



**SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DO BAIXO TOCANTINS
FACULDADE DE CIÊNCIAS EXATAS E TECNOLOGIA
CURSO DE LICENCIATURA PLENA EM FÍSICA**

LUÍS EDUARDO DE SENA DOS SANTOS

**DESENVOLVIMENTO DE CÉLULA ELETROLÍTICA NANOESTRUTURADA
BASEADA EM MANDIOCA/LÍTIO E ELETRODOS
DE NANOTUBOS DE CARBONO**

ABAETETUBA - PA

2019

LUIS EDUARDO DE SENA DOS SANTOS

**DESENVOLVIMENTO DE CÉLULA ELETROLÍTICA NANOESTRUTURADA
BASEADA EM MANDIOCA/LÍTIO E ELETRODOS
DE NANOTUBOS DE CARBONO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Faculdade de Ciências Exatas e Tecnologia da Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de Abaetetuba, como requisito final para obtenção do grau de Licenciado Pleno em Física, sob a orientação do Prof. Dr. Marcos Allan Leite dos Reis.

ABAETETUBA - PA

2019

LUIS EDUARDO DE SENA DOS SANTOS

Este trabalho de Conclusão de Curso foi julgado e aprovado, para a obtenção do Título de Licenciado Pleno em Física pelo corpo docente da Faculdade de Ciências Exatas e Tecnologia da Universidade Federal do Pará, Campus Universitário de Abaetetuba.

Abaetetuba, 26 de Junho de 2019

Prof. Dr. Marcos Allan Leite dos Reis

UFPA

Orientador

Prof. Dr. Flávio Vargas Andrade

Examinador

Prof. Dr. Gabriel Adolfo Pasca Cabrera

Examinador

Dedico ao meu pai tota(em memória) e mãe Antônia

Agradecimentos

A Deus, por ter me proporcionado fôlego de vida para chegar até aqui e ter se mostrado a cada dia como o meu melhor amigo, tudo o que tenho é o que vier ter, se somente se, pela graça do senhor Jesus.

Aos meus pais Antônio dos Santos Carvalho (tota) (in memorian) e minha mãe Antônia Corrêa de Sena dos Santos, por toda força e dedicação em minha criação me ensinando a lutar e batalhar por meus objetivos e por terem acreditado em mim.

Ao amigo Lucas Alencar por ter me ajudado com inúmeras caronas ao cursinho, haja vista, minha casa do cursinho é muito longe mais de 10 km em um sol quente ficaria muito difícil.

A Ziza Moraes que inúmeras vezes me ajudou com materiais, sempre com um carinho imenso por mim, como também a uma amiga de oração Nara Santana.

Aos meus amigos de curso, em especial Izaias Gonçalves que contribuí na minha formação se mostrando um grande amigo nessa jornada, como também na formação desse dispositivo.

Ao Professor DR marcos Allan pela paciência e pela proeminência em seus conhecimentos e por compartilhar comigo e me dar satisfação de trabalhar consigo, como também, pelos sábios conselhos quando perder meu pai.

Aos amigos do lamosic que me ajudaram de maneira ímpar: Dhonatas, Leandro, Paula e Kenedy, que contribuíram de maneira ímpar para a formação de meus dispositivo.

Agradecer a todos os professores que fizeram parte de minha formação nessa caminha contribuindo de maneira singular para a mesma.

A PROPESP/UFGA pelo suporte financeiro por meio do PIBIC/INTERIOR

bendito é o nome do senhor Jesus (tradução em Hb. ישו של השם ברוך).

Resumo

O carbono é um dos elementos essenciais para a vida, o mesmo possui algumas formas alotrópicas. Neste trabalho, utilizaremos uma dessas formas que é o Nanotubo de Carbono (NTC), pois, o mesmo detém características como: transportar corrente elétrica com intensidade superior 100 vezes maior que do cobre, retardamento na corrosão nos processos eletrolíticos, dentre outros. Sendo assim, a aplicabilidade do NTC tem se tornado mais evidente na contemporaneidade através de dispositivos como: sensores, capacitores, baterias, assim por diante. Através de um polímero biodegradável conhecido como fécula que é extraído da mandioca somado a um auto poder de condutividade do Perclorato de Ion-lítio ($LiClO_4$) que formam o eletrólito. Em seguida, utilizou-se de Buckypapers (BP) baseados em filmes de NTC, cuja função é comporta-se como eletrodo. Desta maneira, formou-se uma pilha cujas dimensões eram: 4 cm de comprimento e 2 cm de diâmetro modelada a partir do programa de modelagem Cinema 4D versão R.14, onde utilizou-se a impressora 3D Anet A8 para a manufatura da estrutura da pilha, no qual o polímero ABS (Acrylonitrile butadiene styrene) foi usado como invólucro da mesma. Portanto, obtivemos resultados satisfatórios através dos equipamentos: microscopia eletrônica de varredura (MEV) e caracterização elétrica de: $0,35 \pm 0,003V$; $3,18 \pm 0,005 k\Omega$ e $0,11 \pm 0,001 mA$.

Palavras chave: Fécula mandioca, buckypaper, pilha.

Abstract

Carbon is one of the essential elements for life, and it has some allotropic forms. In this work, we will use one of these forms that is the Carbon Nanotube (CNT), because it has characteristics such as: transport electric current with an intensity 100 times higher than copper, retardation in corrosion in electrolytic processes, among others. Thus, the applicability of the CNT has become more evident in the contemporary world through devices such as: sensors, capacitors, batteries, and so on. Through a biodegradable polymer known as starch that is extracted from cassava added to an auto conductivity of the lithium Perchlorate (LiClO_4) that form the electrolyte. Then, it was used of Buckypapers (BP) based on CNT films, whose function is behaves like electrode. In this way, a stack was formed whose dimensions were: 4 cm in length and 2 cm in diameter modeled from the modeling program Cinema 4D version R.14, where the 3D Anet A8 printer was used for the manufacture of the structure of the in which the ABS polymer (Acrylonitrile butadiene styrene) was used as a sheath of the same. Therefore, we obtained satisfactory results through the equipment: scanning electron microscopy (SEM) and electrical characterization of: $0.35 \pm 0.003\text{V}$; $3.18 \pm 0.005\text{ k}\Omega$ and $0.11 \pm 0.001\text{ m A}$.

Keywords: manioc starch, Buckypaper, stack.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Estrutura dos nanotubos de carbono. a) nanotubo de parede simples (SWNT); b) nanotubo de parede múltiplas (MWNT)-----	12
Figura 2- Tabela do sistema internacional de medidas e prefixos-----	16
Figura 3- a) O grafeno, folha de grafite; b) C-60, a molécula de carbono mais estável e comum; c) nanotubo de carbono, que essencialmente é uma folha de grafeno enrolada-----	17
Figura 4- Formas do Diamante: a) forma do diamante cúbica, b) forma do diamante hexagonal-----	18
Figura 5- Estrutura hexagonal da forma alotrópica do carbono grafite, bem como uma de suas aplicações lápis-----	19
Figura 6- Representação geométrica do fulereno-----	20
Figura 7- Categorias do NTCs: a) SWCNT; b) DWCNT; c) MWCNT-----	20
Figura 8- Processo de formação dos SWCNT-----	21
Figura 9- Estrutura geométrica dos NTCs. a) armchair; b) zig-zag; c) quirial-----	22
Figura 10- Síntese do nanotubo de carbono a partir do método de descarga de arco-----	23
Figura 11- Síntese de nanotubo de carbono a partir do método de ablação por laser-----	23
Figura 12- Síntese dos NTCs a partir do método CVD-----	24
Figura 13- Formação de BPs a partir de SWCNT em vários diâmetros. a) 90mm; b) 47mm; c) 25mm-----	25
Figura 14- Método de produção de BPs filtração a vácuo, onde é composto por um funil de buncher, fixo sobre um kitassato conectado por uma mangueira a uma bomba de vácuo-----	26
Figura 15- Estruturas do fécula da mandioca: a) cadeia linear amilose; b) cadeia ramificada amilopectina -----	27
Figura 16- Processo de funcionamento químico e físico de uma bateria-----	29
Figura 17- Curvas características de uma bateria convencional-----	29
Figura 18- Processo de funcionalização MWNT- HNO_3 -----	31
Figura 19- Volume de interação: a) localização dos sinais emitidos pelas amostras; b) relação da voltagem para elementos leves e pesados-----	32
Figura 20- Processo de solubilização em fase líquida-----	33
Figura 21- Processo de solubilização em fase sólida-----	34
Figura 22- Processo de preparação da fécula da mandioca-----	34
Figura 23- Preparação das peças: macho e fêmea de encaixe inferior e superior-----	35

Figura 24-Processo de impressão da pilha-----	36
Figura 25- Produção de Buckypapers-----	37
Figura 26- Produção de eletrólito-----	38
Figura 27- Circuito montado para aferição da tensão de circuito aberto-----	39
Figura 28- Circuito montado para aferição da corrente de curto-circuito-----	39
Figura 29- Multitest ET 2232 com o resistor de 39Ω -----	41
Figura 30- Circuito fechado com resistor 39Ω -----	41
Figura 31- morfologia macroscópica aglomerada de MWCNTs-HNO ₃ -----	42
Figura 32- Resultados da solubilização líquida: a) valor da resistência b) uniformidade na superfície do polímero-----	43
Figura 33- solubilização líquida do eletrodo com a adição de acetona: a) não uniformidade de MWNT nas regiões poliméricas b) valor da resistência-----	43
Figura 34- solubilização sólida do eletrodo: a) resistência após sair da estufa e b) resistência após 15 minutos em temperatura ambiente-----	44
Figura 35- Medição da resistência com a colagem do buckypaper-----	45
Figura 36- Pintura com tinta na superfície do Buckypaper-----	45
Figura 37- a) buckypaper (BP) sobre as fibras do papel filtro. Fonte: autoria própria. b) imagem de MEV da superfície do filme em que observa a uniformidade de deposição dos MWNT-COOH pelo processo de filtração a vácuo-----	46
Figura 38- Fécula da mandioca-----	46
Figura 39- Involúcro da célula eletrolítica em forma final-----	47
Figura 40- Junção de 35 pilhas com suporte em “T”, formando uma bateria-----	48
Figura 41- Peso das peças; macho, fêmea encaixe superior, fêmea encaixe inferior-----	48
Figura 42- tamanho das peças da pilha. A) peça macho b) peça fêmea de encaixe inferior c) peça fêmea de encaixe inferior d) pilha-----	49
Figura 43- tensão residual de 51.7 mV na célula eletrolítica-----	50
Figura 44- Tensões da carga aplicadas na célula eletrolítica-----	50
Figura 45- Tensões de descarga aplicadas na célula eletrolítica-----	51
Figura 46- Gráfico tensão x tempo com as melhores tensões em circuito aberto-----	51
Figura 47- Gráfico tensão x tempo descarga-----	52
Figura 48- Gráfico tensão x tempo da tensão da fonte ao transiente de tensão-----	52

Figura 49- Circuito aberto corrente X tempo, corrente de curto circuito e tempo de descarga---	53
Figura 50- Circuito fechado carga e descarga tempo (min) X tensão (V)-----	54
Figura 51- Circuito fechado carga e descarga tensão (V) X tempo (s)-----	54
Figura 52- Circuito com células eletrolíticas com 0,35 V com duas sessões de 48 em serie ambas conectadas em paralelo-----	55

LISTA ABREVIATURAS E SIGLAS

BP- Buckypaper

NTCs- Nanotubo de Carbono

MWNT- Nanotubo de Carbono de parede Múltiplas do inglês Multi-Walled Carbon Nanotubes

DWNT-Nanotubo de Carbono de paredes Múltiplas do inglês Single-Walled Carbon Nanotubes

SWNT-Nanotubo de Carbono de parede Simples do inglês dauble-Walled Carbon Nanotubes

COOH – Grupo Carboxílico

CVD – Deposição Química de Vapor, do inglês Chemical Vapor Deposition

I – Corrente Elétrica

I x V – Corrente versus Tensão Elétrica MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

NTC/COOH – Nanotubo de Carbono funcionalizado com Ácido Carboxílico

WCNT-HNO₃ – Nanotubo de Carbono de paredes múltiplas funcionalizado com Ácido Nítrico

SWNTs - Nanotubos de Carbono de Paredes Simples, do inglês Single-Walled Carbon Nanotubes

V –Tensão Elétrica

SUMÁRIO

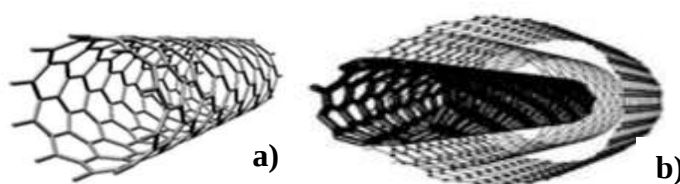
INTRODUÇÃO	12
CAPÍTULO 1: ESTADO DA ARTE	15
1.1. Nanotecnologia	15
1.1.1. Nanoescala	15
1.1.2 utilização da nanotecnologia na indústria	15
1.2. Nanoestruturas do Carbono(NTC).....	16
1.2.1 Diamante.....	17
1.2.2 Grafite.....	18
1.2.3 Fulereo.....	19
1.3. Nanotubo de Carbono (NTC).....	20
1.3.1 Categorias dos Nanotubos de Carbono(NTC).....	20
1.3.2. Estrutura geométrica dos Nanotubos de Carbono(NTC).....	21
1.3.3. Método de Produção dos Nanotubos de Carbono	22
1.4. <i>Buckypaper</i>	24
1.5. Eletrólito Sólidos Poliméricos (ESP).....	26
1.5.1 Fécula da mandioca.....	26
1.6. Baterias.....	28
CAPITULOS 2: MATERIAIS E MÉTODOS	31
2.1. Funcionalização de MWNT- HNO_3	31
2.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)	31
2.3 Solubilização em fase líquida.....	32
2.4 Solubilização em fase Sólida.....	33
2.5 Preparação da fécula da mandioca.....	34
2.6 Modelagem das pilhas e impressão na impressora 3D.....	35
2.7 Produção de Buckypaper(BP).....	36
2.8 Produção do eletrólito.....	37
2.9 Processo de carga e descarga.....	38
2.9.1 Tensão em circuito Aberto e corrente de curto circuito.....	38
2.9.2 Tensão em circuito Fechado.....	40
CAPITULO 3: RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	41
3.1. Funcionalização de MWNT- HNO_3	41
3.2 Resistência elétricas do eletrodo feito por fase líquida.....	42
3.3 Resistência elétricas do eletrodo feito por fase sólida.....	43
3.4 Resistência elétrica do Buckypaper.....	43
3.5 preparação da fécula da mandioca.....	45
3.6 Modelagem da pilha e impressão em 3D.....	46
3.7 Processo de carga e descarga.....	48

Conclusões e perspectivas.....	56
Referências bibliográficas.....	57
Anexo1.....	64

INTRODUÇÃO

O carbono é um dos elementos mais comuns da natureza, o mesmo possui algumas formas alotrópicas, dentre as quais: diamante, fulereno, grafite e nanotubo de carbono (NTC) [1]. No entanto, O ramo de estudos envolvendo NTC vem crescendo durante as décadas desde Iijima 1991, que foi o primeiro a sintetizar o DWCNT até os dias atuais [2], o mesmo pode assumir duas formas: Parede única ou simples (SWNT, do inglês single-wall nanotubes) que são constituídos por uma camada cilíndrica apenas de grafite e nanotubo de paredes múltiplas (MWNT do inglês multi-walls nanotubes), que por sua vez é constituído por inúmeras paredes cilíndricas de grafeno [3], como mostrado na figura 1. Desta forma, os NTCS possuem propriedades de grande relevância para comunidade científica, como: grande resistência mecânica, alta condutividade de portadores de carga, condução de calor maneira eficaz, dentre outros [4].

Figura 01: Estrutura dos nanotubos de carbono. a) nanotubo de parede simples (SWNT); b) nanotubo de parede múltiplas (MWNT).



Fonte: (figura adaptada da tese, desenvolvimento de supercapacitores de alto desempenho baseados em eletrodos nanoestruturados e eletrólitos de líquidos iônicos, 2014[8]).

Sendo assim, cresce os ramos de aplicabilidade NTC, como exemplo: na construção civil o mesmo pode ser 100 vezes mais resistente que o aço, pode ser utilizado em processos de conservação, possuindo maior eficiência do que as células fotovoltaicas [5], como também em baterias nanoestruturadas devido a sua alta condutividade elétrica e um período maior para oxidar [6]. Na indústria atual aumenta-se rotineiramente a utilização de filmes de cor preta, que possuem a partir 40 micrômetros de espessura, devido a sua capacidade flexível e dobrável, além de contar com propriedades intrínsecas dos NTCs, os mesmos são denominados de buckypapers [7].

Então, caracterizando uma bateria nanoestruturada são dispositivos que convertem energia química em energia elétrica, liberadas a partir de um processo de oxi-redução. Partindo desse pressuposto, cresce a utilização de NTCS principalmente de paredes múltiplas-MWNT em dispositivos que tem em sua configuração matrizes poliméricas, junção de ambos

torna-se o nível de percolação relativamente baixo, com aumento da resistência mecânica, aumento da condutividade, como também a melhorar das propriedades térmicas [8].

A partir dessas características mencionadas, a utilização eletrólitos sólidos vem ganhando importância para a fabricação de dispositivos como: baterias, sensores, janelas eletrocromicas, dentre outros. Os eletrólitos sólidos poliméricos são sais dissolvidos em uma matriz (no caso polimérico), por sua vez deve possuir algumas características dentre as quais: caráter amorfo, capacidade de solvatar íons, baixa temperatura de transição vítrea, estabilidade eletroquímica e possibilidade de formar filmes finos [9]. Em suma, tais processos supramencionados são intrínsecos para um bom desempenho de um dispositivo eletrocromico, onde mesmo possua eletrólitos sólidos poliméricos e eletrodo constituído de elemento orgânico.

O desenvolvimento de baterias nanoestruturadas que despontam como dispositivos de conversão e armazenamento de energia que substituirão as baterias eletrolíticas convencionais. Entretanto, alguns desafios desta tecnologia devem ser superados, como por exemplo: modificação morfológica dos nanomateriais, formação de uma fase isolante sobre os eletrodos e diminuir a resistência elétrica. Nesse sentido, eletrodos baseados em BPs podem aumentar a estabilidade física e química dos eletrodos e evitar modificações induzidas pelo campo elétrico no ciclo de carga/descarga, enquanto que uma nova arquitetura possibilitará melhorar o contato entre eletrodo e eletrólito e facilitar a troca iônica[8-10].

