

CADERNO DE RESUMOS

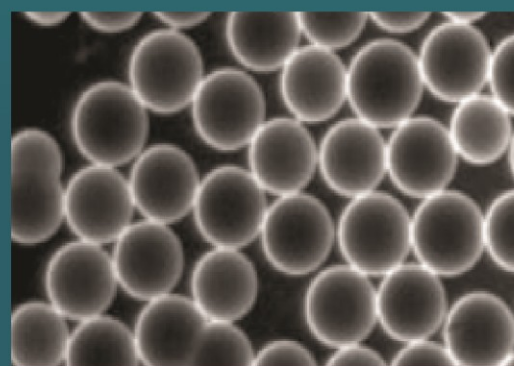
I SIMPÓSIO PARANAENSE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA E MICROANÁLISE

I SPMEM

25 e 26 de outubro 2018
Curitiba



Prof^a. Dr^a. Thelma A. Veiga Ludwig
Diretora do CME
Departamento de Botânica - UFPR



Prof^a. Dr^a. Izabel Cristina R. Vidotti
Vice-Diretora do CME
Departamento de Química - UFPR

I SIMPÓSIO PARANAENSE DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA E MICROANÁLISE: CADERNO DE RESUMOS

Centro de Microscopia Eletrônica UFPR

Thelma Alvim Veiga Ludwig
Diretora CME UFPR
Izabel Cristina Riegel Vidotti
Vice-Diretora CME UFPR

Editoração dos Anais

Paula Carolina Ferreira
Thelma Alvim Veiga Ludwig
Izabel Cristina Riegel Vidotti

Criação da capa

Thelma Alvim Veiga Ludwig

Todos os resumos estendidos neste livro foram fornecidos pelos autores. O conteúdo dos mesmos é de exclusiva responsabilidade dos mesmos. A Coordenação do I Simpósio Paranaense de Microscopia Eletrônica e Microanálise e o comitê científico não se responsabilizam por consequências decorrentes do uso de quaisquer dados, afirmações e/ou opiniões inexatas, ou que conduzam a erro, publicadas.

Comissão Organizadora do 1º SPMEM
Fevereiro 2019

APOIO:



Universidade Federal do Paraná. Sistema de Bibliotecas.
Biblioteca de Ciências Biológicas.
(Giana Mara Seniski Silva – CRB/9 1406)

Simpósio Paranaense de Microscopia Eletrônica e Microanálise (1. :
2018 : Curitiba)
S612 I Simpósio Paranaense de Microscopia Eletrônica e Microanálise
[recurso eletrônico] : caderno de resumos / Organizadores: Izabel Cristina
Riegel Vidotti; Thelma Alvim Veiga Ludwig e Paula Carolina Ferreira. –
Curitiba: UFPR/CME, 2019.
1 recurso eletrônico ; (115 p.: il.)

I SPMEM (25 e 26 de outubro de 2018)
ISBN 0978-85-7335-321-1

1. Microscopia eletrônica. I. Simpósio Paranaense de Microscopia
Eletrônica e Microanálise (1. : 2018 : Curitiba). II. I SPMEM. III. Riegel-
Vidotti, Izabel Cristina. IV. Ludwig, Thelma Alvim Veiga, 1957-. V.
Ferreira, Paula Carolina.

CDD (22. ed.) 502.825

ADMINISTRAÇÃO CENTRAL DA UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

Reitor

Ricardo Marcelo Fonseca

Vice-Reitora

Graciela Inês Bolzón de Muniz

Pró-Reitor de Administração

Marco Antonio Ribas Cavaliere

Pró-Reitor de Extensão e Cultura

Leandro Franklin Gorsdorf

Pró-Reitor de Graduação e Educação Profissional

Eduardo Salles de Oliveira Barra

Pró-Reitor de Pesquisa e Pós-Graduação

Francisco de Assis Mendonça

Pró-Reitor de Planejamento, Orçamento e Finanças

Fernando Marinho Mezzadri

Pró-Reitor de Gestão de Pessoas

Douglas Ortiz Hamermuller

Pró-Reitora de Assuntos Estudantis

Maria Rita de Assis César

Superintendente do Complexo Hospital de Clínicas da UFPR

Claudete Reggiani

Superintendência de Comunicação Social e Marketing

Carlos Alberto Martins da Rocha

Superintendente da Fundação da Universidade Federal do Paraná

João da Silva Dias

Superintendência de Infraestrutura

Sérgio Michelotto Braga

Superintendência de Inclusão, políticas afirmativas e diversidade

Paulo Vinicius Baptista

Diretor de Apoio aos Campi Avançados

Helton José Alves

Diretora da Biblioteca Central

Tânia de Barros Baggio

Agência UFPR Internacional

André de Macedo Duarte

Chefe de Gabinete da Reitoria

Paulo Ricardo Opuszka

COMISSÃO ORGANIZADORA I SPMEM

Comissão organizadora:

Prof^a. Dr^a. Izabel Cristina Riegel Vidotti (Depto de Química)
Prof^a. Dr^a.Thelma Alvim Veiga Ludwig (Depto Botânica)
Prof. Dr. Ney Pereira Mattoso Filho (Depto de Física)
Prof. Dr. Leonardo Evangelista Lagoeiro (Depto de Geologia)
Prof. Dr. Evaldo Ribeiro (Depto de Física)
Rosângela Borges Freitas (CME)
Paula Carolina Ferreira (IC Depto Botânica)

Apoio:

Deonir Agustini (CME)
Luis Gustavo de Matos dos Santos (CME)
Gabriel Kavilhuka Metzger (CME)
Érico Sito Szameitat (CME)
Eduardo Antonio Tusset Araujo (CME)

Comitê Científico:

Prof^a. Dr^a. Izabel Cristina Riegel Vidotti (Depto de Química)
Prof^a. Dr^a.Thelma Alvim Veiga Ludwig (Depto Botânica)
Prof. Dr. Ney Pereira Mattoso Filho (Depto de Física)

APRESENTAÇÃO

O Centro de Microscopia Eletrônica (CME) completou 50 anos de fundação em 2018. É um dos mais abrangentes Laboratórios de Apoio à Pesquisa Científica em regime multiusuário de funcionamento da UFPR e estamos entre os dez melhores centros de microscopia eletrônica do país. A última aquisição contemplada no Edital CT-INFRA de 2012 estará no CME em 2019, um Microscópio de Eletrônico de Transmissão com Alta Resolução e com microanálise. O caráter multiusuário do laboratório foi destaque muito antes do termo multiusuário ter sido cunhado. Esta multidisciplinaridade foi expressa pelo envolvimento da antiga Escola de Engenharia, hoje Setor de Tecnologia, que cedeu o atual espaço ocupado pelo CME. Pesquisadores dos Setores de Tecnologia, Ciências Exatas, Ciências Biológicas, Ciências da Terra, Ciências Agrárias, Saúde, Litoral e Palotina são usuários do Centro, além dos externos à UFPR. Em 2013, o Centro recebeu um avançado microscópio de varredura. Ele contém um estágio motorizado, que move mecanicamente a amostra e através de um programa especializado permite realizar análises metrológicas, ou seja, extrai as informações nos três eixos (X, Y e Z). Permitindo análises de texturas, volumes, alturas, depressões e rugosidades. O Microscópio Eletrônico de Varredura com Alta Resolução, foi a mais recente aquisição do CME. Este equipamento aproxima a amostra em até 1 milhão de vezes e que permite análises químicas e cristalográficas do material, inclusive a caracterização em altas temperaturas, assim como em ambientes com a pressão próxima da pressão atmosférica com umidade controlada, sem a preparação prévia (desidratação ou revestimento com outros materiais). Os laboratórios de preparação de amostras do Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR tem por objetivo o preparo de amostras para análises em microscopia eletrônica. O Laboratório de amostras duras está preparado com equipamentos sofisticados para corte e polimento fino de materiais diversos. Estão instaladas no laboratório cortadeiras de precisão (ISOMET-Buehler) para cortes precisos e com danos mínimos à superfície das amostras, politrizes de alta rotação (150-500 rpm; Struers-Labopol), para polimentos mecânicos e politrizes de baixa rotação (até 90 rpm; Minimet-Buehler) para polimentos mecânico-químico. Além desses equipamentos o laboratório conta também com limpadores ultrassônicos e também com um polidor iônico (PIPS-Precision Ion Polishing System da Gatan) usado no preparo de amostras para microscopia eletrônica de transmissão. O Laboratório de amostras biológicas está equipado com duas Metalizadoras (para procedimentos com ouro e carbono), um ponto crítico, ultramicrotomo e uma bidestiladora. Além de acessórios e reagentes próprios para o preparo de amostras biológicas. Diante da constante modernização e ampliação do Centro uma nova sede vem sendo planejada para melhor abrigar os equipamentos e proporcionar maior comodidade aos usuários. Um grande desafio é a construção deste novo espaço com condições técnicas e ambientais para a instalação adequada destes sofisticados equipamentos.

Por todos estes fatos relatados, associados a uma gestão inclusiva e transparente, a importância do CME na UFPR é imensa. Estima-se cerca de 40% da produção científica da Universidade resultou do emprego de técnicas de microscopia e microanálise realizadas no CME. Portanto temos muito de nos orgulhar neste jubileu e olhar com esperança para os desafios dos próximos 50 anos.

O I Simpósio Paranaense de Microscopia Eletrônica e Microanálise, evento científico promovido pelo Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da Universidade Federal do Paraná, reuniu a comunidade acadêmica de pesquisadores, usuária dos equipamentos e técnicas acessórias disponibilizadas por este centro.

O evento contou com a participação expressiva de 190 pesquisadores, sendo 130 da UFPR e os demais, vinculados a outras instituições ou empresas, dos estados de Santa Catarina, Paraná e São Paulo. Foram apresentados 88 painéis com os resultados das pesquisas desenvolvidas.

Ocorreram momentos de integração entre profissionais de diferentes áreas do conhecimento, de interação e debate com os ilustres palestrantes convidados e de troca de experiências durante a apresentação de trabalhos, culminando na premiação de painéis e imagens inscritos no evento.

Como destaque da celebração dos 50 anos de fundação do CME, durante o simpósio, procedeu-se a uma comovente homenagem aos ex diretores, vice-diretores e servidores técnicos, cuja dedicação e competência foram fundamentais no gerenciamento e evolução desta Unidade.

Agradecemos o apoio recebido, decisivo na viabilização deste evento pioneiro no Estado.

Prof. Dr. Ney Pereira Mattoso Filho
Prof^a. Dr^a.Thelma Alvim Veiga Ludwig
Diretora do Centro de Microscopia Eletrônica

SUMÁRIO

| | |
|----------------------------------|-----|
| CIÊNCIAS AGRÁRIAS | 9 |
| CIÊNCIAS BIOLÓGICAS..... | 15 |
| CIÊNCIAS EXATAS..... | 42 |
| ENGENHARIAS..... | 65 |
| CIÊNCIAS DA SAÚDE | 85 |
| CIÊNCIAS DA TERRA..... | 93 |
| ÍNDICE REMISSIVO POR AUTOR..... | 107 |
| ÍNDICE REMISSIVO POR TÍTULO..... | 110 |

CIÊNCIAS AGRÁRIAS

CARACTERIZAÇÃO MORFOLOGICA DE OLEOGEIS DE MILHO ESTRUTURADOS POR β -SITOSTEROL E DIFERENTES CERAS

Daniele Z. Freitas¹, Bianca C. G. Gandolfo¹, Aline R. Almeida¹, Carolina Noronha¹, Bruna Jummes¹, Ana Paula Z. Melo¹, Michelle H. Machado¹, Brenda G. Rodrigues¹, Núbia M. Carvalho¹, Pedro Luiz Manique Barreto¹

¹Universidade Federal de Santa Catarina, Rodovia Admar Gonzaga, 1346, Itacorubi, Florianópolis, Santa Catarina, Brasil. Caixa postal: 476 – CEP: 88034-001. E-mail: dani.pel@hotmail.com

Introdução

Os oleogeis são uma alternativa à substituição de ácidos graxos *trans* e saturados nos alimentos. Diferentes variáveis podem influenciar as características do oleogel, sendo importante a caracterização morfológica dos oleogeis. Análises utilizando microscopia de luz polarizada possibilitam visualizar rede microestrutural das gorduras, mostrando os diferentes tipos de cristal e alterações morfológicas no crescimento destes¹. Assim, o objetivo deste trabalho foi verificar a possível utilização do β -sitosterol em misturas binárias com as ceras de candelila, abelha e carnaúba como agentes estruturantes para oleogeis, assim como, avaliar as características morfológicas destes

Experimental

Os oleogeis foram desenvolvidos por método direto, seguindo a metodologia de Jiang e colaboradores (2017) com adaptações². Como fase líquida foi utilizado óleo de milho adquirido no comércio local na proporção de 90:10 (m/m) em relação aos agentes estruturantes. Os agentes estruturantes e suas concentrações estão descritos na tabela 1. As análises morfológicas foram realizadas por microscópio com luz polarizada.

Tabela 1. Concentrações dos agentes estruturantes

| Formulações | B-sitosterol (%) | Cera e concentração (%) |
|-------------|------------------|-------------------------|
| F1 | 5 | 5 |
| F2 | 2,5 | 7,5 |
| F3 | 5 | 5 |
| F4 | 2,5 | 7,5 |
| F5 | 5 | 5 |
| F6 | 2,5 | 7,5 |
| Controle 1 | - | Cera de abelha -10 |
| Controle 2 | - | Cera de candelila – 10 |
| Controle 3 | - | Cera de Carnaúba – 10 |

Resultados e Discussão

Através das micrografias dos oleogeis desenvolvidos (figura 1) e suas características visuais observou-se que as formulações contendo β -sitosterol não apresentaram apenas uma fase contínua de cristais, apresentando em algumas regiões apenas cristais característicos das ceras e em outras regiões cristais característicos do fitosterol. Isso pode demonstrar instabilidade na estrutura dos oleogeis desenvolvidos. As formulações com menores

quantidades de β -sitosterol, apresentaram uma estrutura mais estável. Isso ocorre provavelmente pela capacidade pelo fato de os fitosteróis em menor quantidade interagirem com os ésteres das ceras, e assim imobilizarem o óleo em sua estrutura³.

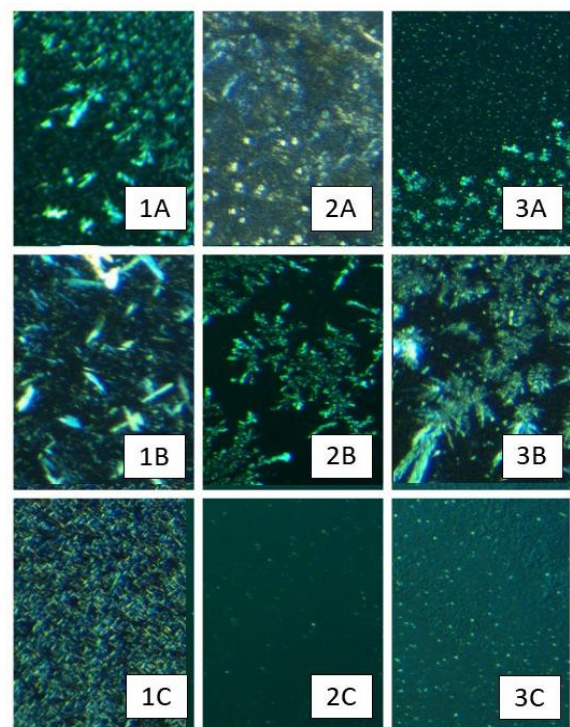


Figura 1. 1A: Oleogel F1; 1B: Oleogel F2; 1C: Oleogel Controle 1; 2A: Oleogel F3; 2B: Oleogel F4; 2C: Oleogel Controle 2; 3A: Oleogel F5; 3B: Oleogel F6; 3C: Oleogel Controle 3.

Conclusões

Com base nos resultados obtidos conclui-se que o β -sitosterol possui potencial para ser utilizado como agente estruturante, juntamente com as ceras de carnaúba, candelila e abelha. Sendo sugerido o desenvolvimento de novas formulações com menores concentrações do fitosterol para possível obtenção de oleogeis mais estáveis.

Agradecimentos

À CAPES pela concessão da bolsa, possibilitando a realização deste estudo.

REFERÊNCIAS

- Doan, C.D et al. *Innov. Food Sci. Emerg. Technol* 2018 45, 1466-8564.
- Jiang, Y et al. *Food Hidro.* 2017, 0268-005X
- Kouzounis, D. et al. *Meat Science* 2017 130, 0309-1740

EFFECT OF ENZYMATIC OIL EXTRACTION ON THE MICROSTRUCTURE OF PECAN NUT [*Carya illinoensis* (Wangenh) C. Koch] AND CAKE

Gabriela Polmann¹, Gerson Lopes Teixeira¹, Jane Mara Block¹, Alicia de Francisco de Casas¹, Maria Manuela Camino Feltes¹

¹Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos – Universidade Federal de Santa Catarina, CEP: 88034-001 - Florianópolis-SC.

Introduction

The enzymatic hydrolysis (EH) is a sustainable alternative to the classical processes to obtain vegetable oil. The process presents advantages such as the absence of organic solvents, soft processing conditions, reducing energy consumption, and the generation of a defatted cake that present potential for food applications.¹ The EH process can cause alterations in the microstructure of the raw material and may lead to exposure of compounds such as lipids, proteins, and carbohydrates. These modifications alter the physical and chemical characteristics of the raw material, which can be evaluated using microscopy. Thus, the purpose of this study was to evaluate the microstructure of pecan nut samples and the cake produced in the oil extraction using the Alcalase® by scanning electron microscopy (SEM).

Experimental

The pecan nuts of the Barton variety, from the region of Cachoeira do Sul, RS (Brazil), were donated by the Divinut company. The samples were crushed and sieved at 14 mesh. Extraction occurred in an aqueous medium using Alcalase®. After the incubation period, the samples were centrifuged for separation of the oily, aqueous and solid fractions (the latter was lyophilized). The samples were degreased with petroleum ether, under reflux at 70 °C for 6 h and dried in an oven at 105 °C for 3 h.¹ In a copper stub, fine powder from the samples were fixed with double-face tape, covered with gold (350 Å of thickness) and submitted to a JEOL scanning electron microscope (JSM-6390LV).

Results and Discussion

Figure 1 shows the SEM micrography of pecan nut *in natura* (A) and hydrolyzed with Alcalase® (B). The cell wall, the protein bodies where the proteins are stored and the spherosomes, the organelles which are responsible for lipid storage in the nut, are visible in both micrographs.^{1, 2} The exposure of the protein bodies indicates that the hydrolysis of proteins leads to a change in the structure of the cell wall and parenchyma (Figure 1B).³ The irregular tissues in both samples may be attributed to the starch present in the pecan nut.^{2, 3}

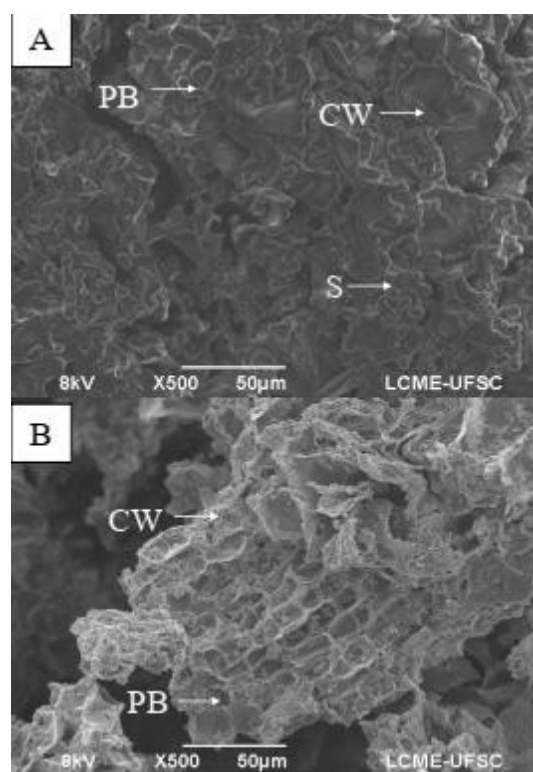


Figure 1. SEM micrography of pecan nut *in natura* (A) and hydrolyzed with Alcalase® (B). (PB = proteic body; CW = cell wall; S = spherosome).

Conclusion

The SEM analysis of the pecan nut allowed the identification of structural differences of the solid residue of the enzymatic extraction when compared to the pecan nut *in natura*. It was found that the hydrolysis of the proteins using Alcalase® caused changes in the cell wall. More studies are necessary to understand how EH may interfere on the physical and chemical characteristics of the hydrolysate.

Acknowledgments

The authors are grateful to CNPq for the scholarship (132264/2017-00) granted to Gabriela Polmann and to Divinut for the donation of the pecan nut. The authors also thank the Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) from the Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).

REFERENCES

- ¹Rovaris, A.; et al. Ind. Crop. Prod. 2012 36, 405 – 414.
- ²Teixeira, G. L.; et al. Food Res Int. 2018 109, 572 – 582.

