

EDITAL Nº 06/2019/PRPI – CHAMADA PIICT/UFCA – APOIO A INICIATIVAS DE EMPREENDEDORISMO E INOVAÇÃO

Dados do Plano de Trabalho	
Título do Plano de Trabalho:	Desenvolvimento e Aplicação de Nanofibras como Adsorventes de Metais Pesados da Indústria Galvânica
Modalidade de bolsa solicitada:	PIBITI
Projeto de Pesquisa vinculado:	Implantação do Sistema SBS na Região do Cariri Visando o Desenvolvimento da Nanotecnologia Polimérica e Cerâmica

1. OBJETIVOS

1.1 Objetivo Geral

Utilizar a técnica de fiação por sopro em solução (“*Solution Blow Spinning*”-SBS) para produzir nanofibras de dióxido de titânio, visando sua aplicação na adsorção de metais pesados presentes nos efluentes líquidos provenientes das águas de enxágue pelas indústrias de galvanoplastia, apresentando uma alternativa para o tratamento de efluentes e viabilizando o reuso da água de lavagem no processo industrial. Para tanto, espera-se desenvolver um sistema inovador de tratamento de águas utilizando nanofibras, que seja simples, versátil e eficiente.

1.2 Objetivos Específicos

- Preparar soluções poliméricas com diferentes viscosidades;
- Verificar quais soluções poliméricas são mais adequadas ao processo de fiação;
- Incorporar precursores cerâmicos à solução polimérica mais viável e submeter ao processo de fiação para obtenção das nanofibras cerâmicas “verdes”;
- Tratar termicamente as nanofibras verdes para remoção dos compostos orgânicos e a formação da fase cerâmica desejada (TiO_2);
- Caracterizar as nanofibras obtidas;
- Aplicar as nanofibras obtidas (TiO_2) como adsorventes de metais pesados da indústria galvânica;
- Realizar análise estatística dos dados obtidos;
- Contribuir para avanços científicos, tecnológicos, de inovação e formação de recursos humanos na área;

2. METODOLOGIA

2.1 Materiais

Como polímero matriz e auxiliar de fiação será utilizado o Poli(vinil) pirrolidona (PVP), fornecido pela *Sigma Aldrich Chemistry*, com massa molar média igual a $360.000 \text{ g.mol}^{-1}$. O PVP foi escolhido por apresentar capacidade de fiação e compatibilidade com os precursores cerâmicos que serão utilizados.

Como precursores na síntese de fibras de TiO_2 serão utilizados:

- Isopropóxido de titânio IV ($\text{Ti}[\text{OCH}(\text{CH}_3)_2]_4$) 97%, fornecido pela Sigma-Aldrich;
- Álcool Etilico absoluto (Etanol) [$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$]. O etanol foi escolhido por ser um bom solvente para o PVP e apresentar afinidade química com os precursores cerâmicos.

- Ácido Acético Glacial P.A [C₂H₅OH].O ácido acético será utilizado a fim de estabilizar as soluções contendo os precursores cerâmicos.

2.2 Métodos

2.2.1 Preparação das soluções de fiação

Inicialmente serão preparadas soluções poliméricas em três diferentes concentrações de 5, 10 e 15% de PVP em álcool etílico a fim de avaliar a melhor condição para o processo de fiação. A dissolução será realizada a temperatura ambiente sob agitação constante por aproximadamente 30 min utilizando agitador magnético e em seguida permanecer em repouso por aproximadamente 4 horas para avaliar sua estabilidade. Após dissolução total do polímero no solvente a amostra será submetida ao processo de fiação para avaliar sua capacidade de formação de fibras.

Posteriormente será preparada a solução com os precursores de **dióxido de titânio**. Para tanto, será feita uma dissolução do precursor de titânio (isopropoxi de titânio IV) em 10 ml do solvente etanol sob agitação constante por cerca de 15 min. Após completa dissolução do precursor na solução será adicionado o polímero na concentração que se mostrar mais ideal na etapa anterior , e seguidamente 50µl de ácido acético para manter a estabilidade da solução. Após 30min sob agitação vigorosa a solução final será submetida ao processo de fiação.

2.2.2 Obtenção das fibras por Fiação por Sopro em Solução

O sistema utilizado é composto por uma bomba de injeção, uma fonte de pressão (sistema de ar comprimido), uma matriz de fiação e um coletor. Para a fiação das soluções com etanol é necessário fazer uso de uma câmara aquecida para facilitar a evaporação do solvente, uma vez que sua pressão de vapor a temperatura ambiente não é suficiente para a formação de fibras estáveis.