Desta forma, devido às propriedades de grande importância para indústria do NTC, atrelados ao poder de condutividade do ion-lítio somado a fécula da mandioca é uma substância biodegradável, este trabalho tem como objetivo geral produzir pilhas nanoestruturadas, onde NTC comporta-se como eletrodo é o fécula/lítio formam o eletrólito sólido polimérico. Neste intuito, temos como objetivos específicos:

- Substituir eletrodos convencionais por eletrodos nanoestruturados buckypapers baseados em filmes de NTC.
- Desenvolver novos designs na confecção das baterias;
- Manufaturar pilhas;
- Caracterizar morfológicamente e eletricamente os dispositivos manufaturados;
- Sintetizar eletrólitos baseados em sais de lítio;

O desenvolvimento do presente estudo foi elaborado em forma de capítulos, em que o capítulo 1 trata-se do estado da arte, onde abordou-se assuntos referentes ao estudo em questão, como exemplo: Nanotecnologia, ESP, baterias, NTC, amido, dentre outros.

No capítulo 2, tratou-se de explicar os processos de modelagem de nosso dispositivo, no qual forma o seu involucro, bem como o processo de fabricação dos eletrodos e eletrólito, haja vista que o processo de formação dos eletrodos utilizamos de 3 métodos que são: solubilização em fase líquida, solubilização em fase sólida, produção de buckypapers. Onde utilizou-se por melhores resultados os BPs como eletrodos, o processo de formação do eletrólito utilizou-se fécula da mandioca, perclorato de lítio, glicerina e água destilada.

No capítulo 3, tratamos sobre os resultados do trabalho, no qual são apresentados gráficos, figuras e valores, para análise das caracterizações feitas na célula eletrolítica, bem como o seu processo de modelagem. Por fim, em “conclusões e perspectivas” será feita uma análise geral dos objetivos, bem como os fatores que devem melhorar no trabalho.

CAPÍTULO 1: ESTADO DA ARTE

O estado da arte abordado neste capítulo faz uma revisão sobre os principais conceitos que baseiam este estudo. Com uma breve descrição sobre a nanotecnologia, desde a sua conceituação até a sua importância econômica. Na sequência, é descrito as características do nanotubo, como também o processo de formação dos Buckypapers, é a utilização de fécula na indústria para a manufatura de baterias recarregáveis, findando com as suas aplicabilidades na indústria.

1.1 Nanotecnologia

O termo nanotecnologia foi introduzido pela primeira vez pelo japonês Norio Taniguchi para designar uma nova tecnologia que entraria no mercado, a mesma trabalha com a utilização de materiais na escala manométrica, onde tem atraído atenção das indústrias, como também dos estudiosos, as pesquisas com nanomaterias despontam devido às propriedades de grande valia para as grandes empresas, tornando-o assim mais eficientes os seus produtos, algumas destas propriedades podem ser mencionadas, dentre as quais: térmicas, ópticas, magnéticas, eletrônicas, dentre outros. Sendo assim, o investimento em estudos de nanociência vem crescendo assiduamente no decorrer dos anos, onde se movimenta o valor 40 bilhões de US\$ por ano, alguns países tem sido propulsores nesse ramo de conhecimento, como: Estados unidos, Japão, Coreia do sul, china, por sua vez, estes países são os que mais investem em nanociência e no programa de investimentos em estudos na área e tem um contingente elevado de patentes [16-18].

1.1.1 Nanoescala

O termo nano tem a sua origem do grego, onde o seu significado é anão, através deste pressuposto podemos verbalizar que nano não é um objeto é sim uma medida, com isto enfatizamos que um nanômetro (nm) equivale a um bilionésimo de metro, mencionando alguns exemplos de elementos que estão na escala nanométrica temos: fio de cabelo que possui aproximadamente 80.000 nm de espessura, molécula de DNA 2,5 nm de largura, glóbulo vermelho 5000 nm de diâmetro, dentre outros. Sendo assim, podemos mencionar que os elementos existentes na nanoescala não podem ser visto através de olho nu, exceto com a utilização de aparelhos de microscopia [17-18]. Em seguida, iremos analisar os prefixos que formam o sistema internacional de unidade, como também o seu equivalente decimal, entre eles estar o nano, como representado na figura 02.

Figura 02: Tabela do sistema internacional de medidas e prefixos.



Prefixo	Símbolo	Potência de Base 10	Equivalente Decimal
yotta	Y	10^{24}	1000000000000000000000000
zetta	Z	10^{21}	100000000000000000000000
exa	E	10^{18}	10000000000000000000000
peta	P	10^{15}	1000000000000000000000
tera	T	10^{12}	100000000000000000000
giga	G	10^9	1000000000
mega	M	10^6	1000000
quilo	k	10^3	1000
hecto	h	10^2	100
deca	da	10^1	10
nenhum	nenhum	10^0	1
deci	d	10^{-1}	0,1
centi	c	10^{-2}	0,01
mili	m	10^{-3}	0,001
mícro	μ	10^{-6}	0,000001
nano	n	10^{-9}	0,000000001
pico	p	10^{-12}	0,000000000001
femto	f	10^{-15}	0,000000000000001
atto	a	10^{-18}	0,000000000000000001
zepto	z	10^{-21}	0,000000000000000000001
yocto	y	10^{-24}	0,000000000000000000000001

Fonte: (figura adaptada do site mundo educação, prefixos do sistema internacional de medidas [20]).

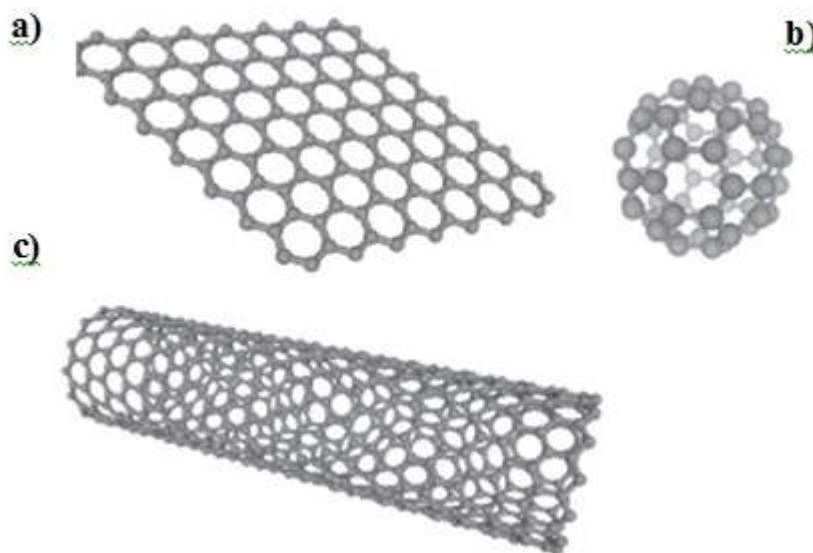
1.1.2 Utilização da nanotecnologia na indústria.

A descoberta do universo quântico, bem como a necessidade de novas de tecnologias para diversos ramos do conhecimento, dentre os quais: engenharia, medicina, automobilística, telecomunicações, dentre outros, fizeram-no proliferar inúmeros estudos sobre a parte microscópica, então, trazem consigo a necessidade de miniaturização dos dispositivos como: sensores, placas mães, transistores, baterias, capacitores e assim por diante. Sendo assim, a nanotecnologia aponta-se com uma ferramenta de suma importância para suprir tais necessidades, pois, seu ramo de estudos pode situar na manipulação individual de átomos, moléculas, fótons, com a criação de dispositivos na escala nanometrica [22].

É notório que a nanotecnologia estar presente em nosso cotidiano através de objetos como: notebooks, celulares, televisões, dentre outros. Através disso, percebemos a grande diversidade de elementos tecnológicos existentes em nosso cotidiano, alguns elementos tomam destaque no ramo de estudos na esfera nanotecnologia, devido aos seus altos índices

de: condutividade (térmica e elétrica), resistência mecânica, assim por diante. A figura 03 representa a estrutura desses elementos supramencionados [22].

Figura 03: a) O grafeno, folha de grafite; b) C-60, a molécula de carbono mais estável e comum; c) nanotubo de carbono, que essencialmente é uma folha de grafeno enrolada.



Fonte: (Figura adaptada da revista USP nanociência a próxima grande ideia? [22]).

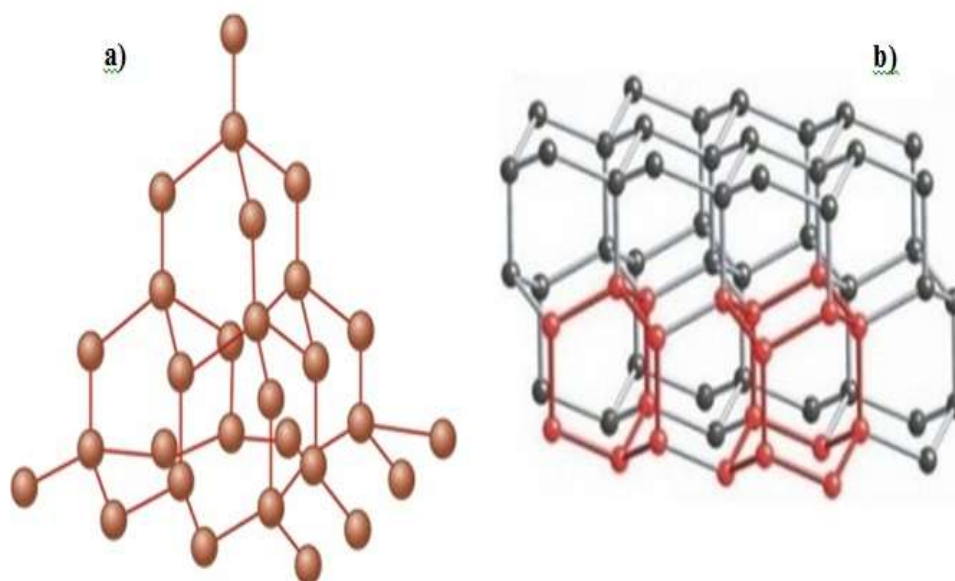
1.2 Nanoestruturas do carbono

O carbono é um dos elementos de maior quantidade no universo, pois, possui cerca de 0,5 ppm, ocupando assim o 6º lugar em maiores contingentes em elementos no universo, tem uma importância ímpar para os seres vivos, exemplo: estar presente no processo de fotossíntese, como também no sangue venoso no ser humano. Sendo assim, o carbono é um elemento não metálico, tetraédrico e pode-se ser encontrado na natureza dentre os quais: Ferro, cálcio, magnésio, dentre outros. Apresenta-se em 4 formas alotrópicas que são: Diamante, grafite, fulerenos, Nanotubo de carbono (NTC) [18, 23-25].

1.2.1 Diamante

O diamante é uma palavra que vem do grego “adams”, no qual mais aproximado o seu significado seja indestrutível, este é uma das formas alotrópicas do carbono que tem na sua constituição átomos por hibridação sp^3 , o mesmo pode ser encontrado nas formas hexagonais e cúbicas, em sua característica possui fortes ligações tetraédricas, onde são responsáveis pelas propriedades físicas do mesmo, dentre as quais: Excelente isolante térmico, com resistividade elétrica na ordem de $10^{16} \Omega \cdot cm$ em temperatura ambiente, possui um alto ponto de fusão ($3500^\circ C$), excelente condutor térmico na ordem $5 - 25 \times 10^3 W \cdot m^{-1} K^{-1}$, seu coeficiente de dilatação linear é muito baixo $1 \times 10^{-6} ^\circ C^{-1}$. Na figura 04 será apresentado o diamante nas formas hexagonal e cúbica [18,24-25].

Figura 04: Formas do Diamante: a) forma do diamante cúbica, b) forma do diamante hexagonal.



Fonte: Figura adaptada da tese de doutorado produção de fases nanoestruturadas de carbono a partir da pirólise em altas pressões de precursores carbonáceos dispersos em matrizes inertes [24].

1.2.2 Grafite

A palavra grafite vem do italiano graffiti onde seu significado mais aproximado significar rabisco, o mesmo é uma das formas alotrópicas do carbono. O grafite é a forma termodinâmica mais instável do carbono sobre as condições normais de temperatura e pressão, a sua hibridação estar na forma sp^2 , onde sua geometria molecular é um plano triangular formando um ângulo entre os orbitais de 120° , bem como um arranjo entre os átomos de sua composição de caráter hexagonal. Enquanto, o diamante apresentar um caráter elevadíssimo em resistência mecânica, o grafite mostra-se contrário com uma resistência mecânica baixa, isto ocorre devido os átomos estarem unidos por ligações covalentes, onde os átomos de camadas diferentes estão interligados por ligações de Van der Waals [18,24].

Vale à pena salientar, que existem outras diferenças entre o diamante e o grafite, dentre as quais: diamante é isolante e o grafite condutor elétrico, diamante opticamente transparente e o grafite denso, diamante é um excelente condutor de calor e o grafite baixa condução de calor. Sendo assim, o ramo de aplicabilidade do grafite vem crescendo na indústria contemporânea como: fabricação de tijolos, peças refratárias, cadinhos para indústria de aço, lubrificantes sólidos, cátodos de bateria alcalinas, eletrodos de lâmpadas elétricas com

arco voltaico, dentre outros. Na figura 05 iremos mostrar uma figura relacionada à estrutura do grafite na forma hexagonal, bem como uma das suas aplicações lápis. [18,26].

Figura 05: Estrutura hexagonal da forma alotrópica do carbono grafite, bem como uma de suas aplicações lápis.

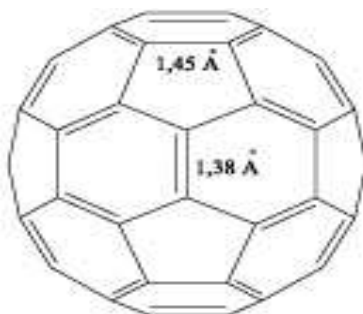


Fonte: figura adaptada do site manual da química [27].

1.2.3 Fulereno

Os fulerenos é uma das formas alotrópicas do carbono, os mesmos são conhecidos também por “buckyballs”, a descoberta desta forma de carbono se deu no ano de 1985, que rendeu o prêmio Nobel aos três pesquisadores químicos que eram: Harold W. Kroto (Universidade de Sussex) e para Robert F. Curl e Richard E. Smalley (universidade de Rice) [18, 28]. O fulereno é a forma molecular composta de 60 átomos de carbono ou mais, onde até hoje foram encontradas oito tipo de fulerenos que são: $[60-I_h]$, $[70-D_{5h}]$, $[76-D_2]$, $[78-D_3]$, $[78-C_{2v}(I)]$, $[78-C_{2v}(II)]$, $[84-D_2(IV)]$ e $[84-D_{2d}(II)]$. O diâmetro de um fulereno em média 1.1 nm, onde possui um formato semelhante há uma bola de futebol, tem características de ligações p e são mais curtas entre (1,38- 1,45Å). Na figura 06, vemos uma representação geométrica de um fulereno [18,28].

Figura 06: representação geométrica do fulereno.



Fonte: Figura adaptada do artigo, Fulereno $[C_{60}]$: química e aplicações [28].

Os fulerenos possuem propriedades fotofísicas e eletroquímicas, que na presença de oxigênio podem ser altamente tóxicos, em uma possível intercalação entre a sua estrutura e os metais alcalinos podem gerar metais supercondutores, uma das particularidades dos fulerenos é que os mesmos podem se transformar em diamantes, no entanto são mais abundantes que o diamante. A sua aplicação atinge varias áreas como à biomédica: no aspecto antiviral, antioxidante, antimicrobiana, efeito radioterápico. Um dos principais problemas do fulereno, assim como o nanotubo de carbono estar situado em sua purificação, no que tornar em um grande desafio para os físicos e químicos o seu processo de síntese [18, 29-31].

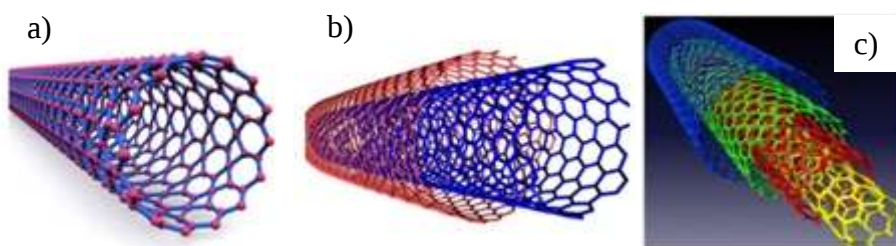
1.3 Nanotubo de Carbono

O nanotubo de carbono (NTC) é uma das formas alotrópicas do carbono foi descoberto por Iijima em 1991, onde até aquele momento conhecia-se apenas três formas do carbono que eram: diamante, fulereno, grafite. Sendo assim, o NTC apresenta-se com propriedades de grande interesse para comunidade científica, bem como para indústria que é uma das principais investidoras para a sua pesquisa, algumas das suas excelentes propriedades são: mecânica, eletromagnéticas, térmicas, ópticas, dentre outras. No entanto, em diversas das suas propriedades serão eficientes se estiverem em uma dispersão altamente homogênea, porém os NTCS são pouco solúveis na maioria dos solventes[18, 31-33].

1.3.1 Categorias dos nanotubos de Carbono

Os nanotubos de carbono podem ser classificados em três categorias que são: os de paredes simples NCPS (do inglês, Single-Walled Carbon-SWCNT) os de parede duplas (do inglês, Double-Walled Carbon Nanotubes- DWCNT) e paredes múltiplas NTCPM (do inglês, *Multi-walled Carbon Nanotubes – MWCNT*) [18,33]. A figura 07 demonstrar as categorias de nanotubo de carboro que são: SWCNT, DWCNT e MWCNT.

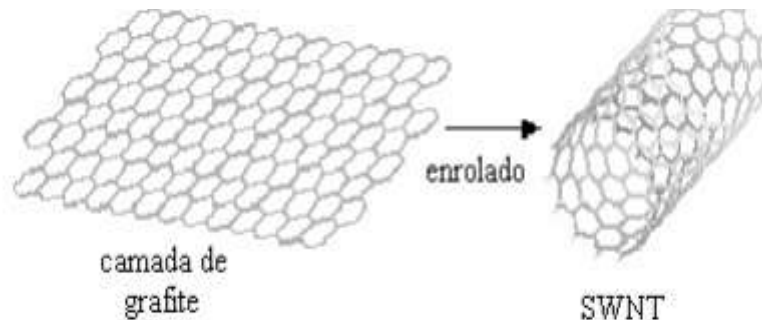
Figura 07: categorias do NTCs: a) SWCNT; b) DWCNT; c) MWCNT.



Fonte: Figura adaptada [56-58].

Sendo assim, a conceituação das categorias NTCs: Os SWCNT é uma folha enrolada de grafeno, como representado na figura 08. É constituída de uma camada simples de grafite formada a partir de átomos de carbono que geram uma rede hexagonal, onde a distância entre os átomos é 0,14 nm. Em seguida, Os DWCNT podem ser classificados como MWCNT, devido em sua constituição possuir mais de uma folha de grafeno enrolada, no entanto as propriedades dos DWCNT estão mais relacionadas com os SWCNT, onde por meio de acréscimo de paredes de nanotubos pode-se controlar a reatividade química do mesmo. Os MWCNT possuem algumas folhas de grafeno enroladas em sua constituição, onde os mesmos são mais fáceis de produzir e possuem um caráter exclusivamente metálico, possuindo um diâmetro maior entre os átomos em relação aos SWCNT [3,34-35].