MICROSTRUCTURE OF CANOLA-BASED EMULSIONS STABILIZED WITH POLYOXYETHYLENE SORBITAN SURFACTANTS

Gerson Lopes Teixeira^{1,2}, Rosemary Hoffmann Ribani¹

¹Universidade Federal de Santa Catarina – Av. Admar Gonzaga, n. 1346, CEP 88034-001, Florianópolis-SC.

²Universidade Federal do Paraná – Rua Francisco H. dos Santos, S/N, CEP 81531-980, Curitiba-PR.

Introduction

One of the most important physical properties of dispersion samples is the particle size, which influences many other characteristics, being a valuable indicator of quality and performance for products such as suspensions and emulsions.^{1,2} Furthermore, it is essential to measure and control the particle size distribution of those products. Polysorbates containing 20 units of oxyethylene are hydrophilic non-ionic surfactants widely employed as emulsifying agents in oil-in-water emulsions aiming to enhance the quality of the products.¹ Thus, this work aimed to study different model emulsions produced with canola oil as the oily phase in different proportions using two types of polyoxyethylene sorbitan surfactants in order to investigate the influence of surfactants, stirring speed and oil phase ratio in the droplet size distribution (DSD) of the produced emulsions aided by optical microscopy.

Experimental

Eight emulsions were prepared using canola oil and distilled water as dispersed and continuous phases, respectively, while Tween®60 or Tween®85 were applied as surfactants. The influence of variables such as the percentage of the dispersed phase (70 or 80% w/v), concentration (3 or 5% w/v) and type (Tween®60 or Tween®85) of surfactant, and agitation (8000 or 10000 rpm) were evaluated.² The microstructure and droplet size distribution (DSD) were evaluated by optical microscopy analysis, using a Zeiss Axio Observer D1 microscope (Zeiss Vision GmbH, Germany) with 640× magnification.²

Results and Discussion

Fig. 1 shows the micrographs of eight canola-based emulsions evaluated. The studied variables directly impacted the microstructure of the emulsions. Significant differences ($p < 0.05$) between the average droplet size were detected among samples. Emulsion with a higher proportion of surfactant (Fig. 1 C, D, G, H) yielded smaller droplets than the other dispersions. The sample C, containing 5% Tween® 60, produced under stirring of 8000 rpm and 80% oil phase showed the smallest droplet sizes, exhibiting more than 99% of the DSD in sizes $< 4.0 \mu\text{m}$, in addition to greater consistency, and overall appearance similar to that of mayonnaise.

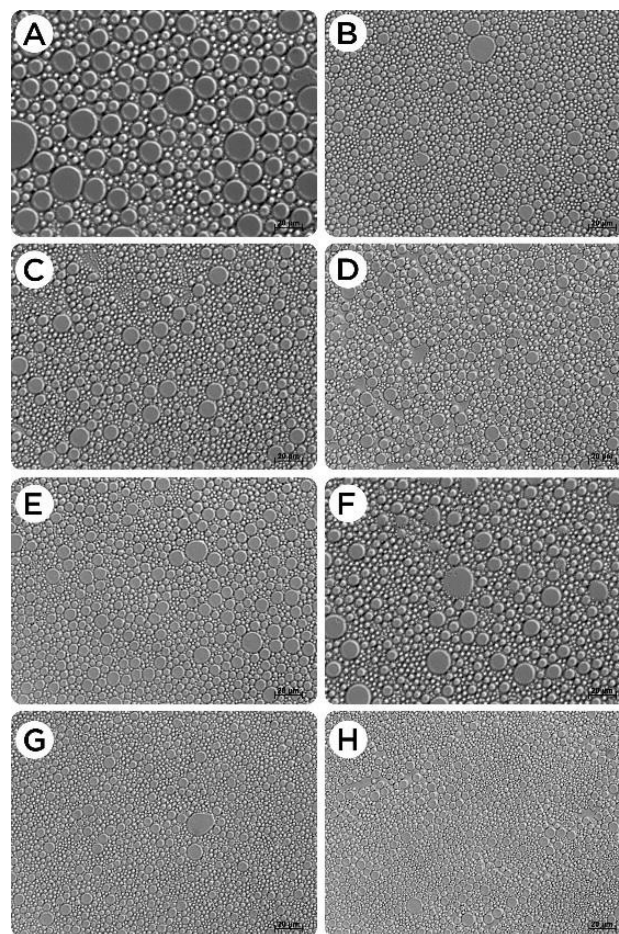


Figure 1. Microstructure of canola-based emulsions. Bar represents 20 μm .

Moreover, formulations containing Tween® 85 (B, D, F, and H) also produced emulsions with small droplet sizes (up to 8 μm), but with a more substantial variation in DSD between sizes higher than 4.1 μm .

Conclusion

The concentration and type of surfactant, the percentage of oil phase, as well as the stirring speed, are factors that have positive influence on the microscopic properties of canola-based emulsions. They are inclined to show smaller droplet sizes when using higher proportions of surfactants and higher stirring speed.

Acknowledgments

This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) grant n. 1291783.

REFERENCES

- ¹Züge, L. C. B.; et al. J. Food Eng. 2013 116, 72–77.
- ²Teixeira, G. L.; et al. J. Surfactants Deterg. 2016 19, 725–738.

MORPHOLOGY OF SAPUCAIA NUT (*Lecythis pisonis* Cambess.) AND ITS PARTIALLY DEFATTED FLOURS CHARACTERIZED BY SCANNING ELECTRON MICROSCOPY

Gerson Lopes Teixeira^{1,2}, Rosemary Hoffmann Ribani²

¹Universidade Federal de Santa Catarina – Av. Admar Gonzaga, n. 1346, CEP 88034-001, Florianópolis-SC.

²Universidade Federal do Paraná – Rua Francisco H. dos Santos, S/N, CEP 81531-980, Curitiba-PR.

Introduction

Brazil has a wide variety of edible nuts and walnuts, utilized in a diversity of foods. Some underutilized Brazilian nuts, as the sapucaia (*Lecythis pisonis* Cambess.), have been studied along the past twenty years. The reports indicate a composition of nutritional importance, besides presenting great potential for the food industry. This nut has high lipid content (up to 63%), low moisture (~3 to 10%), and stands out for its carbohydrate and protein content, which can range from 5 to 11%, and 18 to 29%, respectively.^{1,2} In order to have adequate use of the defatted flour for human consumption, in-depth studies on its properties are necessary; thus, this study aimed to characterize the morphology of the sapucaia raw nut and the partially defatted nut flour using Scanning Electron Microscopy.

Experimental

The sapucaia nut flour was partially defatted by using three different methods: i) subcritical extraction using propane (20 °C, 20 bar, LP); ii) supercritical CO₂ extraction (60 °C, 200 bar, LC); iii) Soxhlet extraction using petroleum ether (LS). Scanning electron microscopy (SEM) analysis was performed using a JEOL JSM 6360-LV microscope (Jeol Company, Tokyo, Japan). Raw sapucaia nut (RSN) and partially defatted sapucaia nut (PDSN) fine powder samples were fixed on copper stubs using a double-sided adhesive tape and then covered with gold (Au) coating. The micrographs were obtained under vacuum and 15 kV of voltage acceleration with a magnification of 1000 and 1700 ×. The area of the granules was calculated using ImageJ 1.51s software (ImageJ for Windows).

Results and Discussion

Figure 1 illustrates the morphology of RSN, and the PDSN analyzed via SEM and depicts the effects of the degreasing treatments on the microstructure of the PDSN. The SEM revealed that RSN is composed mainly of globular structures, possibly lipid and protein bodies incorporated in squamous tissues that form cell walls. It also shows that thin-walled, irregular-shaped tissues make up most of the edible tissue of the sapucaia nut. Structures with irregular morphology may also be fibers.

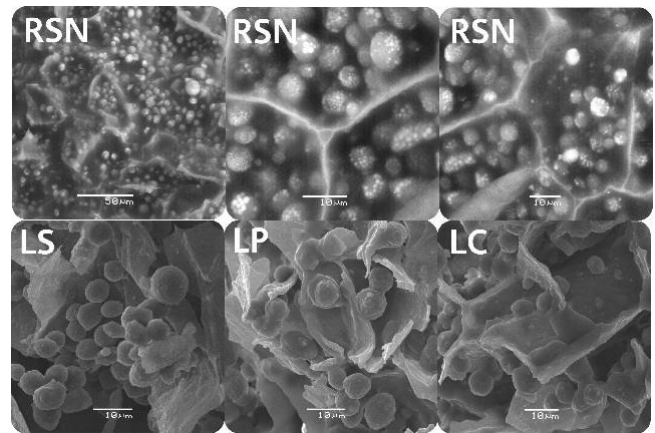


Figure 1. SEM micrography showing the morphology of raw sapucaia nut (RSN) and its partially defatted flours using petroleum ether (LS), propane (LP), or CO₂ (LC). Bars represent 50 μm and 10 μm.

Comparing LS, LP, and LC, the last sample presented a less damaged parenchyma structure, while the other PDSN presented similar shapes. The RSN showed the higher particle diameters ($33.56 \pm 2.81 \mu\text{m}$), which could be due to the oil soaked in the nut granules. There was a significant ($p < 0.05$) variation in the mean diameter of the PDSN particles, ranging from $20.11 \mu\text{m}$ to $33.56 \mu\text{m}$. Sample LC showed the smallest particle sizes, which may be due to the high pressure and temperature, which influence the particle size in the degreasing processes since they can cause both size reduction due to the release of the fat globules and the swelling of the granules.

Conclusion

The processes of degreasing with compressed propane and CO₂ affect the morphology of PDSN granules, however, causing a minimum impact on its microstructure profile.

Acknowledgments

To the CME-UFPR and Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) grant n. 1291783.

REFERENCES

- ¹Denadai, S. M. S.; et al. *Ciência e Tecnol. Aliment.* 2007 27, 535–543.
- ²Vallilo, M. I.; et al. *Food Chem.* 1999 66, 197–200.

OPTICAL MICROSCOPY EVALUATION OF EMULSIONS MADE WITH CUPUASSU (*Theobroma grandiflorum*) FAT

Rosemary Hoffmann Ribani¹, Gerson Lopes Teixeira^{1,2}

¹Universidade Federal do Paraná – Rua Francisco H. dos Santos, S/N, CEP 81531-980, Curitiba-PR.

²Universidade Federal de Santa Catarina – Av. Admar Gonzaga, n. 1346, CEP 88034-001, Florianópolis-SC.

Introduction

It is well known that oils and fats are the primary material in the production of emulsions; they are largely applied in different products, and their properties can be controlled by varying the components added and the production process. ¹ Cupuassu (*Theobroma grandiflorum*) fat is a good candidate to partially substitute cocoa butter in many products, including emulsions. ² Microscopy is a technique widely used for the evaluation of different products also being demonstrated as a valuable tool for the evaluation of different dispersions. ¹ The present study aimed to evaluate the effect of type and concentration of polyoxyethylene sorbitan surfactants on microstructure parameters of emulsions produced with melted cupuassu fat stabilized by Tween 60 (polyoxyethylene (20) sorbitan monostearate), Tween 80 (polyoxyethylene (20) sorbitan monooleate), or Tween 85 (polyoxyethylene (20) sorbitan trioleate) surfactants, developed under different emulsification conditions.

Experimental

Seven emulsions were prepared considering different concentrations of 80% (v/v) total oily phase in 200 mL total volume. Continuous phase was composed by distilled water and 1% NaCl. Tween® 60 (T60A and T60B), Tween® 80 (T80A and T80B), and Tween®85 (T85A and T85B) were used as surfactants in the proportions of 0.5 or 1.5% (w/v). Agitation was performed at 43 ± 2 °C under 9000 rpm for 5 min. One control emulsion was produced without any surfactant added (C80). Droplet size distribution and the microstructure of the emulsions were investigated using a Zeiss Axio Observer D1 inverted light microscope (Zeiss Vision GmbH, Germany) with 640× magnification. ¹

Results and Discussion

Micrographs of emulsions produced with cupuassu fat are shown in Fig. 1. The samples with a higher proportion of surfactant (Fig. 1c, e, and g) yielded smaller droplets than the other emulsions (Fig. 1b, d, and f). The control sample C80 (Fig. 1a) produced small droplets; however, they were mostly non-uniform due to the tendency of cupuassu fat to crystallize shortly after reaching temperatures around 25 °C causing the emulsion to coalesce and crystallize, thus reaching a solid state.

There was a discrepancy in DSD in all treatments and significant differences between the ranges of droplet diameter ($p \leq 0.05$).

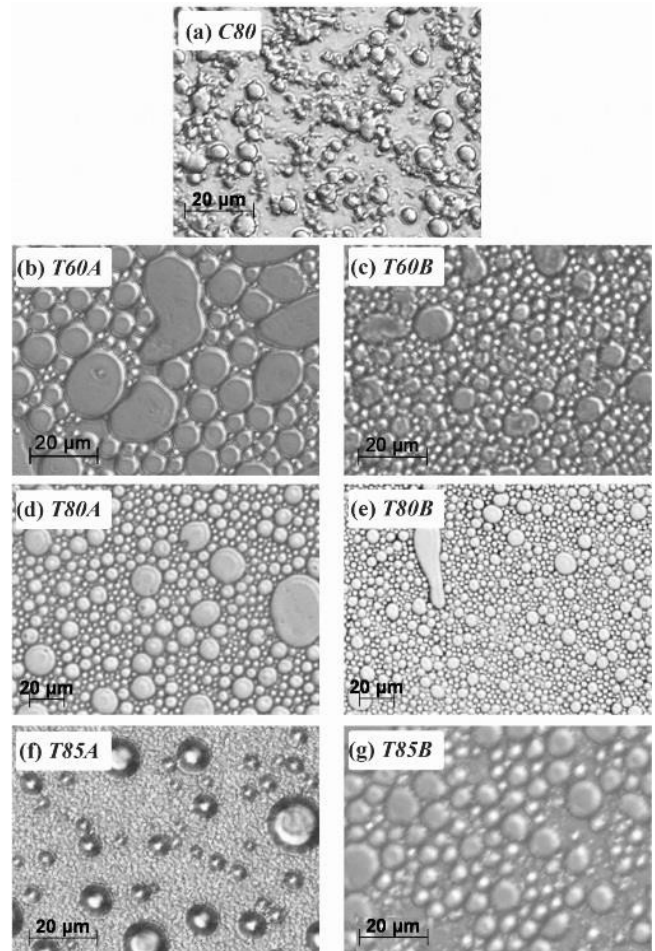


Figure 1. Microstructure of cupuassu fat emulsions. Bar represents 20 µm.

Samples containing Tween 80 (Figs. 1d, and e) produced more uniform droplets, and sample T80B showed DSD over 90% of droplets ranging in size from 1.1 to 4.9 µm, representing the best surfactant for this type of fat-based emulsion.

Conclusion

The DSD of cupuassu fat emulsions was positively influenced by the concentration of the surfactants (0.5% and 1.5% w/v), resulting in smaller sizes that impacted in higher stability to coalescence. Furthermore, those samples containing Tween 60 and Tween 80 presented the best results in overall tests.

Acknowledgments

This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) grant n. 1092127 and 1175931.

REFERENCES

- ¹Züge, L. C. B.; et al. J. Food Eng. 2013 116, 72–77.
- ²Teixeira, G. L.; et al. J. Surfactants Deterg. 2016 19, 725–738.

CIÊNCIAS BIOLÓGICAS

GOMA ARÁBICA COMO ESTABILIZANTE DE NANOPARTÍCULAS PARA APLICAÇÃO BIOLÓGICA: CARACTERIZAÇÃO EM CONDIÇÕES DE CULTIVO CELULAR

Anderson F da Cruz¹, Jenifer P Gonçalves¹, Heloise R de Barros², Ábner M Nunes³, Mario R Meneghetti³, Edvaldo da S Trindade¹, Izabel C Riegel Vidotti², Carolina C de Oliveira¹

¹Universidade Federal do Paraná, Depto de Biologia Celular, Laboratório de Células Inflamatórias e Neoplásicas, Curitiba-PR, Brasil;

²Universidade Federal do Paraná, Depto de Química, Grupo de Pesquisa em Macromoléculas e Interfaces, Curitiba-PR, Brasil;

³Universidade Federal de Alagoas, Grupo de Catálise e Reatividade Química, Instituto de química e biotecnologia, Maceió-AL, Brasil.

Introdução

Nanotecnologia é um campo em crescente desenvolvimento. Nanopartículas de ouro (AuNPs) são candidatas promissoras na área médica devido à facilidade de síntese em solução aquosa, às diversas possibilidades de manipulação de tamanho e formato e as suas propriedades de superfície que favorecem a conjugação a biomoléculas. A fim de avaliar possíveis aplicações biológicas faz-se necessário testes *in vitro*, assim como a avaliação de sua estabilidade em condições de cultivo celular, uma vez que compostos presentes no meio podem alterar a morfologia, e conseqüentemente a atividade das AuNPs. Assim, este trabalho busca determinar a estabilidade de nanoesferas e nanobastões de ouro estabilizados com Goma Arábica (GA-AuNS e GA-AuNR) em condições de cultivo celular através da visualização da nanoestrutura em microscopia eletrônica de transmissão (MET).

Experimental

GA-AuNS e GA-AuNR foram sintetizadas conforme descrito previamente^{1,2}, e incubadas em meio DMEM sem vermelho de fenol contendo 10% de soro fetal bovino por 7 dias, a 37°C, 5% de CO₂. Na sequência foi realizada leitura de espectroscopia de UV-visível e MET com contrastação negativa de acetato de uranila 2%. As nanopartículas em água e após o tempo de cultura foram observadas no CME-UFPR.

Resultados e Discussão

Através da MET (figura 1) foi possível observar a nanoestrutura formada. Com a contrastação negativa observou-se estrutura globular representativa da goma arábica³, conservada quando na presença de AuNR ou AuNS. Foi possível identificar a distribuição das nanopartículas na presença da GA, sendo a goma como ponto central com várias esferas ao seu redor para as GA-AuNS e para GA-AuNR a goma se dispõe ao redor de cada nanobastão. Já o teste de estabilidade em meio demonstrou que GA-AuNR permanece com sua indicando que os compostos do meio não alteram sua estabilidade. Para GA-AuNS, foi difícil observar as características em

MET, uma vez que essas são muito pequenas, dificultando distinguir a nanoesfera e compostos eletrondensos presentes no meio.

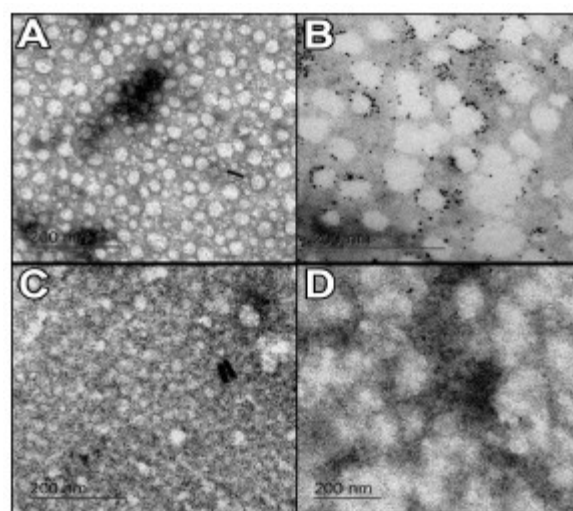


Figura 1. MET de GA-AuNR e GA-AuNS em água (A e B, respectivamente) e após 7 dias em condições de cultivo (C e D, respectivamente).

A espectroscopia de UV-visível demonstrou que os perfis de absorbância tanto de GA-AuNR quanto de GA-AuNS não sofreram alterações após incubação em condições de cultivo, sendo esse outro indício de sua estabilidade.

Conclusões

É possível concluir que GA mantém sua estrutura globular característica após ser usada na funcionalização de AuNR e AuNS e que ambos materiais são estáveis em condições do cultivo celular *in vitro*.

Agradecimentos

Gostaria de agradecer à CAPES e UFPR/TN pelas bolsas e ao CME pela utilização do microscópio eletrônico de transmissão.

REFERÊNCIAS

¹Silva MGA et al. C. R. Chim 1713 16, 640–650.

²Barros et al. Carbohydr Polym j 1716 152, 479–486.

