavras-chave mais relevantes para o tópico de pesquisa avaliado e interpretar os artigos em um Portfólio Bibliométrico (PB). Assim, o Processo de Desenvolvimento do Conhecimento-Constructivista (Proknow-C) foi adaptado de Tasca et al., 2010 [2] e Lacerda et al., 2012 [3]. Este método foi criado para atender às necessidades de pesquisadores que requerem conhecimento sobre determinado tópico. Consiste nos seguintes passos: (i) seleção do PB, (ii) análise bibliométrica do PB, (iii) análise sistemática do PB; e (iv) definição da pergunta de pesquisa e do objetivo, respectivamente. Para alcançar tais resultados, foram obtidos dados bibliométricos das bases de dados Scopus e Web of Science em janeiro de 2023. A busca foi realizada para o período de 2012 a 2022. Os registros incluídos foram obtidos a partir de uma busca sistemática por documentos que correspondessem aos termos pesquisados no título, resumo e campos de palavras-chave dos artigos. A busca foi refinada para o tipo de documento “artigo”. O software Vosviewer (v. 1.6.16) foi utilizado para visualização de dados e análise bibliométrica. Métodos de oxidação são capazes de produzir produtos intermediários biodegradáveis e remover efetivamente tais contaminantes quando as principais condições operacionais estão em configurações ótimas. No entanto, muitas vezes, esses tratamentos têm algumas limitações para a mineralização completa. Várias estratégias têm sido postas em prática para melhorar a eficiência desses processos de electro-Fenton e foto-eletro-Fenton, principalmente por meio da aplicação de catalisadores heterogêneos e/ou agentes quelantes, além do uso de diferentes estratégias. Da mesma forma, fontes de energia solar e/ou artificial para realizar os processos foram avaliadas em alguns estudos. Por sua vez, a identificação de produtos de transformação é um assunto menos abordado em trabalhos publicados que deve ser estudado em profundidade.

ISBN 978-85-8167-307-3

Este estudo bibliométrico compilou o conhecimento das publicações dos últimos 10 anos, disponíveis nas bases de dados Web of Science e Scopus, relacionadas à aplicação dos processos de electro-Fenton e foto-eletro-Fenton para o tratamento de produtos farmacêuticos em diferentes matrizes aquosas. Foi realizada uma análise ampla e sistemática com a implementação do método Proknow-C e a análise bibliométrica de mais de 2000 publicações. A metodologia utilizada neste estudo facilitou a análise das contribuições publicadas mais relevantes.

Agradecimento: Os autores agradecem à CAPES pelo financiamento do doutorado.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Herbet Lima Oliveira, Rainy Alves de Sousa, Jussara Câmara Cardozo, José Eudes L. Santos, Carlos Alberto Martínez- Huitle, Elisama Vieira dos Santos

Nome dos Apresentadores: Herbet Lima Oliveira, Rainy Alves de Sousa, Jussara Câmara Cardozo, José Eudes L. Santos, Carlos Alberto Martínez- Huitle, Elisama Vieira dos Santos, Elisama Vieira dos Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Norte

RUMO À APLICABILIDADE DAS TECNOLOGIAS ELETROQUÍMICAS PARA PROTEÇÃO AMBIENTAL E CONCEITOS DE ECONOMIA CIRCULAR

Resumo: Atualmente, devido à rápida deterioração do ambiente, os cientistas vêm propondo soluções não só mais eficientes, mas também mais sustentáveis e integradas. Novos conceitos surgiram e, entre eles, destaca-se a abordagem Nexus "energia- água - alimentos - terra - clima" [4], pois impacta diretamente nos objetivos de desenvolvimento sustentável (ODS), por meio de um planejamento integrado de recursos e processos. A integração do conhecimento de diferentes áreas pode ser sinérgica e, por exemplo, as últimas inovações na ciência dos materiais podem abordar muitos desafios diferentes na área de sustentabilidade. Assim, materiais avançados podem ajudar a atingir os ODS em áreas-chave, como: fome zero (ODS 2), boa saúde e bem-estar (ODS 3), água limpa e saneamento (ODS 6), energia limpa e acessível (ODS 7), indústria, inovação e infraestrutura (ODS 9), cidades e comunidades sustentáveis (ODS 11), consumo e produção responsáveis (ODS 12), ação climática (ODS 13) e vida subaquática (ODS 14), valorização de resíduos e ação antimicrobiana, entre outras. Por sua vez, essas interações podem contribuir para abrir novos estratégias para maximizar os benefícios sociais. Nesse contexto, usando sistemas eletroquímicos equipados com membranas, a oxidação eletroquímica de compostos orgânicos e a simultanea separação de ácidos carboxílicos poderá melhorar consideravelmente a sustentabilidade e a viabilidade econômica do processo. Aqui, propomos uma estratégia para maximizar os benefícios econômicos e a sustentabilidade de uma produção seletiva de ácidos di e monocarboxílicos gerados a partir da oxidação de lignina. Os resultados demonstraram claramente que concentrações superiores a 120 mg L-1 e 231 mg L-1 de ácido oxálico e acido vanilíco foram obtidas em meio alcalino (0,5 mol L-1 NaOH) aplicando 100 mA cm-2, empregando eletrodo de diamante dopado com boro em reator em fluxo. Neste trabalho também foi investigado a eletrodialise, como alternativa de concentrar os ácidos eletrogerados. O Resultados claramente demonstraram eficiências de separação de 68% e 59% para os ácido óxalico e vanílico.

Agradecimento: Financial supports from Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, Brazil) (306323/2018-4, 312595/2019-0, 439344/2018-2, 315879/2021-1, 409196/2022-3, 408110/2022-8), and from Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Brazil), FAPESP 2014/50945-4 and 2019/13113-4, are gratefully acknowledged

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Beatriz T. Marin, Géssica O. S. Santos, Cristina Saez, Marcos R. V. Lanza, Manuel A. Rodrigo

Nome dos Apresentadores: Beatriz T. Marin, Géssica O. S. Santos, Cristina Saez, Marcos R. V. Lanza, Manuel A. Rodrigo, Beatriz T. Marin

Instituição de Ensino: São Carlos Institute of Chemistry (IQSC) - University of São Paulo (USP), São Carlos Institute of Chemistry (IQSC) - University of São Paulo (USP), Department of Chemical Engineering - Faculty of Chemical Science & Technologies - Universidad de Castilla - La Mancha (UCLM), São Carlos Institute of Chemistry (IQSC) - University of São Paulo (USP), Department of Chemical Engineering - Faculty of Chemical Science & Technologies - Universidad de Castilla - La Mancha (UCLM)

SIMULTANEOUS ELECTROCHEMICAL PRODUCTION OF OXIDANTS USING A TWO-COMPARTMENT REACTOR EQUIPPED WITH A PL6C-BASED GDE CATHODE AND A BDD ANODE

Resumo: Conventional chemical wastewater treatment processes focus on the use of hypochlorite, but this has a disadvantage related to the formation of toxic byproducts, such as organochlorines [1,2]. An alternative that can further increase sustainability is the use of electrochemical technology for the *in situ* simultaneous formation of oxidants such as peroxodicarbonate (C2O6 2-) through anodic reactions and hydrogen peroxide (H2O2) through cathodic reduction of oxygen, which are common precursors of the hydroxyl radical (•OH) [3]. Thus, the present work aimed at the simultaneous production of oxidants using a two-compartment electrochemical reactor. In the cathodic compartment a gaseous diffusion electrode (GDE), made of Printex L6 carbon on a carbon cloth is used as cathode and NaClO4 as the main component of the supporting electrolyte (pH~2). A boron doped diamond (BDD) anode was used in the anode compartment and Na2CO3 to compose the electrolyte (pH~7). To find the optimal production conditions, the electrolyte concentration (0.05 to 0.5 mol L-1) and the applied current density (3.125 to 25 mA cm-2) were varied on both sides. It was noted from the results that by increasing the applied current, the oxidant production increased, reaching a maximum at 25 mA cm-2 of 341 and 280 mg L-1 for the production of H2O2 and C2O6 2-, respectively. However, when varying the electrolyte concentration, H2O2 production were close (error~10% between analyses) at all current densities, while C2O6 2- production increased. Analyzing the energy consumption (EC) and current efficiency (CE) for each case, it was noted that for H2O2 electrogeneration CE values were high (~100% at 6.25 mA cm-2) with a low EC (5.5 to 6.25 mA cm-2). High CE values for H2O2 production can be explained by the minimization of parallel reactions because the use of a cationic membrane which only allows the crossing of protons (H+) to cathodic side. As for $C_2O_6^{2-}$ production, the lower current density led to higher CE (37.4%) and lower EC (3.9 kWh kg-1) while at 25 mA cm-2 the CE decreased to 6.80% with an EC ~79 kWh kg-1. Therefore, the work allowed for more sustainable production of two oxidants simultaneously from a single applied current, using two-compartment reactor and achieving optimal results for energy consumption and current efficiency.

Agradecimento: This work comprises the research project PDC2021-121105-I00 granted by MCIN/ AEI/10.13039/501100011033/, “European Union Next Generation EU/PRTR”, Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brazil (CAPES), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) and São Paulo Research Foundation (FAPESP, grant number #2021/06129-1, #2022/15491-9, #2020/02743-4 and #2022/03386-6).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ana Carolina A. Andrade (1,2), Maria Fernanda B. Araujo (1), José Fabrício M. de Oliveira (1), Giancarlo R. Salazar-Banda (1,2) e Katlin I. B. Eguiluz (1,2)

Nome dos Apresentadores: Ana Carolina A. Andrade (1,2), Maria Fernanda B. Araujo (1), José Fabrício M. de Oliveira (1), Giancarlo R. Salazar-Banda (1,2) e Katlin I. B. Eguiluz (1,2), Ana Carolina Araujo Andrade (1,2)

Instituição de Ensino: 1 Laboratório de Eletroquímica e Nanotecnologia, Instituto de Tecnologia e Pesquisa, Aracaju, SE, Brasil 2 Programa de Pós-graduação em Engenharia de Processos, Universidade Tiradentes, Aracaju, SE, Brasil

METODOLOGIA INOVADORA PARA A SÍNTESE DE ÂNODOS DE SNO_2-SB E SNO_2-SB-IR COM ELEVADA ESTABILIDADE

Resumo: Ânodos de mistura de óxidos metálicos (MOM) têm despertado o interesse da comunidade científica devido às suas vantagens, tais como alta atividade catalítica, baixo custo de síntese, facilidade de preparação e estabilidade [1]. O método de preparo exerce influência direta na morfologia e nas propriedades eletroquímicas dos ânodos. A decomposição térmica é a metodologia comumente utilizada para sintetizar ânodos de MOM contento SnO_2 [2]. Ânodos de Ti/SnO_2-Sb são amplamente estudados devido ao seu baixo custo e alto sobrepotencial para a reação de desprendimento de oxigênio (RDO), o que resulta em excelente desempenho na oxidação de compostos orgânicos. No entanto, a baixa vida útil desses ânodos representa um desafio a ser superado [3]. Nesse cenário, este estudo investigou o uso do álcool polinivílico (PVA) como solvente inovador e a dopagem com irídio (Ir) com o objetivo de sintetizar ânodos não ativo de SnO_2-Sb (94:6) e SnO_2-Sb-Ir (93:5:2) com alta estabilidade. Esses materiais foram preparados usando PVA a 5%. O eletrodo de SnO_2-Sb-Ir também foi sintetizado pelo método Pechini para fins de comparação. Os ânodos foram calcinados em forno elétrico com taxa de aquecimento de 3 °C min^{-1} seguindo a seguinte programação: 130 °C por 30 min, 250 °C por 10 min e 600 °C por 5 min, até alcançar uma massa de 1,2 mg cm^{-2}. Por fim, foi realizada uma calcinação a 600 °C por 60 min. A temperatura de 600 °C foi escolhida com base na análise termogravimétrica do PVA, que mostrou sua total decomposição em aproximadamente 550 °C. Os ânodos sintetizados usando PVA apresentaram uma superfície mais compacta em comparação com a morfologia típica de barro rachado observada em ânodos preparados pelo método Pechini. A adição do Ir reduziu o potencial para a RDO, mas melhorou significativamente a estabilidade do material, aumentando o tempo de vida útil em 38 vezes nos testes de vida acelerada em comparação com o eletrodo de SnO_2-Sb (7 h) sintetizado com PVA, e em 1,2 vezes em comparação com o eletrodo de SnO_2-Sb-Ir preparado pelo método Pechini (225 h). Além disso, o eletrodo de SnO_2-Sb- Ir obtido usando PVA apresentou menor resistência à transferência de carga que a mostrada pelo eletrodo feito pelo método Pechini, indicando que a metodologia proposta é promissora. Sendo assim, nossos resultados indicam que o método inovador proposto para a síntese de ânodos representa um avanço na busca de ânodos não ativos com elevada estabilidade para aplicações em eletroquímica ambiental.

Agradecimento: CNPq (Proc. 305287/2022-2 e 307866/2022-0), Capes (Cód. 001) e FAPITEC/SE.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Maria Rosa das Neves Nunes Muci, Brenda Clara Gomes Rodrigues, Bruna Mello, Arnaldo Sarti

Nome dos Apresentadores: Maria Rosa das Neves Nunes Muci, Brenda Clara Gomes Rodrigues, Bruna Mello, Arnaldo Sarti, Maria Rosa das Neves Nunes Muci, Brenda Clara Gomes Rodrigues

Instituição de Ensino: São Paulo State University (UNESP), Institute of Chemistry, Campus Araraquara

BIOGAS POTENTIAL FROM CO-DIGESTION OF SOYBEAN MOLASSES AND TREATED LIGNIN FROM SUGARCANE BAGASSE TREATED BY ELECTRO-OXIDATION: PRELIMINARY BATCH RESULTS

Resumo: Lignin is typically treated as waste in many biorefinery processes, usually burned to produce heat and energy (WANG et al., 2015). In this case, the study proposed to use of an electrochemical technique, the electro-oxidation (EO) as a pretreatment of lignin to recalcitrant characteristics to increase biogas generation, in co digestion with soybean molasses. In this context, EO was used as a more sustainable pre-treatment of lignin, enabling the release of more biodegradable compounds. It is worth noting that this technique is more commonly used as a post-treatment or complete combustion of waste (Pasalari et al., 2021). Lignin, recovered from sugarcane bagasse hydrolysis, was dissolved in sodium bicarbonate solution (1 mol/L) with a concentration of 0.24 g/L. The evaluation of EO was performed with 316 stainless steel electrodes (anode and cathode), each electrode had an effective geometric area of 66 cm^2 and the magnetic stirring was used. EO was performed based on the current density (CD) of 35 mA/cm^2 and contact time of 3 - 3.5 h. Tests were conducted in anaerobic reactors with a working volume of 500 mL. Different volume ratios were tested (30, 50 and 70%) of lignin without and treated and controls. Incubation time was 30 days at room temperature. Analyses were conducted to evaluate soluble carbon oxygen demand (CODs), total phenols (TP), total and volatile solids (TS and VS); methane generation was measured daily by water displacement method (APHA, 2005). In the condition T1 (30: 70% treated lignin: soybean molasses) were observed the highest trial with the cumulative biogas production of 346 mL. For TP, in all tests, a reduction in phenols occurred, with T2 (50: 50% treated lignin: soybean molasses) showing over 60% reduction in phenolic compounds. For VS and TS, the tests in which treated lignin was added to the sludge blanket did not demonstrate a significant impact (with about 80% VS). However, untreated lignin indicated a 50% VS regarding the sludge blanket, leading to a decrease in the quality of the initial sludge blanket (80% VS). Thus, it is suggested that EO provided a reduction in recalcitrance. Therefore, based on the results of the BPM assays, it was possible to conclude that the EO pretreatment increased the bioavailability of lignin for biogas generation.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Tatiana L. Valerio, Camilla K. Boaron, Bruno J. G. da Silva, Marcio Vidotti

Nome dos Apresentadores: Tatiana L. Valerio, Camilla K. Boaron, Bruno J. G. da Silva, Marcio Vidotti, Tatiana L. Valerio

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Paraná - UFPR

POLIPIRROL MODIFICADO COM SÍLICA PARA ELETROSSORÇÃO DE CAFEÍNA

Resumo: A eletrossorção é uma tecnologia emergente para o tratamento de efluentes, sendo um processo similar ao de adsorção, pois é um fenômeno de superfície. É definida como o processo de adsorção de substâncias, induzido pela aplicação de um potencial ou corrente elétrica na superfície de um material condutor. A eficiência da eletrossorção depende da natureza dos materiais do eletrodo e suas características, como área superficial específica, porosidade, condutividade e molhabilidade da superfície. Os materiais à base de sílica exibem uma alta área de superfície específica e umas estruturas porosas, além de possuir abundância de átomos de oxigênio ativo. Entretanto, apresentam baixa condutividade. Combinar sílica com polímeros condutores que são materiais que apresentam alta eletroatividade se torna uma alternativa interessante. Esse trabalho teve como objetivo o desenvolvimento de eletrodos combinando polímeros condutores com sílica para eletrossorção da cafeína, um dos contaminantes mais presentes em matrizes aquosas. O compósito de PPy/SiO_2 foi obtido por meio do método potenciostático, utilizando o monômero pirrol, KNO_3 e SDBS, com aplicação de 0,8 V até a carga de 500 mC cm^{-2}. A síntese da SiO_2 foi realizada com aplicação de -1,1 V, com controle de carga de 150 mC cm^{-2}, sobre o filme de PPy, utilizando uma solução de TEOS, etanol 99,98% e KCl, acidificada até o pH 4 com HCl. Por meio da técnica de MEV observou-se que o PPy obtido apresenta a formação de um filme na forma globular, com formação de agregados com uma morfologia heterogênea e uniforme conhecida como “couve- flor”, quando adicionada a sílica sobre o eletrodo de PPy, observa a formação de pequenos pontos na amostra, que podem ser um indicativo da presença de sílica. A presença de sílica nos eletrodos foi confirmada por meio da técnica de EDS. O voltamograma do filme de PPy, apresentou um perfil característico, com picos de oxidação e redução definidos, quando adicionado a sílica no filme, nota-se um deslocamento do pico de oxidação do PPy para potenciais mais positivos e ocorre uma diminuição de corrente. A capacidade de adsorção com a aplicação de potencial afetar a afinidade do polímero com moléculas de cafeína foi investigada. Foi testada a aplicação de potenciais onde o polímero está na forma reduzida, na forma oxidada e sem a aplicação de potencial, em uma solução de cafeína com KCl 0,1 mol L^{-1} em diferentes concentrações. Em todas as concentrações testadas, no potencial de -0,8 V, onde o polímero está menos oxidado. Todos os eletrodos contendo sílica apresentaram uma maior capacidade de adsorção que pode estar relacionada aos grupos silanol da sílica, formando ligações de hidrogênio com os átomos de nitrogênio e oxigênio. Os resultados obtidos nesse trabalho indicam que o material desenvolvido apresenta potencial para aplicação dos mesmos como eletrodos para eletrossorção de cafeína.

Agradecimento: Capes, CNPQ, UFPR, Fundação Araucária.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Kelvin C. de Araújo, Ailton J. Moreira, Gabriel W. Leite, Sherlan G. Lemos, Wallace D. Fragoso, Ernesto C. Pereira

Nome dos Apresentadores: Kelvin C. de Araújo, Ailton J. Moreira, Gabriel W. Leite, Sherlan G. Lemos, Wallace D. Fragoso, Ernesto C. Pereira, Kelvin C. de Araújo

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos - Campus São Carlos, Universidade Federal da Paraíba - Campus 1.

DEGRADAÇÃO FOTOELETROQUÍMICA DE RESÍDUOS DE PETRÓLEO UTILIZANDO ELETRODOS DE TIO_2

Resumo: Neste estudo, foi realizado a degradação fotoeletroquímica de contaminantes emergentes oriundos de resíduo de petróleo. Para isso, utilizou-se uma amostra real de água superficial coletada no município de Gavião Peixoto, SP. Os contaminantes adicionados à amostra foram Antraceno (ANT), Naftaleno (NFT) e Dibenzotiofeno (DBT), que podem ser encontrados no meio ambiente devido a acidentes envolvendo derivados de petróleo. Esses contaminantes acabam se unindo a matéria orgânica dispersa na água e, dessa forma, persistindo por maiores períodos de tempo no meio ambiente. A degradação dos contaminantes foi realizada utilizando um eletrodo de TiO_2, conhecido por suas propriedades fotocatalíticas eficientes em processos de degradação. O eletrodo de TiO_2 foi sintetizado por meio de anodização de uma placa de titânio em uma solução contendo Etilenoglicol (85%), água deionizada (10%) e NH_4F (5%). A anodização foi conduzida em duas etapas: na primeira etapa, o potencial foi aumentado com uma taxa de $0{,}1V.s^{-1}$ até 20V; na segunda etapa, o potencial foi mantido em 20V por 2 horas. A degradação galvanostática dos contaminantes foi avaliada considerando-se as seguintes variáveis: corrente aplicada, tempo de degradação e intensidade de luz na região Ultravioleta (UV). Para isso, foi utilizado um planejamento de composto central de face centrada, com um total de 17 experimentos, incluindo 3 réplicas no ponto central. A avaliação da degradação foi feita por meio de Espectroscopia de Fluorescência de Matrizes de Excitação e Emissão (EEM), uma vez que os contaminantes estudados apresentam fluorescência característica e sobreposta. Essa técnica destaca-se pelo seu baixo custo e rapidez de análise. Para o tratamento dos dados de fluorescência foi utilizado um método de calibração multivariada de segunda ordem, Análise de Fatores Paralelos (PARAFAC), permitindo a deconvolução dos picos dos espectros tridimensionais e a quantificação dos três componentes nos 17 experimentos realizados. Os resultados indicaram que o eletrodo de TiO_2 apresentou eficiência para a degradação dos contaminantes, com destaque para a interação entre a corrente aplicada e a intensidade da luz UV como um fator significativo no processo de degradação, confirmando a eficácia do eletrodo de TiO_2 quando exposto à radiação UV. Além disso, o tempo de degradação também foi identificado como uma variável significativa.

Agradecimento: A UFSCar, UFPB, FAPESP, CNPq e Finep.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Ana Beatriz Cardile, Caio Vinícius da Silva Almeida, Lucia Helena Mascaro

Nome dos Apresentadores: Ana Beatriz Cardile, Caio Vinícius da Silva Almeida, Lucia Helena Mascaro, Ana Beatriz Cardile

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR)

REDUÇÃO ELETROQUÍMICA DE N_2 USANDO MOS_2 AMORFO MODIFICADO COM LIGA DE NIFE

Resumo: A produção de NH_3 é crucial para o desenvolvimento humano e da economia global, uma vez que a amônia é o segundo produto químico mais sintetizado no mundo. Atualmente, a produção de NH_3 depende do processo Harber-Bosch (H-B). No entanto, o processo H-B opera a elevadas temperaturas e pressões, além de ser responsável pela emissão de excessiva de CO_2 [1]. A redução eletroquímica de nitrogênio a amônia em condições ambientais é um processo ecológico e sustentável para substituir o processo Harber-Bosch (H-B). No entanto, um progresso limitado foi feito, pois a maioria dos catalisadores não possui atividade eficiente para a fixação de nitrogênio [2]. O Mo e o Fe são elementos essenciais na síntese de nitrogenases que catalisam a redução de N_2 a NH_3 sob condições ambientais em vários sistemas biológicos. Dessa forma, este trabalho pretende sintetizar catalisadores de MoS_2 e MoS_2-NiFe suportados em um eletrodo de camada de difusão de gás (GDL) para a reação eletroquímica de redução de nitrogênio (NRR) em condições ambientais. Os catalisadores foram preparados por eletrodeposição, um método simples e de baixo custo. As caracterizações físicas revelaram a natureza amorfa do MoS_2, enquanto a liga de NiFe estava distribuído uniformemente sobre o MoS_2. Em Na_2SO_4 0,1 M, MoS_2-NiFe/GDL exibiu um rendimento de NH_3 de 7,38 μmol h^{-1} cm^{-2}, valor este quase 2 vezes maior do que o obtido para o MoS_2/GDL e eficiência faradáica de 54,9% a -0,2 V vs. eletrodo de hidrogênio reversível (RHE) a 25 ℃. Essa melhora significativa pode ser atribuída à transferência de carga da liga de NiFe para o MoS_2, facilitando a adsorção e a ativação do N_2 [3]. Além disso, em -0,2 V vs. RHE, o subproduto N_2H_4 não foi detectado, confirmando que MoS_2-NiFe/GDL é seletivo para a redução eletroquímica de N_2.

Agradecimento: Esta pesquisa foi financiada pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP (processos n° 2021/14693-4 e 2023/01402-7), Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq (n° 152607/2022-6, 311769/2022-5 e 406156/2022-0), Financiadora de Estudos e Projetos FINEP # outorga n° 01.22.0179.00. Os autores também agradecem à Shell e à importância estratégica do apoio dado pela ANP (Agência Nacional do Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis) por meio da regulamentação da taxa de P&D.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Isabelle Gonzaga, Caio Almeida, Gelson Tavares, Lucia Mascaro

Nome dos Apresentadores: Isabelle Gonzaga, Caio Almeida, Gelson Tavares, Lucia Mascaro, Isabelle Gonzaga

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos

REATOR BIFUNCIONAL QUE INTEGRA A DEGRADAÇÃO FOTOELETROQUÍMICA DE EFLUENTE REAL DA INDÚSTRIA TÊXTIL E REDUÇÃO DE CO_2

Resumo: Atualmente existem duas grandes preocupações ambientais: a poluição descontrolada da água e a alta emissão de CO_2 na atmosfera [1]. A aplicação de processos oxidativos avançados no tratamento de efluentes é um importante tema de estudo nas últimas duas décadas, e também vem se mostrado bastante promissor para a redução de CO_2 em produtos de alto valor agregado [2]. Assim, é interessante sistemas e materiais que consigam realizar os dois processos ao mesmo tempo, porque além de mitigar a poluição do planeta obedece ao conceito de economia circular, aproveitando todas as reações possíveis durante o processo [3]. Nesse contexto, este trabalho pretende realizar processos concomitantes a fim de aproveitar todas as reações que ocorrem no sistema. Sendo assim, foi utilizada um reator em fluxo com dois compartimentos, no compartimento anódico foi utilizado um eletrodo de composição C_3N_4-$BiVO_4$/FTO e foi realizada degradação de um efluente real da indústria têxtil. Já no compartimento catódico, o catalisador Fe_3P/GDL foi empregado na redução de CO_2. Por fim, foram comparados três diferentes processos: fotólise, eletrólise e a fotoeletrólise. Nos processos eletroquímicos foi aplicada uma corrente constante de 1 mA cm^{-2} e nos processos irradiados foi utilizado uma lâmpada de LED. A degradação da matéria orgânica foi acompanhada pela análise de carbono orgânico total (TOC) e a redução do CO_2 foi analisada por cromatografia gasosa (GC) e cromatografia líquida de alta eficiência (HPLC). Ao comparar os três processos foram obtidos maior redução de TOC na fotoeletrólise. De maneira similar a redução de CO_2 também foi mais eficiente, uma vez que foi possível observar uma maior formação de produtos de interesse como Metano, etileno, metanol, etanol e ácidos carboxílicos. Com isso, é possível observar que a realização de tecnologias combinadas, onde todo o sistema esteja voltado para a geração de produtos com valor agregado, é bastante promissora para aplicação industrial.

Agradecimento: Esta pesquisa foi financiada pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, Financiadora de Estudos e Projetos FINEP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Juliana Lucca Francisco, Isabelle Gonzaga, Lucia Mascaro

Nome dos Apresentadores: Juliana Lucca Francisco, Isabelle Gonzaga, Lucia Mascaro, Juliana Lucca Francisco

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos

BIVO4 APLICADOS NA ELETROGERAÇÃO DE ESPÉCIES ATIVAS DE CLORO

Resumo: O lançamento de compostos recalcitrantes, oriundos das indústrias, nos corpos hídricos é um grande desafio de ordem global, uma vez que o não tratamento desses compostos provoca prejuízos ao ecossistema[1]. Os efluentes industriais são bastante complexos, pois possuem uma enorme gama de produtos químicos orgânicos, além de alto teor de cloro [2]. Os processos eletroquímicos oxidativos avançados são baseados na eletrogeração de espécies oxidantes para mineralização de poluentes. A escolha do material é crucial, pois a depender do material e do processo diferentes espécies serão formadas. Portanto, o trabalho proposto possui o intuito de realizar o estudo das propriedades anódicas em meio cloro em um semicondutor tipo n, promissor e barato, o vanadato de bismuto ($BiVO_4$), uma vez que ainda não é relatado na literatura. A síntese consistiu na realização da eletrodeposição de 10 camadas da solução de nitrato de bismuto (III) em etilenoglicol, aplicando um potencial de até -1,8 V vs Ag/AgCl (KCl sat), posteriormente a adição da solução de acetilacetonato de vanadil em dimetil sulfóxido seguida da calcinação para completa formação do material. Os materiais produzidos foram caracterizados fisica e eletroquimicamente. Na difratometria de raios X foi confirmada a formação do $BiVO_4$ monoclínico e sua morfologia homogênea pode ser observada por microscopia eletrônica de varredura. Ainda, ao analisar as características eletroquímicas dos mesmos em uma faixa de 0-1,3 V vs Ag/AgCl foi observada uma densidade de corrente de 8 mA cm^{-2} e estabilidade por mais de 2h. |Por fim, foi realizada a eletrogeração de espécies reativas de cloro em NaCl 60mM e foi observada a formação de Cl_2, HOCl e ClO. Assim, é possível afirmar que os materiais a base de $BiVO_4$ na presença de cloro são viáveis para a aplicação no tratamento de efluentes industriais.

Agradecimento: Esta pesquisa foi financiada pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, Financiadora de Estudos e Projetos FINEP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Felipe de Morais Silva, Emilly Otaviana Xavier da Silva, Adeildo Junior de Oliveira, Carlos André Gomes Bezerra, Germano Tremiliosi-Filho, João Paulo Tenório da Silva Santos, Vinicius Del Colle

Nome dos Apresentadores: Felipe de Morais Silva, Emilly Otaviana Xavier da Silva, Adeildo Junior de Oliveira, Carlos André Gomes Bezerra, Germano Tremiliosi-Filho, João Paulo Tenório da Silva Santos, Vinicius Del Colle, Felipe de Morais Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Alagoas, Universidade Federal de Alagoas, Universidade Federal de Alagoas, Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, Universidade Federal de Alagoas, Universidade Federal de Alagoas

ELECTRO AND PHOTOELECTROOXIDATION OF TETRACYCLINE HIDROCHLORIDE WITH SELF-DOPED TITANIUM DIOXIDE ELECTRODE

Resumo: Self-doped titanium dioxide nanotube (SDTNT) electrodes are extremely promising material in the degradation of the pollutant of emerging concern[1] via electrooxidation (EO) and photoelectrooxidation (PEO) . The present work aims to investigate the electrooxidation process of tetracycline hydrochloride (TCH) on SDTNT electrodes varying the current density applied to them. For this purpose, the influence of the current density applied was correlated to the variation of TCH concentration versus the time of reaction and compared to the initial concentration of the pollutant ($[TCH]_0$). The SDTNT was prepared as described by Bezerra *et. al.* (2022) [1]. The electrodes obtained were characterized using cyclic voltammetry (CV), scanning electron microscopy (SEM), and x-ray diffraction (XRD). TCH degradation was evaluated by applying 7.5, 15 and 30 mA cm^{-2} to the anode during 2 h. We use an ultraviolet lamp of 13 W and emission at 254 nm . The SDTNT electrode showed a peculiar CV typical of capacitors materials. SEM analysis demonstrated an average inner diameter of , an average thickness of 15.9 nm and an average length of 11.2 µm. The XRD showed that SDNT has the anatase phase. For $[TCH]_0$ = 200mg L^{-1} , PEO with 30 mA cm^{-2} showed the best efficiency, with 87.75% of degradation and a kinetic constant of k= 0.01671 min^{-1}, while for $[TCH]_0$ = 20mg L^{-1} , also PEO with 15 mA cm^2 showed the best efficiency, degradation of 100%, and a k= 0.02955 min^{-1} , for both conditions the kinetic reaction was of first order. Higher density current leads to a degradation more efficiently because of the increase of oxidants species formed. However, high currents like 30 mA cm^{-2} damaged the surface electrode. The lower the amount of $[TCH]_0$, the greater the degradation of the compound, indicating the importance of this parameter.

Agradecimento: F.M.S (Grant No. 144125/2022-6) and J.P.T.S.S. (Grant No. 313687/2022-6) acknowledges Conselho Nacional Desenvolvimento Cientifico e Tecnológico - Brazil (CNPq) for scholarship. J.P.T.S.S and V.D.C acknowledges the Alagoas State Research Foundation - Brazil (FAPEAL) for financial support (Grants No.: Processo n° E:60030.0000002055/2022 and Processo n° E:60030.0000002494/2022). J.P.T.S.S and V.D.C acknowledges the Alagoas State Research Foundation - Brazil (FAPEAL) for financial support (Grants No.: Processo n° E:60030.0000002055/2022 and Processo n° E:60030.0000002494/2022).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rebeca E. S. Barros, Aline R. Dória, Ronaldo S. Silva, Giancarlo R. Salazar-Banda e Katlin I. B. Eguiluz

Nome dos Apresentadores: Rebeca E. S. Barros, Rebeca E. S. Barros, Aline R. Dória, Ronaldo S. Silva, Giancarlo R. Salazar-Banda e Katlin I. B. Eguiluz

Instituição de Ensino: Universidade Tiradentes, Universidade Tiradentes, Universidade Federal de Sergipe, Universidade Tiradentes, Universidade Tiradentes.

GERAÇÃO DE HIPOCLORITO EM REATOR ELETROQUÍMICO UTILIZANDO ÂNODO DE Ti/$(RuO_2)_{0,3}(TiO_2)_{0,7}$ PRODUZIDO POR LASER

Resumo: O tratamento de águas contaminadas com poluentes orgânicos precisa de processos eficientes que garantam a remoção desses contaminantes. Neste contexto, o íon hipoclorito (ClO^-) é reconhecido como um dos principais oxidantes responsáveis pela desinfecção e remoção de poluentes em efluentes contaminados com compostos orgânicos. Logo, o número de pesquisas relacionadas à geração de ClO^- tem aumentado [1,2]. Nesse cenário, reações eletroquímicas utilizando ânodos de misturas de óxidos metálicos têm apresentado resultados promissores na geração in situ de ClO^- para a oxidação de poluentes orgânicos [3]. Uma vez que a geração desse íon está diretamente relacionada à composição do ânodo, estudos recentes avaliaram a produção de ClO^- em uma célula eletroquímica (80 mL) utilizando o ânodo de Ti/$(RuO_2)_{0,3}(TiO_2)_{0,7}$ preparado pelo método do líquido iônico e calcinado laser de CO_2. Esse ânodo demonstrou maior eficiência quando comparado aos ânodos de Ti/$(RuO_2)_{0,8}(Sb_2O_4)_{0,2}$ e Ti/$(RuO_2)_{0,3}(TiO_2)_{0,7}$ produzidos usando outros métodos de calcinação [4]. Portanto, neste estudo, foi avaliado o desempenho do ânodo de Ti/$(RuO_2)_{0,3}(TiO_2)_{0,7}$ preparado pelo método Pechini e calcinação por laser de CO_2 usado em um reator de fluxo tipo filtro-prensa para a produção de ClO^-. As análises eletroquímicas foram realizadas em um sistema eletroquímico composto pelo ânodo sintetizado (4 cm^2) e um cátodo de Ti (4 cm^2). A distância entre os eletrodos dentro do reator foi de 2 cm, a vazão do sistema foi de 80 mL min^{-1}, o volume foi 200 mL de solução de NaCl (3,7 g L^{-1}) e a densidade de corrente de 30 mA cm^{-2} foi aplicada por 2 h. A partir da curva de calibração construída usando UV/Vis, foi possível determinar uma produção de ClO^- de 1339,8 mg L^{-1} em 1 h e 1731,8 mg L^{-1} após 2 h de eletrólise. Importante ressaltar que o ânodo de Ti/$(RuO_2)_{0,3}(TiO_2)_{0,7}$ preparado pelo método do líquido iônico e calcinação a laser de CO_2 em uma célula eletroquímica em regime de batelada produziu 170 mg L^{-1} após 1 h de eletrolise aplicando 60 mA cm^{-2} [4]. Assim, observou-se que a aplicação do ânodo de Ti/$(RuO_2)_{0,3}(TiO_2)_{0,7}$ no reator de fluxo resultou em concentrações 7 vezes maiores mesmo utilizando densidade de corrente 2 vezes menor em 1 h de experimento. Os resultados mostram que o ânodo de Ti/$(RuO_2)_{0,3}(TiO_2)_{0,7}$ preparado pelo método Pechini e calcinação a laser de CO_2, usado em reator de fluxo, pode ser uma excelente opção para aumentar a produção de ClO^- em processos eletroquímicos oxidativos avançados.

Agradecimento: CNPq (Proc. 305287/2022-2 e 307866/2022-0), Capes (Cód. 001) e FAPITEC/SE.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: João Paulo Tenório da Silva Santos, Marinez Marlene da Silva, Adeildo Junior de Oliveira, Diego David da Silva, Germano Tremiliosi-Filho, Vinicius Del Colle

Nome dos Apresentadores: João Paulo Tenório da Silva Santos, Marinez Marlene da Silva, Adeildo Junior de Oliveira, Diego David da Silva, Germano Tremiliosi-Filho, Vinicius Del Colle, João Paulo Tenório da Silva Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Alagoas, Universidade Federal de Alagoas, Universidade Federal de Alagoas, Universidade de São Paulo, Universidade de São Paulo, Universidade Federal de Alagoas

AMINOPHYLLINE ELECTROOXIDATION: ANODE MATERIAL INFLUENCE

Resumo: The electrode material is a key parameter in electrocatalytic processes, depending on the material nature the processes can be more or less efficient since is on the electrode surface where the reactions happen [1]. This work compared a self-doped titanium dioxide nanotube (SDTNT) electrode with a commercial dimensionally stable anode (DSA®-RuO_2/TiO_2) towards to aminophylline (AMF) electrooxidation. The SDTNT was prepared as described by Bezerra *et. al.* (2022) [2]. DSA® was obtained from DeNora of Brazil. Both electrodes were characterized by cyclic voltammetry (CV) and scanning electron microscopy (SEM). The $[AMF]_0$= 20 mg L^{-1} degradation was evaluated by applying 15 mA cm^{-2} to the anodes during 2 h of reaction. The SDTNT and DSA® electrodes showed a peculiar CV profile of capacitors materials. SEM analysis demonstrated a homogeneous nanotubes distribution for SDTNT. DSA® surface showed a cracked clay surface. According to UV-Vis measurements, SDTNT showed better performance for AMF electrooxidation, almost 100% of degradation, k = 0.02488 min^{-1}, when compared to the DSA electrode, 38.32% of degradation, k = 0.00297 min^{-1}. These results showed that DSA electrode provokes the degradation, mainly, by direct process, which is a process much more ineffective because the OH are strongly bonded to the electrode surface taking to a soft degradation. While for SDTNT the degradation occurs mainly by a indirect process, which led a degration process much more efficient [3].

Agradecimento: J.P.T.S.S and V.D.C acknowledges the Alagoas State Research Foundation - Brazil (FAPEAL) for financial support (Grants No.: Processo n° E:60030.0000002055/2022 amd Processo n° E:60030.0000002494/2022).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Maiara Barbosa Ferreira1,2*, Herbet Lima Oliveira, Raíra Souza de Santana Castro2,3, Katlin Ivon Barrios Eguiluz2,3, Carlos Alberto Martínez Huitle1, Giancarlo Richard Salazar-Banda2,3.

Nome dos Apresentadores: Maiara Barbosa Ferreira1,2*, Herbet Lima Oliveira, Raíra Souza de Santana Castro2,3, Katlin Ivon Barrios Eguiluz2,3, Carlos Alberto Martínez Huitle1, Giancarlo Richard Salazar-Banda2,3. , Maiara Barbosa Ferreira

Instituição de Ensino: (1) Renewable Energies and Environmental Sustainability Research Group, Institute of Chemistry, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Lagoa Nova, Natal 59078-970, Brazil. (2) Electrochemistry and Nanotechnology Laboratory, Institute of Technology and Research (ITP), 49032-490, Aracaju-SE, Brazil. (3) Graduate Program in Process Engineering (PEP), Universidade Tiradentes, 49032-490, Aracaju-SE, Brazil.

ELECTROCHEMICAL METFORMIN REMOVAL USING A LASER-PREPARED TI/RUO_2-IRO_2-TIO_2 ANODE

Resumo: Studies have revealed that the antidiabetic metformin (MET) is one of the most widely prescribed and consumed pharmaceutical products globally. Furthermore, the detection of several pharmaceutical pollutants in the effluent of water treatment plants indicates the inefficiency of conventional methods for the removal of these pollutants [1,2]. In light of this, this study aims to investigate the degradation of MET using active anodes (Ti/RuO_2-IrO_2-TiO_2) synthesized through the thermal decomposition method with CO_2 laser heating and employing polyvinyl alcohol (PVA) as a solvent for precursor salts. This combination represents an innovative and environmentally friendly methodology [3]. Anodic oxidation (AO) was conducted in a batch cell with a volume of 500 mL and constant stirring. In order to determine the best experimental conditions, MET removal was tested in sulfate and chloride media (both 0.1 M) and in different current densities (10, 30, 40, and 70 mA cm^{-2}). For the mass transport characterization of the electrochemical cell, polarization curves were generated using different concentrations of potassium ferricyanide, and the estimated value was approximately 3.1×10^{-5}. The real electroactive area of the Ti/RuO_2-IrO_2-TiO_2 was also estimated to be about 564,000 cm^2. The results of the AO tests clearly showed that in chloride medium, MET removal reached 80%, and complete removal was achieved after 4 hours of electrolysis applying 70 mA cm^{-2}. Furthermore, spectrophotometric analyzes revealed that significant amounts of hypochlorite were generated *in situ*, which played an essential role in the indirect oxidation of organic molecules. In sulfate medium, the removal percentage reached a maximum value of around 20% when the highest current density was applied. This behavior can be explained by the favorable electroactivity of this class of anodes for the oxygen evolution reaction, which competes with the oxidation of organic molecules. Moreover, the evolution of nitrate, nitrite, and ammonia was monitored to verify the formation of by-products during the transformation of the MET molecule into simpler molecules. The formation of ammonia was confirmed, reaching a concentration of 3 mg L^{-1}. In conclusion, anodes synthesized using PVA and CO_2 laser heating are efficient in the degradation or conversion of MET into simpler compounds, regardless of the electrolyte used. These anodes feature a high electroactive area and an excellent mass transfer coefficient.

Agradecimento: The authors thank the financial support provided by CAPES and the National Council for Scientific and Technological Development - CNPq/Brazil.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Aline Resende Dória, Robson da Silva Souto, Carlos Henrique Magalhães Fernandes, Géssica de Oliveira Santiago Santos, Vladimir Jesus Trava Airoldi, Evaldo José Corat, Elver Juan de Dios Mitma, Luis Francisco Bonetti, Fernanda Lourdes Souza, Marcos Roberto Vasconcelos Lanza

Nome dos Apresentadores: Aline Resende Dória, Robson da Silva Souto, Carlos Henrique Magalhães Fernandes, Géssica de Oliveira Santiago Santos, Vladimir Jesus Trava Airoldi, Evaldo José Corat, Elver Juan de Dios Mitma, Luis Francisco Bonetti, Fernanda Lourdes Souza, Marcos Roberto Vasconcelos Lanza, Aline Resende Dória

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo - Instituto de Química de São Carlos , Universidade de São Paulo - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo - Instituto de Química de São Carlos, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, CVD Vale Diamantes Ltda, Universidade de São Paulo - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo - Instituto de Química de São Carlos

NOVA APLICAÇÃO PARA ELETRODOS DE CARBONO TIPO DIAMANTE DOPADO COM BORO PARA DEGRADAÇÃO ELETROQUÍMICA DE POLUENTES ORGÂNICOS

Resumo: O crescimento tecnológico mundial e a contínua industrialização têm gerado muitos efluentes industriais tóxicos e persistentes aos tratamentos clássicos de águas residuais. Nesse contexto, desenvolver tecnologias e materiais mais eficazes e versáteis é essencial para tratar esses poluentes e controlar a poluição da água [1]. Nesse sentido, revestimentos de carbono tipo diamante são amplamente utilizados em muitas aplicações industriais devido às suas atraentes propriedades mecânicas, químicas e biológicas [2]. Com essa motivação, o objetivo desse trabalho foi preparar e caracterizar filmes finos de carbono tipo diamante crescidos com boro pela técnica de deposição química em fase vapor. Ademais, esses materiais serão aplicados pela primeira vez para remoção de compostos orgânicos poluentes. Para a preparação desses materiais a concentração inicial da solução de boro foi mantida constante, no entanto foram avaliados a tensão de polarização (-800V e -900V), o tempo de crescimento (1 e 2 horas) e o substrato utilizado (aço inoxidável e titânio). As propriedades eletroquímicas foram avaliadas por voltametria cíclica, voltametria linear e espectroscopia de impedância eletroquímica . Como resultado, as superfícies das amostras mostraram-se bem aderentes e rugosas. Através das análises eletroquímicas, foi observado que com um aumento da tensão de polarização (-900 V), o aumento do tempo de crescimento (2 h) e o uso do substrato de aço inoxidável houve uma diminuição da resistência à transferência de carga, um aumento da área voltamétrica e uma diminuição do potencial de início da reação de desprendimento de oxigênio. Desta forma, esses materiais mostraram- se promissores para atuarem como ânodo na degradação eletroquímica de poluentes orgânicos.

Agradecimento: Agradecimentos pelo financiamento ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), projetos #116926/2022-8, #303759/2014-3 e #303943/2021-1 e a Fundação de Amparo à Pesquisa de São Paulo (FAPESP), projetos #2014/50945-4; #2016/19612-4, #2017/10118-0, #2020/02743-4 e #2022/12818-7 pelo suporte nessa pesquisa.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Aline Maria Sales Solano, José Eudes Lima Santos, Amanada Gondin, Carlos A. Martinez-Huitle, Elisama V. dos Santos

Nome dos Apresentadores: Aline Maria Sales Solano, José Eudes Lima Santos, Amanada Gondin, Carlos A. Martinez- Huitle, Elisama V. dos Santos, ALINE MARIA SALES SOLANO

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Norte

PRODUÇÃO ELETROQUÍMICA DE H_2 VERDE PARA CONVERSÃO DE NITROBENZENO EM PRODUTOS DE ALTO VALOR AGREGADO VIA CATALISE HETEROGÊNEA

Resumo: O hidrogênio é uma fonte de energia renovável tornando-se uma das opções de combustível mais competitivas para o futuro. A produção de H_2 é regularmente incitado tanto por recursos energéticos renováveis e não renováveis, como fósseis combustíveis, no entanto, essa produção de H_2 através de métodos convencionais (reforma do metano a vapor, do Nafta, biomassa e de fontes biológicas) são caros, parcialmente eficientes e ambientalmente poluentes, além de produzir um hidrogênio de baixa pureza [1]. Atualmente dispositivos eletrolíticos de separação de água tem chamado atenção para produção de H_2. Essa tecnologia consiste em pilhas de células eletroquímicas, onde reação de evolução de H_2 (HER) e a reação de evolução de oxigênio (OER) ocorrem nos compartimentos catódicos e anódicos, respectivamente. Com isso, o processo eletrolítico mais popular para remover poluentes orgânicos de diferentes matrizes de água é a Eletro-oxidação (EO) [2], que é uma técnica altamente eficiente, versátil e seguro, além de ser considerada uma tecnologia amiga do ambiente quando acoplada a energias renováveis energias [3]. Neste contexto, o presente estudo investiga a produção de H_2 verde via oxidação eletroquímica (OE) de matéria orgânica, para tanto, os experimentos eletroquímicos foram desenvolvidos em uma célula de dois compartimentos, ambos separados por uma membrana de Nafion. A OE foi realizada usando 350 mL de uma água residual que circulou pelo compartimento anódico a uma taxa de fluxo constante de 90 mL min^{-1}, o H_2 produzido no cátodo era reaproveitado para conversão do nitrobenzeno (NB) em produtos de alto valor agregado. As variáveis investigadas nos ensaios de conversão do NB foram: (i) diferentes densidades de corrente (60, 90 e 120 $mAcm^{-2}$), temperatura (25, 40 e 55°C), diferentes catalisadores (a base de Pt e Pb) e diferentes concentrações dos catalisadores (Pt: 20, 30 e 40 mg; e Pd: 40, 80 e 120 mg). Os resultados demonstraram que durante a hidrogenação catalítica é eficiente para conversão de NB em anilina, no entanto, o melhor catalisador para a conversão de NB em AN foi a Pt suportada em carbono, haja vista sua rápida transformação (100% em 1 h de reação) quando comparada com o Pd (40% no mesmo intervalo de tempo).

Agradecimento: PRH-ANP/37.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gleilson de França Vieira, Inalmar Dantas Barbosa Segundo, Elisama Vieira dos Santos, Djalma Ribeiro da Silva, Carlos Alberto Martínez-Huitle

Nome dos Apresentadores: Gleilson de França Vieira, Inalmar Dantas Barbosa Segundo, Elisama Vieira dos Santos, Djalma Ribeiro da Silva, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Inalmar Dantas Barbosa Segundo

Instituição de Ensino: Universidade Federal da Paraíba

ELECTROCHEMICAL TREATMENT OF WASTEWATER FROM A BEAUTY SALON AND ITS RE-USE

Resumo: Beauty salon (BS) residues are described after an extensive investigation as more similar to industrial than typical domestic wastewater and can be a potential environmental health hazard [1]. Thus, for this work, an effluent was collected during a typical day of service from a BS located in Natal City, Brazil. The initial physical and chemical analysis demonstrated a chemical oxygen demand (COD) of 1612 mg O_2 L^{-1}, turbidity of 477 NTU, and the presence of metals at trace level, as Fe, Cu, Cr, and Zn. Experiments were carried out using a lab-scale plant, employing an electrochemical flow cell that consists of a circular plate of stainless steel as the cathode and a boron-doped diamond (BDD) as the anode, both of 69.4 cm^2. For each experiment, 1.2 liters of effluent were placed in the reservoir tank that was recirculated through the reaction compartment cell. EO was carried out by applying 10 and 30 mA cm^{-2}, using different electrolytes (NaCl or Na_2SO_4) and concentrations (0.08 and 0.16 M). Experiments were conducted for 6 hours, and samples were collected at specific intervals. Comparing the electrolytes' behavior, the better result is the NaCl when in higher concentration. BDD electrodes are known as efficient to promote the generation of persulfate and radical sulfate from SO_4^{2-} in the bulk solution, as also the reactive species based on the oxidation of Cl^- ions. However, the formation of chlorinated species when NaCl is present, allied to the generation of hydroxyl radicals at the surface of the anode, seems to be the main degradation pathway in this study. Low current density (*j*) guarantees a better charge efficiency in comparison with the higher *j*, promoting better and efficient oxidation, with fewer parasitic reactions. The addition of electrolytes is mandatory in ways to achieve better efficiency in energy consumption. Without any salt to improve the solution's conductivity, more than 100 kWh m^{-3} is consumed, while with the electrolytes this value decreases to approximately 20 kWh m^{-3}. In the best conditions (0.16 M of NaCl, 10 mA cm^{-2}), the metals are eliminated and turbidity and COD were decreased to 92 and 72%, respectively. The results prove that a simple treatment can lead to less refractory wastewater in the public sewage system. Based on these findings, the treated effluent was re-used in irrigation system to cultivate sunflowers, obtaining satisfactory toxicological indexes and circular economy applicabilities in biofuels production.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: William Santacruz, Julia Faria, Otaciro R. Nascimento, Artur J. Motheo

Nome dos Apresentadores: William Santacruz, Julia Faria, Otaciro R. Nascimento, Artur J. Motheo, William Santacruz

Instituição de Ensino: São Carlos Institute of Chemistry - IQSC, São Carlos Institute of Physics - IFSC, University of São Paulo

OXIDATIVE SPECIES FORMED IN ACTIVE AND NON-ACTIVE ELECTRODES DURING DEGRADATION OF POLLUTANTS IN METHANOL

Resumo: New technologies are being developed for water treatment to remove pollutants from the environment, where electrochemical methods stand out for their efficiency. Different actives and non-actives electrodes had been used for degradation of pollutants, where through different species formed in solution can oxidize the contaminant efficiently [1]. In aqueous medium, different oxidative species formed with these types of anodes have been widely studied; hydroxyl radicals are main reactive specie formed during electro-oxidation, which are used to degrade pollutants. Some others species can also been formed, although these species have a lower redox potential than hydroxyl radicals, they can also degrade some organic contaminants by different mechanisms. On the other hand, the oxidative species formed during electrochemical oxidation in organic medium has not yet been deeply studied [2-3]. The identification of these species are crucial for understanding the reaction mechanism and the pathway that organic pollutant are removed when a solvent as methanol are used in the electrochemical treatment. Thus, the species formed in methanol medium using active and non- active anode during the electrochemical degradation of diuron were studied using Electron paramagnetic resonance (EPR) by spin-trapping methodology. In the degradation of diuron in methanol medium it was obtaining similar removals of 95,3% for active and 96.6% for non-active electrode, after 3h of electrolysis using sodium chlorine as electrolyte. Although the non-active anode achieved slightly greater removal, the decay of the diuron concentration was lower than the active electrode. Furthermore, different radical species were found by EPR, which promote the oxidation of the contaminant. Through simulations, it was determinate species such as chlorine radicals, carbon- and oxygen-based radicals were formed during electro-oxidation in methanol medium [4] . Some scavengers such as tert-butyl alcohol, potassium iodide and chloroform where also used to assess the formation and corroborating the role of these oxidative species in the degradation of diuron. It was demonstrated that the composition of the electrode affects the species formed into the solution; consequently, showing some variation in the removals of the pollutant, depending of the oxidizing potential of these species.

Agradecimento: Financial support from the São Paulo Research Foundation (FAPESP, Brazil) [2017/10118-0; 2022/11761-1; 2022/15337-0] is gratefully acknowledged.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Mariel Godoy P., Caio Cesar Silva, María Valnice Boldrin, Soledad Bollo D., Ricardo Salazar-González.

Nome dos Apresentadores: Mariel Godoy P., Caio Cesar Silva, María Valnice Boldrin, Soledad Bollo D., Ricardo Salazar- González., Mariel Godoy P.,

Instituição de Ensino: Universidad de Santiago de Chile, Facultad de Química y Biología, Santiago, Chile. Universidad de Chile, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacéuticas, Santiago, Chile. Universidad Estadual Paulista, Instituto de Química, Araraquara, Brasil Universidad Católica de Chile, Facultad de Química y Farmacia, Santiago, Chile.

SURFACE STUDIES IN ANODES OF MIXED METAL OXIDES (MMO): EFFECT ON GENERATION OF PERSULPHATE BY PHOTOELECTROCATALYSIS

Resumo: The presence of $S_2O_8^{2-}$ in water favors the oxidation of organic pollutants due to its strong oxidation power[1,2]. In this research we study the photoelectrochemical generation of $S_2O_8^{-2}$ using metal mixed oxides electrodes (MMO) with five different compositions, the effect of direct radiation of the system and the degradation of sulfamethoxazole (SMX). Photoelectrocatalysis (PEC) and electro-oxidation (EO) processes were used in the generation of persulphate. Five different types of anodes were studied in these processes, with different MMO metal oxide compositions, which were characterized superficial and electrochemically. By PEC, all anodes generated a higher concentration of $S_2O_8^{-2}$. The high persulphate concentration obtained was 0.15 mM using $MMO_{[Ir/Ta]}$ in a solution with Na_2SO_4 100 mM applying a current density of 2 mA/cm^2. For the other hand, the maximum concentration obtained was 0.250 mM at 30 min of electrolysis for $MMO_{[Ir/Ta]}$ using Na_2SO_4 50 mM and applying current density of 5 mA/cm^2. Persulphate production by EO was between 0.005 to 0.089 mM. It is observed that MMO based in Ta_2O_5 showed the best persulfate production. To evaluate the oxidizing power of $S_2O_8^{-2}$, the degradation of organic pollutant SMX was studied using the experimental conditions with the best production of this oxidant. $MMO_{[Ir/Ta]}$ and $MMO_{[Ti/Ru]}$ were used as anodes, and it was observed that by PEC, 100% of SMX was degraded after 30 minutes of electrolysis using $MMO_{[Ir/Ta]}$ and 60 minutes using $MMO_{[Ti/Ru]}$. By EO, the degradation of the pollutant was partial, demonstrating that the electrophotocatalytic effect favors the generation of persulphate, enhancing the degradation of SMX at short electrolysis times.

Agradecimento: National doctoral scholarship ANID 21201836. FONDECYT regular N°1220077 and N°1200828 proyects, FAPESP 13211-4 proyect.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thays S. Lima (PQ)1, Sergio A. S. Machado (PQ)1, Mauro C.Santos (PQ)2, Artur de J. Motheo (PQ)1

Nome dos Apresentadores: Thays S. Lima (PQ)1, Sergio A. S. Machado (PQ)1, Mauro C.Santos (PQ)2, Artur de J. Motheo (PQ)1, Thays S. Lima (PQ)1

Instituição de Ensino: 1 Instituto de química de São Carlos USP, 2 UFABC - Universidade Federal do ABC

SYNTHESIS AND MODIFICATION OF GRAPHENE WITH CERIUM NONOESTRUCTURES FOR ELECTROGENERARION OF H_2O_2

Resumo: To investigate the electrocatalytic activity for H_2O_2 production by oxygen reduction reaction (ORR), graphene was prepared by the ultrasound method [1] for graphite exfoliation with thermal reduction, followed by modification with 4% cerium nanostructures using the precursor method polymeric [2]. After synthesis, graphene was characterized by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS), Raman spectroscopy and infrared spectroscopy (IR). The ratio of the areas between the Raman bands (ID/IG) were for graphite ID/IG = 0.59, for commercial graphene ID/IG = 1.45 and for synthesized graphene ID/IG = 1.04, and for reduced graphene ID/GI = 0.69. The ratio of approximately 1 found between commercial graphene and synthetic graphene indicates that only a single sheet of material was observed, evidencing the formation of graphene by the ultrasound method. To deepen the analysis of the electrocatalytic activity to produce H_2O_2 from the oxygen reduction reaction (ORR), the electroactivity of synthesized graphene in the generation of H_2O_2 was studied. Experimental measurements were performed using a rotating ring-disk electrode with a glassy carbon disc (0.245 cm^2) and a gold ring (0.1866 cm^2), efficiency factor: 0.28, in basic medium. For graphene, the percentage of H_2O_2 was 64.7% for two electrons transferred during ORR [3]. After synthesis, the cerium nanoparticles supported on graphene were characterized by scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and X-ray diffraction (XRD). While SEM analysis showed cerium nanoparticles incorporated into graphene, characterization by X-ray diffraction indicated the presence of CeO_2 and CeO_{2-x} phases in the cerium-based material [4]. EDS measurements, in turn, showed the formation of cerium nanostructures in graphene sheets. For graphene modified with 4% cerium nanostructures, the percentage of H_2O_2 was 71% for two electrons transferred during ORR [3]. The results are promising for later application in the generation of H_2O_2, since using only graphene there is a high production of hydrogen peroxide. As cerium oxide is recognized as a good electrocatalyst to produce hydrogen peroxide, the value of 71% can be increased through modifications with cerium nanostructures in other percentages. The H_2O_2 results were compared with those obtained in acid medium.

Agradecimento: Fapesp processos (2022/04561-6 e 2017/10118-0).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Raíssa Engroff Guimarães[1], Camila Fernanda Zorzo[1], Fabiana Luft Bavaresco[1], Lucas Bohnenberger[1], Louidi Lauer Albornoz[1], Fernando Henrique Borba[2], Salatiel Wohlmuth da Silva[1]

Nome dos Apresentadores: Raíssa Engroff Guimarães[1], Camila Fernanda Zorzo[1], Fabiana Luft Bavaresco[1], Lucas Bohnenberger[1], Louidi Lauer Albornoz[1], Fernando Henrique Borba[2], Salatiel Wohlmuth da Silva[1], Raíssa Engroff Guimarães

Instituição de Ensino: [1]Universidade Federal do Rio Grande do Sul, [2]Universidade Federal da Fronteira Sul, campus Cerro Largo/RS.