Figura 08: Processo de formação dos SWCNT



Fonte: Figura adaptada [34]

1.3.2 Estrutura geométrica dos Nanotubos de Carbono (NTC)

A estrutura geométrica dos NTCs pode ser descrita em termos da quiralidade, definida pelo vetor quiral (C_h) e o ângulo quiral (θ). Desta forma, o mesmo pode ser descrito pelos índices de hamada e dos vetores unitários a_1 e a_2 , onde é demonstrado pela equação 1 a seguir:

$$C_h = na_1 + ma_2 \quad (1)$$

Desta forma, o ângulo quiral determina o grau de torção no NTC, onde os valores podem variar entre $0^\circ \leq \theta \leq 30^\circ$. Onde a expressão do ângulo quiral em relação à θ , pode ser representado pelas equações abaixo:

$$\sin\theta = \frac{\sqrt{3} \times m}{2 \times \sqrt{n^2 + m^2 + nm}} \quad (2)$$

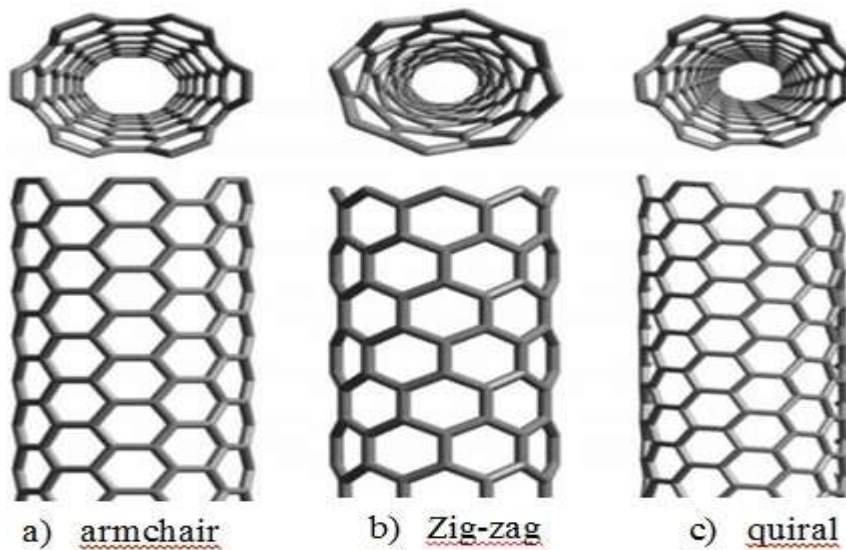
$$\cos\theta = \frac{2 \times m}{2 \times \sqrt{n^2 + m^2 + nm}} \quad (3)$$

$$\tan\theta = \frac{\sqrt{3} \times m}{2 \times n+m} \quad (4)$$

Logo, existem três tipos de geometrias para o arranjo molecular dos átomos de carbono no NTC, que são: armchair ($\theta = 30^\circ$), zigue-zague ($\theta = 0^\circ$) e quirál ($0^\circ < \theta < 30^\circ$), onde figura 09 trará a representação das três formas geométricas supramencionadas. Além disso, pode-se calcular o diâmetro de um nanotubo através da equação a seguir [18, 34, 36]:

$$d = \frac{1}{\pi} = \frac{\sqrt{n^2 + nm + m^2}a}{\pi} \quad (5)$$

Figura 09: estrutura geométrica dos NTCs. a) armchair, b) zig-zag e c) quirál.

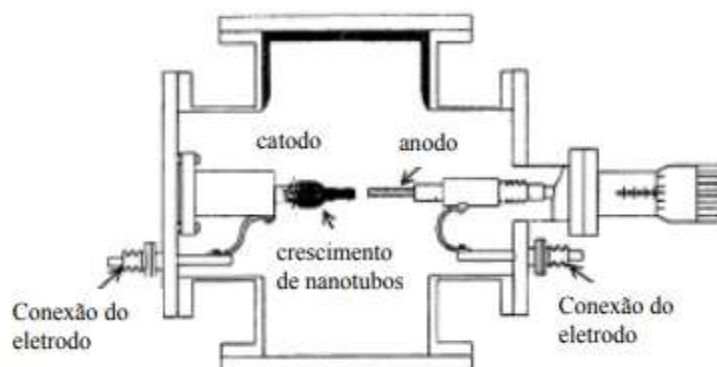


Fonte: figura adaptada [36].

1.3.3 Método de Produção do NTC

O NTC pode ser sintetizado por alguns métodos, no entanto, neste trabalho daremos ênfase aos mais conhecidos e mais usados na comunidade científica que são: Descarga de Arco, ablação por Laser, Deposição química de Vapor (DQV). Então, fazendo uma análise mais detalhada desses métodos de síntese, abordou-se sobre o método de descarga de arco. Desta maneira, o mesmo baseia-se na geração de um arco elétrico entre dois eletrodos de grafite, onde as temperaturas intrínsecas variavam entre 3000 4000 °C, que por sua vez, a alta temperatura supramencionada leva a evaporação do carbono no anodo, que deposita sobre o cátodo formando assim o NTCs, tal método foi usado por Iijima para descoberta do DWCNT, vale à pena salientar que os eletrodos são dopados com: Ni-Co, Co-Y ou Ni-Y. A figura 10 representa a síntese do nanotubo de carbono a partir do método de descarga de arco [18,33, 38-39].

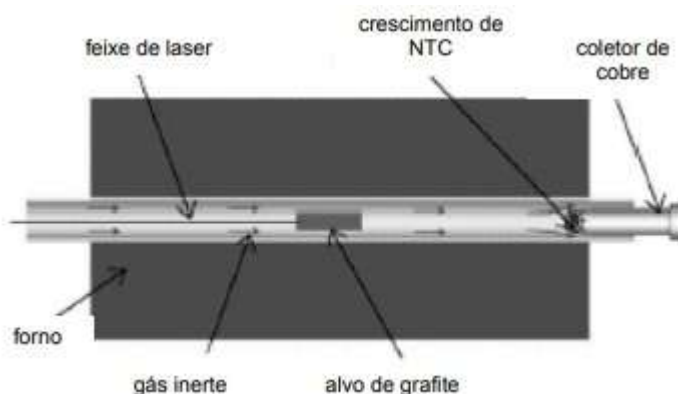
Figura 10: Síntese do nanotubo de carbono a partir do método de descarga de arco.



Fonte: figura adaptada da dissertação de mestrado, Síntese de nanotubos de carbono (NTC) por deposição química de vapor empregando fe/caco₃ e fe/ntc como catalisador [38] .

A próxima técnica que é ablação por arco é similar a anterior, ou seja, ao método de descarga de arco, pois, a mesma executou-se o seu processo de síntese em altas temperaturas e utilizar de evaporação em uma das etapas de seu processo, este se utiliza de um laser para evaporizar o grafite. Dentro de um forno há uma temperatura de 1200 °C na presença de um gás inerte, e a vaporização produz espécies de carbono que são arrastadas e coletadas por um coletor cônico baseado em cobre. Através desse processo torna-se viável a produção de NTCs dos tipos: SWCNT e MWCNT, no entanto é preciso distinguir parte do processo para ambos, haja vista, que para a síntese MWCNT o grafite precisa-se estar puro e é submetido à ablação, enquanto SWCNT o grafite é dopado através de catalisadores como: Fe, Co e Ni. A figura 11 demonstrar o processo de síntese do NTC através do método ablação por laser [18, 38-39].

Figura 11: Síntese do Nanotubo de carbono a partir do método de ablação por laser.



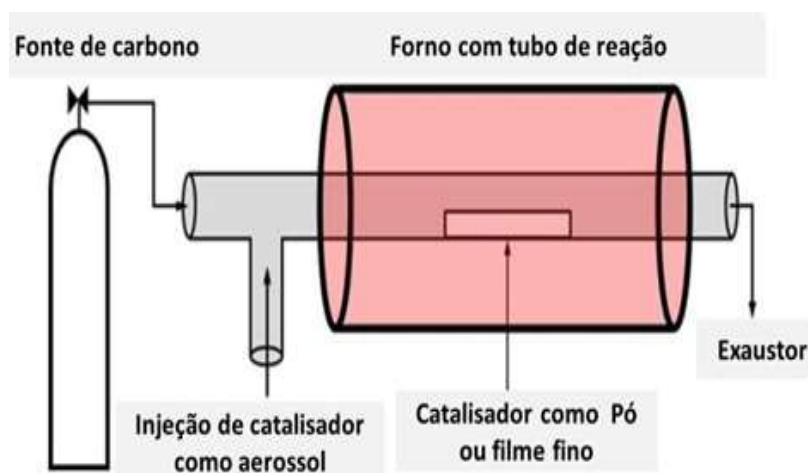
Fonte: figura adaptada [18].

O método de síntese para obtenção de NTCs deposição química a vapor (CVD), tem apresentado importância ímpar nas Sínteses dos nanotubos de carbono, pois permite melhor

controle sobre os nanotubos e também menor temperatura para a sua síntese comparados aos outros processos supramencionados, no que acalenta menores gastos para indústria e comunidade científica. Sendo assim, uma das partes mais importantes do Processo CVD é a escolha do catalisador e os mais utilizados por esse método são Fe, Co e Ni, a escolha desses materiais se dar devido a sua eficiência catalítica, decomposição dos hidrocarbonetos, bem como a formação de metaestáveis.

Logo após, colocarem-se os substratos no forno juntamente com os catalisadores desejados, espera-se chegar à temperatura que varia entre 550 1000 °C por uma gás de fluxo constante, como mencionado anteriormente uma menor temperatura diminui os custos financeiros do processo. Então, os nanotubos são nucleados e somados pelos átomos de carbono advindos da decomposição desse precursor, formando assim os NTCs. Vale à pena salientar, que o método CVD torna mais puro o produto da reação química, bem como é capaz de produzir quaisquer forma do carbono que são: SWCNT, DWCNT e MWCNT. A figura 12 mostrar-nos a síntese do nanotubo de carbono a partir do método CVD [16, 31, 36-37].

Figura 12: Síntese do NTCs a partir do método CVD



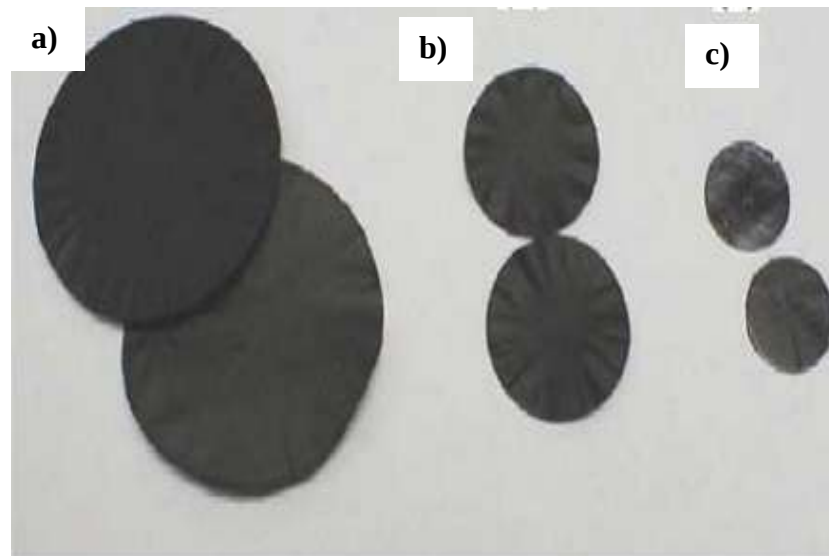
Fonte: Figura adaptada [59]

1.4 Buckypapers

Desde a descoberta dos NTCs por Iijima 1991, bem como as propriedades inerentes ao mesmo, os cientistas buscam uma forma para que essas propriedades possam estar presentes na forma macroscópica, haja vista, essa é uma das principais dificuldades quando se trabalhar com NTCs. Sendo assim, No ano 2000 o químico Richard Smalley ganhador do Prêmio Nobel, elaborou filmes, no qual denominou de Buckypapers (BPs). Desta maneira, para conceituarmos BPs são filmes constituídos por um arranjo macroscópico de aglomerados de

NTCs ou nanocompósitos (baseados em NTCs) sobre uma superfície polimérica ou celulósica, onde esses Buckypapers se mantêm alinhados através de fortes ligações de Van der Waals existentes no mesmo. É pertinente salientar, a aplicabilidade dos BPs em diversas áreas, dentre as quais: compósitos, sensores, têxtil avançados, dentre outros. A figura 13 demonstra a formação de Buckypaper a partir de SWCNT em vários diâmetros.

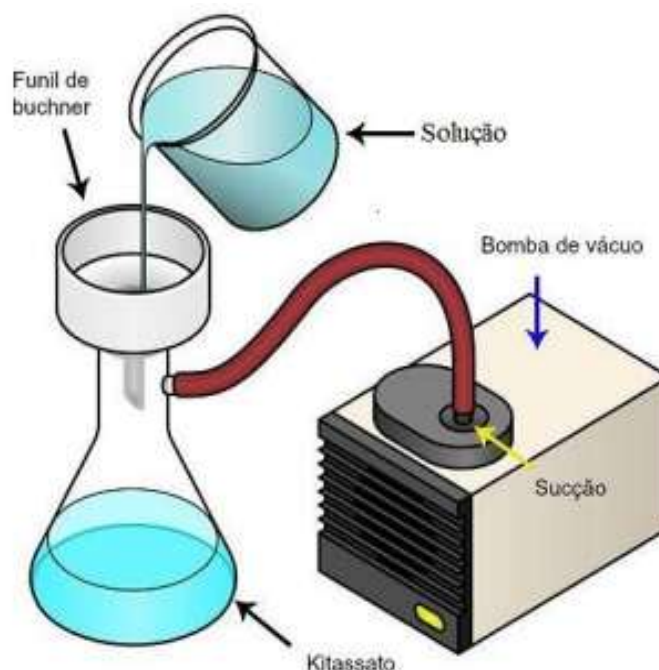
Figura 13: formação de BPs a partir de SWCNT em vários diâmetros. a) 90 mm; b) 47mm; c) 25mm.



Fonte: figura adaptada [44]

Consequente, elencou-se os métodos de produção dos Buckypapers que são: filtração a vácuo, domino empurrado (do inglês: Domino pushing), compressão por frita (do inglês: Frit compressing) e alinhamento magnético. Porém, o método mais utilizado é o de filtração a vácuo. Sendo assim, o método de filtração a vácuo se utiliza da dispersão NTC sobre um substrato através do aparelho de filtração a vácuo, a mesma é solubilizada previamente em um banho ultrassônico, com objetivo de fazer a dispersão dos NTCs, sobre o elemento que faz o filtro, esse método permite aos usuários controlar a homogeneidade do filme, bem como controlar a espessura do filme pelo tempo de filtração. A figura 14 traz a representação do método supramencionado [44-49].

Figura 14: método de produção de BPs filtração a vácuo, onde é composto por um funil de buncher, fixo sobre um kitassato conectado por uma mangueira a uma bomba de vácuo.



Fonte: figura adaptada [45].

1.5 Eletrólitos sólidos poliméricos (ESP)

Uma das principais buscas da sociedade científica atual estar relacionada à estocagem, obtenção e distribuição de energia. Desta maneira, a utilização de polímeros não se restringe apenas a materiais isolantes como em sua descoberta no século XX, porém, com o avanço dos estudos na área percebeu-se o caráter condutor, os ESPs são provas fidedignas desta característica intrínseca dos polímeros, haja vista, sua utilização tem contemplado dispositivos como: sensores, capacitores, baterias, janela eletrocromicas, dentre outros. Vale à pena salientar, que a condutividade estar geralmente relacionada a elementos líquidos, porém, tem crescido aplicabilidade neste viés em estado sólido em formas como: géis, cerâmica ou polímeros.

Sendo assim, para conceituarmos os ESPs, consiste em um sal iônico adicionado sobre uma superfície polimérica, formando uma solução sólida iônica condutora. No entanto, para que haja a aplicabilidade do polímero o mesmo necessitar: caráter amorfo, baixa temperatura de transição vítrea, capacidade de solvatar íons, estabilidade eletroquímica e dimensional, resistência mecânica e possibilidade de formação de filmes [41-42].

1.5.1 Fécula da mandioca

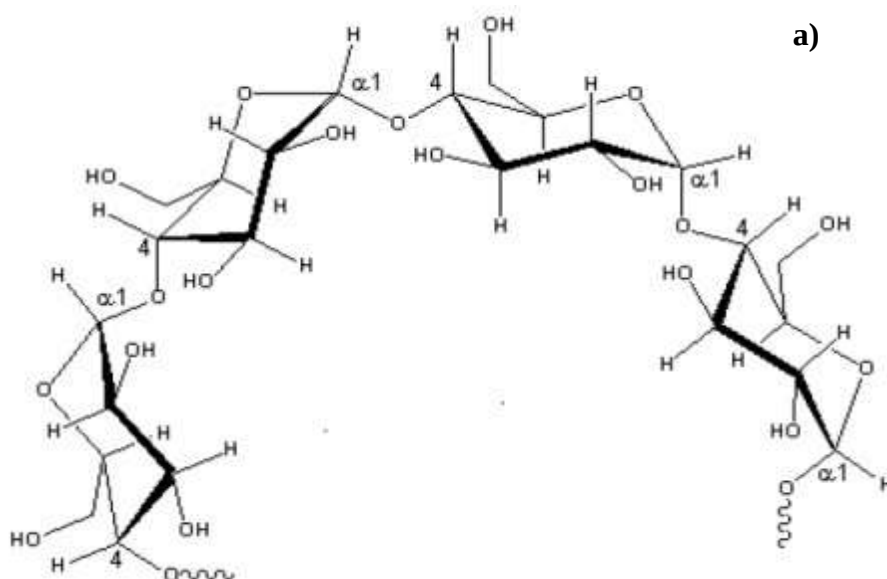
A busca por novos materiais é algo de grande valia para os cientistas, no entanto essas buscas devem satisfazer alguns critérios como: baixo custo, fácil localização na natureza e biodegradável. Sendo assim, fontes naturais destacam-se, entre elas estão: quitosana, celulose

e fécula. Desta maneira, ressaltaremos a aplicabilidade da fécula, onde o mesmo possui uma vasta aplicabilidade tanto na esfera industrial como nutricional.