³Gashua, BI et al. Food Hydrocolloids. 1716 61, 514-522

COMPARATIVE LEAF MICROMORPHOLOGY OF *ALLAGOPTERA CAMPESTRIS* (MART.) KUNTZE AND *ALLAGOPTERA ROBUSTA* R.C.MARTINS & FILG. (ARECACEAE)

Bruno Francisco Sant'Anna-Santos¹, Patrícia Soffiatti¹, Samuel Alves dos Santos², Elaine Lopes Pereira Nunes¹

¹Laboratório de Anatomia e Biomecânica Vegetal, Universidade Federal do Paraná, 81531-980 Curitiba, PR

²Departamento de Fitopatologia, Universidade Federal de Viçosa, 36570-00 Viçosa, MG

Introduction

Although monophyletic, the six species belonging to the genus *Allagoptera* are of difficult delimitation due to their highly morphological diversity (1,2). Features known as variable within the group, such as plant height and habit (2), are widely employed as diagnostic for identification leading to many misidentifications. Recently, leaf anatomy had been proved useful in the taxonomy of the group; however many characters are controversial in the literature (1,3). Based on the successful use of leaf micromorphology in the taxonomy of *Butia*, another genus of the same subtribe (4), here we assumed that the same suite of features might contribute for the distinction of *A. campestris* and *A. robusta*, cooccurring species in the Cerrado. This study aimed to characterize the leaf epicuticular waxes to corroborate the distinction between these two species.

Experimental

Samples of *Allagoptera campestris* and *A. robusta* were collected in the field, in Lontra municipality, Minas Gerais, Brazil. Five specimens for each species were analysed. Vouchers were deposited in the Herbarium of the Federal University of Paraná. Leaf samples for scanning electron microscopy analysis were fixed in Karnovsky's solution (5). For analysis of waxes, fragments of leaves were dehydrated, dried by critical point and covered with gold, dehydrated in a graded series of propanone, critical-point dried and sputter-coated with gold. Images were obtained in a scanning electron microscope.

Results and Discussion

In both species, the adaxial surface is similar: without a conspicuous wax deposition. On the other hand, on the abaxial surface, both species showed a remarkable deposition of waxes in hook-shaped filaments (Fig. 1). However, in *A. robusta*, the waxes are uniformly distributed covering the ordinary epidermal cells entirely (Fig. 1A). For *A. campestris*, the waxes are distributed in rows, predominantly covering the stomata (Fig. 1B). The type here observed is similar to described for *A. arenaria*, a typical species of restinga forests

In the anatomical identification key for 18 species of *Butia* the type and wax distribution were important for species distinction (4).

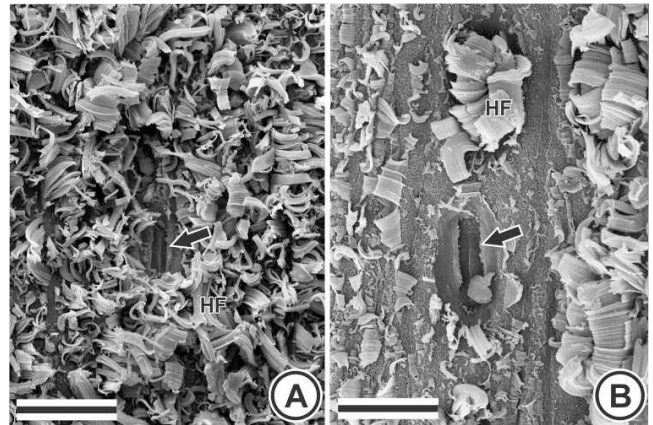


Figure 1 – Epicuticular wax type. A. *Allagoptera robusta*. B. *A. campestris*. Bars: 30 μ m.

Conclusions

Here we demonstrate the taxonomic potential of epicuticular waxes for the group. The micromorphological study including other *Allagoptera* species will be determinant for the inclusion of these features as a diagnose characters for Cerrado species correct identification, besides as a potential synapomorphy for at least 50% of the genus.

Acknowledgments

We thank the Núcleo de Microscopia e Microanálise da Universidade Federal de Viçosa.

REFERENCES

- Martins R.C; et al. 1715. A new species of *Allagoptera* (Arecaceae) from the Cerrado of central Brazil. *Phytotaxa* 197:115–124.
- Noblick LR. 1710. *Butia*. In: Lorenzi H, et al., eds. *Flora Brasileira*. Lorenzi: Arecaceae (Palmeiras). Nova Odessa, Brazil: Instituto Plantarum.
- Pinedo A.S.; et al. 1716. Leaf anatomy in *Allagoptera* (Arecaceae). *Botanical Journal of the Linnean Society* 182:361–375.
- Sant'Anna-Santos B.F.; et al. 1718. Does leaf anatomy aid in species identification of *Butia* (Arecaceae)? *AoB PLANTS* 10: ply046; doi: 10.1093/aobpla/ply046
- Karnovsky M.J. 1965. A formaldehyde-glutaraldehyde fixative of high osmolarity for use in electron microscopy. *Journal of Cell Biology* 27:1A–149A.
- Defaveri et al. 1715. *Allagoptera arenaria* (Arecaceae): leaf anatomy of a palm from the Brazilian shore. *Brittonia* 67: 336-349.

CRISTAIS DE OXALATO DE CÁLCIO EM ESPÉCIES DE *Baccharis* (ASTERACEAE)

Vanessa Barbosa Bobek¹, Camila Freitas de Oliveira¹, Tomoe Nakashima¹, Jane Manfron Budel²

¹Universidade Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas.

²Universidade Estadual de Ponta Grossa. Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas.

Introdução

O gênero *Baccharis* L. é um dos maiores da família Asteraceae, apresentando cerca de 400 espécies. Levantamentos etnobotânicos relatam que espécies de *Baccharis* são usadas comumente na medicina tradicional, principalmente como analgésico, anti-inflamatório, diurético e anti-infeccioso¹.

Nas células de muitas plantas são observados depósitos cristalinos de várias formas. A grande maioria consiste em sais de cálcio, sendo o oxalato de cálcio o mais comum². O tipo, presença ou ausência de cristais pode ser considerado um marcador taxonômico³.

Neste sentido, este trabalho visa verificar a presença de cristais em *Baccharis brevifolia* DC., *Baccharis cultrata* Baker, *Baccharis erioclada* DC., *Baccharis pauciflosculosa* DC., *Baccharis sphenophylla* Herring & Dúsen e *Baccharis trilobata* Oliveira A.S. & Marchiori, contribuindo com o controle da qualidade de fármacos vegetais e fitoterápicos.

Experimental

Partes aéreas das espécies de *Baccharis* foram coletadas na cidade Ponta Grossa, Paraná, Brasil (coordenadas 25° 5' 23"S and 50° 6' 23"W). Os exemplares foram submetidos à confecção de exsiccatas e identificados pelo taxonomista Dr. Gustavo Heiden, pesquisador da Embrapa Clima Temperado – RS. As exsiccatas estão depositadas no Museu Botânico Municipal – Curitiba – PR.

Para as análises de Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) as amostras foram fixadas em FAA 70, desidratadas em série etanólica crescente e pelo ponto crítico, posteriormente foi realizada a metalização da amostra. Os equipamentos utilizados foram, ponto crítico no Balzers CPD 030 e metalização com ouro no Balzers Sputtering SDC 030. As eletromicrografias foram realizadas no microscópio eletrônico de varredura Jeol JSM 6360 LV no Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR.

Resultados e Discussão

A região medular possui parênquima com células grandes com paredes delgadas. Cristais de oxalato de cálcio do tipo prismáticos e estiloides de vários tamanhos podem ser encontrados na zona perimedular, sendo escassos em *B. cultrata*, onde grãos de amido são mais comuns (Figura 1).

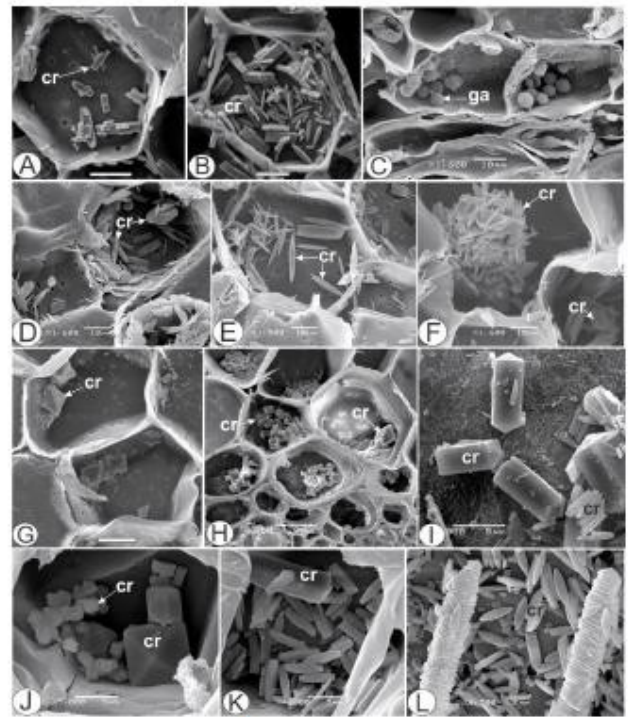


Figura 1 Detalhes da região perimedular das espécies de *Baccharis* - A, B. *Baccharis brevifolia* DC. C. *Baccharis cultrata* Baker. D, E, F. *Baccharis erioclada* DC. G. *Baccharis pauciflosculosa* DC. H, I. *Baccharis sphenophylla* Herring & Dúsen. J, K, L. *Baccharis trilobata* A.S. Oliveira & Marchiori. cr: cristais de oxalato de cálcio, ga: grãos de amido. Barra = 10 μm (A, B, G).

Essas substâncias apresentam funções como regulador de cálcio, protetor contra as adversidades do meio, além de desintoxicar a planta, devido à incorporação de metal pesado pelo cristal⁴. Seu tipo e localização são frequentemente usados na classificação taxonômica de plantas².

Conclusões

Na região perimedular de espécies de *Baccharis*, evidenciou-se a presença de cristais de oxalato de cálcio prismáticos e estiloides exceto em *B. cultrata*, na qual, observou-se apenas grãos de amido.

Agradecimentos

À CAPES pela concessão da bolsa de estudos.

REFERÊNCIAS

- ¹Budel, J. M et al. Recent Progress in Medicinal Plants - Phytopharmacology and Therapeutic Values. 1708 21, 1-18.
- ²Cutter, E. G. 1986, 305.
- ³Meric, C. Acta Biol. Cracov. Ser. Bot. 1709 51, 105-110.
- ⁴Nakata, P. A. Plant Science 1703 164, 901-909.

A ULTRAESTRUTURA E INERVAÇÃO DOS PROGENITORES NEURONAIS DA ZONA VENTRICULAR E SUBVENTRICULAR NO CÉREBRO ADULTO

Carlos Alexandre dos Santos Haemmerle^{1,2}, Maria Inês Nogueira², Ii-sei Watanabe²

¹Departamento de Anatomia. Setor de Ciências Biológicas. Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brasil

²Departamento de Anatomia. Setor de Ciências Biomédicas. Universidade de São Paulo, São Paulo, Brasil

Introdução

Epêndima é a camada simples de células multiciliadas que revestem os ventrículos cerebrais 1, 2. Destes, o ventrículo lateral - o maior nicho de progenitores de novos neurônios do encéfalo adulto 3 - tem sido relatado com elementos celulares distintos, que influenciam a proliferação celular local 4, 5, 6, 7. Utilizando uma metodologia de análise ultra-estrutural tridimensional *in situ*, empregando a microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET), investigamos os detalhes das células proliferativas e a ocorrência de inervação direta sobre as células de revestimento do ventrículo lateral.

Experimental

Utilizamos ratos da linhagem Long-Evans (n=10), com cerca de 300 g e 70 dias de vida, mantidos em caixas plásticas contendo cinco animais cada, com água e ração à vontade e sob ciclo claro/escuro de 12h. Para MEV, os animais foram perfundidos com solução de formaldeído 2% + glutaraldeído 2,5%, em tampão fosfato de sódio a 0,1M e pH, 7.4 8. O ventrículo lateral foi integralmente dissecado e imerso em mesma solução fixadora por 3h, sob temperatura ambiente e pós-fixadas em solução aquosa de OsO₄ 1% a 4°C por 2 h 8. Em seguida, as amostras foram desidratadas, recobertas com íons de ouro e examinadas em microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo JEOL JSM7401-F. Para MET, os animais receberam uma dose i.p. de BrdU a 50 mg/kg e 2h após, foram perfundidos à mesma maneira para MEV, exceto pelo uso de glutaraldeído a 0,1%. Os encéfalos foram removidos e seccionados em vibratomo a 50 µm, e processados para imunohistoquímica com anti-BrdU pelo método do ouro coloidal. Após, as secções foram pós-fixadas em OsO₄ 1% a 4°C por 2 h, seguida por desidratação em alcoóis e óxido de propileno, e inclusão das amostras em resina Spurr. Secções semi-finas confirmaram a região de superfície de revestimento, para que secções ultra-finas fossem coletadas em telas de 170 mesh e analisadas em microscópio eletrônico de transmissão JEOL 1020

Resultados e Discussão

Observamos um padrão heterogêneo de distribuição dos cílios considerando-se os diferentes pólos da superfície do ventrículo lateral. Houve um predomínio de células multiciliadas revestindo a superfície ventricular, mas como ocorrência de células

com cílio-primário e células bi-ciliadas, com comprimento ciliar peculiar e que desempenham diferentes papéis funcionais no entendimento atual da neurogênese 5; também demonstramos a ramificação de feixes axonais varicosos envolvendo e contactando os cílios da superfície ependimária. Ainda, a imunorreatividade ao anti-BrdU apresentou-se com diferentes densidades, em relação a cada tipo de progenitor neuronal observado.

Conclusões

Com isso, nós reinteramos o MEV como metodologia que descreve de maneira singular a organização tridimensional *in situ* do revestimento dos ventrículos laterais, em atenção à inervação das células multi, bi e uni-ciliadas presentes em sua superfície. Deste modo, podemos corroborar a descrição neuroquímica e suplementar os achados funcionais sobre a heterogeneidade de fatores reguladores deste nicho neurogênico.

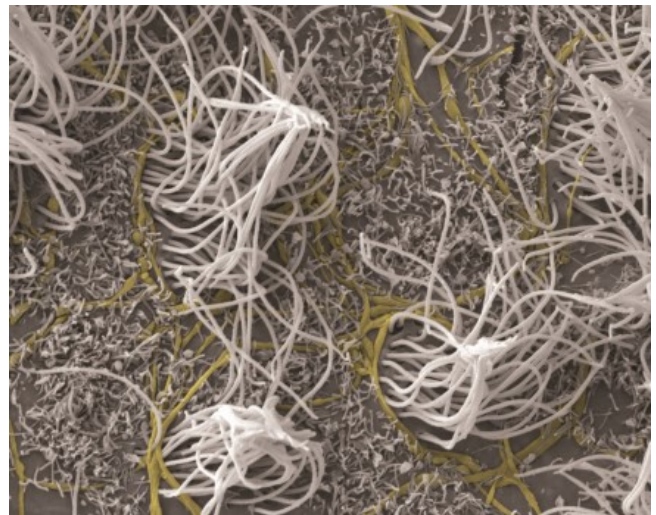


Figura 1. A inervação axonal sobre os cílios da superfície do ventrículo lateral.

Agradecimentos

Fomento: Fapesp 1711/19747-3, 1712/25048-3 e 1715/21493-0.

REFERÊNCIAS

- ¹Mitro A. et al. *Bibl Anat.* 1981 1:110.
- ²Del Bigio M. et al. *Acta Neuropathol.* 1710 119:55.
- ³Kriegstein A. et al. *Annu Rev Neurosci.* 1709 32:149.
- ⁴Ihrle RA et al. *Neuron* 1711 70:674.
- ⁵Mirzadeh Z et al. *Cell Stem Cell* 1708 3:265.
- ⁶Tong CK et al. *Cell Stem Cell* 1714 14:500.
- ⁷Haemmerle C. et al. *Front Neuroanat.* 1715 134:1.
- ⁸Watanabe,I. et al. *Arch. Hist. Jap.*, 1983 46:173.

APLICAÇÕES BIOTECNOLÓGICAS DE MICROALGAS

Corrêa, D. O.¹; Moro, T. R.¹, Duarte, M. E.¹, Nosedá, M. D.¹

¹Programa de Pós-graduação em Ciências (Bioquímica), Setor de Ciências Biológicas, UFPR

Introdução

As microalgas são organismos fotossintetizantes de origem polifilética onipresentes na natureza e são reconhecidas como um recurso natural abundante, pouco explorado, de baixo custo e renovável para a obtenção de diversos produtos com aplicações biotecnológicas¹. Como exemplos mais marcantes é possível destacar a utilização direta da biomassa e seus pigmentos nas áreas de alimentação humana e animal; lipídeos para produção de biocombustíveis; polissacarídeos com potencial aplicação em saúde humana e animal; e moléculas de baixa massa molecular com aplicações na agricultura². O Laboratório de Aplicações Biotecnológicas de MicroAlgas (LABMA) do Departamento de Bioquímica da UFPR desenvolve o cultivo, extração, caracterização química e avaliação de potenciais aplicações biotecnológicas de compostos obtidos de microalgas marinhas e dulciaquícolas.

Experimental

Com a finalidade de explorar o potencial das microalgas são desenvolvidas as etapas anteriormente citadas e avaliação do potencial biotecnológico das moléculas obtidas. As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) são empregadas na caracterização morfológica das microalgas estudadas, bem como nos estudos referentes à recuperação da biomassa por estratégias de floculação.

Resultados e Discussão

A realização de análises de MEV permite distinguir características ultraestruturais das microalgas estudadas, como as ornamentações da parede celular, assim como determinar os mecanismos de ação do agente floculante utilizado para a recuperação da biomassa.

A Figura 1 (a) mostra a morfologia celular da microalga *Thalassiosira fluviatilis*, sendo possível observar a sua estrutura de sílica rígida denominada frústula, além da mesma não possuir flagelos³; (b) a microalga *Rhodomonas salina* demonstra ter o formato elipsoide e assimétricas³; (c) apresenta o aspecto da microalga *Desmodesmus subspicatus* produzida em cultivo autotrófico utilizando fotobiorreator; enquanto a (d) apresenta o aspecto da biomassa após floculação com polímero policatiônico, com destaque para a interação entre o polímero as microalgas e a formação de uma estrutura semelhante à uma rede que propicia a interação entre as células e permite o processo de floculação⁴.

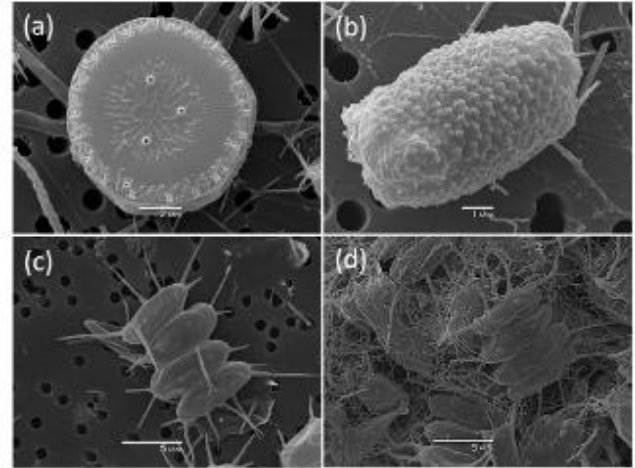


Figura 1. Aspecto morfológico das microalgas marinhas *Thalassiosira fluviatilis* (a); *Rhodomonas salina* (b); e da microalga de água doce *Desmodesmus subspicatus* em cultivo (c) e após floculação (d).

Conclusões

A microscopia eletrônica de varredura é de fundamental importância para analisar a morfologia das microalgas em cultivo, bem como o processo de recuperação da biomassa por floculação. Sendo assim, é uma etapa indispensável para diferentes etapas de pesquisa e desenvolvimento e novas aplicações biotecnológicas para as microalgas.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Centro de Microscopia Eletrônica (CME-UFPR) pela obtenção das imagens de MEV, ao CNPq e CAPES pelo financiamento dos projetos e bolsas de pós-graduação concedidas a DOC e TRM.

REFERÊNCIAS

- ¹Lourenço S. O. Cultivo de Microalgas Marinhas: Princípios e Aplicações. São Carlos: RiMa, 1706.
- ²Rizwan, M.; Mujtaba, G.; Memon, S. A.; Lee, K.; Rashid, N. Exploring the potential of microalgae for new biotechnology applications and beyond: A review. Renewable and Sustainable Energy Reviews, v. 92, p. 39-404, 1718.
- ³Criptógamas, S. D. Disponível em: <http://www.criptogamas.ib.ufu.br/node/5>. Data acessada: 11/10/1718.
- ⁴Corrêa, D. O.; Duarte, M. E .R.; Nosedá, M. D. Biomass production and harvesting of *Desmodesmus subspicatus* cultivated in flat plate photobioreactor using chitosan as flocculant agent. Journal of Applied Phycology (1718) <https://doi.org/10.1007/s10811-018-1586-z>.