DEGRADAÇÃO DE CONTAMINANTES EMERGENTES POR COMBINAÇÃO INTEGRADA DE H_2O_2 ELETROGERADO *IN SITU* E RADIAÇÃO UV-C

Resumo: A frequente presença de contaminantes emergentes (CE) em diferentes matrizes ambientais, vem causando preocupação em relação a seus potenciais impactos adversos [1-3]. Nesse sentido, dentre as técnicas aplicadas para o tratamento avançado de água potável, os processos baseados em radiação UV, como o processo de UV-C/H_2O_2, vem se destacando atualmente [4,5]. No entanto, a utilização do H_2O_2 como reagente químico acaba gerando custos e restrições adicionais em relação a seu armazenamento e transporte [6]. Assim, métodos em substituição ao processo convencional de produção de H_2O_2 vem sendo investigados, como a eletro-geração *in situ*, tendo em vista uma proposta mais verde, segura e econômica [7]. Deste modo, o objetivo desde estudo foi avaliar a degradação de multicontaminantes por um processo eletroquímico de geração *in situ* de H_2O_2 integrado com processo de radiação UV-C. Atenolol (ATN), Prednisona (PRED) e Sulfametoxazol (SMX) foram escolhidos com base na sua detecção em águas e efluentes do Rio Grande do Sul (RS) [8-10]. Estes foram diluídos em água até uma concentração inicial de 5 mg L^{-1}. O reator eletroquímico para geração *in situ* de H_2O_2 foi composto por uma câmara anódica com recirculação de 0,035 M Na_2SO_4, uma câmara catódica contendo um eletrólito sólido (AMBERLITETM IRC120 H), selecionado para condução de prótons e elétrons e uma câmara de gás. A câmara anódica e a câmara catódica foram separadas por uma membrana de troca catiônica (HDX 100, fornecida pela Hidrodex). O reator eletroquímico foi equipado com um ânodo de Nb/DDB e um cátodo de grafite perfurado como suporte para o eletrodo de difusão de gás (carbono-PTFE), ambos com área ativa de 100 cm^2. Neste caso, o tecido de carbono-PTFE é utilizado para melhorar a difusão de oxigênio e aumentar a produção de H_2O_2 *in situ*, em substituição aos eletrodos convencionais. Os experimentos foram realizados aplicando uma densidade de corrente de 30 mA/cm^2 e mantendo a vazão de solução e de ar fixa em 50 L h^{-1} e 5 L min^{-1}, respectivamente. Os resultados analisados por HPLC indicaram uma degradação de 93,72% do ATN, 100% da PRED e 90,88% do SMX em 60 minutos, que possivelmente ocorreu por meio da geração de oxidantes fortes como o radical hidroxila ($HO^{\bullet}$), formado pela fotólise do H_2O_2 [11-13]. Dessa forma, o sistema combinado se demonstrou eficaz na degradação dos três compostos farmacêuticos em estudo, podendo apresentar-se como uma alternativa para o tratamento de água contendo multicontaminantes.

Agradecimento: Agradecemos a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPQ), a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul (FAPERGS), a Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) e a Universidade Federal da Fronteira Sul (UFFS), campus Cerro Largo/RS.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Herbet Lima Oliveira, José Eudes Lima Santos, Letícia Gracyelle Alexandre Costa, Suely Souza Leal de Castro, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Elisama Vieira dos Santos

Nome dos Apresentadores: Herbet Lima Oliveira, Elisama Vieira dos Santos, Herbet Lima Oliveira, José Eudes Lima Santos, Letícia Gracyelle Alexandre Costa, Suely Souza Leal de Castro, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Elisama Vieira dos Santos

Instituição de Ensino: Renewable Energies and Environmental Sustainability Research Group, Institute of Chemistry, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Lagoa Nova, Natal 59078-970, Brasil.

ELETROCONVERSÃO SELETIVA EM ÁCIDO ACÉTICO A PARTIR DE RESÍDUOS T-CNSL USANDO ELETRODO DE BDD

Resumo: É crucial implementar mudanças sistêmicas urgentes para promover uma indústria mais sustentável. As técnicas de oxidação eletroquímica são uma abordagem interessante para obter produtos de valor agregado e promover a economia circular (LUO *et al.*, 2021). O "Cashew Nut Shell Liquid" (CNSL) é um líquido da casca de castanha de caju, e uma matéria-prima renovável atraente devido aos seus compostos fenólicos de interesse, com disponibilidade global de aproximadamente 4.450.000 toneladas por ano (MAKWANA *et al.*, 2022). Neste trabalho, foi investigado o desempenho do ânodo Nb/BDD na conversão eletroquímica dos poluentes contidos no líquido do resíduo de (t-CNSL) em ácidos carboxílicos e simultânea produção de hidrogênio verde. Foram testadas diferentes densidades de corrente de 40, 70 e 100 mA cm^{-2}, mantendo a concentração de 1 mol L^{-1} de NaOH e 0,01% de CNSL. As taxas de remoção de demanda química de oxigênio (DQO) foram de 38,56%, 46,68% e 53.27% para as densidades de correntes de 40, 70 e 100 mA cm^{-2}, após 240 min de tratamento. Durante o tratamento do CNSL, foi monitorado a formação de ácidos carboxílicos, o que pode ser destacado maior formação de ácido acético em 40 mA cm^{-2} (20,11 mg L^{-1}), enquanto o tartárico teve maior produção em densidades de corrente mais altas: 48,31 mg L^{-1} para 70 mA cm^{-2} e 57,44 mg L^{-1} para 100 mA cm^{-2}. Ao aumentar a concentração de CNSL (0,01%, 0,05% e 0,1%) com uma densidade de corrente fixa de 40 mA cm^{-2} e 1 mol L^{-1} de NaOH, a taxa de remoção de DQO diminuiu para 38.54%, 32.73% e 15.91%, respectivamente. Avaliando a concentração de ácidos formados em função das diferentes concentrações de CNSL, o ácido acético apresentou maior produção em todos os casos, aumentando com a concentração de CNSL: 20,11 mg L^{-1}, 411,74 mg L^{-1} e 441,67 mg L^{-1} para 0,01%, 0,05% e 0,1% de CNSL, respectivamente. Simultaneamente, no aumento da densidade de corrente resultou em um aumento proporcional no volume de H_2, chegando a 1,92 L aplicando 100 mA cm^{-2}. Por outro lado, comparando diferentes concentrações de CNSL, o volume de hidrogênio permaneceu em torno de 0,76 L, independentemente da concentração de CNSL, aplicando 40 mA cm^{-2}. Foi observada uma produção seletiva de ácido acético de até 441,67 mg L^{-1}, o que abre a possibilidade de novos estudos sobre a aplicação do conceito de eletrorrefinaria para outros resíduos. Isso contribui para a valorização de uma matéria-prima renovável e promove soluções mais sustentáveis na indústria química.

Agradecimento: Financial supports from Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, Brazil) (306323/2018-4, 312595/2019-0, 439344/2018-2, 315879/2021-1, 409196/2022-3, 408110/2022-8), and from Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Brazil), FAPESP 2014/50945-4 and 2019/13113-4, are gratefully acknowledged. The authors thank the Núcleo de Processamento Primário e Reúso de Água Produzida e Resíduos (NUPPRAR) for providing HPLC analyses.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rainy Alves de Sousa1, Jussara Câmara Cardozo1, Domingos Fabiano de Santana Souza2, José Eudes L. Santos1, Marco Antonio Quiroz Alfaro, Carlos Alberto Martínez- Huitle1, Elisama Vieira dos Santos1

Nome dos Apresentadores: Rainy Alves de Sousa1, Jussara Câmara Cardozo1, Domingos Fabiano de Santana Souza2, José Eudes L. Santos1, Marco Antonio Quiroz Alfaro, Carlos Alberto Martínez- Huitle1, Elisama Vieira dos Santos1, Rainy Alves de Sousa

Instituição de Ensino: 1Renewable Energies and Environmental Sustainability Research Group, Institute of Chemistry, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Lagoa Nova, Natal 59078-970, Brasil. 2Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Lagoa Nova, Natal 59078-970, Brasil.

TRATAMENTO DO ALARANJADO DE METILA EM SOLUÇÃO AQUOSA USANDO REATOR EM SÉRIE COM ÂNODOS DE NB/BDD E PBO2-F PARA PRODUÇÃO DE HIDROGÊNIO

Resumo: Na última década, com a preocupação da degradação ambiental, surge a economia circular (EC), com conceito ancorado nos "7Rs" (Redesenho, Renovação, Redução, Reutilização, Reparação, Recuperação e Reciclagem). A tecnologia eletroquímica vem ganhando destaque no tratamento de efluentes contaminados com compostos orgânicos emergentes. Dentro deste contexto, a tendência é projetar dispositivos híbridos que combinam técnicas, onde cada parte do dispositivo realiza uma atividade específica de forma sustentável e eficiente. Neste ponto, surge uma ideia de interesse que liga os dois objetivos dos sistemas eletroquímicos: tratamento de resíduos e geração de combustível. Neste trabalho foi investigado o desenho e configuração de um reator eletroquímico em fluxo, contendo 02 ânodos e 01 cátodo. O objetivo deste trabalho foi investigar o desempenho do sistema eletroquímico híbrido (célula dividida) usando BDD e PbO_2-F, como ânodos e Ni-Fe, como cátodo. Reatores em série foram empregados para a oxidação de 1 L de 20 mg L^{-1} de alaranjado de metila (AM) na presença de 50 mM de Na_2SO_4 no compartimento do ânodo e 0.25 M de H_2SO_4 no compartimento do cátodo, em diferentes densidades de corrente (15, 30 e 45 $mAcm^{-2}$). Os resultados do tratamento eletroquímico mostraram uma excelente eficiência de oxidação do AM, usando Nb/BDD e PbO_2-F. As curvas de polarização evidenciaram comportamentos similares para os potenciais da reação de evolução de oxigênio de 1.9 V e 1.7 V para Nb/BDD e PbO_2-F, respectivamente. Três diferentes configurações de passagem do líquido foram avaliadas, Nb/BDD-PbO_2-F, PbO_2-F-Nb/BDD e Nb/BDD- Nb/BDD, em diferentes *j* (15, 30 e 45 $mAcm^{-2}$) durante 120 min. Em todas as configurações de células estudadas foram observadas total remoção da cor, porém maiores intervalos de tempos foi requerido para os menores valores de *j*. O arranjo com eletrodo Nb/BDD a 45 mA cm^{-2} na primeira célula seguido de ânodo Nb/BDD a 45 mA cm^{-2} resultou em completa eliminação do AM após 15 min. Nesta configuração, ocorreu a formação predominante de ácido malonico (31.35 mg L^{-1}) e em menores proporções acéticas (1.71mg L^{-1}), ácido fórmico (1.45 mg L^{-1}) e ácido salicílico (0.55 mg L^{-1}). Enquanto isso, nessas condições experimentais, foi alcançada uma produção de H_2 verde superior a 0,8 L, com uma eficiência faradaica de 98%. Este estudo demonstra o potencial de um sistema serial para ser aplicado como uma abordagem de tratamento de efluentes e produção de hidrogênio.

Agradecimento: Financial supports from Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, Brazil) (306323/2018-4, 312595/2019-0, 439344/2018-2, 315879/2021-1, 409196/2022-3, 408110/2022-8), and from Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Brazil), FAPESP 2014/50945-4 and 2019/13113-4, are gratefully acknowledged. The authors thank the Núcleo de Processamento Primário e Reúso de Água Produzida e Resíduos (NUPPRAR) for providing HPLC analyses.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Larissa P. de Souza1, Isabela M. G. de Souza1, Robson S. Souto 2, Matheus S. Kronka2, Bruno Ramos1,3, Marcos R. V. Lanza2, Antonio C. S. C. Teixeira1

Nome dos Apresentadores: Larissa P. de Souza1, Isabela M. G. de Souza1, Robson S. Souto 2, Matheus S. Kronka2, Bruno Ramos1,3, Marcos R. V. Lanza2, Antonio C. S. C. Teixeira1, Larissa P. de Souza

Instituição de Ensino: 1Grupo de Pesquisa em Processos Oxidativos Avançados, Departamento de Engenharia Química, Universidade de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil, 2Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, SP Brasil, 3Laboratório de Microfabricação, Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, São Paulo, SP, Brasil

COMPORTAMENTO HIDRODINÂMICO E PRODUÇÃO *IN SITU* DE H_2O_2 EM REATOR ELETROQUÍMICO COM DIFERENTES ELETRODOS DE DIFUSÃO GASOSA

Resumo: Avaliou-se o comportamento hidrodinâmico e a produção *in situ* de H_2O_2 em um reator eletroquímico com diferentes eletrodos de difusão gasosa (EDG) (massa de carbono ou tecido de carbono), visando investigar o potencial dessa tecnologia para tratamento de efluentes industriais de forma sustentável e econômica. O objetivo foi investigar a relação entre a hidrodinâmica do escoamento e o processo eletroquímico, para estabelecer condições operacionais favoráveis à formação de H_2O_2. A avaliação hidrodinâmica foi conduzida utilizando a metodologia traçador-pulso ($[KCl]_0$ = 3 mol L^{-1}, 1 mL) para obter distribuições de tempos de residência (DTR) a partir de medidas de condutividade elétrica da solução na saída do reator, e a estimativa do tempo médio (t_m) por modelos de macromistura. Cada procedimento foi executado em triplicata, variando a vazão (20 e 50 L h^{-1}) e a distância entre os eletrodos (0,4; 0,8; e 2,0 cm). Foram realizados ensaios de eletrogeração de H_2O_2 em recirculação (ânodo DSA), com 50 mL min^{-1} de ar comprimido no cátodo (EDG), variando a densidade de corrente (25, 35, 45 e 75 mA cm^{-2}) e a vazão de líquido (20 e 50 L h^{-1}). A quantificação do H_2O_2 ao longo de 60 min se deu por meio de espectrofotometria UV-Vis (λ = 350 nm), utilizando soluções contendo a amostra (0,5 mL) e $[(NH_4)_6Mo_7O_{24}]_0$ (2,4 mmol L^{-1}, 4 mL). Os resultados da DTR indicaram que a hidrodinâmica do reator é afetada pela vazão e pelo espaçamento entre os eletrodos. O modelo de tanques em série foi o que melhor caracterizou o sistema, e foi observada maior fuga da idealidade para 20 L h^{-1}, sugerindo a ocorrência de zonas mortas. Curvas características apresentaram comportamento afastado da idealidade para o maior espaçamento, enquanto os demais arranjos apresentaram curvas de DTR mais próximas do comportamento ideal. Quanto à eletrogeração de H_2O_2, a concentração máxima (125 mg L^{-1}) foi obtida para espaçamento médio (0,8 cm) e 50 L h^{-1} em EDG de tecido, conforme a hidrodinâmica do sistema, associada ao maior tempo médio de residência (0,27 min). A densidade de corrente de 45 mA cm^{-2} gerou a maior quantidade de H_2O_2, indicando que a disponibilidade de elétrons influencia na geração de H_2O_2 ou H_2O por meio da redução de O_2 via dois ou quatro elétrons, respectivamente. Portanto, o sistema que apresentou o comportamento mais próximo ao de um reator ideal e a maior geração de H_2O_2 foi o que utilizou separador de 0,8 cm, vazão de 50 L h^{-1} em EDG de tecido e densidade de corrente de 45 mA cm^{-2}.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: José Eudes Lima Santos, Elisama Vieira dos Santos, Carlos ALberto Martinez-Huitle

Nome dos Apresentadores: José Eudes Lima Santos, Elisama Vieira dos Santos, Carlos ALberto Martinez-Huitle, José Eudes Lima Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Norte

ELETROSSÍNTESE DE PEROXODISSULFATO NO ELETRODO DE DIAMANTE DOPADO COM BORO: INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES EXPERIMENTAIS

Resumo: Peroxidissulfato (PDS) é um oxidante forte com alto potencial redox [1-3] que pode ser utilizado para oxidar compostos orgânicos refratários em águas residuárias por meio de sua ativação a radicais sulfato [3]. A geração eletroquímica de PDS permite que este oxidante seja produzido continuamente on-site onde sua aplicação é requerida. A eletrossíntese de PDS pode ocorrer por dois caminhos: oxidação direta de bissulfato em alto potencial e pela reação do radical hidroxila com bissulfato em ânodos com alto sobrepotencial de oxigênio [2,4], como o diamante dopado com boro (BDD). Assim, o objetivo desse estudo foi entender o mecanismo de geração do PDS em ácido sulfúrico empregando o eletrodo de BDD suportado em silício sob diferentes condições experimentais. O PDS eletrogerado foi quantificado por eletroanálise (LD de 19 μmol L^{-1}, faixa de concentração de 0-1.15 mmol L^{-1}) com um eletrodo de ouro pelo método de adição de padrão. Avaliou- se a configuração da célula eletroquímica, álcool terc-butílico como sequestrante dos radicais hidroxila, concentração de ácido sulfúrico e densidade de corrente aplicada. A inibição da reação de desprendimento de oxigênio foi considerada para propor um modelo para a geração de PDS, que correlaciona a eficiência de produção de gás oxigênio, eletrogeração teórica de radicais hidroxila e cobertura da superfície do eletrodo por bolhas de gás. Foi observado que na célula eletroquímica não dividida parte do PDS gerado é reduzido no cátodo, o que diminui a concentração final de PDS. Na presença de álcool terc-butílico a geração de PDS é quase totalmente inibida e o volume de gás oxigênio gerado diminui 50% em relação ao que foi observado na ausência do sequestrante, o que confirma a participação direta dos radicais hidroxila na geração de PDS. A concentração de ácido sulfúrico também afeta a geração de PDS e gás oxigênio. Foi observado que a produção de PDS atinge seu valor máximo no ponto em que a razão bissulfato/ácido sulfúrico não ionizado atinge seu maior valor. Isso indica que moléculas de ácido sulfúrico não ionizadas não participam da produção de PDS no eletrodo de BDD. Por fim, o modelo proposto para prever a concentração de PDS indica que com o aumento da densidade de corrente a produção de PDS não aumenta linearmente, visto que as bolhas de gás oxigênio passam a bloquear sítios ativos na superfície do eletrodo inibindo o caminho de produção de PDS mediado por radicais hidroxila.

Agradecimento: CNPq, CAPES e FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gilberto Jose Silva Junior, Matias Regiart, Mauro Bertotti

Nome dos Apresentadores: Gilberto Jose Silva Junior, Matias Regiart, Mauro Bertotti, Gilberto Jose Silva Junior

Instituição de Ensino: Instituto de Química da Universidade de São Paulo, Universidad de San Luis, Instituto de Química da Universidade de São Paulo

LABMADE MICROELECTRODE WITH GRAPHENE-DECORATED NANOPOROUS GOLD FOR CARBENDAZIM ELECTROCHEMICAL DETECTION

Resumo: Carbendazim (CBZ) is a well-known fungicide from the group of carbamate compounds with wide application in agriculture, mainly in beans, soybean, and citrus crops. CBZ has been classified as a potential carcinogen to humans if exposed for the long term. Based on the health hazards and environmental risks, environmental protection and health care agencies have set the compound maximum acceptable level in drinking water as 200 µg/L and 120 µg/L in Brazil and Australia, respectively[1]. In August 2022, the active ingredient containing carbendazim was banned in pesticides. Its misuse leads to environmental problems as it is persistent in water and soil. In addition, CBZ is associated with an increased risk of liver tumors, and for this reason, the substance is not allowed in the USA and Europe[2]. Hence, developing a CBZ monitoring device becomes desirable as a helpful tool for water quality control. In this sense, we have fabricated a microelectrode using a gold fiber (d = 25 µm). A nanoporous gold with reduced graphene oxide (NPG-rGO) film was electrodeposited on the microelectrode surface, and the generated platform was investigated for electrochemical CBZ sensing. The µNPG-rGO sensor was fabricated by the Dynamic Hydrogen Bubble Template method, i.e., a potential of - 4.0 V was applied for 250 s in a 0.5 M H_2SO_4 solution containing 1 mM $HAuCl_4$ and 1 mg of graphene oxide. This precursor solution containing graphene oxide was sonicated for approximately 5 minutes before being used in the electrode modification. Voltammetric studies showed no well-defined peak in a CBZ solution using the bare Au microelectrode (µAu). In contrast, an electrochemical process at E = + 1.2 V was clearly noticed with the µNPG sensor. A 100-fold current enhancement was obtained with the µNPG compared with the µAu electrode at such potential. An even more significant increase in the peak oxidation current was noticed by using the µNPG-rGO sensor, evidencing a gain in sensitivity. Scanning electronic microscopy (SEM) images had confirmed the formation of highly porous surfaces and that electrodeposition parameters, mainly applied potential (Ed) and time (Td), have a notable influence on the structure of the films. The crystallographic orientation of gold atoms in the NPG films has a strong influence on the electron transfer process, hence further studies are in progress to optimize the electrodeposition parameters to develop a suitable sensor for CBZ detection in water samples.

Agradecimento: The authors would like thanks FAPESP for the generous funding (Processes 2019/14418-3 and 2018/08782-1).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Letícia Gracyelle Alexandre Costa, Letícia Milena Gomes da Silva, José Eudes Lima Santos, Elisama Vieira dos Santos, Carlos Alberto Martínez-Huitle

Nome dos Apresentadores: Letícia Gracyelle Alexandre Costa, Letícia Milena Gomes da Silva, José Eudes Lima Santos, Elisama Vieira dos Santos, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Letícia Gracyelle Alexandre Costa, Letícia Milena Gomes da Silva, José Eudes Lima Santos,

Instituição de Ensino: Renewable Energies and Environmental Sustainability Research Group, Institute of Chemistry, Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Lagoa Nova, Natal 59078-970, Brasil.

OBTENÇÃO DE PRODUTOS DE VALOR AGREGADO A PARTIR DA DEGRADAÇÃO DE CAFEÍNA OXIDAÇÃO ELETROQUÍMICA COM DIAMANTE DOPADO COM BORO

Resumo: A cafeína (CAF) é a substância psicoativa lícita mais consumida no mundo, por estar presente em diversos produtos farmacêuticos e alimentícios[1,2]. Após o consumo, a cafeína é metabolizada via hepática e cerca de 2% é excretada de forma inalterada pelo corpo [3], e acaba alcançando as redes de esgoto doméstico [4]. Como as Estações de Tratamentos de Efluente convencionais não são capazes de degradar essa substância devido a sua caraterística refratária, a aplicação de métodos de tratamento alternativos se faz necessária. O objetivo desse trabalho consiste em realizar a degradação da CAF (20 mg L^{-1}) por meio da oxidação eletroquímica (OE) utilizando o anodo de diamante dopado com boro (BDD, siglas em inglês) em diferentes eletrólitos de suporte (0,5M H_2SO_4 e 0,5M Na_2SO_4) e densidades de corrente (40, 70 e 100 mA cm^{-2}). Além disso, avaliar os produtos da degradação durante a OE. Os experimentos foram realizados em uma célula eletroquímica do tipo filtro-prensa, anodo de BDD com área de 64,9 cm^2 e catodo de aço inoxidável, durante 180 min. A degradação de CAF e a formação de ácidos carboxílicos foram analisadas por HPLC e IC, respectivamente. Nos experimentos realizados, observou-se claramente que ambos os eletrólitos promovem com sucesso a degradação da CAF nos primeiros 15 minutos de eletrólise. Nos experimentos utilizando Na_2SO_4, o efeito da densidade de corrente pode ser visto mais significativamente. À medida que ocorre o aumento na densidade de corrente, a degradação do fármaco aumenta, pois, a densidade de corrente está intrinsicamente associada a produção de espécies oxidantes ($S_2O_8^{2-}$ e $SO_4^{-\bullet}$) no eletrodo de BDD, que são as responsáveis por promover a degradação da CAF. Durante a degradação da CAF por eletrólise via BDD pode haver a formação de ácidos carboxílicos devido a clivagem dos carbonos aromáticos, de reações de oxidação e hidrólise. Nos experimentos com 0,5 M H_2SO_4 foram identificados os ácidos fórmico, acético e oxálico. Já durante os experimentos com 0,5 M Na_2SO_4 apenas o ácido acético foi produzido. Na densidade de 70 mA cm^{-2}, o ácido acético atingiu a concentração máxima de 53,44 mg L^{-1} depois de 60 minutos de eletrólise. Logo, o tipo de ácido formado depende da densidade de corrente e do eletrólito de suporte utilizados. Esses ácidos formados podem ser recuperados e purificados posteriormente para utilização como matérias-primas em diferentes tipos de indústria ou produção de hidrogênio.

Agradecimento: Financial supports from Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, Brazil) (306323/2018-4, 312595/2019-0, 439344/2018-2, 315879/2021-1, 409196/2022-3, 408110/2022-8), and from Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Brazil), FAPESP 2014/50945-4 and 2019/13113-4, are gratefully acknowledged. The authors thank the Núcleo de Processamento Primário e Reúso de Água Produzida e Resíduos (NUPPRAR) for providing HPLC analyses.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Fernanda Renata, Gabriel Wosiak, Jeyse da Silva, Eryka Nóbrega, Felipe Staciaki, Elydia Feres, Alexis Gutiérrez, Odemir Bruno, Ernesto Pereira

Nome dos Apresentadores: Fernanda Renata, Gabriel Wosiak, Jeyse da Silva, Eryka Nóbrega, Felipe Staciaki, Elydia Feres, Alexis Gutiérrez, Odemir Bruno, Ernesto Pereira, Fernanda Renata Almeida Ribeiro

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos, Universidade de São Paulo - Campus de São Carlos

ANÁLISE MULTIVARIADA DOS PARÂMETROS QUE AFETAM A MORFOLOGIA DAS BOLHAS DURANTE A PRODUÇÃO ELETROQUÍMICA DE HIDROGÊNIO

Resumo: O estudo da formação de bolhas em processos eletroquímicos, especialmente na eletrólise da água, é crucial para melhorar a eficiência do processo. Parâmetros como corrente aplicada, pH da solução e tipo de gás formado podem influenciar a morfologia das bolhas. Neste sentido, este estudo teve como objetivo investigar os parâmetros que afetam a morfologia das bolhas formadas durante a eletrólise da água, utilizando um planejamento fatorial. As variáveis consideradas foram: corrente aplicada (50 e 100 mA $cm^{-2)}$, pH da solução (1 e 13) e tipo de gás formado (oxigênio ou hidrogênio). A contagem e análise das bolhas foram realizadas por meio do método de detecção de borda em análise de série temporal de imagens, proporcionando uma abordagem quantitativa. Ao longo de cada experimento foram capturadas imagens de aproximadamente 8.000 bolhas. A morfologia das bolhas foi avaliada considerando sua forma, tamanho e distribuição. Para isso, foram utilizados métodos quimiométricos para analisar os resultados obtidos a partir das imagens capturadas durante o processo de eletrólise. As variáveis independentes foram codificadas em níveis, permitindo uma análise estatística robusta. As bolhas foram divididas entre bolhas pequenas (< 500 µm) e bolhas grandes (> 500 µm) para facilitar a análise dos resultados. Em uma análise da proporção bolhas grande/bolhas pequenas como resposta, todos os efeitos de primeira, segunda e terceira ordem são estatisticamente significativos, exceto para a corrente aplicada. Soluções alcalinas resultaram em bolhas com uma morfologia distinta em comparação com soluções ácidas, devido a presença de íons na solução que desempenham um papel na tensão superficial e bem como estabilidade das bolhas aderidas à superfície dos eletrodos. Finalmente, o tipo de gás formado durante a eletrólise, seja oxigênio ou hidrogênio, também influenciou a morfologia das bolhas. O hidrogênio tende a formar bolhas pequenas e mais numerosas, enquanto o oxigênio formam bolhas maiores e em menor número. Através desse estudo, foi possível compreender a importância dos parâmetros avaliados na morfologia das bolhas formadas durante a eletrólise da água. Esses parâmetros exercem influência sobre a eficiência da reação, a estabilidade do processo. Esse estudo contribui para o conhecimento da eletrólise da água e pode auxiliar na otimização do processo, visando uma maior eficiência energética e consequentemente uma redução de custos operacionais.

Agradecimento: CnPQ, Capes, Shell, Fapesp (18/24383-0, 19/27029-5, 22/05254-0, 21/11630-1, CDMF - 2013/07296-2, Cine - 2017/11986-5).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Júlia Carolina Illi, Marco Antônio Siqueira Rodrigues, Andréia Moura Bernardes, Salatiel Wohlmuth da Silva

Nome dos Apresentadores: Júlia Carolina Illi, Marco Antônio Siqueira Rodrigues, Andréia Moura Bernardes, Salatiel Wohlmuth da Silva, Marco Antônio Siqueira Rodrigues

Instituição de Ensino: Universidade Feevale, Universidade Feevale, UFRGS, UFRGS

TRATAMENTO DE EFLUENTE CONCENTRADO DE OSMOSE REVERSA DE LIXIVIADO DE ATERRO SANITÁRIO POR ELETRO-OXIDAÇÃO

Resumo: O lixiviado, efluente gerado a partir da degradação de resíduos sólidos depositados em aterros sanitários, é um problema global que pode causar impactos negativos sobre a saúde humana e o meio ambiente. Devido à complexidade de sua composição, o tratamento convencional torna-se por vezes ineficaz. Com isso, processos de separação por membranas vêm sendo utilizados com a finalidade de se atingir os limites estabelecidos por lei para lançamento/descarte, irrigação ou reuso. Porém, esses processos geram uma linha de efluente concentrado, com elevados teores de poluentes e alta toxicidade. Diante disso, propõem-se avaliar Avaliou-se aplicação da eletro-oxidação como uma alternativa para o tratamento do lixiviado concentrado gerado no tratamento por osmose reversa do lixiviado do aterro sanitário da cidade de Santa Maria/RS. A eletro-oxidação consiste na oxidação de poluentes em uma célula eletroquímica, composta de pares de eletrodos (ânodos e cátodos), que recebe uma densidade de corrente elétrica, fazendo com que os eletrodos polarizados atuem nas reações de redução e oxidação. Para isso, os experimentos foram realizados em duas células eletroquímicas: a primeira delas composta de ânodo de diamante dopado com boro e cátodo de aço inox (AISI 304L) e a segunda composta de ânodo e cátodo de DSA (70%)TiO2-Ti (30%)RuO2. Para cada célula foram avaliadas três densidades de corrente elétrica (25, 50 e 75 mAcm-2) e cada ensaio foi realizado em batelada de recirculação, sendo tratados 2 L de efluente por 12 horas. Amostras foram coletadas para análise de cloretos, DQO e NH3+. Os resultados mostram que em relação ao aumento da densidade de corrente elétrica, percebeu-se que houve um aumento na remoção da concentração de DQO e de nitrogênio amoniacal para ambas as configurações de célula eletroquímica utilizadas. A maior remoção de DQO ocorreu com o ânodo de diamante, aproximadamente 99%, na densidade de corrente elétrica mais elevada. A remoção de NH3+ atingiu valores de remoção próximos de 100% para ambas as configurações utilizadas. Pode-se observar ainda, que o íon cloreto influencia esse processo, principalmente as degradações de NH3+, de modo que, foi possível constatar que, a partir da eletro-geração de compostos oxidantes intermediários, como o cloro, houve a predominância da oxidação indireta, principalmente na configuração da célula com eletrodos de óxidos metálicos. A eletro-oxidação apresentou-se como uma boa alternativa para o tratamento de efluentes concentrados de lixiviado de aterro sanitário.

Agradecimento: CNPQ FAPERGS CAPES FINEP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Larissa Fernandes, Robson S. Souto, Marcos R. V. Lanza

Nome dos Apresentadores: Larissa Fernandes, Robson S. Souto, Marcos R. V. Lanza, Larissa Fernandes

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo USP

APRIMORAMENTO DE ELETRODO DE DIFUSÃO GASOSA (EDG) APLICADO NA DEGRADAÇÃO DE PESTICIDA

Resumo: O pesticida clorpirifós é um organofosforado utilizado em grande escala em diversos tipos de culturas agrícolas. Essa classe de pesticida é considerada tóxica para os seres vivos. Tendo em vista a limitação das estações de tratamento convencionais em remediar esse tipo de resíduo, os Processos Oxidativos Avançados (POA) se tornam uma alternativa para o tratamento desse contaminante. No caso deste trabalho, o radical hidroxila será gerado a partir do peróxido de hidrogênio produzido por reações de redução do oxigênio (RRO). Neste contexto, o desenvolvimento do eletrodo para geração do peróxido de hidrogênio é de suma importância, pois, é no cátodo que acontecem as reações de redução. A produção de eletrodos de difusão gasosa (EDG) a partir da matriz carbonácea vem sendo aprimorada em vista do aumento da eletrogeração de peróxido de hidrogênio, diminuindo os gastos energéticos e custos no processo de desenvolvimento. A técnica de modificação da matriz de carbono com 5,0% de um complexo organometálico de porfirina de cobalto (II) (Co-Porfirina) foi utilizada no grupo de pesquisa para síntese de EDG, apresentando um aumento de 88% (cerca de 333 mg/L) comparado ao CPL6 não modificado. Entretanto, o método de síntese de EDG utiliza uma massa total de 400 mg/cm², enquanto que o novo método desenvolvido pelo grupo utiliza cerca de 27,8 mg/cm², uma diminuição de 93% na massa total. Apesar dessa diminuição de massa por área, a eficiência na produção de H2O2 aumentou em cerca de 67%, demonstrando uma diminuição de gasto energético e custo na produção do eletrodo. A eletrogeração e acumulação de H2O2 foi realizada de maneira galvanostática aplicando diferentes densidades de corrente para avaliação da melhor condição em 250 mL de eletrólito suporte K2SO4 0,05 M em diferentes pH (3; 6 e 9), ajustados com H2SO4 e KOH, aplicação de fluxo de 50 mL min-1 de O2 . Os ensaios de degradação do pesticida serão realizados por POA nos seguintes sistemas eletroquímicos: Eletro-Fenton e Fotoeletro-Fenton. Nos ensaios envolvendo a reação Fenton a concentração de Fe2+ será fixada em 0,25 mmol L -1 e nos processos assistido por radiação UV. Nesse sentido, o atual trabalho visa a aplicação do complexo organometálico, Co-Porfirina, em um novo sistema de EDG utilizando o pesticida clorpirifós, ainda não estudado nesse tipo de sistema.

Agradecimento: Agradecimentos pelo financiamento ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), projetos #303759/2014-3 and #303943/2021-1, e a Fundação de Amparo à Pesquisa de São Paulo (FAPESP), projetos #2014/50945-4; #2016/19612-4 and #2017/10118-0, pelo suporte nessa pesquisa.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Carlos H.M Fernandes, Fausto E.B Júnior, Beatriz T. Marin, Letícia Mira, Guilherme V Fortunato, Renata Colombo, Abner de Siervo, Willyam R.P Barros, Marcos R.V Lanza

Nome dos Apresentadores: Carlos H.M Fernandes, Fausto E.B Júnior, Beatriz T. Marin, Letícia Mira, Guilherme V Fortunato, Renata Colombo, Abner de Siervo, Willyam R.P Barros, Marcos R.V Lanza, Carlos Henrique Magalhaes Fernandes

Instituição de Ensino: Universidade De São Paulo

NANOPARTÍCULAS DE HIDROXIAPATITA CA10-XFEX-YWY(PO4)6(OH)2: DEGRADAÇÃO DE AZUL DE METILENO E VERDE RÁPIDO VIA PROCESSO FOTO-FENTON E FOTO-ELETRO-FENTON USANDO CPL6 COMO ELETRODO DE DIFUSÃO GASOSA

Resumo: A hidroxiapatita (HA) (Ca10(PO4)6(OH)2) faz parte do grupo das apatitas e contém cálcio (Ca) e fósforo (P) como principais íons na sua estrutura. Este grupo de materiais permite a substituição isomórfica parcial de Ca2+ por íons metálicos, agregando um aumento da eficiência catalítica em sistemas baseados em fotodegradação de espécies contaminantes [1]. Neste trabalho as NPs de HA foram dopadas com Fe3O4 e íons W6+ em diferentes proporções (HFW60, HFW70, HFW75 e HFW100), sendo chamadas de NPs HFW, na qual o valor seguido da sigla indica a procentagem de substituição dos íons Ca2+ na estrutura cristalina do material. A influência de modificações nas NPs HFW para a degradação do corante azul de metileno (AM) e corante verde rápido (VR) 100 mg L-1 foram investigadas através de processos foto-Fenton e foto-eletro-Fenton. As HFW NPs foram caracterizadas por meio das técnicas de espectroscopia deenergia dispersiva de raios Xacoplada aomicroscópio eletrônico de varredura, microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução, difração de raios X, espectroscopia de fotoelétrons de raios X, infravermelho com transformada de Fourier e ponto de carga zero. No processo de eletrogeração de H2O2 in situ aplicou-se densidade de corrente de 10 e 20 mA cm-2 utilizando como eletrólito 250 mL de K2SO4 0,1 mol L-1 em uma célula contendo o EDG de CPL6, o contra eletrodo de titânio platinizado e o referência de prata/cloreto de prata, estando a célula sob fluxo de 130 mL min-1 de O2(g), controle de temperatura de 25° C e sob agitação mecânica. Após 120 minutos de eletrogeração obteve-se 377, 305 e 343 mg L-1 (10 mA cm-2) e 808, 744 e 654 mg L-1 (20 mA cm-2) de H2O2 nos pHs 2,5; 7,0 e 9,0 respectivamente pelo método do molibidato de amônio [2]. Os processos eletro-Fenton e foto-eletro-Fenton foram realizados na mesma célula descrita acima, adicionando-se ao reator um agitador uma lâmpada de radiação UVC (8w) posicionada em um tubo de quartzo e 0,06 g do catalisador por um período reacional de 120 min. Os corantes AM e VR apresentaram 100% de remoção de cor quando utilizadas os NPs HFW60 em pH 2,5 e 7,0 e 9,0 aplicando ambas as densidades de correntes em menos de 90 min reacionais pelo processo foto-eletro-fenton. Entretanto ao se analisar os índices de mineralização pelo carbono organico total (COT) observou-se valores de 56.5% ± 10.55 e 61.55% ± 4.85 para o corante AM (Eq. 1) e 76.45% ± 12.75 e 77.65% ± 8.05 para o corante VR (Eq. 2) quando aplicadas denisdades de corrente de 10 e 20 mA cm-2respectivamente. Desta forma pode-se dizer que o sistema eletroquímico utilizado para a degradação dos corantes AM e VR foi eficiente, apresentando alto índice de mineralização, sendo possível produzir uma rota de degradação por meio da análise dos subprodutos utilizando a espectrometria de massas.[C16H18N3S]+(aq) + 45 H2O(l) →16 CO2(g) + 3 NO3-(aq) + SO42-(aq) + 108 H+(aq) + 102 e- (1) [C37H34N2O10S3]2- (aq) + 82 H2O(l) → 37 CO2(g) + 2 NO3-(aq) + 3 SO42-(aq) + 198 H+(aq) + 192 e- (2)

ISBN 978-85-8167-307-3

Agradecimento: Agradecimentos pelo financiamento ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), projetos #303759/2014-3, #303943/2021-1, #116926/2022-8 e #14/50945-4 e a Fundação de Amparo à Pesquisa de São Paulo (FAPESP), projetos #2014/50945-4; #2016/19612-4 and #2017/10118-0, pelo suporte nessa pesquisa.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Amanda F. Florencio, Bárbara C. A. Souza, Rodrigo de Mello, Clécia A. dos Santos e Maria Valnice B. Zanoni

Nome dos Apresentadores: Amanda F. Florencio, Bárbara C. A. Souza, Rodrigo de Mello, Clécia A. dos Santos e Maria Valnice B. Zanoni, Amanda Fernandes Florencio

Instituição de Ensino: Universidade Estadual Paulista (UNESP)

A NEW PHOTOCATALYTIC MATERIAL ORIGINATED DURING ELECTROCOAGULATION PROCESS AND ANTIBIOTICS DEGRADATION FROM HEMODIALYSIS EFFLUENT

Resumo: Hemodialysis is an extracorporeal purification system used to remove toxins from the blood in patients with chronic kidney failure. Each patient generates an average of 18.000 -36.000 liters of dialysate per year as wastewater [1]. The present work investigates the efficiency removal of some persistent antibiotics as: penicillin, ciprofloxacin, and sulfamethoxazole from dialysis wastewater by electrocoagulation/electrofloculation process at a titanium or an iron foil (both with 3 x 10 cm) as sacrificial electrodes under 14 V of potential. TiO_2 and Fe_2O_4 are generated as residue from electrocoagulation/electrofloculation for 1 h of 100 mL of dialysate solution (composed of 0.40 mol L^{-1}NaCl and 0.80 mol L^{-1} $NaHCO_3$). TiO_2 was filtered and calcinated at 450 °C and Fe_2O_4 was filtered and dried at 80 °C. The new photocatalytic material was obtained by ground both materials in a ball mill for 10 min at 25 Hz. The results obtained from X-ray diffraction (XRD), Raman spectroscopy, and scanning electron microscopy (SEM) indicated that TiO_2/Fe_2O_4 was formed, revealing the formation of a hybrid nanomaterial composed of TiO_2 and Fe_2O_4 with a crystallite size of 6.0 nm. The electrocoagulation/electrofloculation process removed more than 75% of each selected antibiotics as monitored by HPLC_DAD and about 25% of total organic carbon. The results indicated that the electrocoagulation/electrofloculation techniques can be a promising alternative for the treatment of persistent organic pollutants in complex wastewater as hemodialysis. Besides that, the process led to the formation of residues that can be transformed in the new photocatalytic material. It is important to highlight the novelty of this work since there are no reports in the literature on the electrochemical synthesis of magnetic hybrid nanomaterials based on Fe_2O_4 via electrocoagulation.

Agradecimento: The authors are very grateful to CNPq, Capes, INCT-DATREM and financial support from the CNPq/ INCT (114034/2023-0).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Djalma R. da Silva, José Eudes L. Santos, Amanda D. Gondim, Marco A. Quiroz, Elisama V. dos Santos, Carlos A. Martínez-Huitle

Nome dos Apresentadores: Djalma R. da Silva, José Eudes L. Santos, Amanda D. Gondim, Marco A. Quiroz, Elisama V. dos Santos, Carlos A. Martínez-Huitle, Carlos A. Martínez-Huitle

Instituição de Ensino: Federal University of Rio Grande do Norte

FROM LAB TO REAL APPLICABILITY: ELECTROCHEMICAL DEVICE FOR WASTEWATER TREATMENT AND WATER PURIFICATION

Resumo: Nexus concept is the interconnection between the resources energy, water, food, land and climate. Interconnections between the Nexus sectors may benefit from climate change, energy demand, among others, to sustainable development goals (SDG) through the integrated planning and management processes. Electrochemical driven processes have emerged as efficient and sustainable technology for the detection and removal of pollutants in water matrices, production of fuels, green organic synthesis and reduction of CO_2.[1-3] In this frame, electrochemistry is playing a key role in environmental protection, resources recovery, and climate neutrality, which could be simultaneously achieved when a Nexus applicability is visioned. This challenge is related to the lower production of wastes because of the direct use of electron as reagent, the improvements on the electrochemical transformations and, most importantly, because electrochemical processes can be powered with green energies,[4] contributing to a reduction in the carbon footprint of processes in different fields. Then, to accomplish this goal, a reprioritization of research was done via the know-how and expertise related to the lab investigations of individual contaminants transformation pathways and mechanisms, treatment of different effluents, comparison of different electrochemical technologies and understanding these technologies, as well as in developing inexpensive, high-surface-area, stable electrode materials to minimize toxic byproducts formation, and determining the life cycle and technoeconomic analyses for strategic deployment of electrochemical water treatment devices for their real application and commercialization. Within this framework, a sustainable and success case of an electrochemical small device will be illustrated from the lab investigation to real applicability as decentralized solution and more cases in progress will be presented.

Agradecimento: Financial supports from Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, Brazil) (306323/2018-4, 312595/2019-0, 439344/2018-2, 315879/2021-1, 409196/2022-3, 408110/2022-8), and from Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Brazil), FAPESP 2014/50945-4 and 2019/13113-4, are gratefully acknowledged. The authors thank the Núcleo de Processamento Primário e Reúso de Água Produzida e Resíduos (NUPPRAR) for providing chromatographic analyses.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Marina Neres Lopes, Isabela Jasper, Patrício Zamora, Marcio Vidotti

Nome dos Apresentadores: Marina Neres Lopes, Isabela Jasper, Patrício Zamora, Marcio Vidotti, Marina Neres Lopes

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Paraná

SÍNTESE DE VANADATO DE BISMUTO PARA FOTOELETROCATÁLISE DE BIOGÁS

Resumo: O biogás é uma mistura gasosa produzida a partir da fermentação anaeróbica de materiais orgânicos, composto principalmente por metano, nitrogênio e dióxido de carbono. No setor de resíduos, sabe-se que o tratamento de esgoto gera grande quantidade de biogás, devido a elevada massa de carga orgânica presente, o qual ao ser destinado incorretamente, prejudica a qualidade da fauna e da flora local. Frente tal problemática, buscam-se métodos para melhor aproveitamento deste gás, tanto no viés econômico quanto no ambiental. Entre eles, a fotoeletroquímica se destaca por apresentar potencial na conversão destes gases em produtos com um maior valor agregado, como por exemplo metanol e etanol. Desta forma, neste trabalho foi estudada a síntese do semicondutor vanadato de bismuto, a partir dos precursores metavanadato de amônio e nitrato de bismuto [1], utilizando uma ponteira de ultrassom. O produto obtido foi caracterizado por diferentes técnicas químicas (FTIR, Espectroscopia Raman, DRX e MET) as quais confirmaram sua forma cristalina monoclínica e sua estrutura. Em seguida, este material foi imobilizado em eletrodo pela técnica de drop-coating e foi realizada sua caraterização eletroquímica, estudando sua resposta de fotocorrente e da aplicação de gás, experimentos que demonstraram sua possibilidade na aplicação fotoeletrocatalitica em diferentes cenários. Após tais etapas, serão realizadas as fotoeletrocatálises do CO2, do CH4 e do biogás, de modo a obter, como produtos da degradação, produtos de alto valor agregado. Para investigar esta possibilidade, foi realizado um levantamento bibliográfico, o qual relata a obtenção de produtos por outros sistemas fotoeletroquímicos semelhantes.

Agradecimento: CNPQ e CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Felipe Staciaki, Evaldo B. Carneiro-Neto, Ernesto Pereira

Nome dos Apresentadores: Felipe Staciaki, Felipe Staciaki, Evaldo B. Carneiro-Neto, Ernesto Pereira

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos

OTIMIZAÇÃO DE REATORES PARA DESSALINIZAÇÃO DE ÁGUA UTILIZANDO DIODOS IÔNICOS PERMEÁVEIS COMO ELETRODOS: UMA ABORDAGEM COMPUTACIONAL USANDO CFD

Resumo: A disponibilidade de água potável é um desafio global que tem se tornado mais severo devido ao crescimento da população e à poluição ambiental. Portanto, soluções sustentáveis são cruciais para garantir o acesso à água potável para todos. Neste contexto, a deionização capacitiva surge como uma técnica promissora devido à sua alta eficiência na dessalinização de águas salobras, não sendo adequado, neste momento, para águas salinas. A célula funciona de forma análoga a um supercapacitor eletroquímico, consistindo em dois eletrodos porosos submetidos a uma diferença de potencial. O eletrólito (água salobra) flui entre os eletrodos, e os íons são retidos na dupla camada elétrica do eletrodo de carga oposta. Com o uso contínuo do reator, ocorre a necessidade de uma retrolavagem para remover os íons retidos. Neste sentido, diodos iônicos permeáveis seletivamente ao íons, seriam interessante pois, ao mesmo tempo que aumentam a eficiência do processo, minimizam a necessidade da retrolavagem. Neste estudo, este tema foi abordado por meio de simulações CFD. A inovação no design proposto consiste na inserção de diodos iônicos como eletrodo. Desse modo, os íons são atraídos ao eletrodo poroso, podendo ficar retidos na dupla camada elétrica, ou ainda podem ser transportados da célula através da membrana. Utilizando um planejamento fatorial 24, foram investigados os efeitos do potencial aplicado, do fluxo volumétrico, da concentração inicial de NaCl e da presença ou não do diodo iônico. Os resultados mostraram que todas as variáveis tiveram um efeito significativo, incluindo um efeito positivo do uso do diodo iônico, indicando que sua presença resultou em um aumento na eficiência de dessalinização em todas as condições testadas, principalmente em condições de alta concentração e baixa voltagem aplicada. Por exemplo, com uma voltagem aplicada de 0,8 V, taxa de fluxo volumétrico de 1 mL min-1 e concentração inicial de NaCl de 40 mM, a adição da membrana aumentou a remoção de sal de 12 % para 25 % representando um aumento de 99% na remoção de sal. Sendo assim este estudo mostrou que o design de célula proposto resultou em um aumento na eficiência de remoção de íons e potencialmente pode permitir a deionização em concentrações mais elevadas. Esse estudo contribui para o avanço das estratégias de deionização capacitiva, possibilitando o aprimoramento da técnica para a disponibilidade de água potável.

Agradecimento: FAPESP (n° dos processos: 2021/11630-1, 2021/03592-2, 2017/11986-5), CDMF, Shell, CNPq, CAPES (código 001).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Letícia Milena Gomes da Silva, José Eudes Lima Santos, Elisama Vieira dos Santos, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Amanda Duarte Gondim

Nome dos Apresentadores: Letícia Milena Gomes da Silva, José Eudes Lima Santos, Elisama Vieira dos Santos, Carlos Alberto Martínez-Huitle, Amanda Duarte Gondim, Letícia Milena Gomes da Silva, José Eudes Lima Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Norte

PRODUÇÃO DE ÁCIDOS CARBOXÍLICOS A PARTIR DA OXIDAÇÃO ELETROQUÍMICA SELETIVA DE GLICEROL UTILIZANDO ELETRODO DE TI/TIO2-RUO2-IRO2

Resumo: Gerado como produto a partir da produção de biodiesel, o glicerol é um poliálcool que pode ser utilizado em diversos setores da indústria. Com o aumento da produção de biodiesel, a disponibilidade do glicerol também aumentou gradativamente, provocando um excedente desse produto [1]. O glicerol produzido a partir da produção de biodiesel apresenta de 20% a 60% de impurezas, por isso apresenta coloração escura, teor de água, catalisadores, ácidos graxos, sais, álcool e biodiesel [2]. Portanto, se faz necessário transformar o excedente de glicerol em produtos de valor agregado [3,4]. A oxidação seletiva do glicerol é uma das alternativas para converter o glicerol bruto em produtos de valor comercial maior. Para isso, é comum a utilização de catalisadores de metais nobres ou bimetálicos em que as nanopartículas metálicas são suportadas em carbono ou óxidos metálicos [5]. Os eletrodos de óxidos metálicos são altamente utilizados no tratamento eletroquímico de efluentes, promovendo a oxidação dos contaminantes orgânicos. Uma alternativa com potencial é a utilização de ânodos dimensionalmente estáveis (DSA) por apresentarem menor custo, alta estabilidade, além de alta atividade catalítica. Esse tipo de eletrodo tem mostrado alta eficiência na oxidação de contaminantes, corantes, pesticidas, fenol e formaldeídos [6,7]. Com isso, este trabalho se propôs a promover a oxidação seletiva do glicerol, utilizando DSA de Ti/TiO_2-RuO_2-IrO_2 com objetivo de avaliar a produção de ácidos carboxílicos durante o processo. Para isso, o glicerol, com concentração de 0,6 mol L^{-1} e 0,1 mol L^{-1}, foi submetido a eletrólise por 6 horas, em temperatura ambiente, utilizando sulfato de sódio 0,5 mol L como eletrólito suporte em um sistema em fluxo com capacidade para um litro de solução. Foram realizados experimentos com diferentes densidades de corrente, 30, 60 e 90 mA cm^{-2}. Os resultados obtidos mostraram que o procedimento apresentou boa eficiência, produzindo até 223 ppm de ácido fórmico em densidade de corrente de 90 mA.cm^{-2} para concentrações de 0,6 mol L^{-1} de glicerol e 90 ppm de ácido fórmico na mesma densidade de corrente para concentração de 0,1 mol.L^{-1} de glicerol. Logo, pode ser utilizado como alternativa para promover a produção de ácidos carboxílicos ou como carregador/transportador de hidrogênio. Experimentos adicionais estão sendo desenvolvidos modificando as condições experimentais como concentração do eletrólito, pH, temperatura, tempo reacional e concentração de glicerol.

Agradecimento: Ao PRH 37.1/ANP pela bolsa de mestrado concedida, aos laboratórios LEAA e NUPPRAR/LABPROBIO, ambos da UFRN, pela estrutura e análises realizadas no desenvolvimento do presente trabalho.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Laís Bresciani, Simone Stülp

Nome dos Apresentadores: Laís Bresciani, Simone Stülp, Laís Bresciani

Instituição de Ensino: Universidade do Vale do Taquari - Univates

INFLUÊNCIA DAS NANOPARTÍCULAS DE PT E PD DEPOSITADAS ELETROQUIMICAMENTE EM NANOTUBOS DE TIO_2 NA CONVERSÃO FOTOELETROCATALÍTICA DE BIOMETANO EM HIDROGÊNIO

Resumo: A produção fotoeletrocatalítica de hidrogênio se tornou uma das alternativas mais promissoras dos últimos anos. Apesar dos esforços significativos terem sido dedicados à síntese de materiais semicondutores, o principal desafio continua sendo as altas taxas de recombinação dos portadores de carga e a incapacidade de utilizar todo espectro de irradiação de luz solar [1]. Neste trabalho, nanotubos de TiO_2 (TiO_2NTs) sintetizados através de oxidação anódica de uma placa de titânio seguido de calcinação em mufla [2], foram modificados com Pt e Pd através de deposição eletroquímica por meio de voltametria cíclica durante 2, 4, 6, 10 e 20 ciclos [3]. Os eletrodos preparados foram avaliados de acordo com sua morfologia, composição e cristalinidade e as propriedades eletro/fotoeletroquímicas foram avaliadas através dos métodos de voltametria de varredura linear, cronoamperometria e espectroscopia de impedância eletroquímica, na presença e ausência de metano. A fotoatividade dos eletrodos foi avaliada em relação à conversão de biometano em hidrogênio através da técnica de fotoeletrocatálise e a geração de hidrogênio foi monitorada por cromatografia gasosa (Clarus® 580 GC, PerkinElmer). Diferenças na morfologia e na composição dos eletrodos modificados com Pt e Pd foram observadas e podem ser explicadas pelas diferentes interações devido a diferenças na massa atômica, densidade e ponto de fusão de ambos os metais [4,5]. Verificou-se, ainda, que os eletrodos modificados com Pt e Pd apresentaram excelentes propriedades de separação e transporte dos portadores de cargas fotogerados em relação aos TiO_2NTs, sendo que o eletrodo modificado com Pd durante 20 ciclos apresentou a melhor condutividade elétrica sob irradiação em relação aos demais. A fotoatividade dos eletrodos foi então testada para a geração de H_2 a partir da conversão fotoeletrocatalítica do CH_4, e um máximo de 120,7, 304,7 e 393 mmol. cm^{-2} de H2 foi obtido com os eletrodos de TiO2NTs, TiO2NTs/Pt-4 e TiO2NTs/Pd-20, respectivamente, mostrando claramente a contribuição positiva das nanopartículas de Pt e Pd depositadas na superfície dos TiO_2NTs e a melhor fotoatividade obtida para o eletrodo modificado com Pd.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Júlia Faria Silva, William Santacruz, Rodrigo de Mello, Artur de Jesus Motheo

Nome dos Apresentadores: Júlia Faria Silva, William Santacruz, Rodrigo de Mello, Artur de Jesus Motheo, Júlia Faria Silva

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos- Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos- Universidade de São Paulo, Universidade Estadual Paulista, Instituto de Química de São Carlos- Universidade de São Paulo

CLINDAMYCIN DEGRADATION BY COMBINED PROCESSES OF ADSORPTION WITH ACTIVATED CARBON AND ELECTROOXIDATION IN NON-AQUEOUS MEDIUM

Resumo: The progress of technology has revealed the presence of several pollutants at low concentrations in treated water, highlighting the incomplete efficiency of traditional water treatment methods. Consequently, alternative approaches for water treatment, such as electrochemical oxidation, have been developed as alternatives. The electrochemical method faces a limitation in its effectiveness when dealing with highly diluted solutions, like those containing emerging pollutants. Hence, the development of strategies to improve this process becomes essential. Pre-concentration by adsorption in active carbon is very promising due to its high efficiency, low energy consumption, and viability, allowing the reuse of the adsorbent1. The pollutant in an aqueous solution highly diluted is adsorbed in activated carbon and subsequently desorbed using an organic solvent2, resulting in a high-concentrated clindamycin solution, which can then be treated by electrochemical degradation. In this study, a pre-concentration step involving adsorption/desorption was performed before the electrochemical degradation of clindamycin. Adsorption and desorption isotherms on granular activated carbon (GAC) were performed for 100 mg L-1. Clindamycin concentration was monitored by high performance liquid chromatography (HPLC) during the electrooxidation (in water and methanol media) containing 0.03 mol L-1 NaCl and 100 mg L-1 clindamycin, using a commercial Ti/Ti0.7Ru0.3O2. A high removal efficiency was observed in all cases. Investigations were conducted to examine the influence of variables such as current density, electrolyte concentration, contaminant concentration, and pH. The generation of radicals was monitored using electron paramagnetic resonance (EPR) spectroscopy. Intermediates were identified using liquid chromatography-mass spectrometry (LC/MS) and were shown to have lower toxicity. Based on these data, a degradation mechanism was proposed. These findings underscore the potential of using methanol and ethanol as electrolytic media with efficiency comparable to water. Consequently, a pollutant pre- enrichment process may be a viable approach to increase the effectiveness of this technology, making it a promising alternative for wastewater treatment.

Agradecimento: The authors gratefully acknowledge the financial assistance granted by the São Paulo Research Foundation (FAPESP, Brazil) [2017/10118-0; 2018/16308-8; 2022/11761-1; 2022/15337-0]. We would also like to thank Prof. Dr, Otaciro R. Nascimento (IFSC/USP) for helping us with the EPR measurements.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rodrigo de Mello, Júlia Faria Silva, Artur de Jesus Motheo, Manuel Andres Rodrigo, Maria Valnice Boldrin

Nome dos Apresentadores: Rodrigo de Mello, Rodrigo de Mello, Júlia Faria Silva, Artur de Jesus Motheo, Manuel Andres Rodrigo, Maria Valnice Boldrin

Instituição de Ensino: Institute of Chemistry - São Paulo State University (UNESP) - Araraquara - São Paulo - Brazil and National Institute of Alternative Technologies for Detection, Toxicological Assessment and Removal of Emerging and Radioactive Contaminants (INCT-DATREM) - Institute of Chemistry - São Paulo State University (UNESP) - Araraquara - São Paulo - Brazil, São Carlos Institute of Chemistry - University of São Paulo - São Carlos - São Paulo - Brazil, São Carlos Institute of Chemistry - University of São Paulo - São Carlos - São Paulo - Brazil, Department of Chemical Engineering - Faculty of Chemical Sciences & Technologies - Universidad de Castilla - La Mancha - Ciudad Real - Spain, Institute of Chemistry - São Paulo State University (UNESP) - Araraquara - São Paulo - Brazil and National Institute of Alternative Technologies for Detection, Toxicological Assessment and Removal of Emerging and Radioactive Contaminants (INCT-DATREM) - Institute of Chemistry - São Paulo State University (UNESP) - Araraquara - São Paulo - Brazil

COMBINATION OF ADSORPTION, ELECTROCHEMICAL OXIDATION AND PHOTOCATALYSIS FOR THE TREATMENT OF CLINDAMYCIN-CONTAMINATED SOLUTIONS: A PROMISING APPROACH FOR THE REMOVAL OF EMERGING POLLUTANTS IN WATER BODIES

Resumo: With the development of science and more sensitive techniques, new contaminants known as Emerging Pollutants (EPs) can be found. A recent study on the presence of EPs in the urban water cycle in Latin America detected clindamycin (CLI), an antibiotic used in the treatment of various infections, in concentrations of up to 2,158 ng L-1 [1]. This emphasizes the importance of seeking alternative treatments, as this type of pollutant is not completely removed by conventional methods used in water and wastewater treatment plants. In this context, this study proposes the combination of adsorption, electrochemical oxidation, and photocatalysis techniques as a strategy for the treatment of solutions contaminated with CLI. For this purpose, granular activated carbon (GAC) was modified with TiO2 by the sol-gel method, and the obtained material was characterized by X-ray diffraction, revealing the formation of the anatase phase of TiO2, and Brunauer, Emmett, and Teller isotherms. The unmodified GAC showed a Type Ib isotherm, characteristic of microporous materials, while the modified GAC exhibited a Type H4 isotherm, commonly found in micromesoporous carbon compounds, where the adsorption step is a mixture of Types I and II, with greater uptake occurring at low values of p/p0 corresponding to the filling of micropores. For the treatment of solutions containing CLI, a basket-type electrode was developed using a stainless steel mesh with an open area of 41%, to which GAC particles were added. One hundred milliliters of solution with an initial CLI concentration of 10 mg L-1 and 0.1 mol L-1 Na2SO4 as a supporting electrolyte were treated. The degradation of CLI showed a pseudo-first-order behavior and was 14% more efficient in the photoelectrocatalytic process with the application of 50 mA and UV radiation (= 365 nm) for 2 hours. However, an antagonistic effect was observed, as the sum of the kinetic constants determined for the purely electrochemical (k=0.0102 min-1) or photochemical (k=0.0028 min-1) processes was higher than that determined for the combined process (k=0.0118 min-1). One of the main limitations of the photoelectrochemical treatment in this case is the stainless steel mesh, as it limits the irradiated area. However, this study opens a new approach towards the use of the basket-type electrode, allowing the use of particulate materials for the treatment of solutions contaminated with EPs.

ISBN 978-85-8167-307-3

Agradecimento: The authors are very grateful to CNPq, Capes, INCT-DATREM and financial support from the São Paulo Research Foundation (FAPESP, Brazil) (grant 2022/14679-4).