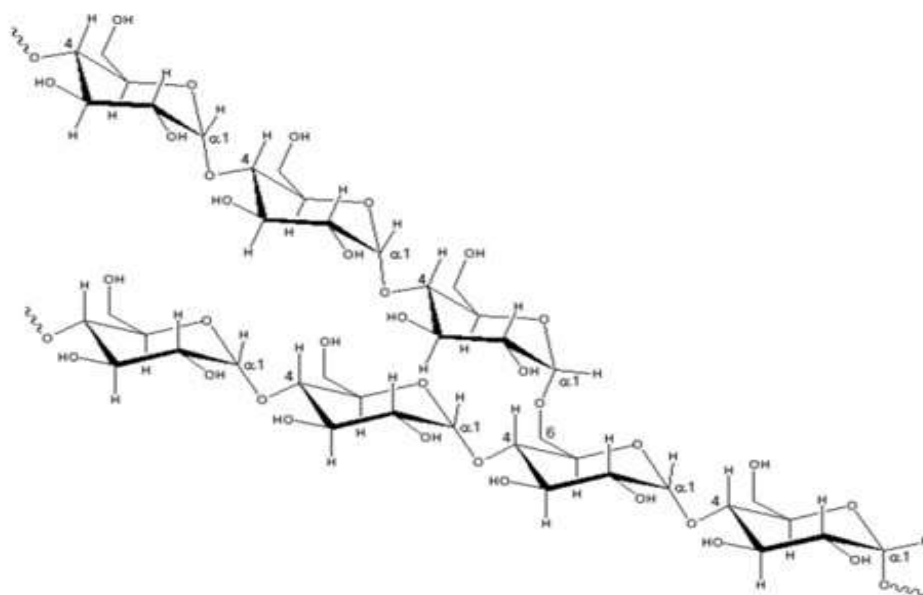
A fécula está distribuído amplamente entre os vegetais onde 60% de cereais, 30% a 50% dos legumes e 40% a 70% das frutas, estruturalmente a fécula do amido é um homopolissacarídeo constituído por cadeias de amilose e amilopectina, onde a amilose é constituída por unidades de glicose unidas por ligações glicosídicas, no que origina uma cadeia linear, enquanto amilopectina constituem unidade de glicose, no entanto formam uma cadeia ramificada, na figura 15, vemos à representação da amilose e amilopectina.

Sendo assim, a fécula da mandioca tem se tornado uma substância de importância ímpar na constituição dos ESPs, pois, a sua fonte natural torna-se bastante atrativa para o ramo científico, como já foi mencionado o mesmo tem sido utilizado na constituição de eletrólitos sólidos poliméricos em três formas como: Fécula acetilado, fécula oxidado acetilado e fécula nativo, o processo relacionado aos mesmos advém: esterificação com anidrido acético ou acetato de vinila, pelo tratamento hipoclorito de sódio, posteriormente esterificado com anidrido acético, extração de uma fonte natural, respectivamente. Para a utilização nos ESPs é necessário à utilização de um plastificante, onde pode ser utilizado água, glicerol e etilenoglicol, a utilização de um plastificante gerar a formação de filmes com propriedades mecânicas satisfatórias, vale à pena salientar para caracterizarmos como ESPs, precisa-se atingir a ordem $10^{-5} Scm^{-1}$ [40-43].

Figura 15: Estruturas da fécula da mandioca: a) Cadeia linear Amilose; b) cadeia ramificada Amilopectina.



b)



Fonte: figura adaptada [38].

1.6 Baterias

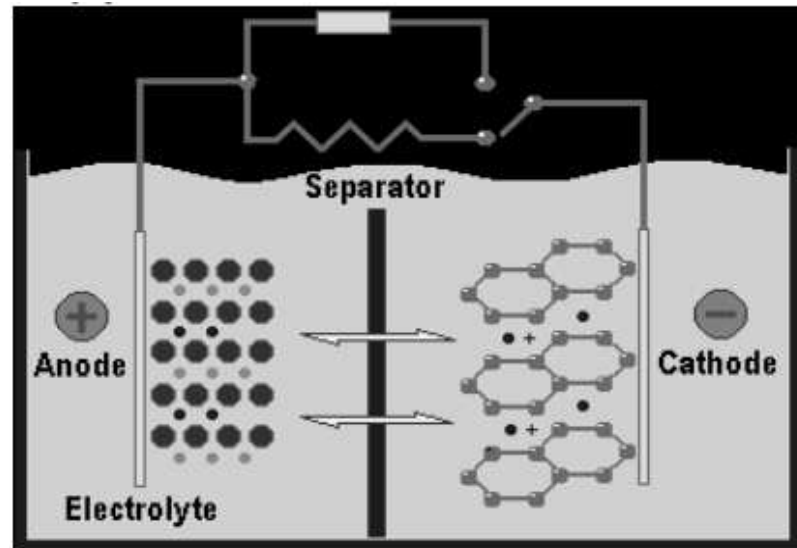
A produção de energia é uma das necessidades eminentes da sociedade contemporânea, logo se necessita de dispositivos capazes de atender essas problemáticas, na atualidade as principais fontes de energia são: petróleo representa 34% da energia do mundo, hidrelétricas e usinas nucleares. Vale à pena salientar, que essas formas de obtenção de energia são altamente poluentes, com isso, além dos dispositivos terem propriedades Físicas e químicas satisfatórias, precisa ser biodegradáveis, ou seja, não poluente, ademais o petróleo como exemplo é responsável pela emissão de 40% de CO_2 na atmosfera, uma das principais causas do aquecimento global do planeta.

Então, as baterias ocupam uma grande importância nessa nova forma de gerar energia, desde o século XVIII, quando o Físico Alessandro volta criador da primeira pilha, onde foi um grande avanço nos estudos eletroquímicos até na metade do XVIII, quando Gaston Planté formou a primeira bateria ácida recarregável, no qual era constituída por duas placas de chumbo enroladas em uma espiral, separadas por tiras de borracha mergulhadas em ácido sulfúrico, também é possível dizer, que a bateria é um composto de pilhas ligadas em série ou em paralelo. Haja vista, a bateria possui duas funções: agir como fonte portátil de potência elétrica e armazenar a energia suprida por uma fonte externa.

Basicamente, o funcionamento de uma bateria convencional estar diretamente associada à formação de eletrodos positivo e negativo, onde o eletrodo negativo conhecemos por ânodo é o positivo cátodo, nas baterias convencionais utilizamos de um isolante entre os eletrodos mergulhados em um eletrólito de ácido sulfúrico. Desta maneira, acontece uma reação eletroquímica conhecida oxidação-redução (redox), gerando eletricidade. A figura 16

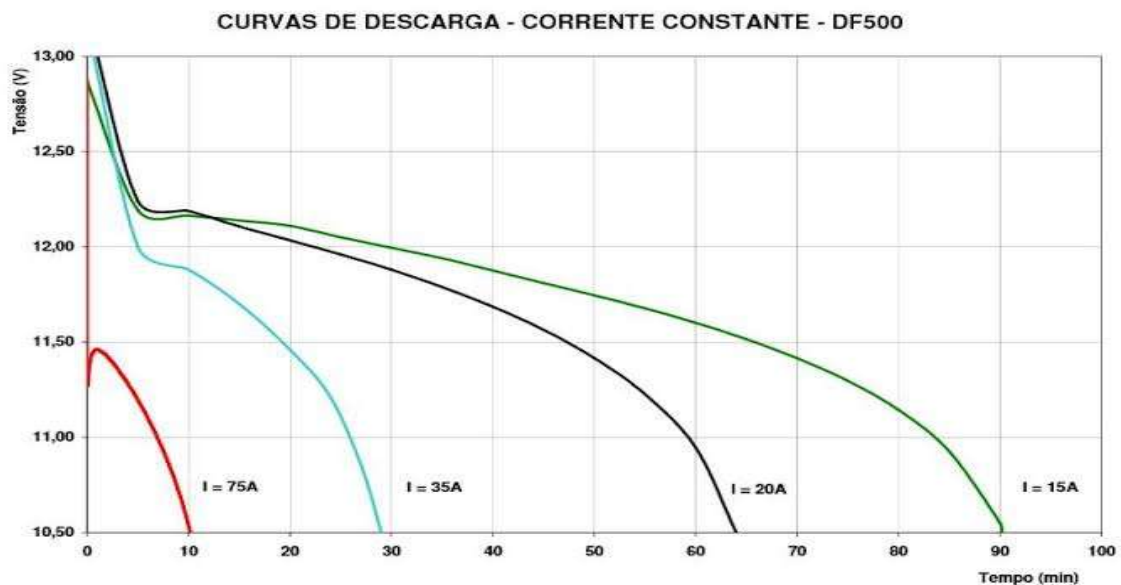
traz a representação do funcionamento de uma bateria convencional, enquanto na figura 17 demonstrar a curva característica de uma bateria convencional [8; 50; 53] .

Figura 16: Processo de funcionamento químico e físico de uma bateria



Fonte: Figura adaptada [41]

Figura 17: Curvas características de uma bateria convencional



Fonte: figura adaptada [14]

As pilhas e baterias são considerados geradores de energia eletroquímico, portanto existem dois tipo de associações para geradores: série e paralelo. As associações em série tem como característica a corrente ser igual em qualquer ponto do circuito, ou seja, constante, enquanto que a sua resistência equivalente dar-se-á pelo somatório das resistências como representado pelas equações a seguir:

$$I = I_1 = I_2 = I_3 \dots I_n \quad (6)$$

$$R_{eq} = R_1 + R_2 + R_3 \dots R_N \quad (7)$$

Por outro lado, as associações em paralelo são caracterizadas pela sua tensão ser a mesma em qualquer parte do circuito a corrente dar-se-á pelo somatório da mesma e a resistência pela soma dos inversos da resistência de cada ponto como representados nas equações a seguir:

$$\frac{1}{R_{eq}} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \dots \frac{1}{R_N} \quad (8)$$

$$I = I_1 + I_2 + I_3 + \dots I_n \quad (9) [55]$$

Atualmente, existem inúmeros tipos de baterias como exemplo: alcalina dióxido de manganês, chumbo ácido, bateria níquel-cádmio, bateria de Gel, de níquel hidreto metálico, Zinco-Ar, de íon-lítio, onde as mesmas podem ser separadas em dois grupos que são: primárias e secundárias, as baterias primárias são aquelas que não são recarregáveis como exemplo: zinco/ dióxido de manganês, zinco/óxido de prata, dióxido de enxofre, dentre outros, e as baterias secundárias são aquelas que são recarregáveis como exemplo as baterias de Íon-lítio, as baterias de lítio possuem uma resistência interna de 500 – 1000 mΩ, logo uma das características dessas baterias é uma resistência baixa.

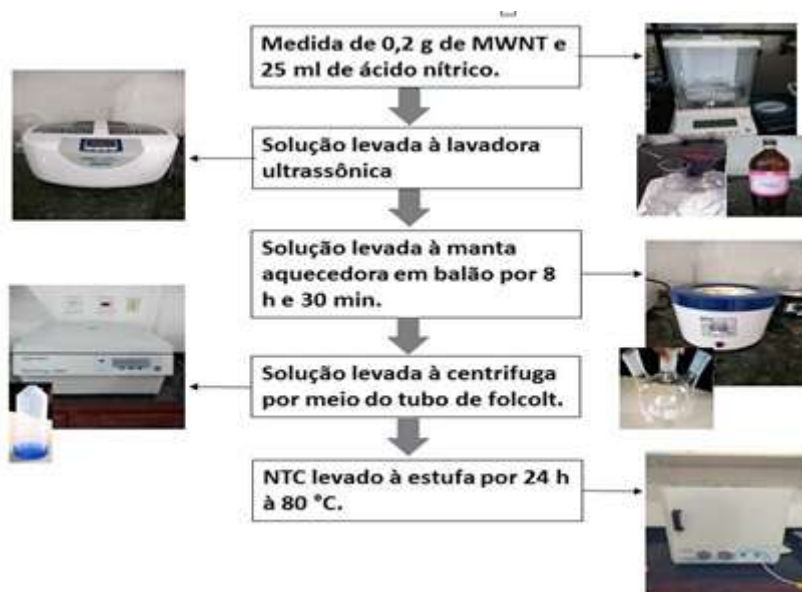
Porém, as baterias que possuem lítio em sua constituição estão sendo mais usadas na atualidade devido as suas características como: Maior capacidade de armazenamento em relação às demais baterias, mais leves, como também não vicia. No entanto, as baterias de lítio com todas essas vantagens torna-se mais cara e necessita-se de um circuito eletrônico para ajudar na funcionalidade. Nas baterias de íon-lítio se leva esse nome, pois, o íon-lítio é o agente da oxidação como da redução, as mesmas são baterias secundárias e podem ser recarregáveis no que tornar sua utilização muito ampla pela indústria, bem como nos grandes centros científicos [50-53].

CAPÍTULO 2: MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Funcionalização de MWNT- HNO_3

Inicialmente, utilizamos da balança de precisão SP100, para aferirmos 0,2 g de MWNT, então, utilizou-se um Becker 50 ml, onde adicionamos o MWNT e 25 ml de ácido nítrico (HNO_3), logo após levamos ao ultrassom L100 por 30 minutos, posteriormente deixando em repouso por 22 horas na capela. Subsequentemente, utilizamos o balão de fundo redondo e a manta aquecedora em 100 °C por 8,5 horas, em seguida deixamos em descanso por 16 horas na capela. Logo depois, utilizando-se de um tubo de foucolt com capacidade de 50 ml, adicionamos 10 ml de água destilada, mais a solução sólida de MWNT- HNO_3 concomitantemente, após, levamos a centrifuga eppendorf 5804, configuramos a mesma para uma rotação 4000 rpm durante 40 minutos, realizamos tal processo três vezes, em cada processo tirou-se a água com uma pipeta, onde a mesma continha excesso de ácido, subsequentemente adicionou-se mais 10 ml de água destilada, tais processos são representados Na figura 18:

Figura 18: Processo de funcionalização MWNT- HNO_3 .



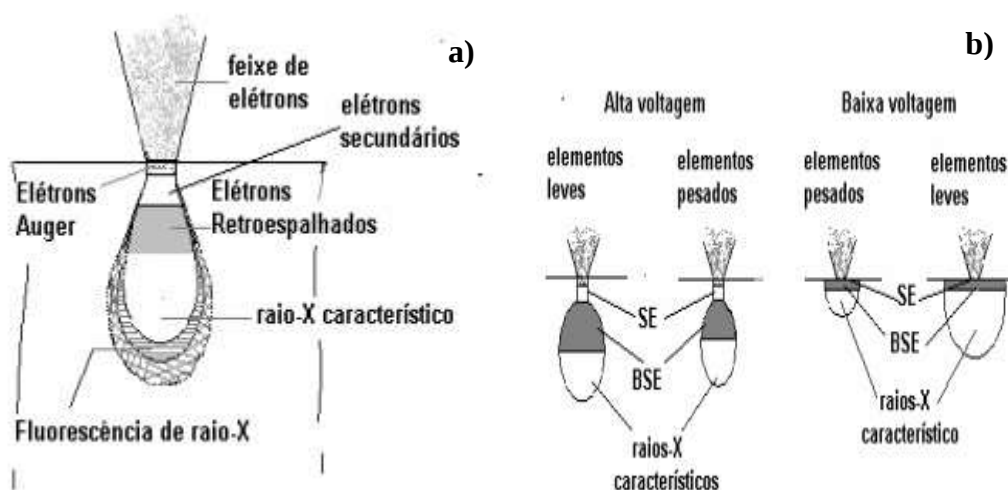
Fonte: Autoria própria

2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

É notório que a utilização do método Microscopia eletrônica de varredura (MEV) tem se tornado a cada momento mais comum no ramo científico, principalmente por fornecer informações com aumento de até 300.000 vezes [10]. Desta forma, o processo de formação da imagem se dá através dos elétrons que são acelerados e interagem com a amostra permitindo

que se obtenham informações morfológicas e estruturais da mesma [11]. O sinal da imagem resulta da interação do feixe incidente com a superfície da amostra, o sinal recolhido pelo detector é utilizado para modular o brilho do monitor, desta maneira permitindo a observação, e os sinais obtidos para formar a imagem são: secundários e dos elétrons retroespalhados [12], tal procedimento é representado pela figura 19. A caracterização do buckypaper foi realizado no laboratório de nanomanipulação da pós graduação em física da UFPA, do campus básico de Belém, por meio do MEV, utilizando um microscópio Tescan VEGA3.

Figura 19: volume de interação: a) localização dos sinais emitidos pela amostra; b) relação da voltagem para elementos leves e pesados.



Fonte: Figura adaptada do livro microscopia eletrônica de varredura, aplicações e preparação de amostras, 2007 [11].

2.3 Solubilização em fase líquida

No processo de solubilização, com o auxílio da balança analítica SP100 e de um Becker 50 ml, aferimos o valor de 2 g de base, subsequentemente adicionamos no recipiente 0,1 g de MWNT, logo após levamos ao ultrassom L100 por 380 s, onde foi verificada a formação de uma tinta, em seguida, utilizou-se de um pincel, onde pintamos a superfícies poliméricas do ABS, após, levamos à estufa a 50 °C por 15 minutos. Subsequentemente, com intuito de diminuirmos ainda mais a resistência do polímero, adicionamos 0,5 g de acetona na solução para tornamos mais solúvel a mesma, logo após 180 s na banheira ultrassônica, levou-se à estufa e medimos a sua resistência. Tal procedimento é representado na figura 20:

Figura20: Processo de solubilização em fase líquida.

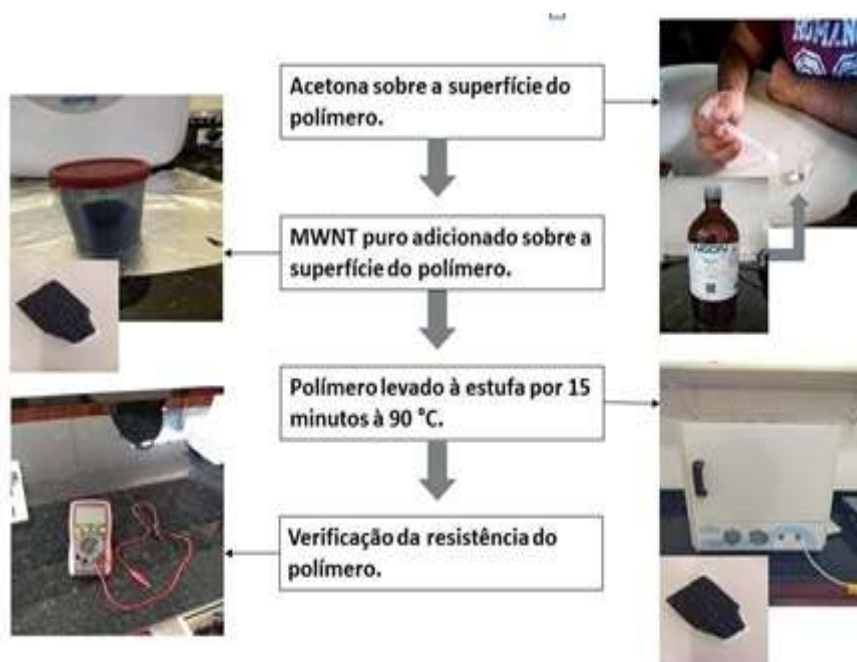


Fonte: autoria própria.