Após o processo de obtenção das fibras poliméricas contendo o precursor cerâmico finalizado (fibras “verdes”), estas serão submetidas à etapa de calcinação. Esta etapa será realizada em forno tipo mufla, com atmosfera de ar, com taxa de 5°C/min e patamar de queima de 2h. A calcinação será feita a 600 e 700°C a fim de avaliar a melhor temperatura de formação da fase desejada.

2.2.3 Caracterização morfológica das nanofibras

A superfície morfológica das nanofibras serão analisadas em um microscópio eletrônico de varredura (MEV) (superscan SHIMADZU SSX-550) e os diâmetros das fibras serão medidos utilizando o ImageJ, um software da National Institutes of Health, USA.

2.2.4 Análises térmicas

As análises termogravimétrica e térmica diferencial (TGA/ATD) serão realizadas (ensaio simultâneo) em um equipamento DTG-60H da Shimadzu sob atmosfera de ar (50 ml/min), em uma panela aberta de platina, a uma taxa de aquecimento de 5°C/min, da temperatura ambiente até 800°C.

2.2.5 Difração de Raios X (DRX)

As análises de difração de raios X serão conduzidas a temperatura ambiente em um equipamento Shimadzu XDR-6000 a 40kV e 30mA e com um comprimento de onda $\lambda_{CuK\alpha} = 1,5418 \text{ \AA}$. As amostras serão examinadas em um intervalo de 2θ entre 2,0 e 30,0 graus a uma taxa de 1°/min.

2.2.6 Aplicação das Fibras na Adsorção de Metais Pesados

Serão realizados testes preliminares para a verificação das melhores condições para o processo de adsorção dos metais pesados, levando-se em consideração os parâmetros como pH, Temperatura e Velocidade da Agitação.

Após os testes preliminares, será realizado o estudo da cinética e equilíbrio de adsorção. Os testes serão realizados em duplicatas.

A cinética de adsorção será determinada para estabelecer o tempo de contato ideal entre o adsorvente e o adsorbato. Esse estudo proporciona informação necessária para o planejamento de sistemas em escala piloto e industrial.

A quantificação de metais pesados antes e após o tratamento de adsorção com as nanofibras será realizada utilizando a técnica de Espectroscopia de Absorção Atômica de Chama (FAAS) em um equipamento SpectrAA 50/55 Series Agilent sob comburente Gás Acetileno/Ar Comprimido no Laboratório de Central Analítica da UFCA.

2.2.7 Análise Estatística dos Dados Obtidos

Serão aplicadas técnicas estatísticas para o planejamento amostral e interpretação dos dados. De forma que possamos observar as variáveis estudadas, confiabilidade dos resultados encontrados nos experimentos e uma aplicação economia e viável.

O processamento dos dados será feito em um software livre (RStudio), desenvolvido para cálculos estatísticos.

3. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

As atividades a serem realizadas pelo estudante estão esquematizadas no cronograma do Quadro 1 e descritas abaixo:

- AT1 - Aquisição dos insumos a serem empregados na pesquisa;
- AT2 - Pesquisa bibliográfica (se realizará durante todo o período da pesquisa);
- AT3 - Produção de nanofibras poliméricas a partir de diferentes concentrações de solução PVP/etanol;
- AT4- Caracterização morfológica das nanofibras poliméricas obtidas;
- AT5 - Produção de nanofibras de titânio utilizando a melhor condição obtida com as nanofibras poliméricas;
- AT6 - Caracterização morfológica da nanofibras;
- AT7 - Demais Caracterizações (DRX, TG);
- AT8 - Aplicação das Nanofibras como Adsorventes de Metais Pesados, processamento dos dados e discussão dos resultados;
- AT9 - Confecção dos relatórios e artigos técnico-científicos.

Quadro 1 -CRONOGRAMA DE EXECUÇÃO

Nº	2019					2020						
	08	09	10	11	12	01	02	03	04	05	06	07
AT1	X	X	X									
AT2	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
AT3			X	X	X							
AT4			X	X	X							

AT5						X	X	X				
AT6						X	X	X				
AT7								X	X			
AT8							X	X	X	X	X	
AT9						X						X