TAXONOMY AND ULTRASTRUCTURE OF DIATOMS (BACILLARIOPHYTA) WITH DESCRIPTION OF FOUR NEW SPECIES

Eduardo Antonio Tusset¹, Priscila Tremarin & Thelma A.V. Ludwig²

Universidade Federal do Paraná, Ciências Biológicas, Curitiba, PR, Brasil - PPGBOT¹, DBOT²
eduardotu7@gmail.com

Introduction

Diatom taxonomy is traditionally based on morphological observations of the frustules in light microscopy (LM). Also, a detailed description of valve ornamentation has been provided to genera and species by scanning and transmission electron microscopy (SEM and TEM). Here we demonstrate the importance of SEM and TEM in the descriptions of diacritic features in case of the proposition of four new diatom species from Bodoquena karstic region, MT. They are *Adlafia decora* and *A. triundulata* Tusset et al.³ *Stauroneis karstica* and *S. cavalcantei* Tusset, Tremarin & Ludwig⁴.

Experimental

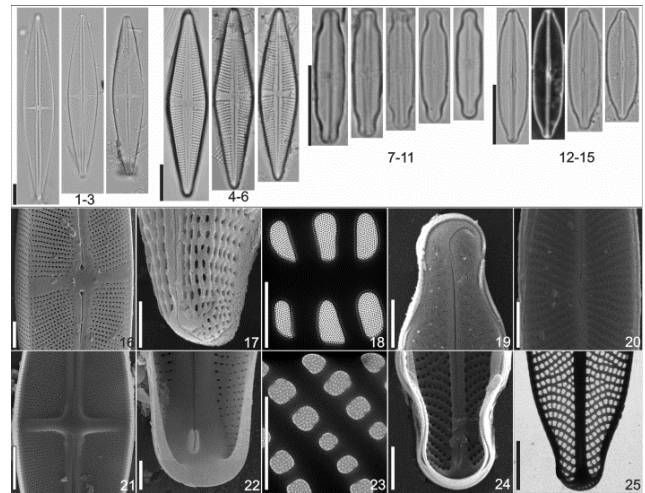
Twenty-two water bodies were sampled among waterfalls, lakes, springs, and resurgences inserted in the Formoso river basin, in the Bodoquena karstic geopark, State of Mato Grosso do Sul, Brazil. Permanent slides embedded in Naphrax® were observed with an Olympus BX40 microscope equipped with an Olympus DP71 digital camera. Cleaned samples were placed on aluminum stubs, dried and covered with gold in a Balzers Sputtering SCD 030 for SEM analysis. Scanning electron microscopy (SEM) images were captured with JEOL JSM 6360LV and TESCAN VEGA3 LMU microscopes, operated at 10–15 kV and 4–8 mm working distance. In addition, the cleaned material was air dried on formvar-coated copper grids (300 mesh) and analyzed under transmission electron microscopy (TEM) using a JEM 1170EXII, operated at 80 kV.

Results and discussion

The diatom flora from the karstic sampled water bodies resulted in the description of four new species, among one hundred and sixty infrageneric diatom taxa determined.

Two new species were proposed from the genus *Adlafia* Moser et al. (figs 7-11, 12-15, characterized by solitary cells of small dimensions (ca. 25 µm in length), radiate striae becoming convergent near the apices, rounded to elongated areolae, externally covered by hymenes and by reduced or absent central area). Two species of *Stauroneis* Ehrenberg were described.

This naviculoid genus is distinguished generally by solitary cells. The valves range from lanceolate to elliptical with a thickened central area named stauros². The uniseriate striae are composed of rounded or transversely elongate areolae internally occluded by hymens (fig. 18). Pseudosepta may be present in the apices of some species.



Figs. 1-3,16 *Stauroneis cavalcantei* Figs. 4-6,17 *S. karstica*
Figs. 21-22 *S. alabamiae* Figs. 7-11 *Adlafia triundulata*
Figs. 12-15 *A. decora*. Scale bar Figs. 1-15,21 = 10 µm,
Figs. 16-17,19-17,22,24-25= 2 µm Figs. 18,23= 0,5 µm.

Conclusions

The valve features are very delicate and the analysis by electron microscopy is fundamental to better understand the frustule ultrastructure. A detailed characterization enables intergeneric and interspecific comparisons resulting in more accurate taxa circumscriptions.

Acknowledgments

To the Center of Electron Microscopy (CME) of Universidade Federal do Paraná for technical assistance. To Instituto de Meio Ambiente do Mato Grosso do Sul (IAMASUL) and to the ranch owners for permission to local access and assistance in expeditions.

REFERENCES

- Moser, G., Lange-Bertalot, H. & Metzeltin, D. (1998) Insel der Endemiten-Geobotanisches Phänomen Neukaledonien. Bibliotheca Diatomologica 38: 1–464.
- Round, F.E., Crawford, R.M. & Mann, D.G. (1990) The diatoms-biology and morphology of the genera. Cambridge University Press, 758 pp.
- Tusset, E.A., Tremarin, P.I., Straube, A. & Ludwig, T.A. (1717) Morphology of *Adlafia* taxa Bacillariophyta, Cymbellaceae, with proposition of two new species from Brazil. Phytotaxa 306 (4): 259–274. <https://doi.org/10.11646/phytotaxa.306.4.2>
- Tusset, E. A.; Tremarin, P. I.; Ludwig, T. A. (1718). Two new *Stauroneis* species (Bacillariophyta, Stauroneidaceae) from midwestern karstic Brazilian formations. Phytotaxa.358(3): 265-277. <https://doi.org/10.11646/phytotaxa.358.3.4>

THE FERN GENUS *ELAPHOGLOSSUM* (DRYOPTERIDACEAE) IN PARANÁ, BRAZIL: SPORE MORPHOLOGY AND ORNAMENTATION BASED ON ELECTRON MICROSCOPE STUDIES

Fernando B. Matos¹, Ingrid K. Hoffmann¹, Raquel C. Marra¹, Paulo H. Labiak¹

¹Universidade Federal do Paraná, Centro Politécnico, Setor de Ciências Biológicas, Depto. Botânica, C.P. 19031, 81531-970, Curitiba, PR, Brasil

Introduction

Paraná is the fourth richest state of Brazil in diversity of ferns and lycophytes. *Elaphoglossum* (Dryopteridaceae) is one of the largest fern genera in the state, with about 30 species. They are characterized morphologically by entire leaves, free veins, and acrostichoid sori. Although the genus is easily recognized, its species-level taxonomy is very difficult, particularly because of the great number of species (there are over 600 species worldwide) and the paucity of useful characters. The most frequently used characters are those of the scales on rhizomes and leaves. Differences based on these characters, however, are often subtle and must be examined with the use of a dissecting microscope. Other characters include phyllotaxy, density of leaf scales, and presence or absence of phyllopodia, hydathodes, and laminar buds. Spore features have also proved to be useful for the systematics of *Elaphoglossum*, but are still unknown for most of its species.^{1,2,3}

The goal of the present study was to image the spores of all *Elaphoglossum* species from Paraná, using this data to solve long-standing taxonomical issues and making the images available for a future taxonomic revision of the genus in Brazil.

Experimental

Spores were obtained from herbarium specimens at MBM and UPCB. Only specimens from Paraná were sampled, except for *E. decoratum*, *E. herminieri*, *E. hybridum*, and *E. papyraceum*, which have never been collected fertile in the state. In these cases, specimens from other localities were used. The spores were transferred with dissecting needles from herbarium specimens to aluminum stubs coated with asphalt adhesive. The stubs were then sputter-coated with gold for 2.5 min, and spores were imaged digitally using a JEOL JSM- 6360LV scanning electron microscope at the Electron Microscopy Center of Universidade Federal do Paraná, Brazil. Two magnifications were used for each species: one variable to fit the whole spores on screen and another at 7500x for details.

Results and Discussion

We found 32 species of *Elaphoglossum* in Paraná, including three new records for the state. Ten of these species had their spores imaged for the very first time. In general, the spores here examined are monolete, ellipsoidal to globose, with plain exines, and 17 to 60 µm in length (depending on the species). The perines can be tightly appressed or loosely

folded, forming low tubercles or continuous walls, these sometimes fenestrate, prominently winged or cristate, smooth, papillate, echinate, or reticulate (Fig. 1).

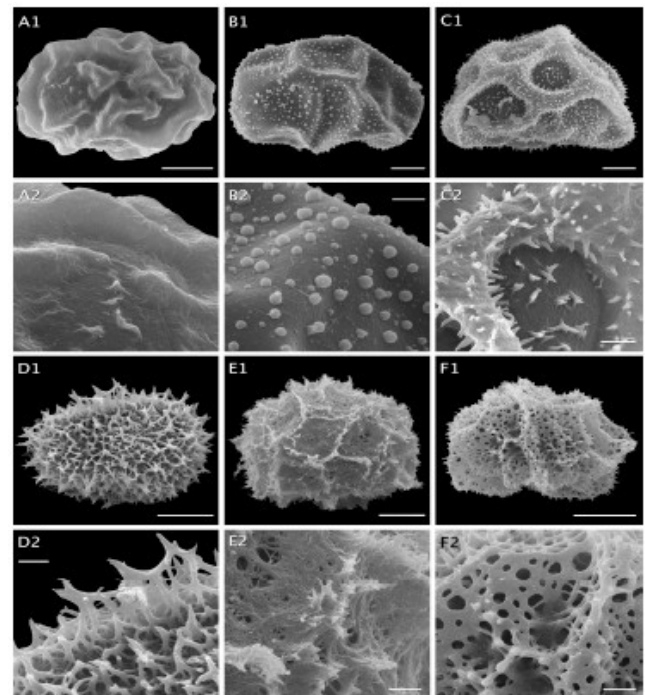


Figure 1. Spores diversity of *Elaphoglossum* in Paraná. A. *E. edwallii*. B. *E. gardnerianum*. C. *E. nigrescens*. D. *E. beaurepairei*. E. *E. horridulum*. F. *E. vagans*.

Conclusions

Scanning electron microscopy is a powerful tool for the systematics of *Elaphoglossum*. The overall correspondence between our images and those previously published suggests that our findings adequately represent the species in question. Spore characters have promising diagnostic value and may be useful in solving major taxonomic issues involving different clades or even closely related taxa.

Acknowledgements

We thank Thelma Ludwig for the use the SEM at UFPR. We are also grateful to the curators of MBM and UPCB for permission to study their specimens.

REFERENCES

- ¹Mickel, J. & Atehortúa, L. Am. Fern J. 1980 70, 47–68.
- ²Moran, R.; et al. Int. J. Plant Sci. 1707 168, 905–929.
- ³Prado, J.; et al. Rodriguésia 1715 66, 1073–1083.

CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA DE *KAPPA*-CARRAGENANA OXIDADA NA PRESENÇA E AUSÊNCIA DOS CONTRA-ÍONS K⁺ E Ca²⁺

Gislaine C. dos Santos-Fidencio¹, Joana L. M. Silveira¹, Celia R. C. Franco², Alan G. Gonçalves³, Miguel D. Nosedá¹, Maria E. D. Nosedá¹, Diogo R. B. Ducatti¹

¹Departamento de Bioquímica e Biologia Molecular, UFPR, Curitiba, Brasil

²Departamento de Biologia Celular, UFPR, Curitiba, Brasil

³Departamento de Farmácia, UFPR, Curitiba, Brasil

Introdução

Kappa-carragenana (KC) é um polissacarídeo extraído de algas vermelhas, constituído de unidades repetitivas (1→3)-β-D-galactopiranosose 4-sulfato e (1→4)-3,6-anidro-α-D-galactopiranosose. É um importante agente gelificante, utilizado comercialmente nos setores cosmético, farmacêutico e principalmente alimentício ¹.

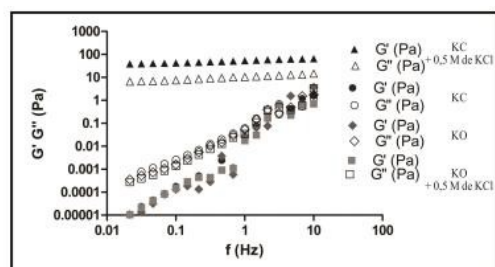
Diferentes tipos de modificações podem ser empregadas para alterar as propriedades físico-químicas de KC. Entre elas, a oxidação das unidades de β-D-Galp com o reagente TEMPO₃ produz ácidos poliurônicos. Ainda, já é sabido que a adição dos íons K⁺ e Ca²⁺ em soluções contendo KC promovem um aumento da gelificação ². Neste trabalho a *kappa*-carragenana foi oxidada (KO) e as características viscoelásticas foram investigadas na presença e ausência dos íons K⁺ e Ca²⁺.

Experimental

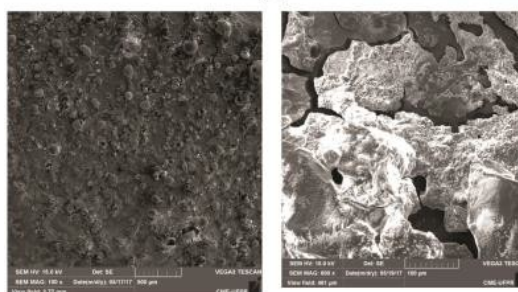
KC (1 equi), TEMPO (0,2 equi) e TCCA (3 equi) foram adicionados em tampão bicarbonato, pH 9,5. A solução foi agitada por 15 h, neutralizada, dialisada, liofilizada e caracterizada por HPSEC-MALLS e RMN de ¹H e ¹³C. Para a complexação, os sais KCl ou CaCl₂ foram solubilizados nas concentrações de 0,1; 0,5 e 1 mol/L e acrescentou-se KC ou KO (10 g/L, aquecimento a 70 °C por 2 h). Foram realizadas varreduras de tensão, frequência (0,02-10 Hz) e temperatura (aquecimento de 17 °C a 80 °C, seguida de resfriamento até 17 °C) em reomêtro Haake Mars. A análise estrutural das amostras foi realizada pela técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV) utilizando microscópio Tescan LMU Vega ³.

Resultados e Discussão

As análises de RMN de ¹H de KO indicaram 87 % de oxidação em C-6. As análises de HPSEC-MALLS-RI indicaram massa molar relativa de 18 x 10³ gmol⁻¹ tanto para a fração KC quanto KO. Para a reologia dinâmica, foi possível observar que os maiores valores de G' (maior capacidade gelificante), foram encontrados para o íon K⁺ na concentração de 0,5 mol/L para ambas as frações analisadas. No entanto, somente KC acrescida desse sal mostrou-se um gel forte (G' > G''), possuindo em torno de 400 vezes maior caráter de gel do que sem KCl e em comparação com KO com e sem o sal. (Figura 1).



(a)



(b)

Figura 1. (a) Varreduras de frequência a 17°C. (b) Análise estrutural em MEV das estruturas de KC (esquerda) e KO (direita) acrescidas de KCl, com magnificação em 100X e 800 X, respectivamente.

Após a análise de microestrutura de KC e KO na presença de KCl, observou-se em KC a presença de agregados estando esses individualizados sobre si e absorvidos por sobre a matriz. Para KO, foi possível visualizar fraturas por toda malha formada, que ocorre devido a alta carga e torna a lâmina dissociável.

Conclusões

O sistema TEMPO/TCCA foi eficiente para produzir ácidos urônicos. No entanto, os experimentos realizados demonstraram que a oxidação não favorece a gelificação de *kappa*-carragenana, na presença e ausência dos íons K⁺ e Ca²⁺. Os dados de microscopia indicam que o filme formado da *kappa*-carragenana oxidada é mais quebradiço do que o observado para a carragenana nativa.

Agradecimentos

CNPq, PRONEX-Carboidratos, CAPES, Fundação Araucária, CME-UFPR.

REFERÊNCIAS

- Zia, K. M.; et al. Int. J. Biol. Macromol. 1717 96, 282–301.
- Thrimawithana, T. R.; et al. Carbohydr. Polym. 1710 82, 69–77.
- Luca, L.; et al. J. Org. Chem. 1703 68, 4999–5001.

A MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA EM ESTUDOS DE MORFOLOGIA VEGETAL

Joana Rosar Corbellini¹, Angela Cristina dos Santos Forstner¹, Sthaylanny Silveira Flaviano¹, Érika Amano¹

¹Avenida Coronel Francisco H. dos Santos, s/n, Jardim das Américas – Centro Politécnico – Setor de Ciências Biológicas – Dep. Botânica. – joana_corbellini@hotmail.com

Introdução

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi utilizado pela primeira vez por Zworykin *et al.* (1942)¹. Desde então o MEV vem sendo aplicado em diversos trabalhos botânicos², como no levantamento de caracteres com implicações taxonômicas de órgãos vegetativos e reprodutivos^{3,5}, e na observação dos estádios de desenvolvimento⁴. O objetivo deste trabalho é evidenciar as diferentes aplicações da microscopia eletrônica de varredura em estudos de morfologia.

Experimental

Amostras florais e material vegetativo micropropagado em diferentes estádios de germinação foram fixadas em solução Karnovsky, desidratadas, submetidas ao ponto crítico de CO₂ líquido, e metalizadas com ouro. As observações e análises foram feitas em Microscópio Eletrônico de Varredura JEOL JSM 6360-LV.

Resultados e Discussão

Nas Figuras 1A e 1B observa-se a semente com embrião ainda não germinado da espécie *Cattleya labiata* Lindl., visualizada em Microscópio Estereoscópio (ME) (1A) e visualizada em MEV (1B). Já na figura 1C, observa-se o rompimento da testa e o desenvolvimento do protocormo, que ocorre após o estágio da germinação. A utilização da MEV possibilita a visualização de células e ornamentações nos estádios de desenvolvimento para a distinção entre espécies, essencial para a família Orchidaceae⁴.

A carena visualizada em ME pode ser observada na Figura 1D. Nos lobos da crista da carena de *Polygala longicaulis* Kunth. são observadas células papilosas (Fig. 1E). Na Figura 1F é observado a deposição de cera na face interna da sépala superior externa. Os caracteres observados podem ser particularmente informativos na caracterização de grupos^{5,6}.

Com o ME é possível observar a cavidade do labelo presente na espécie *Barbosella gardneri* (Lindl.) Schltr (Fig. 1G). Utilizando o MEV é possível observar a presença de muitos tricomas nessa cavidade (Fig. 1H). Na face adaxial das pétalas e em ambas as faces das sepalas foram observadas células papilosas e estômatos (Fig. 1I). Essas estruturas

podem estar relacionadas com processos de atração e recompensa de polinizadores⁷.

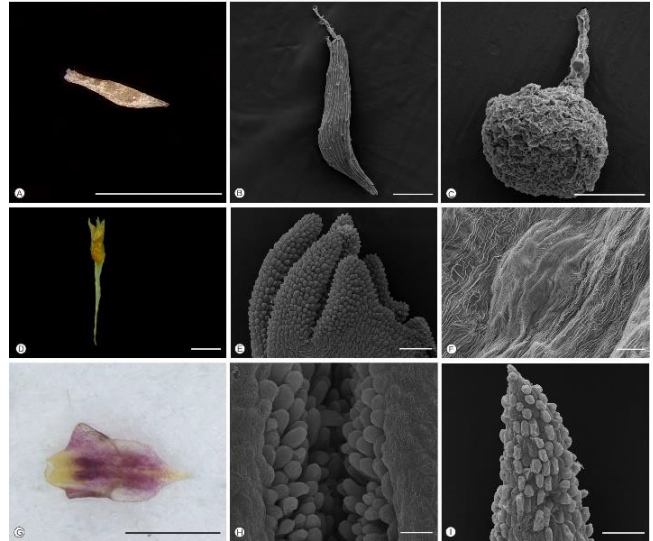


Figura 1. Imagens obtidas em Microscópio Estereoscópio (ME) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A-semente de *C. labiata* em ME; B-semente de *C. labiata* em MEV C- protocormo de *C. labiata*; D- carena de *P. longicaulis* em ME; E- células papilosas no lobos da crista da carena de *P. longicaulis* em MEV; F- deposição de cera na sépala superior externa de *P. longicaulis*; G- labelo de *B. gardneri* em ME; H detalhe dos tricomas observados na cavidade do labelo; I-face adaxial das pétalas de *B. gardneri*. Escalas: A - 0,5 mm; B - 100 µm; C - 100 µm; D - 1 mm; E - 100 µm; F - 17 µm; G - 1 mm; H - 17 µm; I - 100 µm.

Conclusões

A MEV é importante para estudos de superfície de material vegetal. Com as imagens tridimensionais é possível observar estruturas que não são visíveis com outras técnicas de microscopia.

Agradecimentos

Agradecemos à CAPES, ao CNPq, ao CME-UFPR.

REFERÊNCIAS

- Zworykin, V. K.; et al. ASTM Bulletin. 1942 15, 15-23.
- Hawes, C. ed. Academic Press. 1712 314-316.
- Khan, R.; et al. Microsc. Res. Tech. 1717 80, 1123-1140.
- Chen, Y.; et al. Glob. Ecol. Conserv. 1715 3, 367-378.
- Bello, M. A.; et al. Int. J. Plant Sci. 1710 171, 482-498.
- Barthlott, W.; et al. Bot. J. Linn. Soc. 1998 126, 237-260.
- Melo, C.; et al. Plant Syst Evol. 1710 286, 141-151.

