



## PLANO DE TRABALHO

### PROJETO PARA BOLSA PÓS-DOCTORADO – EDITAL 6

Nome do(a) Bolsista: **Liliane Landini**

Código do Projeto vinculado: **2020.06.IPEN.29**

#### DESCRIÇÃO DO PROJETO

Título do Projeto

Apoio no projeto de síntese de óxido de grafeno reduzido, a partir de cargas de agro-resíduos, para utilização em purificação de água, aplicando processamento com micro-ondas e hidrogenação

**Prazo Execução (meses): 36**

#### Objetivo Geral

Apoiar o projeto de síntese de óxido de grafeno reduzido, a partir de agro-resíduos, para utilização em purificação de água

#### Objetivos Específicos

- Sintetizar e reduzir óxido de grafeno, a partir de agro-resíduos (de cana-de-açúcar e jaca), utilizando micro-ondas (MO) com frequência de 2.450MHz e até 2kW de potência contínua e/ou aquecimento convencional elétrico - MC (até 500°C) e/ou gás hidrogênio (até 200bar de pressão), de unidade de reação em batelada, instalada no IPEN-CNEN/SP
- Estudar variáveis no processo: carga (g); tipo e massa de catalisador/solvente, quando for o caso; com ou sem pressão de gás hidrogênio (bar); temperatura (°C); tempo de reação (h); potência de micro-ondas (W); velocidade de agitação da carga (rpm); aquecimento convencional elétrico (MC)
- Enviar amostras para realização de determinações analíticas (caracterizações) por meio de: Difração de raios-X (DRX), Fluorescência de Raios-x (FRX), Espectroscopia Raman, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) e Espectrometria de Emissão Óptica (ICP-OES)
- Levantar dados preliminares, para comparação com outras metodologias já utilizadas em literatura

#### Palavras-chave

1 - óxido de grafeno

2 - agro-resíduos

3 - micro-ondas

4 -purificação de água

5 -

#### Metas Físicas

1 - Síntese e caracterização de OG e OGr a partir de agro-resíduos

2 - Comparação dos tipos de testes/processamentos com MO, MO+MC, Hidrogenação e combinados

3 - Preparação de filtros e avaliação da eficácia dos filtros\_OGr na remoção de íons e corante azul de metileno, na purificação da água

4 -Elaboraração de documentação

5 - Participação em eventos científicos



## PLANO DE TRABALHO

### PROJETO PARA BOLSA PÓS-DOCTORADO – EDITAL 6

#### **Justificativa Resumida:**

Os materiais de grafeno ganharam destaque nos últimos anos devido as suas excepcionais propriedades eletrônicas, térmicas e mecânicas. No entanto, o método normalmente empregado para sintetizar óxido de grafeno é o Método Hummers, que envolve a oxidação do grafite, através do tratamento com permanganato de potássio e nitrato de sódio, em ácido sulfúrico concentrado. Porém, este método resulta na produção de gases tóxicos, o que é prejudicial ao meio ambiente e à saúde humana. Conseqüentemente, há uma necessidade de explorar métodos mais ecológicos de sintetizar óxido de grafeno, usando técnicas de síntese que incluem modificações do Método dos Hummers ou técnicas de esfoliação mecânica. No entanto, a maioria delas é complexa e de alto custo. As micro-ondas podem ser usadas como um novo recurso tecnológico, economicamente mais viável, para a substituição destas técnicas de produção do óxido de grafeno reduzido (OGr).

A aplicação da tecnologia de micro-ondas permite o aquecimento direto ou indireto de cargas, que transmitem a energia (calor) por condução. A proposta deste trabalho é sintetizar e reduzir óxido de grafeno, a partir de agro-resíduos, utilizando micro-ondas (2.450MHz, com até 2kW contínuo e 8kW pulsado), em uma unidade de reação de hidrogenação, em batelada, em escala de bancada, instalada no IPEN-CNEN/SP. Ela é capaz de operar também com aquecimento convencional (elétrico), alta pressão de gás hidrogênio (até 200bar) e alta temperatura (até 500°C). Nos testes, serão empregados resíduos de jaca e bagaço de cana de açúcar, envolvendo as variáveis: carga (g); tipo e massa de catalisador/solvente, quando for o caso; com ou sem pressão de gás hidrogênio (bar); temperatura (°C); tempo de reação (h); potência de micro-ondas (W); velocidade de agitação da carga (rpm); aquecimento convencional (MC). As determinações analíticas das amostras serão feitas por meio de Difração de raios-X (DRX), Fluorescência de Raios-X (FRX), Espectroscopia Raman, Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) e Espectrometria de Emissão Óptica (ICP-OES). Serão levantados dados preliminares, a fim de compará-los com outras metodologias já utilizadas em literatura.

