

505

**Síntese e caracterização de nanocompósitos nafion-óxidos higroscópicos para aplicação como membranas autoumidificadas em células a combustível de membrana de troca protônica de temperatura intermediária**

Elisabete Inácio Santiago

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (Ipen)

Secretaria de Desenvolvimento

Processo 2004/04555-8

Vigência: 1/2/2005 a 31/3/2009

Este projeto de pesquisa tem como objetivo a síntese e a caracterização físico-química de compósitos baseados em membranas perfluorinadas (Nafion®) e óxidos metálicos higroscópicos, visando à aplicação como membranas autoumidificadas em células a combustível de membrana de troca protônica de temperatura intermediária. Óxidos metálicos higroscópicos, tais como  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{ZrO}_2$ ,  $\text{SiO}_2$  e as combinações destes, serão preparados a partir de processos sol-gel. Membranas de Nafion® comerciais de diferentes espessuras serão utilizadas como matriz polimérica. Os compósitos serão obtidos por imersão dos polieletrólitos em sóis precursores de óxidos metálicos em diferentes tempos e submetidos a diferentes tratamentos térmicos. Os materiais resultantes serão caracterizados por espectroscopia de infravermelho (FT-IR), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e/ou de transmissão (MET), análise termogravimétrica (TGA) e espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX) com o objetivo de se avaliar o grau de impregnação do óxido metálico, morfologia e estabilidade térmica desses compósitos. Propriedades, tais como a capacidade de retenção de água (*water uptake*) e a condutividade iônica, serão determinadas por técnicas gravimétricas e espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS), respectivamente. Medidas de polarização serão realizadas por meio do levantamento sistemático de curvas de polarização em estado estacionário. Para tanto, conjuntos membranas-eletrodo serão construídos, utilizando-se eletrodos de difusão de gás compostos por particulados de Pt dispersos em carbono de elevada área superficial. Os conjuntos membranas-eletrodo serão dispostos em células a combustível unitárias alimentadas com os combustíveis  $\text{H}_2$ , mistura  $\text{H}_2/\text{CO}$  ou metanol no ânodo e  $\text{O}_2$  no cátodo. Por fim, tem-se como objetivo propor um modelo que possa levar a uma melhor compreensão dos processos de condução de água e prótons nesses materiais.

506

**Auto-organização dinâmica na interface sólido-líquido**

Hamilton Brandão Varella de Albuquerque

Instituto de Química de São Carlos

Universidade de São Paulo (USP)

Processo 2004/04528-0

Vigência: 1/5/2005 a 30/4/2009

A emergência de estruturas espaço-temporais auto-organizadas em sistemas químicos abertos e afastadas do estado de equilíbrio termodinâmico resulta da cooperação entre os processos de reação e transporte de espécies ativas e tem-se tomado uma área de intensa atividade nos últimos anos. Auto-organização dinâmica na interface sólido-líquido é o tema central do presente projeto. Estudos iniciais envolverão sistemas eletrocatalíticos homogêneos simples tomados como modelo. De posse do conhecimento da dinâmica adjacente aos processos de quebra de simetria temporal dos elementos pontuais, estudos com sistemas espacialmente estendidos serão realizados. A estratégia experimental prevê a utilização de vários elementos individuais distribuídos ao longo da interface sólido-líquido controlados globalmente via potenciostato e cujas atividades, ou correntes, individuais serão independentemente monitoradas. O objetivo fundamental consiste no estudo sistemático da emergência, desenvolvimento e dinâmica de estruturas dissipativas sob diferentes condições de troca de informação espacial entre elementos individuais dispostos sob diferentes arranjos espaciais ao longo da interface. Além do interesse fundamental em tais estudos, pontos específicos relacionados à dinâmica espaço-temporal de problemas complexos serão abordados por meio do desenho experimental apropriado e das condições de acoplamento.

507

**Melhoria do desempenho analítico em espectrometria de absorção atômica: estudo e aprimoramento de sistemas atomizadores**

Edenir Rodrigues Pereira Filho

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia

Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)

Processo 2004/01970-4

Vigência: 1/9/2004 a 31/8/2008

Este projeto de pesquisa está voltado para o estudo e aprimoramento analítico em espectrometria de absorção atômica com o emprego de sistemas atomizadores alternativos. Será dada atenção especial às técnicas que utilizam forno na chama, tais como: *spray* térmico (TSFF-AAS) e jato de amostra (Biff-AAS). Durante o período de otimização das condições operacionais das duas técnicas, serão estudados novos materiais para a preparação e configuração dos tubos atomizadores e dispositivos para a introdução das amostras. Essas otimizações terão como enfoque o aumento na sensibilidade e seletividade. A introdução direta de amostras na forma de suspensões será investigada a fim de reduzir o tempo gasto nas etapas prévias de preparo. Durante o decorrer do projeto, poderão ser utilizadas ferramentas matemáticas/químio-métricas, tais como planejamento fatorial, PCA e PCA de

imagens na otimização dos experimentos e entendimento dos processos de atomização e interações nas superfícies dos fornos atomizadores. Neste projeto, deseja-se propor um trabalho multidisciplinar com o emprego de métodos espectroanalíticos e quimiometria.