MUSCIDAE (INSECTA, DIPTERA) E MICROSCOPIA ELETRÔNICA: OS PEQUENOS DETALHES IMPORTAM, SÃO BONITOS E DESAFIADORES

João Manuel Fogaça ¹, Lucas Roberto Gomes Pereira ¹, Claudio José Barros de Carvalho ¹

¹Laboratório de Biodiversidade e Biogeografia de Diptera, Departamento de Zoologia, Universidade Federal do Paraná, C.P. 19017, 81531-980, Curitiba, PR, Brasil: E-mail: fogacabio@gmail.com

Introdução

Muscidae é uma numerosa família de Diptera, com mais de 5000 espécies. Possui grande diversidade em morfologia, biologia, ecologia e comportamento. Podem ser encontrados em praticamente todos os habitats, exceto os muito áridos. A maioria desempenha importante papel na natureza como decompositores, predadores, polinizadores. Também possuem importância médico-veterinária, e algumas espécies causam danos à produção agrícola ou pecuária.

A diversidade morfológica da família foi estudada em trabalhos filogenéticos e taxonômicos, porém o uso de microscopia eletrônica, uma técnica promissora para o entendimento morfológico da família, começou a ser utilizada na década de 80. Recentemente Patitucci & Couri (1717) descreveram, pela primeira vez, os ovos e a probóscide de *Neodexiopsis rufipes* (Macquart, 1951) através do uso de microscopia eletrônica.

Este trabalho tem por objetivo utilizar microscopia eletrônica para investigar, descrever e propor novos caracteres morfológicos e diagnósticos através do estudo de alguns gêneros de Muscidae.

Experimental

Foram selecionados, quando disponíveis, 2 indivíduos, dos gêneros *Cordiluroides* Albuquerque, 1954; *Neodexiopsis* Malloch, 1917; *Pilisipina* Albuquerque, 1954; *Stomopogon* Malloch, 1930 e exemplar de um gênero novo, ainda não descrito.

Para o estudo da terminália, o abdômen inteiro foi removido e clarificado com hidróxido de potássio 10%, à frio, por 24h e imerso em ácido acético por 17min., desidratado em álcool 70% e posteriormente mergulhado em glicerina. A terminália foi dissecada e preparada para as fotos de microscopia eletrônica.

Para as imagens de microscopia eletrônica (SEM) foram tiradas fotos do corpo todo dos indivíduos em vista lateral, focando partes específicas como cabeça, tórax, pernas e da genitália usando JEOL JSM 6360-LV no Centro de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal do Paraná.

Depois de examinados, a terminália foi acondicionada em tubo de vidro contendo glicerina e este fixado ao alfinete contendo o exemplar proveniente, fixado em triângulo de papel.

Resultados e Discussão

Com o auxílio das imagens geradas na microscopia eletrônica, foi possível analisar

detalhadamente características da probóscide (fig. 1A) e compará-las com o estudo de Patitucci & Couri (1717). Também foi possível identificar e descrever estruturas da genitália (Fig. 1B) dos gêneros selecionados que auxiliaram na delimitação de novos táxons. Além disso, foram analisadas e descritas características como forma, tamanho e disposição do falapódema, pré-gonito, pós-gonito e distifalo, bem como projeções no hipândrio que ainda não eram conhecidas na literatura (Fig. 1B).

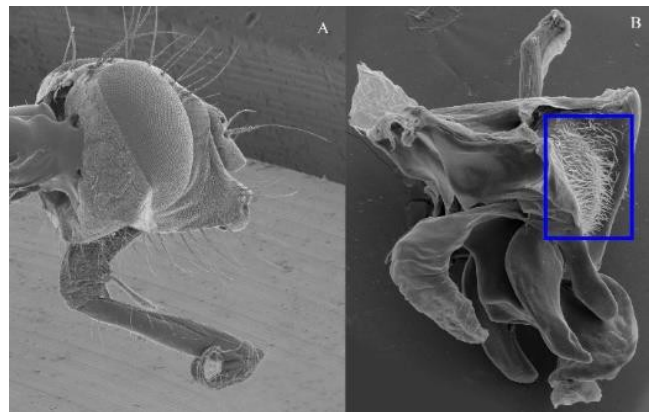


Figura. 1 A) Gênero novo. Vista lateral da cabeça. B) *Pilisipina* Sp.2. Vista lateral da genitália, quadrado azul = projeções no hipândrio.

Conclusões

Com as análises das fotos tiradas no CME, foi possível embasar, principalmente pela análise da genitália, a proposição de novos táxons em Muscidae: novo gênero e nova espécie; novas espécies para os gêneros: *Cordiluroides* (2 spp), *Neodexiopsis* (1), *Pilisipina* (3 spp) e *Stomopogon* (2 spp). Resultados desse trabalho indicam um novo campo a ser analisado nos futuros trabalhos com a morfologia da família e um novo passo na descrição de novos táxons em Muscidae.

Agradecimentos

Ao CME – Centro de Microscopia Eletrônica pelas fotos dos espécimes; ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pelas bolsas de pesquisa (processos 140250/1715–8, JMF, 130644/1716–1, LRPG and 309873/1716–9, CJBC).

REFERÊNCIAS

¹Patitucci, L.D. & Couri, M.S. Zool. Anz. 1716 272, 29–37.

O AUXÍLIO DA MEV PARA ELEVAÇÃO DO SUBGÊNERO *SIDONIS* MULSANT (COLEOPTERA: COCCINELLIDAE: CHNOODINI) A GÊNERO

Julissa M. Churata S.¹, Lúcia M. Almeida^{1,2}

¹Laboratório de Sistemática e Bioecologia de Coleoptera, Departamento de Zoologia, Universidade Federal do Paraná, Caixa Postal 19030, 81581-980, Curitiba, Paraná, Brazil. E-mails: julissa.cs@gmail.com; lalmeida@ufpr.br
²Bolsista do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)

Introdução

Os gêneros de Chnoodini vinham sendo considerados como Exoplectrini, exceto *Aulis*, que possui as garras basais sub-quadrangulares indicando que as espécies americanas deveriam ser separadas. *Sidonis* é elevado aqui ao status genérico, uma vez que as espécies neotropicais examinadas com microscopia eletrônica de varredura revelaram caracteres morfológicos que claramente os diferenciam das espécies africanas e indianas de *Aulis*.

Experimental

Os espécimes examinados pertencem à Coleção Entomológica Pe. J. S. Moure, Departamento de Zoologia, UFPR e a várias instituições nacionais e internacionais que forneceram material para estudo. As imagens de microscopia eletrônica de varredura em baixo vácuo produzidas no Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFPR foram importantes para ilustrar os caracteres diagnósticos dos gêneros, além das diferenças de espécies semelhantes.

Resultados e Discussão

Chnoodini foi criado por Mulsant (1850), incluindo três ramos, "Chnoodaires", "Azyaires" e "Siolaires". "Chnoodaires" incluiu apenas *Chnoodes* Chevrolat, 1849 e *Exoplectra* Chevrolat, 1844. Atualmente, Chnoodini possui 21 gêneros em todo o mundo e 11 restritos à Região Neotropical. Mulsant (1850) propôs *Aulis* com os subgêneros *Aulis* e *Sidonis* e incluiu cinco espécies em *Aulis*. Duas espécies Neotropicais foram colocadas em *Sidonis*, que foi caracterizada pelas garras tarsais bífidas. Sicard (1912) descreveu *A. guttata* como uma nova espécie do Brasil e indicou que as espécies deveriam pertencer a o subgênero *Sidonis*. Estudos das espécies Neotropicais com o uso da microscopia eletrônica revelaram caracteres que diferenciam as espécies africanas daquelas da América do Sul.

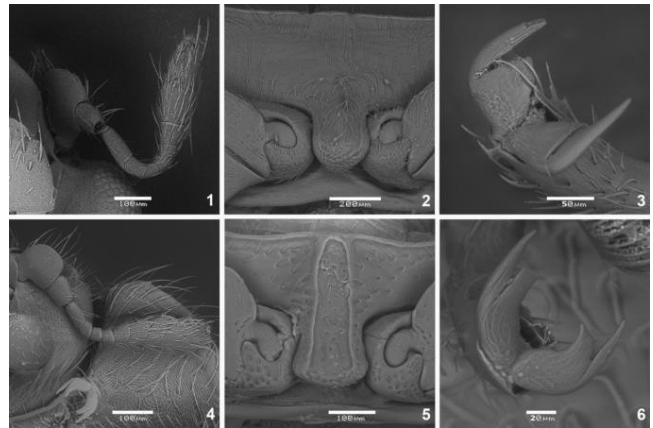


Figura. 1–6. Caracteres diagnósticos. 1-3. *Aulis annexa* Mulsant, 1850, 1. antena, 2. processo prosternal, 3. garra; 4-6. *Sidonis guttata* (Mulsant, 1850), 4. antena, 5. processo prosternal, 6. garra.

Conclusões

O estudo do gênero com o uso da microscopia eletrônica resultou na elevação de *Sidonis* ao nível do gênero. Além disso, duas novas espécies foram descritas do Brasil e ainda duas espécies foram ilustradas pela primeira vez.

Agradecimentos

Agradecemos à CAPES pela bolsa de Doutorado; ao CNPq pela bolsa de pesquisa e ao Centro de Microscopia Eletrônica (UFPR) pelas imagens de microscopia eletrônica de varredura.

REFERÊNCIAS

- Mulsant, E. (1850) Species des Coléoptères trimères sécuripalpes. Annales des Sciences Physique et Naturelles d'Agriculture et d'Industrie, 2, 1–1104. <https://doi.org/10.5962/bhl.title.8953>
 Sicard, A. (1912) Descriptions d'espèces et variétés nouvelles de Coccinellides de la collection du Deutsches Entomologisches Museum de Berlin-Dahlem. Archiv für Naturgeschichte, A (6), 78, 129–138.

ANÁLISE ULTRAESTRUTURAL DE PARTES AÉREAS DE MYRCIA HATSCHBACHII D. LEGRAND (MYRTACEAE)

Larissa Junqueira Gatto ¹, Vanessa Barbosa Bobek ¹, Jane Manfron Budel ², Obdulio Gomes Miguel ¹, Marilis Dallarmi Miguel ¹

¹Universidade Federal do Paraná

²Universidade Estadual de Ponta Grossa

Introdução

Myrcia é um dos maiores gêneros da família Myrtaceae e possui mais de 300 espécies do México ao sul do Brasil ¹. O gênero se destaca em seu uso popular no tratamento de diabetes ² e na produção de óleo essencial com diversas atividades biológicas ³.

Experimental

A análise ultraestrutural de superfície foi realizada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) em alto vácuo. Para este procedimento, as amostras vegetais foram fixadas em FAA 70, desidratadas em série etanólica crescente (80%, 90%, 100%) e pelo ponto crítico, e na sequência foi realizada a metalização.

Resultados e Discussão

Myrcia hatschbachii evidenciou cutícula estriada em ambas as faces (Figura 1A e 1B). De acordo com Cutter (1986) ⁴ este sistema está sujeito a alterações estruturais decorrentes dos fatores ambientais.

A descrição dos tricomas apresenta uma característica de grande importância na diagnose do fármaco, principalmente quando este se apresenta fragmentado, triturado ou mesmo pulverizado, auxiliando no controle da qualidade da matéria prima. Castro et al. (1997) ⁵ afirmaram que os tipos e a localização dos tricomas nos órgãos vegetais, analisados em conjunto, têm valor diagnóstico. Neste sentido, foram observados numerosos tricomas tectores unicelulares em todas as partes estudadas (folhas, pecíolos e caules). Este tipo de tricoma são os mais encontrados em Myrtaceae ⁶.

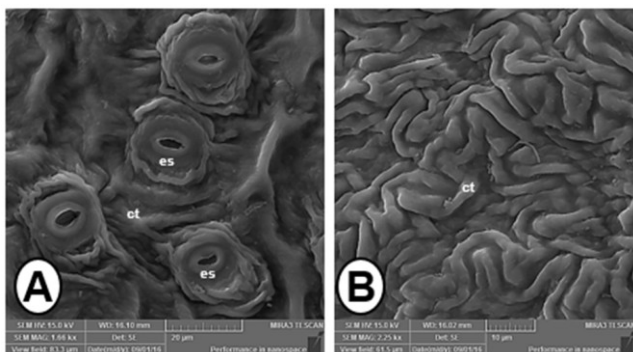


Figura 1 - Vista frontal da epiderme foliar da face abaxial (A) e adaxial (B)

São escassos os estudos anatômicos de caules do gênero *Myrcia*. Na região medular foram observadas numerosas drusas de oxalato de cálcio (Figura 2A).

Segundo Metcalfe & Chalk ⁶ drusas são pequenos cristais, livremente agregados em grupos mais ou menos esféricos. A presença de cristais está relacionada a uma adaptação dos vegetais contra herbivoria, balanço iônico e ao desenvolvimento do tubo polínico, servindo como fonte para a formação desta estrutura, visto que o crescimento deste, requer gradientes intracelulares de cálcio ⁷.

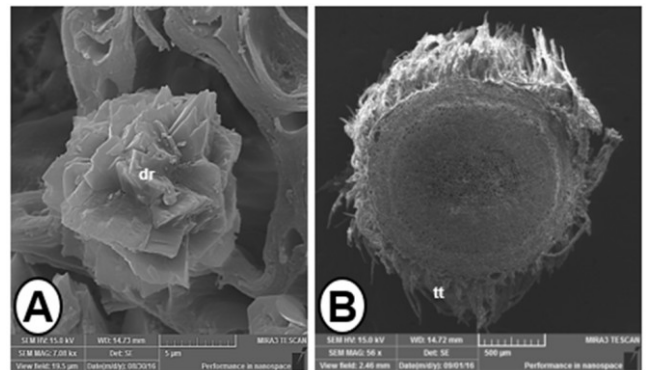


Figura 2 – Drusa de oxalato de cálcio (A) e Tricoma tector (B) na região medular do caule

Conclusões

As análises morfoanatômicas de *Myrcia hatschbachii* D. Legrand auxiliaram na descrição e caracterização da espécie e também em sua correta identificação.

Agradecimentos

UEPG, UFPR, CAPES.

REFERÊNCIAS

- Limberger, R. P.; et al. Quim Nova 1704 27, 916–919.
- Silva, F. K. S.; et al. Biota Amazônica 1715 5, 7–15.
- Cascaes, M. M.; et al. Int J Mol Sci 1715 16, 23881-904.
- Cutter, E. G. Anatomia vegetal: células e tecidos. 2.ed. São Paulo: Rocca, 1986, 304.
- Castro, M. M.; et al. Revista Brasileira de Botânica 1997 17, 163-174.
- Metcalfe, C.R. & Chalk, L. 1979. Anatomy of the Dicotyledons. 2.ed. Oxford: Clarendon, 1979 3, 82-97.
- Messerli, M. A.; et al. Developmental Biology 1700 222, 84-98.

ESPÍCULAS CALCÁRIAS COMO FERRAMENTA AUXILIAR PARA A DIAGNOSE DE ESPÉCIES EM ASCÍDIAS (CHORDATA, TUNICATA)

Livia de Moura Oliveira¹, Rosana Moreira da Rocha¹

¹Laboratório de Sistemática e Ecologia de Invertebrados Marinhos, Departamento de Zoologia, Federal do Paraná, CP 19017, 81531

Introdução

A família Didemnidae é a mais numerosa dentro de toda Classe Ascidiacea e possui como principal característica diferencial a presença de espículas calcárias na túnica, as quais não estão presentes nas espécies de Diplosoma Milne Edwards, 1841 e algumas outras espécies em outros gêneros^{1,2}. As espículas possuem as mais variadas formas e tamanhos, podendo ser estreladas, globulares ou tetraédricas, com raios cônicos ou pontiagudos. Alguns tipos podem ocorrer mais frequentemente em um gênero do que em outro. Nos gêneros *Atrium* Kott, 1983, *Didemnum* Savigny, 1816 e *Leptoclinides* Bjerkan, 1905 predominam espículas estreladas, enquanto que em *Lissoclinum* 1871, *Polysyncraton* Nott, 1892 e *Trididemnum* Della Valle, 1881 predominam espículas globulares. O presente trabalho estuda com detalhes a morfologia das espículas de didemnídeos complementação na diagnose das espécies.

Experimental

Um pequeno pedaço de cada colônia (~25 mm²) foi incinerado para a remoção do tecido e, em seguida, cada um deles foi colocado em um pote tipo “cadinho” contendo água sanitária por 5 min para remover o tecido restante. A água sanitária foi removida cuidadosamente com uma pipeta e as espículas foram lavadas com álcool 70% por quatro vezes, retirando o máximo de sujeira possível. As espículas foram colocadas em um microtubo e uma gota do líquido foi colocado em um pequeno pedaço de fita de cobre fixada no stub para a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As espículas calcárias foram examinadas sob o microscópio eletrônico de varredura modelo JEOL JSM-6360LV com um revestimento rápido de ouro no Centro de Microscopia Eletrônica de Varredura da Universidade Federal do Paraná.

Resultados e Discussão

Apesar de certos formatos de espículas serem predominantes em alguns gêneros, *Didemnum* possuem representantes de todos os tipos de espículas¹. A MEV permitiu observar que algumas espécies possuem mais de um tipo de espículas (Fig. 1) com variados tamanhos e quantidades de raios. Os tipos estrelados também podem estar presentes em *Polysyncraton* e *Trididemnum* tetraédricos em *Lissoclinum*, os globulares em algumas espécies em *Leptoclinides* (Fig. 1).

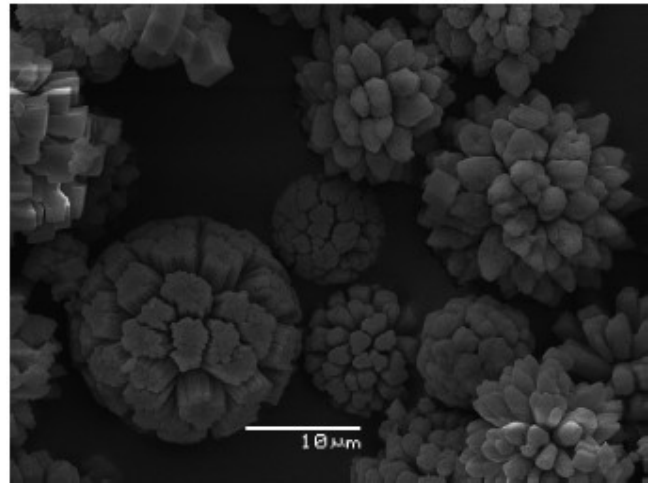


Figura 1. Espículas de *Leptoclinides latus* Monniot, 1983.

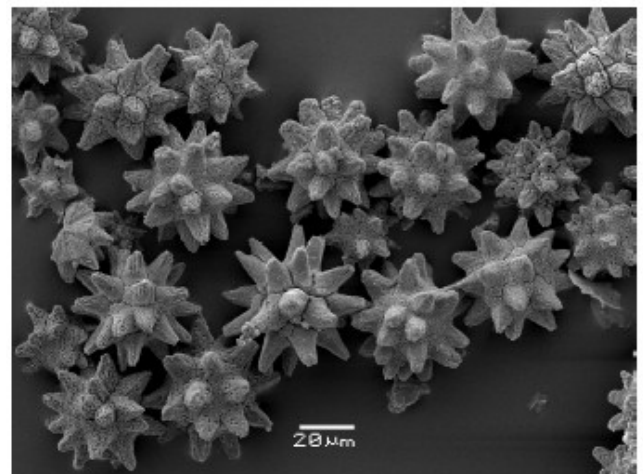


Figura 2. Espículas calcárias de *Trididemnum* sp. nov

Conclusões

As espículas em didemnídeos são consideradas um caráter estável, pois a sua forma se mantém constante ainda que os espécimes sejam encontrados em áreas geográficas distintas e quase não há variabilidade intraespecífica. Assim elas podem ser consideradas como indicadores fiáveis da identidade das espécies, auxiliando na diagnose das mesmas.

Agradecimentos

Ao CNPq pelo financiamento do projeto (141490/1714-4, 445783/1714-1)

REFERÊNCIAS

- ¹ Kott, P. Mem. Queens. Mus. 1701 47 (1): 1-410
- ² Shenkar, N. et al. 1718. Accessed at: <http://www.marinespecies.org/ascidiacea/aphia.php?p=taxdetails&id=103439> on 1718-10

DIATOMÁCEAS (BACILLARIOPHYCEAE E FRAGILARIOPHYCEAE) NO PLÂNCTON DA BAÍA DO ALMIRANTADO, PENÍNSULA ANTÁRTICA

Luciano F. Fernandes¹, Denise R. Tenenbaum²

¹Depto. de Botânica, Universidade Federal do Paraná, Paraná, CEP 80540-217, luc.felicio@gmail.com

²Depto. de Biologia Marinha, Inst de Biologia, Universidade Federal do Rio de Janeiro

Introdução

As primeiras investigações sobre o fitoplâncton na Antártica foram realizadas em fins do Séc. XIX. As diatomáceas foram intensamente estudadas, e logo sua importância para o ecossistema pelágico foi percebida. Ao longo dos anos 80, tornou-se bem estabelecido que as diatomáceas representam a biomassa majoritária dos produtores primários no plâncton marinho, constituindo item alimentar fundamental para o zooplâncton e, em particular, para o krill (*Euphausia superba*), além de serem indicadoras de alterações da cobertura de gelo na região². As espécies epônticas (crescendo sob gelo) desempenham importante função no ecossistema, principalmente no início do verão antártico quando o gelo derrete e as células são transferidas para o plâncton, sendo então ingeridas pelo zooplâncton³. Problemas de natureza nomenclatural e de morfologia da frústula (base para taxonomia e sistemática) são frequentes. Com o advento da microscopia eletrônica para o estudo da morfologia da parede celular nos anos 70, estes problemas começaram a ser elucidados, bem como foi possibilitada a descrição mais completa das ornamentações silicosas na frústula, embora as incertezas devido à descrições incompletas ainda sejam frequentes.