ISBN 978-85-8167-307-3

Eletroquímica de Materiais Nanoestruturados, Processos Eletroquímicos e Interfaces

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Chádia Schissler, Gabriel Paiva Gabriel, Manoelly Oliveira Rocha, Jacqueline Arguello, Vladimir Lavayen

Nome dos Apresentadores: Chádia Schissler, Gabriel Paiva Gabriel, Manoelly Oliveira Rocha, Jacqueline Arguello, Vladimir Lavayen, Chádia Schissler,

Instituição de Ensino: UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

ANÁLISE ELETROQUÍMICA DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA OBTIDAS VIA SÍNTESE VERDE

Resumo: Nanopartículas de prata (AgNPs) são conhecidas pelas suas atividades catalíticas e sua condutividade elétrica superior, sendo empregadas no desenvolvimento de sensores e biossensores eletroquímicos. Na literatura há relatos de diversos métodos de síntese. Nos últimos tempos, processos de síntese envolvendo a utilização de produtos naturais têm despertado grande interesse por tratar-se de alternativas ambientalmente amigáveis [1]. Neste trabalho, AgNPs foram sintetizadas utilizando extrato de flores de hibisco (*Hibiscus rosa-sinensis).* O extrato obtido contém na sua composição substâncias com propriedade redutoras, capazes de reduzir os íons prata (Ag+) a prata metálica, através de uma reação espontânea a temperatura ambiente. O precursor, $AgNO_3$, é deixado em contato com a solução do extrato até a formação das nanopartículas, evidenciada pela mudança de coloração que acontece após poucas horas de reação. A suspensão coloidal obtida apresenta uma coloração acastanhada. As nanopartículas foram caracterizadas via espectrofotometria UV-visível em um equipamento Varian Cary 50 UV-Visible Spectrophotometer. Após 24h uma banda em 446 nm foi atribuída ao efeito de ressonância de plásmons de superfície (SPR) na etapa de nucleação. Em 72h houve um deslocamento da banda para 497 nm, resultado do processo de crescimento e agregação das AgNPs. Por meio das equações da Ref. [2] foi calculado o tamanho de partículas na faixa de 33 nm a 95 nm. As análises eletroquímicas foram realizadas através da voltametria cíclica em um Potenciostato AutoLab modelo PGSTAT128N, utilizando um eletrodo impresso de carbono (SPE - screen printed electrode) como eletrodo de trabalho, KNO_3 0,05M como solução eletrolítica, taxa de varredura de 20mVs $^{-1}$ e um intervalo de -0,3 a +0,3 V. Como resultado, foi identificado um pico anódico em 0,152V e um catódico em -0,061V correspondente as suspensões coloidais. O eletrodo modificado com AgNPs se mostra promissor como plataforma para aplicação na detecção de biomoléculas e medicamentos [3], tais como o paracetamol. Vale salientar que a síntese foi realizada sem a necessidade de solventes orgânicos de forma rápida e simples.

Agradecimento: Os autores agradecem o apoio do CNPq, CAPES e INCTBio.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Alveriana Tagarro Tomaz, Lucas Destefani Paquini, Maria de Lourdes Soprani Vasconcellos, Josimar Ribeiro

Nome dos Apresentadores: Alveriana Tagarro Tomaz, Lucas Destefani Paquini, Maria de Lourdes Soprani Vasconcellos, Josimar Ribeiro, Josimar Ribeiro

Instituição de Ensino: Laboratório de Pesquisa e Desenvolvimento em Eletroquímica (LPDE) - Departamento de Química, Centro de Ciências Exatas/Universidade Federal do Espírito Santo, Campus Goiabeiras, Av. Fernando Ferrari, 29075-910 Vitória/ES, Brasil

AVALIAÇÃO DO PROCESSO DE DEGRADAÇÃO DO CORANTE TÊXTIL INDIGO BLUE (IB) PROMOVIDO POR ADES BASEADOS EM TI/RUO2-TIO2-SNO2-TA2O5

Resumo: A degradação de recursos hídricos ocasionada pela indústria têxtil se tornou um problema relevante para as sociedades modernas. Efluentes têxteis contêm diversos produtos químicos, dentre eles destaca-se o corante Indigo Blue (IB) [1]-[3]. Este corante é uma substância recalcitrante e preocupante devido aos seus efeitos mutagênicos e teratogênicos, além de afetar a potabilidade da água [4],[5]. Nos últimos 10 anos, tecnologias de purificação por via eletroquímica têm se destacado como uma abordagem eficiente e economicamente viável para tratar efluentes têxteis. Nesse contexto, a oxidação eletroquímica e a fotoeletrocatálise têm sido métodos proeminentes para o tratamento desses efluentes [6]-[10]. O presente estudo investigou a degradação do corante IB por meio da técnica de fotoeletrocatálise, usando eletrodos modificados com óxidos mistos de estanho (SnO2) e tântalo (Ta2O5) como fotoânodos. Os experimentos foram conduzidos com um sistema composto por uma fonte de irradiação ultravioleta (UVB), uma fonte elétrica, eletrodos de trabalho do tipo Ânodo Dimensionalmente Estável (ADE) e um contraeletrodo de carbono. Um volume de efluente sintético contendo 150 mL de corante IB a uma concentração de 100 mg/L, preparado em meio de NaCl, foi tratado aplicando-se uma corrente de 20 mA e a uma temperatura de 25°C. A degradação do corante foi monitorada ao longo do tempo por espectroscopia de absorção UVVis. Foram realizados processos de otimização da corrente (20 mA, 50 mA e 100 mA) e da concentração de NaCl (0,167 mol/L, 0,083 mol/L e 0,0416 mol/L). Os resultados mostraram uma descolorização completa do corante em 40 minutos, utilizando uma corrente de 20 mA. Além disso, observou-se que uma corrente de 100 mA permitiu a remoção completa da cor em apenas 20 minutos. A presença de NaCl promoveu a geração de espécies cloro-reativas, auxiliando na degradação do corante IB. Foi constatado que concentrações mais baixas de NaCl resultaram em um processo de degradação mais lento. A demanda química de oxigênio (DQO) do meio foi reduzida em cerca de 55,0% durante o processo de fotoeletrocatálise. Diante do exposto, a fotoeletrocatálise mostrou-se uma metodologia vantajosa para o tratamento de efluentes têxteis, especialmente para o corante IB. O processo foi eficiente com altas correntes aplicadas (100 mA) e concentrações elevadas de NaCl (0,167 mol/L), resultando em rápida descolorização e redução significativa na DQO.

Agradecimento: Os autores agradecem aos órgãos de fomento FAPES, CAPES e CNPq pelo apoio financeiro, e também ao LabPetro pelo apoio técnico.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: James Mário Portela e Silva, Edson Antônio Ticianelli

Nome dos Apresentadores: James Mário Portela e Silva, Edson Antônio Ticianelli, James Mário Portela e Silva

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo

AVALIAÇÃO DO EFEITO DO PH NA SÍNTESE DE MO_2C PARA A REAÇÃO DE DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO EM MEIO BÁSICO

Resumo: A catálise da reação de desprendimento de hidrogênio (RDH), que o ocorre no cátodo do eletrolisador, depende principalmente do meio e do material catalítico usado para acelerar a reação. Apesar da Platina (Pt) apresentar-se como um material com ótima atividade e estabilidade para esta reação, o fato de ser um metal nobre torna-se um impeditivo para seu uso extensivo, devido ao preço e a sua disponibilidade. O desenvolvimento de eletrocatalisadores de metais não-nobres, afim de diminuir a dependência da RHE com metais nobres, apresenta-se como virtual alternativa para a superação desta questão, mas que ainda esbarra na baixa atividade e estabilidade em relação a Pt, sendo desafiador a produção de materiais que maximizem estes parâmetros. O carbeto de molibdênio (Mo2C) apresenta-se como um material promissor para catalisar a RDH devido as suas propriedades eletrônicas e físico-químicas. O desempenho eletrocatalítico de Mo2C (atividade e estabilidade) são afetadas por parâmetros de síntese (precursores e método de síntese), sendo de suma importância o seu melhor entendimento afim de otimizá-los. Neste trabalho foram avaliados diferentes Mo2C, produzidos em duas etapas de tratamento térmico simples (hidrotérmico e pirolítico, respectivamente), para a RDH, utilizando molibdato de amônia e glucose como precursores de Mo e C, respectivamente. Foi estudado a influência do ambiente químico pré-tratamento hidrotermal, mediante a variação de pH do meio (pH entre 0 e 9). As caracterizações físicas foram realizadas (DRX, MEV, MET) e foi observado a formação de nanopartículas para todos os compostos, com a formação Mo2C hexagonal. Foi observado uma relação vulcão para os materiais testados, avaliando o valor de potencial a 10 mA cm-2 em NaOH 1 mol L-1 (-290, -210, -190, -230, -260 e -280 mV x ERH para Mo2C pH 0, pH 1, pH 2, pH 5, pH 7 e pH 9, respectivamente), em que o material produzido a partir de uma solução de pH 2 apresentou o menor sobrepotencial para RDH (-190 mV x ERH). De forma similar, os valores de capacitância e área eletroquimicamente ativa do material se apresentam otimizados para Mo_2C pH 2, assim como os valores para quantidade de óxido e a cristalinidade observados nos difratogramas dos materiais, apontando que o estado de químico dos precursores de Mo e C antes da síntese hidrotermal tem grande efeito sobre a atividade eletrocatalítica do Mo2C para RDH.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Sandra Raquel Kunst, Gislaine Mayer dos Santos, Luana Góes Soares, Ângela Beatrice Dewes Moura, Cláudia Trindade Oliveira

Nome dos Apresentadores: Sandra Raquel Kunst, Gislaine Mayer dos Santos, Luana Góes Soares, Ângela Beatrice Dewes Moura, Cláudia Trindade Oliveira, Cláudia Trindade Oliveira

Instituição de Ensino: Universidade Feevale

ANÁLISE DAS CARACTERÍSTICAS ELETROQUÍMICAS DE NIÓBIO ANODIZADO EM LICOR PIROLENHOSO POR MEIO DA TÉCNICA DE ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA

Resumo: O nióbio é uma matéria-prima de fácil acesso, uma vez que o Brasil detém 98% das reservas mundiais que podem ser exploradas, o que demonstra a importância da geração de estudos para a utilização de nióbio. Além disso, apresenta inúmeras aplicações na indústria, sendo utilizado como ácido de Lewis, como catalisadores, em aplicações siderúrgicas, metalúrgicas e químicas devido à sua resistência à corrosão. Por outro lado, a Região do Vale do Sinos é rica na produção de acácia negra, e seu subproduto, derivado da condensação da acácia é conhecido como licor pirolenhoso. Este líquido tem sido utilizado principalmente na agricultura. Visando uma aplicação para este insumo, estudos recentes mostraram que é possível a anodização de nióbio em licor pirolenhoso, possibilitando o uso de um eletrólito ambientalmente correto. Portanto, este trabalho tem como objetivo verificar o comportamento eletroquímico do óxido de nióbio. Para tanto, amostras de nióbio foram anodizadas em licor pirolenhoso em condições de anodização já conhecidas de 100 V, 18,667 mA/cm^2 e tempos diferentes tempos de anodização: 300 s, 600 s, 1800 s e 3600 s. As amostras foram caracterizadas quanto à morfologia por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Quanto ao comportamento eletroquímico as amostras foram analisadas em testes de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) em 0,2 M de K_2SO_4 a fim de investigar o comportamento semicondutor da camada de óxido acrescida ao nióbio. Além disso, as amostras foram analisadas em testes de EIE em 3,5% de NaCl, para averiguação do desempenho quanto à resistência a corrosão bem como o monitoramento do potencial de circuito aberto (OCP) durante 96 horas em solução de de 3,5% de NaCl. A partir dos testes de EIE identificou- se que os óxidos obtidos na anodização são altamente resistentes à corrosão e que todas as amostras anodizadas apresentaram comportamento semelhante independente do tempo de imersão em NaCl em EIE e do tempo de anodização, nas mesmas foram observadas duas constantes de tempo, em alta e média frequência. Os portadores de carga foram calculados e se verificou o comportamento semicondutor do óxido. Os resultados apontaram para a formação de um modelo de crescimento de óxido em que existe a formação não estequiométrica de redes cristalinas na interface entre o metal e o eletrólito a partir de um processo de dissolução na superfície do metal, o qual ocorre conforme o tempo de anodização.

Palavras-chave: Nióbio. Anodização. Espectroscopia de impedância eletroquímica.

Agradecimento: O presente trabalho foi realizado com o apoio do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), entidade do governo brasileiro focada na formação de recursos humanos. Os autores também agradecem ao apoio financeiro de agências brasileiras: Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), Fundação de Amparo à pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul (FAPERGS) e a Financiadora de Estudos e Projetos (FINEP).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Nelson A Galiote, Hamilton Varela, Germano Tremiliosi-Filho

Nome dos Apresentadores: Nelson A Galiote, Hamilton Varela, Germano Tremiliosi-Filho, Germano Tremiliosi-Filho

Instituição de Ensino: Chemistry Institute of São Carlos, University of São Paulo

ETHANOL ELECTROCHEMICAL REFORMING FOR GREEN HYDROGEN GENERATION ON MOS_x

Resumo: Cathodic and anodic materials were synthesized to be employed in ethanol electrochemical reforming system for production of green hydrogen from water and ethanol. In this study MoS_2 based material, MoS_x ($2 \leq x \leq 3$), was chosen as cathode for operation in acid or alkaline solutions. This class of material is a promising substitute of Pt-based electrocatalysts. Bulk MoS_2 is not a good electrocatalyst due to its intrinsic semiconductor properties, thus, to work around to solve this problem, here we electrodeposited (ED) MoS_x dispersed sites directly into a N-C_{BP} (nitrogen-doped black pearls carbon matrix) [1,2,3], by reduction of $[MoS_4]^{2-}$, here denominated as ED-MoS_x-N-C_{BP}, which presented high electrochemical activity for the hydrogen evolution reaction (HER), with a potential at 10 mA cm^{-2} of E_{10} = -0.186 V and E_{10} = -0.333 V for acidic and alkaline medium, respectively. In addition, the Tafel slope for the acid medium was near the pure platinum, 49 mV/decade. It is worth pointing out that those results put our activity among the best activities found in the literature for MoS_x-based materials with a 2H crystalline phase. However, XRD results of our material indicated an amorphous phase material as expected from the electrodeposition method, and these species were identified by the Raman spectra as MoS_3 species with some content of MoS_xO_y species from the O_2 dissolved in the electrolyte. From the SEM images, those MoS_3 species are identified as small particles homogeneously dispersed at the N-C_{BP} substrate which facilitates the intimate contact between those particles and the substrate for HER activation. A conclusion to the junction of a cathode (ED-MoS_x-N-C_{BP}) and an anode material (Pd_4Pt_1-N-C_{BP}) here synthesized is that our non-noble metal catalyst for the cathode is adequate to employ in electrochemical ethanol reforming cell to produce green hydrogen. In the alkaline medium, the anodic materials performed better than in the acidic medium, requiring ca. 0.950 V for hydrogen production which indicated better stability for both materials, whereas, in the acidic medium this potential was slightly higher around 1.0 V. It is worth stating that even for an acid medium this required potential for electrolysis is lower than the hydrogen production from water splitting (1.6-1.8 V). Therefore, this study showed very promising results and possibilities for scaling to unitary cells for large-scale H_2 production.

Agradecimento: The authors would like to thank FAPESP (2019/22183-6), FUSP funding (CW410367), and the scientific agreement of SHELL/FAPESP/RCGI (2020/15230-5) for funding this research. We also would like to thank Dr. Marcio de Paula for the SEM acquisition.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Maiara Manhães Slonski, Gabrielle Sarto, Pablo Colofatti Soto, João Vitor Martins, Gabriel Andrade Ferreira, Thiago Nogueira Marques Cervantes, Lucio Cesar de Almeida.

Nome dos Apresentadores: Maiara Manhães Slonski, Gabrielle Sarto, Pablo Colofatti Soto, João Vitor Martins, Gabriel Andrade Ferreira, Thiago Nogueira Marques Cervantes, Lucio Cesar de Almeida., Maiara Manhães Slonski

Instituição de Ensino: Laboratório de Eletroquímica Ambiental (LabEa), Universidade Estadual de Londrina (Rod. Celso Garcia Cid PR 445 km 380 - 86057970)

AVALIAÇÃO DA EFICIÊNCIA DO FOTOANODOS DE FILMES DE NANOTUBOS DE TiO_2 DECORADOS COM AG SENSIBILIZADOS POR ANTOCIANINAS OBTIDAS DE EXTRATO DE CASCA DE UVA

Resumo: Considerando a necessidade de obter fontes renováveis para produção de energia, uma alternativa interessante consiste na conversão de energia solar em elétrica. Nesse sentido, destacam-se as células solares de terceira geração, denominadas de células solares sensibilizadas por corantes (do inglês *Dye Sensitized Solar Cells - DSSC*). As DSSC's têm atraído atenção devido à possibilidade de empregar materiais de baixo custo, flexíveis, estáveis quimicamente, não-tóxicos, eficientes na conversão de energia (acima de 10%)[1]. Relacionado aos fotoanodos, na fabricação dos dispositivos, ressalta-se o uso de semicondutores nanoestruturados de TiO_2 sobre substratos de óxidos transparentes condutores, como ITO (óxido de estanho dopado com Índio). Entretanto, a energia de *gap* do TiO_2 (*anatase*), situa-se na região do UV (ultravioleta). Por isso, os corantes são empregados com o intuito de possibilitar a absorção de outros comprimentos de onda (luz visível e infravermelho). Dentre os corantes utilizados em DSCC's, podemos ressaltar os naturais, como as antocianinas. Estas, consistem em pigmentos encontrados em diversas fontes vegetais, responsáveis pelas suas colorações. Também, contêm grupos auxocromos que permitem ligar esses corantes a superfície de TiO_2, favorecendo a transferência de elétrons entre a molécula do corante e a banda de condução do TiO_2[2]. Mediante ao exposto, o presente trabalho visa sintetizar filmes nanoestruturados de TiO_2 decorados com nanopartículas de Ag sensibilizados com antocianinas (TiO_2TNTs), obtidas de extratos de casca de uva, com o intuito de avaliar seu potencial como fotoanodos. Os TiO_2TNTs foram produzidos a partir de três etapas de anodização, empregando Ti (ânodo) e Ru (cátodo). Essas anodizações foram realizadas com fonte de alimentação (à temperatura ambiente), a 30 V, por 24 h (duas primeiras) e 30 min (última), em solução eletrolítica de 0,5%, em peso, de NH_4F e 1,0%, em volume de H_2O em etilenoglicol[3], seguidos da calcinação dos filmes a 450^0C por 1 h. Sobre os filmes (0,2 cm^2 de área), depositou-se 40 mL de solução coloidal de Ag[4], e 40 mL de uma solução concentrada do extrato de casca de uva[5]. As nanopartículas foram inseridas para melhorar a adsorção do extrato ao TiO_2. Os resultados demonstraram a obtenção da fase *anatase* e, comparando, os experimentos sob luz UV e luz natural, uma redução de, aproximadamente, três vezes na resistência de transferência de carga e o aumento de cinco vezes na fotocorrente.

Agradecimento: Os autores agradecem ao laboratório de espectroscopia (ESPEC - UEL), ao laboratório de análises de raio X (LARX - UEL), à CNPQ, CAPES e Fundação Araucária, pelas análises realizadas, bolsas concedidas e financiamento do projeto.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Denis Ricardo Martins de Godoi, Marco Roberto Guerreiro Júnior.

Nome dos Apresentadores: Denis Ricardo Martins de Godoi, Marco Roberto Guerreiro Júnior., Marco Roberto Guerreiro Júnior.

Instituição de Ensino: Universidade Estadual Paulista (Unesp) Instituto de Química Araraquara.

ELETROCATÁLISE DA REDUÇÃO DE NITROGÊNIO EM ÓXIDO DE GRAFENO SELETIVAMENTE MODIFICADO E DECORADO COM NANOPARTÍCULAS DE MOLIBDÊNIO

Resumo: A amônia é essencial para a sociedade moderna, sendo utilizada em larga escala nas indústrias farmacêutica, química e, principalmente, na produção de fertilizantes para agricultura. Além disso, a amônia também desponta como um promissor carreador de hidrogênio para motores verdes. Apesar de sua enorme importância, o principal método para sua obtenção é por meio do processo Haber-Bosch, o qual é energeticamente custoso e poluente. A eletroredução de nitrogênio a amônia (NRR) em temperatura e pressão ambientes, aliada à utilização de energia elétrica proveniente de fontes renováveis, desponta como uma alternativa limpa e econômica para o processo. Para isso, são necessários eletrocatalisadores que permitam a fixação eletroquímica de nitrogênio para obter amônia de forma eficiente e sustentável. Materiais à base de molibdênio apresentam, de acordo com a literatura mais recente, eficiências de conversão e corrente máxima promissoras, sendo possível suportá-los em óxido de grafeno (GO) e óxido de grafeno reduzido (rGO) com o objetivo de melhorar os aspectos da catálise. Neste trabalho, GO, inicialmente preparado pelo método de Hummers modificado por Ranjan, foi reduzido em meio de etilenoglicol em diferentes condições de temperatura e tempo de refluxo, produzindo uma série de suportes com grupamentos funcionais oxigenados seletivamente modificados. Nanopartículas de molibdênio com 1,5 nm de tamanho foram sintetizadas em meio coloidal e ancoradas em diferentes suportes de GO e rGO com conteúdo de oxigênio sistematicamente controlado. Os materiais foram caracterizados por análise térmica (TG-DTA/DSC), difração de raios X (DRX), espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS). A especiação dos grupos oxigenados presentes no suporte também foi avaliada por espectroscopia Raman e FTIR e espectroscopia de ressonância magnética nuclear de ^{13}C (RMN de ^{13}C). A caracterização eletroquímica dos materiais e a atividade catalítica frente à eletroredução de nitrogênio foram avaliadas por técnicas convencionais (CV, CA, RRDE) em meio ácido e alcalino. O mecanismo de reação e a detecção de intermediários foram avaliados por espectrometria de massas eletroquímica operando-OLEMS e cromatografia de íons-IC. Os resultados demonstraram que a atividade catalítica frente à NRR depende das características estruturais e eletrônicas dos suportes de GO e rGO empregados.

Agradecimento: CAPES, FAPESP, Universidade Estadual Paulista (Unesp).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Aldelainy M. Silva, César O. Avellaneda

Nome dos Apresentadores: Aldelainy M. Silva, César O. Avellaneda, Aldelainy M. Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Pelotas- UFPel

FILMES FLEXÍVEIS DE PENTÓXIDO DE VANÁDIO PARA APLICAÇÃO EM JANELAS ELETROCRÔMICAS

Resumo: A busca pela preservação do meio ambiente e o desenvolvimento de novas tecnologias têm impulsionado a criação de materiais inovadores. Essa sinergia resultou em uma ampla gama de avanços, sendo as janelas eletrocrômicas um excelente exemplo dessa combinação. As janelas eletrocrômicas são dispositivos capazes de alterar de forma reversível sua coloração quando uma diferença de potencial ou corrente elétrica é aplicada. Essa mudança de cor ocorre devido a uma reação de oxidação- redução nos materiais utilizados nas camadas das janelas. Essa capacidade de controlar a coloração das janelas torna possível regular a passagem de luz, calor e até mesmo privacidade em um ambiente. No contexto desse estudo de pesquisa, o foco está no recobrimento de um substrato flexível com uma solução de pentóxido de vanádio. O substrato utilizado é o ITO PET, que consiste em um filme de polietilenotereftalato revestido com uma fina camada de óxido de índio dopado com estanho. Essa combinação confere ao substrato a transparência necessária para a passagem de luz e a condutividade elétrica essencial para o funcionamento das janelas eletrocrômicas. O objetivo principal dessa pesquisa é analisar as condições ideais para a formação de filmes finos de pentóxido de vanádio sobre o substrato ITO PET. Para isso, são utilizadas diferentes técnicas de deposição, como spin e Doctor blade. Cada técnica oferece vantagens específicas, como controle de espessura e uniformidade dos filmes, permitindo explorar as melhores condições de deposição para obter resultados desejados. Além disso, a variação da temperatura e do tempo de tratamento também são investigadas nesse estudo. Esses parâmetros têm um impacto significativo nas propriedades dos filmes, como estrutura cristalina, aderência ao substrato e estabilidade de cor. Portanto, é essencial realizar experimentos em diferentes faixas de temperatura e tempos de tratamento para determinar as melhores condições de fabricação. A caracterização dos filmes finos obtidos é realizada por meio de análises eletroquímicas, como voltametria cíclica, cronocoulometria e cronoamperometria. Essas técnicas fornecem informações sobre as propriedades eletroquímicas dos filmes, como a reversibilidade das reações eletroquímicas, a eficiência de inserção e extração de carga, e a estabilidade das respostas ao longo do tempo.

Agradecimento: UFPel, FAPERGS, CAPES, LAFFIMAT, CCQFA.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Raimundo N.S. Lima, Janaína Souza-Garcia, Camilo A. Angelucci

Nome dos Apresentadores: Raimundo N.S. Lima, Janaína Souza-Garcia, Camilo A. Angelucci, Raimundo N.S. Lima

Instituição de Ensino: Universidade federal do ABC

ELECTROCHEMICAL-SURFACE ENHANCED RAMAN SPECTROSCOPY (EC-SERS) STUDY OF C3 POLYALCOHOLS OXIDATION CATALYZED BY AG ROUGHENED ELECTRODE WITH LOW PLATINUM CONTENT

Resumo: This work reports on the electrooxidation process of C3 polyalcohols on Ag roughened electrode decorated with Pt atoms in an alkaline medium. The electrochemical results showed that molecules with vicinal OH, such as glycerol and 1,2-propanediol (1,2-PPD), had higher electrochemical activity than 1,3-propanediol (1,3-PPD). *In situ* Surface Enhanced Raman Spectroscopy (SERS) was used to study the electrooxidation process, and it was found that the products of electrooxidation were mainly carboxylates, with selectivity towards lactate. The study highlights the potential of using an Ag&Pt electrode with low load (>1%) of Pt for the selectively electrooxidation of C3 polyalcohols in an alkaline medium. The presence of Pt significantly improves the electrocatalytic activity of Ag, making the Ag&Pt electrode work in a tandem mechanism.

Agradecimento: The authors gratefully acknowledge financial support from FAPESP through projects 2018/10292-2. This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Finance Code 001.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Túlio Pinheiro Porto, Júlio Cesar Lourenço, Matheus Schiavon Kronka, Liana Alvares Rodrigues, Manuel Andrés Rodrigo Rodrigo, Marcos Roberto de Vasconcelos Lanza, Robson da Silva Rocha

Nome dos Apresentadores: Túlio Pinheiro Porto, Júlio Cesar Lourenço, Matheus Schiavon Kronka, Liana Alvares Rodrigues, Manuel Andrés Rodrigo Rodrigo, Marcos Roberto de Vasconcelos Lanza, Robson da Silva Rocha, Robson da Silva Rocha

Instituição de Ensino: Escola de Engenharia de Lorena, Instituto de Química de São Carlos, Instituto de Química de São Carlos, Escola de Engenharia de Lorena, Universidad Castilla-La Mancha, Instituto de Química de São Carlos, Escola de Engenharia de Lorena

OBTENÇÃO DE CARBONO ATIVADO A PARTIR DE BAGAÇO DE CANA DE AÇÚCAR: SÍNTESE DO MATERIAL PARA GERAÇÃO ELETROQUÍMICA DE H_2O_2

Resumo: Introdução: O Brasil é um dos maiores produtores sucroalcooleiros do mundo, sendo a cana de açúcar uma das monoculturas que apresenta maior ocupação territorial. Com isso, o presente trabalho investigou a conversão do bagaço de cana de açúcar em carbono ativado para aplicações de eletrogeração *in situ* de H_2O_2. Metodologia: As condições experimentais foram obtidas através de um delineamento experimental do tipo superfície de resposta, tendo como fatores a temperatura, tempo de mufla e concentração do ativador (ácido fosfórico). Os bagaços foram cortados e secos em estufa (150°C - 3h) em etapa prévia à impregnação, sendo em seguida triturados, obtendo um pó de coloração marrom escura. As impregnações foram feitas na proporção de 1:10 (m/v) de massa do resíduo por volume de ácido fosfórico, sendo o volume dessa suspensão reduzido e a massa resultante calcinada em forno mufla pelo tempo e temperaturas determinados conforme planejamento experimental. O material calcinado foi macerado e peneirado em peneira granulométrica e o resultante foi caracterizado por voltametria linear utilizando rotating ring disc electrode (RRDE), em meios de K_2SO_4 0,05M pH 3 saturado de O_2. Resultados: Foi encontrado, para as condições propostas, o material com maior porcentagem de eficiência de corrente de geração de H_2O_2 com 72% [2] que foi sintetizado nas seguintes condições: 580 °C durante 30 minutos de mufla com solução de 25 %m/v de H_3PO_4, em comparação com Printex 6L comercial com 91%. Vale frisar que apesar das temperaturas maiores utilizadas no modelo estatístico (delineamento com superfície de resposta) terem aumentado volume de mesoporos e área superficial (análise por BET), os grupos funcionais de oxigênio acabaram sendo degradados (análise por XPS), culminando em um material com atividade eletroquímica pouco inferior ao carbono Printex 6L. De posse do material sintetizado na melhor condição indicada pelo delineamento por superfície de resposta, foram feitos eletrodos de difusão gasosa (EDG) e estudado seu comportamento na eletro geração de H_2O_2 [3], resultando em 951 mg L^{-1} (eficiência faradaica 68%) durante 420 minutos, o que corresponde a 70% da geração de H_2O_2 utilizando o material de referência na literatura (Carbono Printex 6L - EvoniK Degussa Brasil Ltda) com 1406 mg L^{-1} (eficiência faradaica 85%), mostrando a viabilidade do processo por ser um processo baseado em resíduos sólidos.

Agradecimento: CNPq, FAPESP (2017/10118-0) e CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Leyllanne K. A. Souza*1, Habdias A. Silva-Neto1, Danielly S. Rocha1, Fabiane C. de Abreu 3, Anielle C. A. Silva 3, Noelio O. Dantas 3, Wendell K. T. Coltro 1, Paulo T. Garcia 2

Nome dos Apresentadores: Leyllanne K. A. Souza*1, Habdias A. Silva-Neto1, Danielly S. Rocha1, Fabiane C. de Abreu 3, Anielle C. A. Silva 3, Noelio O. Dantas 3, Wendell K. T. Coltro 1, Paulo T. Garcia 2, Leyllanne K. A. Souza

Instituição de Ensino: 1 Universidade Federal de Goiás, 2 Universidade Federal do Sul e Sudeste do Pará, 3 Universidade Federal de Alagoas

DISPOSABLE ELECTRODE MODIFIED WITH TIO_2-CO NANOCRYSTALS FOR SELECTIVE DETECTION OF AMOXICILLIN

Resumo: Amoxicillin is one of the most widely used antibiotics in the world[1]. Excessive use represents a danger to health and to the environment[1]. In Brazil, in the last seven years, approximately 800 million antibiotics were produced, and 32% of this total corresponds to the consumption of amoxicillin[2]. In addition, approximately 60% of ingested amoxicillin is excreted practically unchanged after a few hours[2]. It is essential to propose analytical methods that allow environmental monitoring, as well as AMX quality control. In this study, we propose the combination of portable electrodes, made by combining stencil-printed carbon electrodes (SPCE) and cobalt-doped titanium dioxide nanocrystals (TiO_2-Co) for the electrochemical detection of AMX. The SPCE was manufactured with a three-electrode geometry: work (WE), reference (RE) and auxiliary (EA). Morphological, structural, and electrochemical characterizations were carefully performed. Morphological characterizations showed that TiO_2-Co nanocrystals were distributed over the WE surface with size values of 30 ± 7 nm, in a system that had lower resistance to electron transfer. Considering the chemical and electrochemical conditions for square wave voltammetry (SWV), measurements were performed in phosphate buffer (PBS) 0.1 mol L^{-1} at pH 7.0 using the optimized parameters of frequency, step, amplitude, time deposition and deposition potential and 5 Hz; 0.004V; 0.04V; 10 s 0.0 V vs Ag, respectively. The detection of AMX (pH 7.0) by SVW obtained a linear (R^2=0.99) in the range of 20 to 150 µmol L^{-1}, the limits of detection (LOD) and quantification (LOQ) were estimated at 5.8 µmol L^{-1} to 19.5 µmol L^{-1} respectively. Repeatability studies (intra-day and inter-day) of the modified electrodes revealed relative standard deviation values ranging from 5.8 to 8.1%. The selectivity indicated low interference (≤ 5%) to the main compounds traditionally found in pharmaceutical formulations. Additionally, the results obtained with TiO_2-Co/SPCE for real pharmaceutical samples were compared with UV/Vis spectroscopy. Comparing the results between proposed sensor and UV/Vis spectroscopy, none statistical differences was observed at 95% confidence level, thus indicating that the proposed modified sensor can be performed for a reliable detection of AMX in pharmaceutical samples. The proposed combination of modified SPCE with new TiO_2-Co nanocrystals is an attractive strategy for AMX analysis. We believe that the proposed combination of carbon-based electrodes incorporated with TiO_2-1Co a novel and attractive sensor for selective analysis of AMX in pharmaceutical products.

Agradecimento: Capes, CNPq, UNIFESSPA, UFG, UFAL, LabMic, Crti, Leman, GME e LaSAP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Juliana de Almeida, Leonardo Carvalho Soares, Cláudia Longo, Christiane de Arruda Rodrigues

Nome dos Apresentadores: Juliana de Almeida, Leonardo Carvalho Soares, Cláudia Longo, Christiane de Arruda Rodrigues, Juliana de Almeida

Instituição de Ensino: Department of Chemical Engineering - UNIFESP, Department of Chemical - UNICAMP

CO_2 PHOTOELECTROREDUCTION PROMOTED TO SELECTIVE PRODUCTS BY TI-O-CU OXIDES SUPPORTED ON A TI-CU ALLOYS

Resumo: Copper (Cu) oxides have been widely applied in the conversion of CO_2 into organic products, due to the favourable electronic band structure [1]. However, the inhibition of photo and/or chemical corrosive processes is still a challenge for real-world applications. The copper and its compounds can be coupled with other materials (e.g., TiO_2) to enhance the electronic and chemical properties, to obtain better activities and efficiencies [2]. In this direction, the present work aims to investigate the influence of Cu concentration on the nanostructured layer growth from Ti-Cu alloys, for CO_2 photo/electrochemical reduction reactions. The $Ti_{20\%}Cu_{80\%}$ and $Ti_{30\%}Cu_{70\%}$ alloys were prepared in an arc furnace under an argon atmosphere and then homogenized at 900 ˚C followed by controlled cooling. The Cu-O-Ti nanostructures were further grown by anodization. The identification of the phases and morphologies was done by X-ray diffraction (XRD), energy-dispersive X-ray spectroscopy (XPS), and optical and scanning electron microscopy (SEM). The optical properties were investigated by Diffuse reflectance Spectroscopy (DRS). The electrochemical characteristics were investigated in three-electrode cells using 0.1 mol. L^{-1} Na_2SO_4 as supporting electrolyte. The intensities and stability of the photocurrents were measured using linear sweep voltammetry and chronoamperometry. The CO_2 conversion experiments were carried out in CO_2 saturated 0.1 mol L^{-1} $NaHCO_3$. The identification/quantification of formed value-added compounds was conducted by gas chromatography (flame ionization). These electrodes were revealed to be formed by binary and ternary oxides. An increase in visible light harvesting, stability, and cathodic behavior was observed which must be linked with the percentage of copper in the substrate. Our observations lead to a hypothesis that this happens due to the oxygen sharing between the species. Lastly, we found methanol and ethanol as the main alcoholic products.

Agradecimento: INCT-DATREM (Proc. CNPq 465571/2014-0), São Paulo Research Foundation (Proc. FAPESP 2014/50945-4), Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel (Proc. CAPES 88887136426/2017/00), Project PITE-FAPESP 2020/12263-0.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: William Frederick Schwanz Kiefer, Carlos Guilherme Murr,; Christiane Philipini Ferreira Borges, Eder Carlos Ferreira de Souza, Sandra Regina Masetto Antunes, Suellen Aparecida Alves

Nome dos Apresentadores: William Frederick Schwanz Kiefer, Carlos Guilherme Murr,; Christiane Philipini Ferreira Borges, Eder Carlos Ferreira de Souza, Sandra Regina Masetto Antunes, Suellen Aparecida Alves, Suellen Aparecida Alves

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Ponta Grossa

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FOTOELETROCATALÍTICAS DOS MATERIAIS HETEROESTRUTURADOS À BASE DE CUWO4

Resumo: A fotoeletrocatálise para aplicações ambientais é uma área promissora e vem se destacando em diferentes processos tecnológicos, tais como: degradação e detecção de compostos orgânicos emergentes, produção de H2 e redução de CO2. Todavia, algumas limitações ainda precisam ser contornadas para viabilizar sua aplicação em sistemas reais, como por exemplo, baixa velocidade de transferência e à rápida recombinação dos pares elétron-lacuna fotogerados. Ademais, produção de materiais semicondutores com maior estabildade química e física e custo acessível. Diversas estratégias vêm sendo realizadas para resolver tais limitações e possibilitar o uso de diferentes materiais semicondutores em sistemas fotoeletroquímicos. Entre os semicondutores emergentes, destacam-se os tungstatos metálicos. CuWO4 por exemplo, é promissor nas aplicações fotoeletrocatalíticas. Este semicondutor tem atraído interesse como fotocatalisador devido à sua estreita energia de band gap (2,0 a 2,4 eV) e estabilidade elevada contra fotocorrosão e corrosão química em meio neutro e ácido. Todavia, a recombinação recombinação dos pares elétron-lacuna fotogerados ainda é um entrave que precisa ser tratado para adquirir desempenho fotocatalítico superior. Uma das possibilidades para alavancar sua efiência é a formação de heterojunções com outros materiais semicondutores, tal como o Ag3PO4. Neste sentido, nestre trabalho foi realizado estudo das propriedades fotoeletrocatalíticas dos materiais heteroestruturados à base de CuWO4. Primeiramente foi avaliada a morfologia bem como análise estrutural e estimativa de energia de band gap do CuWO4 puro calcinado em diferentes temperaturas de calcinação 300, 400 e 500°C pelas técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura com emissão de campo (MEV-FEG), Difratometria de Raios X (DRX) e Espectroscopia de reflectância difusa na região do ultravioleta- visível (ERD), respectivamente. Foram realizados ensaios fotocatalíticos para degradação de azul de metileno bem como com Ag3PO4 e a heterojunção dos dois semicondutores. A heterojunção apresentou melhor tempo de degradação, seguida dos semicondutores puros, Ag3PO4 e CuWO4. Finalmente, foram realizados ensaios fotoeletrocatalíticos com o CuWO4 e a sua heterojunção com Ag3PO4 depositados sobre substrato condutor (óxido de estanho dopado com flúor, FTO) junto com espécies *scavengers* para avaliar o mecanismo de oxidação e redução e posteriormente na presença de nitrito e de diuron. O eletrodo FTO/CuWO4 se mostrou ativo para a detecção de nitrito, o qual é uma espécie intermediária de nitrogênio e de interesse de saúde pública uma vez que está relacionado com doenças e formação de nitrosaminas. Já o eletrodo FTO/CuWO4/Ag3PO4 mostrou atividade para detecção do pesticida diuron. Logo, estes eletrodos são promissores na detecção de substâncias emergentes via fotoeletrocatálise.

Agradecimento: Capes, CNPq, Fundação Araucária e C-Labmu.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rodrigo Morawski, Nathália M. Galdino, Lara Fernandes Loguercio, Alexandre G. Brolo, Alexandre D. T. Costa, Jacqueline F. L. Santos

Nome dos Apresentadores: Rodrigo Morawski, Nathália M. Galdino, Lara Fernandes Loguercio, Alexandre G. Brolo, Alexandre D. T. Costa, Jacqueline F. L. Santos, Rodrigo Morawski

Instituição de Ensino: PPGCiMat - Universidade Federal do Rio Grande Do Sul, Universidade Federal do Rio Grande Do Sul, Instituto de Física - Universidade Federal do Rio Grande Do Sul, Department of Chemistry - University of Victoria, Instituto Carlos Chagas - Fundação Oswaldo Cruz, PPGCiMat - Universidade Federal do Rio Grande Do Sul

MODIFICAÇÃO DE ELETRODOS IMPRESSOS COM NANOTUBOS DE POLIPIRROL PREENCHIDOS COM AGCL: UMA NOVA ABORDAGEM PARA DIAGNÓSTICO NÃO INVASIVO DA FIBROSE CÍSTICA

Resumo: Nanomateriais à base de polímeros condutores apresentam uma opção promissora para a modificação de eletrodos impressos. O polipirrol (PPI) se destaca devido à sua síntese fácil, baixo custo, boa estabilidade ambiental e alta condutividade proporcionada por seu sistema π-conjugado, permitindo a movimentação de elétrons ao longo das cadeias poliméricas. As propriedades físico-químicas desse material podem ser aprimoradas através da dopagem e oxidação com alaranjado de metila (AM) e cloreto férrico (FeCl3), respectivamente, resultando na alteração da morfologia de globular para nanotubular. Além disso, a incorporação de nitrato de prata (AgNO3) na síntese pode melhorar a mobilidade dos portadores de carga, uma vez que os polímeros condutores apresentam defeitos estruturais e, consequentemente, baixa mobilidade de carga. Além disso, a formação de nanoestruturas de AgCl podem atuar como sítios ativos para a detecção de cloreto, por exemplo, por meio de técnicas eletroquímicas. A fibrose cística (FC) é um distúrbio crônico comum que resulta na produção de muco espesso e pegajoso. Uma estratégia convencional para o diagnóstico da FC é baseada na determinação de cloreto no suor, sendo que, em caso de diagnóstico positivo, a concentração de cloreto é superior a 60 mmol L^{-1}. No entanto, os métodos convencionais envolvem várias etapas de coleta e análise, exigindo tempo e especialização técnica. Portanto, há uma demanda por métodos mais simples, que requerem o desenvolvimento de dispositivos portáteis, de baixo custo e não invasivos para uso no ponto de atendimento. Neste estudo, eletrodos impressos de carbono foram modificados com nanotubos de polipirrol preenchidos com AgCl para serem aplicados como sensores eletroquímicos para cloreto. A síntese foi realizada na presença de MO, FeCl3 e diferentes concentrações de nitrato de prata. Os materiais foram caracterizados por microscopia eletrônica de varredura e transmissão, que revelaram a presença de nanoestruturas de polipirrol e nanocompósitos de AgCl, respectivamente. A espectroscopia UV-Vis mostrou diferentes níveis de oxidação do polímero com o aumento da quantidade de AgNO3 presente na síntese. A voltametria cíclica foi realizada em solução de $[Fe(CN)_6]^{3-/4-}$ para caracterizar os parâmetros eletroquímicos. O espectro-eletroquímica Raman in situ, na presença do analito em diferentes potenciais, mostrou a presença de bandas características do polímero dependendo do potencial aplicado. Essa nova abordagem é promissora para o diagnóstico da FC, apresentando vantagens em termos de baixo custo e reprodutibilidade.

Agradecimento: CNPq, CAPES, PPGCiMat, FIOCRUZ, FAPERGS, CAMTEC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: João Pedro Bessa de Souza, Juliano Alves Bonacin

Nome dos Apresentadores: João Pedro Bessa de Souza, Juliano Alves Bonacin, João Pedro Bessa de Souza

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas

A IMPORTÂNCIA DA ESCOLHA DO SUBSTRATO DURANTE O ESTUDO DE ELETROCATALISADORES: O CASO DO ANÁLOGO DE AZUL DA PRÚSSIA DE NÍQUEL

Resumo: O hidrogênio produzido a partir da eletrólise da água alimentado por energia renovável, conhecido como hidrogênio verde, se apresenta como uma das alternativas mais promissoras para diversos setores de difícil descarbonização. No entanto, o uso do hidrogênio verde é limitado pelo alto consumo energético de seu processo de produção e a dependência de metais raros (especificamente metais do grupo da platina, PGM) para eletrólise em meio ácido.[1] Isso exige o desenvolvimento de novas estratégias de eletrólise a um baixo consumo energético usando catalisadores de elementos mais abundantes. Nesse contexto, a pesquisa em eletrocatálise tende a se concentrar no catalisador, mas um entendimento apropriado dos demais componentes do sistema é fundamental para o desenvolvimento de eletrolisadores com máxima eficiência. Um exemplo é o substrato no qual os catalisadores estão inseridos, que não costuma ser estudado a fundo. Neste trabalho, três substratos foram estudados: titânio, aço inoxidável e óxido de estanho dopado com flúor (FTO). Um catalisador livre de MGP, análogo de azul da Prússia de níquel (Ni-PBA), foi eletrodepositado sobre cada substrato em duas etapas por cronoamperometria. A estrutura em rede metalorgânica do Ni-PBA permite um menor teor de íons metálicos por área geométrica, enquanto aumenta a disponibilidade de sítios ativos para a catálise. Além disso, Ni-PBA é conhecido por ser estável em uma ampla faixa de pH em meio ácido.[2-4] A deposição foi confirmada visualmente e por voltametria cíclica. Então, se avaliou a atividade de cada eletrodo para a reação de evolução do hidrogênio (HER) em H_2SO_4 0.5 mol L^{-1}. Para os sistemas FTO, FTO/Ni-PBA e Aço/Ni-PBA, foram obtidos sobrepotenciais, em módulo, de 0,54 V, 0,43 V, e 0,29 V para a densidade de corrente a 5 mA cm^{-2}. Em comparação, platina, considerado de altíssima atividade para HER, apresentou 0,08 V de sobre potencial para a mesma densidade de corrente. Os eletrodos de aço, Ti e Ti/Ni-PBA, apesar de apresentarem aumento de corrente referente a HER, não chegaram a alcançar a densidade de corrente de 5 mA cm^{-2}. Gráficos de Tafel confirmam a tendência de atividade catalítica observada. Já a baixa atividade dos eletrodos de Titânio está associada a formação de um filme óxido sobre a superfície do metal.

Agradecimento: Os autores agradecem aos Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, processo 141020/2022-9), a Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), ao Fundo de apoio ao ensino, pesquisa e extensão (FAEPEX) e ao Centro de Inovação em Novas Energias (CINE).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rafael Luiz Romano, Fabio Henrique Barros de Lima

Nome dos Apresentadores: Rafael Luiz Romano, Rafael Luiz Romano, Fabio Henrique Barros de Lima

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos - Universidade de São Paulo - IQSC/USP

COPPER(II) COMPLEXES WITH WATER-INSOLUBLE LIGANDS AS ELECTROCATALYSTS FOR CARBON DIOXIDE REDUCTION TOWARDS C1 AND C2 PRODUCTS

Resumo: The growing energy demand has led to excessive emissions of carbon dioxide (CO_2) into the atmosphere, resulting in several environmental problems. In this context, electrochemical reduction of CO_2 (CO_2R) emerges as a promising process that can both contribute to reduce net CO_2 emissions and be an alternative/ sustainable method to produce valuable chemicals. However, there are some factors that limit the use of CO_2R in large scale, including high overpotentials and poor selectivity.[1] Thus, efforts have been made towards the development of more active, selective and stable electrocatalysts. Copper was shown to be the only pure metal able to promote the electrochemical reduction of CO_2 to hydrocarbons. [1] Due to this unique property, several copper-based electrocatalysts have been studied during the past few decades. Many copper complexes exhibited good activity towards CO_2R and it was shown that most of them experience restructuring processes under CO_2R conditions, affecting activity and selectivity. Additionally, there are some important evidences concerning the reversible restructuring,[2] which can be an interesting approach to reach higher stability. In this study, the activity, selectivity and stability of different copper complexes for CO_2R were investigated. Both [Cu(bzimpy)Cl_2] and [Cu(pyrben)(NO_3)](NO_3) were considered, where *bzimpy* and *pyrben* stand for 2,6-bis(2- benzimidazolyl)pyridine and 2-(2-pyridyl)benzimidazole, respectively. The products distribution was monitored by on-line EC-MS (Electrochemistry Coupled to Mass Spectrometry) and the quantification was made by Gas Chromatography. Briefly, the results showed that both complexes were active for CO_2R and a faradaic efficiency of 31% towards ethylene was obtained with the [Cu(bzimpy)Cl_2] at -1.24 V *vs.* RHE. Besides, this material showed higher stability than [Cu(pyrben) (NO_3)](NO_3) after polarizations in high positive potentials (0.96 V *vs.* RHE).

Agradecimento: R.L.R. and F.H.B.L. acknowledge São Paulo Research Foundation (FAPESP) for the scholarships (grant #2021/03263-9) and financial support (grant #2019/22183-6). F.H.B.L. also acknowldges the support of RCGI-Shell, sponsored by FAPESP and Shell Brazil (grant #2020/15230-5).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Juliane Z. Marinho1, Diele A. G. Araújo2, Magno A. G. Trindade1, Tiago A. Matias3,4, Rodrigo A. A. Muñoz4

Nome dos Apresentadores: Juliane Z. Marinho1, Diele A. G. Araújo2, Magno A. G. Trindade1, Tiago A. Matias3,4, Rodrigo A. A. Muñoz4, Juliane Z. Marinho

Instituição de Ensino: 1 Universidade Federal da Grande Dourados, Faculdade de Ciências Exatas e Tecnologia; 2 Universidade de São Paulo, Instituto de Química; 3 Universidade Federal do Espírito Santo, Departamento de Química; 4 Universidade Federal de Uberlândia, Instituto de Química.

NANOESTRUTURAS DE NIO/GRAFENO INDUZIDO POR LASER PARA SENSOR ELETROQUÍMICO NÃO ENZIMÁTICO DE GLICOSE

Resumo: Com as contínuas atualizações da nanociência, os nanomateriais com alta atividade catalítica substituíram progressivamente a glicose oxidase e evoluíram para um novo tipo de sensor não enzimático. Neste tipo de sensor eletroquímico se utiliza nanomateriais com atividade eletrocatalítica para converter sinais de concentração de glicose em sinais elétricos [1]. Os nanomateriais utilizados na construção de sensores não enzimáticos incluem materiais de carbono (nanotubos de carbono e grafeno), metais e óxidos metálicos (Co_3O_4, NiO, dentre outros) [1-8]. Aliado à conveniência e ao custo econômico do processo de impressão direta a laser, o grafeno induzido por laser (LIG) pode ser preparado preservando as principais vantagens do grafeno convencional [1]. Nanoestruturas de NiO obtidas por uma rota de síntese hidrotérmica foram dispersas em etanol e depositadas sobre o substrato de poli-imida. Após evaporação do solvente, o filme NiO-LIG foi obtido por impressão a laser em uma única etapa. Imagens por microscocopia eletrônica de varredura e espectroscopia Raman confirmaram a formação do compósito. O eletrodo NiO-LIG exibe bom desempenho em relação à oxidação de glicose em meio alcalino. As atividades eletrocatalíticas de NiO-LIG e LIG puro foram comparadas por voltametria cíclica em KOH 0,10 mol L^{-1} a uma velocidade de varredura de 50 mV s^{-1}. O eletrodo LIG puro não apresenta atividade eletrocatalítica, enquanto o NiO-LIG apresenta picos redox quase reversíveis bem definidos. O pico anódico em +0,55 V e o pico catódico em +0,25 V foram atribuídos ao par redox Ni^{2+}/Ni^{3+}. Após a adição de 1,0 até 4,0 mmol L^{-1} de glicose, as correntes de pico anódicas dos eletrodos aumentam linearmente, o que se deve à ação eletrocatalítica do compósito NiO-LIG. Os estudos amperométricos com injeção em batelada (BIA) sobre a superfície de NiO-LIG foram realizados em níveis baixos (10 µmol L^{-1}) e altos (1000 µmol L^{-1}) de concentração por adição sucessiva de alíquotas de glicose em solução de KOH 0,10 mol L^{-1} com agitação constante em um potencial otimizado de +0,55 V. Nota-se uma resposta rápida do sensor frente à adição de glicose, em um tempo de 45 s. Os resultados sugerem que o eletrodo NiO-LIG proposto serve como um sensor não enzimático promissor para detecção de glicose.

Agradecimento: CNPq, CAPES e FAPEMIG.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thiago Nogueira Marques Cervantes, Pablo Colofatti Soto, Gabrielle Sarto, João Vitor Martins, Maiara Manhães Slonski, Lucio Cesar de Almeida

Nome dos Apresentadores: Thiago Nogueira Marques Cervantes, Pablo Colofatti Soto, Gabrielle Sarto, João Vitor Martins, Maiara Manhães Slonski, Lucio Cesar de Almeida, Thiago Nogueira Marques Cervantes

Instituição de Ensino: Laboratório de Eletroquímica Ambiental (LabEa), Rodovia Ceslso Garcia Cid, Pr-445, Km-380, 86057-970, Universidade Estadual de Londrina (UEL).

ESTUDO DOS PARÂMETROS EMPREGADOS NA SÍNTESE DE ELETRODOS AUTODOPADOS DE NANOTUBOS DE DIÓXIDO DE TITÂNIO (SD-TNTS) A PARTIR DA ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA (EIE)

Resumo: Os nanotubos de dióxido de titânio (TiO_2NTs) cativam a atenção dos pesquisadores de todo o mundo por apresentarem baixa toxicidade, elevada área superficial, estabilidade química, baixo custo e grande capacidade de oxidar poluentes orgânicos. Dentre os métodos empregados na síntese de TiO_2NTs, destaca-se a eletroquímica. Ela permite, a partir de uma simples reação de oxidação de um substrato titânico metálico, empregando uma solução eletrolítica composta de um sal de fluoreto, água e um composto orgânico polar, obter camadas auto-organizadas de TiO_2. Além disso, possibilita a combinação única das características do dióxido titânio supracitadas com uma geometria regular e controlável em escala nanométrica [1,2]. Embora a metodologia eletroquímica seja simples e eficaz para produzir os TiO_2NTs, cada parâmetro na síntese consiste em uma etapa crucial nas propriedades finais do material. Dentre esses parâmetros, aqueles que mais influenciam são o tempo e o potencial de anodização/densidade de corrente aplicados sobre as folhas de titânio para a obtenção TiO_2NTs. A espessura dos nanotubos crescem em função do potencial anódico aplicado, e, maiores tempos de síntese tendem a gerar nanotubos de maiores comprimentos [2,3]. A fim de caracterizar as interfaces dessas nanoestruturas, ressalta-se o emprego da espectroscopia de impedância de eletroquímica (EIE). Por utilizar corrente alternada, a EIE permite distinguir as respostas capacitivas e resistivas das interfaces a partir da dependência da frequência em relação a corrente observada. Nesse sentido, a EIE permite, comparando os dados obtidos um circuito eletrônico (*análise de circuitos equivalentes)*, obter características dos filmes, como os tamanhos dos poros, a resistência de transferência de carga (entre as interfaces) e a espessura do filme [4]. Dessa forma, o presente trabalho almejou sintetizar eletroquimicamente TiO_2NTs, em diferentes tempos de anodização e caracterizá-los por meio da EIE. Eles foram obtidos a partir da anodização de placas de Ti a 30 V, em diferentes períodos, em solução eletrolítica de NH_4F (0,25% m/m), H_2O (10% v/v) e glicerol. Após lavagem, os nanotubos foram calcinados à 450^oC por 1 h [5]. Os resultados demonstraram a obtenção da fase *anatase* em todos os TiO_2NTs, um aumento linear do perfil capacitivo desses materiais em função do tempo empregado na síntese e uma elevada estabilidade ao se dopar os filmes por meio de polarização catódica (superior a 90 ciclos).

Agradecimento: Os autores agradecem ao Laboratório de Espectroscopia (ESPEC-UEL), Laboratório de Análises por Raio X (LARX-UEL), CNPq, CAPES. Fundação Araucária pelas análises, bolsas de estudo concedidas e pelo financiamento do projeto.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Carleane Patrícia da Silva Reis, Antonio Gomes dos Santos Neto, Anderson Gabriel Marques da Silva, Marco Aurélio Suller Garcia, Cristiane Luisa Jost, Maria Luisa Sartorelli

Nome dos Apresentadores: Carleane Patrícia da Silva Reis, Antonio Gomes dos Santos Neto, Anderson Gabriel Marques da Silva, Marco Aurélio Suller Garcia, Cristiane Luisa Jost, Maria Luisa Sartorelli , Maria Luisa Sartorelli, Carleane Patrícia da Silva Reis

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina, Pontifícia Universidade Católica - RJ, Universidade Federal do Maranhão

DESVENDANDO SEGREDOS INTERFACIAIS: COMO A ANÁLISE DIFERENCIAL DA IMPEDÂNCIA EXPLICA OS PROCESSOS ELETROQUÍMICOS QUE OCORREM NA INTERFACE DE UM ELETRODO DE CARBONO VÍTREO RECOBERTO POR NANOPARTÍCULAS DE TITÂNIA/OURO

Resumo: A espectroscopia de impedância é uma poderosa técnica para a caracterização de interfaces eletroquímicas. No entanto, o método tradicional de análise baseia-se na interpretação dos dados em termos de um circuito elétrico equivalente (CEE) composto por resistores e capacitores de comportamento ideal, que nem sempre descrevem com exatidão um sistema real. Por outro lado, o método de análise por elemento de fase generalizado (método gpe), não se baseia em CEEs e assume, por princípio, que um sistema eletroquímico sempre apresenta uma distribuição de tempos característicos que pode variar em função da frequência de medida. Com essa premissa, e a partir das componentes real e imaginária dos dados experimentais de impedância, o método gpe fornece algumas funções generalizadas que descrevem o fluxo ou acúmulo de carga em função da frequência. Para ilustrar a potencialidade do método, o mesmo será utilizado para explicar os processos eletroquímicos que ocorrem na interface de um eletrodo de carbono vítreo recoberto por nanopartículas de titânia ou titânia/ouro imobilizadas em nafion, para detecção de nicotina com sonda redox. Mostraremos que a função generalizada Alfa [1], que deveria, em tese, ser equivalente ao parâmetro de fase da representação de Bode, é muito mais sensível às modificações que ocorrem na interface, e serve para indicar: (i) a largura da distribuição dos tempos de relaxação, (ii) a presença de processos faradaicos e (iii) a presença de processos limitados por difusão. A capacitância generalizada em função da frequência [2], por outro lado, ao contrário da capacitância efetiva, fornece platôs de capacitância sem dispersão em frequência, o que permite sua quantificação e identificação de sua origem. Dessa forma, torna-se possível compreender a função de cada um dos elementos que modificam a superfície do carbono vítreo e o mecanismo de nanoestruturação que otimiza a detecção da nicotina.

Agradecimento: CNPq, INEO, FAPESC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Isabela Fiori, Marcos R. V. Lanza

Nome dos Apresentadores: Isabela Fiori, Isabela Fiori, Marcos R. V. Lanza

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos - SP.

AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ELETROCATALÍTICA DAS FTALOCIANINAS DE COBALTO E FERRO SUPORTADAS EM CARBONO PRINTEX L6 APLICADAS DURANTE A REAÇÃO DE REDUÇÃO DE OXIGÊNIO

Resumo: Os Processos Eletroquímicos Oxidativos Avançados têm sido amplamente empregados para a degradação de poluentes emergentes devido a geração de radicais hidroxila ($^{\bullet}OH$) altamente oxidantes. O peróxido de hidrogênio (H_2O_2) é um precursor dos radicais $^{\bullet}OH$ e pode ser eletrogerado *in situ* a partir da reação de redução de oxigênio (RRO) catalisada por materiais que apresentem atividade eletrocatalítica. O carbono Printex-L6 (CPL6) é uma matriz eletrocatalítica que apresenta alta seletividade para formação de H_2O_2 pois possui grupos funcionais carbonil e carboxil em sua estrutura que agem como sítios ativos durante a RRO[1]. Entretanto, a seletividade desta matriz pode ser melhorada através da modificação com complexos organometálicos[2], como as ftalocianinas de cobalto (Co-FC) e ferro (Fe-FC). Diante disto, os estudos eletroquímicos da RRO em solução aquosa básica (pH 9) e ácida (pH 3) foram realizados utilizando como cátodo um eletrodo disco-anel rotatório (RRDE), eletrodo de referência de Ag/AgCl e contra-eletrodo de platina. Na superfície do RRDE foram depositadas as matrizes catalíticas compostas pelo CPL6 e ftalocianinas de cobalto e ferro com dopagens de 0.25, 0.5 e 1% em relação a massa de carbono. Utilizou-se voltametrias cíclicas e lineares para avaliar a atividade eletrocatalítica de cada matriz e os valores de seletividade e número de elétrons foram calculados. Os resultados obtidos mostram que a modificação com ambas as ftalocianinas aumentou a seletividade do CPL6 em meio básico, variando de 90.5% para 94.3% e 95.5% quando dopado com 0.5% e 1% de Co-FC e Fe-FC, respectivamente. Em contrapartida, a seletividade do CPL6 em meio ácido foi de apenas 34.6% e aumentou para 39% e 70.6% ao dopar com 0.5% de cada ftalocianina, mostrando que a Fe-FC é mais reativa em meio ácido quando comparada a Co-FC. O número de elétrons foi equivalente a 2.12 e 2.11 para as matrizes CPL6/Co-FC e CPL6/Fe-FC em meio básico e 3.22 e 2.59 em meio ácido, estabelecendo que a dopagem com a Fe-FC favorece a formação de H_2O_2 em ambos os meios, enquanto a Co-FC favorece a formação de H_2O_2 em meio básico e H_2O em meio ácido.