O OG e OGr sintetizados serão testados para uso na purificação de águas residuais (por meio de filtros/membranas), normalmente contaminadas com poluentes orgânicos e inorgânicos, tais como metais tóxicos, corantes, entre outros.



## PLANO DE TRABALHO

### PROJETO PARA BOLSA PÓS-DOUTORADO – EDITAL 6

#### CRONOGRAMA FÍSICO

| META FÍSICA 1 - Síntese e caracterização de OG e OGr a partir de agro-resíduos   |   |                        |     |
|--|---|------------------------|-----|
| ATIVIDADES:  | INDICADOR FÍSICO DE EXECUÇÃO  | Duração Prevista (mês) |     |
|  |   | Início                 | Fim |
| 1.1 Revisão de Literatura  | Elaboração de arquivo contendo atualização detalhada de publicações de patentes, artigos de revista científicas e congressos (nacionais e internacionais)   | 4                      | 35  |
| 1.2 Apoio na especificação de Materiais de Consumo, Equipamentos e Serviços  | Apoio na aquisição de Equipamentos, Aparatos/Materiais para Laboratório de Química, Componentes Mecânicos, Componentes Elétricos/Eletrônicos e Componentes de escritório e informática. Apoio na contratação de Serviços mecânicos, elétricos e de informática. | 4                      | 35  |
| 1.3 Realização de testes com amostras de agro-resíduos (jaca e bagaço de cana de açúcar), na unidade reacional de batelada:<br>- Testes com micro-ondas (MO)<br>- Testes com MO e Aquecimento Convencional (MO+MC)<br>- Teste com Hidrogenação e combinados com MO | Total de 50 testes, para obtenção de OGr > 90%, sendo: 20 testes com MO (e um solvente oxirredutor), 10 testes com MO+MC (e um solvente oxirredutor) e 20 testes usando gás hidrogênio com MO   | 4                      | 35  |
| 1.4 Preparo e envio de amostras sintetizadas (de OG e OGr), para caracterização por outros participantes do projeto  | Uso de métodos analíticos, como: DRX, FRX, Espectroscopia Raman, MEV, EDS e ICP-OES.<br>Os resultados obtidos após as caracterizações das amostras (antes e após testes) serão anotados em relatório  | 4                      | 35  |

#### META FÍSICA: 2 - Comparação dos tipos de testes/processamento com MO, MO+MC, Hidrogenação e Combinados

| ATIVIDADES: | INDICADOR FÍSICO DE EXECUÇÃO | Duração Prevista (mês) |  |
|-------------|------------------------------|------------------------|--|
|-------------|------------------------------|------------------------|--|



## PLANO DE TRABALHO

### PROJETO PARA BOLSA PÓS-DOCTORADO – EDITAL 6

|  |   | Início | Fim |
|--|---|--------|-----|
| 2.1. Avaliação da eficácia do OGr sintetizado para cada método apresentado | Implementação de metodologias que possibilitem o processamento e caracterização do OG e OGr | 4      | 35  |