2.4 Solubilização em fase sólida

Inicialmente, utilizamos de um fragmento de um polímero Acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), em seguida usou-se de uma pipeta, e com um pouco de acetona em um Becker de 10 ml, com aproximadamente 2 ml acetona, colocamos sobre a superfície do polímero supramencionado, com intuito de fazer refusão com a superfície do mesmo. Logo após, despejamos quantidades aleatórias NTC puro, sobre a superfície do polímero, onde o mesmo já possui a acetona realizando à refusão. Posteriormente, levamos à estufa SP100 onde a mesma estava em uma temperatura de 90 °C por 15 minutos. Logo depois, retiramos da estufa SP100, percebemos a não uniformidade de NTC puro sobre a superfície do polímero, então com auxílio de um pincel e uma fração de NTC, deu-se contornos a superfície do ABS, e levamos uma vez mais à estufa SP100 por 15 minutos há 90 °C, tal procedimento foi realizado três vezes, desde o retorno da estufa SP100 até o contorno do ABS. Tal Procedimento é mostrado na figura 21:

Figura 21: Processo de solubilização sólida.



Fonte: autoria própria

2.5 Preparação dos filmes da fécula da mandioca

Preliminarmente, com o auxílio de uma placa de Petre, realizamos a pesagem de 6 g de fécula na balança de precisão SP100, em seguida, utilizando-se de um Becker de 200 ml, onde colocamos 50 ml de álcool 99,8% de pureza, por 15 minutos, junto a fécula da mandioca, para realizarmos o processo de lavagem do mesmo. Logo depois, fizemos uma secagem a vácuo por 20 minutos, subsequentemente levamos à estufa, onde a mesma estava à 100 °C, estando assim por 24 horas. Logo após, realizamos um banho termostático no amido a 100 °C na aquecedora L100 por 20 minutos, após levamos ao ultrassom por 20 minutos, o banho termostático faz o processo de gelatinização, enquanto o processo de ultrassom tira os excessos das bolas intrínsecas da substância. Posteriormente, adicionamos 2 ml de glicerina que é um plastificante na solução e levamos à estufa em uma forma de silicone, onde a estufa se encontrar a 40 °C, estando assim por 48 horas. Tais procedimentos são demonstrados na figura 22:

Figura 22: Processo de preparação dos filmes de amido.



Fonte: autoria própria

2.6 Modelagem da pilha e impressão na impressora 3D

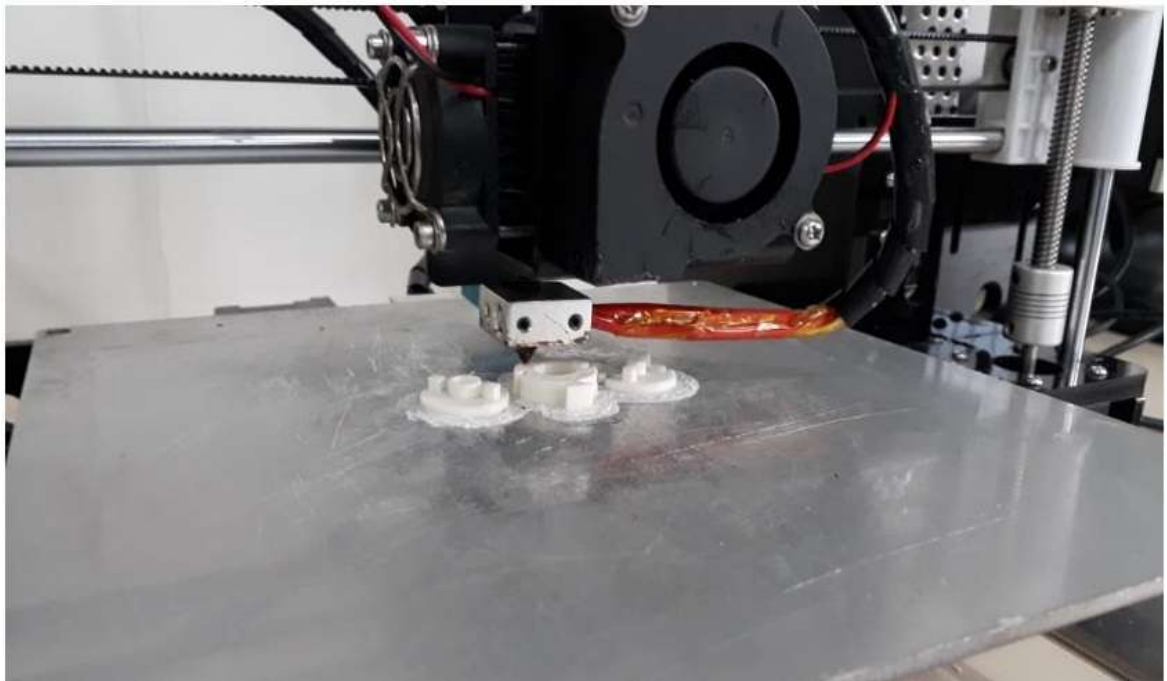
Para obtenção de uma pilha, Utilizou-se o programa de modelagem cinema 4D versão R14, o mesmo não possui o código fonte aberto. Desta forma, utilizamos figuras: esféricas, cilíndricas, planas, dentre outras. Também, utilizamos ferramentas de: corte, junção, segmentação, dentre outras. As peças foram denominados macho e fêmea, onde a peça fêmea possui duas partes, no qual intitulamos: encaixe superior e encaixe inferior, na figura 23 mostra-nos o desenvolvimento das peças no programa cinema 4D. Logo após, a modelagem, operamos com o Programa Cura na versão 2.4, onde o mesmo é um software de extrusão, no qual atribuímos valores para grandezas como: altura, espessura e diâmetro. Como também, orientação dos filamentos poliméricos e tempo de impressão. Subsequentemente, a peça foi impressa na impressora 3D modelo Anet A8, onde se levou 3 horas aproximadamente para impressão da mesma, a figura 24 mostra uma das etapas da obtenção da peça na impressora 3D.

Figura 23: Preparação das peças: macho e fêmea de encaixe inferior e superior.



Fonte: Autoria Própria.

Figura 24: Processo de impressão da pilha.



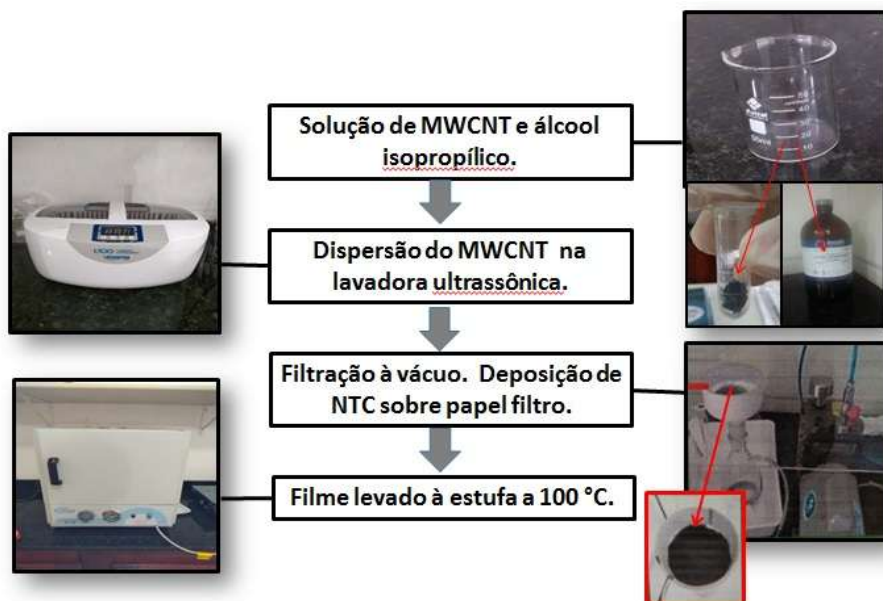
Fonte: Autoria Própria.

2.7 Produção de buckypaper (BP)

A produção de BP foi realizada no laboratório de pesquisa do campus de Abaetetuba da UFPA. Em um Becker de 50 ml foram-se depositados 30 mg de nanotubos funcionalizados com ácido carboxílico, subsequentemente, adicionamos 30 ml de Álcool Isopropílico, e por meio de banho ultrassônico em uma lavadora ultrassônica Schuster modelo L100 por 60 minutos, deixando uniforme e dispersar minha amostrar. Em seguida, a solução foi depositada sobre papel filtro qualitativo de diâmetro (gramatura: 80 g/m²; espessura nominal:

205 μm ; Porosidade: 14 μm ; diâmetro: 12,5 cm) por meio da técnica de filtração a vácuo. O papel foi colocado num funil Buchner fixado a um Kitasato (500 ml) conectado à bomba de vácuo (vácuo nominal de 2×10^{-2} mmHg e potência: 1/3 HP). O filme resultante foi levado à estufa a 100 °C para secagem do solvente. A figura 25 demonstra o processo de produção de buckypapers.

Figura 25: Produção de buckypaper.



Fonte: autoria própria

2.8 Produção do eletrólito.

Inicialmente, realizamos a pesagem de 3,5 g de fécula, onde utilizamos a balança analítica SP100 para aferirmos tal massa, subsequentemente utilizamos de um Becker de 250 ml, no qual depositamos o fécula e álcool etílico 99,5% de maneira que cobrisse a superfície da fécula, por sua vez, teve-se como objetivo realizar uma lavagem nas impurezas existentes na fécula. Em seguida, realizou-se uma secagem a vácuo por 20 minutos, após esse processo, realizamos uma secagem da fécula na estufa por 24 horas a 40 °C, logo após, levou-se uma vez mais a balança analítica SP100, onde percebemos que a fécula perdeu massa devido o processo de secagem inerente à estufa.

Logo depois, utilizou-se de um Becker 150 ml, onde depositou-se 1,6 g de fécula, com 20 ml de água, sobre um agitador magnético, no qual a temperatura era de 100 °C por um tempo de 15 min, onde percebeu-se o processo de gelatinização da solução e utilizamos de 50% de massa em relação a fécula e 50% em relação a glicerina e despejou-se sobre a solução, imediatamente adicionamos 50% de massa de perclorato de lítio (LiClO_4) do

fabricante RBR vidros, massa molar 106,39 g/mol em relação à massa da fécula, no qual adicionamos à solução. Desta maneira, formou-se uma gelatina e com uma micropipeta começamos a encher a parte fêmea de nossa pilha de maneira que fosse ao extremo da parte superior da mesma, em seguida levamos à estufa a 100 °C por 15 minutos, para que a gelatina ficasse sólida. Tal procedimento é representado na figura 26:

Figura 26: Produção de eletrólito



Fonte: autoria própria

2.9 Caracterização do dispositivo eletrolítico

2.9.1 Tensão em Circuito Aberto e corrente de curto Circuito

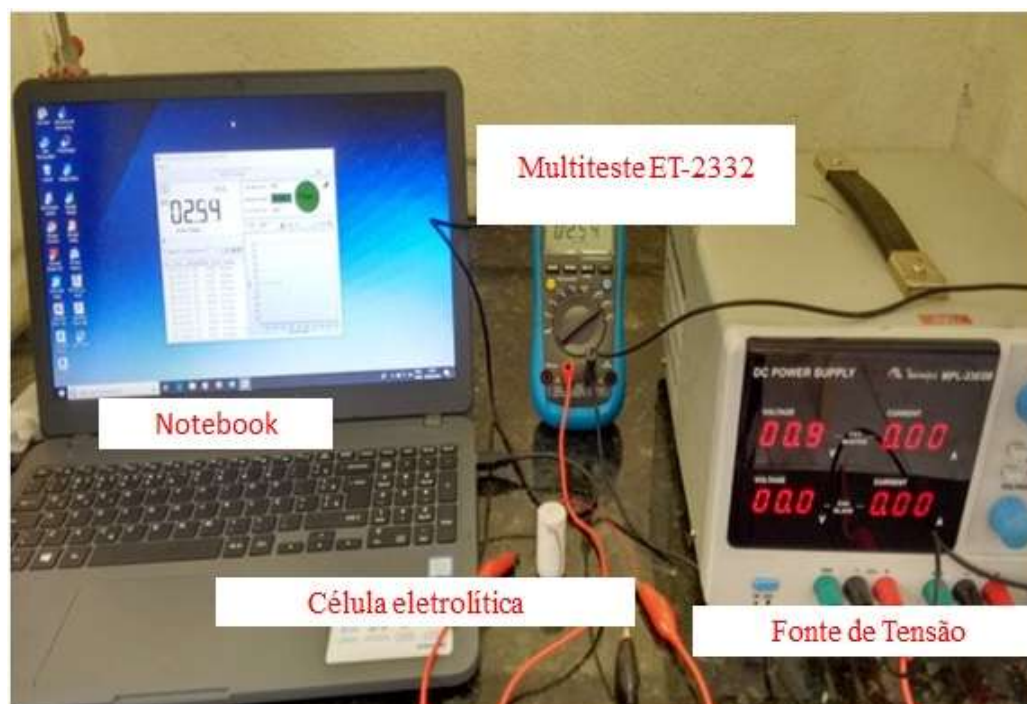
Inicialmente, utilizou-se de uma fonte de tensão, no qual foi colocada em paralelo com a nossa célula eletrolítica, onde utilizamos de um multíteste digital modelo ET-2232 e o mesmo estava conectado a um notebook para gravar as informações mensuradas, para aferir as respectivas tensões em diferenças de tempo 1s por uma hora, as tensões na fonte eram: 0,1 V; 0,2 V; 0,3 V; 0,5 V; 0,6 V; 0,7 V; 0,8 V; 1 V e 1,5 V. Em seguida colocando a fonte de tensão em série com célula fotovoltaica aferimos a corrente, usando-se da mesmas voltagens supramencionadas. Desta maneira, passando-se 1 hora aumentava-se a tensão na fonte para a próxima voltagem como descrita anteriormente, buscávamos encontrar a tensão máxima suportável na célula, bem como o tempo de descarga. A figura 27 demonstra o circuito Aberto para calcularmos a tensão, enquanto a figura 28 demonstrar o circuito em série para medirmos a corrente.

Figura 27: Circuito montado para aferição da tensão de circuito aberto



Fonte: autoria própria

Figura 28: circuito montado para aferição da corrente de curto-circuito



Fonte: autoria própria

2.9.2 Tensão em circuito fechado

Primitivamente, utilizamos de uma fonte de tensão com uma voltagem fixa de 1,4 V, no qual foi colocada em paralelo com a célula eletroquímica e a mesma estava em paralelo com um resistor $39 \pm 0,41 \Omega$, como mostrar a figurar 29. Desta maneira, colocamos entre os polos da pilha para aferimos a voltagem do circuito durante 53 minutos com variações 1s o multíteste ET-2232, conectados ao notebook, haja vista, através do processo anterior, descobrimos o tempo de carregamento da célula, após o carregamento da pilha realizamos o processo de descarga durante um período entre 6 min a 10 min. A figura 30 demonstrar o circuito fechado.

Figura 29: Multitest ET 2232 com o resistor de 39Ω .



Fonte: Autoria própria

Figura 30: circuito fechado com resistor de 39Ω



Fonte: Autoria própria

Capítulo 3: Resultados e discussão.

3.1 Funcionalização de MWNT- HNO_3

No decorrer das experimentações, houve a necessidade de se melhorar as propriedades do MWNT como exemplo: As propriedades eletrônicas. Após a conclusão do experimento, observou-se o a morfologia macroscopicamente aglomerada, como mostrado na figura 31. Em seguida, realizamos a fabricação de uma tinta, para averiguarmos se tal processo terá resultados satisfatórios, com isso, pintamos a superfície polimérica do polímero ABS, com uma tinta formada a partir de 10 ml de acetona, 10 ml álcool etílico e 0,01 g de MWNT- HNO_3 , subsequente levou-se à estufa por 15 minutos, onde constatamos: A não uniformidade da substância sobre a matriz polimérica, a falta de aderência da substância com o polímero e a resistência muito alta, no qual os seus resultados estão na escala de $M\Omega$. Então, conseguimos realizar a funcionalização, no entanto, os seus resultados não foram satisfatórios para nossa pesquisa.

Figura 31: morfologia macroscópica aglomerada de MWCNTs- HNO_3 .



Fonte: autoria própria.

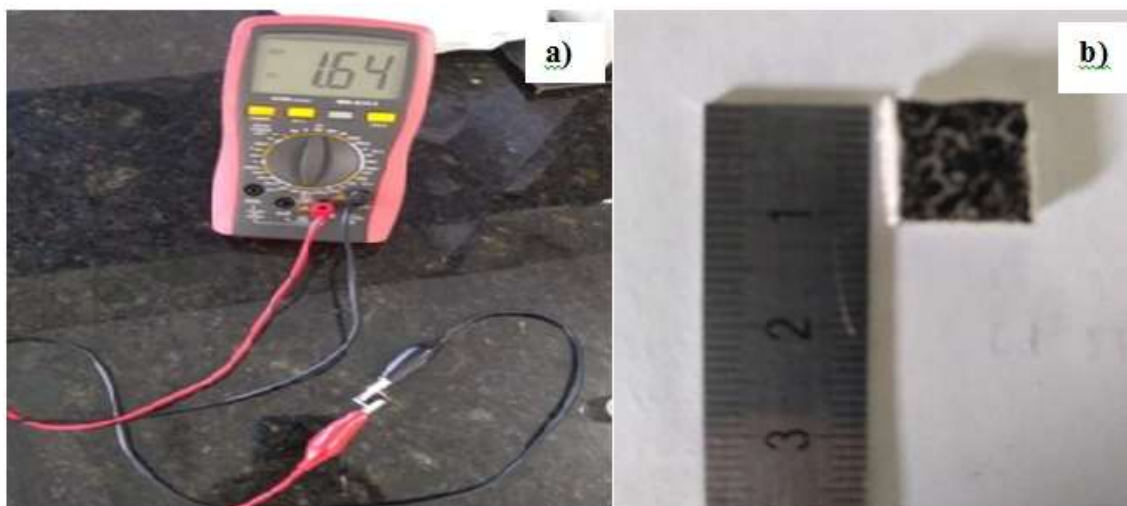
3.2 Resistência elétricas do eletrodo feito por fase líquida

Com a solubilização em fase líquida, formou-se uma tinta, onde o MWNT compartilha-se como soluto, com as proporções mencionadas no tópico 4.1, através de tal procedimento, conseguiu observar a refusão da solução com a parede do polímero e chegamos a uma resistência de $1,64 \pm 0,013 \text{ k}\Omega$, outrossim, percebemos a uniformidade da tinta sobre a superfície polimérica, como mostra na figura 32.