Agradecimento: CNPq, CAPES e FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Eduardo M. Rodrigues, Caio M. Fernandes, Evelyn C. S. Santos, Flávio Garcia, Odivaldo C. Alves, Júlio César M. da Silva

Nome dos Apresentadores: Eduardo M. Rodrigues, Caio M. Fernandes, Evelyn C. S. Santos, Flávio Garcia, Odivaldo C. Alves, Júlio César M. da Silva, Eduardo M. Rodrigues

Instituição de Ensino: UFF, UFF, UFRJ, CBPF, UFF, UFF

ELETRO-OXIDAÇÃO DA UREIA VIA MAGNETOELETROCATÁLISE SOBRE ELETROCATALISADORES BASEADOS EM NANOPARTÍCULAS NÍQUEL E ÓXIDO DE FERRO MAGNÉTICO COM DIFERENTES MORFOLOGIAS

Resumo: Ureia é um composto comumente encontrado em corpos hídricos e pode ser naturalmente degradada a amônia que é tóxica [1]. Eletrocatalisadores baseados em níquel (Ni) demonstraram alta atividade eletrocatalítica para a reação de eletro-oxidação da ureia (REU) [2]. Um parâmetro que pode melhorar a REU é o aumento da temperatura da reação [3]. Nanopartículas de óxido de ferro magnéticas (NPM) tem atraído bastante atenção devido a capacidade de geração de calor quando submetido a um campo magnético alternado (CMA) [4]. O objetivo deste trabalho consiste no estudo do efeito da morfologia das NPM em Ni-NPM almejando sua aplicação como catalisadores para REU sobre um CMA de forma a gerar calor localmente melhorando o processo. Esta nova abordagem foi nomeada MagnetoEletroCatálise pelos autores deste trabalho. As NPM foram sintetizadas via métodos de co- precipitação para as esferas (NPM) e hidrotermal para os nanoanéis (NPM-A), e as nanopartículas de níquel via redução química por borohidreto de sódio [1-4]. As Ni-NPM e Ni-NPM-A foram sintetizadas (razão mássica 3:2) via redução química por borohidreto de sódio usando das NPM sintetizadas previamente. Todos os materiais foram suportados em tecido de carbono (CC). Os padrões de DRX mostraram a presença de Ni, NiO, Fe_3O_4 e/ou □-Fe_2O_3. As imagens obtidas por TEM confirmaram as morfologias e exibiram nanopartículas de Ni, NPM e NPM-A com diâmetros médios de 3, 20 e 100 nm, respectivamente. Os ensaios de hipertermia mostraram que as NPM, NPM-A, Ni-NPM e Ni-NPM-A geraram calor, enquanto que o Ni não. As voltametrias cíclicas realizadas em 1 mol L^{-1} NaOH de 0 a 0,7 V vs Hg|HgO exibiram picos característicos da transição Ni^{2+}/Ni^{3+} para todos os materiais contendo níquel [1]. Experimentos de cronoamperometria a 0,55 V vs Hg|HgO em NaOH 1 mol L^{-1} e ureia 0,33 mol L^{-1} foram realizados para investigar o efeito do CMA (56,6 mT e 244 kHz) sobre o eletrodo contendo nanopartículas durante a REU. Os resultados mostraram que logo após o acionamento do CMA a densidade de corrente obtida utilizando os eletrodos contendo Ni-NPM e Ni-NPM-A cresceu vertiginosamente (28% e 12%, respectivamente) demonstrando que a atividade eletrocatalítica do material foi melhorada devido ao calor gerado. A influencia da amplitude do CMA (de 14,9 a 88,9 mT) no processo estudado foi investigada e observou-se uma correlação linear entre o ganho de corrente e amplitude do campo para o eletrodo contendo Ni-NPM e exponencial para o eletrodo contendo Ni-NPM-A.

Agradecimento: CBPF, CNPq, CAPES, Capes-PrInt (88887.310269/2018-00), FAPERJ (E-26/211.371/2019, E- 26/201.435/2021, E-26/211.389/2021, E-26/210.793/2021, E-26/210.145/2022), E-26/010.000978/2019).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lillia I. L. M. Gama, William Reis de Araújo

Nome dos Apresentadores: Lillia I. L. M. Gama, William Reis de Araújo , Lillia I. L. M. Gama

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP

CARACTERIZAÇÃO DE SENSORES ELETROQUÍMICOS PORTÁTEIS FABRICADOS POR GRAVAÇÃO A LASER EM DIFERENTES MATERIAIS POLIMÉRICOS

Resumo: O uso de técnicas eletroquímicas vem ganhando grande destaque nos últimos anos para o desenvolvimento de métodos rápidos, portáteis e de baixo custo para a detecção de diferentes compostos. A técnica de gravação a laser (LSG, do inglês *laser-scribing graphene*) produz materiais carbonáceos com propriedades distintas a depender do tipo de substrato, tipo e condições de laser utilizado e controle ou não do ambiente (atmosfera oxidante ou redutora) durante a fabricação[1]. Assim, neste estudo, realizamos a fabricação de sensores eletroquímicos por carbonização superficial induzida por radiação de laser de CO_2 sobre (I) fenolite, (II) poliimida, (III) papel cartão e (IV) papel de filtro revestido com Ecoflex® para caracterizar o grau de grafitização, a morfologia e as propriedades eletroquímicas para cada material de acordo com os parâmetros do laser, em ambiente sem controle atmosférico. As caracterizações dos materiais carbonáceos formados foram realizadas por meio das técnicas de microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia Raman, difração de raios-X, ângulo de contato e eletroquímica. As caracterizações eletroquímicas de todos os materiais LSG foram realizadas por voltametria cíclica utilizando 5.0 mmol L^{-1} de $[Fe(CN)_6]^{3-/4-}$ e 5.0 mmol L^{-1} de $Ru[(NH_3)_6]^{3+}$ como sondas redox de esfera externa sensível e insensível a superfície do eletrodo, respectivamente. A reversibilidade dos processos redox variou entre quasi- reversível a reversível, com separações de pico entre 50 e 87 mV para ambas as espécies. Foi realizada a determinação da constante cinética padrão de transferência heterogênea (k^0), e os valores médios de k^0 para o $[Fe(CN)_6]^{3-/4-}$ foram: I) 0,0042; II) 0,0089; III) 0,0020 e IV) 0,0042 cm s^{-1}, indicando cinéticas moderadamente rápida e concordante com outros trabalhos da literatura[2]. Foram feitos os cálculos de k^0 para o $[Ru(NH_3)_6]^{3+}$, obtendo assim o valor médio de k^0 de I) 0,0048; II) 0,028; III) 0,0062 e IV) 0,28 cm s^{-1}, o que denota uma reação reversível e rápida para a poliimida (II) e papel de filtro hidrofobizado (IV). Vale destacar que o grau de porosidade, grafitização, molhabilidade e defeitos estruturais (obtidos pelas razões de bandas D e G no Raman) obtidos em cada material LSG foram distintos e podem ser correlacionados com o desempenho eletroquímico, justificando a importância da escolha do substrato precursor e pré-tratamentos superficiais para obtenção de dispositivos de alta performance eletroanalítica.

Agradecimento: IQ-UNICAMP, CAPES, CNPq e Fapesp.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Fausto Eduardo Bimbi Júnior, Marcos Roberto de Vasconcelos Lanza

Nome dos Apresentadores: Fausto Eduardo Bimbi Júnior, Marcos Roberto de Vasconcelos Lanza, Fausto Eduardo Bibi Júnior

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos (IQSC) da Universidade de São Paulo (USP)

ESTUDO DA ATIVIDADE ELETROCATALÍTICA DE NANOPARTICULAS DE $FeSe_2$ SUPORTADAS EM DIFERENTES MATRIZES CARBONOSAS VIA REAÇÃO DE REDUÇÃO DO OXIGÊNIO

Resumo: Materiais carbonáceos são amplamente utilizados nos processos de reação de redução de oxigênio (RRO) devido a presença de grupos funcionais oxigenados em sua estrutura como carbonil (C=O) e carboxil (O-C=O) que agem como sítios ativos para a RRO via dois elétrons [1]. Estas matrizes carbonáceas podem apresentar características diferentes como cristalinidade, porosidade e variação de elementos químicos presentes em sua estrutura que podem influenciar nos processos de RRO. Desta forma, este trabalho visa avaliar a interação de nanoparticulas (NPs) de seleneto de ferro ($FeSe_2$) com os grupos funcionais presentes nos carbonos Printex L6 (CPL6) e no carbono Printex XE2B (CPXE2B) quando ancoradas em suas superfícies para aplicação como eletrocatalisadores dos processos de RRO para produção de H_2O_2 *in situ*. Os eletrocatalisadores foram caracterizados por meio das técnicas de difração de raio-X, ângulo de contato, fississorção de $N_{2(g)}$ microscopia eletrônica de varredura de alta resolução, ponto de carga zero e espectroscopia de raios-X por energia dispersiva. Realizou-se os estudos eletroquímicos com saturação do eletrólito com $O_{2(g)}$ e $N_{2(g)}$ para avaliar a RRO utilizando um reator de três eletrodos, sendo o eletrodo de referência de Ag |AgCl, Contra-eletrodo de platina e como eletrodo de trabalho o eletrodo de disco-anel rotatório (RRDE) do tipo Pt-GC, no qual depositou-se uma microcamada composta pelas NPs de $FeSe_2$ e a matriz de carbono variando-se nas proporções de 1, 2 e 3% de NPs em relação ao carbono. Para a voltametria cíclica (VC) e linear (VL) utilizou-se K_2SO_4 0,1 mol L^{-1} como eletrólito em pH 9,0 e variou-se a rotação de 300-1500 rpm para as VL. Por meio desses estudos verificou-se que todas as composições avaliadas para a modificação do CPL6 com as NPs de $FeSe_2$ apresentaram menor número de elétrons e maior seletividade para eletrogeração de H_2O_2, obtendo valores de 2,1 elétrons e 93,6% para a composição com 2% de NPs, enquanto o CPL6 puro apresentou valores de 2,4 elétrons e 80,8%. Quando se utilizou o CPXE2B (2,4 elétrons e 77,0%) observou-se uma diminuição na seletividade para a RRO, sendo a composição com 2% de NPs a melhor obtendo valores de 2,6 elétrons e 71,1%. Desta maneira, pode-se assimilar a diminuição da seletividade do CPXE2B em relação ao CPL6 a alta porosidade deste carbono, contribuindo com um maior tempo de residência do $O_{2(g)}$ em sua estrutura, e consequentemente favorecendo a reação via 4 elétrons gerando água.

Agradecimento: FAPESP, CNPQ, USP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Maysa C. Marques, Maria F. X. Pinto, Maria E. Leyva González, Adhimar F. Oliveira, Estácio T. W. Neto

Nome dos Apresentadores: Maysa C. Marques, Maria F. X. Pinto, Maria E. Leyva González, Adhimar F. Oliveira, Estácio T. W. Neto, Maysa C. Marques

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Itajubá (UNIFEI)

ELETROSSÍNTESE DE NANOCOMPÓSITO DE ÓXIDO DE GRAFENO E COBRE COMO ADITIVO DISSIPADOR DE CALOR

Resumo: O desenvolvimento de aditivos dissipadores de calor é de extrema importância para a indústria elétrica e eletrônica. Visando tal demanda, esta pesquisa desenvolveu um novo aditivo dissipador de calor a base de óxido de grafeno (OG) e cobre (Cu), por meio de uma rota de síntese eletroquímica. Primeiramente, o OG foi preparado por esfoliação eletroquímica do grafite. Em seguida, preparou-se o nanocompósito OG/Cu via síntese eletroquímica, à corrente constante, utilizando o método galvanostático. Durante a eletrossíntese, os íons Cu^{2+} são reduzidos a nanopartículas de cobre estabilizadas na dispersão aquosa de OG. O nanocompósito OG/Cu obtido foi caracterizado por espectroscopia por UV-vis, espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), análise termogravimétrica (TGA), difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e estudos de condutividade térmica. Os resultados obtidos por UV-vis, FTIR, DRX e MEV confirmaram a eletrossíntese de nanopartículas de cobre e óxido de cobre (Cu/CuxO). Já o TGA revelou que à altas temperaturas o OG favorece a reação entre o Cu e o nitrogênio (N_2). Os resultados obtidos mostraram o êxito da rota de síntese eletroquímica na preparação do nanocompósito OG/Cu..

Agradecimento: Este projeto de pesquisa agradece à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao apoio financeiro do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) através dos projetos APQ-02676-16 e APQ-00010-18.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Milton Alexandre Cardoso, José Hérelis Simão Carnaúba, Gabriela Martins de Araújo, Lúcia Codognoto, Christopher M.A. Brett, Fábio Ruiz Simões

Nome dos Apresentadores: Milton Alexandre Cardoso, José Hérelis Simão Carnaúba, Gabriela Martins de Araújo, Lúcia Codognoto, Christopher M.A. Brett, Fábio Ruiz Simões, Fábio Ruiz Simões

Instituição de Ensino: Programa de Pós-Graduação em Química Ciência e tecnologia da Sustentabilidade - UNIFESP - Diadema, Instituto de Ciências Ambientais Químicas e Farmacêuticas - UNIFESP - Diadema, Departamento de Química - Universidade de Coimbra - Coimbra - Portugal, Instituto de Ciências do Mar - UNIFESP - Santos

ELETRODOS SERIGRAFADOS MODIFICADOS COM HÍBRIDOS DE POLÍMEROS CONDUTORES E ÓXIDO DE GRAFENO REDUZIDO

Resumo: Neste trabalho, eletrodos serigrafados (SPE) baseados em tintas condutoras com híbridos dos polímeros condutores (CPs) polianilina (PAni), polipirrrol (PPy) e poli(o-etoxianilina) (POEA) enxertados com óxido de grafeno reduzido (rGO) foram produzidos. Os híbridos CPs-rGO foram obtidos pela polimerização química *in situ* dos monômeros, variando-se a proporção em massa de rGO de 1,0 % a 5,0%, em relação à massa do monômero 0,1 mol L^{-1} em HCl 1,0 mol L^{-1}. Os resultados de FT-IR e microscopia eletrônica de varredura (SEM) mostraram a produção de rGO a partir de grafite e os CPs enxertados com folhas de rGO. As tintas condutoras foram preparadas com proporções de 50% em massa de resina alquídica, 45% de grafite e 5% do respectivo CP ou seus híbridos CP-rGO. Os dispositivos SPE foram produzidos por serigrafia em folhas de poliéster com áreas geométricas delimitadas usando máscaras de adesivos fotográficos. Os resultados obtidos por voltametria cíclica (CV) apresentaram picos característicos do comportamento redox dos respectivos CPs (PAni, PPy e POEA). Os resultados das medidas de espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS) mostraram uma diminuição significativa, de até 20 X da resistência de transferência de carga (R_{ct}), para todos os híbridos CPs-rGO, mesmo com a baixa proporção de rGO nas tintas condutoras (entre 0,0625% e 0,125% de razão em massa de rGO). O método desenvolvido mostrou-se uma alternativa simples e de baixo custo para a fabricação de eletrodos serigrafados baseados em tintas condutoras modificadas com híbridos de CPs e rGO. Os eletrodos baseados em tintas destes híbridos apresentam propriedades sinérgicas, como a manutenção dos perfis voltamétricos dos CPs com a diminuição significativa das R_{ct}. Este sinergismo de propriedades é interessante tanto para o desenvolvimento de materiais eletroativos em aplicações de sensores como para o desenvolvimento de dispositivos de armazenamento de carga, tais como baterias e supercapacitores [1-3].

Agradecimento: Os autores agradecem à FAPESP (2021/08041-4 e 2017/24742-7) à CAPES e ao CNPQ. Também agradecemos à Fundação para a Ciência e a Tecnologia (FCT), Portugal, CEMMPRE, projecto UIDB/00285/2020 e ARISE, projectoLA/P/0112/2020pelos fundos "FEDER" através do programa COMPETE - Programa Operacional Factores de Competitividade, e pelos fundos nacionais pelo FCT.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Brenner L. Pereira, Raimundo R. Passos, Leandro A. Pocrifka

Nome dos Apresentadores: Brenner L. Pereira, Raimundo R. Passos, Leandro A. Pocrifka, Brenner Lima Pereira

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Amazonas

ESTUDO DA INTERFACE DO GRAFENO ELETROESFOLIADO PELO MÉTODO DE TRASSATI

Resumo: O grafeno é um material versátil [1] pela possibilidade de estruturação superficial, alterando assim suas propriedades físico- químicas interfaciais, acabando por abranger diversas áreas de aplicação [2]. Cada metodologia de obtenção de grafeno resulta em um tipo de composição de superfície, seja pela inclusão de grupos funcionais ou quantidade de defeitos pontuais gerados [2,3]. Dessa forma, o presente trabalho utilizou da esfoliação eletroquímica [4] a partir de grafite de baterias AA, em soluções salinas de $NaNO_3$ [0,5M], para modelação interfacial de grafeno. As condições de esfoliação eletroquímica variaram de acordo com o sentido da corrente elétrica aplicada: em sentido único (+1 A) e variando o sentido (-1 A a +1 A), obtendo os materiais N-G1 e N-G2, respectivamente. O estudo das superfícies dos materiais foi realizado pelo Modelo de Trassati [5] com as contribuições capacitivas de dupla camada elétrica (C_{dl}) e pseudocapacitivas (C_p). Os resultados encontrados de C_{dl} e C_p foi de 58% e 42%, respectivamente, para o N-G1; e 97% e 3%, respectivamente, para o material N-G2. Assim, atribuiu-se a metodologia de sentido único de corrente para a formação de grafeno com grupos funcionais e/ou defeitos pontuais em sua superfície; em contrapartida, a inversão de corrente elétrica durante a esfoliação eletroquímica favoreceu à interface com carbonos sp^2 em sua maioria.

Agradecimento: Às agências de fomento: CNPq, CAPES, FAPEAM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Maria R. Pinto,1 James C. Pessoa,1 Manuel Winkler,1,2 Igor Messias,1 Gabriel F. Costa,1 João B. S. Junior,3 Raphael Nagao*1,2

Nome dos Apresentadores: Maria R. Pinto,1 James C. Pessoa,1 Manuel Winkler,1,2 Igor Messias,1 Gabriel F. Costa,1 João

B. S. Junior,3 Raphael Nagao*1,2, Maria R. Pinto

Instituição de Ensino: 1 Institute of Chemistry, University of Campinas, Campinas, SP, Brazil, 2 Center for Innovation on New Energies, University of Campinas, Campinas, SP, Brazil, 3 Brazilian Nanotechnology National Laboratory, Campinas, SP, Brazil

CARBON DIOXIDE ELECTROREDUCTION REACTION TO FORMATE WITH SN AND BI CATALYSTS

Resumo: CO_2 electroreduction reaction (CO_2ER) is a promising approach to store renewable electricity through its electrochemical conversion into low carbon footprint fuels and high-value chemicals. Among the products obtained from CO_2ER, formic acid stands out as an economically feasible product, due to the possibility of employing abundant and relatively inexpensive catalysts.[1] Metallic catalysts containing Sn and Bi in its composition have been largely explored for its high selectivity towards formic acid on CO_2ER. However, the low stability and the need of high overpotentials is an important issue to be addressed. Herein, we synthesized SnBi bimetallic catalyst supported on carbon Vulcan through solvothermal method[2] and compared its performance to pure Sn and Bi. These materials were characterized by XRD, XPS, Raman and SEM. From the SEM images (Figure A) we observed that the synthesis yields particles in the range of hundreds of nanometers, with high content of oxygen, as seen through EDS and confirmed at XPS, which indicates the presence of metal oxides. The XRD diffraction patterns (Figure B) show the presence of both metallic and oxides phases of Sn and Bi, with no peaks assignable to the intermetallic phases. The oxides phases were identified with Raman (Figure C) in which both SnO_2 and SnO were present among with Bi_2O_3. The formate Faradaic Efficiency (FE) was evaluated with potentiostatic experiments for 1-hour electrolysis from -0.2 to -1.0 V *vs.* RHE. From Figure D the potential dependency for the FE for formate is clear, in which formate is detected from -0.5 V for Sn and Bi catalysts, and -0.6 V for the bimetallic catalyst. The increase of the applied potential leads to an increase in FE, up to -0.9 V vs. RHE, in which the highest FE of 97%, 65% and 71% was obtained for Bi, Sn and SnBi, respectively. The formate partial current densities balance the contribution of the activity and the selectivity, which considers the FE and absolute currents of the electrolysis experiments. From Figure E we observed that the bimetallic catalyst and Sn catalysis gives the higher partial current densities towards the formate, up to -0.12 mA cm^{-2}. Comparing to the control catalysts, the bimetallic one has similar selectivity towards formate than the Sn catalyst. As next steps, the stability of these materials will be evaluated for long-term electrolysis in a flow cell containing a gas diffusion electrode.

Agradecimento: Authors gratefully acknowledge financial support from FAPESP (São Paulo Research Foundation); M. R. P. (2019/08244-2), G.F.C. (19/18847-6), R. N. (2016/ 01817-9 and 2021/08868-6). M. W. and R. N acknowledge Shell - CINE (Center for Innovation on New Energies; Division 1: Dense Energy Carriers (2017/11986-5). R. N. (405235/2018-6 and 402481/ 2021-6) acknowledges CNPq (Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico). I. M. acknowledges CAPES - (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) grant number 88887.339501/2019-00.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Dara S. Santos, Caio V. S. Almeida, Katlin I. B. Eguiluz, Giancarlo R. S. Banda

Nome dos Apresentadores: Dara S. Santos, Caio V. S. Almeida, Katlin I. B. Eguiluz, Giancarlo R. S. Banda, Dara Silva Santos

Instituição de Ensino: Universidade Tiradentes

NANOPARTÍCULAS DE PTX@PDY/C COM ALTO DESEMPENHO CATALÍTICO FRENTE A ELETRO-OXIDAÇÃO DE METANOL

Resumo: Apesar das células a combustível de metanol direto possuírem elevada eficiência teórica, cerca de 97%, um dos entraves encontrados nesses dispositivos é a necessidade de desenvolver catalisadores altamente eficientes [1]. Alto poder oxidativo e boa seletividade para a oxidação completa de metanol são os principais fatores que definem a viabilidade de uso desses materiais [2]. Assim, neste estudo desenvolvemos catalisadores do tipo casca-núcleo de $Pt_x@Pd_y/C$, com diferentes proporções molares de Pt:Pd (0,8:0,2; 0,7:0,3; e 0,6:0,4), a fim de investigar a influência das diferentes proporções no desempenho catalítico dos catalisadores durante a oxidação de metanol. A presença dos metais na composição do catalisador, bem como concordâncias entre as razões atômicas nominais e as medidas, foram confirmadas nas análises de energia dispersiva de raios X. Análises de difratometria de raios X evidenciaram modificações compressivas na estrutura cristalina da Pt decorrentes da incorporação do Pd, tornando-se mais evidentes com o aumento na quantidade de átomos de Pd na composição. Partículas homogeneamente dispersas no suporte de carbono e com diâmetros médios de 3,2 nm foram observadas por microscopia eletrônica de transmissão. Os catalisadores $Pt_{0,7}@Pd_{0,3}/C$ e $Pt_{0,6}@Pd_{0,4}/C$ apresentaram os melhores desempenhos catalíticos para a oxidação de metanol quando analisados por voltametria cíclica e curvas de polarização potenciodinâmicas. Estes catalisadores apresentaram atividades específicas cerca de 1,65 e 1,36 vezes maiores que as observadas na Pt/C. Além das maiores atividades específicas, os catalisadores $Pt_{0,7}@Pd_{0,3}/C$ e $Pt_{0,6}@Pd_{0,4}/C$ iniciaram a oxidação de metanol nos menores potenciais (0.55 V e 0.57 *vs.* RHE), enquanto que o catalisador Pt/C iniciou em 0.63 V. Análises de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier *in situ* eletroquímica identificaram ácido fórmico e CO_2 como os principais produtos da reação sobre as superfícies dos catalisadores investigados. Todos os catalisadores de $Pt_x@Pd_y/C$ iniciaram a produção do CO_2 em potenciais cerca de 500 mV menores que a Pt/C, alcançando as maiores gerações deste produto final. Nossos resultados indicam que as modificações causadas nas estruturas eletrônica e cristalina da Pt pelas interações interatômicas e pelo uso de maiores quantidades de Pd (30% e 40%) aprimoram as propriedades catalíticas das nanopartículas casca-núcleo tornando suas superfícies mais ativas para oxidação completa de metanol.

Agradecimento: CNPq (Proc. 305287/2022-2 e 307866/2022-0), Capes (Cód. 001) e FAPITEC/SE.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gabriel Costa, Manuel Winkler, Thiago Mariano, Maria Pinto, Igor Messias, João Batista, Nirala Singh, Raphael Nagao

Nome dos Apresentadores: Gabriel Costa, Manuel Winkler, Thiago Mariano, Maria Pinto, Igor Messias, João Batista, Nirala Singh, Raphael Nagao, Gabriel Costa

Instituição de Ensino: Institute of Chemistry, University of Campinas, Campinas, SP, Brazil, Department of Chemical Engineering, University of Michigan, Ann Arbor, MI, U.S.A., Brazilian Nanotechnology National Laboratory, Campinas, SP, Brazil, Center for Innovation on New Energies, University of Campinas, Campinas, SP, Brazil

IDENTIFYING THE ACTIVE SITE OF CU/Cu_2O FOR ELECTROCATALYTIC NITRATE REDUCTION REACTION

Resumo: Nitrate ions are one of the main nitrogenous pollutants, which are accumulated by successive oxidation of ammonia from agricultural activities, and present in wastewater of textile, explosive, and pharmaceutical industries.[1] The electrochemical nitrate reduction reaction (NO_3RR) is a promising alternative for wastewater remediation and nitrate's conversion to ammonia. Copper based catalysts are studied for NO_3RR due to their favorable interaction with nitrate ions, attributed to the similar energy levels between highly occupied d-orbitals of Cu and the lowest unoccupied π^* orbital of NO_3^-.[2] Among copper-based catalysts for NO_3RR, materials based on Cu_2O stands out due to their high selectivity towards ammonia formation. However, the role of these oxides in NO_3RR is still under debate, where 3 possible active sites are postulated: Cu_2O-metal interfaces, oxygen vacancies generated by Cu_2O reduction, and metallic Cu.[2] Herein, we conduct a systematic study of the kinetic behavior of Cu/Cu_2O catalysts for NO_3RR. Combining *in-situ* Raman and Fourier-transform infrared (FTIR) spectroscopies, we correlate the activity to NH_3 with the previous reduction of Cu_2O. We detect the reduction of Cu_2O at -0.6 V *vs.* SHE (Figure 1b) followed by the formation of hydroxylamine at -0.7 V *vs.* SHE a key intermediate for the production NH_3 from NO_3RR (Figure 1c). We also evaluate the nitrate rate orders of different degrees of reduced Cu_2O surfaces (Figure 1d) and concluded that oxygen vacancies are the active site for NH_3 formation at lower overpotentials (from -0.6 to -1.0 V *vs.* SHE), whereas at higher overpotentials copper itself is highly active for NO_3RR to ammonia. We found that there is a dependence of the applied potential with the active site that boosts ammonia formation at Cu_2O-based catalysts. Thus, we were able to give important clues towards the design of Cu_2O-based catalysts for NO_3RR.

Agradecimento: FAPESP, grant numbers 2022/01799-1 and 2019/18847-6.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Stephanie S. Aristides, Caio V. S. Almeida, Katlin I. B. Eguiluz, Giancarlo R. Salazar-Banda

Nome dos Apresentadores: Stephanie S. Aristides, Caio V. S. Almeida, Katlin I. B. Eguiluz, Giancarlo R. Salazar-Banda, Stephanie S. Aristides

Instituição de Ensino: Universidade Tiradentes

ELEVADA ATIVIDADE CATALÍTICA DE NANOPARTÍCULAS DE PD@NIFE/C PARA A ELETRO-OXIDAÇÃO DE GLICEROL EM MEIO ALCALINO

Resumo: Na última década, surgiram estudos sobre a oxidação do glicerol para uso em células à combustível [1,2]. Contudo, esta reação é complexa devido aos diversos caminhos reacionais envolvidos [3], os que dificultam o aproveitamento da energia do glicerol, pois os catalisadores têm dificuldade em clivar as ligações C-C do álcool [4]. Portanto, um desafio importante para o avanço das células a combustível de glicerol é o desenvolvimento de catalisadores estáveis, altamente ativos e de baixo custo. Neste estudo, sintetizamos nanopartículas casca-núcleo de Pd_x@ Ni_yFe_z/C com diferentes razões mássicas (x:y:z = 25:37,5:37,5; 50:25:25; e 75:12,5:12,5) para investigar a influência da morfologia e das razões de Ni e Fe na sua atividade catalítica na oxidação de glicerol. Os catalisadores foram preparados por redução química utilizando borohidreto de sódio e ácido ascórbico. Análises de difração de raios X e espectroscopia de energia dispersiva de raios X confirmaram a presença de Pd metálico em todos os catalisadores. No catalisador Pd_{25}@$Ni_{37,5}Fe_{37,5}$/C, foram identificadas espécies $Ni(OH)_2$ e Fe_2O_3 como Ni^{2+} e Fe^{3+} em estados oxidados. Nos catalisadores Pd_{50}@$Ni_{25}Fe_{25}$/C e Pd_{75}@$Ni_{12,5}Fe_{12,5}$/C, essas espécies não foram identificadas, sugerindo a presença de Ni e Fe como solução sólida ou óxidos amorfos. Medidas de microscopia eletrônica de transmissão revelaram partículas esféricas e bem dispersas no suporte de carbono. Análises eletroquímicas indicaram que o catalisador Pd_{75}@$Ni_{12,5}Fe_{12,5}$/C apresenta a maior atividade frente a oxidação do glicerol, com atividades específica e mássica aproximadamente de 1,28 e 1,74 vezes maiores do que o catalisador de Pd/C. Este catalisador exibiu também maiores atividades específicas do que catalisadores relatados na literatura (FeCo@Fe@Pd/C [5], Pd_1Ni_1/C [6] e PdFe/C [7]), validando suas propriedades catalíticas superiores. Além disso, o catalisador Pd_{75}@$Ni_{12,5}Fe_{12,5}$/C apresentou o menor potencial de início de oxidação de glicerol (80 mV menor que no Pd/C). As análises de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier *in situ* indicaram que a morfologia casca-núcleo dos catalisadores Pd@NiFe/C favorece a produção de formato e CO_2 em suas superfícies, devido a efeitos eletrônicos e geométricos. Nossos resultados demostram que nanopartículas casca-núcleo de Pd com a adição seletiva de Ni e Fe são eletrocatalisadores ativos para completa oxidação de glicerol, proporcionando maior atividade catalítica e menor custo que o Pd/C.

Agradecimento: CNPq (Proc. 305438/2018-2 e 311856/2019-5), Capes (Cód. 001) e FAPITEC/SE.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Caio Machado Fernandes1*, Aila O. Santos2, Vanessa S. Antonin1, João Paulo C. Moura1, Odivaldo C. Alves2, Júlio César M. Silva2, Mauro C. Santos1*

Nome dos Apresentadores: Caio Machado Fernandes1*, Aila O. Santos2, Vanessa S. Antonin1, João Paulo C. Moura1, Odivaldo C. Alves2, Júlio César M. Silva2, Mauro C. Santos1*, Caio Machado Fernandes

Instituição de Ensino: 1 Centro de Ciências Naturais e Humanas, Universidade Federal do ABC - Santo André, SP - Brasil, 2 Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense - Niterói, RJ - Brasil

MAGNETIC FIELD-ENHANCED ORR FOR ELECTROCHEMICAL H_2O_2 PRODUCTION WITH CERIUM OXIDE NANOPARTICLES

Resumo: Nowadays, the production of hydrogen peroxide (H_2O_2) utilizes methods that requires a large amount of energy and is not friendly to the environment. Also, there is a well-known problem regarding the high risk of storing and transporting processes of this particular chemical. One method that in recent times has become very attractive for the production of H_2O_2 is the oxygen reduction reaction (ORR). The reaction via two-electron also offers a sustainable advantage against the traditional and complex anthraquinone route. The biggest challenge for research groups is to find catalysts that have high electrocatalytic efficiency, are selective, durable, and stable, so that it is possible to scale up to flow cells with an optimized procedure. Materials such as Ni, Fe, Co, and Ce nanoparticles are widely studied for this purpose [1]. Attempts to improve H_2O_2 electrogeneration are constantly made with structural and compositional variations directly in the electrocatalysts. Nevertheless, despite extensive endeavors in defect engineering, phase transition, and doping, the advancement of electrocatalytic reactions has reached a constriction, primarily reliant on catalyst design and modification. A novel, advanced, and promising strategy, known as magnetic field-enhanced electrocatalysis, has recently emerged as an advanced approach to enhance electrochemical reactions. Experimental evidence has demonstrated the positive influence of magnetic effects, whether direct or indirect, on a wide range of electrochemical reactions. The effects observed in ORR reactions are the so-called magnetohydrodynamic, caused by the Lorentz force and the effect of the Kelvin force (F_K). The presence of F_K has a significant impact on electrochemical reactions, as it expedites the mass transfer of magnetic substances, leading to an amplified reaction rate in close proximity to the electrode [2]. With that in mind, cerium oxide nanoparticles with different morphologies (nanosheets, nanocubes, and nanoparticles - all presents ferromagnetism at room temperature) supported on carbon Vulcan XC72 were evaluated as electrocatalysts for two-electrons ORR. The magnetic moment of CeO_2 enhances the kinetics and efficiency of electron transfer reactions when subjected to a continuous magnetic field. This groundbreaking research introduces a potential innovation in traditional electrocatalysis, demonstrating that the application of an external magnetic field on metal oxides can yield significant benefits.

Agradecimento: CNPq, FAPESP (2017/10118-0 & 2022/10484-4) e CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Alan M P Sakita, Edson A Ticianelli

Nome dos Apresentadores: Alan M P Sakita, Edson A Ticianelli, Alan M P Sakita

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, Avenida Trabalhador Sancarlense, 400, 13566-590 São Carlos, São Paulo, Brazil

THE ROLE OF MICROENVIRONMENT ON THE ELECTROCATALYTIC ACTIVITY OF FE-N-C FOR CONVERSION OF CO2 TO SYNGAS

Resumo: The electrochemical conversion of CO_2 into value-added products, such as hydrocarbons or synthetic fuels, has garnered significant scientific interest. In this context, the exploration of novel electrocatalysts for CO_2 reduction plays a pivotal role in advancing such sustainable energy technology. Single-atom catalysts have demonstrated immense potential for efficiently reducing CO_2 to syngas, benefiting from both their high density of active sites and their intrinsic catalytic activity. This study focuses on investigating the influence of various parameters on the microenvironment of Fe-N-C catalysts during the CO_2 reduction reaction (CO2RR), in a membrane electrode assembly (MEA) electrolysis cell. Specifically, the impact of temperature, pressure, and catalyst surface modification with ionic liquid (IL) BMIM-PF_6 is evaluated. These variables allow for precise control of the local concentration of H^+ and CO_2 on the Fe-N-C catalysts, which are the main species governing the extent of CO production. Interestingly, contrary to the typical behavior observed for Ag and Ni-N-C catalysts, increasing the pressure up to 2.5 bar leads to a decrease in Faradaic Efficiency for CO production (FE_{CO}). Additionally, even slight increases in the current density (from 10 to 20 mA cm^{-2}) result in a four-fold enhancement in H2 production. On the contrary, an increase in the cell temperature remarkably enhances the FE_{CO}, which is considered atypical for many CO2RR catalysts. This observation suggests that additional thermal energy is required to facilitate the adsorption and desorption processes of CO_2 and CO, respectively. Furthermore, the incorporation of Fe-N-C with BMIM-PF_6, results in additional improvement in FE_{CO} as the back-pressure is increased up to 2.5 bar. This behavior suggests that BMIM-PF_6 serves not only as a co-catalyst but also functions as a CO_2 concentrator layer. In summary, results denote that the presence of ionic liquids (ILs) and the control of temperature are important factors for controlling the faradaic efficiency of CO_2 to CO conversion.

Agradecimento: We would like to acknowledge the following Brazilian research funding agencies for the financial support: grant, #2019/22183-6 and #2021/14163-5 São Paulo Research Foundation (FAPESP).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Isabela Disigant, Juliana de Almeida,Gabriela M. Prévide, Christiane de Arruda Rodrigues

Nome dos Apresentadores: Isabela Disigant, Juliana de Almeida,Gabriela M. Prévide, Christiane de Arruda Rodrigues, Isabela Disigant

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Paulo

TiO_2 NANOTUBES ELECTROCHEMICALLY MODIFIED WITH CU-MOF (BDC)

Resumo: The development of hybrid materials that combine specific characteristics is required to solve environmental problems, such as carbon dioxide emissions. From this context, CO_2 reduction is a promising alternative that involves semiconductors able to CO_2 conversion into value-added compounds. Among these materials, copper may produce C_2 compounds, while TiO_2 is an excellent oxidant agent to produce methyl radicals [1,2]. While, metal-organic frameworks (MOF) are three-dimensional porous structures with a high surface area, high gas storage capacity, and affinity with some molecules[1]. Then, for the CO_2 conversion efficiency improvement, the synthesis of a hybrid material using TiO_2 nanotubes modified with Cu-MOF appears as an alternative. Therefore, this work was to synthesize MOFs nanoparticles by electrochemical process from copper nanoparticles as a precursor anchored previously on the TiO_2 nanotube walls. Then, TiO_2 nanotubes (NT/TiO_2) were obtained by an anodic synthesis using an electrochemical cell containing 0,2 mol.L^{-1} HF aqueous solution, followed by heat treatment at 450 °C. Subsequently, the copper nanoparticles were deposited applying -0.85 V *vs.* Ag/AgCl and 0.01 mol.L^{-1} $CuSO_4$ + 0.5 mol.L^{-1} lactic acid, pH 11, as support electrolyte. According to electron microscope images and X-ray diffraction showed a homogeneous deposition of metallic copper with cubic morphology along TiO_2 nanotubes walls. Then, these copper nanoparticles were used for Cu-MOF synthesis by potenciostatic method applying a potential of 0.2 V vs. Ag/AgCl and employing 0.005mol.L^{-1} 2-aminobenzenedicarboxylic acid (1,4-H_2BDC-NH_2) in dimethylformamide, 0.05 mol.L^{-1} glacial acetic acid, 0,01 mol.L^{-1} HNO_3, and 3% (v/v) H_2O electrolyte. The MOF nanoparticles were synthesized with success, which observed the principal peak at $2\theta = 13.5^{\circ}$ for Cu-MOF (BDC) in X-ray diffraction analysis. In addition, the Cu-MOF (BDC) showed octahedral nanoparticles morphology, following the same previous distribution of precursors. Photoelectrochemical characterization carried out to Nt/TiO_2@Cu-MOF was performed using linear voltammetry (0.1 M Na_2SO_4), and stability studies were conducted in a phosphate buffer solution, pH 7.0, demonstrating the cathodic behavior of the electrodes and high stability under light, respectively. Also, the aqueous stability of this electrode was evaluated and X ray diffraction demonstrated the same profile before and after immersion in water for 24h. Finally, this electrode when employed as a photocatalyst in the CO2 conversion experiments improved threefold the methanol yields in 30 min when compared with Nt/TiO_2 modified only copper nanoparticles.

Agradecimento: INCT-DATREM (Proc. CNPq 465571/2014-0), São Paulo Research Foundation (Proc. FAPESP 2014/50945-4), Coordination for the Improvement of Higher Education Personnel (Proc. CAPES 88887136426/2017/00)".

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gabriel Paiva, Vladimir Lavayen, Jacqueline Arguello, Manoelly Oliveira Rocha, Chádia Schissler

Nome dos Apresentadores: Gabriel Paiva, Vladimir Lavayen, Jacqueline Arguello, Manoelly Oliveira Rocha, Chádia Schissler, Chádia Schissler

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Sul

TINTAS CONDUTIVAS A BASE DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA PARA APLICAÇÕES ELETROQUÍMICAS

Resumo: O crescente interesse na área dos nanomateriais e a produção em alta escala causa preocupação quanto a sua forma de produção e sua liberação no meio-ambiente, graças a isto a produção verde de nanopartículas há de tornar-se uma tendência pois assegura processos mais "limpos" em sua produção e um descarte mais fácil. Neste trabalho, seguindo esta mesma tendência, a produção de nanopartículas de prata é baseada na implementação de um extrato a base de jabuticaba (*Plinia cauliflora)* como um agente redutor de prata graças aos seus flavonoides e outros compostos orgânicos causando uma formação de nanopartículas em temperatura ambiente com crescimento brando, crescimento este que posteriormente foi caracterizado através de espectroscopia de UV-Visível para determinar o seu progresso conforme a passagem do tempo. O tamanho médio das nanopartículas foi estimado em 50 nm através de medidas de espectroscopia de UV-visível pelo método de deconvolução e Palik. Além disso foi determinado um espectro de emissão através do uso de um fluorímetro para evidenciar a propriedade fluorescente das nanopartículas. Com as nanopartículas caracterizadas e um método de síntese estabelecido, o projeto dirige-se para a produção de uma tinta condutiva homogênea de fácil aplicação e com alta condutividade com aplicações variadas, desde circuitos eletrônicos a eletrodos. Algumas variáveis experimentais serão posteriormente optimizadas para sua aplicação em diferentes tipos de substratos (papel, vidro, PET) com o intuito de trazer versatilidade ao uso da tinta.

Agradecimento: Os autores agradecem ao CNPQ, CAPES, INCTbio.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Carleane Patrícia da S. Reis, Aldo Matthaeus Cutrim Gomes, Daiana Silva Galvão, Arthur da Silva Zimermann, Pedro Daoud B Santos, Luiza de Oliveira Salim José, Ana Clara Lemos Caetano, Rafael Bento Serpa, Muriel de Pauli, Françoise Tolledo Reis, Everton Fabian Jasinsk, Maria Luisa Sartorelli

Nome dos Apresentadores: Carleane Patrícia da S. Reis, Aldo Matthaeus Cutrim Gomes, Daiana Silva Galvão, Arthur da Silva Zimermann, Pedro Daoud B Santos, Luiza de Oliveira Salim José, Ana Clara Lemos Caetano, Rafael Bento Serpa, Muriel de Pauli, Françoise Tolledo Reis, Everton Fabian Jasinsk, Maria Luisa Sartorelli , Carleane Patrícia da S. Reis, Maria Luisa Sartorelli

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Duke University. Carolina do Norte/EUA

APLICAÇÃO DO MÉTODO DE ANÁLISE DIFERENCIAL PARA COMPREENSÃO DOS ESPECTROS DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA EM INTERFACES NÃO-ESTACIONÁRIAS

Resumo: A grande diversidade de tamanhos e mobilidades dos portadores de carga iônica e eletrônica, combinada com os altos campos elétricos observados nas interfaces eletrodo/eletrólito, proporciona uma ampla gama de propriedades a serem exploradas em dispositivos tecnológicos, desde (bio)sensores e dispositivos de armazenamento de energia até catalisadores. Do ponto de vista de uma carga em trânsito submetida a um campo elétrico, todos os processos reduzem-se a duas possibilidades: (i) a carga é acumulada na interface ou (ii) é transferida, o que pode ser traduzido como capacitância ou resistência, podendo ser quantificado facilmente por meio de medidas de impedância. No entanto, a extração dos parâmetros relacionados requer a interpretação da resposta impedimétrica da interface por meio de modelos de circuitos elétricos equivalentes (CEEs). O tamanho finito das interfaces, bem como as capacitâncias parasitas da célula eletrolítica e as heterogeneidades inevitáveis dos sistemas reais, pode produzir uma distribuição de tempos característicos, levando a valores de capacitância dependentes da frequência [1]. A dispersão de frequência compromete a compreensão dos fenômenos relacionados e sua exploração em dispositivos tecnológicos. A análise diferencial da impedância no domínio da frequência (método gpe) permite a extração de valores de capacitância de sistemas eletroquímicos, sem dispersão de frequência e sem aplicação de modelos pré-determinados na análise de dados [2]. Partindo da descrição matemática de um elemento de fase constante (CPE) e sua conexão com a capacitância de um sistema distribuído, são definidas funções generalizadas de ordem fracionária: Alpha, Kappa e Omega. Essas funções permitem acompanhar a evolução em tempo real de sistemas eletroquímicos reativos, ao contrário do método de análise tradicional, que se restringe a interfaces estacionárias. A capacitância da interface resulta do produto das funções generalizadas. Neste contexto, neste trabalho discutiremos o significado físico dessas funções a partir da análise gpe da dependência do potencial aplicado em corrente contínua dos espectros de impedância obtidos em interfaces clássicas, como n-Si(100)/eletrólito e Au/eletrólito.

Agradecimento: CNPq, INEO, FAPESC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Júlio César M. da Silva,1* Caio M. Fernandes,1 Eduardo M. Rodrigues,1 Evelyn C. S. Santos,2 Flávio Garcia,3 Odivaldo C. Alves,1 Yutao Xing.4

Nome dos Apresentadores: Júlio César M. da Silva,1* Caio M. Fernandes,1 Eduardo M. Rodrigues,1 Evelyn C. S. Santos,2 Flávio Garcia,3 Odivaldo C. Alves,1 Yutao Xing.4 , Júlio César M. da Silva

Instituição de Ensino: 1- Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense, Niterói, RJ, Brasil. 2 - Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 3 - Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Urca, 22290-180, Rio de Janeiro, RJ, Brasil 4 - Laboratório de Microscopia Eletrônica de Alta Resolução, Centro Avançado de Caracterização da Indústria do Petróleo, Universidade Federal Fluminense, Niterói, RJ, Brasil.

REAÇÃO DE ELETRO-OXIDAÇÃO DE AMÔNIA SOBRE ELETROCATALISADORES BASEADOS EM NAOPARTÍCULAS DE PLATINA É ÓXIDO DE FERRO MAGNÉTICO VIA MAGNETOELETROCATALISE

Resumo: A reação de eletro-oxidação de amônia (REAm) tem atraído atenção pois a amônia é uma substância tóxica que acarreta uma série de problemas ao meio ambiente [1]. A eletrólise da amônia requer 95% menos energia do que a eletrólise da água para produção de H_2, um importante vetor energético do século 21 [1]. Contudo, nesse processo eletrocatalisadores são essenciais. Embora a platina seja o metal com maior atividade eletrocatalítica frente a REAm, ela sofre com envenenamento por N_{ads}, fato que limita a ração. Uma das maneiras de tornar o processo mais eficiente é a combinação da Pt com um segundo material, como ex. o $PtSnO_2$, [1]. Uma outra estratégia para acelerar a velocidade da REAm é o aumento da temperatura do processo. Contudo, o gasto energético para aquecer todo o leito catalítico limita essa abordagem. Nesse sentido, promover o aumento de temperatura somente nos sítios catalíticos, onde a reação de fato ocorre, é extremamente relevante para aumentar a cinética do processo sem um grande gasto de energia. Isso pode ser feito pela técnica hipertermia magnética, que com a utilização de nanopartículas magnéticas como magnetita (Fe_3O_4) e maghemita (γ-Fe_2O_3), por exemplo, calor é gerado pela ação de campo magnético alternado (CMA) [3]. Assim, neste trabalho, foram sintetizados eletrocatalisadores binários de platina de nanopartículas magnéticas (NPM) de óxido de ferro, que podem ambas a fases, Fe_3O_4 e γ-Fe_2O_3, (Pt-MNP), para aplicação na REAm sob a ação de CMA, processo nomeado como MagnetoEletroCatalise. Para isso, as nanopartículas foram suportadas em um eletrodo de tecido de carbono, os eletrodos de referência e auxiliar foram o Hg|HgO e uma placa de Pt, respectivamente. Experimentos de cronoamperometria (CA) e voltametria cíclica (CV) foram realizados em solução de amônia 0,5 mol L^{-1} em NaOH mol L^{-1} sob a ação de CMA com amplitude variando de 14,9 mT a 133,5 mt e frequência de 224,7 kHz. Foi observado nos experimentos de CA (em 0,55V por 60 min.) que sob a ação CMA a corrente aumenta abruptamente, obtendo valores de aumento de corrente de 2 a 51% com CMA mais baixo ao mais alto. Nos experimentos de CV, além do aumento da densidade de corrente de pico da REAm sob a ação do CMA, o potencial de início de oxidação foi deslocado para melhores valores de sobrepotencial. Os melhores resultados obtidos na presença de CMA estão relacionados a geração de calor pontualmente nas MNP, o qual é transferido para os sítios de Pt, impulsionando assim a REAm.

Agradecimento: Agradecimentos FAPERJ (E-26/211.371/2019, E-26/201.435/2021, E-26/211.389/2021, E- 26/210.793/2021), CBPF, CNPq, CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Jeyse da Silva 1, Gabriel Wosiak 1, Regiane Cristina de Oliveira1, Wojciech Stępniowski 2, Ernesto Pereira 1*

Nome dos Apresentadores: Jeyse da Silva 1, Gabriel Wosiak 1, Regiane Cristina de Oliveira1, Wojciech Stępniowski 2, Ernesto Pereira 1*, Regiane Cristina de Oliveira

Instituição de Ensino: 1 Departamento de Química - Universidade Federal de São Carlos, Rod. Washington Luís, s/n - Monjolinho, São Carlos, São Paulo, 2 Chemistry Department - Military University of Technology, Warsaw , Poland

ANODIZAÇÃO ELETROQUÍMICA DO COBRE: ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DE FORMAÇÃO USANDO UMA ABORDAGEM EXPERIMENTAL E COMPUTACIONAL

Resumo: A síntese de materiais nanoestruturados em um suporte metálico foram recentemente estudadas para serem muito vantajosas na eletrocatalise de conversão de energia. Esses nanomateriais possuem um alto valor de área específica, grande carga de massa com menos mascaramento do site catalítico, excelente estabilidade e uma alta condutividade (1,2). Este trabalho investigou a anodização do cobre para formação de camadas de CuO e $Cu(OH)_2$, utilizando um planejamento fatorial 2^3. Os fatores estudados foram concentração de NaOH (1 e 2 M), potencial aplicado (100 e 150 mV) e número de ciclos do eletrólito (solução nova ou reutilizada por 6 ciclos de anodização).Curvas cronoamperométricas mostraram que, em experimentos com NaOH 1 M, as curvas estabilizaram-se em valores próximos a 50 mA. Por outro lado, em soluções de NaOH 2 M, as curvas estabilizaram-se em torno de 100 mA. Segundo a literatura, essa diferença na corrente pode ser devida a variação na proporção CuO/$Cu(OH)_2$, favorecendo a formação de $Cu(OH)_2$ em meios com maior concentração de íons OH^-. Dados de Microscopia eletrônica de varredura revelou a formação de nanoagulhas organizadas, com diferentes tamanhos para cada condição experimental. Em NaOH 2 M, eletrólito novo e 150 mV, as agulhas apresentaram 0,26 µm de largura e 8,36 µm de comprimento. Já em NaOH 2 M, eletrólito reutilizado por 6 ciclos e 100 mV, as agulhas apresentaram 0,32 µm de largura e 1,90 µm de comprimento. Utilizando o método de elementos finitos (COMSOL Multiphysics), foram realizados experimentos computacionais para estimar a espessura da camada de óxido/hidróxido de cobre. Os cálculos demonstraram forte dependência da camada com o pH interfacial, permitindo estimar a variação média da espessura do depósito ao longo do processo. Para um experimento simulado com 100 mV e NaOH 1 M, observou-se variação de aproximadamente 85 nm na espessura do depósito. Em síntese, este estudo explorou a anodização do cobre para formação de camadas de CuO e $Cu(OH)_2$, analisando diferentes fatores experimentais. Os resultados revelaram diferenças na proporção $CuO/Cu(OH)_2$ de acordo com a concentração de NaOH. A microscopia eletrônica de varredura evidenciou a formação de nanoagulhas de cobre com tamanhos distintos. A análise teórica, via elementos finitos, permitiu estimar a espessura da camada formada com base no pH interfacial e propriedades dos materiais.

Agradecimento: The support of this research by FAPESP grant: 2013/07296-2, 2014/50249-8, 2017/11986-5, 2018/24383- 0, 2019/27029-5, Shell, CNPq, and CAPES (Code 001).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Swathi Patchaiammal Raju, Victor Yoiti Yukuhiro, Pablo Sebastián Fernández

Nome dos Apresentadores: Swathi Patchaiammal Raju, Victor Yoiti Yukuhiro, Pablo Sebastián Fernández, Swathi Patchaiammal Raju

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas

EFFECT OF ANIONS ON THE SELECTIVITY OF GLYCEROL ELECTRO-OXIDATION TOWARDS DIHYDROXYACETONE

Resumo: The alarming levels of greenhouse gas emissions compel us to seek cleaner methods of energy production. In this regard, the energy transition relies on green hydrogen as a means to generate carbon-free electricity. Green hydrogen can be produced through electrocatalysis, a process commonly employing water. However, water oxidation is slow and requires high overpotential to drive the reaction. An alternative approach to reduce such high energy requirement involves utilizing biomass-derived molecules, such as glycerol, which is a surplus by-product from biodiesel production. The utilization of glycerol not only facilitates hydrogen production but also enables the production of value-added chemicals, including C3, C2, and C1 products depending on the extent of oxidation. Among these, the production of dihydroxyacetone (DHA) is particularly significant due to its high price compared to other glycerol oxidation products[1]. Achieving selectivity towards DHA necessitates the oxidation of secondary alcohol group. Pt is a most commonly studied electrocatalyst for glycerol oxidation due to its exceptional activity and stability in both alkaline and acidic media. A report by Kwon et. al.[2] has demonstrated the influence of Pt catalysts modified with Bi adatoms on the selectivity towards DHA, where the incorporation of Bi adatoms enhances the selectivity towards secondary carbon oxidation, resulting in increased DHA production. This study focuses on investigating the anionic effects on selectivity of glycerol towards DHA using spherical Pt nanoparticles (NPs), which are polycrystalline in nature. Electrochemical and *in situ* FTIR measurements were performed on both Bi-modified and unmodified Pt NPs in two different acids (H_2SO_4 and $HClO_4$). The results showed that Bi adatoms play a crucial role in promoting DHA formation in $HClO_4$ by blocking the pathway of primary alcohol oxidation at several stages. This is evident from the absence of CO bands in FTIR spectra using Bi-modified Pt NPs. However, in H_2SO_4, the formation of DHA was pronounced on Pt NPs without the aid of Bi adatoms. These findings suggest that the selectivity towards DHA is influenced not only by Bi adatoms but also by the careful choice of anions, which promotes the oxidation of secondary alcohol group.

Agradecimento: CAPES, CINE, Chemistry Institute (IQ-Unicamp) and FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lyniker M. S. Almeida, Lorena A. Goulart, Roger Gonçalves, Ernesto C. Pereira, Lucia H. Mascaro

Nome dos Apresentadores: Lyniker M. S. Almeida, Lorena A. Goulart, Roger Gonçalves, Ernesto C. Pereira, Lucia H. Mascaro, Lyniker M. S. Almeida

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos

ESTUDO DE DIFERENTES SÍNTESES PARA OBTENÇÃO DE ELETRODOS DE NB_2O_5 COM POTENCIAL FOTOELETROCATALÍTICO

Resumo: O pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) tem atraído atenção devido ao seu alto desempenho em aplicações como dispositivos fotocrômicos, fotodetectores ultravioleta, células solares, catalisadores, sensores, aplicações na eletroquímica e separação de água [1]. Embora seja utilizado como fotocatalisador em forma de pó, o Nb_2O_5 ainda é pouco explorado na área de fotoeletrocatálise como fotoanodo para a degradação de compostos orgânicos. Devido ao seu intervalo de banda de cerca de 3,4 eV, o Nb_2O_5 é adequado para reação redox assistida por luz na região UV. Dependendo das condições de síntese, é possível obter diferentes estruturas do Nb_2O_5, sendo possível a conversão de Nb_2O_5 amorfo para a fase ortorrômbica, pseudohexagonal e monoclínica com o aumento da temperatura [2]. Uma das principais características deste material é a sua elevada estabilidade, o que o torna interessante para ser utilizado em estudos fotoeletroquímicos. Tendo em vista tais propriedades, esse trabalho visa à obtenção e caracterização de eletrodos de Nb_2O_5 usando diferentes sínteses e substratos, com a finalidade de avaliar as propriedades fotoeletrocatalíticas deste material por medidas de fotocorrente. Para isto, foram utilizados como substratos placas de titânio e nióbio, e os filmes de Nb_2O_5 foram obtidos por meio do método de Pechini modificado e anodização seguida por calcinação e tratamento catódico. O método de Pechini modificado consistiu na aplicação de camadas de resina de nióbio em substrato de titânio seguido por rampa de aquecimento e calcinação a 500°C. A anodização foi realizada em placa de Nb (99,8%) por meio da aplicação de 40 mA cm^{-2} em solução de H_2SO_4, seguida de calcinação a 600° C e tratamento catódico aplicando potencial de -1.6V por 10 minutos. As caracterizações dos filmes foram realizadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difração de Raios X (DRX), Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS) e Voltametria Linear de Varredura (LSV) em presença e ausência de luz para medidas de fotocorrente em pH ácido. Houve um aumento na fotocorrente dos eletrodos obtidos por anodização e após o tratamento catódico, comparados aos eletrodos obtidos pelo método de Pechini, com ambos apresentando alto grau de estabilidade em meio ácido. As propriedades fotoeletrocatalíticas foram diretamente influenciadas pelos substratos estudados e pelos métodos de síntese dos filmes de Nb_2O_5.

Agradecimento: CNPq, FAPESP, CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Pietra T. Rabello, Ailton. J. Moreira, Sirlon F. Blaskievicz, Gleison N. Marques, Lucia H. Mascaro, Ernesto C. Pereira

Nome dos Apresentadores: Pietra T. Rabello, Ailton. J. Moreira, Sirlon F. Blaskievicz, Gleison N. Marques, Lucia H. Mascaro, Ernesto C. Pereira , Pietra Terruggi Rabello

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos, Universidade Federal de São Carlos, Universidade Federal de São Carlos, Universidade Federal de São Carlos, Universidade Federal de São Carlos, Universidade Federal de São Carlos

ELECTROCHEMICAL PROPERTIES OF WURTZITE 3D ZNO OBTAINED BY MICROWAVE-ASSISTED HYDROTHERMAL METHOD

Resumo: Hexagonal wurtzite 3D ZnO was produced in this work. The bandgap energy (Egap) calculated by the TAUC equation was Egap=3.2 eV. The flat band potential (Efb) was obtained through Mott-Schottky analysis and showed a positive slope observed in different frequencies reinforcing the n-type nature of the samples. Through the linear range extrapolation, the determined Efb was +0.25 vs RHE. The Efb usually is close around ~0.1 V the edge of the conduction band for n-type semiconductors, so combining the Egap and Efb parameters, we were able to estimate the EVB = 3.48. The band energy of both samples is quite close to each other, further having enough energy to oxidize water or reduce dissolved oxygen, generating reactive oxygen species (ROS), which are useful in photocatalytic oxidation assays. Efficient formation of hydroxyl radicals can be achieved when the flow of electrons between the VB and CB occurs continuously, which requires that the photoexcited electrons promoted to the CB be discharged in the form of reduction reactions. The charge flow can be more evident on the PEIS measurement, Nyquist curves obtained decreased considerably upon illumination in both samples, indicating a huge drop in the charge transfer resistance, especially for one of the samples that showed a decrease from 384.6 kΩ cm2 to 1.72 kΩ cm2. The improved charge transfer under light was also evidenced by the photocurrent measurements. From low overpotentials (c. a. 0.3 V vs RHE) anodic currents start to appear upon illumination. The value of the photocurrent keeps increasing as an effect of applied bias improving the separation of photogenerated charges but is noteworthy the photocurrent of sample Zn9 that was more than 110 µA cm-2 at 1.4 V vs RHE. This value could be even higher since the films obtained by the conditions used are quite thin, and thicker layers could improve the photoresponse. Nevertheless, it is a good indicator of the material performance under mild conditions, as long as neutral pH was used, and a lamp with simulated natural radiation (solar radiation), instead of just UV radiation. As conclusion, the use of nanomaterials for photocatalytic degradation reactions of organic pollutants or as anodic reaction in electrochemical reactor is promising.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Leandro Vitor da Silva, Maiara Oliveira Salles, Daniel Grasseschi

Nome dos Apresentadores: Leandro Vitor da Silva, Maiara Oliveira Salles, Daniel Grasseschi, Leandro Vitor da Silva

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio de Janeiro

NOVA PERSPECTIVA DA ELETRODEPOSIÇÃO DE PB, CD E ZN EM ELETRODO MODIFICADO COM FILME DE BISMUTO: UMA ABORDAGEM TEÓRICA-EXPERIMENTAL

Resumo: A química analítica vem buscando aprimorar técnicas já existentes tornando-as mais sensíveis e robustas. A compreensão da interação molecular/atômica no meio de análise é um empecilho para o aprimoramento destas técnicas, principalmente para determinação de componentes traços. No presente trabalho investigou-se a técnica de Voltametria de Redissolução Anódica (ASV), avaliando como fenômenos na superfície do eletrodo e as interações de Zn, Cd e Pb com o eletrodo modificado com filme de Bi (BiFE) influenciam na eletrodeposição destes analitos. Avaliou-se também como isto reflete na sensibilidade, nos limites da técnica e outros critérios de desempenho analítico. Foram adotadas duas abordagens, uma teórica - estudando a interação dos analitos com o plano (111) da estrutura cristalina do Bi com cálculos baseados na teoria do funcional de densidade (DFT), e uma experimental - com planejamento de experimentos para investigação e otimização da metodologia de preparo do BiFE e da técnica analítica ASV com varredura de onda quadrada para detecção simultânea dos analitos. Os cálculos com DFT indicaram uma fraca interação dos analitos com defeitos no filme, apontando que uma maior uniformidade da superfície beneficia a eletrodeposição dos analitos. Além disso, a força de interação com a superfície do BiFE induz distintas formas de deposição: i) uma fraca interação X-Bi promove a formação de partículas do tipo X-X (Zn e Cd); ii) uma forte interação com Bi promove a deposição mais uniforme sobre o filme (Pb). Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura confirmaram as hipóteses levantadas pelo estudo teórico. Os ensaios experimentais indicam que analitos com fraca interação X-Bi têm seu sinal analítico influenciado principalmente pelas condições de deposição, sendo necessário favorecer sua nucleação e crescimento de suas partículas. Parâmetros como tempo e potencial de deposição, acidez local e concentração de outros analitos podem acarretar a supressão de sinal e/ou mudança de potencial de oxidação. A correlação dos dados teóricos e experimentais sugerem que uma deposição mais regular na superfície do filme promove uma varredura mais uniforme na etapa de redissolução, e para detecção simultânea dos analitos utilizar a área de pico como sinal analítico, apresenta melhores resultados do que a altura de pico, proporcionando menores valores de limite de detecção: Zn - 0,388, Cd - 0,245 e Pb - 0,062 (nM).