#### META FÍSICA: 3 - Preparação de filtros e avaliação da eficácia dos filtros\_OGr na remoção de íons e corante azul de metileno na purificação da água

| ATIVIDADES:   | INDICADOR FÍSICO DE EXECUÇÃO   | Duração Prevista (mês) |     |
|---|--|------------------------|-----|
|   |  | Início                 | Fim |
| 3.1 Apoio na especificação de materiais e serviços para montagem de aparatos relacionados a filtragem, preparação de soluções, solventes, bem como respectivas caracterizações do produto final | Apoio na aquisição de aparatos/materiais para laboratório de química, na contratação de serviços de: confecção e montagem de vidraria em geral, instrumentação básica e otimização/modificação de dispositivos | 15                     | 34  |
| 3.2 Apoio na preparação de filtros com OGr  | Apoio na construção de no mínimo 10 filtros, com eficiência acima de 98% de filtragem  | 15                     | 34  |
| 3.3 Apoio na preparação de soluções de água contaminadas com metais pesados e corantes de azul de metileno  | Apoio na simulação de condições industriais de estação de tratamento de água (20L de água contaminada)   | 15                     | 34  |
| 3.4 Apoio nos testes com água contaminada, para avaliar a eficácia dos filtros com OGr sintetizado na remoção de íons metálicos e de corante azul de metileno presentes                         | Remoção de contaminantes de amostras de água > 98 %  | 15                     | 34  |
| 3.5 Envio de amostras de solução aquosa antes e após filtragem, para caracterização por ICP-OES, UV e MEV   | Avaliação dos resultados das caracterizações   | 15                     | 34  |

#### META FÍSICA: 4 - Elaboração de Documentação

| ATIVIDADES:  | INDICADOR FÍSICO DE EXECUÇÃO  | Duração Prevista (mês) |                      |
|--|---|------------------------|----------------------|
|  |   | Início                 | Fim                  |
| 4.1 Elaboração de relatórios técnicos  | Emissão de um relatório técnico por ano (número total - 3).   | 12/2<br>4/36           | 12<br>/2<br>4/<br>36 |
| 4.2 Elaboração de Artigos para Revistas Científicas, Trabalhos para Congressos e/ou Patente, etc | Aceitação e/ou publicação de pelo menos um artigo para revista científica, por ano de projeto<br>Estudo de viabilidade de pedido de depósito de uma patente | 12                     | 36                   |



## PLANO DE TRABALHO

### PROJETO PARA BOLSA PÓS-DOCTORADO – EDITAL 6

|   |   |   |    |
|---|---|---|----|
| 4.3 Participação em reuniões técnicas, congressos, treinamentos, eventos científicos e workshops, etc | Apresentação de pelo menos um trabalho em congresso científico<br>Emissão de ata de reunião, apresentação de certificados de participação, tickets de passagens, entre outros |   |    |
|   |   | 4 | 35 |
|   |   |   |    |
|   |   |   |    |

#### META FÍSICA: 5 - Participação em eventos científicos

| ATIVIDADES:   | INDICADOR FÍSICO DE EXECUÇÃO   | Duração Prevista (mês) |     |
|---|--|------------------------|-----|
|   |  | Início                 | Fim |
| Participação em reuniões técnicas, congressos, treinamentos, cursos, seminários, workshops, etc | Citação de ata de reunião, certificados de participação, bilhetes de passagens, comprovantes de inscrições, entre outros | 4                      | 35  |

#### Resultados Esperados

- 1 - Implementação de metodologias que permitam o processamento e caracterização do OG e OGr
- 2 - Produção de filtros/membranas, a partir dos experimentos com cana-de-açúcar e jaca, com capacidade de remoção de contaminantes de água maior que 98%, ou seja, de maior valor agregado e com redução do impacto ambiental
- 3 - Identificação das melhores condições de processamento de OG e OGr (levantamento de parâmetros) que possibilitem avaliar a realização de um projeto futuro, de um equipamento mais específico (em escala piloto)
- 4 - Divulgação da pesquisa em publicações científicas
- 5 - Pedido de depósito de patente (produto e processo)

#### Grau de Inovação (se houver):

Inovação em processo produtivo de filtros/membranas, usando as micro-ondas como um recurso tecnológico na redução de óxido de grafeno, produzido a partir de agro-resíduos, de uma forma economicamente e ecologicamente mais viável, dos obtidos por processos convencionais (Método de Hummers ou técnicas de esfoliação mecânica – normalmente complexas e de alto custo).

Em comparação com o método convencional desta produção, a proposta de utilização desta técnica (micro-ondas), proporcionará diminuição de custos com tempo e energia de processo (acarretando aumento de produção e melhor qualidade de produto) e evitará a produção de gases tóxicos.