Experimental

As amostragens foram realizadas com redes de plâncton com 17µm de malha durante a primavera/verão de 1709/1710, em 5 pontos na Baía do Almirantado (Ilha Rei George). A preparação de amostras para microscopia seguiu Hasle & Fryxell (1970)¹. Lâminas para microscopia ótica foram preparadas com resina Naphrax. Para microscopia eletrônica, as amostras já lavadas com água destilada foram adicionadas em stubs de alumínio, secas e recobertas com ouro, e observadas em MEV Jeol 6360LV à 15-17 Kv.

Resultados e Discussão

Um total de 66 táxons infra-genéricos foi determinado nas 47 amostras analisadas, e distribuídos em 30 gêneros. A riqueza em espécies correspondeu aos resultados encontrados em obras recentes, indicando ainda uma microflora de baixa diversidade quando comparada à de regiões temperadas e tropicais. As espécies bentônicas de *Licmophora*, *Fragilariopsis*, *Cocconeis* e *Navicula* predominaram sobre as planctônicas como *Thalassiosira* e *Coscinodiscus* (registradas em outros

trabalhos), revelando forte influência de eventos que promovem a ressuspensão do fundo (Ahn et al., 1997). As espécies *Fragilariopsis* spp., *Pinnularia quadaratea* e *Navicula glaciei* foram as mais abundantes. Quatro espécies de *Licmophora* e 1 de *Cocconeis* ainda não haviam sido estudadas em MEV, melhorando o conhecimento das diatomáceas antárticas.

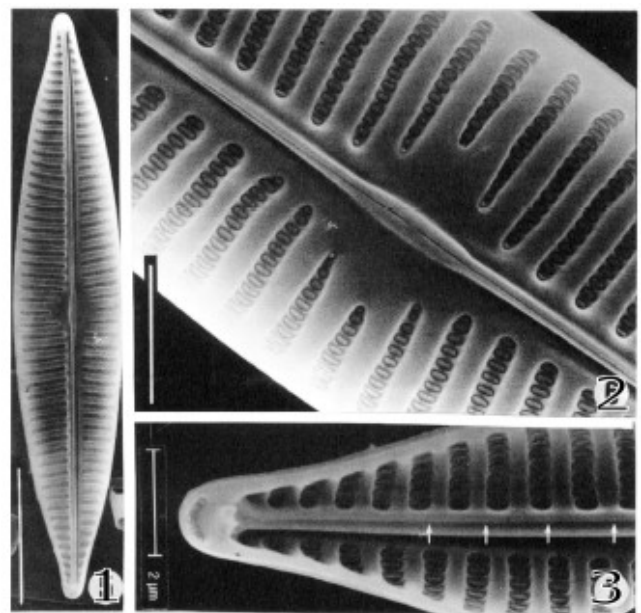


Fig.1: *Navicula directa*. Vista da valva. Fig.2: Vista interna do centro, mostrando rafe e área central. Fig.3: Vista interna, com fissura terminal da rafe

Conclusões

Cinco descrições inéditas de diatomáceas da Antártica. Riqueza em espécies reduzida. Espécies bentônicas predominaram sobre as planctônicas, indicando influência de processos de ressuspensão do fundo marinho.

Agradecimentos

Ao Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR. Financiador: INCT-APA, CNPq proc. no. 574018/1708-5, FAPERJ proc. no. E-26/170.023/1708.

REFERÊNCIAS

- ¹Hasle, G. and Fryxell, G.; Trans.Am.Micr.Soc. 1970 89, 469-474..
- ²Medlin, L. and Priddle, J.; Polar marine diatoms. Brit. Ant. Surv. 1990 214p.
- ³Ligowski, R.; Polar Biol. 1700 23(9), 619-625

ALTERAÇÕES HISTOPATOLÓGICAS NA ESTRUTURA BRANQUIAL DE PEIXES ANTÁRTICOS EXPOSTOS A AGENTES ESTRESSORES

Maria Rosa Dmengen Pedreiro de Souza¹, Cintia Machado¹, Priscila Krebsbach Kandalski¹ e Lucélia Donatti^{1*}.

¹Laboratório de Biologia Adaptativa, Departamento de Biologia Celular, Universidade Federal do Paraná, Av. Cel. Francisco H. dos Santos, s/n, Jardim das Américas, 19031, CEP: 81531-970, Curitiba, Paraná, Brasil.

Introdução

O crustáceo *Euphausia superba*, o krill, possui posição central na malha trófica do ambiente antártico e devido ao bioacúmulo de fluoreto no seu exoesqueleto pode ocorrer a biomagnificação desse íon no tecido ósseo dos animais Antárticos que dele se alimentam. Esta fluorose desencadeia mecanismos moleculares, bioquímicos e morfológicos que podem, dependendo da magnitude, levar o animal à morte.¹ Além disso, os registros climáticos dos últimos quarenta anos indicam um aumento de temperatura na Península Antártica², este fato expõe os animais da região à estresse térmico e hiposmótico. Assim, este trabalho teve por objetivo estudar comparativamente o efeito do fluoreto administrado via entérica (alimentação) e via peritoneal (injeção), sobre a estrutura branquial dos peixes Antárticos *Notothenia rossii* e *Notothenia coriiceps* frente ao aumento de temperatura e redução de salinidade.

Experimental

N. rossii e *N. coriiceps* foram capturados na Baía do Almirantado, Ilha Rei George, no Arquipélago de Shetlands do Sul. Posteriormente, os peixes foram submetidos aos experimentos: grupo controle ($0 \pm 0,5^\circ\text{C}$ e salinidade de 35) e grupos experimentais ($4 \pm 0,5^\circ\text{C}$, salinidades de 35 e 17 e fluoreto via entérica e peritoneal - 15mg/Kg), durante 11 dias. Após o experimento, os peixes foram anestesiados e amostras do tecido branquial foram retiradas e fixadas em ALFAC, para o processamento em microscopia de luz e em Karnovsky³ para o processamento em microscopia eletrônica (transmissão e varredura). As alterações histopatológicas analisadas, em todas as situações experimentais, foram: descolamento e hipertrofia das células do epitélio respiratório, hiperplasia do epitélio interlamelar, aneurisma, vacuolização e desestruturação das lamelas secundárias.⁴

Resultados e Discussão

As análises histológicas e ultraestruturais indicam que *N. rossii* e *N. coriiceps* possuem a estrutura branquial padrão descrita para outros peixes teleosteos. Alterações como a vacuolização e hipertrofia não foram observadas. Já, descolamento, hiperplasia, aneurisma e desestruturação das lamelas

secundárias, foram as alterações histopatológicas observadas, em maior ou menor porcentagem, dependendo da situação experimental. Maiores porcentagens de ocorrência, geralmente, foram observadas em *N. rossii* quando comparada a *N. coriiceps*. A ocorrência de aneurismas é um exemplo deste fato, uma vez que esta alteração foi observada em aproximadamente 40% dos espécimes de *N. rossii* submetidos a 4°C em ambas as salinidades, com fluoreto via entérica, e em 80% de espécimes de *N. rossii* submetidos a 4°C e salinidade de 35 e ausência de fluoreto. Já, em *N. coriiceps*, a incidência de aneurisma foi observada em 14% dos animais submetidos a 0°C e salinidade de 17, com fluoreto via entérica e em 28% dos animais submetidos a 0°C e salinidade de 17 com fluoreto via peritoneal. O descolamento do epitélio respiratório foi observado em todos os animais analisados. Já, a hiperplasia foi a alteração com menor ocorrência em ambas as espécies, não sendo observada em algumas condições experimentais.

Conclusões

Sob efeito do estresse térmico e salino *N. rossii* apresentou mais histopatologias quando comparada à *N. coriiceps*. A administração de fluoreto via entérica ou peritoneal, não influenciou o surgimento das patologias observadas neste trabalho. As alterações brânquiais relatadas neste estudo não são específicas para uma única classe de agente agressor (Mallat, 1985), podendo ser resultado do estresse térmico e salino ao qual os animais deste trabalho foram submetidos.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001 e PROANTAR - Programa Antártico Brasileiro

REFERÊNCIAS

- ¹Camargo, J.A.: Chemosphere 50, 251-264. 1703.
- ²Oliva, M.; et al. Sci. of the Total Environ., 1716. doi:10.1026/j.scitotenv.1716.12.030
- ³Karnovsky, M.J.A. J. of Cell Biol., 1965. 27, 137-138.
- ⁴Mallat, J.; Can j fish aquat sci, 1985, 42, 630-648.

USO DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA NA IDENTIFICAÇÃO DE ALTERAÇÕES MORFOLÓGICAS EM ERITRÓCITOS DE PEIXES ANTÁRTICOS

Maria Rosa Dmengen Pedreiro de Souza¹, Tania Zaleski¹, Cintia Machado¹, Priscila Krebsbach Kandalski¹, Mariana Forgati¹, Tatiana Herrerias¹, Cláudio Adriano Piechnik¹ e Lucélia Donatti^{1*}.

¹Laboratório de Biologia Adaptativa, Departamento de Biologia Celular, Universidade Federal do Paraná, Av. Cel. Francisco H. dos Santos, s/n, Jardim das Américas, 19031, CEP: 81531-970, Curitiba, Paraná, Brazil.

Introdução

O uso de eritrócitos de peixes como um biomarcador torna-se interessante principalmente porque a análise do material é possível sem a necessidade de sacrifício de animais. Assim, este trabalho propõe avaliar o efeito do estresse térmico sobre a morfologia celular e nuclear em eritrócitos de duas espécies endêmicas de peixes antárticos, *Notothenia coriiceps* e *Notothenia rossii*. Ambas as espécies são filogenéticas e ambientalmente semelhantes e abundantes na Baía do Almirantado, um local de pesquisa brasileira na península Antártica. Estudos sobre mudanças climáticas nesta região relataram observações de aquecimento acelerado, nos últimos 60 anos².

Experimental

N. rossii e *N. coriiceps* foram capturados na Baía do Almirantado, Ilha Rei George, no Arquipélago das Shetland do Sul. Posteriormente, os peixes foram submetidos às condições experimentais: controle ($0 \pm 0,5^\circ\text{C}$) e experimental ($8 \pm 0,5^\circ\text{C}$), durante 1, 3 e 6 dias. Após o experimento, os peixes foram anestesiados e amostras de sangue foram obtidas com heparina por punção venosa caudal. Os eritrócitos foram obtidos por centrifugação de sangue total. Parte dos eritrócitos foi fixada em Karnovsky³. As análises quantitativas foram realizadas com o uso de microscopia de luz (ML)⁴, e os eritrócitos classificados com alteração de forma celular, formação de vesículas na membrana plasmática, presença de micronúcleos, formação de bolhas nucleares e núcleos fissurados⁵. Para confirmar as análises realizadas em ML, foram realizadas microscopia eletrônica de transmissão (MET) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Resultados e Discussão

Ao comparar as alterações morfológicas nos eritrócitos das duas espécies, as respostas apresentadas foram diferentes. Em *N. coriiceps*, as alterações morfológicas aparecem no primeiro dia de exposição a 8°C , enquanto em *N. rossii* as alterações aparecem após 3 dias. No entanto, a maior ocorrência

de alterações celulares e nucleares devido ao estresse térmico foi detectada em *N. coriiceps*, sendo observada em todos os tempos de exposição (1, 3 e 6 dias), enquanto em *N. rossii* o maior número de alterações ocorreu em 6 dias. Estes resultados sugerem que *N. coriiceps* apresenta menor tolerância ao estresse térmico a 8°C por até 6 dias, uma vez que as alterações celulares e nucleares registradas são patológicas e podem ser deletérias às células. As alterações, observadas neste estudo, assemelham-se às encontradas em espécimes expostos a distúrbios ambientais, incluindo o estresse térmico em nototenídeos⁶.

Conclusões

O uso de metodologias envolvendo análises morfológicas mostrou-se importante biomarcador e deve ser utilizado com maior frequência em estudos de estresse em peixes. Entre os marcadores morfológicos analisados neste trabalho, acreditamos que a mudança de forma e a formação de bolhas nucleares podem ser bons biomarcadores de estresse em eritrócitos de *N. rossii* e *N. coriiceps*. Uma vez que ambas as alterações apareceram nas duas espécies e ocorrem nos tempos inicial e final de estresse.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001 e do PROANTAR – Programa Antártico Brasileiro

REFERÊNCIAS

- ¹Raga, G.; et al. Environ. Biol. Fishes, 1715. 97, 1-14. doi: 10.1007/s10641-014-0311-2.
- ²Oliva, M.; et al. Sci. of the Total Environ., 1716. doi:10.1026/j.scitotenv.1716.12.030
- ³Karnovsky, M.J.A. J. of Cell Biol., 1965. 27, 137-138.
- ⁴Rios, F.S.: Guanabara-Koogan. 1710.
- ⁵Grisolia, C.K.; et al. Gen. and Mol. Biol., 1709. 32, 138-143. doi:10.1590/S1415-47571709005000009
- ⁶Zafalon-Silva, B.; et al. Polar Biol, 1717. doi: 10.1007/s00300-017-1799-y

CARACTERES DIAGNÓSTICOS DE *LIOGENYS* GUÉRIN-NENEVILLE, 1831 (COLEOPTERA:MELOLONTHIDAE) DESCOBERTOS COM AUXÍLIO DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Mariana Alejandra Cherman¹, Kleber Makoto Mise¹, Lúcia M. Almeida^{1,2}

¹Laboratório de Sistemática e Bioecologia de Coleoptera, Departamento de Zoologia, Universidade Federal do Paraná, Caixa Postal 19030, 81581-980, Curitiba, Paraná, Brasil. E-mails: marianabioar@gmail.com; klebermise@yahoo.com.br; lalmeida@ufpr.br

²Fellow of the Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq)

Introdução

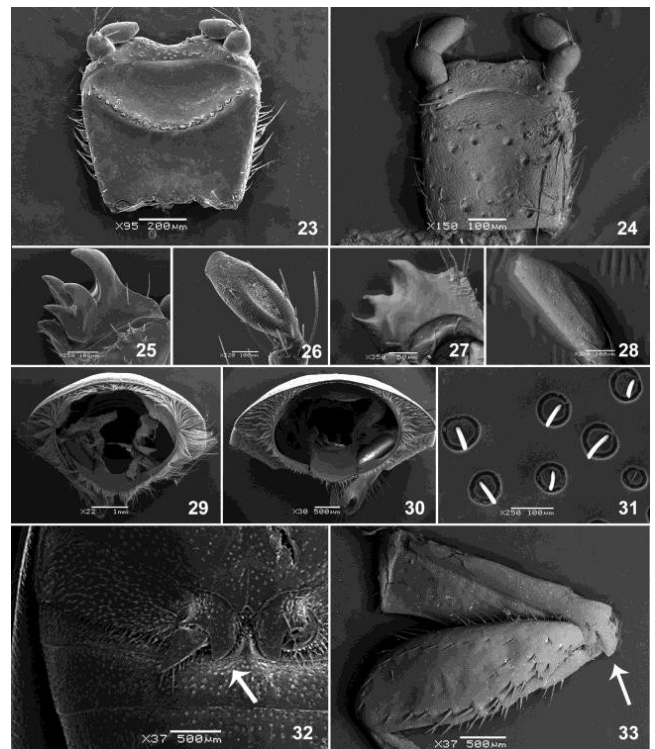
Liogenys Guérin-Méneville, 1831 é o principal gênero dentre os Diplotaxini Neotropicais, com 78 espécies distribuídas do Panamá ao sul da Argentina e do Chile, com exceção do Equador. Devido ao grande número de espécies, bem como sua importância agrícola, principalmente do Brasil, *Liogenys* foi redefinido e redescrito.

Experimental

Os espécimes examinados pertencem à Coleção Entomológica Pe. J. S. Moure, Departamento de Zoologia, UFPR e a várias instituições nacionais e internacionais. As imagens de microscopia eletrônica de varredura produzidas no Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFPR foram importantes para ilustrar os caracteres diagnósticos dos gêneros, além das diferenças de espécies.

Resultados e Discussão

Liogenys é um gênero sul-americano com 79 espécies. Apenas uma espécie foi coletada na Sicília. No entanto, esta espécie deve ter sido ocasionalmente introduzida desde América do Sul. *Liogenys* ocorre do Panamá, norte da Colômbia e noroeste da Venezuela até o sul da América do Sul, incluindo o Chile e Argentina. As espécies ocorrem em quase todos os ambientes biogeográficos e em altitudes de até 4.100 m na Bolívia e 4.000 m em Chiriquí, Panamá. A riqueza de espécies concentra-se principalmente no Brasil, com 50 espécies das quais 25 são novas ou estão em fase de descrição (Cherman et al., 1717). A Argentina é outro país rico em espécies, com 33 conhecidas e mais 10 estão sendo atualmente descritas. Não há registros de *Liogenys* do Equador. Durante a revisão do gênero foram realizados atos nomenclaturais: cinco novas sinonímias e 19 designações de lectótipos. Novos registros de distribuição geográfica para 19 espécies são apresentados, e uma chave de gêneros de Diplotaxini para o Novo Mundo e de espécies de *Liogenys* brasileiras.



Figuras 23–24 Lábio. 23 *Liogenys palpalis*, 24 *L. sinuaticeps*, 25–28 Dentes da maxila e palpomero distal, 25–26 *L. bidenticeps*, 27–28 *L. sinuaticeps*, 29–30 Pronoto, vista posterior, 29 *L. palpalis*, 30 *L. bidenticeps*, 31 *L. bidenticeps* pontuação pigidial, 32–33 lobo basal, 32 *L. bidenticeps*, 33 *L. sinuaticeps*.

Conclusões

A contribuição das imagens para o trabalho foi a descoberta de caracteres morfológicos nunca antes utilizados para separar gêneros.

Agradecimentos

Ao Programa de Estudantes Convênio de Pós-Graduação (PEC-PG-CAPES) e ao CNPq pelas bolsas, ao Centro de Microscopia Eletrônica (UFPR) pelas imagens de varredura.

REFERÊNCIAS

Cherman MA, Mise KM, Morón MA, Vaz-de-Mello, FZ, Almeida LM (1717) A taxonomic revision of *Liogenys* occurring in Brazil with an interactive key and remarks on New World Diplotaxini (Coleoptera, Melolonthidae). ZooKeys 699: 1-117

DIFERENÇAS NA GLÂNDULA DA SEDA DE *Bombyx mori* (Lepidoptera - Bombycidae) NO DECORRER DO DESENVOLVIMENTO LARVAL

Marilucia Santorum¹, Daniela Carvalho dos Santos^{1,2}

¹Laboratório de Insetos, Departamento de Morfologia, Instituto de Biociências de Botucatu, UNESP, SP, Brasil. E-mail: mari_santorum@hotmail.com.

²Centro de Microscopia Eletrônica, Instituto de Biociências – UNESP - Botucatu, SP.

Introdução

A glândula da seda (GS) em *Bombyx mori* é responsável pela produção das proteínas da seda e formação do casulo. É uma estrutura par e simétrica, que se estende desde o segmento labial até região caudal. Esta glândula produz um produto comercializado mundialmente, a seda. O inseto em questão representa uma espécie de interesse econômico para os países envolvidos na produção e comercialização da seda. Tal estudo teve como objetivo caracterizar a morfologia da GS de lagartas de 3°, 4° e 5° instar de *B. mori*.

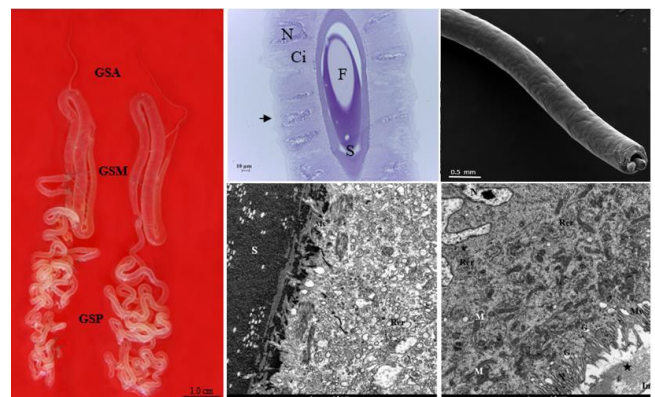
Experimental

Lagartas de *B. mori* no 3°, 4° e 5° instar foram anestesiadas e de acordo com o posicionamento da GS coletadas nas regiões anterior (RA), média (RM) e posterior (RP) e processadas convencionalmente para técnicas de microscopias de luz e eletrônicas.