Agradecimento: FAPERJ, CNPq, CAPES, Instituto Serrapilheira.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Oswaldo Costa Junior, Fausto Eduardo Bimbi Junior, Willyam Róger Padilha Barros, Marcos Roberto de Vasconcelos Lanza

Nome dos Apresentadores: Oswaldo Costa Junior, Fausto Eduardo Bimbi Junior, Willyam Róger Padilha Barros, Marcos Roberto de Vasconcelos Lanza, Oswaldo Costa Junior

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos (IQSC) da Universidade de São Paulo (USP), IQSC - USP, Faculdade de Ciências Exatas e Tecnologia (FACET) da Universidade Federal da Grande Dourados (UFGD), IQSC - USP

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES ELETROCATALÍTICAS DO CARBONO PRINTEX L6 MODIFICADO COM NANOPARTÍCULAS DO TIPO $Fe_{3-x}V_xO_4$ PARA APLICAÇÃO NO PROCESSO DE REAÇÃO DE REDUÇÃO DO OXIGÊNIO

Resumo: A utilização do peróxido de hidrogênio (H_2O_2) em processos oxidativos avançados (POA) visando a remoção de compostos orgânicos persistentes em recursos hídricos vem sendo um processo de tratamento de efluentes amplamente estudado. Tendo em vista os problemas de instabilidade do H_2O_2 com relação ao seu transporte e armazenamento, torna-se interessante a utilização de processos que promovem a eletrogeração dessa espécie *in situ* por meio da reação de redução do oxigênio (RRO). Matrizes carbonosas, tais quais o carbono Printex L6 (CPL6), apresentam elevada seletividade e eficiência para realização da RRO pela via de dois elétrons, devido aos grupos funcionais oxigenados presentes em suas estruturas, atuando assim como sítios ativos facilitadores para a reação em questão [1]. Desta forma neste trabalho avaliou-se os efeitos eletrocatalíticos provocados pela dopagem do CPL6 com nanoparticulas (NPs) do tipo $Fe_{3-x}V_xO_4$ (V^{5+} $0 \leq x \leq 0,15$) visando a eletrogeração *in situ* do H_2O_2. Os nanomateriais foram caracterizados por análise de difração e raio-X (XRD), espectroscopia Raman e espectroscopia de energia dispersiva (EDS). Avaliou-se as propriedades eletroquímicas por meio das técnicas de voltametria cíclica e voltametria linear utilizando um reator de três eletrodos, sendo o eletrodo de referência de Ag |AgCl, contra-eletrodo de platina e como eletrodo de trabalho o RRDE revestido com 8,32 µL da microcamada dos materiais contendo as proporções de 1, 2 e 3% de NPs em relação a massa de CPL6. O eletrólito suporte utilizado foi K_2SO_4 0,1 mol L^{-1} (pH 9,0) saturado com $O_{2(g)}$ à temperatura de 25° C. Por meio da VC observou-se que cada composição apresentou um perfil de deslocamento diferente dos picos de redução característicos do CPL6 (-0,3 e -0,5 V), demonstrando assim diferentes interações entre as NPs com os grupos presentes no CPL6. Por meio da VL a 900 rpm utilizando o RRDE observou-se que a NP $Fe_{2,9}V_{0,1}O_4$ na proporção de tinta de 2% (m/m) em relação ao CPL6 apresentou os melhores resultados eletrocatalíticos para RRO quando avaliou-se ao número de elétrons (2,2) e seletividade para H_2O_2 (91,1%), enquanto o CPL6 puro obteve valores de 2,2 e 87,7%. Dessa forma, verifica-se que a utilização de NPs do tipo $Fe_{3-x}V_xO_4$ (V^{5+} $0 \leq x \leq 0,15$) demonstram ser promissoras no que diz respeito à RRO visando a eletrogeração *in situ* de H_2O_2, visto que o processo apresenta uma tendência de mecanismo via 2 elétrons para todas as composições estudadas.

Agradecimento: Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), pelo processo de número 2022/14068-5.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Robson Roella Garcia, Maria de Lourdes Soprani Vasconcellos, Marcela Miranda Barcelos, Josimar Ribeiro

Nome dos Apresentadores: Robson Roella Garcia, Maria de Lourdes Soprani Vasconcellos, Marcela Miranda Barcelos, Josimar Ribeiro, Robson Roella Garcia, Josimar Ribeiro

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Espírito Santo

DESENVOLVIMENTO DE ELETROCATALISADORES À BASE DE SNO_2, CUO E COO PARA A REDUÇÃO ELETROQUÍMICA DE CO_2

Resumo: A redução de CO_2 via eletroquímica empregando eletrocatalisadores metálicos, tais como, Cu, Ag, Au, Zn, Ni, Sn, Co pode ser uma alternativa para contornar os problemas gerados pelas altas taxas de emissão do CO_2, impulsionadas pelo desenvolvimento da sociedade pós-revolução industrial. Por meio desta técnica é possível transformar o CO_2 em um combustível menos poluente [1]. Assim, dentre esses materiais estudados, o Cu, Sn e Co apresentam melhores resultados para catalisar a reação de redução de CO_2 em produtos tais como: CH_2O_2, CO, CH_4, C_2H_4, C_2H_3OH, C_3H_7OH [2,3]. Neste trabalho, foi realizada a síntese dos óxidos de Cu, Sn e Co pelo método de precipitação de íons, por ser uma via de baixo custo. Para realizar essa síntese foram preparadas as soluções dos respectivos metais na concentração de 0,1 mol L^{-1}. Em seguida, foi adicionado lentamente uma solução de NaOH (1,0 mol L^{-1}) para precipitar os metais na forma de hidróxido. Assim, esse precipitado foi filtrado, lavado, seco e subsequentemente tratado termicamente a 400 °C, formando os óxidos. Para caracterizar as estruturas cristalinas obtidas foi realizada a difração de raios X e, foi observado a formação do sulfato óxido de cobre(II), $Cu_2O(SO_4)$, com sistema cristalino monoclínico (C2/m), conforme o PDF 01-078-0612. Outro óxido identificado foi o Co_3O_4 que apresentou um sistema cristalino cúbico com face centrada em espinélio normal, conforme PDF 01-078-1970. Por fim, foi obtido o SnO_2 com sistema cristalino tetragonal ($P4_2/mnm$) característico de uma estrutura cristalina do tipo rutilo, conforme PDF 01-077-0450. Posteriormente, os materiais foram caracterizados por meio da voltametria cíclica. O $Cu_2O(SO_4)$ apresentou os picos anódicos em −0,2 V, 0,05 V, 0,14 V e picos catódicos em −0,3 V e −0,7 V frente ao eletrodo de referência $Ag/AgCl_{sat}$ 3,0 mol L^{-1}. Os demais materiais apresentaram apenas perfil capacitivo variando a corrente entre −0,6 mA cm^{-2} e 0,2 mA cm^{-2} para SnO_2, −0,4 mA cm^{-2} e 1,3 mA cm^{-2} para Co_3O_4. Ao empregar a voltametria linear de varredura, os materiais de Co e Cu apresentaram uma corrente maior em meio saturado de N_2, do que na solução saturada com CO_2. Estes resultados indicam que houve competição na reação de desprendimento de H_2, possivelmente a redução de CO_2. Contudo, o SnO_2 apresentou um resultado contrário ao descrito, possivelmente isso pode estar associado a alguma reação oriunda da presença de N_2. Enfim, este estudo mostra a potencialidade dos eletrocatalisadores de baixo custo para a redução de CO_2.

Agradecimento: Os autores agradecem aos órgãos de fomento FAPES, CAPES e CNPq pelo apoio financeiro, e também ao LabPetro pelo apoio técnico.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Raquel A. C. Lima, Leandro A. Pocrifka, Raimundo R. Passos

Nome dos Apresentadores: Raquel A. C. Lima, Leandro A. Pocrifka, Raimundo R. Passos, Raimundo R Passos

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Amazonas

CENTRAL COMPOSITE DESIGN AS A TOOL TO INVESTIGATE THE ELECTROCATALYTIC ACTIVITY OF THERMALLY-TREATED NITROGEN-DOPED GRAPHENE FOR THE OXYGEN REDUCTION REACTION

Resumo: For the oxygen reduction reaction (ORR), nitrogen-doped graphene (N-graphene) electrocatalysts were studied using a thermal treatment procedure. The impact of thermal treatment temperature (ranging from 660 ˚C to 940 ˚C) and mass ratio of graphene to urea precursors (ranging from 1:3 to 1:17) on the electron transfer number (n) of the ORR in an alkaline medium was assessed using a central composite experimental design (CCD). The two factors did not interact, and only temperature had a positive and statistically significant effect on the n value. The optimal doping temperature for any mass ratio was found to be 940 ˚C. At this temperature, the N-graphene exhibited an n value of 4, an onset potential (Eonset) of 0.798 V vs RHE, a half-wave potential (E1/2) of 0.689 V vs RHE, a kinetic current density of -4.01 mA mg-1, and a Tafel slope (α) of 75.53 mV dec-1. XPS results suggested that the improved electrocatalytic activity of N-graphene at higher doping temperatures could be attributed to the presence of pyrrolic N moieties rather than the overall doped N content, as confirmed by elemental analysis. This investigation marks a significant advancement in the use of multivariate experimentation for exploring metal-free electrocatalysts for fuel cell cathodes.

Agradecimento: The authors would like to thank the Brazilian research funding institution FAPEAM for their support (Grant # 062.01163/2019-PAMEQ/2019), to the Laboratório Temático de Microscopia Óptica e Eletrônica (LTMOE/INPA) for the SEM images, and we are very grateful to the Laboratório Multiusuário de Análise de Superfícies (LAMAS/UFRGS) for XPS analysis. This study also was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Finance Code 001, and Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Deyse Melo Santos, André Gündel

Nome dos Apresentadores: Deyse Melo Santos, André Gündel, Deyse Melo Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Pampa- UNIPAMPA (Campus Bagé), Universidade Federal do Pampa- UNIPAMPA (Campus Bagé)

ENSAIOS ELETROQUÍMICOS EM FILMES FINOS DE COBALTO SOBRE SUBSTRATOS DE OURO

Resumo: As propriedades de filmes finos metálicos sintetizados por eletrodeposição dependem da composição da solução eletrolítica e dos parâmetros operacionais, como espessura, estrutura cristalina e orientação do substrato (parâmetros físicos) e concentração de eletrólitos, pH, temperatura, densidade de corrente e potencial de deposição (parâmetros químicos). O controle desses parâmetros de deposição permite o ajuste e otimização de propriedades estruturais, mecânicas e magnéticas dos materiais depositados [1,2,3,4,5]. O objetivo principal deste trabalho foi eletrodepositar filmes finos de cobalto sobre dois substratos diferentes: CDtrodo e Au/mica, focando no estudo dos mecanismos de deposição através da variação da velocidade de varredura dos voltamogramas cíclicos (CVs). A metodologia baseou-se na obtenção das soluções eletrolíticas e, posteriormente, a preparação e caracterização dos substratos para sua utilização nos ensaios eletroquímicos. Foi utilizado uma solução aquosa composta por 1 mM de H_2SO_4, 10 mM de K_2SO_4, 0,1 mM de KCl e 1 mM de $CoSO_4$ (pH ~ 4), utilizando reagentes P.A. e água ultrapura [6]. Para identificação dos potenciais de dissolução e deposição (óxido/redução) do metal utilizou-se a técnica de CV, antes da etapa de deposição. Os CVs foram obtidos para diferentes taxas de varredura (10, 20, 30, 50, 75, 100, 150 e 200 mV/s). Os resultados das análises dos voltamogramas cíclicos da solução para os substratos CDtrodo e Au/mica apresentaram um aumento da área de deposição e dissolução dos filmes de cobalto, com o aumento da taxa de varredura. O resultado está de acordo com a literatura, pois com aumento da velocidade de varredura, há uma separação dos picos de oxidação e redução, sendo explicado pela equação de Randles-Sevcik, que correlaciona a relação linear entre as correntes de pico anódica e catódica e a raiz quadrada da velocidade de varredura ($\nu^{1/2}$). Os coeficientes lineares dos dois gráficos são próximos de zero e linearidades satisfatórias (R > 0,97), para os dois substratos. Portanto, esses resultados mostram que, a área de deposição e dissolução dos filmes de Co é afetada diretamente em relação ao substrato utilizado, sendo possível observar um deslocamento para potenciais mais positivos para o substrato Au/mica em relação ao substrato CDtrodo. A variação das correntes de pico anódico e catódico em função da raiz quadrada da velocidade de varredura, indica uma transferência de massa controlada por difusão para ambos os substratos.

Agradecimento: À CAPES pelo apoio, financiamento e concessão de bolsa e a UNIPAMPA.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thayná Pereira de Araújo, Hebe de las Mercedes Villullas

Nome dos Apresentadores: Thayná Pereira de Araújo, Thayná Pereira de Araújo, Hebe de las Mercedes Villullas

Instituição de Ensino: Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" - Instituto de Química

PD NANOPARTICLES ON HYBRID CARBON-OXIDE SUPPORTS FOR THE ETHANOL OXIDATION REACTION

Resumo: Among other properties such as shape, size, and structure, different supports might have significant effects on the activity of metal nanoparticles. In this work, the effects of supports containing oxides on the activity of Pd nanoparticles for the ethanol oxidation reaction (EOR) in alkaline medium were investigated. Pd nanoparticles were synthesized in a colloidal state using a liquid two-phase system[1] modified with addition of oleic acid and oleylamine as protecting agents[2]. Fractions of the same colloidal suspension were supported on hybrid C-MOx (MOx = CeO_2, TiO_2, MoO_3, and WO_3) supports. This approach ensured that the properties of the metal particles were the same on each support, with the only difference between the catalysts being the identity of the oxide. All hybrid C-MOx supports were prepared with the same amount of oxide (20 wt.%) while the Pd load was 20 wt.% in all materials. For comparison purposes, a Pd/C catalyst was also prepared. The catalysts were used in the form of ultrathin layers, which were obtained by depositing a catalyst suspension on a glassy carbon disk electrode. The electrochemical behavior was characterized by cyclic voltammetry in both acid (H_2SO_4 0.5 M) and alkaline (KOH 0.1 M) solutions. Cyclic voltammetry experiments in acid solution were also done varying the high potential limit to determine the potential at which a PdO layer was completed and, thus, allowing calculation of the electrochemically active area (EEA) of Pd. The EOR was studied in argon-saturated 0.5 M ethanol in 0.1 M KOH and results indicate that C-MOx hybrid supports have some effects on the performance of Pd nanoparticles. Variations in EOR activity associated to changes in the supports can be due to metal-support interactions, that would alter the electronic properties of the metal and affect the strength of adsorption on the Pd surface[2], or to substantial differences in the formation of oxygenated species on the oxide surface that could facilitate the oxidation of reaction intermediates (bifunctional effect)[3].

Agradecimento: T.P.A. thanks the fellowship granted by Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES). We also acknowledge financial support of Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), (405793/2022-7).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Pablo Colofatti Soto, Gabrielle Sarto, João Vitor Martins, Maiara Manhães Slonski, Thiago Nogueira Marques Cervantes, Lucio César de Almeida.

Nome dos Apresentadores: Pablo Colofatti Soto, Gabrielle Sarto, João Vitor Martins, Maiara Manhães Slonski, Thiago Nogueira Marques Cervantes, Lucio César de Almeida., Pablo Colofatti Soto

Instituição de Ensino: Laboratório de Eletroquímica Ambiental (LabEA), Universidade Estadual de Londrina (UEL), Rod Celso Garcia Cid -PR445 Km 380, 86057-970

AVALIAÇÃO DA POTENCIALIDADE DE NANOTUBOS DE TIO_2 AUTODOPADOS COMO PLATAFORMA DE SENSORES IMPEDIMÉTRICOS

Resumo: Os corantes sintéticos são resistentes à degradação aeróbia e, sob condições anaeróbias, formam compostos mutagênicos e carcinogênicos. Descartados inadequadamente em corpos d`água, diminuem a penetração da luz solar, levando a morte da vida aquática. Dentre esses, o Azul de Metileno (AM) é um corante que altera o pH da água e apresenta elevada toxicidade para esse meio [1]. Por possuir propriedades físico-químicas conhecidas, configura-se como uma molécula modelo no estudo de plataformas sensoriais. Os eletrodos de nanotubos de TiO_2 (TNTs) podem ser empregados para esses fins por apresentarem alta estabilidade química, baixo custo, boa eficiência catalítica e elevada área superficial. No entanto, na ausência de luz, apresentam baixa condutividade devido à elevada recombinação do par elétron/lacuna, de modo que, para a sua utilização como sensor, há necessidade de modificá-los. Com isto, destaca-se o processo de autodopagem, como a polarização catódica, onde ocorre a substituição de alguns sítios Ti^{4+} por Ti^{3+} na estrutura dos TNTs, agora denominados como eletrodos autodopados de nanotubos de dióxido de titânio (SD-TNTs). A autodopagem não provoca nenhuma alteração morfológica, mas, incrementa a condutividade e potencializa a utilização dos SD-TNTs como plataformas sensoriais de poluentes emergentes [2]. Para avaliar a potencialidade dos SD-TNTs como sensores impedimétricos, esses foram obtidos a partir da anodização de placas de Ti a 30 V por 24 h, em solução eletrolítica de NH_4F (0,25% m/m), H_2O (10% v/v) e glicerol. Após a lavagem, foram calcinados a 450 ^oC por 1 h [3]. Além disso, foram realizados ensaios de Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIE) em soluções de Na_2SO_4 0,10 mol L^{-1} em uma célula eletroquímica de 30 mL, em pH 3,0 e 6,0, variando os potenciais catódicos aplicados. Também, foi realizado um planejamento fatorial 2^2, variando pH e potencial, em soluções de Na_2SO_4 0,10 mol L^{-1} e AM 1,0 mg L^{-1}, a fim de se estabelecer as condições iniciais para a construção de uma curva analítica baseada na menor resistência de transferência de carga (R_{CT}). Por fim, obteve-se as EIE em soluções de Na_2SO_4 0,10 mol L^{-1} em diversas concentrações de AM (0,1 mg L^{-1} a 2,0 mg L^{-1}). Considerando as condições otimizadas, construiu-se uma curva com linearidade (R^2 = 0,8973) e as melhores respostas de R_{CT} foram obtidas, em decorrência do ponto de carga zero do SD-TNTs e do pKa do AM, próximas ao potencial de dopagem (-1,5 V) e em pH próximo ao neutro (6,0).

Agradecimento: Os autores agradecem ao Laboratório de Espectroscopia (ESPEC-UEL), Laboratório de Análises por Raio-X, CNPq, CAPES, Fundação araucária pelas análises, bolsas de estudos concedidas e pelo financiamento do projeto.

ISBN 978-85-8167-307-3

Eletroquímica Fundamental, Eletrossíntese e Eletroquímica Orgânica

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Jeyse da Silva a, Camila de Menezes Kisukuri a,b, Pablo S. Carneiro a, Iva S. de Jesus a, Dyovani Coelho a, Ernesto Pereira *a, Siegfried R. Waldvogel *b, and Márcio W. Paixão *a

Nome dos Apresentadores: Jeyse da Silva a, Camila de Menezes Kisukuri a,b, Pablo S. Carneiro a, Iva S. de Jesus a, Dyovani Coelho a, Ernesto Pereira *a, Siegfried R. Waldvogel *b, and Márcio W. Paixão *a , Jeyse da Silva

Instituição de Ensino: a Laboratory for Sustainable Organic Synthesis and Catalysis - Chemistry Department - Federal University of São Carlos - UFSCar, São Carlos, São Paulo, 13565-905, Brazil. b Department of Chemistry, Johannes Gutenberg University Mainz, 55128 Mainz, Germany.

BIS-TRIFLUOROMETILAÇÃO ELETROQUÍMICA DE ISOCIANIDAS: UMA REAÇÃO DO TIPO DOMINÓ COM A FORMAÇÃO DE TRÊS NOVAS LIGAÇÕES C-C

Resumo: Devido às suas características distintas, como alta lipofilicidade e estabilidade térmica, a síntese de organofluorados é crucial. A introdução de grupos fluorados em compostos orgânicos, por outro lado, tem sido um desafio devido à falta de métodos eficientes e sustentáveis. A síntese eletroquímica de compostos orgânicos complexos é uma abordagem versátil, barata, eficiente e sustentável neste contexto. Apresentamos neste trabalho um método inovador e não reportado na literatura para a síntese eletroquímica de bis(trifluormetil)indóis a partir da funcionalização de isonitrilas, usando o reagente de Langlois. Essa abordagem usa uma reação do tipo dominó que é desencadeada pela formação eletroquímica de um radical CF3 (Reagente de Langlois). Levando a formação três novas ligações C-C pela ciclização da molécula e por sua funcionalização por meio da inserção de dois grupos fluorados em uma única etapa. Ao usar o planejamento de experimentos (DoE), otimizamos o sistema em batelada e em fluxo contínuo. A corrente aplicada, a carga e o número de equivalentes do reagente de Langlois foram otimizados na etapa de batelada. A corrente aplicada e a carga tiveram uma influência significativa no rendimento, enquanto o número de equivalentes do reagente de Langlois não teve nenhum impacto. Após uma otimização do sistema, testamos quinze isonitrilas distintas, das quais onze produziram o produto de bis-trifluorometilação com rendimentos de 12% a 58%. Otimizamos a velocidade de fluxo, a corrente e a carga nos experimentos de fluxo. A velocidade do fluxo e a corrente aplicada foram fatores significativos. As onze isonitrilas testadas em batelada também foram avaliações em fluxo; isso resultou em rendimentos de 15% a 84% do produto esperado. Esse resultado enfatiza uma alta tolerância dessa técnica a vários grupos funcionais, aumentando as vantagens de sua aplicação. A obtenção de bis(trifluormetil)indóis altamente funcionalizados sob condições de eletrossíntese em fluxo levaram a rendimentos otimizados em comparação com as reações em batelada, demonstrando a escalabilidade e sustentabilidade desse método. Por fim, essa técnica de síntese eletroquímica de bis(trifluormetil)indóis usando o método de reação do tipo dominó é um grande avanço na síntese de produtos fluorados. A ciclização da molécula e uma instalação simultânea de dois grupos trifluormetil em uma única etapa são possíveis por meio dessa técnica, que é escalável, sustentável e nunca antes reportada.

Agradecimento: Este trabalho foi apoiado pelo INCT-Catálise/CNPq, projeto nº 444061/2018-5, Projeto Universal 405052/2021-9, MCTI/CNPq/CT-AGRO, projeto nº 406245/2022-3, FAPESP (2019/27029-5, 2018/12986-1 e 2021/06099-5), GSK e Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Vinnícius de Souza Ferreira, Camilo Andrea Angelucci

Nome dos Apresentadores: Vinnícius de Souza Ferreira, Camilo Andrea Angelucci, Vinnicius de Souza Ferreira

Instituição de Ensino: Universidade Federal do ABC

INVESTIGAÇÃO DA ELETRO-OXIDAÇÃO INDIRETA DO CICLOHEXANOL EM ELETRODOS DE CARBONO VÍTREO E PLATINA

Resumo: Este trabalho tem como objetivo investigar a eletrooxidação indireta do ciclohexanol em eletrodos de carbono vítreo e platina, em ambos os meios, aquoso e não aquoso, na presença ou ausência de TEMPO (mediador redox). Para isso, utilizamos um solvente aprótico, como a acetonitrila, que não contém íons H+ disponíveis, para fins de comparação com um solvente prótico, como a água, que pode doar prótons (íons H+) em solução. A técnica eletroanalítica de voltametria cíclica foi empregada para estudar o comportamento eletroquímico das espécies envolvidas em diferentes potenciais. Essa abordagem nos permitiu caracterizar o perfil voltamétrico do mediador redox e sua influência na oxidação do álcool em estudo. O uso da eletroquímica indireta em conjunto com mediadores redox oferece vantagens importantes na exploração do sistema eletroquímico. Dentre essas vantagens, destacam-se a facilitação de reações redox, o aumento do controle e da seletividade dos produtos finais, bem como a ampliação da faixa de potencial, proporcionando maior eficiência nas reações químicas. Assim, essas estratégias valiosas tornam o estudo mais abrangente e promissor, contribuindo significativamente para o avanço do conhecimento nesta área de pesquisa. Os resultados obtidos neste estudo revelam que a presença de prótons e a variação do pH em solução desempenha um papel determinante na ocorrência da reação de oxidação do ciclohexanol mediada pelo TEMPO. Enquanto não foi possível obter um ganho expressivo de corrente nos potenciais do TEMPO em acetonitrila, observou-se o oposto quando a água foi utilizada como solvente em pH básico, evidenciando um aumento significativo na densidade de corrente nos potenciais de oxidação do TEMPO na presença do álcool. Essa diferença evidencia a importância do solvente e do pH na eletrooxidação indireta do ciclohexanol e destaca a influência dos prótons como fator crucial para a eficiência do processo eletroquímico estudado. Portanto, os resultados fornecem uma compreensão mais profunda dos mecanismos envolvidos na reação de oxidação do ciclohexanol e reforçam a relevância da eletroquímica indireta com mediadores redox como uma estratégia promissora na investigação de sistemas eletroquímicos complexos.

Agradecimento: Capes, Fapesp e UFABC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Naiza Vilas-Bôas, Hamilton Varela

Nome dos Apresentadores: Naiza Vilas-Bôas, Hamilton Varela , Naiza Vilas-Bôas

Instituição de Ensino: University of São Paulo - IQSC

THE ELECTRO-OXIDATION OF ETHANOL UNDER OSCILLATORY REGIME ON PLATINUM-TIN ELECTRODES

Resumo: The electrocatalytic oxidation of small organic molecules is of general importance for energy-related issues such as the fuel cells and electrochemical reform. The characteristics that emerge along the catalytic oxidation of small organic molecules critically depend on the coverage and nature of absorbates [1-3]. The common emergence of current and potential oscillations in these reactions is closely related to the reaction mechanism and implies the overall conversion, and thus on the performance of practical devices [4]. In the present work we study the dynamics of electrochemical oxidation of ethanol under oscillatory regime using tin-modified platinum electrode. Experiments were performed in a classical three electrode cell, polycrystalline platinum flags were used as working electrodes (WE), a graphite stick was served as counter electrode, and a reversible hydrogen electrode (RHE) was used as reference electrode. The investigation was focused on the role played by surface-free sites and the presence of a step with a short-lived specie adsorbed at the electrode surface. To reduce the coverage of poisoning species, and thus to increase the main reaction pathway, chronoamperometry in platinum oxide region followed by potential sweeps or the adsorption of ad atoms, like tin, tin-modified platinum electrodes were used to assess the decrease in coverage of poisonous species. The experimental part includes protocols to invest control the effect of surface coverage using chronoamperometry and cyclic voltammetry, as well as studies under oscillatory regime. The results show that the efficiency of ethanol electro-oxidation is preferred powered, on a less poisoned electrode surface, which is obtained through a self-cleaning process driven by the oscillatory electro-oxidation. These results are rationalized in terms of reaction mechanisms on both platinum and platinum-modified systems.

Agradecimento: The authors express their gratitude to the agencies FAPESP (#2019/22183-6, #2020/15230-5), and CNPq (#306060/2017-5, #350422/2023-0).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lauren S. Moreti, Elton Sitta

Nome dos Apresentadores: Lauren S. Moreti, Elton Sitta, Lauren S. Moreti

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos

EFFECT OF PLATINUM AS A COCATALYST FOR GLUCOSE PHOTOELECTROOXIDATION IN BIVO4 SEMICONDUCTORS

Resumo: In the last few decades, the number of research about bismuth vanadate ($BiVO_4$) has highly increased.[1] This is due to the $BiVO_4$ high activity to the water splitting reaction under visible light illumination, yielding both hydrogen and oxygen. While H_2 is a good way of storing energy collected from the sun, the anodic reaction, O_2 production, depicts complex kinetics, besides presenting little advantages to the current method of obtaining O_2. Other molecules can be used in these systems as electron providers, such as organic molecules derived from biomass. Glucose is one of the main biomass derived molecules, presenting several hydroxyl groups that can be oxidized yielding products of commercial interest such as gluconolactone and gluconic acid. Herein, the glucose photoelectrochemical oxidation is studied on modified $BiVO_4$ thin film, including dopants to increase light absorption and charge-carries lifetime as well as the deposition of Pt islands on the $BiVO_4$ surface. The synthesis of $BiVO_4$ was performed through electrodeposition of bismuth and subsequent addition of a vanadate precursor followed the thermal treatment at 500^0C for 2 h. The $BiVO_4$ synthesis were confirmed by Ultraviolet Spectroscopy (UV), Raman Spectroscopy, X-Ray Diffraction (XRD) and Mott-Schottky Analysis. The photoelectrochemical were performed on a three electrodes cell with side-illumination (AM 1.5G, 100 mW cm^{-2}) in Na_2SO_4 (0,5 mol L^{-1}, pH = 6.8) as supporting electrolyte. The results show that the activity in the presence of glucose (0.1 mol L^{-1}) for the electrodes containing Pt was 14% higher in the linear sweep scan and 35% higher in the chronoamperometry measurement than the ones without Pt. The reaction products were analyzed by HPLC indicating changes on reaction pathways. The products identification is in course in our laboratory. Overall, the results show that the synthesis method is effective for producing the vanadate bismuth and that the platinum increases the activity of the glucose oxidation reaction.

Agradecimento: CNPq, CDMF, Capes e Fapesp.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Enrique A. Paredes-Salazar, Hamilton Varela

Nome dos Apresentadores: Enrique A. Paredes-Salazar, Hamilton Varela, Enrique A. Paredes-Salazar

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos - Universidade de São Paulo

UNDERSTANDING THE METHANOL ELECTRO-OXIDATION REACTION THROUGH COMBINED EXPERIMENTAL AND NUMERICAL APPROACHES

Resumo: The methanol electro-oxidation reaction (MEOR) is of significance in an energy landscape due to the applicability of this alcohol in direct methanol fuel cells (DMFC) and its role in transitioning the current energy sector toward a sustainable and clean scenario. Understanding the correlation between microscopic properties, such as reaction mechanism, electrode structure, and electrode composition, and mesoscopic properties, including reaction rate and selectivity, is crucial for designing materials with enhanced electrocatalytic activity at low overpotentials. Here, we present a combined numerical and experimental approach, employing both conventional and oscillatory regimes, to elucidate the reaction mechanism and investigate how changes in individual reaction rates and experimental parameters affect the overall electrochemical behavior. The results demonstrate that a proposed mechanism gains reliability when supported by a microkinetic model capable of simulating the dynamic response, i.e., capturing the evolution of variables over time.[1] We emphasize the utilization of oscillatory dynamics as a powerful tool to obtain detailed and comprehensive information on the electrochemical system[2] since oscillations usually outperform conventional techniques such as chronoamperometry and cyclic voltammetry due to their heightened sensitivity to the electrochemical environment. In this regard, we show the importance of carefully controlling experimental parameters in this type of study to improve the accuracy, reproducibility, and comparability of data, thereby advancing our understanding of electrochemical systems as a whole. Importantly, the approaches shown in this work can be extrapolated to other electrocatalytic reactions, enabling a complementary relationship between laboratory experiments and computational simulations.

Agradecimento: The authors acknowledges CNPq for financial support (#140644/2020-2) and CAPES (Finance Code 001).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Andrey S Barbosa, Juliano C. Cardoso, Nicole B. Patrício, Ana Laura G. Biancolli, Elisabete I. Santiago

Nome dos Apresentadores: Andrey S Barbosa, Juliano C. Cardoso, Nicole B. Patrício, Ana Laura G. Biancolli, Elisabete I. Santiago, Elisabete I. Santiago

Instituição de Ensino: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/CNEN

OXIDAÇÃO DIRETA DE METANO A METANOL EM UM REATOR DE FLUXO DO TIPO GDE BASEADO EM MEMBRANA DE TROCA ANIÔNICA

Resumo: Diminuir a emissão de gases poluentes como metano é essencial para minimizar o aquecimento global, a poluição e as mudanças climáticas [1]. Converter metano a produtos químicos de alta receita, como metanol, e que sejam adequados para transporte e distribuição, além de possivelmente menos agressivos ao meio ambiente, é uma forma considerável para controlar sua emissão, criando um sistema integrado de economia circular. Reações eletroquímicas em reatores de fluxo baseados em eletrólito sólido representam uma boa alternativa às clássicas reações eletroquímicas que ocorrem em reatores estacionários de eletrólito líquido [2]. As membranas de troca aniônica (AEMs) se destacam pela cinética acelerada de determinadas reações em meio alcalino, possibilitando a construção de reatores compostos por catalisadores não-nobres, eficientes e de baixo custo [3]. Ao longo dos últimos anos, combustíveis com metanol, etanol, amônia, e principalmente hidrogênio têm sido utilizados para gerar energia utilizando esse tipo de material, por outro lado, essas membranas tem se destacado de forma promissora em reatores eletrolíticos alimentados com água, CO_2 ou metano [4-6]. Neste estudo, um reator eletroquímico de fluxo para oxidação direta de metano a metanol utilizando uma AEM baseada em polietileno de alta densidade (PEAD) como eletrólito sólido polimérico é apresentado. Parâmetros de operação como potencial aplicado (0,7-1,4V), temperatura (40-80 ˚C), fluxo de reagente (50-100 mL min^{-1}), quantidade de catalisador (1-3 mg cm^{-2} de um catalisador CeO_2/ZrO_2 no ânodo) e a quantificação dos produtos por GC-FID foram estudados em um reator de fluxo tipo GDE de 5 cm^2 como base para construção em uma configuração otimizada para 25 cm^2. A 5 cm^2, o reator foi capaz de gerar 73 µmol g^{-1} h^{-1} de metanol com 75% de seletividade entre os produtos líquidos. A ampliação do processo para a configuração de 25 cm^2 foi capaz de gerar 368 µmol g^{-1} h^{-1} de metanol com seletividade de 95%. É a primeira vez que um estudo original e sistemático é realizado nas condições descritas aqui, trazendo resultados sobre condições operacionais essenciais e ampliando as discussões sobre a aplicação de AEMs como eletrólito sólido polimérico em reatores de fluxo para a oxidação direta do metano.

Agradecimento: Center for Innovation on New Energies/Cine, Shell, FAPESP, IPEN/CNEN.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Jéssica Luíza Cappelletti Mendonça, Koiti Araki, Silvia Helena Pires Serrano, Raphael Bacil Prata

Nome dos Apresentadores: Jéssica Luíza Cappelletti Mendonça, Koiti Araki, Silvia Helena Pires Serrano, Raphael Bacil Prata, Jéssica Luíza Cappelletti Mendonça

Instituição de Ensino: Instituto de Química - USP

ELECTROCHEMICAL OXIDATION OF CORTISOL IN ACIDIC MEDIA, AND THE INFLUENCE OF A MIXED MASS INTO MECHANISM ELUCIDATION

Resumo: The cortisol is a steroid hormone synthesized primarily in the zona fasciculata of the adrenal cortex. It belongs to the group of major glucocorticoids. The release of cortisol is regulated by the hypothalamic-pituitary-adrenal axis response. In humans, the HPA axis serves as the central stress response system. This system is characterized by the release of corticotropin-releasing factor (CRF) from the hypothalamus. [1] The binding between CRF and the anterior pituitary gland, triggers the release of adrenocorticotropic hormone, which then binds to receptors on the adrenal cortex, releasing the cortisol, and is considered the stress pathway of the human system. [2] For this reason, it has been extensively studied, in terms of sensor developing. [3] However, as extensively as it has been studied, its electrochemical mechanism remains unknown, thus hindering the sensing developing process. In electrochemical terms, the cortisol presents up to six processes (three electrochemical pairs). However, these processes present a mixed mass transport, which means it presents both diffusional and adsorptive components [4], which hinders the mechanism elucidation process. In addition, the results strongly suggests that the adsorption is a chemical. Thus, the first electrochemical process occurs following the homogeneous step. [5] With all of that said, the first one was identified. It forms a reversible pair, despite being electrochemically irreversible, involving two-protons and two-electrons, with the radical formation as the rate determining step, according to the Tafel analysis. The compilation of the data suggests that it occurs in the outer oxygen in the six-membered ring moiety.

Agradecimento: CAPES, CNPq, FAPESP, Golden Technology.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Sabrine de Araujo Aquino, Géssica Domingos da Silveira, Cláudio Martin Pereira de Pereira, Daiane Dias

Nome dos Apresentadores: Sabrine de Araujo Aquino, Géssica Domingos da Silveira, Cláudio Martin Pereira de Pereira, Daiane Dias, Sabrine de Araujo Aquino

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Rio Grande, Université Paris Sciences & Lettres, Universidade Federal de Pelotas, Universidade Federal de Rio Grande

ELECTROCHEMICAL BEHAVIOR OF PROCAINE IN THE SOLID STATE USING THE VIMP

Resumo: The present work evaluated the electrochemical behavior of procaine (PROC) in the solid state, using voltammetry of immobilized microparticle (VIMP) and comparing it with the process in solution. Cyclic and square wave voltammograms were recorded on a graphite electrode impregnated with paraffin (PIGE) from -1 to 1.6 V, in acetate buffer 0.1 M pH 4.5. The anodic and cathodic scans evaluated the electrochemical profile of PROC using square wave voltammetry (SWV). A sequential scan was also performed (anodic after reduction and cathodic after oxidation). In solid-state cyclic voltammetry (CV), starting at -1.0 V, an irreversible oxidation peak was observed at 1.04 V ($A1_{VC}$) and a reduction peak at -0.11 V ($C1_{CV}$), which in the first scan there is no anodic correspondent peak. However, from the second scan, an oxidation peak appears at -0.07 V ($A2_{CV}$), possibly a redox pair of the $C1_{CV}$ peak, as well as an increase in the intensity of the $C1_{CV}$, which can be attributed to the adsorption on the electrode surface of the PROC oxidation product, which reduces at this potential [1]. In the second cycle, the $A1_{CV}$ peak is not visible anymore, possibly due to the solubilization of PROC particles immobilized in PIGE and the consequent dispersion of these from the electrode/electrolyte interface, as this behavior was not repeated with the analysis in solution. Besides the processes mentioned in the CV, other redox peaks were observed in the SWV voltammograms (frequency of 5 Hz, amplitude of 25 mV, and Estep of 4 mV) in both directions, possibly because this is more sensible. In the solid-state PROC analysis in the anodic scan, only the oxidation peak at 1.02 V (A1) was observed, which can be related to the oxidation of the primary amine linked to the aromatic ring [2, 3]. However, in the anodic scan recorded after reduction, in addition to A1 oxidation, four other processes were recorded at different potentials, arising from the oxidation of the products generated in the direct cathodic scan. Starting the cathodic scan at 0.7 V, the reduction peaks seen in the scan starting at 1.6 V do not appear, as they are related to the oxidation products of procaine in A1 or due to its hydrolysis. Also known, that PROC is unstable due to the existence of an ester group in its structure, being easily hydrolyzed and producing p-aminobenzoic acid (PABA) [4], which can be seen in our results by the presence of the oxidation peak at 0.89 V (A2) in the sequential anode scan.

Agradecimento: FURG, EQA, PPQGTA,CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Victor Yoiti Yukuhiro, Angel Cuesta, Pablo Sebastián Fernández

Nome dos Apresentadores: Victor Yoiti Yukuhiro, Angel Cuesta, Pablo Sebastián Fernández, Victor Yoiti Yukuhiro

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas, Universidade de Aberdeen, Universidade Estadual de Campinas

THE CATIONS EFFECT ON GLYCEROL ELECTRO-OXIDATION REACTION ON PT: INTERMEDIATES ANALYSIS USING ATR-SEIRAS

Resumo: The electro-oxidation of glycerol (EOG) using noble metals such as Pt, Au, and Pd has been an area of intense research in recent decades.[1] Glycerol (GlOH) is a plentiful resource that finds use in electrolyzers, where partial oxidation on the anode yields high-value-added products like glyceraldehyde, glyceric acid, and dihydroxyacetone (DHA) which are widely employed in cosmetics, pharmaceutical, and food industries. Moreover, the cathode produces high-purity hydrogen.[2,3] Therefore, a better understanding of the reaction pathway, specifically an analysis of reaction intermediates on model surfaces such as Pt, can enhance the development and improvement of future technologies. The electro-oxidation of glycerol (EOG) on Pt is a complex process, which is influenced by various factors such as surface orientation,[4-7] surface modification, [5,7-9] and pH.[10] In addition, the effect of cations in the electrolyte has been studied in the electro-oxidation of small organic molecules.[11-15]. The current density was observed to increase with the size of the cation, contrary to the trend of hydration energy of the cation. This phenomenon can be explained by the non- covalent interactions between the hydrated alkali metal and the adsorbed OH_{ad} species on the Pt surface, forming OH_{ad} - $M^+(H_2O)_x$ or $(H_2O)_{x-1}M^+\cdots H_2O\cdots OH_{ad}$ clusters, which are “quasi-specifically adsorbed” on Pt. These clusters can block the surface and hinder the reaction. The higher hydration energy of smaller cations such as Li^+ leads to the formation of more clusters, competing by active sites with reactive species (water or glycerol-related species) and, ultimately, acting as catalysts poisoning. Therefore, a comprehensive understanding of the cation effect on Pt surface can provide useful insights to optimize the EOG process. In this study, we employed Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) using time-resolved Surface-enhanced infrared absorption spectroscopy in the Attenuated Total Reflectance mode (ATR-SEIRAS) to investigate the cation effect on the EOG reaction on Pt.

Agradecimento: IQ-UNICAMP, SHELL, FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Elton Sitta, Cristian Hessel, Lauren Moreti

Nome dos Apresentadores: Elton Sitta, Cristian Hessel, Lauren Moreti, Elton Sitta

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos

METHANOL, ETHYLENE GLYCOL AND GLYCEROL PHOTOELECTROCHEMICAL OXIDATION ON $BiVO_4$ AND $BiVO_4$:MO,ZR/PT THIN FILMS

Resumo: The photoelectrochemical H_2 production from water splitting is a promising alternative to overcome the global energy crisis by the decreasing of the greenhouse gases emission. However, the semiconductors able to perform the water splitting suffer from fast recombination of charge transfers and/or photocorrosion, which can be minimized using dopants, heterojunctions, and sacrificial agents, the last being an interesting alternative to the anodic compartment once it is possible to use reactions with the overpotential lower than those observed for water oxidation. Herein, we have studied distinct small organic molecules (methanol, ethylene glycol, and glycerol) as both proton and electron sources to act on $BiVO_4$/FTO, and $BiVO_4$/FTO modified with Mo, Zr and Pt semiconductors. The synthesis was confirmed by XRD, Raman, UV-vis, SEM and AC-techniques. Electrochemical characterizations were performed on Na_2SO_4 (0.5 mol/L, pH = 6.8) containing the organic molecules in 1.0 mol/L). Linear sweep voltammetry (LSV) and cronoamperometric (CA) served to general and time-evolution analyses of the systems, respectively in the absence and presence of light (AM 1.5G, 100 mW/cm2). Regardless of the semiconductor, it was observed higher oxidations current in the presence of sacrificial agent than in water, and among the organic molecules, the reactivity order was: $j_{Met} < j_{EG} < j_{Gly}$. confirming that these molecules are better hole scavengers than water and the reactivity strong depends on the molecular structure, once all organic molecules consist of -COH groups. Modified $BiVO_4$ films with Zr and Mo depicted higher currents for all the systems, once these species increase the light absorption and decrease the recombination between holes and electrons inside the film. The film´s surface was also modified with small amounts of Pt which caused an increase in glycerol oxidation but hardly changed the water oxidation, for instance. These results can be explained by means of glycerol oxidation electrocatalysis that is effective on PtBi catalysts, acting as a co-catalysis on photochemical system. In conclusion, organic molecules are not meres electron and protons donors at low potential, they can interact with the semiconduction surfaces, their activities being strongly connected to molecular structures.

Agradecimento: CNPq, CAPES and FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gabriella Oliveira Hernandez, Denis Ricardo Martins de Godoi, Vagner Antonio Moralles

Nome dos Apresentadores: Gabriella Oliveira Hernandez, Denis Ricardo Martins de Godoi, Vagner Antonio Moralles, Gabriella Oliveira Hernandez

Instituição de Ensino: UNESP

ELETROQUÍMICA NO ENSINO SUPERIOR: QUAIS AS REFERÊNCIAS? IDENTIFICAÇÃO DOS PRINCIPAIS LIVROS RECOMENDADOS NOS CURSOS DE QUÍMICA DAS UNIVERSIDADES PÚBLICAS DO BRASIL

Resumo: Esta pesquisa tem caráter documental, e utiliza a pesquisa quali-quantitativa para identificar os principais livros utilizados no ensino de eletroquímica nos cursos de química oferecidos nas universidades públicas do Brasil. O Programa Nacional do Livro Didático tem como objetivo avaliar, comprar e destinar os materiais didáticos, abrangendo o ensino infantil, fundamental e médio [1]. No ensino superior, no entanto, não existe um programa que avalie os livros indicados como referências. Desta forma, esse trabalho visa contribuir com a identificação dos livros mais indicados no ensino da eletroquímica. Neste trabalho realizou-se um levantamento, sendo utilizada a base de dados dos cursos e Instituições de Educação Superior do Ministério da Educação, a fim de identificar os cursos de graduação em Química oferecidos nas universidades públicas do Brasil [2]. Como descritor utilizou-se a palavra "química", no campo do curso, sendo selecionada a caixa de "pesquisa exata", e a opção de "sim" para gratuidade do curso. Como critério de inclusão, selecionou-se apenas os cursos oferecidos presencialmente e na situação de "em atividade". No total a busca retornou 222 cursos, oferecidos em 94 universidades públicas do país. Os livros didáticos indicados como bibliografia básica foram listados com base nas disciplinas que envolviam os conceitos de eletroquímica, sendo utilizada como referências as ementas das disciplinas ou os projetos políticos pedagógicos. Foram identificadas as bibliografias de 59,5% dos cursos, que estavam disponíveis *on-line* para consulta. Os dois livros mais indicados são Fundamentos de Físico-Química, de Gilbert Castellan, 1ª edição, e Físico- Química Volume 1, de Ira N. Levine, 6ª edição, sendo listados ambos em 23 cursos. A 8ª e 9ª edição do livro Físico- Química Volume 1, de Peter Atkins e Julio de Paula, e o livro Físico Química Volume 2, de Walter J. Moore, 1ª edição, ocuparam as posições 3, 4 e 5, respectivamente, sendo indicados em 21 cursos. A perspectiva futura é de que o levantamento realizado possibilite a análise dos livros utilizando-se um *checklist*. Este instrumento de análise, que é dividido em sete quadros, viabilizará a identificação dos livros que abrangem majoritariamente os principais conceitos da eletroquímica, podendo ser utilizado para a escolha do livro a ser utilizado.

Agradecimento: Aos grupos de pesquisas LEEN e RIPEQ, e ao programa de pós-graduação do IQ-UNESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Matheus Godoy Bertelli Rodrigues, Camilo Andrea Angelucci

Nome dos Apresentadores: Matheus Godoy Bertelli Rodrigues, Camilo Andrea Angelucci , Matheus Godoy Bertelli Rodrigue

Instituição de Ensino: Universidade Federal do ABC

ELETROQUÍMICA DE COMPLEXOS DE COBRE COM 2,2'-BIPIRIDINA: EXPLORANDO O MECANISMO DE OXIDAÇÃO HOMOGÊNEA DE ÁLCOOIS

Resumo: Neste estudo, investigamos o mecanismo de oxidação homogênea de álcoois utilizando complexos de cobre como catalisadores, TEMPO como co-catalisador e oxigênio como agente oxidante. Utilizamos ferramentas eletroquímicas para monitorar as reações. Nosso foco está na compreensão do papel do ligante 2,2'-bipiridina nos complexos de cobre para o processo de catálise. Exploramos diferentes proporções de complexo/ligante, sendo elas 1:1, 1:2 e 1:3, a fim de analisar sua influência nas reações catalíticas. As reações catalíticas entre os complexos formados foram monitoradas em diferentes estágios utilizando técnicas eletroquímicas, como voltametria cíclica, e técnicas espectroscópicas, como UV-vis. O meio eletroquímico escolhido foi a acetonitrila, um solvente orgânico, e a trietilamina (TEA) foi utilizada como base para a desprotonação dos álcoois. Nossos resultados e discussões serão baseados na oxidação do álcool benzílico, escolhido devido à sua excelente solubilidade nesse sistema e ao seu amplo uso na academia para compreender aspectos fundamentais desse tipo de reação. Através da eletroquímica, foi possível identificar diferentes tipos de complexos formados no meio reacional à medida que adicionamos as espécies de interesse. Cada complexo apresenta um perfil voltamétrico distinto que, em combinação com seu espectro, fornece informações valiosas sobre sua estrutura pré-oxidação e pós-oxidação do álcool. Essas informações também podem ser usadas em metodologias de oxidação indireta e/ou eletrossíntese, desde que se conheçam as condições ideais para a ocorrência da reação. Esperamos que este estudo contribua para a compreensão do mecanismo de oxidação de álcoois utilizando complexos como catalisadores, fornecendo insights valiosos sobre o papel do ligante 2,2'-bipiridina nos complexos de cobre. Além disso, a investigação das reações catalíticas em diferentes proporções de complexo/ligante pode levar ao desenvolvimento de estratégias de catálise mais eficientes e seletivas.

Agradecimento: Agências de fomento: CNPq, FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rafael A. Vicente, Jéssica C. Alvim, SeyedehForough Mirseyed, Rogério Marcon, Christoph F. Deneke, Pablo S. Fernández

Nome dos Apresentadores: Rafael A. Vicente, Jéssica C. Alvim, SeyedehForough Mirseyed, Rogério Marcon, Christoph F. Deneke, Pablo S. Fernández, Rafael A. Vicente

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Campinas

THE POTENTIAL AND VERSATILITY OF USING BENCHTOP IN SITU (PHOTO)ELECTROCHEMICAL X-RAY DIFFRACTION

Resumo: It is well-established that changes in crystalline structure are extremely important when using crystalline (electro)catalysts due to the fact the active sites in a catalysts might not be the ones we observe before introducing it to the reacting system, since the reaction medium can cause the material structure to change. This is especially prone to happen in electrochemistry where the reactions take place at the electrical double layer under the effect of corrosive alkaline/acidic media and intense electric fields [1]. In light of this, tracking (electro)catalysts in situ (or in operando) using X-ray diffraction (XRD) to evaluate such crystalline structure changes is imperative. To perform the in situ measurements we use a conventional benchtop X-ray diffractometer (Shimadzu XRD-6000) available in many institutions to perform the in situ experiments. In addition, we will show how we developed a simple and cheap setup [2]. The developed cell can be manufactured by any handworkers in possess of a lathe. The developed cell allows the usage of several substrate materials (from common carbon substrate to noble metals) and electrolyte in a wide range of concentrations. Also, our setup can also be coupled with photoelectrochemical systems since it allows using a light source (such as a sun simulator) and glassy electrodes commonly used in the fields like Indium/Fluor Tin Oxide (ITO/FTO) electrodes. We will show some cases where we can follow several phenomena involving nanoparticles (NPSs), from more fundamental to energy conversion applied scientific cases. The initial results goal was checking the effectiveness of the setup where we analyzed a known effect like the coalescence of Pt NPs under applied potential. Then, we analyzed the structure change of Ag NPs decorated with Pt/Pd for the electro-oxidation of glycerol. The as prepared particles show a AgCl phase which might contribute to the material activity. However, using our setup we observed that this phase is not stable in working conditions. At last, we are analyzing copper (I) tungstat materials which is active for carbon dioxide reduction. Until now we were able to analyze its structure in situ, but we are performing the analyses to detect its phase change after the carbon dioxide reduction right now, which is known by us to affect the material's activity. We hope that our work can direct the attention of researchers to diffractometers that might be underused or to stimulate the development of similar in situ setups to answer relevant scientific problems, so these machines are not restricted to ex situ XRD analyses. In addition, using benchtop in situ XRD as we show can also be extremely useful for to strengthening a synchrotron proposal for synchrotron XRD, if the resolution/intensity is necessary, as a preliminary result.

Agradecimento: We thank FAPESP (grant 2021/02678-0) and CINE for the financial support. We also thank UNICAMP for the infrastructure (both the chemistry and physics institutes).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gabriely Amancio de Oliveira, Camilo Andrea Angelucci

Nome dos Apresentadores: Gabriely Amancio de Oliveira, Camilo Andrea Angelucci, Gabriely Amancio de Oliveira

Instituição de Ensino: Universidade Federal do ABC

INVESTIGAÇÃO DO COMPORTAMENTO ELETROQUÍMICO DO SOLVENTE ORGÂNICO CYRENE

Resumo: Neste estudo, investigamos a eletro-oxidação e eletro-redução de diversos álcoois, com o objetivo de analisar o comportamento eletroquímico fundamental do solvente orgânico CyreneTM em várias condições eletrocatalíticas. O sistema foi explorado em diferentes proporções estequiométricas para uma análise mais detalhada da influência do solvente nas reações. Utilizamos a técnica eletroanalítica da voltametria cíclica, que permitiu a caracterização do perfil redox das moléculas estudadas em diferentes taxas de varredura (100 mVs e 10 mVs) utilizando eletrodos de carbono vítreo, platina e ouro. O mecanismo redox do Cyrene foi realizado em uma célula eletroquímica convencional de três eletrodos, composta por um eletrodo de trabalho, um contra eletrodo e um eletrodo de referência. Os principais álcoois estudados incluíram glicerol, álcool benzílico e etilenoglicol, juntamente com diferentes bases orgânicas utilizadas para a desprotonação desses álcoois, como NMI (1-metil imidazol), TEA (Trietilamina) e bipiridina. O Dihidrolevoglucosenona (DLG), também conhecido como CyreneTM, é um solvente aprótico dipolar verde obtido a partir de resíduos de celulose. Esse solvente recebeu o Prêmio Europeu de Inovação em Biodegradáveis da Bio-World News. Desenvolvido como uma alternativa ecológica, segura e confiável, o CyreneTM tem se destacado como substituto de solventes derivados do petróleo, como dimetilformamida (DMF) e N-metil-2-pirrolidona (NMP), que estão sujeitos a restrições regulatórias cada vez maiores e são classificados como substâncias de grande preocupação pelo REACH, o regulamento da União Europeia. No atual contexto, em que as questões ambientais são de extrema importância e a necessidade de encontrar processos químicos sustentáveis é urgente, comprovamos, por meio dos resultados voltamétricos obtidos, a eficácia do CyreneTM como um solvente verde, substituto do DMF e NMP em processos eletroquímicos.

Agradecimento: CAPES, FAPESP, UFABC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Eryka Nóbrega, Gabriel Wosiak, Sherlan Lemos, Ernesto Pereira

Nome dos Apresentadores: Eryka Nóbrega, Gabriel Wosiak, Sherlan Lemos, Ernesto Pereira, Eryka Nóbrega

Instituição de Ensino: UFSCar, UFSCar, UFPB, UFSCar

NUMERICAL MODELING OF CO_2 DISSOLUTION IN AQUEOUS ELECTROLYTE SYSTEMS

Resumo: The dissolution of CO_2 in water is important in many branches of science and engineering and has been extensively studied in physical chemistry. Overall efficiency of carbon dioxide reduction is decreased because of the transport of charged and neutral carbon species in the electrolyte, leading to the occurrence of overpotentials. Therefore, an in-depth understanding of electrolyte effects on the electrochemical behavior of CO_2 is crucial for efficient CO_2 reduction into high value-added products. Additionally, to increase reaction efficiency, the low solubility of CO_2 in aqueous electrolytes must be considered. In the literature, there are many experimental papers on this theme. From a different perspective, our approach focuses on the computational simulation of CO_2 chemical processes in aqueous electrolytes to support and understand the experimental results, aiming to increase the CO_2 reduction efficiency. The goal of this contribution is to model CO_2 dissolution in water, incorporating multiphase flow and considering the subsequent reactions leading to the formation of carbonic products in these media. This assumption makes the results pH-dependent, as different carbonic species are in equilibrium at different pH values. A finite element method package, COMSOL Multiphysics, has been used to solve the model equations numerically. The model was implemented to investigate the carbonation process via CO_2 dissolution in water, including the transport of aqueous CO_2 and carbonic products resulting from equilibrium reactions. Here, we explore the temporal evolution of CO_2 dissolution in water using a 2D axisymmetric model and follow the displacement of CO_2 bubbles due to buoyancy as they move through the water, transferring mass, and finally exiting through the upper surface. As water does not flow over the top surface, CO_2 starts to recirculate in the cell, leading to vortex formation. Initially, the aqueous concentration of carbon dioxide closely follows the volumetric fraction of the gas. Then, in the second phase, aqueous carbon dioxide species are transported by convection and diffusion to the remaining portion of the cell solution. The results show the predominance of convective transport when comparing velocity and surfaces for aqueous carbon dioxide concentration.

Agradecimento: CNPQ, CAPES, Shell, CDMF, FAPESP(18/24383-0, 22/05254-0, CINE - 17/11986-5).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Douglas M. de A. Moreira, Silvia H. P. Serrano, Raphael P. Bacil

Nome dos Apresentadores: Douglas M. de A. Moreira, Silvia H. P. Serrano, Raphael P. Bacil, Douglas Marins de Andrade Moreira

Instituição de Ensino: Instituto de Química, Universidade de Sao Paulo, Av. Prof. Lineu Prestes, 748 - Butantã, São Paulo, SP CEP: 05508-000, Brazil

ELECTROCHEMICAL MECHANISM: A PROTOCOL TO ELUCIDATE THE REACTIVITY OF CATECHOL

Resumo: Nowadays, the electrochemical mechanisms came back to the trending topics of science due to a sharp increase in the demand for its application, such as: sensors, catalysts, degradation of pollutants and clean energies. The mechanistic elucidation of organic molecules becomes increasingly essential, since the design of these applications usually depends on a specific reactivity of the analyte/molecule of interest. [1,2] To elucidate an electrochemical mechanism, the thermodynamics and pH dependence of the processes can be study by applying the Pourbaix Diagrams [3], as the kinetics of the system can be study by the comparison of the experimental results with the predictions of the Randles-Sevcik equations [4,5], as well as the Tafel analysis to provide the rate determining step. Whilst the use of working curves to obtain the kinetic constant of the coupled chemical process, and electrochemical simulations to validate the proposed mechanism. [6] Given the potential of using the voltammetric technique to identify mechanisms of organic molecules, and that the catechol mechanism described in the literature deserves a review. This work aims to revisit the electrochemical mechanism of the catechol and its coupled Michael addition reaction, to provide a didactic protocol for undergraduate and graduate students, allowing them to become familiar with the voltammetric technique, electrochemical simulations, and the relevance of electrochemical mechanism.