508

### **Caracterização *in situ* de interações entre espécies metálicas e matéria orgânica em sistemas aquáticos: ensaios utilizando diálise e ultrafiltração**

André Henrique Rosa

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Campus Experimental de Sorocaba

Processo 2003/13044-4

Vigência: 1/7/2004 a 30/6/2008

Pretende-se desenvolver e aplicar metodologias para a caracterização *in situ* de interações entre espécies metálicas e matéria orgânica aquática. Uma, baseada na diálise em membranas, utilizando saquinhos de chá previamente purificados e empacotados com trocador(es) catiônico(s), os quais serão imersos diretamente no manancial permitindo o estudo da labilidade relativa de espécies metálicas *in situ*, em função do tempo e da quantidade do trocador. Outra proposta a ser investigada é a utilização de sistema de ultrafiltração tangencial de tubo em forma de T, equipado com membrana filtrante. Baseado na elevada massa molar da matéria orgânica natural (MON), os metais livres serão diferenciados daqueles originalmente complexados, por meio do bombeamento direto da água do manancial para o sistema de ultrafiltração. Estudos variando parâmetros, tais como tempo de contato e concentração de soluções de ligantes (por exemplo, EDTA) e/ou íons Cu (II) possibilitarão, por exemplo, caracterizar a estabilidade de complexos metal-MON. Os resultados dos procedimentos *in situ* permitirão melhor compreensão de fenômenos ambientais relacionados à complexação, transporte, estabilidade e labilidade de espécies metálicas em sistemas aquáticos ricos em matéria orgânica.

509

### **Filmes automontados e Langmuir-Blodgett (LB) utilizados como sensores para a avaliação da qualidade de águas**

Marystela Ferreira

Faculdade de Ciências e Tecnologia de Presidente Prudente

Universidade Estadual Paulista (Unesp)

Processo 2003/05722-2

Vigência: 1/2/2004 a 31/8/2007

O projeto visa ao desenvolvimento de sensores para análise de contaminantes fenólicos e metais pesados (Pb, Cd, Cr) em águas residuais, utilizando um sistema experimental de baixo custo. As unidades sensoriais serão

compostas de filmes ultrafinos de polímeros condutores e/ou mistos com compostos inorgânicos em diferentes combinações de arquiteturas supramoleculares, pré-depositados sobre substratos sólidos, por meio das técnicas de automontagem (LBL) e Langmuir-Blodgett (LB). A flexibilidade no controle da espessura dos filmes, oferecida por essas técnicas, poderá ser explorada para atingir baixos tempos de resposta das unidades sensoriais. As unidades serão imersas em diferentes sistemas líquidos e a aquisição e caracterização dos resultados serão realizadas por medidas elétricas em corrente alternada (AC) e pela técnica de pulsos, em eletroquímica. A interação entre os filmes finos de polímeros e os compostos fenólicos e metais pesados será estudada por meio da caracterização espectroscópica por UV-Vis, FTIR e Raman, além da caracterização eletroquímica (voltametria cíclica). Quando necessário, será feita a caracterização espectroscópica e eletroquímica do material que servirá como eletrodo (unidade sensorial). Por exemplo, os filmes LB de Pani/Rupy e LBL de Pani/V2O5 já foram intensamente estudados durante o pós-doutorado realizado no IFSC, porém os materiais novos, como as porfirinas ou os polímeros derivados de PMMA e PS, ainda não foram estudados na forma de filmes nanoestruturados. Na primeira etapa do projeto serão otimizadas as condições de fabricação dos filmes ultrafinos dos materiais citados. Posteriormente, será testada a sensibilidade de resposta do dispositivo e sua capacidade de diferenciar/reconhecer os contaminantes orgânicos e metais pesados em águas em diferentes concentrações molares. Análises complementares mediante microscopia de força atômica (AFM, do inglês *atomic force microscopy*), espectroscopia Raman e eletroquímica serão realizadas para verificar possíveis alterações sofridas pelos materiais devido ao contato com os diferentes analitos. Outra etapa envolve a análise das respostas dos sensores obtidas por meio de estatística multivariada, como na técnica de Análise de Componentes Principais (PCA, do inglês *principal component analysis*). O PCA permite correlacionar estatisticamente os dados, indicando se determinada amostra é semelhante ou não a outra, qual variável contribui mais para essa diferenciação, se as variáveis estão correlacionadas ou independentes umas das outras. Por fim, espera-se que seja possível realizar medidas em amostras reais de efluentes da região de Presidente Prudente. Estudos realizados por pesquisadores da Unesp mostraram que efluentes da região estão contaminados por fenóis e alguns metais pesados (Pb, Cr).

510

### **Estudos eletroquímicos sobre eletrocatalisadores à base de platina utilizando combustíveis alternativos em células do tipo eletrolitopolimérico sólido**

Almir Oliveira Neto