Resultados e Discussão

A GS apresentou 3 regiões anatômicas distintas, com diferenças morfofuncionais ao longo do comprimento (Fig. 1), porém encontramos dificuldade em separar as RA, RM e RP no 3° instar larval, uma vez que nesta fase ainda era pequena e pouco desenvolvida, optamos assim, em deixá-la inteira neste instar e dividi-la a partir do 4°, onde apresentou aumento gradativo. Em geral, a GS é formada por epitélio simples constituído de células com pequenas microvilosidades recobertas por íntima delgada (Fig. 2-5). Na região basal observou-se discretas invaginações da membrana plasmática e lâmina basal fina, com traqueias que permeiam o órgão. Encontramos algumas especificidades entre as regiões e instares: no 3° instar, as células apresentaram núcleo central e volumoso, com cromatina descondensada e numerosos nucléolos. Visualizou-se abundante RER, complexos de golgi do tipo vesicular, mitocôndrias esparsas e vacúolos contendo material filamentososo, com secreção de filamentos em direção ao lúmen, onde visualizamos as proteínas da seda, sericina e fibroína. No 4° instar, a RA apresentou o tubo com diâmetro maior que no 3°. Formada por células grandes e altas, com núcleos ramificados. No lúmen, a sericina apresentou-se elétron-densa e homogênea depositada mais próxima à superfície das células, rodeando a camada mais central, formada por material finamente filamentososo, a fibroína (Fig. 4). Na RM, as células continuaram grandes, porém alargadas e mais baixas do que na RA, com núcleos grandes e bem ramificados. No lúmen havia presença de

sericina e pouca fibroína. A RP revelou células com morfologia variáveis, geralmente mais baixas e com núcleos mais ramificados. A fibroína estava presente no lúmen. No 5° instar, o tubo apresentou maior diâmetro, formado de células maiores com núcleos menos ramificados. Nas RA e RM, observou-se maior quantidade de sericina e fibroína do que nos instares anteriores. A RP apresentou características similares a RM, com citoplasma mais rico em organelas, principalmente RER.



Figs. 1-5. GS de lagarta de *B. mori*. **1.** Fotografia da GS no 5° instar. Região Anterior (GSA), média (GSM) e posterior (GSP). **2.** Fotomicrografia da RA no 4° instar, células apoiadas sobre a lâmina basal (seta). Citoplasma (Ci), núcleo ramificado (N), sericina (S) e fibroína (F) no lúmen. **3.** Eletromicrografia em MEV, aspecto geral da RA de 5° instar, notar a presença de proteína da seda no interior do tubo. **4-5.** Eletromicrografias em MET da GS no 4° instar. Em 4, RA com detalhes da região apical da célula, com microvilosidades (Mv), porém sua visualização fica dificultada pela presença de vesículas secretoras (V) e no lúmen a presença de sericina. Reticulo endoplasmático rugoso (RER). Em 5, RM, notar secreção de filamentos emaranhados () em direção ao lúmen e íntima (In). Complexo de Golgi vesicular (G).

Conclusões

Há diferenças entre as regiões da GS de *B. mori* no decorrer do seu desenvolvimento larval, principalmente no 5° instar. Isso se deve à alta biossíntese e secreção da seda realizada pelas células da GS nesta fase do ciclo de vida do inseto, na qual se dá o início da construção de seu casulo.

Agradecimentos

FAPESP (1715/07119-9) (Brasil).

Centro de Microscopia Eletrônica do IBB - UNESP-Botucatu, SP, Brasil.

REFERÊNCIAS

¹Dhawan, S.; et al. Dev. Gen. and Ev. 1703 213, 435-444.

CHARACTERIZATION OF *ARAUCARIA ANGUSTIFÓLIA* SEED STARCH AND ITS MORPHOLOGY

Laisa P. Pelizzar¹, Michelle Heck Machado¹, Deise H. Baggio Ribeiro¹

¹Federal University of Santa Catarina. Food Science and Technology Department. Rod. Ademar Gonzaga 1346. Itacorubi. Florianópolis. SC. Brazil. deise.baggio@ufsc.br

Introduction

The *Araucaria angustifolia* seeds (pinhão) processing allows to value and extend the offer period. The current research purpose was to study the raw pinhão flour, its starch content and morphologic properties.

Experimental

The pinhões utilized were originated from São José do Cerrito (SC - Brazil). The sample was obtained in the end of March, and beginning of April, and selected to exclude the mechanically damaged seeds or attached by insects or fungi, visually deteriorated. It maintained under refrigeration for 7 days.

For drying, the pinhões were chopped in small slices of 0.5 cm, spread on a tray and placed to drying in oven with circulation and renewal of forced air, TECNAL brand, model TE – 394/2, maintaining the air renewal constant.

The dehydrated material was mashed in mill, model AKA 11 basic, and thus, sifted in 60 mesh sieve to standardize the grain size.

The amylose content was determined according to the colorimetric procedure¹. The absorbance reading of the solutions was performed with spectrophotometer UV-visible (Gold spectrumlab 53 UV-Vis spectrophotometer, BEL photonics, Brazil) at 625 nm,

To perform Scanning Electronic Microscopy, approximately samples were placed on double sided carbon tape fixed on the aluminium supports (stubs) and covered with a thin layer of gold using polarina E5000. The micrographs were recorded in scanning electronic microscope model JEOL JSM- 6390LV, in magnifications of 300, 600, 1000, 1500 and 1700 times, operating in the range of 10 kV (Central Laboratory of Scanning Electronic Microscopy, Federal University of Santa Catarina).

Results and Discussion

The pinhões starch extraction yield was of 19.3%, and the amylose content determined in the fresh pinhão was 12.9 %.Variation on result in starch granules with different psychochemical and functional properties, defining their use in food or industrial applications. Besides the variations in the starch properties can occur due to the place of cultivation, as well as the sampling.

Regarding the morphology of the pinhão starch granule, it was possible to evidence that the

predominant geometric shapes are oval and rounded. The characteristic size (medium diameter) is between 15 and 25 µm. The size and shape of the starch granule were similar to others found in previous studies^{2,3}. It was also possible to observe that the surface of the granules is smooth, without presenting irregularities or erosion. According to some authors, the presence of surface pores in the starch granules may affect the reactivity of the starch when it is chemically modified, as well as its functional and physicochemical².

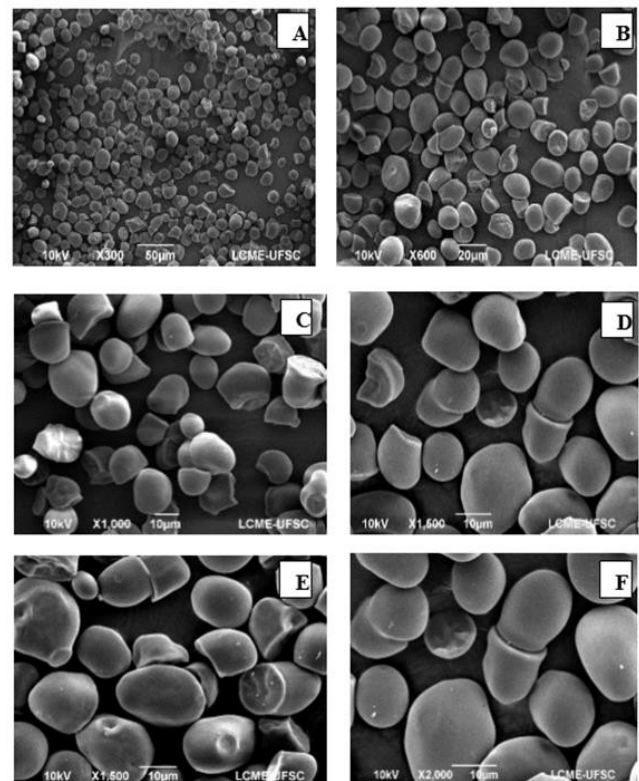


Figure - Micrographs obtained by scanning electronic microscopy of pinhão starch. A, B, C, D, E and F are enhanced in 300x e 600x, 1000x, 1500x and 1700x.

Conclusion

It was evidenced through the MEV images that pinhão starch has predominant geometric shapes were oval and rounded. Furthermore, that the granule surface is smooth, without irregularities and erosion.

REFERENCES

- ¹W, P. C., et al. Cereal Chemistry, v. 7, p. 412-417, 1970.
- ²B, L. A.; et al., Starch/ Stärke, v. 58, p. 283-291, 1706.
- ³C, L.C.; et al. Starch – Stärke, v. 63, p. 198-178, 1711.

LEISHMANIOSE TEGUMENTAR AMERICANA (LTA), UMA VISÃO MICROSCÓPICA E MOLECULAR NO DIAGNÓSTICO CLÍNICO^d

Patrícia Machado^a, Fabiano Borges Figueiredo^b, Jose Ederaldo Queiroz Telles^c, Flávio Queiroz Telles^d

E-mails: (a)patricia.machado.ufpr@gmail.com, (b)fabiano.figueiredo@fiocruz.br, (c)ederaldo@ufpr.br,

(d)queiroz.telles@uol.com.br

Complexo Hospital de Clínicas da UFPR(a,c,d), ICC-FIOCRUZ-PR(b), Departamento de Patologia Básica-PPGMPP-UFPR(a,d)

Introdução

A leishmaniose tegumentar americana (LTA) por *Leishmania (V.) braziliensis* e caracteriza-se imunologicamente pelo exagero das respostas celulares antileishmania e pela escassez de parasitos. A resposta proliferativa e a produção de *IFN-γ* e *TNF-α* estimuladas por antígenos de *Leishmania* em culturas de células mononucleares de sangue periférico também são significativamente maiores do que as observadas na leishmaniose cutânea (LC).⁽¹⁾ A LTA pode ser confundida clinicamente com várias enfermidades de etiologia infecciosa ou não. Em geral, as lesões mucosas são pauciparasitárias, apresentando reação tissular granulomasosa com infiltrado linfo histiocitário inespecífico. Métodos imuno histoquímicos e de biologia molecular são mais sensíveis e específicos que a histopatologia de rotina.⁽²⁾ A hipótese desse trabalho é de que o número de pacientes diagnosticados com LTA pode estar superestimado ou subestimado, já que uma parte dos pacientes suspeitos não teve um diagnóstico laboratorial, e com uma técnica molecular sensível será possível inferir um número real de paciente com LTA.

Experimental

A interação entre *Leishmania*-Macrófago sua morfologia podem ser observadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM). (Fig 2 e 3).

Fluxograma de diagnósticos LTA⁽⁷⁾

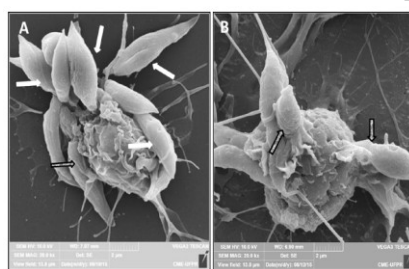
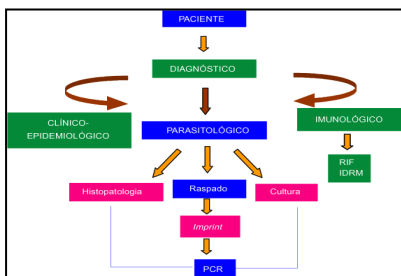


Fig.1: MIV - Após 30 minutos de interação entre Macrófagos e *Leishmania* - Em A, controle - H₂O, contendo cerca de 9 parasitas aderidos; e em B, M1 tratado, contendo cerca de 5 parasitas aderidos. Alguns parasitas são indicados por setas brancas e membranas de macrófagos em torno de parasitas parcialmente endocitados são indicados com setas pretas. As imagens foram obtidas em MEV VEGA3 LMU (Tescan, Kohoutovice, República Tcheca).⁽⁴⁾

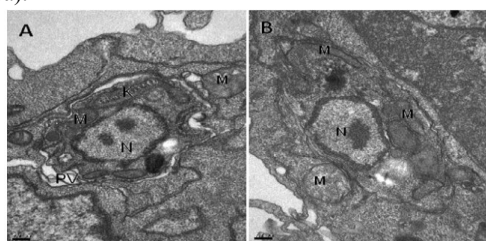


Fig 2: Microscopia eletrônica de transmissão de formas promastigotas de *Leishmaniaamazonensis* (A) parasita não tratado, mostrando a estrutura característica de cinetoplastídeos (K), bolsa flagelar (FP) e núcleo (N).⁽⁵⁾

Discussão de Resultados

A reação em cadeia da polimerase (PCR) é uma técnica sensível para a detecção de parasitas e o PCR em tempo real foi introduzido recentemente para detectar e / ou diferenciar organismos *Leishmania*, e com essa tecnologia, a monitorização da amplificação de seqüências de DNA específicas é conduzida à medida que a reação prossegue. O método tem o benefício de produzir resultados rapidamente e reduzir o risco de contaminação da amostra, causando falsos positivos e proporcionam maior sensibilidade do que testes sorológicos prévios e representam progresso significativo no nível de rastreamento, assim como no diagnóstico no acompanhamento pós-terapia.⁽³⁾

Conclusão e Perspectivas Futuras

O principal resultado esperado será a confirmação do diagnóstico de Leishmaniose dos casos previamente diagnosticado por PCR de amostras arquivadas no SAP-HC. Nos casos suspeitos, a confirmação da presença ou ausência do parasito será de grande importância na elucidação do diagnóstico. A inovação deste projeto, comparando ao estado da arte do conhecimento científico atual será a utilização de técnicas avançadas de pesquisa para o diagnóstico clínico, utilizando as amostras arquivadas e a mesma será revisada possibilitando o reconhecimento científico desse estudo que está sendo utilizado em outras pesquisas realizadas no Brasil (em alguns casos no mundo) com princípios e técnicas de biologia molecular.

Agradecimentos

Unidade de Vigilância em Saúde (UVS) e Serviço de Anatomia Patológica (SAP) do do Complexo Hospital de Clínicas da Universidade Federal do Paraná – UFPR, Instituto Carlos Chagas (ICC-FIOCRUZ-PR)- Fundação Oswaldo Cruz no Paraná e CAPES.

REFERÊNCIAS:

- ¹Da Leishmaniose Tegumentar, Edição eletrônica da 2ª edição do livro: Manual de Vigilância da Leishmaniose Tegumentar Americana, atualizado. Modo de Acesso: World Wide Web: ISBN 978-85-334-2474-6
- ²Quintella, L. P. et al. Proposal of a histopathological predictive rule for the differential diagnosis between American tegumentary leishmaniasis and sporotrichosis skin lesions. *British Journal of Dermatology*, v. 167, n. 4, p. 837-846, 1712.
- ³Mohammadiha, A. et al. Canine visceral leishmaniasis: a comparative study of real-time PCR, conventional PCR, and direct agglutination on sera for the detection of *Leishmania infantum* infection. *Veterinary parasitology*, v. 192, n. 1-3, p. 83-90, 1713.
- ⁴K.F. Nascimento et al. *Cytokine* 99 (1717) 80–90
- ⁵M.M. Rottini et al./*Experimental Parasitology* 148 (1715) 66–72
- ⁶An Bras Dermatol. 1706;81(6):541-8. Duarte ML, Rocha ML MC.
- ⁷Gontijo, Bernardo; Carvalho, Maria de Lourdes Ribeiro de. Leishmaniose tegumentar americana. *Rev. Soc. Bras. Med. Trop.*, Uberaba, v. 36, n. 1, p. 71-80, Jan. 1703.

EUNOTIACEAE KÜTZING (BACILLARIOPHYCEAE): MORPHOLOGICAL VARIATION OF THE RIMOPORTULA.

Paula Carolina Ferreira¹, Thelma Alvim Veiga Ludwig¹

¹Laboratório de Ficologia, Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR, Brasil.

Introduction

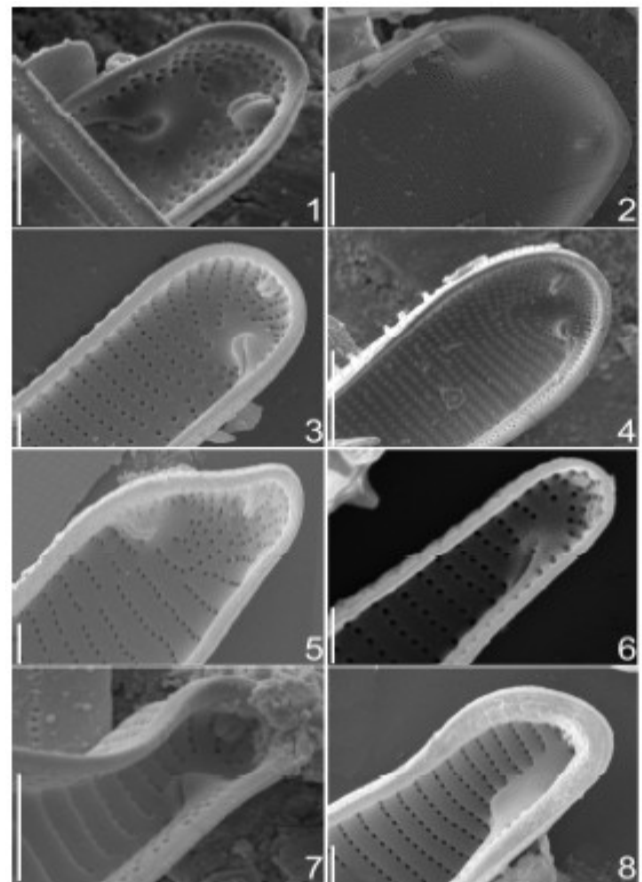
The frustule complex ornamentation are fundamental for diatom identification in different taxonomic levels¹. The valve features are often difficult to visualize under light microscopy (LM), hence scanning electron microscopy (SEM) becomes an essential tool to reveal diatom ultrastructure. The rimoportula consists of a single opening that connects the internal to the external valve side. Internally, this structure may be lip-like and externally formed by a simple opening in Eunotiales. Rimoportula extrudes polysaccharides for cell-cell or cell-substrate adhesion². The significance of rimoportulae in the evolution of the raphe raises interesting questions about the phylogenetic relationships between species of *Eunotia* and other taxa in the Eunotiophycidae. Restricted to centric and araphid diatoms, Eunotiales is the only raphid group with rimoportula³. Given the taxonomic importance placed on the rimoportula and the phylogenetic significance of the presence, absence and number of rimoportula we examined several specimens in more detail.

Experimental

Eunotioid diatom valves analysed from samples collected in Sergipe and Paraná state were observed, paying particular attention to presence, number and position of the rimoportula. Permanent slides were mounted with Naphrax® for analysis under light microscopy. Part of the material was deposited and dried on aluminum stubs, super-coated with gold and examined using a JEOL JSM 6360 scanning electron microscope (Electronic Microscopy Center of UFPR).

Results and Discussion

Rimoportulae were observed, described and illustrated in 31 species of the genus *Eunotia* Kutzing and two in the genus *Actinella* Lewis. Populations of different species of *Eunotia* presented one or two rimoportulae per valve. *Actinella* species have two rimoportulae per valve. A well developed rimoportulae was found in *Actinella* sp. (fig. 1) and a tiny one occurred in *E. elephas* (fig.2), opposite to helictoglossa. Rimoportulae are centralized at the valve apex in *A. brasiliensis*, *E. ambivalens*, and *E. julma* (figs 3-5) and parallel to helictoglossa in *E. juttnerae* (fig. 6). In some individuals, the structure is difficult to visualize due to the thick valve margins as in *E. herzogii* (fig. 7) and *E. carolina* (fig. 8).



Figs. 1-8. Fig. 1. *Actinella* sp. Fig. 2. *Eunotia elephas*. Fig. 3. *E. ambivalens*. Fig. 4. *E. julma*. Fig. 5. *A. brasiliensis*. Fig. 6. *E. juttnerae*. Fig. 7. *E. herzogii*. Fig. 8. *E. carolina*. Scales bars. Figs. 3; 6; 8. 1 µm. Figs. 1; 5; 7. 2 µm. Figs. 2; 4. 5 µm.

Conclusion

The rimoportula is relatively varied in relation to its number and position in species of the Eunotiaceae family. Certainly it can be considered an important diacritical taxonomic feature in the eunotioids group.

Acknowledgment

To Electron Microscopy Center - CME - BL/UFPR.

REFERENCES

- ¹Bold, H.C.; Wynne, M.J. 1985. Introduction to the Algae. Structure and Reproduction. Engl. Cliffs. New Jersey, Prentice-Hall.
- ²Round, F.E.; Crawford, R.M.; Mann, D.G. 1990. Camb. Univer. Press, Cambridge, England.
- ³Sims P.A.; Mann D.G.; Medlin L.K. 1706. Evolution of the diatoms: insights from fossil, biological and molecular Phycologia, 45: 361–402.