Agradecimento: Ao Concelho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPQ, e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Caio Eduardo Canin de França, Rodrigo Gomes de Araujo, Joelma Perez

Nome dos Apresentadores: Caio Eduardo Canin de França, Rodrigo Gomes de Araujo, Joelma Perez, Caio Eduardo Canin de França

Instituição de Ensino: Instituto de Química de são Carlos - USP

A REAÇÃO DE REDUÇÃO DE NITROGÊNIO PARA PRODUÇÃO DE AMÔNIA EM CATALISADORES DE PD E PDRH SUPORTADOS EM CARBONO

Resumo: A amônia é um dos produtos mais utilizados no mundo para fins agropecuários como fonte de nitrogênio. O método de Haber-Bosch é o processo mais utilizado para produção de amônia tendo como desvantagem a necessidade de alta pressão e temperaturas elevadas, demandando um alto consumo energético e produzindo gases como CO_2 durante o processo. Nesse aspecto, a eletrossíntese de amônia a partir da redução do gás nitrogênio em temperatura e pressão ambiente surge como uma promissora alternativa ao processo convencional.[1] No entanto, a alta inércia do gás, resultante da elevada energia de ativação necessária para romper a ligação tripla da molécula, constitui o principal obstáculo a ser superado. De acordo com o estudo realizado por Qing et al.[1] os metais Pd e Rh demonstraram ser excelentes opções como catalisadores para a síntese de amônia por meio da reação de redução de nitrogênio (RRN). Wang et. al.[5] utilizando catalisadores de Pt, Pd e Au suportados em carbono para RRN em uma solução tampão de fosfato, demonstraram que as nanoparticulas de Pd apresentaram o melhor rendimento para produção de amônia. Neste trabalho, foram sintetizados nanocatalisadores de Pd e PdRh suportados em carbono Vulcan utilizando o método do poliol modificado.[2] Os eletrodos do tipo difusão a gás foram preparados com 0,25 mg de metal cm^{-2} sobre papel de carbono contendo 30% PTFE. Para avaliar a atividade dos materiais frente a RRN foi utilizada uma configuração de célula do tipo H, cujos compartimentos foram separados por membrana de Nafion 115, utilizando eletrólito de 0,01 mol L^{-1} H_2SO_4, sendo os eletrodos de referência e contra-eletrodo, $Ag|AgCl|KCl_{sat}$ e grafite, respectivamente. Os potenciais de eletrólises foram: -0,2, -0,4, -0,6 e -0,8 V vs. RHE por 1 h. Para avaliar os produtos da RRN, amônia e hidrazina, foi utilizado a técnica de espectrofotometria UV-Vis, empregando os métodos de coloração de azul de indofenol[3] para amônia, e uma reação de condensação com *p*-DAB (*para*-dimetilaminobenzaldeído) para hidrazina.[4] Os resultados obtidos demonstram que o catalisador de PdRh/C apresentou atividade para a RRN, apresentando uma taxa de produção de aproximadamente 6,75 μg h^{-1} mg^{-1}_{PdRh} em -0,2 V, e não foi detecta a produção de hidrazina. Além disso, foi observado que a eficiência faradaica para o processo de formação de NH_3 decai de acordo com o aumento dos potenciais negativos, sugerindo que a reação de desprendimento de hidrogênio é favorecida nesses potenciais.

Agradecimento: Os autores são gratos a CNPq (processo#161144//2021-7), FAPESP (processo#2019/22183-6) pelo apoio financeiro, e ao IQSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thiago Vasconcelos de Barros Ferraz*, Hamilton Varela°

Nome dos Apresentadores: Thiago Vasconcelos de Barros Ferraz*, Hamilton Varela°, Thiago Vasconcelos de Barros Ferraz

Instituição de Ensino: *°São Carlos Institute of Chemistry (IQSC-USP) - Av. Trabalhador São-carlense, 400, CEP: 13566- 590 - São Carlos - SP - Brazil

ENABLING ETHANOL ELECTRO-OXIDATION IN SEAWATER-LIKE ELECTROLYTES THROUGH PH ADJUSTMENT

Resumo: The global temperature increase and alarming climate occurrences led 195 nations to sign the Paris Climate Agreement in 2015, committing to limit global warming to 1.5°C-2°C by 2100. Achieving this goal requires fast decarbonization of key productive sectors by 2050 and subsequent active removal of 10-20 Gt of atmospheric CO_2 annually [1]. Among the existing mitigation alternatives, a promising one involves adapting the rapidly expanding desalination infrastructure worldwide for the parallel electrochemical capture and mineralization of CO_2 into chemically stable $CaCO_3$ and $MgCO_3$ salts - which can be safely stored in the seafloor for hundreds to thousands of years [2]. Many thermodynamic/technic constraints associated with the use of the of hydrogen oxidation (HOR, E° = 0V *vs* RHE) or oxygen evolution reactions (OER, E° = 1.23V *vs* RHE) as half-cell anodic reactions in support systems for such application have been overcome with some success in the field of fuel cells by replacing them with the oxidation of biomass-based low molecular weight aliphatic alcohols - which tend to exhibit comparatively modest thermodynamic oxidation potentials (<0.5V *vs* RHE) [3]. Nonetheless, the Cl^- anions in seawater (~0.56M) are already well-known to cause the poisoning of transition metal-derived electrodes for organic compound oxidation, even in trace amounts at acid and neutral pH conditions [4]. Herein we report on the seawater-like electrolytes alkalization as a way to enhance the feasibility of ethanol oxidation in such naturally chlorine-rich media. Polycrystalline platinum was chosen as model catalyst to be used in a three-electrode cell and an ethanol concentration of 1M was maintained throughout the measurements. The potentiodynamic polarization tests indicated an enhancement in the current densities of the ethanol anodic processes with increasing pH values - consistent with a decrease in the specific adsorption strength of the Cl^- anions on the Pt surface - reaching up to 3mA.cm^{-2} at 0.69V (*vs* RHE) in a solution with a non-depleted chloride level of 0.5M and pH of 14. Furthermore, the aforementioned adjustment of the experimental parameters allowed us to access dynamic instabilities in the form of potential oscillations - which otherwise do not appear in the purely representative environmental near-neutral pH of 8.2 - and that can be, in principle, harnessed to improve the power density delivered by electrochemical devices operating under the proposed conditions.

Agradecimento: The authors would like to express their thankfulness for the financial support provided to this research by the all the funding agencies involved: FAPESP (#2019/22183-6, #2020/15230-5, and #2021/13002-8) and CNPq (#306060/2017-5).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Paula Barione Perroni,1Teko W. Napporn, Hamilton Varela

Nome dos Apresentadores: Paula Barione Perroni,1Teko W. Napporn, Hamilton Varela, Paula Barione Perroni

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos USP,Université de Poitiers IC2MP

ETHANOL ELECTRO-OXIDATION AT STAINLESS STEEL SURFACES

Resumo: Non-noble metals have been extensively used in electrocatalysis due to their affordability and high performance in different reactions. Nickel (Ni) in particular, is widely utilized as a catalyst for oxygen evolution reaction (OER) and ethanol oxidation reaction (EOR), primarily in the NiO_x state. Doping Ni with other elements, such as Fe^{3+}, assists in regulating the electronic structure of NiOOH, which is the most active specie for oxidation reactions.[1] In this study, our aim was to explore the potential of stainless steel (SS) compositions as a catalyst for EOR. We selected the SS310 alloy, which contains ~20% of nickel (with respect to Fe). Considering its high Fe content, this alloy has a potential to serve as a good catalyst for EOR. However, a significant challenge we encountered was the passivation of SS, necessitating a pre-treatment process. To overcome this, we subjected the alloy to a high-current treatment for few minutes, which promoted the conversion of elements to a high valence state. Subsequently, we rapidly immersed it in an acid solution of HCl and HNO_3 to remove the formed oxide layer.[2] Apart from identifying the activity for SS to oxidate 0.5 molar of ethanol, we also observed that the reaction is sensitivity to the cation nature, comparing 1 molar of LiOH, NaOH and KOH. Using KOH as electrolyte achieved the highest activity, while LiOH exhibited the lowest. We attributed this behavior to the intercalation of the cation in the Ni layers and its relationship with the hydrated radii of the cations. Surprisingly, during the oxidation process, electrochemical impedance spectroscopy (EIS) revealed the existence of Hopf bifurcation. This phenomenon manifests as a negative differential resistance (NDR) in the Nyquist plot, indicative of dynamic instabilities within the system. Indeed, potential oscillations were observed across all the electrolytes within 1.45 and 1.57 V_{RHE}, corresponding to the conversion of β-NiFeOOH and γ-NiFeOOH, in a stable pattern. However, Hopf bifurcation emerges from an adsorbate- adsorbate interaction, which was unexpected for this system, and further discussions on the underlying mechanism are ongoing.[3] Overall, this contribution presents a new perspective on the utilization of stainless steel in electrocatalysis as an effective catalyst for the oxidation of organic molecules. Stainless steel demonstrates potential as a relatively inexpensive catalyst with applications in renewable energy systems.

Agradecimento: P.B.P acknowledges Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) for financial support (88887.372103/2019-00 and 88887.463441/2019-00), FAPESP (#2019/22183-6 and #2020/15230-5), Shell Brasil and CNPq (#306060/2017-5).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gabriel Melle, Camilo Andrea Angelucci, Rosa Arán-Ais, Enrique Herrero, Juan Feliu, Vinicius Del Colle

Nome dos Apresentadores: Gabriel Melle, Camilo Andrea Angelucci, Rosa Arán-Ais, Enrique Herrero, Juan Feliu, Vinicius Del Colle, Vinicius Del Colle

Instituição de Ensino: Universidade de Alicante, Universidade Federal do ABC, Universidade Federal de Alagoas

GLYCEROL ELECTRO-OXIDATION REACTION ON RH(100) IN ALKALINE MEDIUM

Resumo: The glycerol electro-oxidation (GEOR) reaction is a versatile process that can be considered as feeding fuel in fuel cell devices, as well as for the selective conversion to high value-added compounds [1]. Due to the numerous parallel processes that occur during the oxidation of glycerol, this reaction has its selectivity profoundly affected by the nature of the catalyst, surface structure of the electrode, medium composition, and in some cases may also present self-organized oscillations [2,3]. In the present work, the study of GEOR was carried out in alkaline medium on Rh(100) electrode, under voltammetric and oscillatory regime (SeeFig. 1(a)) Under linear potential sweep, the CV profile indicates that the Rh(100) is electrocatalytic active toward glycerol electrooxidation characterized by two peaks centered at 0.57 and 0.63 V. However, under the galvanodynamic regime, potential oscillation spontaneously appears between 0.18 and 0.64 V. Once the current is fixed in a central region of the galvanodynamic oscillations, a galvanostatic time series emerges as depicted in Fig. 1 (b). Initially, the potential response leads to oscillations of period 1 which evolves to oscillations with complex periodicity between 0.44 and 0.63 V. Such behavior gives us an indication that there is the presence of different intermediates involved in the GEOR process, which compete for catalytic sites in the same potential region. To evaluate the temporal behavior of the intermediates, infrared spectroscopy (FTIR) experiments are in progress to explain the observed phenomenon.

Agradecimento: FAPEAL, CNPq e Universidade de Alicante.

ISBN 978-85-8167-307-3

Energia, Baterias Supercapacitores e Células a Combustível

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Giovani Luiz Grespan, Nerilso Bocchi

Nome dos Apresentadores: Giovani Luiz Grespan, Nerilso Bocchi, Giovani Luiz Grespan

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos - UFSCar

RECHARGEABLE MOLTEN SALT BATTERIES: THE SYSTEM NA/β”-AL2O3/NAALCL4/AL

Resumo: Sodium metal batteries are widely studied for energy storage systems. The Sodium-Beta Alumina (SBA) solid electrolyte is a promising component of this technology as it is already successfully used in high-temperature batteries, and more recently, Fertig et al. [1] show that it can be a material for low or medium temperature (T) applications. The SBA features high ionic conductivity (IC), negligible electronic conductivity, chemical, thermal and mechanical stability as well as non-toxicity [1]. But one the main problem is the poor wettability of the metallic sodium on the SBA, that increases the resistivity and limits the reactions on the anode interphase [2]. This work presents the development of an electrochemical cell and a furnace for studying a planar solid electrolyte in molten salts at medium temperatures (~250 °C), and the electrochemical processes at the Na/β”- Al_2O_3 interphase. The cathode showed a reduction reaction of $AlCl_3$ to Al in molten $NaAlCl_4$ saturated with NaCl in the charge and the inverse reaction in the discharge [3]. In order to increase the wettability of the molten sodium on the SBA, a porosity layer of carbon black containing additives was applied on the SBA using an airbrush. Linear relations between current density (i) and potential (E) were obtained in galvanostatic and voltammetric measurements for the Na/β”- Al_2O_3 interphase. This possibly occurred due to the high resistivity of SBA. For this system, impedance spectra obtained at open circuit potential (OCP) from 100 to 0.7 kHz showed an inductive answer, followed by two capacitive arcs corresponding to the Na^+ transport in the grain and grain boundary of the SBA. The total resistivity of the system Na/β”-Al_2O_3 was approximately 2 Ω cm. An OCP of 1.6 V vs. Al/$[AlCl_4]^-$ was measured for the system Na/β”-Al_2O_3/$NaAlCl_4$/Al [4]. The overall reaction is $3Na(l) + NaAlCl_4(l) \leftrightarrow Al(s) + 4NaCl(s)$ [3]. From these results a discussion on the mechanism of Na^+ transport at the Na/β”-Al_2O_3 interphase will be presented.

Agradecimento: CNPq (165119/2021-7), CAPES (001),

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Tarso L. Bastos [1], Rogério V. Gelamo [2], Flavio Colmati [1]

Nome dos Apresentadores: Tarso L. Bastos [1], Rogério V. Gelamo [2], Flavio Colmati [1], Tarso L. Bastos

Instituição de Ensino: [1] Universidade Federal de Goiás, [2] Universidade Federal do Triângulo Mineiro

ELECTROCATALYSTS PERFORMANCE ON DIFFERENT CARBON ALLOTROPES SUPPORTING PT3SN TOWARD ETHANOL OXIDATION REACTION

Resumo: The increase in green energy source research highlighted devices such as direct ethanol fuel cell (DEFC) for high efficiency and portable applications. The study of different metal alloys aims enhance the electrochemical activity toward ethanol oxidation and the electrocatalyst lifetime. Nonetheless the majority portion of electrocatalyst consist of metal support, 60 to 80 % m/m. The physical-chemical properties of support material can directly influence in the electrochemical activity. This study compares different carbon allotropes as supports of electrocatalysts, and their effect on ethanol oxidation. Carbon black (C), Carbon spheres (CS)[1], Graphene (G)[2] and Graphite (Gr) were used as Pt_3Sn electrocatalyst support. The electrocatalyst were synthesized by $NaBH_4$ reduction and analyzing the ethanol oxidation (2.0 M) in three electrodes cell at H_2SO_4 (0.5 M) and NaOH (1.0 M) electrolytes by cyclic voltammetry (CV) and chronoamperometry (CA) techniques. The Carbon black is the widely used support. Adopting it as a reference, in acid electrolyte the forward oxidation current of CV decreases 97% (Pt_3Sn/CS), 62% (Pt_3Sn/G) and 78% (Pt_3Sn/Gr). Nonetheless, in CA Pt_3Sn/G exhibited an increase of 48% in the final current compared with Pt_3Sn/C, while Pt_3Sn/CS current decreased 94% and Pt_3Sn/Gr 67%. The physical- chemical properties directly affect the electrochemical activity of electrocatalysts. In alkaline electrolyte, Pt_3Sn/G excels further in the Pt_3Sn/C, with an ethanol oxidation current increase of 60% (CV) and final current 36% higher (CA). The other allotropes decreased 99% (Pt_3Sn/CS) and 54% (Pt_3Sn/Gr) in cyclic voltammetry and exhibited a CA final current 84% (Pt_3Sn/CS) and 12% (Pt_3Sn/Gr) lower than Pt_3Sn/C. Pt_3Sn/G has high electrical conductivity and a large surface area which can contribute to enhancement of ethanol oxidation in activity sites. Therefore, the allotrope structure directly influences the electrochemical activity and that can be used to enhance the ethanol oxidation by electrocatalyst, where graphene supports the best improvement.

Agradecimento: Capes scholarship 88887.701552/2022-00; Financial support grants: CNPq 554569/2010-8, 440726/2020-4 and 302582/2021-5; FAPEG 201201270750433; Fapemig APQ-01359-21.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Wallace de Jesus Moura, Lindomar Gomes de Sousa, Leonardo Morais da Silva

Nome dos Apresentadores: Wallace de Jesus Moura, Lindomar Gomes de Sousa, Leonardo Morais da Silva, Wallace de Jesus Moura

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri - UFVJM

ESTUDO CINÉTICO DE CARACTERIZAÇÃO DE CARBONOS DUROS CONDUTORES E O ARMAZENAMENTO DE ENERGIA EM BATERIAS DE FLUXO USANDO ÍONS DE FERRO

Resumo: Grande parte da matriz energética mundial ainda é dependente de fontes de energia esgotáveis, e.g. combustíveis fósseis e carvão. Aliado a este fator alarmante, tais fontes de energia apresentam altos índices de poluição em sua extração e/ou aplicação. A busca por energias renováveis está sendo cada vez mais estudada, principalmente por sua capacidade de regeneração e inesgotabilidade, sendo necessário, em um segundo momento também algum sistema de armazenamento de energia. As Baterias de Fluxo Redox (RFB's) são uma das tecnologias mais promissoras quando se trata de dispositivos de armazenamento de energia eletroquímica. Estes dispositivos apresentam: segurança aprimorada; maior controle sobre o Estado de Carga; maior flexibilidade na escolha de espécies eletroativas; e menor *cross over*. A inserção de RFB's no mercado global de energia encontra um grande obstáculo devido ao seu alto preço para instalação e manutenção, mesmo com retorno financeiro consolidado em alguns anos de uso. Estudos estão voltados para tornar o custo de RFB's mais atrativos à investidores por meio de alterações em seus componentes operacionais que reduzam o custo total do equipamento, como por exemplo, propondo a modificação dos eletrodos empregados com outros materiais, como metais e óxidos de metais causando efeito catalítico nas reações redox, ou ainda, materiais à base de carbono, aumentando a área superficial de tais eletrodos. No presente estudo é proposta a síntese/modificação de eletrodos de carbono com óxido de nióbio (Nb_2O_5). As análises eletroquímicas destes eletrodos serão conduzidas em regime estacionário e transiente (simulando o real processo em RFB's de grande porte), para isto serão utilizados dispositivos customizados, como a célula-H e um protótipo de RFB confeccionado especialmente para este tipo de estudo. As técnicas eletroquímicas empregadas serão a voltametria, cronoamperometria, carga e descarga galvanostática e espectroscopia de impedância eletroquímica. Os eletrodos foram caracterizados morfologicamente e estruturalmente através da microscopia eletrônica de varredura, espectrometria de energia dispersiva de raios-X e difratometria de raios-X. Portanto, o presente estudo visa como produto final a obtenção de um protótipo de RFB de baixo custo e de fácil escalonamento. Assim, mediante aumento do tamanho dos eletrodos e ligações em série das células individuais, pode-se aumentar as características de carga estocada, voltagem e corrente.

Agradecimento: UFVJM, CAPES, PPGQ, FINEP, UNICAMP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Fabiano S. Cursi(a,b), Laurie Grimaud(b), Karine Servat(b), Cláudia Morais(b), Teko W. Napporn(b), Adalgisa R. de Andrade(a) and K. Boniface Kokoh(b)

Nome dos Apresentadores: Fabiano S. Cursi(a,b), Laurie Grimaud(b), Karine Servat(b), Cláudia Morais(b), Teko W. Napporn(b), Adalgisa R. de Andrade(a) and K. Boniface Kokoh(b), Fabiano S. Cursi

Instituição de Ensino: (a)Laboratório de Eletrocatálise e Eletroquímica Ambiental - Departamento de Química - Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto - Universidade de São Paulo - Ribeirão Preto - SP - Av. Bandeirantes - 3900 - 14040-901 - Brazil, (b)Université de Poitiers - IC2MP UMR 7285 CNRS - Équipe SAMCat - 4 rue Michel Brunet - B27 - TSA 51106 - 86073 Poitiers Cedex 09 - France.

SELECTIVE GLYCEROL-TO-GLYCERATE ELECTRO-OXIDATION ON CE-AU/C MODIFIED CATALYST PREPARED BY FAST MICROWAVE-ASSOCIATED POLYOL METHOD: FTIR *IN SITU* AND LC-MS STUDIES

Resumo: Currently, most of the available glycerol comes from the production of biodiesel, which makes this by-product a large-scale residue. It is also known that its partial oxidation generates high-value-added products. With that in mind and focusing on the co-generation of clean energy as well, the glycerol electro-oxidation on AuCe/C nanocatalysts was investigated in an alkaline fuel cell system. The Au nanomaterials supported on Vulcan carbon and modified with cerium (Ce) were prepared using a microwave-assisted polyol synthesis method at low temperature. The prepared materials were characterized by TGA, ICP-OES, XRD, cyclic voltammetry, and chronoamperometry. Glycerol electro-oxidation in a Fuel Cell device permitted to follow simultaneously the anode and the cathode potentials and check the stability of the system during 4h of cell operation. The modification of Au/C with Ce showed an improvement in the catalytic activity and selectivity. Besides the 50% m/m reduction of Au in the material it was observed that AuCe/C generated 75% more power density than Au/C. Au is well known to operate at higher potentials than Pt materials, this disadvantage can be overcome by the good selectivity obtained during electrolysis, the main product was glycerate (47% for Au/C and 63% for AuCe/C) which has more added value than glycerol. Small amounts of glycolate and oxalate were also observed. The identification and quantification of the reaction products were performed by HPLC. Analyzes of LC-MS were carried out to confirm the oxidation products obtained. FTIR *in situ* was performed to check once more the products of oxidation obtained and the stability of the carbon support in the alkaline environment. In the end, an overview of the electrocatalytic behavior of the Au/C and AuCe/C catalysts during glycerol oxidation confirmed that the modification with Cerium improves the electrocatalytic performance of the catalysts.

Agradecimento: Capes-Cofecub program (88887.643343/2021-00), Capes (001), Fapesp (2021/01134-7), CNRS and Région Nouvelle-Aquitaine (France).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: André Guimarães de Oliveira, Aparecida Mauro, Ana Maria Rocco

Nome dos Apresentadores: André Guimarães de Oliveira, Aparecida Mauro, Ana Maria Rocco, André Guimarães de Oliveira

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio de Janeiro - Escola de Química - Grupo de Materiais Condutores e Energia.

ESTUDO DA ELETRODEPOSIÇÃO DE Bi_2O_3 PARA EMPREGO COMO FILME PRECURSOR DE FOTOANODOS DE $BiVO_4$ VISANDO A GERAÇÃO DE HIDROGÊNIO VERDE

Resumo: O Hidrogênio Verde, H_2V, é produzido sem emissão de CO_2, utilizando fontes de energia renováveis, geralmente pelo processo de eletrólise da água, ou *water splitting*. A produção de H_2V através da energia solar pode ser realizada tanto por painéis fotovoltaicos acoplados à eletrolisadores convencionais quanto por dispositivos fotoeletroquímicos, que empregam fotoeletrodos para gerar H_2V[1]. O $BiVO_4$ é um dos materiais principais em estudo para uso como fotoanodo, por seu bandgap de 2,4 eV e sua banda de valência, adequados para a oxidação da água. Alguns procedimentos são descritos na literatura para a eletrossíntese do $BiVO_4$ usando FTO como substrato. Constituem-se geralmente em duas etapas: 1) Eletrodeposição de um filme precursor a partir de uma solução de bismuto; 2) Tratamento térmico (~500°C) do filme eletrodepositado na presença de uma solução contendo vanádio. A primeira etapa pode ser realizada em meio ácido ou alcalino, podendo-se depositar tanto filmes precursores de Bi metálico quanto Bi_2O_3, e na segunda etapa os átomos de vanádio e oxigênio são incorporados na rede cristalina do filme precursor gerando o $BiVO_4$. O presente trabalho objetiva estudar e otimizar a síntese de filmes de Bi_2O_3 visando sua aplicação como filme precursor de $BiVO_4$. Os filmes foram eletrodepositados por cronoamperometria em diferentes potenciais (2,57; 2,32 e 2,07 V *vs* Hg_2Cl_2 3M), por 90 minutos, empregando-se solução de Bi, H_3CCOOH e HNO_3 pH = 0,44 [2] usando como WE o FTO, RE o Hg_2Cl_2(3M) e CE o Aço Inox. Os potenciais foram escolhidos com base em medidas de voltametria cíclica, que exibiram um pico anódico referente à formação de Bi_2O_3 coincidente com o início do processo de evolução de oxigênio no eletrólito sem bismuto, podendo indicar a correlação entre os dois processos eletroquímicos. Como o Bi_2O_3 é um semicondutor do tipo-p, medidas de fotopotencial em solução de Na_2SO_4 (1 mol/L) foram realizadas com os filmes obtidos utilizando uma lâmpada LED branca. As medidas exibiram saltos para potenciais mais negativos na presença de iluminação, resultado condizente com o comportamento de um semicondutor do tipo-p. Essa característica é um dos principais fatores para a escolha do filme precursor de Bi_2O_3, pois possibilita a confecção de uma heterojunção entre o Bi_2O_3 e o $BiVO_4$ a partir do controle dos parâmetros experimentais na etapa de tratamento térmico.

Agradecimento: CNPq, CNPq/FINEP - Convênio: 01.22.0288.00.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Wesley Gabriel Souza, Edson Antonio Ticianelli

Nome dos Apresentadores: Wesley Gabriel Souza, Edson Antonio Ticianelli , Wesley Gabriel Souza

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo

INVESTIGAÇÃO DE CATALISADORES M-N-C (M= FE, CO) PREPARADOS USANDO A MOLÉCULA DE TPTZ PARA A REAÇÃO DE REDUÇÃO DE OXIGÊNIO EM CÉLULAS A COMBUSTÍVEL PEMFC

Resumo: A urgência por modais energéticos mais sustentáveis, impulsionada pelo avanço tecnológico, tem colocado as células a combustível em destaque na transição energética global. Nesse contexto, as células PEM (*Polymer Electrolyte Membrane*) são altamente promissoras devido ao seu maior potencial de aplicação, graças ao desempenho satisfatório e baixa temperatura de operação (100 ˚C). No entanto, ainda existem desafios significativos para implementar esses dispositivos em escala industrial, especialmente devido ao preço elevado e à baixa disponibilidade dos catalisadores baseados em platina, que são comumente utilizados no ânodo e cátodo. Com o objetivo de contornar essas limitações, este trabalho visa investigar a atividade de catalisadores M-N-C (M= Fe, Co) para a Reação de Redução de Oxigênio (RRO). Inicialmente, os esforços foram direcionados para determinar as condições ótimas de operação para os catalisadores estudados, especialmente em relação à proporção e natureza ideal do catalisador/ionômero na camada catalítica, bem como a espessura ideal da membrana utilizada como eletrólito (Aquivion®). Para isso, foram obtidas curvas de polarização galvanostática após pré-condicionamento da célula a uma densidade de corrente de 15 mA cm^{-2}. Os gases de alimentação foram umedecidos com água Mili-Q em três temperaturas selecionadas: 25, 50 e 70˚C. Os resultados dessa primeira etapa revelaram os melhores desempenhos nas células contendo 35% de ionômero na camada catalítica, sendo o Nafion® o ionômero mais promissor. Na segunda etapa do projeto, foi avaliado o efeito do suporte na atividade do catalisador. Para isso, foram preparados catalisadores Fe-N-C utilizando a molécula de TPTZ por meio de uma metodologia desenvolvida em nosso laboratório. Nessas sínteses, foram utilizados carbono nanoparticulado BP (Black Pearls® 2000, Cabot) e carbono nitrogenado.[1,2] O suporte de carbono nitrogenado demonstrou melhor desempenho da célula em comparação com o carbono nanoparticulado Black Pearls®. Paralelamente, foram desenvolvidos catalisadores com ZIF-8 (*Zinc-Imidazolium Framework-8*) contendo Fe e Co, uma metodologia amplamente relatada na literatura e promissora.[3-5] Esses últimos mostraram-se mais ativos para a RRO em comparação aos catalisadores preparados com a molécula de TPTZ, sugerindo maior presença de sítios do tipo *single-atom* nesse tipo de material preparado. A presença do Co nos catalisadores aumentou a durabilidade, apesar de uma redução significativa no desempenho.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Charles Garcia, Isabelle Gonzaga, Lucia Mascaro, Ivo Teixeira, Elton Sitta

Nome dos Apresentadores: Charles Garcia, Charles Garcia, Isabelle Gonzaga, Lucia Mascaro, Ivo Teixeira, Elton Sitta

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos, Rod. Washington Luís km 235 - SP-310 - São Carlos - SP - Brasil

GLYCEROL PHOTOELECTROCHEMICAL OXIDATION USING $BiVO_4$ AND CARBON NITRIDE HETEROJUNCTIONS

Resumo: The oxidation of organic molecules obtained from biomass sources, such as glycerol, has a significant potential as anode reaction for hydrogen production. Besides the H_2 production in a greener way than the current processes, the anodic reaction can also yield added-value products. Moreover, to achieve high reaction rates, it is commonly employed the use semiconductors heterojunctions to boost the charge carries transport. Herein, we explored the glycerol oxidation reaction on $BiVO_4$ thin films, in the presence of visible light and on $C_3N_{4(x)}/BiVO_4$, with C_3N_4 being carbon nitride structures and X representing distinct synthesis methods, in which the presence of alkali metals (Li^+. Na^+ or K^+) in their synthesis. The synthesis details of $BiVO_4$ and C_3N_4 can be found in [1-2]. The materials were characterized by XRD, SEM, UV-vis and AC-techniques. The catalytic activity was evaluated in a three-electrode electrochemical cell with visible light side- illumination (AM 1.5G, 100 mW cm^{-2}) in Na_2SO_4 (0.5 M). It is observed that the presence of glycerol (1.0 M) increases the photocurrent from 0.13 to 0.70 mA/cm^2 and 0.72 to 1.10 mA/cm^2, when compared to water oxidation at 0.5 V and 1.4 V (*vs* Ag/AgCl/KCl 3M), respectively. Heterojunctions composed by $BiVO_4$ and $C_3N_{4(H)}$ (carbon nitride without the presence of cations on synthesis) depicted photocurrents of 0.70 and 1.25 mA/cm^2 in the presence of glycerol at 0.5 and 1.4 V, respectively. The presence of Li^+, Na^+ and K^+ in the C_3N_4 synthesis yield materials that when in contact with $BiVO_4$ seem to strongly inhibit the glycerol photoelectrochemical oxidation. In conclusion, the use of $C_3N_4/BiVO_4$ heterojunctions seems to enhance the glycerol oxidation at high potentials, however, the activity depends on the C_3N_4 structure that can be tuned in the presence of alkali cations.

Agradecimento: CNPq, Fapesp e Capes.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Pâmella S. Rodrigues, Moisés A. de Araújo, Edson A. Ticianelli

Nome dos Apresentadores: Pâmella S. Rodrigues, Moisés A. de Araújo, Edson A. Ticianelli, Pâmella S. Rodrigues

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos - Universidade de São Paulo.

BIFUNCTIONAL IrO_X-DOPED NICKEL SELENIDE ELECTROCATALYSTS FOR THE HYDROGEN AND OXYGEN EVOLUTION REACTIONS

Resumo: The water electrolysis has been regarded as an excellent option for the production of green hydrogen. This process involves two half-reactions, the hydrogen and oxygen evolution reactions (HER and OER), that should be promoted by a catalyst for improving the energy conversion efficiency of the system. Different kinds of cost-effective and earth-abundant metal-based materials have been actively studied for applications on the electrocatalysis of the water electrolysis reactions, and among these, nickel selenide stands out advantageously as it features dual electrocatalytic activity for OER and HER, but its activity is found to be limited by the number of surface-active sites [1]. However, the doping of this electrocatalyst has been considered a potential approach to increase its number of active sites as well as to regulate its electronic structure to enhance its activity for the aforementioned reactions [2,3]. In this study, the electrocatalysis of the HER and OER were investigated in IrO_X-doped nickel selenide nanoparticles supported on carbon black, synthesized using a hydrothermal methodology with different contents of IrO_X (Ni:Ir atomic ratios of 2:0.1, 2:0.2, 2:0.4, and 2:0.8). The presence of IrO_X in the samples was clearly evidenced by EDS, while XRD showed the cubic $NiSe_2$ structure (PDF #89-7161) of the materials, but with the doped composites having the $NiSe_2$ diffraction peaks broadened and slightly shifted towards higher Bragg angles. This confirms the incorporation of IrO_X into the $NiSe_2$ lattice and the consequent reduction of nanoparticles crystallinity. Electrochemical active surface areas (ECSA) estimated by cyclic voltammetry indicated an increased number of actives sites in the IrO_X-doped $NiSe_2$, while linear sweep voltammograms (LSV) obtained in N_2-saturated 1 M KOH electrolyte demonstrated that the presence of dopant enhances the catalytic performance of $NiSe_2$ for both, OER and HER. This effect is particularly pronounced for the OER and for the catalysts with 2:0.1 and 2:0.2 Ni:Ir atomic ratios. Tafel diagrams obtained from the LSV data allowed a quite clear understanding of either reaction mechanisms. From the results, it is concluded that IrO_X-doped $NiSe_2$ obtained by the hydrothermal method is a potential material to be used in alkaline electrolyzers, as catalysts of both, the hydrogen and oxygen evolution reactions.

Agradecimento: The authors thank FAPESP under the grants #2021/01869-7, #2021/01268-3 and #2019/22183-6 for the financial support.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: J. C. Rodrigues, M. M. Brito, L. H. Mascaro

Nome dos Apresentadores: J. C. Rodrigues, M. M. Brito, L. H. Mascaro, J. C. Rodrigues

Instituição de Ensino: UFSCar- Universidade Federal de São Carlos

ALKALINE WATER ELECTROLYSIS USING NI-CU-MO CATHODES AND CO-P ANODES ELECTRODEPOSITED ON MESH SUBSTRATES

Resumo: The production of green hydrogen by water electrolysis faces some problems such as the cost of the materials that compose the electrodes, for example, Pt in the cathode and Ir in the anode. In this context, more abundant and economically favorable materials for H_2 production are sought. This work evaluated the performance of a two-compartment alkaline electrolyzer for water electrolysis. A Ni-Cu-Mo [1] alloy containing 55% Ni, 36% Cu, and 9% Mo was used as the cathode, and a Co-P alloy containing 73% Co and 27% P as the anode, both produced via electrodeposition. The substrates were stainless steel 304 mesh and the steel 304 mesh covered with a Cu/Ni dendritic film, also obtained via electrodeposition, both with a geometric area of 5 cm^2. The electrolysis was conducted at 25 °C, using 6 M KOH and a flow rate of 150 mL min^{-1}, varying the current density between 10 mA cm^{-2} and 200 mA cm^{-2}. For the separation of the electrodes, an ETFE membrane was used [2]. Comparing the assembly using both dendritic electrodes (DE) and both non-dendritic electrodes (NDE), at low current densities it was observed that the cell potential (E_{cell}) was lower for the ED than for the NDE, for example, at 10 mA cm^{-2} the E_{cell} were 0.94 V and 1.58 V for ED and NDE, respectively. However, at higher current densities, for example, 200 mA cm^{-2}, the E_{cell} were 2.17 V and 2.34 V for the NDE and DE, respectively. After 24 h at 200 mA cm^{-2}, the NDE suffered deactivation of 140 mV, while the other system showed deactivation of 80 mV. After these tests the integrity of the electrodes was evaluated, noting that both cathodes remained stable, however, the Co-P anodes were converted to Co oxides, losing P, and the NDT presented the rupture of the catalyst film, indicating that the deactivation may be due to modifications in the anodes.

Agradecimento: CINE, CNPq, FAPESP, FAPESP/SHELL.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: João A. Lima Perini, Lilian D. M. Torquato, Juliana. F. de Brito, Lucas D. Germano, Susana I. Córdoba de Torresi, Teodorico C. Ramalho, Maria V. B. Zanoni

Nome dos Apresentadores: João A. Lima Perini, Lilian D. M. Torquato, Juliana. F. de Brito, Lucas D. Germano, Susana I. Córdoba de Torresi, Teodorico C. Ramalho, Maria V. B. Zanoni, João A. Lima Perini

Instituição de Ensino: São Paulo State University (UNESP), University of São Paulo (USP), Federal University of Lavras

PHOTOELECTROCHEMICAL CO_2 TRANSFORMATION INTO FUELS USING NANOSTRUCURED Cu_2O CATALYSTS MODIFIED WITH AU NANOPARTICLES

Resumo: Despite the use of fossil fuels was essential to achieve advances in the last century, the unbalance in the CO_2 cycle due to the excessive employment of fossil fuels have caused drastic climate changes worldwide, concurrently with the quick depletion of fossil fuels causing the rising cost for their extraction. Therefore, the present work aims to investigate the effect of pristine TiO_2 nanotubes (TNT) electrodes modified with Cu_2O/Au, in different proportions, bonded by a thin layer of polydopamine (PDA) during the photoelectroconversion of CO_2 into fuels such as methane and methanol. The TNT electrodes were manufactured by electrochemical anodization of Ti plates in glycerol/fluoride electrolyte [1], and modified with PDA, used as binding agent. Cu_2O nanocubes were synthetized according to previous literature report [2]. Considering that the CO_2 reduction over pristine TNT electrodes is inexpressive, since the conduction band of TNT is more positive than the pair CO_2/CH_3OH (−0.38 V vs NHE), for example, besides the lack of visible-light response, the use of modifiers as Cu_2O on the TNT surface could enhance the CO_2 photoconversion. The photoeletrocatalytic reduction of CO_2 was performed during 120 min in a doble compartment stainless steel reactor, separated by a proton exchange membrane, with 150 mL of capacity. The modified electrode was used as working electrode and irradiated with 300 W Xe arc lamp light at 0.2 V potential. Ag/AgCl (KCl 3 M) and DSA were used as reference electrode and counter electrode, respectively. The main products of CO_2 photoelectroreduction obtained in each photoelectrode are presented in Figure 1. It is possible to observe that the quantities of Au present on the Cu_2O catalyst have a major role in the electrode performance, since a higher proportion of this metal in relation to Cu_2O leads to higher generation of methanol and methane, with emphasis on the gas product. The maximum generation of methanol and methane, 110.5 μM cm^{-2} and 50.4 μM cm^{-2}, respectively, was achieved using the TNT electrode modified with $Cu_2O/Au^{40\%}$, i.e. 60% of cuprous oxide and 40% of metallic gold. However, TNT-based electrodes with a lower proportion of Au, and consequently higher percentage of Cu_2O exhibit preferential generation of methanol in detrimental to methane. So, it is concluded that the deposition of gold modified Cu_2O nanocubes on TNT electrodes functionalized with PDA was carried out in a simple and effective manner, promoting a significant improvement in the photoactivity and products generation of the photoelectrode, when compared to unmodified ones.

Agradecimento: The authors are grateful to FAPESP (#2014/50945-4) and CNPq (#465571/2014-0) for support of this work. J.A.L. Perini acknowledges CNPq (#105944/2022-0) and PROPE-UNESP 13/2022. L.D.M. Torquato and L.D. Germano acknowledges FAPESP (#2019/00463-7, #2018/22845-6).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Fernanda F. Massante, Clara S. Ribeiro, Milena F. Azevedo, Ane Vitória O. Martins, Nicolly G. Silva, Eduardo A. Ponzio

Nome dos Apresentadores: Fernanda F. Massante, Clara S. Ribeiro, Milena F. Azevedo, Ane Vitória O. Martins, Nicolly G. Silva, Eduardo A. Ponzio, Fernanda F. Massante

Instituição de Ensino: Universidade Federal Fluminense - UFF, Instituto Federal Rio de Janeiro - São Gonçalo (IFRJ-SG)

PBO/GRAPHITE COMPOSITE PRODUCED THROUGH BALL MILL METHODOLY AS ELECTRODE FOR LEAD-ACID BATTERIES

Resumo: The compound annual growth ratea for lead-acid batteries (LAB) estimates a growth rate of 4.2% until 2030. The principal reason is due the automotive technology development. Considering that LAB have consolidate technology, low cost and it is easy to recycle, it worths to develop them. So, they can compete with other batteries types. In LAB, there is one negative active material (NAM), the lead electrode (Pb), and one positive active material (PAM), the dioxide lead electrode (PbO_2). They react with the electrolyte, sulfuric acid (H_2SO_4), and generate lead sulphate ($PbSO_4$). The issue is the irreversible sulfation in NAM, $PbSO_4$ does not regenerate as Pb [1]. Recent papers related a better NAM efficiency with carbon material addition [2]. Thus, in this work, lead oxide (PbO) was milled with graphite in a ball mill to improve its electrochemical behavior as NAM. PbO and PbO with 1% of graphite (PbO/graph) were produced in a ball mill, 25% of the volume was occupied with the material, and it was agitated for 15min. It was prepared 4 electrodes: Pb, Pb/graph and Pb- BM and Pb/graph-BM milled in the ball mill. A paste was made in a proportion of 111µL of H_2O for 1g of material. Then, they dried for 5 days, immersed in H_2SO_4 (1.0M) for 24 h, reduced in the same solution in a 0.1A current for 2 days and finally, washed by H_2SO_4 4.5M 3 times for 30min each [3]. Later, the electrochemical analyses were done. A three-electrode cell was used, with a reference electrode of Ag/AgCl, a counter electrode of Pb, the produced electrodes as the work electrode and H_2SO_4 (4.5M) as electrolyte. Curves of charge/discharge (C/D) were realized with 0.2, 0.1, 0.05 and 0.025A current applied in a potential window between -0.8 and 0.1V, 10 cycles each. Also, it was observed the microstructure of Pb, Pb-BM and Pb/graph-BM in a scanning electron microscope (SEM). It was noticed that the particles from Pb-BM and PbO/graph-BM (between 2 and 12µm) were more homogenous and smaller than PbO particles (between 5 and 25µm). The C/D analyses showed a better reaction reversibility in the lowest applied current for all electrodes. Pb/graph-BM electrode presented a rate reversibility of 94.5%, followed by Pb (89.7%), Pb-BM (86.4%) and Pb/graph (82.2%). The experiments using ball mill are promising as the results reveal and they are going to be replicated to evaluate their stability. Also, it occurred a higher hydrogen evolution during Pb/graph-BM charge/discharge, so this need to be optimized.

Agradecimento: CAPES, FAPERJ, CNPQ, Moura, Laboratório de Espectroanalítica Aplicada (LESPA).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Clécia Andrade dos Santos, Luciane Pimenta Cruz Romão, Maria V. Boldrin Zanoni

Nome dos Apresentadores: Clécia Andrade dos Santos, Luciane Pimenta Cruz Romão, Maria V. Boldrin Zanoni, Clécia Andrade dos Santos

Instituição de Ensino: São Paulo State University (UNESP), Institute of Chemistry, Araraquara, Brazil

AMMONIA PRODUCTION BY NITROGEN REDUCTION USING MAGNETIC NANOMATERIALS: A PROMISING APPROACH FOR SUSTAINABLE AMMONIA SYNTHESIS

Resumo: This work describes the production of ammonia via N_2 reduction, using graphene/$CuFe_2O_4$, synthesized using water rich in natural organic matter (NOM), as a solvent, as an excellent electrocatalyst, at ambient temperature and pressure. The formation of graphene and copper ferrite was confirmed by X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM) techniques. The electrocatalytic reduction experiments of nitrogen for the formation of ammonia were carried out in an electrochemical cell with two compartments, a quartz window, and three electrodes, with Ag/AgCl as the reference electrode and platinum as a counter electrode, in 50 mL of $0.1 mol L^{-1}$ Na_2SO_3 in which nitrogen gas was bubbled for 1h as well as throughout the experiment. The amount of NH_3 was analyzed by the salicylate method at a wavelength of 647 nm [1]. The electrocatalytic reduction of N_2 using graphene/$CuFe_2O_4$ under an applied potential of -0.4 V Ag/Ag/Cl was able to produce 0.32 µmol h^{-1}. There are no reports in the literature on the synthesis of graphene-based nanomaterials, synthesized using NOM, for the production of ammonia via electrocatalytic reduction of N_2. Thus, the present work stands out in the literature due to the potentiality of the electrocatalyst in the conversion of $N_{2(g)}$ into ammonia.

Agradecimento: The authors thank the Brazilian funding agencies INCT-DATREM, CAPES, FAPESP and UNESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Marinaldo Ribeiro da Cunha, João Carlos Martins da Costa, Raimundo Ribeiro Passos, Leandro Aparecido Pocrifka

Nome dos Apresentadores: Marinaldo Ribeiro da Cunha, João Carlos Martins da Costa, Raimundo Ribeiro Passos, Leandro Aparecido Pocrifka, João Carlos Martins da Costa

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Amazonas

SÍNTESE DE CUS E CUS/C-150 PARA APLICAÇÃO EM ELETRODO TIPO BATERIA, UMA ANÁLISE VIA ESPECTROSCOPIA DE IMPEDÂNCIA ELETROQUÍMICA

Resumo: Com agravamento da crise energética e o uso de combustíveis de fontes não renováveis levaram os pesquisadores a buscarem o desenvolvimento de sistemas de armazenamento de energia [1]. Estudos estão voltados para desenvolverem dispositivos de armazenamento de energia de maneira mais confiáveis e eficientes no seu funcionamento. Neste trabalho foi realizado a síntese do CuS e CuS/C-150 por meio rota de síntese hidrotermal em etapa única. Na técnica de microscopia eletrônica de varredura observou-se a formação morfológica de microesferas para as condições de síntese. O método e as condições de sínteses proporcionaram a formação de CuS na forma covelite (JCPDS n° 06-0646), que confirmou-se via difração de raios-X, e ainda observada uma diminuição da intensidade dos picos nos difratograma de CuS/C-150 característico de material amorfo. Na técnica de voltametria cíclica observou-se os picos redox característicos dos materiais de CuS, já os valores de capacitâncias específicas de CuS e CuS/C-150 foram mensurados pela carga-descarga galvanostática, com 107,30 e 63,27 mAh g^{-1}, respectivamente. Esses valores mostram que estes materiais são bons armazenadores de cargas, já pela espectroscopia de impedância eletroquímica notou-se que as resistências foram ínfimas, seja para solução e transferência de carga, sendo que pelos cálculos complexos via espectroscopia de impedância os materiais obtiveram as constantes de tempos de relaxações aproximadamente em 5 milissegundos. Portanto, os resultados eletroquímicos foram satisfatórios e confirmaram que os materiais são potenciais eletrodos do tipo bateria e a rota hidrotermal é viável e satisfatória para obtenção dos materiais estudados.

Agradecimento: Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq , Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES , Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado Amazonas - FAPEAM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Letícia Zanchet , Letícia Guerreiro da Trindade , Fernanda Trombetta, William Bariviera , Katiúscia M. Nobre Borba, Rapher Donizete Moreira Santos , Valdecir Antonio Paganin, Cristiane Pontes de Oliveira, Edson Antonio Ticianelli, Emilse Maria Agostini Martini, and Michèle Oberson de Souza

Nome dos Apresentadores: Letícia Zanchet , Letícia Guerreiro da Trindade , Fernanda Trombetta, William Bariviera , Katiúscia M. Nobre Borba, Rapher Donizete Moreira Santos , Valdecir Antonio Paganin, Cristiane Pontes de Oliveira, Edson Antonio Ticianelli, Emilse Maria Agostini Martini, and Michèle Oberson de Souza, Letícia Zanchet

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Universidade Federal do Rio Grande, Universidade de São Paulo, Universidade Federal de São Carlos

NOVAS MEMBRANAS COMPÓSITAS BASEADAS EM NAFION MODIFICADA COM OS LÍQUIDOS IÔNICOS PRÓTICOS A BASE DO CÁTION TEA-PS PARA PEMFC

Resumo: A perspectiva de esgotamento dos combustíveis fósseis aumenta a chance de uma crise energética e impulsiona a busca por recursos renováveis, como energia solar, eólica e hidrogênio. O hidrogênio puro é usado nas células de combustível PEMFCs para converter energia química em elétrica, sem emissões de CO_2, baixa temperatura e alta densidade de energia. Essas células usam a membrana de Nafion, que tem como limitação a faixa de temperatura de 20 a 80˚C. Acima de 80˚C, a condutividade diminui devido à evaporação da agua que é necessária para a ionização de prótons dos grupos de ácido sulfônico. A presença de água é essencial para a ionização de prótons a partir dos grupos de ácido sulfônico [1, 2]. Essa perda de condutividade e estabilidade justifica a necessidade de desenvolver uma PEM alternativa, que exceda o limite de operação de 80 ˚C e possa operar com baixa umidade relativa (RH) [3]. Sob essas condições, o eletrólito deve ter boa condutividade, além de estabilidade mecânica, térmica e química. Nos últimos anos, líquidos iônicos (LI) têm sido considerados uma alternativa atraente para aplicação em células de combustível de membrana de polímero de alta temperatura (HT-PEMFC) devido às suas propriedades, como alta condutividade iônica e baixa pressão de vapor [4]. O cátion 3-trietilamônio propanossulfônico (TEA-PS^+) associado ao ânion tetrafluoroborato, hidrogenossulfato ou trifluorometanosulfonato levou a formação dos novos líquidos iônicos próticos (LIs) ácido tetrafluoroborato de 3-trietilamônio propanossulfônico (TEA-PS-BF_4), ácido hidrogenossulfato de 3-trietilamônio propanossulfônico (TEA-PS-HSO_4) e ácido trifluorometanosulfonato de 3-trietilamônio propanossulfônico (TEA-PS-CF_3SO_3), respectivamente. Esses LIs são usados para produzir membranas compostas Nafion/LI com 2,5, 5 ou 10% em peso de LI. Os resultados mostram que a adição de LI melhora a estabilidade térmica, hidrofilicidade e condutividade. Experimentos realizados com membranasNafion/IL em uma célula de combustível de membrana de troca de prótons a 100 ˚C indicam que a membrana contendo 5% em peso de TEA-PS-HSO_4 é a mais eficiente, produzindo um aumento da densidade de corrente máxima de aproximadamente 230% em comparação com a membrana original.

Agradecimento: CAPES, CNPq, FAPERGS e FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Letícia Zanchet, Letícia G. da Trindade, Pedro Ca. Martins, Katiúscia M.N. Borba, Rapher D.M. Santos, Robert da S. Paiva , Lilian A.F. Vermeersch, Edson A. Ticianelli, Fernanda Trombetta da Silva, Michèle O. de Souza, Emilse M.A. Martini

Nome dos Apresentadores: Letícia Zanchet, Letícia G. da Trindade, Pedro Ca. Martins, Katiúscia M.N. Borba, Rapher D.M. Santos, Robert da S. Paiva , Lilian A.F. Vermeersch, Edson A. Ticianelli, Fernanda Trombetta da Silva, Michèle O. de Souza, Emilse M.A. Martini, Letícia Zanchet

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre - Brasil, Campus Baixada Santista - Santos - Brasil, Universidade de São Paulo, São Carlos - Brasil, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos - Brasil

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES E PERFORMANCE EM PEMFC DE MEMBRANAS COMPÓSITAS SPEEK-PBI/LI PRÓTICO

Resumo: Ao longo da história, a atividade humana tem gerado impactos ambientais cada vez mais significativos. A poluição ambiental e a ameaça de esgotamento dos combustíveis fósseis têm crescido exponencialmente. Grande parte da energia consumida atualmente provém de fontes de combustíveis fósseis, que são recursos finitos, como o petróleo e o carvão. Além disso, o aumento no uso desses combustíveis contribui para a poluição do ar, agravando o efeito estufa e o aquecimento global [1-3]. Nesse contexto, o hidrogênio desponta como uma alternativa para substituir os combustíveis fósseis na produção de energia. O hidrogênio gerado a partir da eletrólise da água e sua utilização como combustível em células a combustível de hidrogênio são formas eficientes e pouco poluidoras de gerar energia [2]. As células a combustível do tipo membrana trocadora de prótons (PEMFC) têm se tornado crescentes nos últimos anos devido à sua capacidade de converter energia química em energia elétrica com alta densidade de potência. Porém, essas células ainda enfrentam obstáculos em relação ao custo das membranas, em especial o polímero condutor comercial Nafion®, que é caro e menos eficaz em altas temperaturas. Uma alternativa mais econômica são as membranas Poli(éter-éter-cetona) sulfonado (SPEEK), que apresentam boas propriedades termoquímicas. No entanto, para alcançarem alta condutividade protônica, é necessário um alto grau de sulfonação, o que resulta em maior dilatação do material e perda de suas propriedades mecânicas. Para contornar esse problema, pode-se formar compósitos adicionando polibenzimidazol (PBI) ao SPEEK [3,4]. O PBI é interessante devido às suas estabilidades químicas e térmicas, podendo ser dopado com ácidos ou formar misturas com outros polímeros, exibindo condutividade iônica [5,6]. Além disso, líquidos iônicos (LIs) podem ser adicionados às membranas compósitas para melhorar sua condutividade [6]. No presente estudo membranas compósitas SPEEK/PBI com adição de líquidos iônicos apresentaram maior estabilidade térmica em comparação com a membrana SPEEK pura. Além disso, as membranas com maior teor de PBI e com a presença dos LIs mostraram maior condutividade. Os resultados obtidos indicaram que as membranas compósitas com 10% em massa de PBI e 5% em massa de TEA-PS.HSO4 apresentaram os melhores desempenhos em PEMFCs. Essas membranas alcançaram um alto valor de Potencial de Circuito Aberto (OCP) foi alcançado (0,97 V) e um aumento de 126% na densidade de corrente (1,83 A cm^{-2}) em comparação com uma membrana pura de SPEEK (0,81 A cm^{-2}), esses resultados sugerem que essas membranas possuem um alto potencial para aplicações em PEMFC.

Agradecimento: Ao Cnpq e ao PGCIMAT.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Guilherme Bueno Bresciani, Jefferson Honorio Francoa, K. Boniface Kokoh, Teko W. Napporn, Adalgisa R. De Andrade

Nome dos Apresentadores: Guilherme Bueno Bresciani, Jefferson Honorio Francoa, K. Boniface Kokoh, Teko W. Napporn, Adalgisa R. De Andrade, Guilherme Bueno Bresciani

Instituição de Ensino: University of São Paulo, Université de Poitiers

SÍNTESE VIA DECOMPOSIÇÃO POR MICRO-ONDAS DE LIGAS BIMETÁLICAS PDFE/C E APLICAÇÃO PARA A OXIDAÇÃO DE GLICEROL

Resumo: Neste trabalho foi investigado a eletro oxidação do glicerol por catalisadores de Pd/C e PdFe/C. O método de síntese utilizado foi o poliol assistido por micro-ondas, sendo escolhida a relação de 20% de massa de metal sobre o carbono. A caraterização física dos catalisadores foi feita por: difração de raios-x (DRX), analise termogravimétrica (TGA), microscopia de energia dispersiva de raios X (EDX) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). As análises de DRX apresentaram tamanho dos cristalitos entre 2~4 nm, quando foi adicionado Fe ocorreu diminuição no tamanho destes. Também não houve deslocamento dos picos caraterísticos dos metais, indicando a não formação de ligas metálicas. A análise de TGA não indicou contaminantes residuais da síntese e a quantidade de metal próxima ao valor nominal (20%). A razão Pd:Fe nos catalisadores determinada por EDX é maior que os valores nominais indicando que parte do Fe não foi reduzida. Análise de TEM mostraram que as partículas estão aglomeradas e que o ferro e paládio estão segregados. Na presencia de glicerol os catalisadores PdFe/C apresentaram correntes maiores que o catalizador de Pd puro; além disso, uma observação importante é a maior estabilidade durante os testes de ciclo de vida (1000 ciclos na faixa de potencial de -0,55 a 0,4 V vs HgHgO). A área eletroquimicamente ativa dos eletrodos de PdFe/C obtida foi dobro do relatado a literatura. Durante a eletrolise o catalisador Pd/C apresentou uma corrente bem menor do que a do catalisador $Pd_{90}Fe_{10}/C$. Os produtos formados durante a eletrólise (24h) foram gliceraldeído ($2e^-$), ácido glicérico ($4e^-$) e ácido glicólico ($4e^-$); além destes produtos o catalisador $Pd_{90}Fe_{10}/C$ apresenta a formação de ácido mesooxalato ($6e^-$), indicando uma maior taxa de oxidação do material de partida. Este trabalho mostra que a inclusão de Fe em catalisadores de Pd abre a oportunidade de aumentar a estabilidade e atividade catalítica do metal nobre com materiais de baixo custo.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Fabio Henrique de Barros Lima, Cássio Luis Pires Lucato

Nome dos Apresentadores: Fabio Henrique de Barros Lima, Cássio Luis Pires Lucato, Cássio Luis Pires Lucato

Instituição de Ensino: USP - IQSC

MANGANESE OXIDE AND MANGANESE ANTIMONATES AS ELECTROCATALYSTS FOR WATER OXIDATION REACTION AND ELECTROCHEMICAL REFORMING OF ORGANIC COMPOUNDS IN ACID MEDIA

Resumo: In the last decade, intense and extreme climate events have been happening more often due to climate changes, a direct consequence of the increase in greenhouse gas emissions. In the face of this scenario, there is an urge to decarbonize energy matrixes and move towards sustainable energy sources[1]. However, sustainable energy intermittence may create non-supplying energy periods. In this context, energy storage in chemical bonds appears as a solution. Hydrogen stands out as a solution, and it can be electrochemically produced by proton reduction stemming from the water electro-oxidation reaction (WOR)[2]. However, the best performances in WOR electrocatalysis are achieved by noble and scarce-based metal materials, such as Pt, Ir, and Ru, and few metal oxides show activity and stability in high overpotential conditions in acid media.[3] Photosynthetic organisms have manganese oxide (MnOx) clusters as catalysts for WOR This aspect, along with manganese being one earth-abundant and non-toxic transition metal that combines activity and stability towards WOR, arouse research interest in manganese-based oxides for WOR[4]. Nonetheless, manganese-based oxides show stability within a narrow potential window in acid media - a pivotal chemical environment for PEM electrolyzer development[5]. In this study, manganese oxide and manganese antimonate were identified as the most active, stable and with the higher faradaic efficiency for O2 production (as determined by the Electrochemistry coupled to Mass Spectrometry, EC-MS, technique), when compared to other mixed manganese oxides, such as Niobium, Silicon, Tin, and Titanium. Antimony-manganese mixed oxides ($MnSbO_y$) presented the highest stability (+48h) in high current operation conditions (10 mAcm-2) in acid media (H_2SO_4 1 $molL^{-1}$). The presentation of the results obtained in this study will also discuss their activities for the electrochemical oxidation of organic compounds for electrochemical reformers for hydrogen production. MnOx displays activity for ethanol and formic acid oxidation, exhibiting selectivity over the WOR. Meanwhile, $MnSbO_y$ presents activity only towards formic acid, without presenting preferential selectivity.

Agradecimento: FAPESP, USP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Idelso Candido Pereira, Karine de Carvalho Volkmer, Gabriel Oliveira dos Santos, Tiago Giordani, Letícia Zanchet, Katiúscia Nobre Borba, Fernanda Trombetta

Nome dos Apresentadores: Idelso Candido Pereira, Karine de Carvalho Volkmer, Gabriel Oliveira dos Santos, Tiago Giordani, Letícia Zanchet, Katiúscia Nobre Borba, Fernanda Trombetta, Karine de Carvalho Volkmer, Idelso Candido Pereira, Fernanda Trombetta

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Universidade Federal do Rio Grande

TRIETHYLAMMONIUM-PROPANESULFONIC ACID TETRAFLUOROBORATE (TEA-PS.BF4) IONIC LIQUID AS ELECTROLYTE FOR HYDROGEN PRODUCTION THROUGH WATER ELECTROLYSIS USING PD/C CATALYST

Resumo: An eminent global energy crisis has intensified the urgency to explore sustainable and clean energy sources, in which hydrogen can play a pivotal role in transitioning towards a decarbonized future, especially if obtained through green processes, such as water electrolysis. In order to make it feasible, several strategies have been studied, such as the development of new electrode materials and electrolytes [1]. Thereby, several types of ionic liquids (IL) have been developed and applied as electrolytes in the water electrolysis, on the attempt of increasing conductivity, stability, and efficiency, achieving higher current densities and inhibiting the corrosion of the electrode materials [2]. In this sense, the activity of a 0.1 M aqueous solution of TEA-PS.BF_4 IL towards the hydrogen evolution reaction (HER) was evaluated and compared to H_2SO_4 0.05 M. The electrochemical setup consisted in a three-electrode cell, using a carbon cloth covered with Pd/C 10 wt.% catalyst as working electrode (WE), a platinum wire as counter electrode and a reversible hydrogen electrode as reference. The Pd/C catalyst was synthesized based on previous work [3] and the WE was produced through brushing technique [4], Pd load of 0.5 mg cm^{-2}. The measurements were carried out in a Metrohm Autolab PGSTAT302N potentiostat. Linear sweep voltammetry was performed to obtain the polarization curves, which were 100% iR drop corrected [5], according to electrochemical impedance spectroscopy data. The Tafel coefficients for HER in both electrolytes were found to be -41 and -53 mV dec^{-1} for H_2SO_4 and TEA-PS.BF_4, respectively, which indicates the reaction mechanism as Volmer-Heyrovsky, in which the Heyrovsky step (electrochemical desorption) is slow and rate-determining [1]. Furthermore, exchange current densities (j_0) were estimated as 0,14 and 0,28 mA cm^{-2} for H_2SO_4 and TEA-PS.BF_4, respectively. Continuous electrolysis was performed through chronoamperometry at -600 mV vs RHE, for 15 minutes (900 s), in which the measured average current densities (j) for H_2SO_4 and TEA-PS.BF_4 were -32.1 and -40.7 mA cm^{-2}, and the theoretical volume of the produced H_2 was calculated as 3.66 and 4.64, respectively. Thus, according to the preliminary data obtained so far, it is possible to point out the TEA-PS.BF_4 IL as a potential alternative electrolyte for hydrogen production through electrolysis, combining its performance towards HER and properties such as stability and corrosion inhibition.