**Bibliografia:**

1. ZHU, Y.; MURALI, S.; CAI, W.; LI, X.; SUK, J. W.; POTTS, J. R.; RUOFF, R. S. Graphene and Graphene Oxide: Synthesis, Properties, and Applications. *Advanced Materials*, 22(35), 3906-3924, 2010
2. LIANG, J.; WANG, Y.; HUANG, Y.; MA, Y.; LIU, Z.; CAI, J.; CHEN, Y. Electromagnetic interference shielding of graphene/epoxy composites. *Carbon*, 47(3), 922-925, 2009
3. CHUNG, C.; KIM, Y.; SHIN, D.; RYOO, S.; HONG, B. H.; MIN, D. Biomedical Applications of Graphene and Graphene Oxide. *Accounts of Chemical Research*, 46(10), 2211-2224, 2013
4. JUNG, J. H.; WOO, J. Y.; LEE, J.; HAN, C. Ultrathin graphene oxide membranes for water purification. 2015 IEEE 15th International Conference on Nanotechnology -IEEEENANO, 212-215, 2015.
5. LIU, H.; WANG, H.; ZHANG, X. Facile Fabrication of Freestanding Ultrathin Reduced Graphene Oxide Membranes for Water Purification. *Adv. Mater.*, 2014.
6. WANG, Z.; WU, A.; CIACCHI, L.C.; WEI, G. Recent Advances in Nanoporous Membranes for Water Purification. *Nanomaterials*, 8,65, 2018.
7. HUMMERS, W. S.; OFFEMAN, R. E. Preparation of Graphitic Oxide. *Journal of the American Chemical Society*, 80(6), 1339-1339, 1958.
8. LATZA, U.; GERDES, S.; BAUR, X. Effects of nitrogen dioxide on human health: Systematic review of experimental and epidemiological studies conducted between 2002 and 2006. *International Journal of Hygiene and Environmental Health*, 212(3), 271-287, 2009
9. CHEN, S.; DING, R.; MA, X.; XUE, L.; LIN, X.; FAN, X.; LUO, Z. Preparation of Highly Dispersed Reduced Graphene Oxide Modified with Carboxymethyl Chitosan for Highly Sensitive Detection of Trace Cu(II) in Water. *Polymers*, 8, 78, 2016
10. GUO, S.; DONG, S. Graphene nanosheet: Synthesis, molecular engineering, thin film, hybrids, and energy and analytical applications. *Chem. Soc. Rev*, 40, 2644-2672, 2011
11. XIAO, J.; LE, C. L. J. A Novel, Eco-friendly Synthesis of Reduced Graphene Oxide from Durian Rind and Sugarcane Bagasse for Water Filters. Disponível em: <https://www.xylem.com/pl-pl/making-waves/water-utilities-news/young-inventors-use-food-waste-to-create-sustainable-water-filter/>; 2020
12. MANSOR, R., ANUAR, H., NAZRI, W. B., & FITRIE, M. A. Preparation and Characterization of Physical Properties of Durian Skin Fibers Biocomposite. *Advanced Materials Research*, 576, 14, 212-215, 2012
13. LAZIMA, Z. M.; HADIBARATAA, T.; PUTEHA, M. H.; YUSOPB, Z.; WIRASNITAA, R.; NORA, N. M. Utilization Of Durian Peel As Potential Adsorbent For Bisphenol A Removal In Aqueous Solution. *Jurnal Teknologi*, 2015, 74:11, 109-115. Disponível em: [www.jurnalteknologi.utm.my](http://www.jurnalteknologi.utm.my), acesso em set. 2020.
14. LEE, K.; SHABNAM, L.; FAISAL, S. N.; HOANG, V. C.; GOMES, V. G. Aerogel From Fruit Biowaste Produces Ultracapacitors With High Energy Density And Stability. *Journal of Energy Storage* 27, 10.152, 2020.
15. FLAHERTY, N. Smelly fruit takes on graphene in supercapacitors, disponível em: <https://www.eenewspower.com/news/smelly-fruit-takes-graphene-supercapacitors>, 2020.
16. BASSO, A. M.; MOURA, M. F. V. *Jaca - Um Estudo de Sua Química e Uma Resenha de Sua História*. Instituto Federal Rio Grande do Norte. 2017.
17. BALAMAZE, J.; MUYONGA, J.H.; BYARUHANGA Y.B. Production and utilization of jackfruit (*Artocarpus heterophyllus*) in Uganda. *African Journal of Food, Agriculture, Nutrition and Development*, Vol. 19 (2). 2019.
18. KHADIJA, Q.; INAMULLAH, B.; RAFIQUE, K.; ABDUL, K.A. Physical and chemical analysis of activated carbon prepared from sugarcane bagasse and use for sugar decolorisation. *International Journal of Chemical and Biomolecular Engineering.*, 1(3), 145-149, 2008.