Logo depois, com intuito de diminuirmos a resistência e melhorarmos a uniformidade na superfície do polímero adicionamos 0,5 g de acetona, com isso, obtivemos como resultado a diminuição da resistência, no qual aferimos o valor de $0,29 \pm 0,002 \text{ k}\Omega$, porém a uniformidade sobre a superfície polimérica foi comprometida com algumas rachaduras na

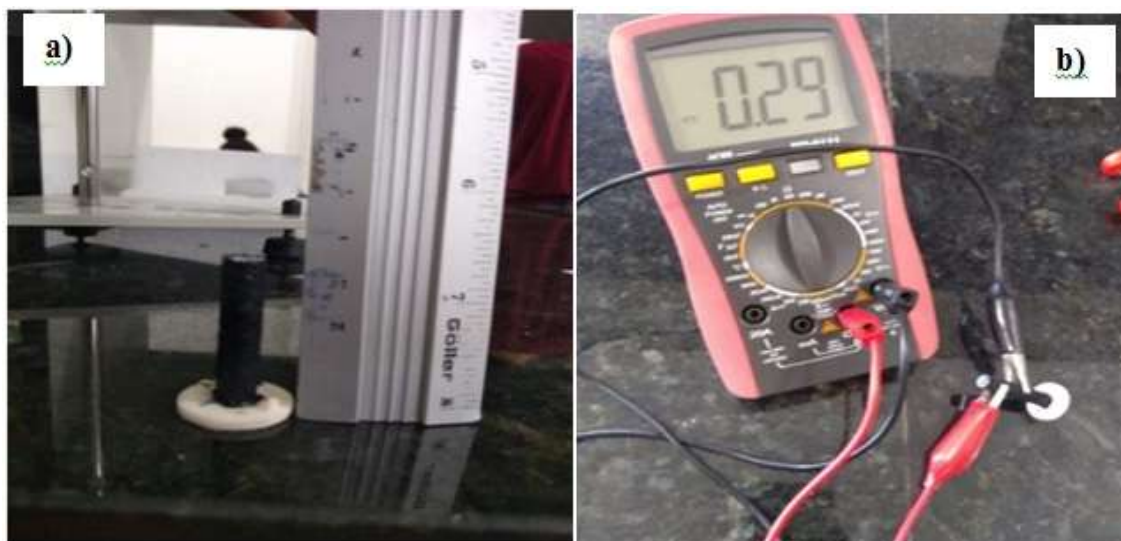
mesma. Desta forma, os resultados obtidos ainda estão longe das baterias convencionais, no aspecto resistência, no entanto, os valores são consideráveis, pois, dão base para novos estudos para à diminuição das mesma e maior uniformidade do soluto nas regiões poliméricas. Figura 33 mostrar a resistência, como também às rachaduras quando adicionamos acetona.

Figura 32: resultados da solubilização líquida: a) valor da resistência b) uniformidade na superfície do polímero.



Fonte: autoria própria.

Figura 33: solubilização líquida do eletrodo com a adição de acetona: a) não uniformidade de MWNT nas regiões poliméricas b) valor da resistência.

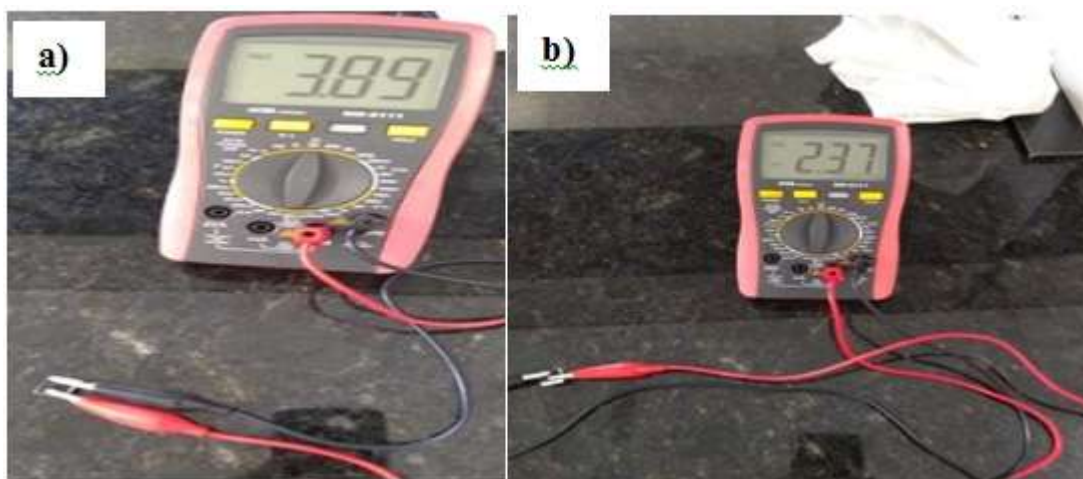


Fonte: autoria própria.

3.3 Resistência elétricas do eletrodo feito por fase sólida.

Com a solubilização sólida, formou-se uma pasta, onde acetona atingiu a superfície polimérica do ABS, logo após mensuramos a resistência do polímero, no qual foi medido o valor de $3,89 \pm 0,031 \text{ k}\Omega$, subseqüentemente deixamos em temperatura ambiente por 15 minutos, uma vez mais medimos a resistência do polímero, onde foi aferido o valor de $2,37 \pm 0,02 \text{ k}\Omega$, como é mostrado na figura 34. Sendo assim, é notória a diminuição da resistência com a decorrência do tempo à temperatura ambiente, uma possível explicação para tal acontecimento, seria a evaporação de acetona da superfície polimérica, ou seja, MWNT está em maior quantidade na superfície do polímero.

Figura 34: solubilização sólida do eletrodo: a) resistência após sair da estufa e b) resistência após 15 minutos em temperatura ambiente.



Fonte: autoria própria.

3.4 Resistência elétrica do Buckypaper

Após a produção de buckypaper, fizemos recortes no mesmo, com objetivo de formarmos eletrodos que possuam características inerentes dos nanotubos de carbono. Então, utilizamos às peças: macho e fêmea de encaixe superior, onde realizamos a colagem sobre a superfície polimérica dos mesmos. Subseqüentemente, medimos a respectiva resistência de $0,64 \pm 0,005 \text{ k}\Omega$, como mostrado na figura 35.

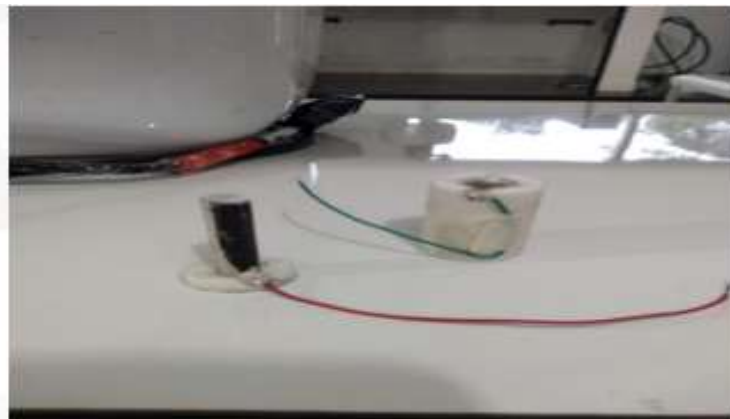
Figura 35: medição da resistência com a colagem do buckypaper.



Fonte: autoria própria.

Em seguida, utilizamos de tinta prata para ligarmos a superfície polimérica do buckypaper com os cabos elétricos, onde posteriormente iremos fazer a divisão entre: os polos anódicos e catódicos. A figura 36 mostra-nos a peça macho e fêmea de encaixe superior pós pintura.

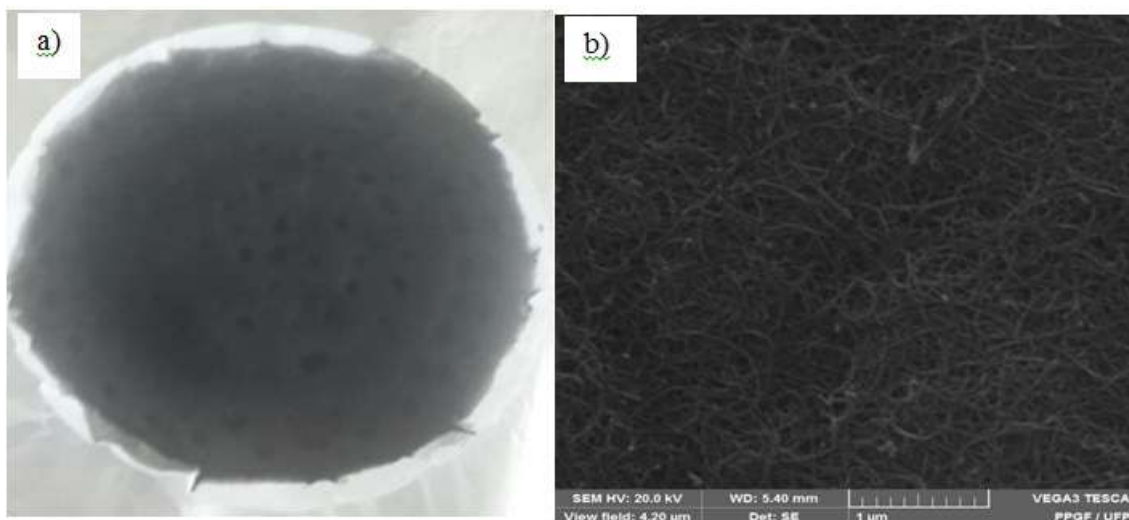
Figura 36: pintura com tinta na superfície do Buckypaper.



Fonte: autoria própria.

Com um pequeno fragmento de buckypaper realizamos o processo Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) que o mesmo é uma importante ferramenta para caracterização das propriedades de NTCs, fornecendo informações sobre a topografia da superfície e morfologia dos constituintes [13]. Sendo assim, conseguimos perceber aderência e uniformidade do BP, sobre a superfície das fibras do papel, como é mostrado na figura 37(a), enquanto que a figura 37(b) mostrar-nos a aderência das moléculas MWNT-COOH, sobre os poros do papel filtro.

Figura 37: a) buckypaper (BP) sobre as fibras do papel filtro. Fonte: autoria própria. b) imagem de MEV da superfície do filme em que observa a uniformidade de deposição dos MWNT-COOH pelo processo de filtração a vácuo.



Fonte: Autoria Própria

3.5 Preparação da fécula da mandioca

Com intuito de prepararmos eletrólitos capazes de ter um alto potencial oxirredução, utilizamos de biopolímeros, tendo como matéria prima o fécula, posteriormente iremos fazer uma substância com perclorato de lítio. A figura 38 mostra o filme de fécula de mandioca pronto, colocada ao lado de uma régua de 20 cm. A escolha da fécula dá-se por alguns motivos, dentre os quais: grande abundância na região amazônica, baixo custo, prolonga os processos de oxirredução em baterias, dentre outros. Com isto, objetivou-se em ter maior durabilidade nos processos supramencionados, como também maior eficiência.

Figura 38: Filme de fécula de mandioca pronto.



Fonte: autoria própria

3.6 Modelagem da pilha em impressão 3D.

Inicialmente, foi-se necessário modelarmos uma pilha, onde utilizamos o programa cinema 4D versão R.14. Desta forma, a nossa peça ficou subdividida em três partes nos quais denominamos: macho, fêmea encaixe superior e fêmea encaixe superior. Sendo assim, elaboramos uma peça que tem como objetivos: preciso ao encaixe, economia na utilização do polímero no momento da extrusão. Em seguida, realizaram-se algumas mudanças no invólucro da célula eletrolítica na parte externa do macho, onde foram adicionados quatro encaixes em forma de “T”, por sua vez, os mesmos possuem 2 subtraídos na peça e 2 concretos na mesma, ambos colocados simetricamente, cujo objetivo, cada pilha poderá formar 4 encaixes, desta maneira formando uma bateria. A figura 39 mostra a pilha formada com as três que compõem a mesma: macho, fêmea de encaixe superior e inferior. Enquanto a figura 40 demonstrar a pilha já montada formando um conglomerado de 35 pilhas já com formato em seu suporte externo “T” na peça macho.

Figura 39: invólucro da célula eletrolítica em forma final



Fonte: Autoria própria

Figura 40: junção de 35 pilhas com suporte em "T", formando uma bateria.



Fonte: Autoria própria

Subsequentemente, levamos ao software de extrusão cura, onde definimos padrões de impressão como: velocidade, altura da camada, temperatura de extrusão. Onde, utilizamos os valores: 25 mm/s, 0,2 mm e 240 °C, respectivamente, pois tais parâmetros darão maior eficiência na impressão da peça. Após a impressão 3D, no que levou um tempo aproximadamente de 3 horas, pesamos as peças, através da balança E-line, no qual verificou-se o valor 0,010 g como mostrado na figura 41.

Figura 41: peso das peças: macho, fêmea encaixe superior, fêmea encaixe inferior.

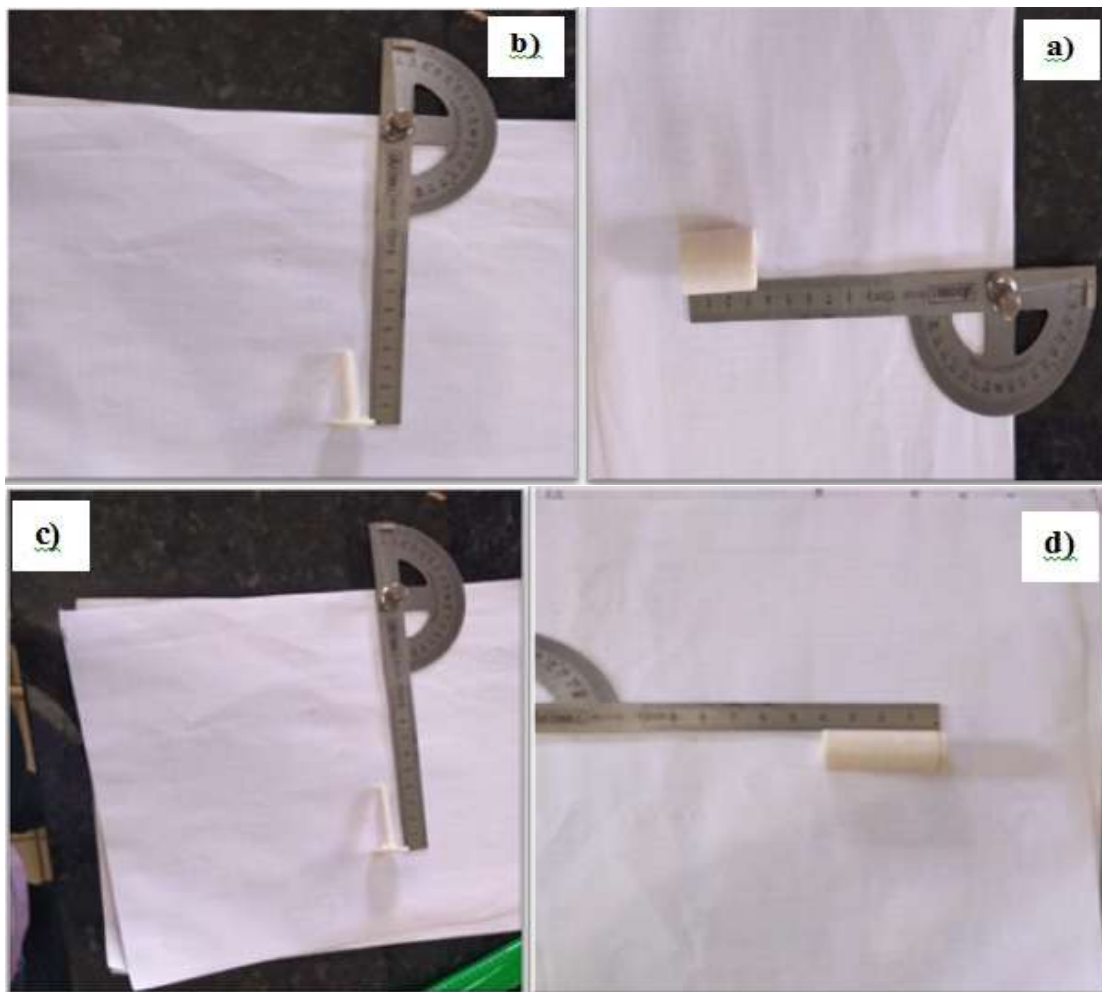


Fonte: autoria própria.

Logo após, com o auxílio de uma régua aferimos o tamanho das peças: macho, fêmea encaixe superior e fêmea encaixe inferior, no qual atestamos os seguintes valores: peça

interna de fixação possui de diâmetro 2 cm e de altura 3,5 cm, eletrodo tubular interno (invólucro ou cápsula) possui de altura 3,7 cm e de diâmetro 0,8 cm, eletrodo tubular externo tem 4 cm de altura e 5 cm de diâmetro. A pilha formada a partir dessas três partes supramencionadas possui 4 cm de altura e 2 cm de diâmetro. Tais representações são mostradas na figura 42.

Figura 42: tamanho das peças da pilha. A) peça macho b) peça fêmea de encaixe inferior c) peça fêmea de encaixe inferior d) pilha.



Fonte: Autoria própria

3.7 Processo de carga e descarga.

Ao iniciarmos os processos de medições em circuito aberto, medimos a tensão residual em nosso dispositivo, com intuito de entendermos o quanto de carga possui o mesmo apenas com os elementos de sua formação. Logo, aferimos o resultado de $51,7 \pm 0,41 \text{ mV}$. Sendo assim, conseguimos entender que apesar de não haver nenhuma tensão inserida na célula o

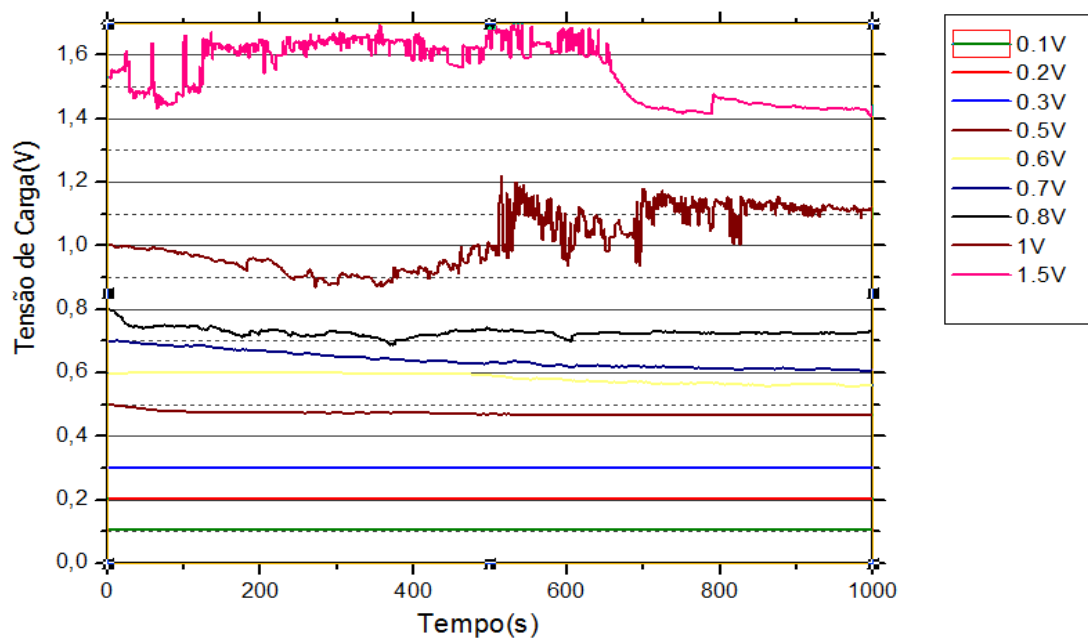
mesmo já tinha uma voltagem intrínseca. A figura 43 mostra a tensão residual da célula eletrolítica.