Agradecimento: CAPES, CNPq and FAPERGS.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Idelso Cândido Pereira Junior, Demétrius William Lima, Gilber Ricardo Rosa, Fernanda Trombetta

Nome dos Apresentadores: Idelso Cândido Pereira Junior, Demétrius William Lima, Gilber Ricardo Rosa, Fernanda Trombetta, Idelso Cândido Pereira Junior

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande (FURG) - Campus Santo Antônio da Patrulha, Universidade Federal do Pampa (Unipampa) - Campus Bagé, Universidade Federal do Rio Grande (FURG) - Campus Santo Antônio da Patrulha, Universidade Federal do Rio Grande (FURG) - Campus Santo Antônio da Patrulha

SUGARCANE BAGASSE CHAR AS SUPPORT FOR PALLADIUM NANOPARTICLES TOWARDS THE ELECTROCATALYSIS OF THE HYDROGEN EVOLUTION REACTION

Resumo: Hydrogen evolution reaction (HER) is one of the key reactions in the water splitting process, in which strategies targeting optimal kinetics are required to a viable energy matrix flexibilization. Thus, the search for materials such as transition metals-based nanoparticles (NPs) supported on carbon to be used as active, stable, and efficient catalysts towards HER has become more and more evident, along with other approaches [1]. In parallel, waste management is another important topic to be discussed aiming a more sustainable development. In this sense, we propose the use of sugarcane bagasse (SCB) waste, by obtaining and applying its char (C_{SCB}) as a support for palladium (Pd) NPs in the electrocatalysis of the HER in acidic medium. In order to compare the activity as support, Vulcan XC-72R carbon black (C_V) was employed. The catalysts were synthesized considering a 10 wt.% Pd load [2] and were analyzed by XRD and TEM. The obtained diffractograms presented the peaks corresponding to the fcc structure of Pd, while TEM images reveal the average diameter of the Pd NPs as 3.03 nm and 3.75 nm for Pd/C_V and Pd/C_{SCB}, respectively. Carbon cloths covered with the Pd/C samples were used as working electrodes [3] and H_2SO_4 0.5 M as electrolyte. Polarization curves were obtained by linear sweep voltammetry (LSV), and 100% iR drop corrected [4], based on electrochemical impedance spectroscopy (EIS) data. The Tafel coefficient (*b*) for both electrodes was estimated as 39 mV dec^{-1}, suggesting the reaction mechanism is predominantly Volmer-Heyrovsky, with the electrochemical desorption (Heyrovsky step) as slow and rate determining [1]. The exchange current densities (j_0) were found to be 1.97 and 1.08 mA cm^{-2} for Pd/C_V and Pd/C_{SCB}, respectively. The stability was evaluated by LSV and EIS before and after 5,000 cycles. For the Pd/C_{VA} electrode, the activity presented a very slight decay, while for the Pd/C_{SCB} a significant increase in the activity was observed, along with a decrease in the overall impedance. The faradaic efficiencies were verified using a Hofmann's cell and were found to be 94.7% and 93.4% for Pd/C_V and Pd/C_{SCB}, respectively. The data obtained so far suggest that the C_{SCB} is a promising support in the electrocatalysis of the HER, with an activity reasonably comparable to Vulcan XC- 72R carbon black in acidic media using Pd NPs, which leads to future possibilities and optimizations of the material and the studied electrochemical system.

Agradecimento: CAPES, CNPq and FAPERGS.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Marina Medina, Anelisse Brunca da Silva, Lu Xia, Andreas Glüsen and Lucia Helena Mascaro

Nome dos Apresentadores: Marina Medina, Anelisse Brunca da Silva, Lu Xia, Andreas Glüsen and Lucia Helena Mascaro, Marina Medina

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos, Universidade Federal de São Carlos, Jülich Forschungszentrum, Jülich Forschungszentrum, Universidade Federal de São Carlos

FENIS AS A HIGHLY EFFICIENT ELECTROCATALYST FOR ANION-EXCHANGE MEMBRANE WATER ELECTROLYZERS

Resumo: Water electrolysis has been considered as a key technology to promote the energy transition from a carbon to a hydrogen-based economy. Proton exchange membrane water electrolysis (PEMWE) presents high stack cost and the scarcity of the platinum-group metal-based catalyst as impediment for its large-scale implementation. On the other hand, classic alkaline water electrolysis (AWE) has the maximum current density hinder by the low conductivity of the porous diaphragms separating the anodic and cathodic chambers. The anion-exchange membrane water electrolyser (AEMWE) combines the merits of PEMWE and AWE, using a polymeric membrane as the separator and transition metal-based catalysts as the electrodes. However, the large-scale applications are still hindered by low operating current density due to the slow kinetics of the oxygen evolution reaction (OER).[1] Catalysts based on transition metal-based chalcogenides have shown impressively low overpotentials. Among them, the bimetallic NiFe-sulfide have been developed and shown improved catalytic activity when compared to the monometallic types.[2] Here, we present the FeNiS electrodeposition on Ni fiber to be applied as an anode in the AEMWE. The deposition bath consisted of $NiSO_4$, $FeSO_4$ and $(NH_2)_2CS$. The films were prepared by cyclic deposition with 5, 10 and 15 cycles to find the optimal one and were characterized by SEM, EDS and XPS. The half-cell FeNiS/NF electrocatalytic activities were analyzed in 1.0 M KOH by linear sweep voltammetry at 5 mV/s. The electrode prepared with 10 cycles presented the best catalytic activity towards OER and this condition was used to prepare the FeNiS/Ni fiber anode with an active area of 5 cm^2. Pt/C was used as the cathodic catalyst coated on carbon paper. The performance of the AEMWE cell was tested using 1 M KOH and the membrane AF1-HNN8-50 at 60 °C with an electrolyte flow rate of 50 mL/min. Polarization curves were conducted by galvanostatic method at 5 min/step totalizing 2h. Stability test were performed at 1000 mA/cm^2 for 100 h. A maximum current density of 2.7 A/cm^2 was reached at 1.9 V with a low voltage increase rate of only 0.64 mV/h. The electrodeposition method was used to synthesize an integrate FeNiS/Ni fiber electrode as anode in the AEMWE which shows excellent performance and stability for the water electrolysis.

Agradecimento: This research was funded by Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo, FAPESP, grant number #2017/12794-2 #2021/12739-7 #2017/11986-5 and #2013/07296-2 Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq, grant number #152607/2022-6, #311769/2022-5 and #406156/2022-0, Financiadora de Estudos e Projetos FINEP #grant number 01.22.0179.00 . The authors also thank Shell and the strategic importance of the support given by ANP (Brazil's National Oil, Natural Gas, and Biofuels Agency) through the R&D levy regulation.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Cássio Murilo Rodrigues Moreira, Leonardo Morais da Silva

Nome dos Apresentadores: Cássio Murilo Rodrigues Moreira, Leonardo Morais da Silva, Cássio Murilo Rodrigues Moreira

Instituição de Ensino: Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri

UM CIRCUITO EQUIVALENTE GENÉRICO DE ELETRODOS POROSOS PARA MODELAR RESULTADOS ELETROQUÍMICOS OBTIDOS POR DIVERSAS TÉCNICAS

Resumo: Mesmo com mais de 50 anos após o registro da primeira patente do capacitor eletroquímico, ainda existem incorreções enraizadas nas pesquisas sobre este dispositivo que impedem o avanço científico na área. Em geral, há uma busca para o desenvolvimento de novos materiais de eletrodo para compor os dispositivos supercapacitores, que muitas vezes apresentam inconsistências em seu princípio fundamental, e mesmo assim são caracterizados como dispositivos de alta e capacitância, energia e potência, mas que não passam de achados ilusórios. Mesmo em assuntos como o estudo dos eletrodos porosos através de circuitos elétricos, já bem alicerçado na literatura, é recorrente trabalhos utilizarem circuitos elétricos que em nada representam a natureza do fenômeno eletroquímico dos eletrodos dos supercapacitores. Sendo assim, este trabalho visa propor um circuito elétrico para estudo de eletrodos de supercapacitores utilizando apenas elementos passivos, resistores e capacitores, de maneira que se possa conhecer a natureza porosa deste material, mas também possibilitar a interpretação dos achados eletroquímicos por meio de diferentes técnicas eletroquímicas empregadas, como voltametria cíclica, carga e descarga galvanostática, espectroscopia de impedância eletroquímica e cronoamperometria de degrau único de potencial. Para isso um eletrodo de carvão ativado foi estudado em célula de três eletrodos e todas os resultados obtidos pelas técnicas eletroquímicas foram discutidas através das equações escritas pelos princípios físicos de um circuito eletroquímico genérico com três ramos RC em paralelo, além das evidências encontradas pela caracterização morfológica por MEV, análise de área superficial, espectroscopia Raman e XPS. As equações utilizadas forneceram bons ajustes aos dados experimentais obtidos pelas quatro técnicas eletroquímicas, que juntamente com os resultados morfológicos colaboraram para o entendimento da característica porosa do material. A capacitância e resistência estão distribuídas ao longo do eletrodo de acordo com o tamanho do poro do material e são ativadas à medida que o sinal de excitação consegue penetrar na região, já que a largura do poro pode dificultar o acesso do eletrólito ao interior do poro, e isso pôde ser medido de maneira quantitativa. Esta nova metodologia pode ser uma boa ferramenta na engenharia de materiais eletródicos, principalmente no que tange a otimização da interação entre tamanho de poro e tamanho de partículas do eletrólito.

Agradecimento: Agradecemos à UFVJM, FAPEMIG e à CAPES pelo apoio deste e outros projetos de pesquisa desenvolvidos dentro no nosso programa de pós-graduação.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Moisés A. de Araújo, Edson A. Ticianelli

Nome dos Apresentadores: Moisés A. de Araújo, Edson A. Ticianelli, Moisés A. de Araújo, Edson A. Ticianelli

Instituição de Ensino: Instituto de Química de São Carlos - Universidade de São Paulo

PULSED PHOTOELECTRODEPOSITED MOS_X CO-CATALYST OVER SB_2S_3 FILMS FOR IMPROVEMENT OF SOLAR-DRIVEN HYDROGEN EVOLUTION REACTION

Resumo: Harvesting solar energy in photoelectrochemical (PEC) cells stands as a sustainable approach to obtaining hydrogen gas (H_2), which is a clean energy carrier with great potential to be one of the mainstream sources of energy in the future. Among the semiconductor materials studied for application in PEC systems, antimony(III) sulphide (Sb2S3) has stood out as a potential candidate due to its suitable indirect optical bandgap (E_g) of 1.6 eV and high absorption coefficient of 10^4- 10^5 cm^-1 (for photons with energy higher than its E_g)[1]. Additionally, Sb2S3 is a nontoxic material comprised of earth- abundant elements and having the conduction band edge potential suitably positioned for light-driven hydrogen evolution reaction (HER) [2], meaning that this semiconductor can be used as a photocathode in a PEC cell for H2 generation. Despite having these desired properties, the photoelectrocatalytic performance of Sb2S3 features some limiting factors, including poor charge carrier transport and deep intrinsic traps that favour charge carriers' recombination[3]. Herein, electrodeposited Sb2S3 films were superficially modified via pulsed photoelectrodeposition of earth-abundant MoSx co-catalyst and then evaluated for their HER photoelectroactivity. XRD characterisation of the Sb2S3 films indicated the formation of a pure Sb2S3 phase (PDF no. 42-1393). PEC analyses for the Sb2S3/MoSx films have shown a photocurrent density for the HER of −0.74 mA cm^-2 at 0 V vs. RHE in an acidic medium, which is 12.5 times higher than that of the bare Sb2S3 film (−0.059 mA cm^-2). Besides the improvement of photoelectroactivity for HER, the presence of MoSx hindered photocorrosion processes of Sb2S3 films, as evidenced by the percentage photocurrent density decay of Sb2S3/MoSx films (19.9%) which is smaller compared to that of bare Sb2S3 film (23.8%), after elapsed 3500 s of a stability test. Additional analyses based on electrochemical impedance spectroscopy under illumination revealed a decrease in the charge transfer resistance for Sb2S3/MoSx films compared to that with bare Sb2S3, confirming the improved photoresponse of the Sb2S3/MoSx films. Considering these results, it is remarked that the superficial modification of the Sb2S3 films by MoSx co-catalyst stands as a promising approach for improvement of semiconductors' photoelectroactivity and stability for HER, to be considered for large-scale applications.

Agradecimento: The authors would like to acknowledge the financial support under grant #2021/01268-3 and #2019/22183-6, São Paulo Research Foundation (FAPESP).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Mauro C Santos

Nome dos Apresentadores: Mauro C Santos, Mauro C Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal do ABC

ALKALINE DIRECT LIQUID FUEL CELLS: CATHODE MATERIALS

Resumo: Alkaline direct liquid fuel cells (ADLFC) [1] have recently enormous attention reducing the use of noble metals in electrocatalysts, e.g., platinum, which intensively reduces the cost of large-scale application of direct liquid fuel cells. For this reason, alkaline direct liquid fuel cells (ADLFC) present a great possibility for replacing conventional hydrogen-oxygen cells concerning some cases. There are already several practical applications for ADLFC, including military and medical equipment, domestic devices, electronics such as mobile phones and laptops, vehicles, security systems, etc. Considering liquid fuel for fuel cell applications, alcohols are focused due to their easy storage and handling, high energy density, and wide availability. These features make alcohols promising possible alternatives to power sources for stationary, portable, and transportation applications. Regarding these properties, this work studied [2] hybrid binary and ternary electrocatalysts with palladium and platinum alloy nanoparticles and ceria nanorods (CeO_2 NR) supported on carbon black Vulcan XC-72 (Pd_xPt_y/Vn and $(Pd_3Pt_1)_x(CeO_2\ NR)_y(Vn)_z$) in order to evaluate the oxygen reduction reaction (ORR) and its application as alkaline direct ethanol fuel cells (ADEFCs) cathodes. The cathode materials were characterized using different physicochemical and electrochemical techniques. The ternary hybrid electrocatalyst, $(Pd_3Pt_1)_{15}(CeO_2\ NR)_{10}(Vn)_{75}$, reached higher open circuit voltage (OCV), maximum current and power densities, of 1.13 V, 219 mA cm^{-2} and 61 mW cm^{-2}, respectively, compared to the commercial Pt/C Alfa Aesar (AA) and other evaluated electrocatalysts. The ternary hybrid electrocatalyst, $(Pd_3Pt_1)_{15}(CeO_2NR)_{10}(Vn)_{75}$, is interesting for application as an ADEFC cathode targeting the ORR, due to an almost 3-fold maximum power density and almost twice the maximum current density compared to a commercial electrocatalyst with the same noble metal loading, explained by increased defects and oxygenated species in this electrocatalyst as revealed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) and Raman analyses.

Agradecimento: CNPq, FAPESP (2017/10118-0) e CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: M. M. Brito, J. C. Rodrigues, L. H. Mascaro

Nome dos Apresentadores: M. M. Brito, J. C. Rodrigues, L. H. Mascaro, M. M. Brito

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos

INVESTIGATION OF THE CATALYTIC ACTIVITIES OF NI, CU AND P BASED FILMS AS CATHODES FOR ALKALINE WATER ELECTROLYSIS

Resumo: Due to the recent efforts to the production of renewable energy sources, such as green hydrogen, the search for alternative electrocatalysts for the hydrogen evolution reaction (HER) is an important subject. In the literature, there are reports that pure Ni or Ni-containing materials, for example, Ni-Cu-Mo [1] and Ni-Cu-P [2], are good electrocatalysts for HER in alkaline solutions, showing good activity and good stability, despite Cu does not present good electrocatalytic activity for HER, the incorporation of this element in another alloy shows a synergistic effect in the material. In this work, the effect of combining Cu and P with Ni by electrodeposition over mesh substrates in the electrocatalytic response for HER in NaOH 1 mol L^{-1}, was investigated, evaluating the response of the four electrodes, i.e., Ni, Ni-P (88% Ni and 12% P), Ni-Cu (17% Ni and 83% Cu), and Ni-Cu-P (22% Ni, 75% Cu, and 3% P) towards the reaction. The mesh substrate was chosen as an alternative to the typical planar electrodes, because of the facilitated transport through the electrode, making it able for application in electrolyzers. Comparing the overpotentials achieved at -10 mA cm^{-2}, the behavior of Ni and Ni-P at -10 mA cm^{-2} were similar, showing 270 mV and 250 mV, respectively, Ni-Cu presented the highest overpotential of 320 mV, and the lowest value was 218 mV for Ni-Cu-P. The Tafel slopes were determined as 140, 115, 159, and 89 mV dec^{-1} for Ni, Ni- P, Ni-Cu, and Ni-Cu-P, respectively, which also evidences the synergistic effect in the ternary alloy. The average rugosities of the surfaces were obtained by atomic force microscopy as 2.2, 2.3, 8.4, and 7.6 nm for Ni, Ni-P, Ni-Cu, and Ni-Cu-P, respectively. Once Ni-Cu and Ni-Cu-P showed similar rugosities, and they were the worst and the better electrode, respectively, it can be verified that the enhancement in the catalytic activity is not related to the surficial area.

Agradecimento: Acknowledges: CINE, CNPq, FAPESP, FAPESP/SHELL.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Katiúscia Nobre Borba, Letícia Guerreiro da Trindade, Letícia Zanchet, Demétrius W. Lima, Fernanda Trombetta da Silva, Katia Bernardo Gusmão

Nome dos Apresentadores: Katiúscia Nobre Borba, Letícia Guerreiro da Trindade, Letícia Zanchet, Demétrius W. Lima, Fernanda Trombetta da Silva, Katia Bernardo Gusmão, Katiuscia Nobre Borba

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Universidade Federal de São Paulo, Universidade Federal do Rio Grande do Sul,Universidade Federal do Pampa, Universidade Federal de Rio Grande,Universidade Federal do Rio Grande do Sul

MEMBRANAS DE SPEEK - MOF COM LÍQUIDO IÔNICO ENCAPSULADO PARA PRODUÇÃO DE ENERGIA EM CÉLULAS A COMBUSTÍVEL RESUMO:

Ao passo que a população aumenta, há também uma demanda crescente por energia, que é suprida principalmente por combustíveis fósseis [1]. A utilização de fontes de energia não renováveis leva a uma crescente preocupação com uma crise energética eminente [2]. No atual cenário mundial, há a necessidade da busca pelo equilíbrio entre o uso de fontes variadas de produção de energia para que se torne sustentável, renovável e acessível o consumo de energia. Portanto, é crucial realizar pesquisas para o desenvolvimento de novas formas de geração de energia usando tecnologias de energia sustentável, evitando assim o esgotamento das fontes de energia atuais e reduzindo os problemas ambientais. As tecnologias baseadas em energia renovável incluem o uso de células a combustível (FCs), que têm se destacado como fonte de energia limpa dentre inúmeras novas tecnologias [2]. Neste contexto particular, as membranas trocadoras de prótons (PEMs) têm sido amplamente investigadas visando melhorar seu desempenho em FCs [3]. Para que as membranas tenham um melhor desempenho dentro das FCs, elas devem ser ao mesmo tempo boas condutores de prótons e isolantes eletrônicos. Além disso, os materiais utilizados devem proporcionar estabilidade térmica e evitar cruzamento de combustível [4]. Pensando em desenvolver novas tecnologias, os líquidos iônicos (ILs) em diferentes concentrações foram encapsulados na estrutura UiO-66 (Zr-MOF) e essas amostras foram incorporadas em poli(éter éter cetona)sulfonado (SPEEK). A influência da concentração do IL encapsulado em Zr-MOF foi avaliado através da morfologia e estabilidade térmica e química das membranas modificadas. A incorporação de 7,5% em peso de Zr-MOF no SPEEK produziu membranas com alta condutividade de prótons, tornando esta a melhor razão de massa para a incorporação dos ILs. O ângulo de contato e a análise de inchamento indicam que a presença desses ILs confere estabilidade à membrana, evitando que ela absorva grandes quantidades de água. Também foram usadas razões em massa de 2,5 e 5,0% em peso de ILs encapsulados em Zr-MOF. Resultados de condutividade de prótons mostram que uma maior concentração de líquido iônico gera aglomerados, limitando a mobilidade de prótons nas membranas. Dentre os líquidos iônicos testados, o TEA-PS.HSO4 apresenta os melhores valores de condutividade de prótons, entre 92 e 140 mS cm^{-1}. Esses resultados indicam que a Zr- MOF/TEA-PS.HSO4 é promissora para o uso como PEM para células a combustível.

Agradecimento: Capes.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Eduardo Parma, Raphael Nagao

Nome dos Apresentadores: Eduardo Parma, Raphael Nagao, Eduardo Parma

Instituição de Ensino: Instituto de Química da Unicamp, Centro de Inovação em Novas Energias

MODULATING ELECTROCHEMICAL OSCILLATIONS IN LITHIUM-ION BATTERY SIMULATIONS

Resumo: In 2018, $Li_4Ti_5O_{12}$ (LTO) electrodes induced voltage oscillations during the galvanostatic operation of Li-ion batteries, the first time the behavior was reported for this system.[1] The oscillations stem from LTO's phase- separation behavior, in which electrode particles tend to adopt either Li-poor or Li-rich states. As intercalation happens, many (~10^9) particles jointly undergo phase transition in discrete events, resulting in the macroscopic voltage oscillations. Nevertheless, it is still unclear what properties from the system promote this unique behavior. In this work, we use numerical simulations to relate electrolyte mass transport and surface energy parameters to the oscillation properties, focusing on amplitude. With the simulation data, it was shown that particle transition ordering impacts the oscillations properties at low capacities, consequence of a transitioning frontier that may form in transport-impaired electrodes. Moreover, surface wetting had a direct influence in the intraparticle phase transition dynamics. This changes Li^+ surface concentration, having consequences to the intercalation kinetics, and ultimately leading to oscillations with notably larger periods, and an expansion of oscillation amplitude in about 300%. These results may be used to guide experimentalists in designing experiments for enhanced oscillatory behavior, thereby facilitating further studies on the phenomenon. Also, analysis of the extensive simulation data provide insight on how the actual phase transitioning process happens, contributing to a better understanding of the oscillation mechanism.

Agradecimento: Fapesp, CNPq, Shell.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Raquel Anastácio Amaral, Marcio Vidotti

Nome dos Apresentadores: Raquel Anastácio Amaral, Marcio Vidotti , Raquel Anastácio Amaral

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Paraná

INFLUÊNCIA DA AGITAÇÃO MAGNÉTICA NA SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE ELETRODOS DE POLIPIRROL PARA SUPERCAPACITORES

Resumo: Este estudo investigou a influência da agitação magnética na síntese e caracterização de eletrodos de supercapacitores fabricados por eletrodeposição de polipirrol sobre substrato de aço. A eletrodeposição foi realizada utilizando a técnica de cronoamperometria, com cargas de deposição variando entre 100 e 1000 mC/cm^2. Após a síntese dos eletrodos, foram conduzidos estudos de caracterização eletroquímica utilizando sulfato de sódio como eletrólito. As análises incluíram a obtenção de curvas de carga e descarga, volumetria cíclica e imagens por microscopia eletrônica de varredura. Os resultados revelaram que a síntese dos eletrodos com agitação magnética resultou em características aprimoradas em comparação com a síntese sem agitação. Os eletrodos sintetizados com agitação apresentaram uma maior capacitância, corrente e estabilidade, além de evidenciar que essa diferença entre condições de síntese se torna mais significativa em cargas de deposição mais altas. A análise por microscopia eletrônica de varredura evidenciou uma morfologia mais uniforme e uma distribuição mais homogênea do polipirrol nos eletrodos sintetizados com agitação magnética. Essas características contribuíram para as melhorias observadas nas propriedades eletroquímicas dos eletrodos. Além disso, foi possível notar uma diferença significativa entre os eletrodos sintetizados por cargas mais altas de deposição. Nos eletrodos sintetizados em agitação magnética, observou-se uma morfologia mais uniforme, com uma superfície lisa e aspecto de filme contínuo. Por outro lado, nos eletrodos sintetizados sem agitação, foram observadas a formação de várias estruturas globulares, com tamanhos aparentemente maiores em relação às partículas presentes nos eletrodos sintetizados com agitação. Essas diferenças morfológicas indicam que a agitação magnética desempenha um papel crucial na distribuição e conformação das partículas de polipirrol durante a eletrodeposição. A agitação magnética promove uma dispersão mais homogênea do polímero sobre o substrato, resultando em uma superfície mais uniforme e sem a presença de aglomerados visíveis. Em conclusão, os resultados deste estudo demonstram que a agitação magnética durante a síntese dos eletrodos de supercapacitores por eletrodeposição de polipirrol sobre substrato de aço, utilizando a técnica de cronoamperometria, promoveu melhorias significativas no desempenho e nas propriedades eletroquímicas.

Agradecimento: CAPES, UFPR, UNIVATES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Julia da Silva Menezes, Ana Maria Rocco

Nome dos Apresentadores: Julia da Silva Menezes, Ana Maria Rocco , Ana Maria Rocco

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola de Química, Grupo de Materiais Condutores e Energia

EFEITO DO AGENTE RETICULANTE NAS PROPRIEDADES DE CONDUÇÃO IÔNICA DE ELETRÓLITOS BASEADOS EM UMA REDE POLIMÉRICA SEMI-INTERPENETRANTE (SIPN)

Resumo: Células a combustível com membranas de troca protônica (PEMFC) são uma alternativa promissora para uso em veículos elétricos. A membrana Nafion® é líder de mercado e apresenta uma separação de fases na nanoescala, originando uma morfologia de domínios hidrofóbicos e hidrofílicos [1], que pode ser avaliada por microscopia de força atômica (AFM). Sistemas de redes poliméricas semi-interpenetrantes [2] (SIPNs) são pouco estudados em sua substituição, comparados a outros polímeros como o SPEEK e o PBI. O objetivo deste trabalho é comparar o efeito do agente reticulante nas propriedades de condução iônica de membranas SIPN. Empregou-se nas sínteses [3] o diglicidil éter do bisfenol A (DGEBA) e os agentes de cura DDS (diamino difenil sulfona, $SIPN_D$) e TETA (Trietilenotetramina, $SIPN_T$) na presença da polietilenoimina (PEI), que variou de 33 a 50 % (m/m) em relação à massa total. Todas as amostras formam membranas, por *casting*, com alta estabilidade dimensional, térmica e eletroquímica. As amostras foram caracterizadas para este trabalho por FTIR, RMN e AFM. Para a espectroscopia de impedância eletroquímica, EIS, foram empregadas frequências de 10 mHz a 1 MHz, temperaturas entre 20 e 80 °C e eletrodos de aço de 0,785 cm^2. As membranas foram estudadas após imersão (24 h) em solução aquosa de H_3PO_4 20 %. Por RMN e FTIR, confirmou-se a formação da rede. No FTIR, o desaparecimento da banda a 905 cm^{-1} indica a abertura do anel epóxi na reação. Por AFM observou-se que, os domínios nanométricos hidrofílicos (PEI) dispersos pela matriz epoxídica, hidrofóbica, são menores para o DDS, do que para o TETA. Esse efeito é esperado, pois as moléculas reticulantes apresentam estruturas diferentes estrategicamente escolhidas para inferir alterações nanoestruturais na SIPN. Observou-se nos espectros EIS (Nyquist) comportamento capacitivo-resistivo, característico de membranas condutoras iônicas com baixos valores de resistência. As amostras apresentaram condutividade (σ) termoativada com valores máximos alcançados a 80 °C, $SIPN_{T50}$=1,04 × 10^{-3} e $SIPN_{D50}$ = 8,79 ×10^{-2} $\Omega^{-1}cm^{-1}$ (médias de triplicata). Atribuiu-se a melhor σ da $SIPN_{D50}$ às diferenças nanoestruturais indutoras de maior homogeneidade de distribuição da fase hidrofílica na fase hidrofóbica, a qual permitiu uma concentração real de ácido nas membranas (titulação da solução pós-imersão) de 12,5 % na $SIPN_{D50}$ contra 2 % na $SIPN_{T50}$. As matrizes poliméricas indicam serem apropriadas para estudos da sulfonação das membranas.

Agradecimento: FAPERJ (E-26/010.000.982/2019).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Alex Soares Castro, Valeria Reginatto, Adalgisa Rodrigues de Andrade

Nome dos Apresentadores: Alex Soares Castro, Valeria Reginatto, Adalgisa Rodrigues de Andrade, Alex Soares Castro

Instituição de Ensino: Faculdade de Filosofia Ciências e Letras de Ribeirão Preto/ Universidade de São Paulo (USP)

AVALIAÇÃO DE ESTRATÉGIAS PARA FORMAÇÃO DE BIOCATALISADORES EM CÉLULAS A COMBUSTÍVEL MICROBIANA (MFCS)

Resumo: Nas últimas décadas, a possibilidade de trocar catalisadores inorgânicos por biológicos vêm chamando a atenção de pesquisadores da área de energia verde, com isso, células a combustível microbiana (MFCs) vêm sendo desenvolvidas a partir da inserção de bactérias como catalisador para produção de energia elétrica pela ação de microrganismos. Assim, o presente trabalho visa avaliar duas estratégias para formação do biofilme usado como catalisador em um ânodo de uma MFC para produção de energia. Foi usada uma MFC de câmara dupla, uma bucha de fibra de carbono (ânodo) e, um tecido de carbono com 40% de platina (cátodo) prensado em uma membrana de Nafion117, usada para separar as câmaras. Os eletrodos foram conectados por uma R_{ext} de 1000 Ω. Para o crescimento do biofilme (catalisador) foi usado um inóculo (cultura mista) de tratamento de esgoto (ETE) da cidade de Ribeirão Preto/SP e como meio de cultura, uma solução Lovley, também usada como eletrólito suporte nas análises eletroquímicas. Para aclimatação da microbiota formadora do biofilme foram seguidas duas estratégias: na *estratégia I* (E-1) o filme foi aclimatado a partir do aumento da concentração de glicerol, na qual se iniciou com 0,5 até 1,5 $g.L^{-1}$; e, na *estratégia II* (E-2) o filme foi aclimatado a partir de acetato de sódio e aumento da concentração de glicerol até 1,5 $g.L^{-1}$, como descrito na literatura[1]. Os resultados da análise do sequenciamento da microbiota mostraram que as diferentes estratégias selecionam abundâncias diferentes de microrganismos exoeletrogênicos (capazes de liberar elétrons), o que reflete diretamente na produção de energia elétrica. Com a E-2 foi obtida uma tensão igual a 550 mV, valor 3,6 x maior ao valor obtido com a E-1 (160 mV). Teste de potência foram usados para analisar a energia gerada. Ao final da E-1, foi registrada uma potência (P) = 17,2 $mW.m^2$. Em contrapartida, na E-2 foi obtida uma potência 3,5x mais alta (P = 65,1 $mW.m^2$). Por fim, este trabalho mostra que aclimatação dos biorreatores muda a atividade e potencia gerada sendo aclimatação branda mais eficiente. Comparando-se a MFC desenvolvida neste trabalho com outras descritas na literatura[1-4], é notório o bom desempenho energético da MFC desenvolvida.

Agradecimento: Os autores agradecem à Fundação de Amparo à Pesquisa de São Paulo (FAPESP) (Processos: 2014/50945-4, 2019/24916-0, 2021/010134-7 e 2022/04024-0), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) (Processo: 88887136426/2017/00) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) (INCT 465571/2014-0).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Roger Gonçalves, Ernesto Chaves Pereira

Nome dos Apresentadores: Roger Gonçalves, Ernesto Chaves Pereira, Roger Gonçalves

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos

COMPÓSITO DE POLIPIRROL/NITRETO DE CARBONO E PARTÍCULAS METÁLICAS PARA REAÇÃO DE DESPRENDIMENTO DE HIDROGÊNIO

Resumo: Polímeros condutores (PCs) são materiais orgânicos que possuem a capacidade de conduzir eletricidade devido as cadeias longas com ligações conjugadas, que permitem o transporte de elétrons. Sua principal vantagem é a flexibilidade, o que permite sua aplicação em dispositivos eletrônicos flexíveis[1]. Além disso, os PCs são mais leves e menos dispendiosos do que os materiais inorgânicos tradicionais, tornando-os promissores para aplicações em eletrônica de baixo custo e energia renovável. O nitreto de carbono (C_3N_4) é um material composto por átomos de carbono e nitrogênio, formando uma estrutura cristalina. Possui propriedades únicas, como alta dureza, estabilidade térmica e condutividade elétrica, além de ser uma conhecida plataforma para catálise. É utilizado em eletrônica avançada e dispositivos optoeletrônicos, devido à sua resistência, condutividade e transparência óptica[2]. O polipirrol é um PC de fácil obtenção em meio aquoso com propriedades óticas e elétricas importantes para aplicação em sistemas eletroquímicos além de excelente compatibilidade com o C_3N_4[3]. Os metais mais catalíticos para desprendimento de hidrogênio (HER) são a Pt e Ir, embora tenham custo elevado, podem ser aplicados em pequena quantidade como dopantes em outros sistemas. Desta forma, o presente trabalho estudou a síntese de compósitos de PPy+C_3N_4+Pt-Ir e sua aplicação como eletrodos para HER. O C_3N_4 foi obtido pelo método de termopolimerização da ureia. Após, 10 mg de C_3N4 foram adicionados em 10 mL de solução contendo pirrol 0,1 mol L^{-1} com 0,5 mol L^{-1} de HNO_3 como eletrólito. Usando uma célula de 3 eletrodos, o PPy+C_3N_4 foi obtido co- eletrodeposição sobre um substrato de aço 420 usando potencial constante a 0,8 V até carga de 300 mC cm^{-2}. Em seguida, os filmes foram lavados com 0,5 mol L^{-1} de HNO_3 e então submetidos a deposição de Pr e Ir em banho contendo o cátion de ambos, nas concentrações de 4 mmol L^{-1} e 2 mmol L^{-1} respectivamente e 0,1 mol L^{-1} de H_2SO_4. Também foi usado potencial constante de -0,55 V por 20s. Os filmes prontos foram então submetidos a caracterização físicas, morfológicas e eletroquímicas. O compósito de Ppy/C_3N_4 se mostrou ser um excelente material como suporte para as partículas metálicas, uma vez que além das propriedades eletrônicas únicas, apresenta alta área eletroativa. As propriedades catalíticas da Pt e do Ir para desprendimento de hidrogênio levaram a uma diminuição no sobrepotencial da reação, bem como um aumento de desempenho do novo material.

Agradecimento: Os autores agradecem o apoio financeiro fornecido pelas agências de fomento brasileiras, que incluem o Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq (bolsa n° 465571/2014-0), Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (bolsa n° 2013/07296-2) e a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES - Código Financeiro 001).

ISBN 978-85-8167-307-3

Inovações em Eletroquímica e Eletroanalítica

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: João Francisco Ramos Ribeiro Neto, Gabriel Wosiak Leite, Ernesto Chaves Pereira de Souza

Nome dos Apresentadores: João Francisco Ramos Ribeiro Neto, Gabriel Wosiak Leite, Ernesto Chaves Pereira de Souza, João Francisco Ramos Ribeiro Neto

Instituição de Ensino: Universidade Estadual do Centro-Oeste, Universidade Federal de São Carlos

MONTAGEM E CARACTERIZAÇÃO DE SISTEMA ELETROQUÍMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS COM FLUXO FORÇADO

Resumo: A busca para otimização de sistemas eletroquímicos é grandemente estudada, devido sua importância e suas utilidades em diversas áreas da química. À vista disso, diversas formas de energia são utilizadas juntamente a esses sistemas em busca de diminuir a energia gasta nas aplicações, e torná-las cada vez mais versáteis e eficientes. Como exemplo, a faixa de micro- ondas do espectro eletromagnético, esta pode ser usada para acoplamento, com interesse principalmente no aquecimento de materiais devido ao fenômeno de aquecimento dielétrico. Assim o presente trabalho, se baseando no pouco explorado sistema eletroquímico acoplado a controle de fluxo, e assistido por um micro-ondas doméstico (MO), buscou estudar formas de otimização para a montagem do sistema. Primeiramente foram empregadas simulações computacionais do sistema, no software COMSOL Multiphysics®, a fim de esclarecer os locais de melhor posicionamento dos componentes eletroquímicos na cavidade do micro-ondas, e também a fim de elucidar sobre parâmetros geométricos inerentes ao sistema eletroquímico, que posteriormente foram levados em consideração durante o planejamento, montagem e caracterização do sistema, visando reprodutibilidade. Segundo os métodos quimiométricos utilizados para análise dos dados, os fatores de maior importância, segundo as simulações, foram o volume da célula, condutividade do eletrólito e potência do MO, sendo suas interações cruzadas também relevantes. Finalmente, o sistema montado de forma simplificada comparado à literatura, se mostrou eficiente em assistir processos eletroquímicos, aumentando, no macro eletrodo de platina, 34 vezes a corrente na ausência de fluxo, e 7,5 vezes com fluxo máximo 73 mL/min.

Agradecimento: Gostaria de agradecer ao meu orientador, Prof. Dr. Ernesto Chaves Pereira de Souza, por toda a ajuda no desenvolvimento acadêmico, preocupação com minha saúde e pelo incentivo tão grande a pesquisa. Quero agradecer ao Gabriel Wosiak Leite por toda a ajuda no desenvolvimento do trabalho, tem sido uma honra aprender com sua genialidade como pesquisador e como pessoa. Gostaria também de agradecer ao Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica da UFSCar por toda a estrutura fornecida para a realização deste trabalho.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Maísa Azevedo Beluomini, Nelson Ramos Stradiotto, Neil B. McKeown, Maria Valnice Boldrin Zanoni, Frank Marken.

Nome dos Apresentadores: Maísa Azevedo Beluomini, Nelson Ramos Stradiotto, Neil B. McKeown, Maria Valnice Boldrin Zanoni, Frank Marken. , Maísa Azevedo Beluomini

Instituição de Ensino: São Paulo State University (UNESP), University of Edinburgh, University of Bath.

ELECTROCHEMICAL INVESTIGATION OF TRIPHASIC OXYGEN STORAGE IN WET NANOPARTICULATE POLYMER OF INTRINSIC MICROPOROSITY (PIM-1)

Resumo: The triphasic interaction of gases with electrode surfaces immersed in aqueous electrolyte is crucial in electrochemical technologies (fuel cells, batteries, sensors, etc). Some microporous materials modify this interaction via triphasic storage capacity for gases in aqueous environments linked to changes in apparent gas activity and reactivity. We have recently shown that polymers of intrinsic microscopy (PIMs) and in particular PIM-1 provide a material for localised triphasic gas storage (directly at the electrode surface) in aqueous media for example for hydrogen or for oxygen [1]. In this study chronoamperometry transient data for oxygen reduction at platinum electrodes are measured to give apparent concentration and apparent diffusivity data for oxygen at the electrode surface. A 0.1 mol L-1 concentration of phosphate buffer solution pH 7 was used as a background electrolyte solution for all experiments. Data are obtained as a function of PIM-1 nanoparticle film thickness at the platinum electrode surface. As a function of time, the current transients are shown to switch between internal diffusion within the PIM-1 nanoparticle film and external diffusion in the aqueous electrolyte. Combining data for different thicknesses of PIM-1 deposits allows both $C_{app,oxygen}$ and $D_{app,oxygen}$ within the PIM-1 nanoparticle films to be determined (typically $D_{oxygen} = 2.8 \times 10^{-9}$ m^2s^{-1}; $C_{oxygen} = 0.3$ mM is substantially modified to approx. $D_{app,oxygen} = 10^{-13}$ m^2s^{-1}; $C_{app,oxygen} = 50$ mM.); It is demonstrated that PIM-1 can increase the local concentration of oxygen by two orders of magnitude. These results demonstrate that “gas storage” is possible directly at electrode surfaces and that traditional limits of solubility in aqueous are readily overcome in the design of new types of triphasic electrode processes (note that under 1 bar oxygen the apparent concentration of oxygen reaches 0.25 M). These results imply that very similar storage effects are possible for other poorly water-soluble gases. This phenomenon will allow gaseous products to be generated and stored similar to the case of battery energy storage (a “hydrogen battery”) but without the need for lithium and intercalation reactions. Further potential for application and for further structural evolution of PIM materials for enhanced performance and for specific applications is high.

Agradecimento: M.A.B. is particularly grateful for the São Paulo Research Foundation (FAPESP) for a post-doctorate scholarship (grants 2020/01822-8 and 2018/13121-6) . F.M. thanks EPSRC for support (EP/K004956/1).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Renata Lima, Bruna Hryniewiz, Marcio Vidotti

Nome dos Apresentadores: Renata Lima, Bruna Hryniewiz, Marcio Vidotti, Renata Lima

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Paraná

USO DE PIRÓLISE CONTROLADA PARA CONVERSÃO DE RESÍDUOS TÊXTEIS EM MATERIAIS CONDUTORES

Resumo: Nos últimos anos, houve um aumento significativo na produção de têxtil e, consequentemente, na geração de resíduos. Apenas no Brasil, cerca de 175.000 toneladas deste tipo de resíduos são geradas, sendo destes somente 36.000 toneladas reaproveitados. Neste contexto, este trabalho visou a utilização de resíduos têxtis como base na conversão a materiais condutores, a fim de agregar valor a um material que é descartado. Para tanto, foi utilizado o processo de pirólise em elevadas temperaturas e em atmosfera controlada com caráter redutor, gerando a estrutura grafítica, confirmado por meio de técnicas como FTIR, TGA, Espectroscopia Raman, DRX e MET. Adicionalmente, foram realizadas medidas de ângulo de contato para determinar a molhabilidade do material com água, tendo sido obtido um ângulo médio de 118°, demonstrando um caráter hidrofóbico, característica de estruturas grafíticas com ligações sp^2. A área superficial do material sintetizado foi obtida por isotermas de adsorção BET, em que se pode verificar a formação de um material com área superficial elevada, com valor médio obtido de 433 m^2/g, o que é uma característica de grande interesse para a aplicação em dispositivos eletroquímicos, aliado a uma condutividade elétrica de 3,17 S/cm, valor obtido por medidas de resistividade elétrica utilizando o método de 4 pontas. A partir dos resultados obtidos até agora neste trabalho, o material desenvolvido se mostra promissor para a aplicação em dispositivos eletroquímicos de alto desempenho.

Agradecimento: CME, CAPES, CNPq, UFPR.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Lorranne Marins-Gonçalves, Djenaine de Souza

Nome dos Apresentadores: Lorranne Marins-Gonçalves, Djenaine de Souza, Lorranne Marins-Gonçalves

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Uberlândia

DETERMINAÇÃO ANALÍTICA DE FURFURAL EMPREGANDO ELETRODO SÓLIDO

Resumo: O furfural é uma molécula de grande importância para indústrias de alimentos e processos. A detecção é realizada frequentemente utilizando-se técnicas cromatográficas. Entretanto, a determinação analítica em amostras complexas requer etapas de preparo de amostras que resultam em alto custo, lentidão e geração de resíduos tóxicos. Os métodos eletroanalíticos, surgem como uma vantajosa alternativa, por serem metodologias rápidas, simples, de baixo custo, e de alta sensibilidade.A maioria dos trabalhos publicados para a determinação eletroanalítica de furfural envolve o uso de eletrodos quimicamente modificados, os quais podem trazer dificuldades na reprodutibilidade dos sinais analíticos e envenenamento da superfície dos eletrodos, e relativo, aumento dos custos para a análise química. O objetivo desse trabalho foi empregar eletrodo sólido de amálgama de prata para estudar o comportamento eletroquímico e desenvolver uma metodologia rápida, simples, reprodutível e de baixo custo para detectar furfural em amostras de alimentos industrializados. Utilizando-se a voltametria de onda quadrada foram realizados testes de eletroatividade para avaliar a reação de redução e oxidação do furfural, no intervalo de potencial de 0 V a -1,8 V e -1,8 V a 0 V, respectivamente. Na redução, observou-se um pico voltamétrico bem definido em -1,4 V em uma solução de tetraborato de sódio 0,025 mol L^{-1}. Para a oxidação, utilizando-se uma solução tampão Britton-Robbinson em pH 12,0, observou-se a presença de três picos voltamétricos bem definidos, em -0,6 V, -1,0 V e -1,4 V. Em ambos os testes foram utilizados frequência de aplicação de pulso de potencial de 100 s^{-1}, incremento de varredura de potencial de 2 mV e amplitude de pulso de 50 mV. As condições experimentais (pH) e voltamétricas foram otimizadas considerando-se a redução e a oxidação, e a partir dos resultados, foram construídas curvas de calibração para oxidação e redução, observando uma faixa linear de 0,15 nmol L^{-1} a 9,50 nmol L^{-1}. A curva apresentou o perfil gaussiano característico de processos químicos interfaciais descritos por isotermas de Langmuir, nas curvas de calibração construídas, deste modo, a gaussiana foi linearizada usando a função de regressão logística, obtendo uma curva linear para a oxidação e redução. Com a linearização foram obtidos os parâmetros analíticos (LOD, LOQ, reprodutibilidade, repetibilidade e recuperação). A metodologia será aplicada para a determinação de furfural em amostras de bebidas.

Agradecimento: Pró-reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação (PROPP) da Universidade Federal de Uberlândia (UFU) e Fundação de Amparo à Pesquisa de Minas Gerais (FAPEMIG), processo APQ-01878-22. Pelo auxílio financeiro, Lorranne Marins-Gonçalves agradece à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de mestrado.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Rodrigo Marcelo Ramos, Thiago Regis Longo da Paixão, Davi Marques de Farias , Fernando Amaral Fernandes

Nome dos Apresentadores: Rodrigo Marcelo Ramos, Thiago Regis Longo da Paixão, Davi Marques de Farias , Fernando Amaral Fernandes, Rodrigo Marcelo Ramos

Instituição de Ensino: Instituto de Química - USP

CALIBRAÇÃO MULTIPOTENCIAL: UMA ABORDAGEM INOVADORA PARA A CALIBRAÇÃO MULTIENERGÉTICA VISANDO APLICAÇÕES ELETROANALÍTICAS

Resumo: As curvas analíticas, às vezes chamadas de curvas de calibração, são essenciais para quantificar a concentração de um analito em uma amostra. Existem vários métodos para estabelecer essas curvas e a escolha do método depende dos requisitos de análise, natureza da amostra e possíveis efeitos ou interferências da matriz. Para melhorar a exatidão, métodos de detecção ratiométrica[1], que podem ser utilizados para corrigir quaisquer variações nas condições experimentais, tem sido extensivamente empregados em eletroquímica. No entanto, usando essa abordagem, uma curva analítica completa ainda precisa ser realizada, bem como dois ou mais sinais são normalmente monitorados. Recentemente, a calibração multienergia tem surgido como uma nova estratégia de calibração e vem sendo utilizada em vários métodos analíticos, em especial nas técnicas espectroscópicas[2]. Nesse método, o sinal analítico é registrado em diferentes energias (comprimentos de onda) para levar em consideração as variações na resposta do instrumento e os efeitos da matriz da amostra. Isso permite uma quantificação mais precisa dos analitos alvo, sem a necessidade de uma curva analítica completa, adição de um composto de referência ou o uso de múltiplos sensores. O presente trabalho propõe o uso do sinal de corrente em diferentes valores de potencial para obter gráficos de calibração multienergia. Os resultados serão comparados com os valores obtidos usando curvas analíticas tradicionais em diferentes eletrodos. Acredita-se que essa abordagem de calibração multienergia pode superar as limitações dos métodos convencionais em dispositivos de baixo custo, permitindo uma quantificação mais precisa dos analitos de interesse, contribuindo para a disseminação e utilização mais ampla de sensores eletroquímicos fabricados com materiais mais acessíveis.

Agradecimento: Prof. Dr. Thiago Paixão, IQ-USP, Capes, FAPESP, CNPQ.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Iendel Rubio do Nascimento, Klícia Carla de Santana de Lima, Lidilhone Hamerski Carbonezi, Eliane D'Elia

Nome dos Apresentadores: Iendel Rubio do Nascimento, Klícia Carla de Santana de Lima, Lidilhone Hamerski Carbonezi, Eliane D'Elia, IENDEL RUBIO DO NASCIMENTO

Instituição de Ensino: UFRJ

EXTRATO DE *ARMORACEA RUSTICANA* "WASABI" USADO PRIMEIRAMENTE COMO UM INIBIDOR DE CORROSÃO VERDE COM ALTA EFICÁCIA PARA AÇO CARBONO EM MEIO ÁCIDO

Resumo: A culinária japonesa apresentou ao mundo um tempero chamado wasabi, um gosto picante pela presença de um composto volátil - isotiocianato de alilo. O wasabi verdadeiro é obtido do rizoma (caule subterrâneo) ou da haste da planta de wasabi (*Eutrema japonicum* ou *Wasabia japonica*). No Brasil é vendido na forma em pó (desidratado) ou em pasta. Através de levantamento bibliográfico, verificou-se grupos químicos de grande interesse para o estudo de um novo inibidor de corrosão a partir do wasabi. O desenvolvimento de novos inibidores de corrosão é de suma importância, já que eles retardam o progresso corrosivo, protegendo o material. Neste sentido foi preparado o extrato etanólico da planta *Armoracea rusticana* (raiz forte típica do Leste europeu). Este extrato foi aplicado diretamente no meio corrosivo HCl 1 mol L^{-1} em diferentes concentrações para a avaliação de seu desempenho como inibidor de corrosão através de ensaios gravimétricos (em função da concentração, tempo e temperatura) e medidas eletroquímicas de Impedância Eletroquímica e de Curvas de Polarização Potenciodinâmica). Utilizou-se nos ensaios eletroquímicos uma célula composta por 3 eletrodos: eletrodo de referência de calomelano saturado (Hg/Hg_2Cl_2), um contra- eletrodo de platina e amostras de aço carbono 1020 como eletrodo de trabalho. A caracterização química do inibidor foi realizada por LC-MS, enquanto a caracterização morfológica da superfície metálica foi obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura-MEV. Os resultados mostraram que o aumento na concentração do extrato resultou em um aumento gradual na eficiência de corrosão (de 73,1% a 100 mg L^{-1} para 95,3% a 800 mg L^{-1}) a partir dos resultados de medidas de impedância eletroquímica. Todos os ensaios foram realizados em triplicata com desvio inferior a 3%. As curvas de polarização potenciodinâmica mostram que o extrato etanólico do Wasabi atua como um inibidor do tipo misto, com predominância na região catódica. A análise morfológica na presença do extrato etanólico do Wasabi revelou uma superfície bem menos rugosa quando comparada ao branco. O presente estudo mostrou que o extrato etanólico do Wasabi planta *Armoracea rusticana* atua como eficiente inibidor de corrosão para aço carbono 1020 em solução de HCl 1 mol L^{-1}, sendo assim, uma alternativa promissora aos inibidores comerciais sintéticos.

Agradecimento: PGQU-UFRJ / IPPN-UFRJ / CETEM / CAPES.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Davi Marques de Farias; Gabriel Negrão Meloni; Thiago Regis Cesar Longo da Paixão

Nome dos Apresentadores: Davi Marques de Farias, Davi Marques de Farias; Gabriel Negrão Meloni; Thiago Regis Cesar Longo da Paixão

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo

TUNING THE TRACKS: OPTIMIZING CO_2 LASER PARAMETERS FOR THE FABRICATION OF ELECTROCHEMICAL DEVICES WITH PHENOLIC RESIN SUBSTRATE

Resumo: The interest in developing alternative electrochemical devices has experienced significant growth in the last 15 years, driven by the need to address social demands in the clinical, environmental, and food sectors [1]. The effective combination of substrate selection and the manufacturing protocol employed sustains interest in these devices. Among the available substrates, phenolic resin is a polymer with suitable rigidity and desirable physicochemical properties[2]. One of the highlighted manufacturing protocols is CO_2 laser ablation. The CO_2 source induces transformations on the substrate surface, forming conductive carbon tracks [3]. Devices developed through CO_2 ablation are associated with additional surface treatments to enhance their electroanalytical performance [4]. In this context, the main objective of this study is to elucidate the instrumental parameters of the CO_2 laser that enable the development of alternative electrochemical devices without the need for additional surface treatments, such as polarization activation or species sorption on the working surface. The most impactful evaluated parameters were laser power and gap resolution. Gap resolution is an intrinsic parameter of the equipment's software that controls the distance between carbonized lines during CO_2 beam incidence. Initial studies have shown that nominal powers close to 2.0 W result in electrochemical devices with higher current magnitudes (I_p), regardless of the electroactive molecule used. Additionally, smaller distances between carbonized lines exhibit better electrical conductivity. However, this behavior does not necessarily translate into efficient electronic transfer between the working surface and redox probes. Subsequent studies assessed the voltammetric profiles of different electroactive molecules by varying the distances between carbonized lines. Preliminary results indicated a relationship between line distances and current magnitudes observed during electronic transfer between the electroactive molecule and the working surface. Furthermore, the impact of line distances on the electrochemical response of the evaluated species differed. Hence, it is possible to modulate line distances for different electroactive molecules, developing specific devices for each electroanalytical purpose.

Agradecimento: CNPq; CAPES, FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Emerson Daniel da Conceição Ferreira, Idelso Candido Pereira, Gabriel Oliveira dos Santos, Karine Carvalho Volkmer, Fernanda Trombetta

Nome dos Apresentadores: Emerson Daniel da Conceição Ferreira, Idelso Candido Pereira, Gabriel Oliveira dos Santos, Karine Carvalho Volkmer, Fernanda Trombetta, Emerson Daniel da Conceição Ferreira

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande - Campus Santo Antônio da Patrulha

DESENVOLVIMENTO DE UM PROTÓTIPO PARA A PRODUÇÃO DE HIDROGÊNIO E TRATAMENTO DE EFLUENTES AGROINDUSTRIAIS

Resumo: A transição para uma matriz energética mais sustentável tem se tornado uma prioridade global, impulsionada pela necessidade de mitigar os impactos ambientais decorrentes do uso intensivo de combustíveis fósseis [1]. Nesse contexto, o hidrogênio tem emergido como uma opção promissora para a diversificação e descarbonização do setor energético [2]. O processo de eletrólise necessita de uma fonte externa de energia para romper das ligações químicas da molécula da água, e formação das ligações química que formam os gases oxigênio e hidrogênio. Se essa fonte de energia, for uma energia renovável, tal como solar e eólica, o hidrogênio é classificado como verde, sendo a forma mais ambientalmente amigável de formação do hidrogênio. A utilização da eletricidade como método de tratamento de água foi inicialmente proposta na Inglaterra em 1889. Recentemente, os processos de eletrocoagulação e eletrólise em menor escala encontraram um nicho na indústria de tratamento de água, demonstrando ser tecnologias confiáveis e eficazes, embora necessitem de maior conhecimento técnico para explorar seu potencial de forma integral [4]. O objetivo principal é desenvolver protótipo de eletrolisador para produção de hidrogênio verde utilizando efluentes das agroindústrias como eletrólito, bem como realizar o tratamento destes efluentes. O protótipo é elaborado conforme disposto Cavalcanti *et al.* [3], com adaptações, utilizando materiais de fácil acesso, baixo custo, tais como PVC e aço-carbono para compor a estrutura e o catalisador. O estudo propõe verificar a eficácia deste protótipo para o tratamento de efluentes das agroindústrias via análise de turbidez, pH, DBO, DQO, entre outros. Os efluentes são cedidos pelas agroindústrias da região de Santo Antônio da Patrulha/RS. As medidas eletroquímicas serão realizadas em uma fonte contínua. Essa pesquisa contribui fortemente com a sustentabilidade, visto que atinge dois grandes problemas ambientais, tais como tratamento de efluentes e efeito estufa. Ao utilizar a eletrólise no tratamento de efluentes, é possível promover a remoção de contaminantes e poluentes presentes na água, contribuindo para a preservação e melhoria da qualidade dos recursos hídricos. Além disso, na eletrólise gera o hidrogênio, produto de grande importância na descarbonização e na transição energética.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Augusto dos Santos Novais a, Fabiano Mendonça de Oliveira a, Daiane Gabriela Ribeiro a, Larissa Magalhães de Almeida Melo c, Ettore Ferrari Júnior d, Luciano Chaves Arantes d, Bruno Gabriel Lucca e, Wallans Torres Pio dos Santos c, Edmar Isaias de Melo a, Ricardo Francisco Brocenschi a, Rodrigo Amorim Bezerra da Silva a

Nome dos Apresentadores: Augusto dos Santos Novais a, Fabiano Mendonça de Oliveira a, Daiane Gabriela Ribeiro a, Larissa Magalhães de Almeida Melo c, Ettore Ferrari Júnior d, Luciano Chaves Arantes d, Bruno Gabriel Lucca e, Wallans Torres Pio dos Santos c, Edmar Isaias de Melo a, Ricardo Francisco Brocenschi a, Rodrigo Amorim Bezerra da Silva a, Larissa Magalhães Almeida Melo

Instituição de Ensino: a Universidade Federal de Uberlândia, b Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Minas Gerais, c Universidade Federal do Vale do Jequitinhonha e Mucuri, d Polícia Civil do Distrito Federal, e Universidade Federal do Mato Grosso do Sul.

SMART-EC*3D*: UMA CÉLULA ELETROQUÍMICA IMPRESSA EM 3D SIMPLES, MINIATURIZADA, ADAPTÁVEL, ROBUSTA E TRANSPORTÁVEL

Resumo: Neste trabalho foi desenvolvida uma célula eletroquímica impressa em 3D, denominada SMART-EC*3D* para destacar as suas características: Simples montagem, Miniaturizada, Ajustável a vários eletrodos, Robusta e Transportável. Esse dispositivo é composto por três partes impressas em 3D (tampa, base e parafuso), sendo o eletrodo de trabalho (ET) planar montado entre a tampa e a base. Os eletrodos auxiliar (EA) e de referência (ER) na forma de ponteira foram fixados na tampa que também contém um mini reservatório de solução (volume: 0,25 a 1,00 mL). Essa configuração permite a sua montagem fácil e rápida (≈ 30 s) devido à atração de imãs na tampa e base, posicionamento fixo e bem próximo entre os eletrodos, e a montagem com diversos ET (comerciais e alternativos, com diferentes espessuras e diâmetros) sem a ruptura ou vazamento. As células foram manufaturadas em ABS, PLA e PETG (impressora 3D FDM) e resina (impressora 3D DLP), e a estabilidade de cada material foi avaliado mediante cinquenta medidas sucessivas por voltametria cíclica na presença de ferri/ferrocianeto em vários meios eletrolíticos (ácido, básico e aquosos/orgânicos) empregando ET de diamante dopado com boro (BDD), EA de Platina e ER de Ag/AgCl/KClsat. Foi observado que medidas estáveis foram obtidas em todos os meios e materiais (DPR < 4,62 %; n = 50). Entretanto, a célula manufaturada com PETG foi mais vantajosa, devido ao menor custo (R$ 4,00), maior resistência mecânica, inercia química e fácil reciclagem. A célula também apresentou boa estabilidade intra-dia e entre-dias (DPR < 1,2 %) empregando ER e EA convencionais (Ag/AgCl/KClsat e Pt) e alternativos (filamento condutivo). A potencialidade analítica da SMART-EC3D foi demonstrada através da determinação de paracetamol e citrato de sildenafila em formulações farmacêuticas utilizando ET alternativos de baixo custo (grafeno induzido por laser e folha de grafite comercial, respectivamente) com detecção por voltametria de onda quadrada (SWV), no qual foi obtida uma boa concordância estatística entre as dosagens encontradas por SWV e por metodologias espectrofotométricas. A SMART-EC3D tem um baixo custo de produção, requer mínimos volumes de solução e apresenta uma configuração inovadora, versátil e prática, não disponível comercialmente e na literatura. Além disso, este dispositivo apresenta potencialidade de uso para análises qualitativas e quantitativas em diversos setores, especialmente aqueles que demandem aplicações em campo.