19. ZOU, X.; HAO, J.; QIANG, Y.; XIANG, B.; LIANG, X.; SHEN, H. An intermittent microwave-exfoliated non-expansive graphite oxide process for highly-efficient production of high-quality graphene. *Journal of Colloid and Interface Science*, V. 565, p. 288-294, 2020
20. XIE, X. ; ZHOU, Y.; HUANG, K. Advances in Microwave-Assisted Production of Reduced Graphene Oxide. *Front. Chem.*, 2019
21. HAQUE, K.E. 'Microwave energy for mineral treatment process – a brief review", *Int. J. Miner. Process* 57, p.1-24 , 1999.
22. CLARK, D.E.; FOLZ, D.C.; WEST, J.K. Processing materials with microwave energy. *Materials Science and Engineering A* 287, p.153-158, 2000.
23. VOIRY, D.; YANG, J.; KUPFERBERG, J.; FULLON, R. LEE, C.; JEONG, H. Y.; SHIN, H. S.; CHHOWALLA, M. High-quality graphene via microwave reduction of solution-exfoliated graphene oxide. *Science*, Vol. 353 (6306), pg.1413-1416, 2016
24. Rutgers Engineers use microwaves to Produce High Quality Graphene, Disponível em: <https://www.rutgers.edu/news/rutgers-engineers-use-microwaves-produce-high-quality-graphene>; Acesso em: out. 2020
25. SINGH, R. K.; KUMAR, R.; SINGH, P. D. Graphene Oxide: Strategies for Synthesis, reduction and frontier applications. *RSC Advances*. Vol. , pg. 64993-65011, 2016
26. Scalable Production of Reduced Graphene Oxide (rGO) from Graphite Oxide (GO). Disponível em: <http://youngscientistjournal.org/youngscientistjournal/article/scalable-production-of-reduced-graphene-oxide-rgo-from-graphite-oxide-go>. Acesso em out. 2020.
27. ABBAS, S., ISMAIL, I., MOSTAFA, T., SULAYMON, A. Biosorption of Heavy Metals: A Review. *Journal of Chemical Science and Technology*, 3(4), 74-102, 2014.
28. ASLAM, M.M., HASSAN, I., MALIK, M., MATIN, A. Removal of Copper from Industrial Effluent by Adsorption with Economical Viable Material. *Electron. J. Environ. Agric. Food Chem.*, 3(2), 658-664, 2004.
29. MOHAMMED, M.A., SHITU, A., IBRAHIM, A. Removal of Methylene Blue Using Low Cost Adsorbent: A Review. *Research Journal of Chemical Sciences*, 4(1), 91-102, 2018).
30. CORDEIRO, J. L. C.; BRITO, S. M. O.; OLIVEIRA, J. F. R. Purificação de Efluentes Contaminados pelo Corante Azul de Metileno, Utilizando a Coroa do Abacaxi com Superfície Modificada. *Anais Seminário de Iniciação Científica, Universidade Estadual de Feira de Santana*, 2016.
31. MOREIRA, E.M.; CARDOSO, M.J.B.; ARAUJO, S.G.; TAKAHASHI, J.;ALENCAR, M.S. Method and Apparatus for Microwave Assisted Processing of Feedstocks, US Patent,
32. JACOVONE, R. M. S. Estudo do Comportamento Eletroquímico do Óxido de Grafeno Reduzido/Ni Sintetizado por Radiação Ionizante. *Dissertação na Ciências na Área de Tecnologia Nuclear*, 2020.