Figura 43: tensão residual de 51.7 mV na célula eletrolítica.



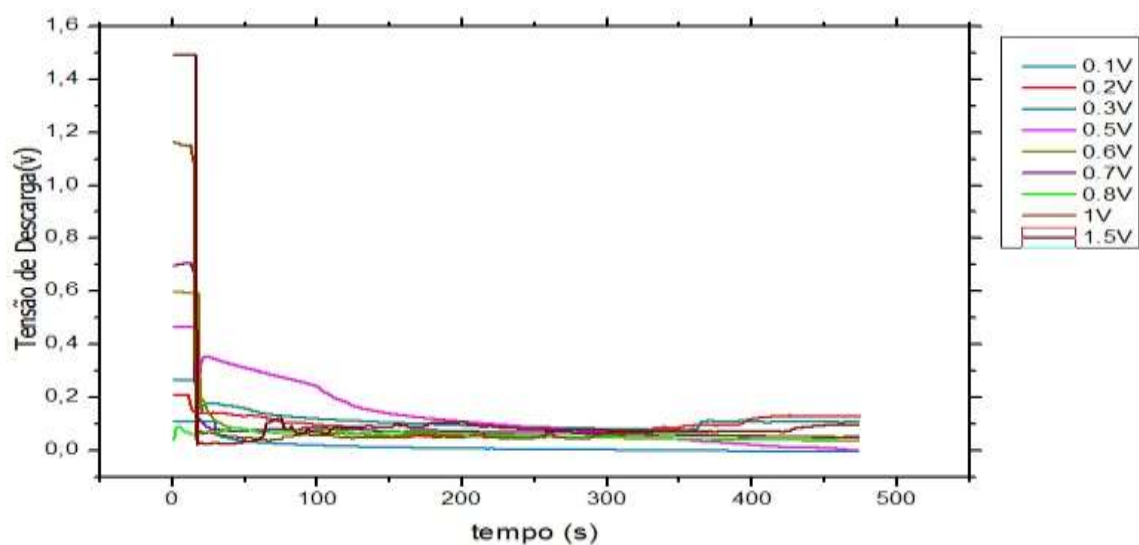
Fonte: Autoria própria

Em seguida, realizamos 18 medições no circuito aberto, sendo que 9 eram para carga e as outras nove eram para descarga, haja vista, que a fonte de tensão foi graduada nas voltagens: 0,1 V; 0,2 V; 0,3 V; 0,5 V; 0,6 V; 0,7 V; 0,8 V; 1 V e 1,5 V. Desta forma, à medida que se aumentou a voltagem se percebeu maiores variações na célula eletrolítica, isto se dá, devido à constituição dos eletrodos, pois, são formados de um mesmo material BPs baseados em MWNT, bem como a constituição do eletrólito formado a partir de um material biodegradável (Fécula da mandioca) é perclorato de lítio ($LiClO_4$), ou seja, a tensão gerada entre os eletrodos dependerá da difusão iônica dentro do eletrólito apesar de no processo de carga a fonte de tensão possuir polos negativos e positivos, logo o Lítio (Li) carregado positivamente foi atraído pelo polo negativo, enquanto o ClO_4 carregado negativamente vai ser atraído pelo polo positivo, .Então, essa variação de carga acontecesse devido a essa movimentação de elétrons existentes no material, bem como o armazenamento de carga característico de uma pilha. A figura 44 mostra-nos as tensões da carga aplicadas na célula eletrolítica

Figura 44: Tensões da carga aplicadas na célula eletrolítica

Fonte: Autoria própria

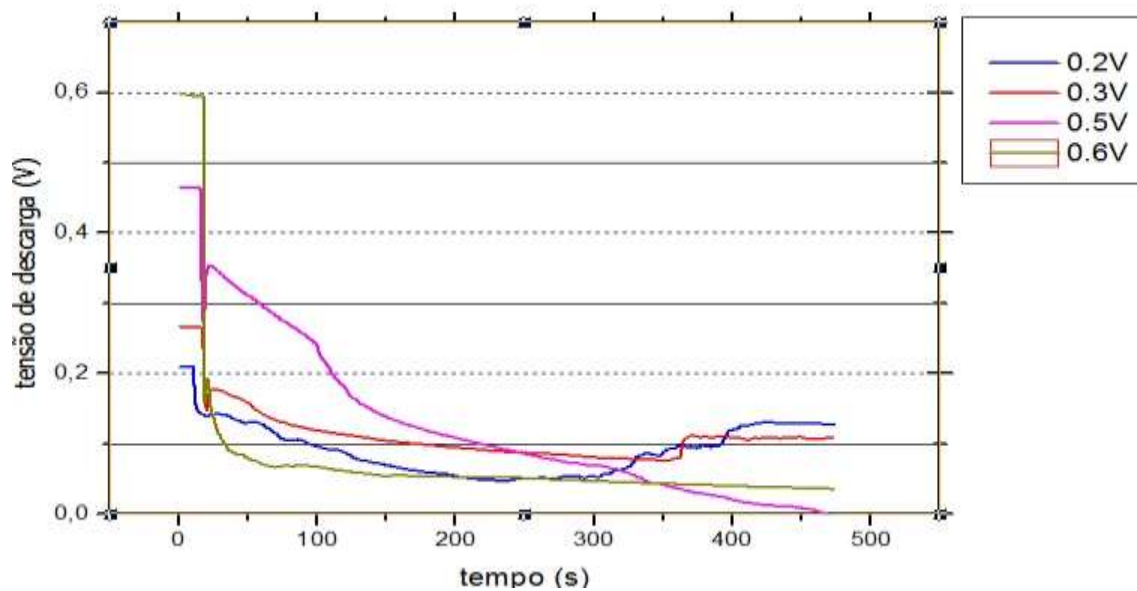
Em seguida, realizou-se 9 aferições no processo de descarga nas respectivas tensões supramencionadas, com intuito de conhecermos o máximo de tensão suportável internamente dentro da célula eletrolítica. Desta forma, com a construção do gráfico, percebemos através das suas curvas características que o dispositivo comporta-se como célula eletrolítica (pilha), bem como quando a fonte de tensão foi graduada em 0,5 V obteve a melhor tensão em circuito aberto de $0,35 \pm 0,003V$. A figura 45 demonstrar a construção do gráfico para 9 voltagens diferentes, bem como o comportamento de bateria através de suas curvas características.

Figura 45: Tensões de descarga aplicadas na célula eletrolítica

Fonte: Autoria própria

Subsequentemente, construiu-se um gráfico com as 4 melhores tensões em circuito aberto para analisarmos as suas melhores tensões, como é mostrada na figura 46.

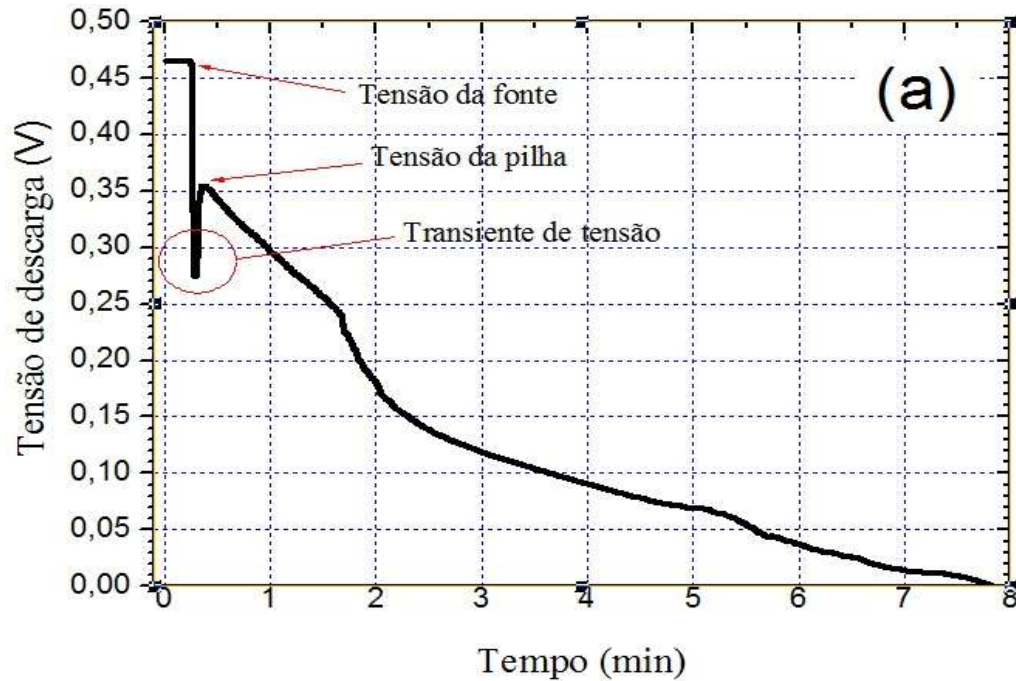
Figura 46: Grafico tensão X tempo com as melhores tensões em circuito aberto



Fonte: Autoria própria

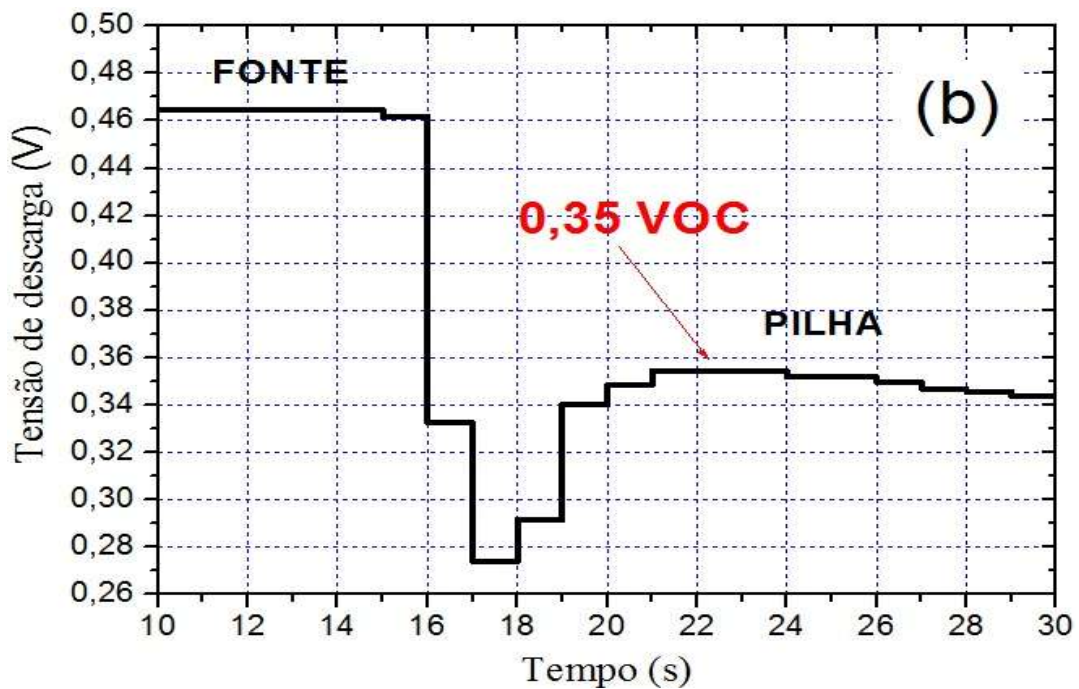
Logo depois, foi construído o gráfico de melhor tensão de circuito aberto, no qual a fonte estava graduada em 0,5 V, como mencionado anteriormente e comparamos com a curva característica de uma bateria convencional, como mostra a figura 47. Então, percebeu-se através das curvas características de nosso dispositivo o comportamento de uma bateria, quando comparamos com o item 1.6 figura 17, onde a mesma reproduz a curva característica de uma bateria convencional. Logo após, na figura 48 é demonstrado o gráfico Tensão X tempo, onde dar-se o início da tensão da fonte até o transiente de tensão, que é um surto de energia ocorrido em um breve intervalo de tempo, onde se percebeu a tensão em circuito aberto (V_{oc}) ficar constante por um breve período e decair sequencialmente.

Figura 47: Gráfico tensão x tempo descarga



Fonte: Autoria própria

Figura 48: Gráfico tensão x tempo da tensão da fonte ao transiente de tensão

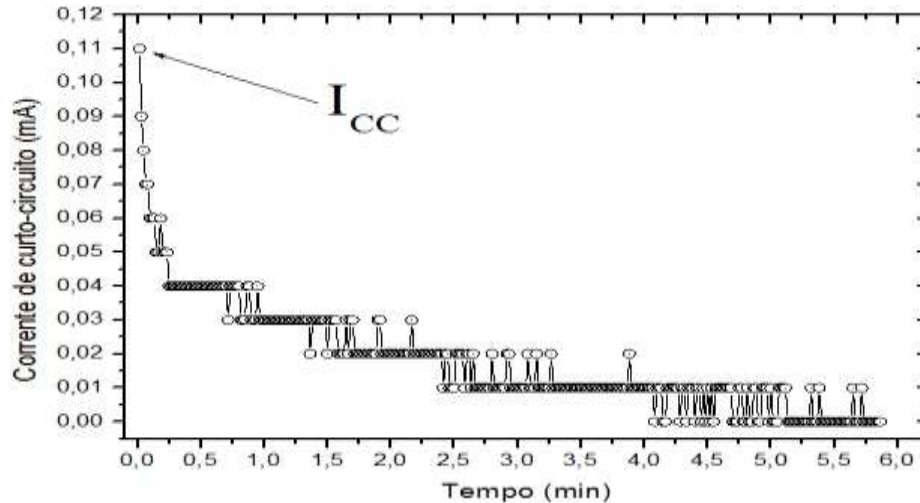


Fonte: Autoria própria

Em seguida, colocou-se a célula eletrolítica em série com a fonte e o multímetro ET-2232, para que pudéssemos encontrar a corrente de curto circuito ou corrente máxima da pilha (I_{CC}), através da construção gráfica, podemos obter $0,11 \pm 0,0014$ mV, como também o

tempo para descarregar da célula eletrolítica que é aproximadamente 6 min, como mostrar a figura 49.

figura 49: Circuito Aberto corrente X tempo, corrente de curto circuito e tempo de descarga.



Fonte: Autoria própria

Consequentemente, através da tensão de carga em circuito aberto de 0,35V, bem como a corrente de curto circuito 0,11 mA e utilizando-se da 1ª Lei de OHM ($U = R \times I$) podemos encontrar a resistência interna de nosso dispositivo, como mostra a equação a seguir:

$$R_{\text{interna}} = \frac{V_{oc}}{I_{cc}}, \quad (10)$$

Substituindo os valores temos o valor aproximadamente da Resistência interna (R) de: $3,18 \pm 5 \times 10^{-3} \text{ k}\Omega$, conseguimos achar a incerteza da medida através da teoria de propagação de erros, representado pela equação a seguir:

$$\Delta y = \left(\frac{\partial f}{\partial x_1} \right) \Delta x_1 + \left(\frac{\partial f}{\partial x_2} \right) \Delta x_2 \quad (11)$$

Onde,

Δy = É a incerteza final da função

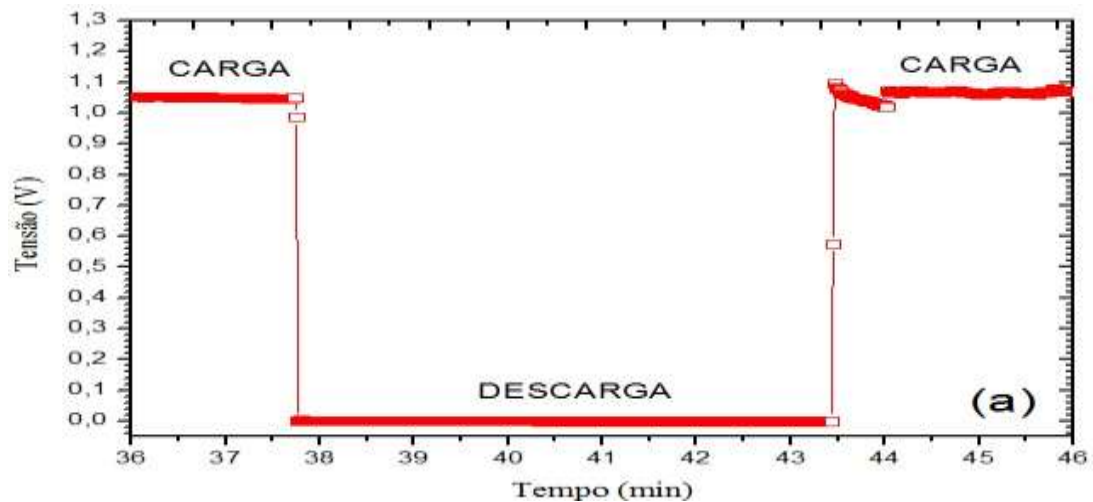
Δx_1 = É a variação da primeira variável

Δx_2 = É a variação da segunda variável [15]

Inicialmente, montamos um circuito fechado colocando a célula eletrolítica em paralelo com a fonte, com isso, realizamos um ciclo de carga e descarga no capacitor, aproveitando-se das informações já conhecidas como o tempo de carga 53 minutos, como também o tempo para descarregar 6 minutos aproximadamente e através do gráfico

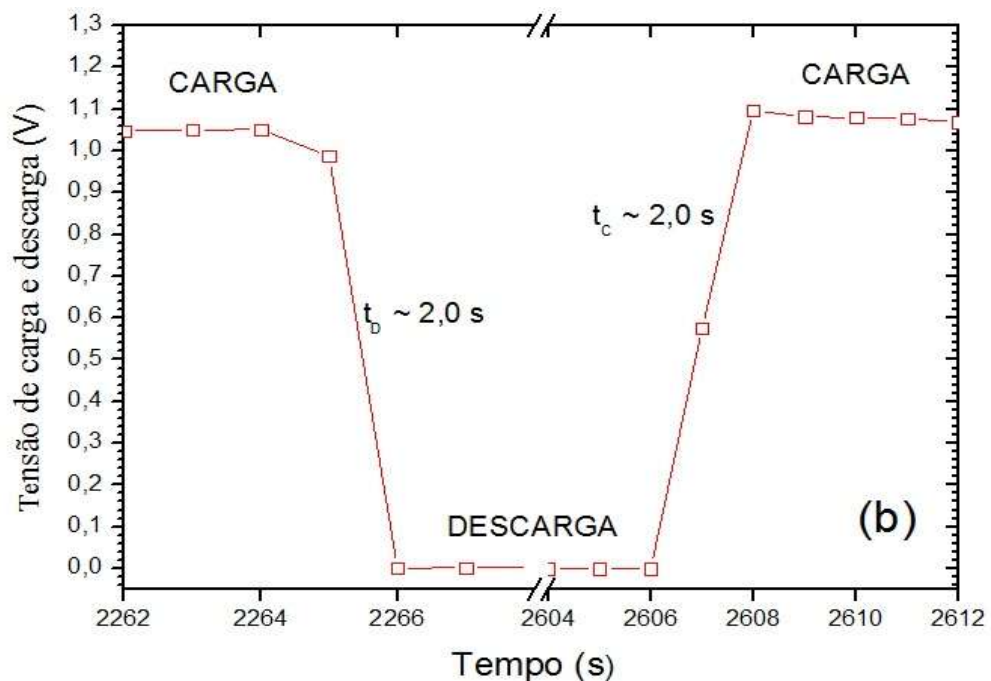
construindo, percebeu-se que o dispositivo supramencionado consegue carregar-se, como também descarregar-se. A figura 50 demonstrar o gráfico carga e descarga em circuito fechado tempo (min) X tensão (V), enquanto a figura 51 traz o gráfico carga e descarga em circuito fechado tensão versus tempo (V x t).