Agradecimento: CAPES, CNPq (Processo 420526/2018-8) e FAPEMIG (Processos: APQ-03000-18 e RED-00042-16).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Habdias A Silva-Neto, Gerson F Duarte-Junior, Danielly S Rocha, Fethi Bedioui, Anne Varenne, Wendell KT Coltro

Nome dos Apresentadores: Habdias A Silva-Neto, Gerson F Duarte-Junior, Danielly S Rocha, Fethi Bedioui, Anne Varenne, Wendell KT Coltro, Habdias A. Silva Neto

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Goiás

RECYCLING 3D PRINTED RESIDUES FOR THE DEVELOPMENT OF PAPER-BASED ELECTROCHEMICAL SENSORS

Resumo: Here, we propose a recyclable approach using acrylonitrile-butadiene-styrene (ABS) residues from additive manufacturing in combination with low-cost and accessible graphite flakes as a novel and potential mixture for creating a conductive paste [1]. The graphite particles were successfully incorporated in the recycled thermoplastic composite when solubilized with acetone and the mixture demonstrated greater adherence to different substrates, among which cellulose-based material made possible the construction of a paper-based electrochemical sensor (PES). The morphological, structural, and electrochemical characterizations of the recycled electrode material were demonstrated to be similar to those of the traditional carbon-based surfaces. Faradaic responses based on redox probe activity ($[Fe(CN)6]^{3-/4-}$) exhibited well-defined peak currents and diffusional mass transfer as a quasi-reversible system (96 ± 5 mV) with a fast heterogeneous rate constant value of 2×10^{-3} cm s^{-1}. To improve the electrode electrochemical properties, both the PES and the classical 3D-printed electrode surfaces were modified with a combination of multiwalled carbon nanotubes (MWCNTs), graphene oxide (GO), and copper. Both electrode surfaces demonstrated the suitable oxidation of nitrite at 0.6 and 0.5 V vs Ag, respectively. The calculated analytical sensitivities for PES and 3D-printed electrodes were 0.005 and 0.002 μA/(μmol L^{-1}), respectively. The proposed PES was applied for the indirect amperometric analysis of S-nitroso-cysteine (CysNO) in serum samples via nitrite quantitation, demonstrating a limit of detection of 4.1 μmol L^{-1}, with statistically similar values when compared to quantitative analysis of the same samples by spectrophotometry (paired *t* test, 95% confidence limit). The evaluated electroanalytical approach exhibited linear behavior for nitrite in the concentration range between 10 and 125 μmol L^{-1}, which is suitable for realizing clinical diagnosis involving Parkinson's disease, for example. This proof of concept shows the great promise of this recyclable strategy combining ABS residues and conductive particles in the context of green chemical protocols for constructing disposable sensors.

Agradecimento: The authors thank CAPES (finance code 88887.192880/2018-00 and 001), CAPES-COFECUB Program, CNPq (grants 307554/2020-1, 405620/2021-7 and 142412/2020-1), and INCTBio (grant 465389/2014-7) for the financial support and granted scholarships and research fellowship. The authors acknowledge the Multiuser Laboratory of High- Resolution Microscopy (LabMic/UFG) and Dr. Lucas Duarte and Professor Paulo Sergio for use of their facilities during (SEM and Raman) measurements and technical support for solubilizing the ABS residue and spectrophotometric analysis, respectively.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Thayna Campeol Marinho, Elita Fontenele Urano de Carvalho, Valéria Cristina Fernandes, Elisabete Inácio Santiago

Nome dos Apresentadores: Thayna Campeol Marinho, Elita Fontenele Urano de Carvalho, Valéria Cristina Fernandes, Elisabete Inácio Santiago, Elisabete Inácio Santiago

Instituição de Ensino: Centro de células a combustível a hidrogênio - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (CECCO - IPEN), Centro do combustível Nuclear - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (CECON - IPEN), Departamento de Química - Universidade federal da Bahia (DQ-UFBA), Centro de células a combustível a hidrogênio - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (CECCO - IPEN)

UTILIZAÇÃO DE PROPRIEDADES ELETROQUÍMICAS NA SEPARAÇÃO DE IODO-131 COM ELEVADA PUREZA DE ELEMENTOS INTERFERENTES PROVENIENTES DA REAÇÃO DE FISSÃO DO URÂNIO-235

Resumo: O iodo-131 é um radiofármaco amplamente utilizado no tratamento do câncer de tireoide, por meio da iodoterapia, que se inicia após a cirurgia de remoção parcial ou total da glândula, e tem como principal objetivo remover focos microscópicos restantes do tumor. O Brasil produz cerca de 60% da necessidade atual deste radiofármaco no país, no Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN), porém o restante precisa ser importado [1]. Buscando garantir autossuficiência neste quesito, o projeto denominado Reator Multipropósito Brasileiro (RMB) pretende produzir iodo-131 a partir de reações de fissão de urânio-235 [2]. No entanto, esta fissão origina diversos elementos que precisam ser separados do iodo-131 que deve ser purificado para sua utilização como radiofármaco. Neste sentido, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um método de separação do iodo por rota eletroquímica e, portanto, baseando-se no comportamento redox deste elemento, que consiste em oxidar-se de iodeto em solução para iodo molecular na forma de vapor, possibilitando sua separação por arraste, resultando em um produto de pureza elevada. Os experimentos realizados investigaram o comportamento eletroquímico dos elementos iodo, rutênio, telúrio e molibdênio, por meio da técnica de voltametria cíclica em diferentes valores de pH (5 e 8), concentrações (0,01 mol/L, 0,005 mol/L e 0,001 mol/L) e temperatura (25 ˚C, 40 ˚C e 60 ˚C), seguido pela separação do iodo pela aplicação do potencial redox em função do tempo, em duas formas distintas: i) cronoamperometria e ii) voltametria de onda quadrada. As soluções contendo o iodo separado foram submetidas à análise quantitativa por meio da técnica de amperometria, que é a medição de corrente elétrica entre o par de eletrodos em função do tempo. Os experimentos de voltametria do iodo resultaram em voltamogramas quase-reversíveis e com picos bem definidos em pH 5, e picos pouco desenvolvidos e irreversíveis, indicando reações lentas, em pH 8. Quanto aos elementos interferentes, o rutênio apresentou reações redox em 60 ˚C em pH 5, e em todas as temperaturas testadas em meio básico. Além disto, neste meio, o molibdênio e o telúrio também se mostraram interferentes na separação do iodo. Quanto às análises quantitativas, estas indicaram separações mais eficientes em pH 5, em menores concentrações, temperatura de 40 ˚C, e aplicação de potencial na forma de onda quadrada, resultando em até 45,15%.

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

ISBN 978-85-8167-307-3

Tratamento, Corrosão e Proteção de Superfícies

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Shirley Vanessa Navas Díaz, Luis Frederico Pinheiro Dick

Nome dos Apresentadores: Shirley Vanessa Navas Díaz, Luis Frederico Pinheiro Dick , Shirley Vanessa Navas Díaz

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio Grande do Sul

ESTUDO DAS PROPRIEDADES DO ÓXIDO ANÓDICO DA LIGA AA2050-T84 OBTIDO EM DIFERENTES CONDIÇÕES DE ANODIZAÇÃO

Resumo: Apesar da alta resistência mecânica por peso, as ligas Al-Li para aplicações aeronáuticas são difíceis de produzir e apresentam baixa resistência à corrosão devido à natureza ativa do lítio´` [1]. Ligas Al-Li com até de 3,5 p.% (12 at.%) da série AA 8000 estudadas na década dos 80 apresentaram suscetibilidade à corrosão por pite e corrosão sob tensão consideravelmente maior do que a verificada quando o Zn é o componente majoritário (série 7000), também um elemento muito reativo que confere alta resistência mecânica às ligas de Al [2]. O Li como elemento de liga recentemente recuperou a atenção das chamadas ligas de terceira geração com Cu como a principal adição e teores de Li em torno de 2 p.% (8 at.%) [3]. No presente trabalho, as propriedades da camada do AO (composição, morfologia, resistência ao pite) foram estudadas em função dos parâmetros do processo SAA, tais como temperatura, densidade de corrente (i) e composição. Platôs semelhantes do potencial da célula E (≈ 30 V) são verificados por na anodização galvanostática, quando i varia de 7 a 12 $mA.cm^{-2}$. Porém, o pico de i precedendo o platô aumenta. Para valores de i mais altos do que 10 $mA.cm^{-2}$ e 12 $mA.cm^{-2}$, a camada de óxido mostra como defeito bolhas após cerca de 8 min de anodização. Os espectros AO Raman adquiridos em blisters e em regiões lisas livres de blisters indicam que a composição do óxido varia localmente contendo maior teor de ϒ- $Al(OH)_3$ ao lado de Al_2O_3. Diferentes temperaturas e densidades de corrente indicam que os blisters só ocorrem quando o óxido atinge uma determinada espessura, devido ao acúmulo de tensões resultantes da expansão do óxido em relação à liga, resultando em sua ruptura.

Agradecimento: Esta pesquisa foi apoiada pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES, Brasil). Os autores agradecem o apoio técnico do centro de microscopia e microanálise-CMM UFRGS.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Paula Leticia Correa de Toledo Curt, Franz Miller Branco Ferraz, Bruno Xavier Freitas, Carlos Angelo Nunes, Célia Regina Tomachuk

Nome dos Apresentadores: Paula Leticia Correa de Toledo Curt, Franz Miller Branco Ferraz, Bruno Xavier Freitas, Carlos Angelo Nunes, Célia Regina Tomachuk, Célia Regina Tomachuk

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo, Escola de Engnenharia de Lorena

ELECTROCHEMICAL BEHAVIOUR OF A MAGNESIUM ALLOY CONTAINING RARE EARTH ELEMENTS

Resumo: Magnesium alloys are promising biomaterials for application in non-permanent orthopaedic implants, due to their good biocompatibility, biodegradability, and similar mechanical properties to those of human bone [1-3]. Despite of many advantages, the main issue about the use of Mg alloys as biodegradable materials is the high corrosion rate, which leads to undesirable consequences, such as loss of mechanical integrity before total tissue restoration [4-5]. Usually, the addition of rare earth elements improves its corrosion resistance, leading to potential materials for biomedical applications [2]. Thus, this work compared the corrosion resistance of Mg-4.8Y-2.8Gd-0.7Zr wt.% alloy in deferent conditions: as-cast, solution treatment at 525˚C-24 h and aged at 250˚C for several times. First, the studied material was melted in an inert atmosphere in an induction furnace. Then, it underwent the heat treatment of homogenization, in which the samples encapsulated in a quartz tube were taken to a resistive electric furnace. For the thermal aging treatment, the samples, also encapsulated in a quartz tube, were treated at 7 different times, and cooled in water. To investigate the correlation between the hardening curve and the corrosion behaviour, microhardness measurements were performed for each aging time. The electrochemical behaviour was evaluated in 0.9% NaCl solution at 37 ± 0.5˚C by potentiodynamic polarization curves and electrochemical impedance spectroscopy. Microstructural analysis via optical microscopy, scanning electron microscopy, energy dispersive spectroscopy and X-ray spectrometry were used to characterize each stage of the study. The as-cast sample presented higher impedance modulus. The sample aged for 100 h showed a grain size of 86,4 ± 2.5 µm, highest hardness, similar impedance modulus and the lowest corrosion current density value compared to the as-cast sample suggesting good protective properties. The corrosion products for aged samples exhibited a completely corroded surface with a mixing of homogeneous oxide layer without cracks consisted mostly of $MgCl_2$, $Mg(OH)_2$ and $YZrO_{3.5}$ and a finer and uniform porous structure with great number of tiny petals.

Agradecimento: The authors acknowledge Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) of Brazil (Process CNPq 142337/2019-6); Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (Process FAPESP 2021/02381-8) for the financial support to this research.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Taiane Fíngolo Duarte; Victor Magno Paiva; Emerson Schwingel Ribeiro; Eliane D'Elia

Nome dos Apresentadores: Taiane Fíngolo Duarte; Victor Magno Paiva; Emerson Schwingel Ribeiro; Eliane D'Elia, Taiane Fíngolo Duarte

Instituição de Ensino: Instituto de Química (IQ/UFRJ), Instituto de Química (IQ/UFRJ) - Departamento de Inorgânica

STUDY OF ANTICORROSIVE COATINGS BASED ON CARBON DOTS

Resumo: Corrosion can be defined as the deterioration of a material by the chemical or electrochemical action of the environment, which may or may not be associated with mechanical efforts. This phenomenon, which can occur through different mechanisms, happens in many sectors of society, such as means of transport, infrastructure and technology production. According to The World Corrosion Organization (WCO), corrosion has an annual cost of 3 trillion dollars, equivalent to 3% of world GDP. Considering such high expenses and the need to make technologies more sustainable, there is a need to develop more efficient and green coatings and inhibitors than those currently used. Carbon dots (CDs) are carbon nanoparticles smaller than 10 nm that have luminescent properties. However, it was its low toxicity and high biocompatibility that expanded the application areas of this material. Thus, in this present work its application as an anticorrosive coating is investigated. The material was synthesized from citric acid by pyrolysis. The CDs were mixed, in different concentrations, with a tin (Sn) electrodeposition bath. Altogether there were five CDs-Sn solutions that were deposited by electrophoresis on 1020 steel plates. The depositions were performed in triplicates for reproducibility and analyzed by electrochemical techniques, namely: open circuit potential measurements, potentiodynamic polarization curves and electrochemical impedance measurements. Efficiency of the CDs-Sn composite film was evaluated in comparison to pure Sn. Based on the electrochemical results, coatings with a concentration of 0.05 g/L of CDs in the bath showed better performance than pure Sn. The composite film showed higher impedance, lower anode current density with shift potential of corrosion to more anodic values than pure Sn. These data show that this coating has anticorrosive potential. In order to evaluate the quality of the films, characterization of the coatings is being held through the following techniques: Raman Spectroscopy, X-Ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy, Atomic Force Microscopy, X-Ray Fluorescence Spectroscopy and tests in salt mist chamber. Furthermore, there is the prospect of making a composite film of CDs-Sn, which will be synthesized by pyrolysis by using tin sulfate and citric acid as substrates. The purpose is to carry out a comparative study between the two methodologies and verify if there is an improvement in the quality of the film.

Agradecimento: Instituto de Química (IQ-UFRJ), CNPq, FINEP, PRH 20.1, ANP;

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Giovana Baron Vitorasso, Ivani Aparecida Carlos

Nome dos Apresentadores: Giovana Baron Vitorasso, Ivani Aparecida Carlos, Giovana Baron Vitorasso

Instituição de Ensino: Universidade Federal de São Carlos

REVESTIMENTOS DE NÍQUEL SOBRE AÇO 1010: MORFOLOGIA DOS FILMES E PROPRIEDADE ANTICORROSIVA

Resumo: Eletrodepósitos de Ni são aplicados industrialmente devido às suas propriedades de resistência à corrosão, ao desgaste e etc, aumentando a durabilidade das superfícies revestidas[1,2]. O objetivo desse trabalho foi produzir eletrodepósitos de Ni sobre aço, com banho alternativo ao tipo Watts, utilizando ácido aspártico (Asp) como complexante ($NiCl_2$ 0,0090 M + $NiSO_4$ 0,063 M + Asp 0,14 M, pH 5 e 11), visando um banho de deposição amigável ambientalmente. Como eletrodo de trabalho, contra eletrodo e eletrodo de referência, foram utilizados, respectivamente, disco de aço AISI 1010, placa de Pt e calomelano ($Hg/Hg_2Cl_2/KCl$ (0,1 M)). As deposições galvanostáticas foram feitas com um potenciostato/galvanostato Autolab PGSTAT 128N 750 mA, com software GPES, utilizando densidades de corrente (j) = -0,57, -2,05, -3,73 e -5,00 mA cm^{-2} e densidade de carga de deposição = 2,5 C cm^{-2}. A caracterização morfológica dos filmes obtidos foi feita com microscópio eletrônico Phillips XL 30 Oxford FEG. A investigação do potencial de circuito aberto (PCA) dos filmes em solução borato/fosfato/sulfato 0,05 M $Na_2B_4O_7$ + 0,1 M KH_2PO_4 + 1 M Na_2SO_4 (pH 8), assim como as polarizações lineares nesta mesma solução, foram realizadas com potenciostato/galvanostato GAMRY PCI-4 750 mA. As polarizações foram feitas após estabilização do PCA (~8 horas) de -150 mV vs PCA até +1000mV vs PCA, com velocidade de varredura de 0,166 mV s^{-1} (ASTM G5-87). As micrografias dos depósitos obtidos mostraram que estes foram lisos e com ausência de trincas, sendo os mais lisos obtidos com j = -2,05 mA cm^{-2} (pH 5 e 11). Os resultados de PCA mostraram que todos os depósitos de Ni apresentaram valores de potencial mais positivos que o do eletrodo de aço, sendo os mais positivos obtidos com j=-2,05 mA cm^{-2} (pH 11) e j = -2,05 e -5,00 mA cm^{-2} (pH 5). As polarizações lineares mostraram que todos os depósitos de Ni produzidos apresentaram corrente de corrosão menor e potencial de corrosão mais positivo que o do aço, indicando uma proteção contra a corrosão. Os revestimentos produzidos a partir dos banhos de deposição, neste trabalho desenvolvidos, com j=-2,05 mA cm^{-2} apresentaram melhor proteção contra a corrosão, e j=-5,00 mA cm^{-2} (pH 11) a menor proteção. Como conclusão, os revestimentos de Ni obtidos a partir dos banhos ácidos e alcalinos contendo Asp foram lisos, sem trincas e protegeram contra corrosão do aço. Os filmes de Ni produzidos com j = -2,05 mA cm^{-2} foram os mais eficientes em proteção contra a corrosão.

Agradecimento: Os autores agradecem ao Laboratório de Eletrodeposição e Eletrodissolução de Metais e Ligas Metálicas (LEEMEL), Programa de Pós Graduação em Química (PPGQ) da UFSCar, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) Programa de Excelência Acadêmica (PROEX) pelo apoio financeiro, Laboratório de Caracterização Estrutural da UFSCar (LCE) e à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP - processo 20/06558-7).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Grasielli Correa de Oliveira, Stefany Ferreira Guimarães, Hebson Oliveira de Carvalho Junior, Eduardo Ariel Ponzio, Ricardo Jorgensen Cassella

Nome dos Apresentadores: Grasielli Correa de Oliveira, Stefany Ferreira Guimarães, Hebson Oliveira de Carvalho Junior, Eduardo Ariel Ponzio, Ricardo Jorgensen Cassella, Grasielli Correa de Oliveira

Instituição de Ensino: 1Universidade Federal Fluminense, Instituto de Química, Niterói, RJ, Brasil

POTENTIAL APPLICATION OF CARBON QUANTUM DOTS SYNTHESIZED FROM EXPIRED DRUGS AS CORROSION INHIBITORS

Resumo: Pontos quânticos de carbono (PQCs) são uma nova classe de nanomateriais interessantes devido às suas propriedades fotoeletrônicas e fotoluminescentes [1]. Além disso, os PQCs oferecem várias outras vantagens como: tamanho pequeno (menores que 100 nm), resistência à fotodegradação, fácil bioconjugação, baixa toxicidade, rotas sintéticas fáceis e baratas, longa estabilidade coloidal e boa solubilidade em solventes polares [2]. Os PQCs têm sidos aplicados em catálise, sensores, biomedicina, instrumentos optoeletrônicos e, recentemente, como inibidores de corrosão verdes. Atualmente, os pesquisadores têm dado bastante atenção no desenvolvimento de inibidores de corrosão ecologicamente corretos, eficientes e de baixo custo [3]. A aplicação de PQCs sintetizados a partir de medicamentos vencidos são uma boa opção para serem usados como inibidores de corrosão eficientes e verdes em substituição aos inibidores tóxicos convencionais. Assim, o objetivo deste trabalho é sintetizar PQCs usando como precursores medicamentos vencidos e avaliar a capacidade de inibição destes materiais para o aço-carbono (1020) em solução de HCl (1 mol/L). Os PQCs foram sintetizados pelo método hidrotérmico, onde 15,0 g dos precursores (Buscopan®, Ciprix® e Bravan®) foram colocados em uma autoclave, em meio aquoso, e submetidos a 180 °C em estufa por 24 horas. As propriedades ópticas dos PQCs foram avaliadas por espectroscopia de absorção (UV-Vis) e de fluorescência. Os espectros UV-Vis mostraram bandas de absorção características dos PQCs relativos às transições eletrônicas (π-π* e n- π*) entre 200 e 350 nm [4]. Os espectros de fluorescência mostraram que quando os PQCs são excitados entre 360 e 400 nm, as maiores intensidades de emissão situam-se entre 440 e 470 nm. Esses resultados indicam que os PQCs foram sintetizados com sucesso, pois mostraram luminescência característica de pontos quânticos na região do azul. Testes de perda de massa indicaram boa eficiência anticorrosiva em baixa concentração (1% v/v) a temperatura ambiente. As eficiências obtidas foram de 90,3% para o Buscopan®, 88,0% para o Bravan® e 81,4% para o Ciprix®. Estes resultados preliminares indicam que medicamentos vencidos podem ser aproveitados na síntese de pontos quânticos de carbono ambientalmente corretos, eficientes e de baixo custo.

Agradecimento: FAPERJ (processos n° E-26/202-405/2019 e E-26/202-406/2019).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Leticia Poggere Pinto, Athirson Ruan Barbosa Lourenço, Regis Marcus de Sousa, Fábio Augusto do Amaral, Ricardo Francisco Brocenschi, Sheila Cristina Canobre

Nome dos Apresentadores: Leticia Poggere Pinto, Athirson Ruan Barbosa Lourenço, Regis Marcus de Sousa, Fábio Augusto do Amaral, Ricardo Francisco Brocenschi, Sheila Cristina Canobre, Leticia Poggere Pinto

Instituição de Ensino: Universidade Federal de Uberlândia

MEMBRANAS POLIMÉRICAS HÍBRIDAS DE DIACETATO DE CELULOSE E ÓXIDO DE GRAFENO COMO REVESTIMENTOS ANTICORROSIVOS PARA O AÇO API 5L X65

Resumo: Nas últimas décadas, problemas relacionados à corrosão têm sido um dos maiores desafios enfrentados pela indústria petrolífera, representando grandes perdas econômicas que incluem custos diretos com manutenção de estruturas, transporte e armazenamento. Tal questão acarreta na busca por materiais capazes de restringir a permeação e a difusão das espécies corrosivas do meio até a superfície metálica. Uma opção para proteção de materiais metálicos é a utilização de revestimentos orgânicos e híbridos orgânico-inorgânicos, formulados a partir de polímeros de baixo impacto ambiental, os quais diminuem a emissão de produtos voláteis tóxicos e são provenientes de fontes renováveis. Assim, o objetivo deste trabalho foi avaliar as eficiências na proteção à corrosão do aço API 5L X65 contendo revestimentos a base de diacetato de celulose (DAC), proveniente da casca de amendoim, em associação com óxido de grafeno (OG), em meio de solução aquosa de NaCl 3,5% (m/v). Na preparação dos revestimentos a base de DAC, primeiramente, o GO foi disperso em acetona, utilizando banho ultrassônico, por 1 h. Posteriormente, adicionou-se DAC a solução contendo OG disperso, a qual permaneceu sob agitação a 20 ˚C por 20 h, até a formação de um sol-gel. A proporção avaliada foi de 84:15:1 para acetona, DAC e OG, respectivamente. Os revestimentos anticorrosivos propostos foram caracterizados microestrutural e morfologicamente por RAMAN, FTIR e MEV, e eletroquimicamente por potencial de circuito aberto (OCP), espectroscopia de impedância eletroquímica (EIE) e curvas de polarização potenciodinâmicas (CPP). As caracterizações eletroquímicas dos aços API 5L X65 contendo os revestimentos poliméricos apresentaram diminuição nos valores de densidade de corrente de corrosão (10^{-6} A cm^{-2}), aumento nos valores de resistência à transferência de carga (Rct) (Kohm.cm^2) e um deslocamento significativo dos potenciais de corrosão para valores mais positivos (Ecorr= -0,39 V) quando comparados com aqueles mesmos aços sem revestimentos (Ecorr = -0,65 V). O revestimento polimérico, extremamente compacto, cria uma barreira física contra os íons cloreto, levando a uma camada de difusão estendida e um bloqueio nos caminhos iônicos entre ânodos locais e cátodos, juntamente com a interface metal/polímero, resultando em maior resistência à transferência de carga. Portanto, conclui-se que os revestimentos à base de DAC e GO se mostram promissores como anticorrosivos, além de seguros, biocompatíveis e acessíveis.

Agradecimento: FAPEMIG - Processo n° APQ-01451-22; Relam-UFU; LAETE; LTAD; NuPE; IQ-UFU; Petrobrás.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Gilcelli Nascimento de Oliveira, Lhaira Souza Barreto, Marco Antônio Barbosa de Oliveira, Vera Rosa Capelossi

Nome dos Apresentadores: Gilcelli Nascimento de Oliveira, Lhaira Souza Barreto, Marco Antônio Barbosa de Oliveira, Vera Rosa Capelossi, Gilcelli Nascimento de Oliveira

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC), Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), Instituto Federal do Pará (IFPa), Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)

EVALUATION OF *THEOBROMA GRANDIFLORUM* CAKE BIOMASS AS A CORROSION INHIBITOR OF CARBON STEEL IN ACID MEDIUM

Resumo: SAE 1008 steel is classified as a low-carbon steel, used because of its good mechanical properties, which makes it suitable to produce parts with complex geometries, but has low corrosion resistance. An alternative is the use of corrosion inhibitors to delay or mitigate the corrosion process in metals, prolonging their useful life. Green inhibitors are made from biodegradable natural materials. *Theobroma grandiflorum*, or *cupuaçu*, is an Amazonian fruit widely used in the industries due to its flavor, aroma, texture and antioxidant properties. In addition, their processing and consumption generates residues that are currently used in the production of animal feed, such as cupuaçu cake biomass, which is the biomass resulting from the extraction of oil from the seed of the fruit, without the pulp. These residues can be a promising source to obtaining green inhibitors. Therefore, this work aims to evaluate the *cupuaçu* cake biomass as a possible natural inhibitor to improve the corrosion resistance of carbon steel. The inhibitor was prepared from the micronization of the *cupuaçu* cake biomass in a knife mill, being sieved in 170 mesh to be used as a powdered inhibitor. The specimens were prepared from SAE 1008 carbon steel and sanded in 220, 320 and 400 grain sizes. Afterwards, they were cleaned, degreased, and dried with a jet of warm air. The corrosion resistance was evaluated using the Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) and the polarization curves technique, in triplicate, with a horizontal cell in 1M HCl medium, where concentrations of 0.44 $g.L^{-1}$, 0.77 $g.L^{-1}$, 1.11 $g.L^{-1}$, 1.44 $g.L^{-1}$ and 1.77 $g.L^{-1}$ were added. The inhibition efficiency was evaluated according to the ASTM G1 standard. The electrochemical tests demonstrated that the addition of *cupuaçu* cake had a positive influence on the corrosion resistance of the steel, indicating the trend that the higher the concentration, the greater the corrosion resistance, in addition to having an inhibitory effect in an acid medium. The inhibitor presents a mixed behavior, with a more anodic tendency, that indicates the addition of the inhibitor increases the corrosion resistance as expected. From the gravimetric tests it was possible to verify that the inhibitor presented good inhibition efficiency of 71.76% at 1.44 $g.L^{-1}$, indicating that the *cupuaçu* cake biomass can be used as a corrosion inhibitor in acid medium.

Agradecimento: FAPESB, LAMEQ, LFFII, LAMMA, PROCIMM.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Luis Henrique Guilherme, Cecílio Sadao Fugivara, Peter Hammer, Assis VIcente Benedetti

Nome dos Apresentadores: Luis Henrique Guilherme, Cecílio Sadao Fugivara, Peter Hammer, Assis VIcente Benedetti, Cecílio Sadao Fugivara

Instituição de Ensino: Group ACW, Universidade Estadual Paulista

QUALIFICAÇÃO DE SUPERFÍCIE DE TANQUES DE AÇO INOXIDÁVEL APLICANDO A TÉCNICA EIS EM CAMPO

Resumo: O objetivo é apresentar os resultados da aplicação de técnicas eletroquímicas em campo para a inspeção de tanques de aços inoxidáveis utilizados pela indústria farmacêutica que precisam ter uma superfície bem-acabada. O tratamento de passivação química é requerido para a qualificação do tanque. Atualmente não há técnicas de campo para a inspeção do filme passivo [1]. Utilizou-se o equipamento PassivityScan para determinar as propriedades de passivação e a resistência à corrosão pelas técnicas de potencial de circuito aberto (OCP), polarização cíclica (CPP) e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS). PassivityScan refere-se a um equipamento customizado e portátil com base em células eletroquímicas convencionais de 3 eletrodos. Os potenciais são referidos ao eletrodo de referência Ag/AgCl/KCl 3 mol/L. Tratamentos de passivação química foram realizados em conformidade com a norma ASME BPE utilizando o eletrólito de ácido nítrico 20% (v/v). Este estudo foi realizado pela inspeção de cinco tanques de aço inoxidável 316L com rugosidade média de 0,5 mm, obtida por lixamento mecânico, nas condições como recebido e após o tratamento de passivação química. Os tanques na condição como-recebido apresentaram um valor médio de OCP de -30 mV e comportamento anódico passivo. No entanto, todos os testes registraram potencial de pite entre 500 e 600 mV. Destaca-se que se observou uma histerese positiva, indicando que a superfície com pite não foi passivada na reversão da varredura. O potencial de proteção médio foi de 150 mV, resultando em um baixo grau de passivação (E_{prot}-E_{corr}). A superfície passivada apresentou um expressivo aumento da resistência à corrosão dado que o OCP médio foi de 180 mV e não foi registrado o potencial de pite. As medidas de EIS mostraram uma resistência à polarização de 0,15 MW cm^2 para a superfície como-recebido, enquanto a superfície passivada aumentou para 3,50 MW cm^2. Usando o modelo de lei das potencias [2] determinou-se a espessura média do filme passivo para cada condição: 2,7 nm para a superfície como-recebido e 1,5 nm para a passivada. A hipótese para a maior espessura do óxido passivo na condição como- recebido é a existência de uma espessa camada rica em óxido/hidróxido de ferro. A técnica EIS mostrou ser suficientemente sensível para quantificar, em condições de campo, as propriedades do filme passivo e assim ser utilizada como metodologia para a qualificação do tratamento de passivação.

Agradecimento: Os autores agradecem à Fundação de Pesquisa do Estado de São Paulo pelo suporte via projeto PIPE/Fapesp processo 2021/11684-4.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Luís Gustavo Costa Nimo Santos, Lhaira S. Barreto, Vanessa de F. C. Lins, Vera Rosa Capelossi

Nome dos Apresentadores: Luís Gustavo Costa Nimo Santos, Lhaira S. Barreto, Vanessa de F. C. Lins, Vera Rosa Capelossi, Luís Gustavo Costa Nimo Santos

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC), Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC)

SILANE FILM VS/GPTMS MODIFIED WITH GRAPHENE OXIDE AS A CORROSION INHIBITOR OF ASTM 1008 CARBON STEEL

Resumo: For the mitigation and control of corrosive processes, pre-treatment techniques and inhibitors are normally used to protect metallic surfaces. Researches with silane films gained notoriety for presenting themselves as an alternative to conventional pre-treatments because they are ecologically correct. Silanes are silicon-based hybrid compounds, being an excellent coupling agent, capable of forming a thin film that promotes greater resistance to corrosion. It is possible to add corrosion inhibitors during the film formation process to form a more crosslinked coating capable of reducing corrosive processes. Graphene oxide (GO) is a nanomaterial that has a 2D hexagonal network, with high surface area, chemical resistance, ecologically correct and capable of being impermeable to corrosive species, increasing corrosion protection by forming a physical barrier. Due to the presence of hydroxyl and carboxyl groups, GO may be able to promote bonds with the structures present in the silane film. Thus, the objective of this work is to evaluate the GO-modified vinyltriethoxysilane/(3- glycoxypropyl)trimethoxysilane (VS/GPTMS) film as a pretreatment against corrosion of ASTM 1008 carbon steel in 0.1mol.L^{-1} NaCl medium. The film was made by the sol-gel route. Hydrolysis was carried out at a ratio of 1:1 VS/GPTMS 4%wt, for 1h. GO was added at different concentrations for the study, 0.005, 0.01, 0.02 and 0.03%wt. The steels, previously cleaned and degreased with an alkaline solution, were immersed in the solution for 2 minutes and taken to cure. Corrosion resistance was evaluated by Electrochemical Impedance Spectroscopy (EIS) and Potentiodynamic Polarization Curves in 0.1mol.L^{-1} NaCl medium. The morphological characterization of the surface was performed by Scanning Electron Microscopy (SEM). The chemical characterization of the film and GO was performed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The EIS results showed the best corrosion resistance for 0.01%wt. For this concentration, it was observed that the cathodic and anodic curves of the Tafel polarization present a lower current density than for the other studied concentrations. The FTIR results for the hybrid film with GO reveal functional groups of GO present in the film, showing that there is incorporation of the nanomaterial to the silane. Thus, it is possible to conclude that the hybrid film of silane with GO improves the corrosion resistance of carbon steel.

Agradecimento: CAPES, PROCIMM, LAMEQ, LFF I, UESC, CTNANO, USIMINAS.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: R. F. Ramos(1), M. A. G. Valente Jr (2), E.G.V. Santos (3), F.A.C. Andrade (3), L.E.C. Dantas (3), T.B. Ribeiro (3), A.M. Claro (4), H.S. Barud (4), A.V. Benedetti (1), C.S. Fugivara (1)

Nome dos Apresentadores: R. F. Ramos(1), M. A. G. Valente Jr (2), E.G.V. Santos (3), F.A.C. Andrade (3), L.E.C. Dantas (3), T.B. Ribeiro (3), A.M. Claro (4), H.S. Barud (4), A.V. Benedetti (1), C.S. Fugivara (1), C.S. Fugivara (1)

Instituição de Ensino: (1) Instituto de Química-UNESP, (2) PGPack-Curitiba-PR, (3) Instituto de Criminalística- Campinas-SP, (4) Universidade de Araraquara.

MEDIDAS ELETROQUÍMICAS EM PROJÉTEIS DEFLAGRADOS POR ARMAS DE FOGO

Resumo: Nos projéteis de armas de fogo coletados observa-se frequentemente depois de algum tempo, que a integridade física e química fica comprometida, dificultando ou impedindo a realização dos exames de confronto balístico. Atualmente não se conhece norma estabelecida para a proteção e armazenamento desses projéteis após a coleta. Avaliou-se o efeito dos inibidores voláteis de corrosão (VCI) [1] na proteção destes projéteis por medidas eletroquímicas. As curvas de polarização (CP) e de impedância eletroquímica (EIS) [2] foram feitas numa célula tendo na base um anel de vedação de 3,7 mm de diâmetro. O eletrodo de referência foi de Ag/AgCl, KCl 3 mol/L e o contra eletrodo, uma rede de titânio platinizada. O eletrólito foi NaCl 0,010 mol/L, na presença e ausência de VCI (1%, m/m), mistura de sais de aminas com ácido carboxílico e compostos a base de triazol. A CP foi obtida a 1 mV/s, iniciando com sobrepotencial de -0,100 V. As medidas de EIS foram feitas aplicando o potencial de circuito aberto (Eca) e amplitude senoidal de 10 mV (rms) variando a frequência entre 100 kHz a 10 mHz e 10 pontos por década. Os dados de EIS foram tratados no programa ZViewâ. Para os eletrodos de Pb e Cu na presença do VCI, os valores de E_{ca} aumentaram e as correntes de corrosão (i_{corr}) diminuíram. No Pb, o Eca aumentou de -0,53 V para -0,43 V e i_{corr} reduziu de cerca de 30 $\mu A\ cm^{-2}$ para 1 $\mu A\ cm^{-2}$. Na simulação dos dados de EIS, observa-se na presença do VCI, um aumento significativo nas impedâncias nos eletrodos de Cu e Pb. No eletrodo de Cu, o VCI aumentou a resistência de transferência de carga (R_{TC}) de 3,5 para 26 $k\Omega\ cm^2$, enquanto a resistência do filme superficial (R_F) cresceu de 8 para 76 $k\Omega\ cm^2$. Além disso, os elementos de fase constante (CPE), correspondente à admitância da dupla camada elétrica que tem relação com a capacitância (C_{dl}), no eletrodo de Cu decresceu de cerca de 300 para 4 $\mu S\ s^n\ cm^{-2}$. No filme superficial (C_f) do eletrodo de Cu também diminuiu um pouco de 12 para 8 $\mu S\ s^n\ cm^{-2}$. A diminuição nos valores das capacitâncias indica que houve adsorção do VCI nestes eletrodos. No eletrodo de Pb [3], também houve aumento das impedâncias, embora menores que no eletrodo de Cu. No Pb, a adição de VCI, aumentou o valor de R_{TC} de 1,7 para 5,0 $k\Omega\ cm^2$ e o R_F de 4,0 para 8,0 $k\Omega\ cm^2$. O CPE relativo à dupla camada elétrica do eletrodo de Pb, também reduziu de 99 para 22 $\mu S\ s^n\ cm^{-2}$, enquanto o CPE do filme superficial diminuiu de cerca de 800 para 100 $\mu S\ s^n\ cm^{-2}$.

Agradecimento: FACTE e FAPESP.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Jéssica Nogueira da Cunha 1, Victor Magno Paiva 1, Gustavo Almeida de Oliveira 1, Rayani da Silva Nunes 1, Tatiana das Chagas Almeida 2 and Eliane D'Elia 1.

Nome dos Apresentadores: Jéssica Nogueira da Cunha 1, Victor Magno Paiva 1, Gustavo Almeida de Oliveira 1, Rayani da Silva Nunes 1, Tatiana das Chagas Almeida 2 and Eliane D'Elia 1., Jéssica Nogueira da Cunha

Instituição de Ensino: 1 - Instituto de Química, Universidade Federal do Rio de Janeiro, CEP 21941-909, Rio de Janeiro, RJ, Brazil; 2 - Laboratório de Ensaios Não Destrutivos, Corrosão e Soldagem - LNDC/ COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, CEP 21945-970, Rio de Janeiro, RJ, Brazil.

A NEW GREEN CORROSION INHIBITOR FROM JUÇARA (*EUTERPE EDULIS*) EXTRACT FOR MILD STEEL IN CO_2-SATURATED FORMATION WATER

Resumo: Corrosion is a problem that affects several industries around the world, causing great damage. Oil industries often suffer from problems related to corrosion because, in addition to the fact that most platforms are located in an offshore system, the extracted oil contains in its composition several substances that will favor degradation process [1,2]. In the literature, few studies involve the use of green inhibitors for corrosion in an aqueous environment with high salinity CO_2-containing and in absence of oxygen. The biggest challenges are finding effective inhibitors for these media prevalent in the oil and gas industry, and understanding the corrosion mechanism involved in this corrosive process [3-6]. In this work, the anticorrosive activity of two extracts of Juçara (aqueous - AEJ and methanolic extract - MEJ) were evaluated against corrosion of mild steel in simulated solution of formation water saturated with CO_2. The methanolic extract, in the gravimetric tests, showed an inhibition efficiency of 84.7% with 24 h of immersion in the presence of 1500 mg L^{-1} of the extract. For the aqueous extract, this inhibition efficiency reached 54.8%, at the same experimental conditions. The biochemical composition of these extracts revealed that different molecules may be responsible for the inhibitory effect on the mild steel surface. The methanolic extract was obtained with a less polar solvent than in the aqueous extraction, making it efficient to extract different classes of molecules in relation to the water solvent, thus increasing the availability of molecules that can act as inhibitors. Regarding the gravimetric tests varying the temperature, the inhibition efficiency obtained after 24 h decreased with the temperature, ranging from 40.9 to 33.8% and 62.8 to 32.6%, for the AEJ and MEJ inhibitors, respectively. This behavior can be explained as the physisorption of inhibitory molecules on the metallic surface. Another hypothesis is related to the stability of anthocyanins present in both AEJ and MEJ with temperature, in case they are the molecules responsible for the inhibition. The electrochemical results indicated that the inhibitory molecules present in the extracts adsorb on the metal surface acting as a mixed inhibitor. The SEM analyzes corroborated the results of the gravimetric and electrochemical tests, showing that protective action of the extracts towards the corrosion of mild steel.

Agradecimento: CAPES and CNPq.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Vinícius M. dos Santos, Caio M. Fernandes, Gabriela P. Maia, Fanny Salazar, Leonardo A. Galán, Eduardo A.Ponzio.

Nome dos Apresentadores: Vinícius M. dos Santos, Caio M. Fernandes, Gabriela P. Maia, Fanny Salazar, Leonardo A. Galán, Eduardo A.Ponzio., Vinícius M. dos Santos

Instituição de Ensino: Universidade Federal Fluminense, Universidad de Costa Rica

ANTICORROSIVE PERFORMANCE OF CHALCONE-DERIVED MOLECULES AS CORROSION INHIBITORS FOR 1020 CARBON STEEL IN ACID MEDIUM

Resumo: Corrosion is the electrochemical process of deterioration of a metallic material (anode) in contact with a corrosive environment (cathode)[1]. In the case of carbon steel, one of the most used materials in the industrial sector, when exposed to an acidic environment, such as during a cleaning process or transporting a solution, it can suffer corrosion and, consequently, loss of its physical integrity, becoming a risk to the environment and the health of those close to damaged structures. One of the methods to reduce damage to metals exposed to acid solutions is through the application of corrosion inhibitor, capable of protecting the surface of the material due to the adsorption provided by the presence of conjugated double bonds and heteroatoms with non-bonding pair of electrons[2]. Thus, the following work aims to present the studies carried out on three molecules derived from chalcone as corrosion inhibitors for carbon steel 1020 in an acid medium (HCl 1 mol L^{-1}). Through the weight loss test, it was possible to verify that all molecules had excellent anticorrosive results, with efficiencies ranging from 71-80% at the lowest concentration (0.1 mol L^{-1}) and 84-94% at the highest (1.0 mol L^{-1}), demonstrating the coating of the surface with the molecules[3]. Meanwhile, the electrochemical test of electrochemical impedance spectroscopy showed the increase in the values of charge transfer resistence in solutions containing inhibitor and the increase of this together with the increase in concentration, showing again that the presence of these molecules in the corrosive medium decreases metallic degradation through the formation of the protective film[4]. Furthermore, the potentiodynamic polarization test shows that the presence of inhibitors does not alter the corrosion mechanism and that protection is provided both in anodic and cathodic reactions, classifying the molecules as mixed inhibitors. Finally, the use of atomic force microscopy was able to demonstrate the preservation of the metal in the presence of maximum concentrations of molecules by comparing the metallic surface in different exposure scenarios. Thus, it was possible to conclude that the three molecules derived from the chalcone core showed excellent anticorrosive performance, providing preservation of the material through the adsorption of the molecules and formation of a protective film capable of blocking the contact of the acidic solution with the metallic surface.

Agradecimento: Vinícius Martins dos Santos acknowledge the National Council for Scientific and Technological Development (CNPq), Higher Education Personnel Improvement Coordination (CAPES) and the undergraduate and postgraduate course in Chemistry at Universidade Federal Fluminense. This study was also financed in part by Carlos Chagas Filho Research Support Foundation of the State of Rio de Janeiro (FAPERJ).

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Marcelo Tadeu Gomes de Sampaio, Anderson Barbosa Furtado, Marcelo Dante Carneiro Ignácio, Sérgio Souto Maior Tavares, Juan Manuel Pardal, André Rocha Pimenta, Eduardo Ariel Ponzio

Nome dos Apresentadores: Marcelo Tadeu Gomes de Sampaio, Anderson Barbosa Furtado, Marcelo Dante Carneiro Ignácio, Sérgio Souto Maior Tavares, Juan Manuel Pardal, André Rocha Pimenta, Eduardo Ariel Ponzio, Marcelo Tadeu Gomes de Sampaio

Instituição de Ensino: Universidade Federal Fluminense, Universidade Federal Fluminense, Universidade Federal Fluminense, Universidade Federal Fluminense, Universidade Federal Fluminense, Instituto Federal do Rio de Janeiro, Universidade Federal Fluminense

EFFECT OF PH IN DELETERIOUS PHASES QUANTIFICATION IN AN AGED HYPER DUPLEX STAINLESS STEEL USING AN OPTIMIZED LINEAR SWEEP VOLTAMMETRY

Resumo: Hyper duplex stainless steels (HDSS) are a class of steels with exceptional properties, making them highly desirable for many applications [1]. These materials possess a unique composition, combining both ferrite and austenite phases [2]. Intermetallic secondary phase precipitation is a significant concern when utilizing hyper duplex stainless steels, as it can adversely affect their properties. These intermetallic phases are Cr-rich, which can sensitize the material and result in the generation of Cr-depleted zones [3]. As a consequence, the corrosion resistance and mechanical properties of the material may be compromised. The detection of intermetallic phase precipitation by non-destructive testing methods presents a noteworthy challenge [4]. This study aimed to adapt a previously optimized linear sweep voltammetry using KOH (LSV- KOH) [5, 6] to quantify the presence of secondary phases in SAF 2707 HDSS. To achieve this objective, the previous data obtained from a recent study served as the foundation for optimizing the methodology in the current investigation. A multivariate experimental design known as Doehlert matrix was used [7]. The results reveal that among the factors investigated, the concentration of KOH exhibits a significant influence in quantification of the intermetallic phases in HDSS. Consequently, the focus was primarily on exploring the impact of different KOH concentrations. Three distinct KOH concentrations were selected: the original concentration of 3.55 mol L^{-1} and higher concentrations of 6.0 and 10.0 mol L^{-1}. The experimental findings indicate that a concentration of 6.0 mol L^{-1} proves to be more effective for HDSS. A set of six specimens subjected to heat treatment in the range of 700-950°C was utilized, as these specimens contain various secondary phases amounts. To determine the fractions of the secondary phases accurately, quantitative metallography technique was employed. The total amount was quantified in the range of 1.8 to 34.6% When the LSV-KOH test is conducted using a KOH concentration of 6.0 mol L^{-1}, a calibration curve is generated by plotting the fraction of secondary phases against the charge density. This calibration curve exhibits a high R^2 value of 0.99. These findings demonstrate the capability of the LSV-KOH test to effectively quantify the secondary phases present in the specimens. The highly accurate calibration curve serves as reference for assessing the fraction of secondary phases in unknown samples.

Agradecimento: Universidade Federal FLuminense, CNPq, CAPES, FAPERJ.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Iago Magella Fernandes Costa Rossi e Silva, Beatriz Bonfim da Rosa, Lhaira Souza Barreto, Miriam Sanae Tokumoto, Vera Rosa Capelossi.

Nome dos Apresentadores: Iago Magella Fernandes Costa Rossi e Silva, Beatriz Bonfim da Rosa, Lhaira Souza Barreto, Miriam Sanae Tokumoto, Vera Rosa Capelossi., Iago Magella Fernandes Costa Rossi e Silva.

Instituição de Ensino: Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC), Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC), Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC), Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC).

TEOS SILANE FILM MODIFIED WITH SBA-15 LOADED WITH COCOA HUSK EXTRACT OBTAINED FROM DIFFERENT METHODOLOGY, AS PRETREATMENT OF CARBON STEEL

Resumo: Carbon steel is a metal alloy widely used in sectors such as automotive, civil construction, chemical and petrochemical industries. This material has good mechanical properties and low cost, but lower corrosion resistance. Therefore, methods are needed to increase its useful life, such as the application of pretreatments and corrosion inhibitors. Pretreatment provides anchoring of coatings, in addition to increasing corrosion resistance. Conventional pretreatments and inhibitors are against the principle of green chemistry, so alternative methods have emerged such as silane films and natural corrosion inhibitors. Silane films can promote a barrier effect and act as an anchoring interface for organic coatings. Corrosion inhibitors act by adsorption on the metal surface, so natural inhibitors such as cocoa husks have been studied and evaluated for corrosion efficiency. Santa Barbara Amorphous (SBA-15) is a mesoporous silica with a 2D hexagonal structure, presents excellent hydrothermal stability and acts as a molecular sieve, being reported in the literature for carrying molecules with inhibitory potential present in plant sources. Thus, this work seeks to comparatively evaluate the corrosion resistance of TEOS silane film modified with SBA-15 loaded with cocoa husk alcoholic extract against hydroalcoholic extract in the protection against corrosion of carbon steel 1008. The extracts were obtained after 48 hours of immersion, in the ratio of 1:2 (%wt) of cocoa husk to ethanol or 80% ethanolic solution (%wt), soon after it is reduced to extract by rotary evaporator. SBA-15 was synthetized according to Meynen et al. (2009), and loading with a mixture of 1% (%wt) of SBA-15 in extract for 24 hours, right after filtration, washing and drying. The film was formed through the sol-gel route and 3% (wt%) of SBA-15 loaded with each type of extract was added. Soon after, they were characterized electrochemically, chemically and morphologically. The electrochemical results, such as electrochemical impedance spectroscopy and polarization curves, indicated greater corrosion resistance for the film modified with SBA-15 loaded with hydroalcoholic extract, the infrared by Fourier transform indicated better film crosslinking and the presence of inhibitor functional groups in the silane film, the scanning electron microscopy presented a surface more protected for pretreated samples.

Agradecimento: CAPES, PROCIMM, LAMEQ, LFFI, BIOMA, USIMINAS, Klintex.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Victor Magno Paiva, Bráulio Soares Archanjo e Eliane D'Elia

Nome dos Apresentadores: Victor Magno Paiva, Bráulio Soares Archanjo e Eliane D'Elia, Victor Magno Paiva

Instituição de Ensino: Universidade Federal do Rio de Janeiro, Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

UTILIZAÇÃO DE PONTO QUÂNTICO DE CARBONO OBTIDO A PARTIR DE SEMENTE DE ACEROLA (MALPIGHIA GLABRA) E SUA APLICAÇÃO COMO INIBIDOR DE CORROSÃO PARA O AÇO CARBONO EM MEIO DE ÁCIDO CLORÍDRICO

Resumo: A indústria sofre constantemente com problemas que vão desde a prospecção, produção e entrega final de produtos. Muitos desses problemas estão relacionados principalmente com a corrosão, gerando custos diretos e indiretos com valores astronômicos. Os pontos quânticos de carbono surgem como materiais promissores na tentativa de mitigar esses problemas. O ponto quântico de carbono (PQC) é um material rico em carbono e em grupos funcionais oxigenados, o que o torna solúvel em vários meios, além de ser de fácil modificação. A facilidade de modificação permite a incorporação em sua estrutura com átomos de oxigênio, nitrogênio, enxofre, fósforo, elementos que aumentam a interação do inibidor com o aço melhorando assim a eficiência inibitória. Outro grande problema a ser apontado é a questão ambiental, o aumento populacional atrelado ao desenvolvimento não sustentável vem causando grandes danos ao planeta terra. Uma das grandes vantagens da utilização dos pontos quânticos de carbono é que eles podem ser obtidos através de biomassa, e a sua produção a partir de resíduos da agroindústria irá atender tanto questões ambientais como econômicas, além de produzir materiais com alto grau de dopagem, o que provavelmente poderá conferir melhores propriedades. Segundo o último senso, em 2017, realizado pelo Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística a produção do Brasil de acerola atingiu 60.996 toneladas [1]. Contudo, devido à alta perecibilidade da fruta, aproximadamente 46% da produção é diretamente destinada à indústria para produção de polpa, sucos e vitamina C, onde 40% de resíduo são gerados, ou seja, em torno de 11.000 toneladas de resíduos são gerados [2-4]. Desta forma PQCs foram produzidos a partir de semente de Acerola e caracterizados pelas técnicas de DLS, FTIR, RAMAN. O estudo de inibição foi realizado por ensaios eletroquímicos e de imersão. Os resultados obtidos com variação de temperatura mostraram que a adsorção do inibidor é de natureza física, atingindo eficiência de 88 e 94% para os tempos de 2 e 24 horas de imersão, respectivamente, na concentração de 300 ppm à temperatura ambiente. Os resultados eletroquímicos realizados na presença de 300 ppm mostraram eficiência de corrosão de 75% e um deslocamento do potencial de corrosão para potenciais mais negativos com um efeito de inibição mais pronunciado na curva catódica. Ambos resultados mostram o potencial dos PQCs como inibidor de corrosão.

Agradecimento: Faperj, CAPES e Rede Fluminense para a Pesquisa e Desenvolvimento de Nanomateriais Nanobiosistemas.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Raphaella Fagundes Von Stein; Neide Hiroko Takata; Ernesto Chaves Pereira de Souza

Nome dos Apresentadores: Raphaella Fagundes Von Stein; Neide Hiroko Takata; Ernesto Chaves Pereira de Souza, Raphaella Fagundes Von Stein

Instituição de Ensino: Universidade Estadual do Centro Oeste (Unicentro), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)

AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE DAS NANOPARTÍCULAS DE PRATA NA INIBIÇÃO DE CORROSÃO DE CHAPAS DE AÇO CARBONO

Resumo: O aço carbono é um material amplamente utilizado na indústria devido às suas propriedades mecânicas e baixo custo[1]. Por outro lado, a sua propensão à corrosão limita suas aplicações e eleva o custo de manutenção das instalações[2]. A corrosão é um fenômeno de degradação que causa danos para às infraestruturas e impactos ambientais negativos, além de representar custos para a sociedade[3]. Para minimizar esses custos, são empregadas estratégias de prevenção e controle da corrosão, como o uso de inibidores. No entanto, muitos desses inibidores apresentam limitações, como toxidade ao meio ambiente[4]. Portanto, a síntese de inibidores de baixa toxidade tem sido proposta. Neste sentido, as nanopartículas de prata (AgNP's) têm se destacado pela sua atuação na inibição da corrosão[5]. Desta forma, o presente trabalho apresenta a utilização de AgNP's, sintetizadas por um método verde como inibidoras de corrosão do aço carbono em meio ácido. Para a síntese das AgNP's utilizou-se o extrato resíduos da produção de vinho como agente redutor e estabilizante. As AgNP's foram caracterizadas por espectrofotometria UV-Visível, no espectrofotômetro UV-Vis Thermo Scientific™ NanoDrop™, no modo de absorbância e para a análise do potencial de inibição de corrosão foi utilizado um eletrodo embutido de aço carbono 1020, com área exposta de 0,28 cm^2, em meio de ácido sulfúrico 0,1 $molL^{-1}$, na ausência ou presença das AgNP's. As medidas eletroquímicas foram realizadas em um potenciostato Autolab PGSTAT 30, sendo elas: Potencial de Circuito Aberto (OCP), Voltametria de Varredura Linear (LSV) e Espectroscopia de Impedância Eletroquímica (EIS). Utilizou-se para os testes uma célula eletroquímica cilíndrica de vidro contendo o aço carbono embutido como eletrodo de trabalho, um eletrodo de referência Ag/AgCl e um contra eletrodo de rede de platina. O espectro de absorção apresentou banda plasmônica em 430 nm que comprova a formação das AgNP's[6]. O teste de polarização mostrou que o inibidor altera a taxa de oxidação do ferro[7]. Já pela análise de EIE, o diagrama de Nyquist apresentou semicírculos de maiores amplitudes nos testes contendo AgNP's e o diagrama de Bode mostrou que as AgNP's provocaram o deslocamento de ângulo de fase para valores maiores[6,8]. Foi observado um aumento no valor da resistência de polarização medida por EIE de 16,4 %. Estes resultados decorrem da formação de uma película protetora que diminui a área ativa e demonstram que as AgNP's previnem o processo de corrosão.

Agradecimento: A Universidade Estadual do Centro Oeste (Unicentro), ao Centro de Ciências Moleculares e de Nanotecnologia (CCMN), a Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR), ao Laboratório Interdisciplinar de Eletroquímica e Cerâmica (LIEC), a CAPES, a FAPESP e ao grupo PET Química.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Diego David da Silva, Germano Tremiliosi-Filho.

Nome dos Apresentadores: Diego David da Silva, Germano Tremiliosi-Filho., Diego David da Silva

Instituição de Ensino: Universidade de São Paulo

PROTEÇÃO CATÓDICA DA LIGA DE ALUMÍNIO 5050 A PARTIR DE NANOTUBOS DE TIO² E LUZ

Resumo: O alumínio e suas ligas são amplamente utilizados em diversas aplicações devido às suas propriedades. No entanto, assim como outros metais, o alumínio e suas ligas são suscetíveis à corrosão quando expostos a ambientes agressivos. Portanto, é necessário proteger a superfície metálica para evitar a corrosão das mesmas. Uma das formas de proteção contra a corrosão é a proteção catódica, e esta tem sido amplamente empregada em várias situações. A proteção catódica funciona polarizando a superfície metálica de forma negativa, fazendo com que toda a superfície se torne catódica e inibindo o processo corrosivo. Neste estudo foi realizada a proteção catódica assistida por luz da liga de alumínio 5050. A liga de alumínio foi conectada a nanotubos de TiO2 irradiados. Esses nanotubos foram obtidos por anodização eletroquímica e sua formação foi confirmada por meio de micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura. Os nanotubos apresentaram, em média, 10 µm de comprimento e 100 nm de diâmetro interno em suas extremidades. O tratamento térmico realizado resultou na formação da fase condutora anatase, a qual pode ser detectada por difratometria de raios X e espectroscopia de ultravioleta visível. Os nanotubos tratados termicamente foram submetidos a testes para determinar a densidade de fotocorrente em NaOH 1,0 mol / L, e NaOH 1,0 mol mais etanol 1,0 mol / L. A média das densidades de fotocorrente obtidas foram: 0,390 mA /cm^2 (eletrólito sem etanol); 0,840 mA /cm^2 (eletrólito com etanol). Com base nestes resultados, foram conduzidos os testes de corrosão com o eletrólito NaCl 0,1 mol / L. Nos testes de potencial de circuito aberto, observou-se uma redução média de aproximadamente 170 mV (eletrólito sem etanol) e uma redução média de 330 mV (eletrólito com etanol) quando a liga de alumínio foi acoplada aos nanotubos de TiO2 na presença de luz, em comparação com a condição sem acoplamento. Os testes de polarização linear de potenciais, na presença de acoplamento com os nanotubos iluminados, apresentaram uma redução média de 170 mV(eletrólito sem etanol) e 330 mV (eletrólito com etanol) no potencial de corrosão em relação à condição sem acoplamento aos nanotubos irradiados. Por fim, os testes de espectroscopia de impedância eletroquímica indicaram uma redução de significativa na resistência à transferência de carga na condição com acoplamento aos nanotubos iluminados, em comparação com a condição sem acoplamento. Em resumo, este estudo demonstrou que o acoplamento da liga de alumínio 5050 a nanotubos de TiO2 irradiados, previamente tratados termicamente, proporciona uma proteção catódica assistida por luz. Essa abordagem resultou em uma significativa redução nos potenciais de corrosão e na resistência à transferência de carga, demonstrando a eficácia dessa técnica como uma forma de proteção contra a corrosão do alumínio e suas ligas.

Agradecimento: CAPES, IQSC.

ISBN 978-85-8167-307-3

Nome dos autores: Beatriz Bonfim da Rosa, Iago Magella Fernandes Costa Rossi e Silva, Lhaira Souza Barreto, Miriam Sanae Tokumoto, Vera Rosa Capelossi

Nome dos Apresentadores: Beatriz Bonfim da Rosa, Iago Magella Fernandes Costa Rossi e Silva, Lhaira Souza Barreto, Miriam Sanae Tokumoto, Vera Rosa Capelossi, Beatriz Bonfim da Rosa

Instituição de Ensino: State University of Santa Cruz, State University of Santa Cruz, Federal University of Pernambuco, State University of Santa Cruz, State University of Santa Cruz

EVALUATION OF TEOS SILANE FILM MODIFIED WITH SBA-15 LOADED WITH COCOA HUSK HYDROALCOHOLIC EXTRACT IN CARBON STEEL PRETREATMENT

Resumo: Carbon steel is an alloy widely used in industrial sectors, such as civil construction, gas and oil pipelines, and in industrial machinery, due to its physical properties, such as high thermal conductivity, weldability and mechanical strength. However, carbon steel has low resistance to corrosion, therefore, it is necessary to apply processes that increase its resistance to corrosive attacks, as pretreatments. Silane films are an ecofriendly pretreatment alternative to increase corrosion resistance, through the barrier effect, and provide anchoring to coatings. Corrosion inhibitors that reduce or prevent reactions between the metal and the environment are mainly used. The inhibitors used are composed of heteroatoms capable of promoting adsorption to the metal surface. Natural inhibitors draw attention due to their antioxidant activity due to the presence of compounds such as flavonoids, alkaloids and nitrogenous bases in their composition. Mesoporous silica materials have been applied in anticorrosive coatings in order to act as reservoirs of corrosion inhibitors, releasing the inhibitor on demand and protecting the surface from corrosive attacks. The mesoporous silica SBA-15 has the potential to act as a nanocontainer due to its high number and volume of pores, and thermal stability. Therefore, this work aims to evaluate the performance of TEOS silane film modified with SBA-15 loaded with cocoa husk hydroalcoholic extract, when exposed to the corrosive medium of NaCl 0.1 mol/L, comparing it with conventional TEOS films. For incorporation, the extract was obtained by immersing the cocoa husk powder, in a 1:2 ratio, in an 80% ethanolic solution (%wt). SBA-15 was synthesized according to Meynen et al. (2009), and then loaded onto 1% (%wt) of the extract obtained, for 24 h. The concentrations of 1%, 2% and 3% of SBA-15 loaded onto the film (%wt) of TEOS silane were studied, then the carbon steel was immersed in the hydrolyzed solution for 2 min. Finally, the electrochemical characterization of the obtained film was performed. The results of electrochemical impedance spectroscopy and polarization curves indicate that the modified film showed greater resistance to corrosion than the conventional films and even with the increase in the concentration of charged SBA-15, there was greater resistance to corrosion.

Agradecimento: We thank the BIOMA and LAMEQ laboratories at the State University of Santa Cruz and the LPQ at the Federal University of Pernambuco.

UNIVATES

R. Avelino Talini, 171 | Bairro Universitário | Lajeado | RS | Brasil
CEP 95914.014 | Cx. Postal 155 | Fone: (51) 3714.7000
www.univates.br | 0800 7 07 08 09