Figura 50: Circuito fechado carga e descarga tempo (min) X tensão (V)



Fonte: Autoria própria

Figura 51: circuito fechado carga e descarga tensão (V) X tempo (s)



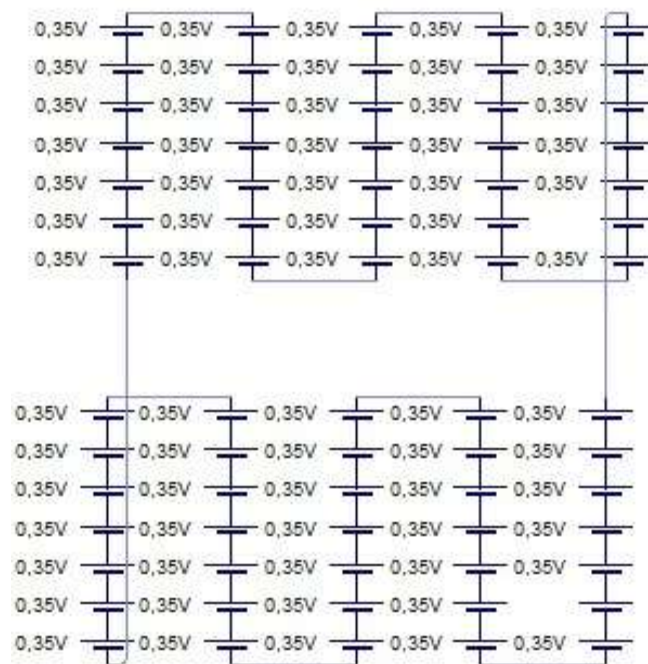
Fonte: Autoria própria

Analisando o circuito fechado, somaram-se as resistências interna do dispositivo, bem como do resistor 39Ω , no qual chegamos ao seguinte resultado de $3,219 \times 10^3 \pm 0,415 \Omega$, um valor 100000 aproximadamente maior em relação às células eletrolíticas convencionais como

registrado no item 1.7 deste trabalho. Em seguida, ao analisarmos o gráfico 50 e 51, percebeu-se um comportamento similar entre os fluxos de carga e descarga, bem como a simetria no tempo de descarga em relação ao tempo de restituição de carga, isto pode ser explicado devido à movimentação de elétrons existentes no dispositivo, pois, os mesmos não têm polos fixos, sendo definidos os polos a partir do momento da carga, acontecendo dessa maneira um fluxo constante de elétrons.

Através do programa de simulação livewire e das equações de associações de geradores no item 1.7 e a primeira lei de Ohm, conseguimos montar um sistema de células eletrolíticas, sendo que estavam duas sessões de 35 pilhas de 0,35 V; 0,11 mA e 3,18 k Ω em série conectadas entre si em paralelo, como representado pela figura 52. Com isso, aferimos a resistência equivalente (R_{eq}) nesse circuito chegou-se ao valor de 55,65k Ω , encontramos a corrente total do circuito (I_T) de 0,22 mA e a tensão gerada por esse circuito 12.24 V, as contas serão demonstradas no Anexo1.

Figura 52: Circuito com células eletrolíticas com 0,35 V com duas sessões de 48 em serie ambas conectadas em paralelo.



Fonte: Autoria própria.

Conclusão e Perspectivas

Diante disso, trabalhou-se o processo de modelação das peças de nossas pilhas, através do programa cinema 4D versão R.14, como também, a sua respectiva impressão através do programa de extrusão cura na versão 2.4. Subsequentemente, iniciamos o processo experimental de formação de nossos respectivos eletrodos, onde alguns métodos dentre os quais: solubilização em fase sólida, solubilização em fase líquida, produção de buckypapers (BP), foram utilizados e aferidos as suas respectivas resistências. Em seguida, realizamos o processo de formação do eletrólito como: preparação da fécula, como também o processo de solução com o perclorato de lítio, subsequentemente inseriu-se dentro da pilha, logo após, começamos os processos de medidas através do multiteste ET-2232, como também a construção dos gráficos e obtenção de resultados. Desta forma, conseguimos obtenção de resultados satisfatórios como: comportamento de bateria de nossa célula através de suas curvas características, a mesma consegue carregar-se e descarrega-se, possuindo uma voltagem 0,35 V e uma corrente 0,11 mA. No entanto, temos alguns objetivos futuros diminuir a resistência, pois, encontra-se muita alta em relação a uma convencional e melhorar o processo de ligação entre as células eletrolíticas.

Referencias bibliográficas

- [1] Trindade, Jorge Fonseca e. **Nanotubos de carbono: propriedades e funcionalização**. Egitania sciencia. Coimbra, 2014.
- [2] Ferreira, Luiza de Marilac Pantoja. **Caracterização elétrica de nanocompósitos baseados em alumínio/ nanotubos de carbono –Al/NTC**. PIBIC, relatório científico. Abaetetuba, 2016.
- [3] Ferreira, Odair Pastor. **Nanotubos de carbono: preparação e caracterização**- LQES, monografia. Campinas (2008).
- [4] Silva, Givanildo santos da. **Potencial dos nanotubos de carbono no setor da construção civil**. Cadernos de graduação ciências e tecnologias. Maceió, 2014.
- [5] _____; Vargas, Jennifer Rocha, **Nanotubos de carbono**. Disponível em: <https://brasilecola.uol.com.br/quimica/nanotubos-carbono.htm>. Acesso: 06/02/2019.
- [6] Almeida, Dalva Alves de lima. **Estudo de compósitos de nanotubos de carbono, fibras de carbono e polianilina como eletrodos em dispositivos de conversão e armazenamento de energia**. INPE, Tese de Doutorado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores. São José dos campos, 2013.
- [7] _____; Savigno, Verónica. **Artigos em destaque: flocos de alumínio para a produção de nanotubos de carbono**. Disponível em: <https://www.sbpmat.org.br/pt/tag/buckypaper/>. Acesso: 18/02/2019.
- [8] Trigueiro, João Paulo Campos. **Desenvolvimento de supercapacitores de alto desempenho baseados em eletrodos nanoestruturados e eletrólitos de líquidos iônicos**. Tese apresentada ao Departamento de Química do Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Ciências - Química. UFMG, Belo Horizonte, 2014.

- [9] Raphael, Ellen. **Eletrólitos Sólidos poliméricos a base de mandioca: nativo, acetilado e oxidado-acetilado**. Tese apresentada ao Departamento de Química do Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal de Minas Gerais como requisito parcial para obtenção do grau de Doutor em Ciências – Química, Dissertação. São carlos, 2006.
- [10] Gonçalves, Além-mar bernades. **Síntese de nanofios de óxido de cobre(CuO) e fabricação de nanodispositivo**. Universidade federal de minas gerais, dissertação de mestrado. Minas gerais, 2008.
- [11] Dedavid, Berenice anina. **Microscopia eletrônica de Varredura aplicações e preparação de amostras**. PUCRS. Porto alegre, 2007.
- [12] Duarte, Lauren da cunha. **Aplicações de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e sistemas de energia dispersiva (EDS) no estudo de gemas: exemplos brasileiros**. Instituto de geociências, UFRGS. Rio grande do sul, 2003.
- [13] FONSECA, J. A. M. **Produção e caracterização de compósitos de alumínio reforçados com nanotubos de carbono**. Dissertação (Mestrado Integrado em Engenharia Metalúrgica e dos Materiais). Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto - FEUP, Porto (2012).
- [14] Alves, Kleber Leandro Pinheiro. **Baterias automotivas**. Artigo, disponível em: <http://autosom.net/artigos/baterias.htm> Acesso: 16/05/2019.
- [15] CCA UFES, **apostila de física experimental**, disponível em: <http://www.fisica.alegre.ufes.br>. Acesso: 16/05/2019.
- [16] Ferreira, Hadma Sousa. **Nanotecnologia: Aspectos gerais e potencial de aplicação em catálise**. Artigo, Instituto de Química, Universidade Federal da Bahia, campus universitário de Ondina, Salvador (2009).

- [17] Fernandes, Desirée Spanhol. **Síntese e caracterização de nanopartículas metálicas**. Resumo, UFGRS, porto alegre (2013).
- [18] Loos, Marcio Rodrigo. **Nanociência e nanotecnologia: Compósitos termofixos reforçados com nanotubos de carbono**. Livro, Cleveland (2012).
- [19] _____; Brasil escola. **Nanociência e nanotecnologia: manipulando a matéria “átomo a átomo”**. Disponível em:
<https://meuartigo.brasilecola.uol.com.br/fisica/nanociencia-nanotecnologia-manipulacao-materia-atomo-atomo.htm>. Acesso: 09/04/2019.
- [20] _____; Almeida, Frederico Borges de. **Prefixos do Sistema Internacional de Unidades**. Disponível em: <https://mundoeducacao.bol.uol.com.br/fisica/-prefixos-sistema-internacional-unidades.htm>. Acesso: 09/04/2019.
- [21] Clebesch, Angelisa Benetti. **Abordagem da nanociência e nanotecnologia a partir da escala**. Artigo, UFSC, Rio do Sul (2017).
- [22] Silva, Edison Z. da. **Nanociência: a próxima grande idéia?**. Livro, USP, são Paulo (2008).
- [23] _____; Toda matéria. **Carbono**. Disponível em:
<https://www.todamateria.com.br/carbono/> Acesso: 09/04/2019.
- [24] Villanueva, Antonio Emel Lopes. **Produção de fases nanoestruturadas de carbono a partir da pirólise em altas pressões de precursores carbonáceos dispersos em matrizes inertes**. Tese de doutorado, UFRGS, Porto alegre (2012).
- [25] Svizzero, Darcy Pedro. **As múltiplas facetas do diamante**. Revista, Instituto de geociências USP, São Paulo (2006).

- [26] _____; Carbono Americana. **Aplicações do grafite na indústria**. Disponível em: <https://www.carbonoamericana.com.br/noticia/5/grafite/aplicacoes-do-grafite-na-industria>. Acesso: 15/04/2019.
- [27] _____; Manual da química. **Alotropia do Carbono**. Disponível em: <https://www.manualdaquimica.com/quimica-geral/alotropia-carbono.htm>. Acesso: 15/04/2019.
- [28] Santos, Leandro José dos. **Fulereo[C_{60}]: química e aplicações**. Artigo, UFMG, Belo Horizonte (2010).
- [29] _____; Fundacentro, **Fulerenos**. Disponível em: <http://www.fundacentro.gov.br/nanotecnologia/fulerenos>. Acesso: 15/04/2019.
- [30] _____; Portal São Francisco, **Fulerenos**. Disponível em: <https://www.portalsaofrancisco.com.br/quimica/fulerenos>. Acesso: 15/04/2019.
- [31] Silva, Isabella R. da. **Estudo das dispersões aquosas de nanotubos de carbono utilizando diferentes surfactantes**. Departamento de química, UFSC, Florianópolis (2013).
- [32] Lima, Leandro Holanda Fernandes de. **Síntese e caracterização de compósitos de nanotubos de carbono e nanopartículas de prata e sua aplicação como substrato SERS**. Dissertação, Programa de pós-graduação em química, USP, São Paulo (2013).
- [33] Pinheiro, Paula Fabiola Pantoja. **Desenvolvimento de sensor de temperatura capacitivo nanoestruturado**. Trabalho de conclusão de Curso (TCC), UFPA, Abaetetuba (2017).
- [34] PUC-Rio. **Nanotubo de Carbono**. Disponível em: http://www2.dbd.puc-rio.br/pergamum/tesesabertas/0521262_07_cap_02.pdf. Acesso: 27/04/2019.
- [35] Rocha, Charles de Assis Oliveira. **Encapsulamento de β -caroteno em Nanotubos de Nitreto de Boro de Parede Simples: Um Estudo Teórico**. Dissertação, UNB, Brasília (2015).

- [36] PUC-Rio. **Nanotubo de Carbono**. Disponível em: https://www.maxwell.vrac.pucrio.br/10465/10465_3.PDFXXvmi=6ACJLvgrRmsEx99WvIUFaAJ8x8JbobauMMexiuNbShQQr1OxnKDxknGjvqvUDGqptFZNbNZ56PVxRLwfvbNQzUb6VH2zos0T9ZHlMHqTxnpr90FFbtwKZIRUqTuQmuLwtsShbkbJIEaREPxPj6BjOsegmJ8KfThJna2zueieSs7xjFoEM1xCtcSRW2DcVUWj6ZTCecR7GZG0F5Fr6D4BQxtN071W3ZhaZbNdoFl5F26k7LNepSPgQj5Rr6Pv67G5. Acesso: 29/04/2019.
- [37] PUC- Rio. **Estrutura e propriedade dos nanotubos de Carbono**. Disponível em: http://www2.dbd.puc-rio.br/pergamum/tesesabertas/0321141_07_cap_02.pdf. Acesso: 29/04/2019.
- [38] Oliveira, Bianca Lira de. **Síntese de Nanotubos de Carbono (NTC) por deposição química a vapor empregado Fe/CaCO₃ E Fe/NTC como catalisador**. Dissertação de mestrado, UFRJ, Rio de Janeiro (2009).
- [39] Fernandes, Fernando Massa. **Síntese de nanotubos de Carbono orientados e aplicados na produção de pontas de AFM**. Dissertação de mestrados, USP, São Paulo (2008).
- [40] Denardin, Cristiane Casagrande. **Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-químicas**. Artigo, UFSM, Santa Maria (2008).
- [41] Raphael, Ellen. **Estudo amido de Mandioca modificado para aplicação como eletrólito sólido polimérico**. 8º congresso Brasileiro de Polímeros, USP, São Carlos (2007).
- [42] Raphael, Ellen. **Eletrólitos sólidos poliméricos a base de amidos de mandioca: Nativo, acetila, oxidado e acetilado**. Dissertação de mestrado, USP, São Carlos (2006).
- [43] Walter, melissa. **Amido resistente: Característica Físico-química, propriedades fisiológicas e metodologias de quantificação**. Artigo, UFSM, Santa Maria (2005).
- [44] Wang, S. **Characterization and analysis of electrical conductivity properties of carbon nanotubes**. Florida State University (2005).

- [45] Ferreira, Luiza de M. **Estudo do Transporte de Carga Quase-2D em Buckypapers**. Trabalho de conclusão de Curso (TCC), Ufpa, Abaetetuba (2017).
- [46] Md. Harun-Or Rashid. **Synthesis, properties, water and solute permeability of MWNT Buckypapers**. Artigo, Australia (2014).
- [47] L. J. Sweetman. **Synthesis, properties and water permeability of SWNT buckypapers**. Artigo, Australia (2012).
- [48] T. C. Watson. **Fabrication and adsorption characterization of single-walled carbon nanotube (SWNT) buckypaper (BP) for use in air samplers**. Artigo, USA (2016).
- [49] Kallista Sears. **Focused Ion Beam Milling of Carbon Nanotube Yarns and Bucky-Papers: Correlating Their Internal Structure with Their Macro-Properties**. Artigo, Australia (2013).
- [50] Maria, Luciana. **Análise da Viabilidade técnica e econômica das baterias das baterias de lítio-ar**. Inatel.
- [51] Varela, Hamilton. **Materiais para cátodos de baterias secundárias de lítio**. Artigo, USP, São Paulo (2002)
- [52] Sartori, Ellen R. **Construção de uma célula eletrolítica para o ensino médio de eletrólise a partir de matérias de baixo custo**. Química nova na escola, (2003).
- [53] Pequero, N.C. **Materiais cerâmicos de inserção aplicados a baterias de íons lítio**. UNESP, São Paulo.
- [54] **Manual das baterias recarregáveis, pilhas e carregadores**. Disponível em: www.sta-eletronica.com.br Acesso: 19/05/2019.

- [55] Martins, Lucas. **Associação de Geradores**. Disponível em: <https://www.infoescola.com/fisica/associacao-de-geradores/>. Acesso: 20/05/2019.
- [56] Disponível em: <https://technology.nasa.gov/patent/LEW-TOPS-64/>> Acessado em: 04/06/2019.
- [57] Disponível em: <http://www2.chem.umd.edu/groups/wang/>> Acessado em: 04/06/2019.
- [58] Disponível em: <https://www.nanoshel.com/multi-walled-carbon-nanotubes/>> Acessado em: 04/06/2019.
- [59] SINNOTT, S.B. et al. Model of carbon nanotube growth through chemical vapor deposition. **Chemical Physics Letters**, v. 315, Issues 1–2, p. 25–30, 1999.

Anexo1

Valor da resistência nas 35 pilhas conectadas em série.

$$R_{eq} = R_1 + R_2 + R_3 \dots R_N$$

Portanto,

$$R_{eq} = 35 \times 3,18 k\Omega$$

$$R_{eq} = 111,3 k\Omega$$

Fazendo para todo o circuito, lembrando-se que as sequencias de pilhas 35 pilhas estão em paralelo entre si.

Então,

$$\frac{1}{R_{eq}} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \dots \frac{1}{R_N}$$

$$\frac{1}{R_{eq}} = \frac{1}{111,3} + \frac{1}{111,3}$$

$$R_{eq} = 55,65 k\Omega$$

Valor da corrente nas 35 pilhas conectadas em série.

Lembrando-se,

$$I = I_1 = I_2 = I_3 \dots I_n$$

Então,

$$I = 0,11 mA$$

Fazendo para todo o circuito, lembrando-se que as sequencias de pilhas 35 pilhas estão em paralelo entre si.

Então,

$$I = I_1 + I_2$$

$$I = 0,11 + 0,11$$

$$I = 0,22mA$$

Obtendo a tensão total no circuito através da 1ª lei de Ohm $U = R * I$

$$U = 55,65 * 0,22$$

$$U = 12,24 V$$