ULTRAESTRUTURA E BIOLOGIA MOLECULAR: ANÁLISES COMPLEMENTARES NA TAXONOMIA DE DIATOMÁCEAS

Raquel C. Marra¹, Beatriz Santos¹, Daniele P. Hammer¹, Matheus F. Passos¹, Vanessa Kava¹, Thelma V. Ludwig²

¹Universidade Federal do Paraná, Ciências Biológicas, Curitiba, PR, Brasil - ¹DPGEN; ²DBOT

Introdução

A identificação das diatomáceas, tradicionalmente, é dependente da observação minuciosa das ornamentações da frústula. Algumas estruturas morfológicas não são discerníveis em microscopia de luz (ML). E a observação das ultraestruturas através da microscopia eletrônica é fundamental para a taxonomia. Nos últimos anos, a eficiência comprovada do poder discriminatório da sistemática molecular, possibilitou o uso crescente desta abordagem nas descobertas e delimitações de espécies de diatomáceas. No entanto estudos filogenéticos baseados em marcadores de DNA para diatomáceas ainda estão em fase inicial. Pois, no caso destas microalgas, existem poucas sequências submetidas em banco de dados. E em alguns casos estas sequências ainda não estão publicadas, dificultando a identificação de várias espécies pela biologia molecular. Portanto, é essencial a identificação baseada em morfologia. Logo, a identificação taxonômica adequada para espécies de diatomáceas ainda é dependente da microscopia eletrônica de varredura (MEV). O gênero *Brachysira* possui 121 espécies aceitas¹ e as mais comuns no Brasil são: *B. brebissonii*; *B. exilis*; *B. neoexilis*; *B. serians* e *B. vitrea*². O objetivo do presente estudo foi identificar a espécie do isolado LGMA19, utilizando análises moleculares e morfológicas com auxílio de ML e MEV.

Experimental

Espécimes de diatomáceas foram isoladas de amostras coletadas em diferentes ambientes de água doce do Paraná e cultivadas em laboratório em meio Si-CHU. O isolado mais resiliente foi selecionado para identificação da espécie. Amostras do cultivo foram oxidadas e obtivemos imagens por ML e MEV. Para análise molecular, foi realizado sequenciamento parcial do gene *rbcL* pelo método de *Sanger*. Com a sequência obtida e com sequências disponíveis em bancos de dados, uma árvore filogenética foi gerada por Inferência Bayesiana (Mr. Bayes).

Resultados e Discussão

A linhagem com melhor crescimento foi identificada como *Brachysira brebissonii*. Foi gerada uma árvore filogenética utilizando sequências de espécies representativas da ordem, considerando que os dois gêneros da família Brachysiraceae possuem apenas seis sequências disponíveis, das quais três não publicadas. A análise filogenética (*rbcL*) não apresentou suporte para identificação da espécie, confirmou-se apenas o gênero (fig. 1). A identificação da espécie foi possível pela morfologia^{3,4} com base

em MO e MEV: valvas elíptico-lanceoladas; ápices capitados a rostrados; compr. 10,06-19,59 µm; larg. 5,76-6,91 µm; 17,0-22,0 estrias em 10 µm (fig. 2).

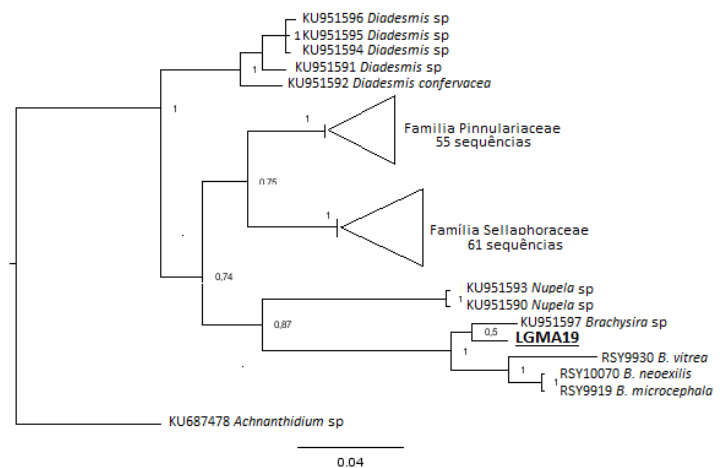


Figura 01. Árvore filogenética da ordem Naviculales.

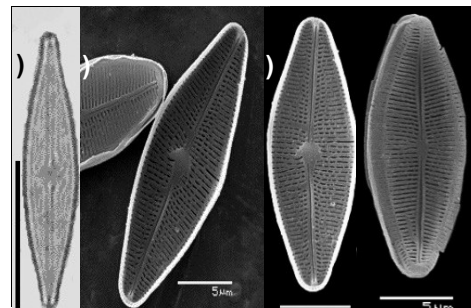


Figura 02. Imagens do isolado 19 (*Brachysira brebissonii*): a) vista valvar (MO), escala = 10 µm; b-c) vista interna (MEV) e d) vista externa (MEV)

Conclusões

Dados moleculares deram suporte para definição do gênero e a identificação da espécie foi possível com auxílio da MEV. O isolado LGMA19 refere-se à *B. brebissonii*. Atualmente, o uso de sequências de DNA mostram-se complementares ao uso de dados morfológicos. Espera-se que com o depósito de novas sequências, mais espécies sejam identificadas com facilidade por meio de marcadores moleculares.

Agradecimentos

Aos departamentos de Genética, Botânica e ao Núcleo de Pesquisa e Desenvolvimento Autossustentável (Npdeas) - UFPR. E a toda equipe do CME/UFPR.

REFERÊNCIAS

- ¹<http://www.algaebase.org>;
- ²<http://floradobrasil.jbrj.gov.br>
- ³Krammer, K. et al. Süßwasserflora von Mitteleuropa. v.2, 1986.
- ⁴Siver, P.A.; Hamilton, P.B. Iconogr. v.22, 1711.

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA COM EXTRATO AQUOSO DE *ZINGIBER OFFICINALLE*

Robson Schimandei Novak¹; Josiane de Fátima Padilha de Paula¹; Patricia Mazureki Campos¹

¹Universidade Estadual de Ponta Grossa – Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas

Introdução

A pele é um órgão complexo com capacidade de autorrenovação, que atua como uma barreira, protegendo os órgãos internos da desidratação, de microrganismos patogênicos, de impactos mecânicos e de danos por agentes físicos e químicos.

Tendo isso como base, o objetivo deste trabalho foi desenvolver e caracterizar filmes de quitosana incorporados com nanopartículas de prata desenvolvidas através de síntese verde com extrato aquoso de *Zingiber officinale*, propondo um novo modelo de método de cicatrização.

Experimental

Para o preparo do extrato aquoso de *Zingiber officinale* utilizou-se 50g de Gengibre e 100 mL de água destilada. O extrato foi aquecido até 80°C e deixado em repouso por decocção durante 1 hora. Preparou-se a solução aquosa de nitrato de prata 1 mmol.

Utilizou-se o método da síntese verde para se obter as nanopartículas.

Para a preparação do filme de quitosana, utilizou-se o método de *casting*, incorporando as nanopartículas de prata durante o processo.

Resultados e Discussão

Obtiveram-se nanopartículas de prata pelo método verde utilizando uma luz artificial expondo a mistura do extrato aquoso de *Zingiber officinale* com a solução de nitrato de prata 1 mmol na proporção de 4:1. As melhores nanopartículas obtidas que foram caracterizadas e posteriormente utilizadas para a preparação do filme foram as que sofreram tempo de reação com a luz de 42 minutos. Estas, apresentaram boas características de estabilidade e tamanho médio de 89 nm.

Os filmes de quitosana obtidos apresentaram aparência uniforme e superfície lisa porosa, com vários poros/mm² visíveis ao FEG (Microscópio eletrônico de força atômica).

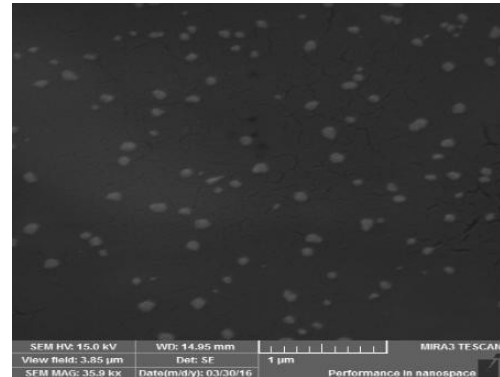


Figura 1 – Imagem de FEG de nanopartículas de prata com extrato aquoso de Gengibre.

Também apresentaram um resultado uniforme com média de 1,2535 N de força máxima com um desvio padrão de 0,2859 no teste de tração e tensão máxima média de 0,7373 N/mm², resultados que caracterizam um filme de quitosana estável e resistente (HERMANS et al., 1714).

Conclusões

Foram obtidos filmes a partir das 52 formulações propostas e de cada grupo foi escolhido um representante, que entre todos apresentou as melhores propriedades mecânicas e de estabilidade. A glicerina apresentou um bom efeito plastificante nas formulações, dando maior resistência e estabilidade aos filmes.

Agradecimentos

Quero agradecer primeiramente à Deus, minha família, minha orientadora e coorientadora e ao financiamento da fundação CAPES.

REFERÊNCIAS

- Antunes, B. P. et al. Chitosan/arginine–chitosan polymer blends for assembly of nanofibrous membranes for wound regeneration. *Carbohydrate Polymers*, v. 130, p. 104-112, 1715.
- Cardoso, C. R. et al. Oleic acid modulation of the immune response in wound healing: A new approach for skin repair. *Immunobiology*, v. 216, p. 409-415, 1711.
- De Cicco, F. et al. Nanospray technology for an in situ gelling nanoparticulate powder as a wound dressing. *International Journal of Pharmaceutics*, v. 473, p. 30-37, 1714.
- Hermans, K. et al. Development and characterization of mucoadhesive chitosan films for ophthalmic delivery of cyclosporine A. *International Journal of Pharmaceutics*, v. 472, p. 10-19, 1714.
- Kim, J. O. et al. Nitric oxide-releasing chitosan film for enhanced antibacterial and in vivo wound-healing efficacy. *International Journal of Biological Macromolecules*, v. 79, p. 217-225, 1715.
- Ribeiro, M. P. et al. Dextran-based hydrogel containing chitosan microparticles loaded with growth factors to be used in wound healing. *Materials Science and Engineering C*, v. 33, p. 2958-2966, 1713.

ULTRAESTRUTURA DA POLPA E DOS POLISSACARÍDEOS DO FRUTO DE GABIROBA (*Campomanesia xanthocarpa* Berg)

Sarah da Costa Amaral¹, Shayla Fernanda Barbieri¹, Isabela Dias¹, Célia Regina Cavichiolo Franco², Joana Léa Meira Silveira^{1*}

¹ Universidade Federal do Paraná, Departamento de Bioquímica e Biologia Molecular, 81.531-980, Curitiba-PR, Brasil.

² Universidade Federal do Paraná, Departamento de Biologia Celular, 81531-980 Curitiba, PR, Brasil

*Autor para correspondência. E-mail: jlms12@yahoo.com ou jlms12@ufpr.br; Tel.: +55-41-3361-1665.

Introdução

Campomanesia xanthocarpa Berg (gabiropa) é uma espécie nativa pouco explorada, pertencente a família Myrtaceae. 17% da polpa de gabiropa correspondem a sólidos totais, principalmente fibras. A composição química das fibras são majoritariamente formadas por polissacarídeos, os quais são amplamente utilizados na indústria alimentícia e farmacêutica como estabilizantes, agentes geleificantes e prebióticos². O objetivo desse trabalho foi analisar a ultraestrutura da polpa de gabiropa e dos polissacarídeos extraídos desta, visando compreender as características arquitetônicas desses materiais para o direcionamento de potenciais aplicações alimentícias ou biológicas.

Experimental

A polpa da gabiropa (PG) e os polissacarídeos bruto (PB) e purificado (PP) extraídos da polpa de gabiropa foram analisados por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) (VEGA3 LMU, Tescan), equipado com o detector SDD 80 mm² e com o software AZ Tech Advanced. As micrografias eletrônicas foram obtidas em 15 kV. Previamente as análises, os suportes metálicos com as amostras secas foram submetidas à metalização com ouro (SCD 030 – Balzers) de 10 nm de espessura, por 2 minutos e sob atmosfera de argônio.

Resultados e Discussão

A análise ultraestrutural da superfície da PG e dos padrões de polimerização dos polímeros (PB e PP) liofilizados estão ilustrados na figura 1. Na micrografia referente a PG (a), pode ser observado que esta apresenta uma arquitetura heterogênea composta por 2 interfaces: uma área densa formada por uma malha compacta e uma interface porosa, contendo fibras.

No padrão de polimerização de PB (b) observa-se dois padrões distintos de polimerização: uma das faces sendo plana, fina e lisa formando lamelas que se empilham e uma outra face irregular e heterogênea, com predomínio de padrão de polimerização semelhante à fibras que se interconectam, formando uma rede de aspecto tridimensional.

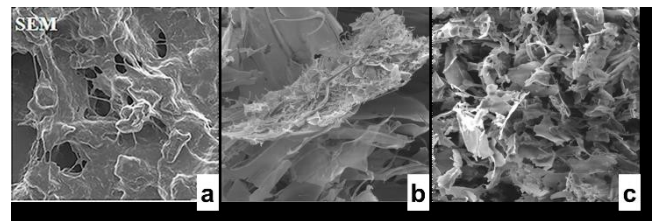


Figura 1. A imagem a representa a ultraestrutura de PG (Aumento de 700x) e as imagens b e c representam o padrão de polimerização da superfície externa de PB e PP (Aumento de 1000x). Esses resultados representam triplicatas.

Já para PP (c), visualiza-se um único padrão de polimerização, apresentando-se irregular e heterogêneo. Há um predomínio de pequenas lamelas de superfície lisa que se inter cruzam, sendo estas menores tanto em diâmetro quanto que em extensão quando comparado com as lamelas do PB.

Conclusões

PG apresentou ultraestrutura heterogênea onde foi possível observar a presença de fibras. PB apresentou dois padrões de polimerização distintos. Entretanto, após a purificação, apenas 1 padrão de polimerização em PP pode ser observado, demonstrando-se mais homogêneo.

Agradecimentos

Os autores agradecem as agências de fomento pelo auxílio financeiro: CNPq e CAPES (J.L.M.S. 308296/1715-0; S.C.A. 141692/1718-9; I.D. 1798682), a Universidade Federal do Paraná, ao Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFPR, a EMBRAPA Florestas e a Rossana Catie Bueno de Godoy pelo fornecimento da polpa de gabiropa.

REFERÊNCIAS

- Barbieri, S. F.; et al. J. Food Chemistry. 1718, 263, 292–299.
- Paula, R. C. M.; et al. Polissacarídeos da Biodiversidade Brasileira. 1718, 336p. Fortaleza: Imprensa Uiversitária.

NOVALUROM INDUZ ALTERAÇÕES HISTOLÓGICAS E ULTRAESTRUTURAIS EM CÉLULAS EPITELIAIS DO INTESTINO MÉDIO DE *Bombyx mori* (LEPIDOPTERA: BOMBYCIDAE)

Marilucia Santorum¹, Shelly Favorito de Carvalho², Rose Meire Costa Brancalhão³, Daniela Carvalho dos Santos^{1,2}

¹Laboratório de Insetos, Departamento de Morfologia, Instituto de Biociências de Botucatu, UNESP, SP, Brasil. E-mail:

mari_santorum@hotmail.com.

²Centro de Microscopia Eletrônica do IBB, Instituto de Biociências de Botucatu, UNESP, SP, Brasil.

³Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Cascavel, PR, Brasil.

Introdução

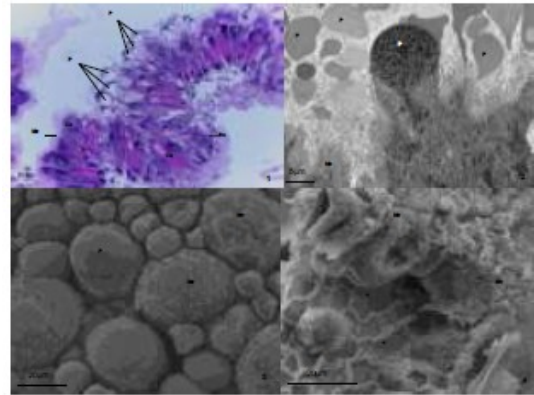
O bicho-da-seda, *Bombyx mori* é um inseto de grande importância econômica para a produção de seda no país. Alimenta-se de folhas de amoreira e é altamente sensível a agrotóxicos, portanto o uso de inseticidas em lavouras vizinhas às plantações de amoreira pode afetar sua criação, causando desequilíbrio em suas funções metabólicas e comprometendo a produção de casulos¹. Entre esses inseticidas destaca-se o Novalurom, inibidor da síntese de quitina em insetos e utilizado no controle de pragas de culturas agrícolas próximas às plantações de amoreira². Assim, objetivou-se avaliar os efeitos citotóxicos de Novalurom no intestino médio de *B. mori*.

Experimental

Lagartas de *B. mori* foram selecionadas aleatoriamente em dois grupos experimentais: grupo controle (GC) e grupo tratado (GT: tratado com concentração subletal de 0,15 mL/L de Novalurom). Após ecdise do 2º para o 3º instar, as lagartas GT foram alimentadas por 24 horas ad libitum com folhas de amoreira tratadas com o inseticida. Em paralelo, uma nova exposição foi realizada, porém em lagartas que realizam a ecdise do 4º para o 5º instar. Lagartas de 3º, 4º e 5º instar larval foram anestesiadas e segmentos do intestino médio foram coletados e processados convencionalmente para microscopia de luz e microscopia eletrônica de transmissão e varredura.

Resultados e Discussão

Verificamos extrema desorganização tecidual nos 3 tipos celulares típicos do epitélio do intestino médio (Figs. 1-4) por exposição ao inseticida nos 3 instares analisados do GT. As células colunares apresentam-se alongadas, com a região apical mais dilatada e protrusões citoplasmáticas, semelhantes a vesículas, visualizadas ao longo do epitélio e no lúmen intestinal. Suas microvilosidades apresentaram-se esparsas e/ou ausentes em algumas regiões (Figs. 2-4). As células caliciformes também se apresentaram mais alongadas seguindo o mesmo padrão de células colunares (Fig. 1).



Figs. 1-4. Intestino médio de lagartas GT de *B. mori*. 1. Corte longitudinal em ML apresentando células colunares (Co) com microvilosidades (Mv); células caliciformes (Ca) e ninhos de células regenerativas (Re). 2. Eletromicrografia em MET mostrando protusão citoplasmática (P). 3-4. Eletromicrografias em MEV mostrando protusões citoplasmáticas (P) e microvilosidades (Mv) esparsas e espaços vazios (asteriscos) antes ocupados com células colunares.

Nas células regenerativas, observamos a ocorrência de hipertrofia, além de uma redução em seu número, onde os ninhos de regeneração não foram mais visualizados. Em algumas regiões, observamos espaçamento entre as células epiteliais e a lâmina basal e entre epitélio e camada muscular. Identificamos o desprendimento de algumas células em direção ao lúmen (Fig. 4). Nossos resultados são semelhantes a outros estudos sobre os efeitos citotóxicos de inseticidas no intestino médio de insetos^{1, 3}.

Conclusões

Novalurom apresentou efeito citotóxico no intestino médio de *B. mori*, podendo assim comprometer sua criação e, conseqüentemente, toda a cadeia produtiva da seda.

Agradecimentos

Centro de Microscopia Eletrônica do IBB - UNESP - Botucatu, SP, Brasil.
FAPESP (1715/07119-9) (Brasil).

REFERÊNCIAS

- ¹Munhoz, R.E.F.; et al. OJAS. 1713 3, 343-353.
- ²Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento - MAPA, 1715.
- ³Scudeler, E.L.; et al. Micron. 1713 44, 125-132.

ESTUDO MORFOLÓGICO, ESTRUTURAL E DE ANÁLISES ELEMENTARES DE NÓDULOS PULPARES EM DENTES HUMANOS EXTRAÍDOS.

Camila Peixoto Fabri Milcent¹, Thiago Gomes da Silva^{2,3}, Everdam Carneiro⁴, Marco Tadeu Grassi⁵, Deonir Agustini^{5,6}, Antônio Adilson de Lima¹

¹Departamento de Estomatologia da Universidade Federal do Paraná

²Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Paraná

³Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento - LACTEC

⁴Departamento de Estomatologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná

⁵Departamento de Química da Universidade Federal do Paraná

⁶Centro de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal do Paraná

Introdução

As calcificações pulpares apresentam-se como massas de tecidos calcificados presentes no interior do tecido pulpar, encontradas com maior frequência na câmara pulpar e podem ser observadas em dentes hígidos, restaurados e até mesmo em dentes não erupcionados. A incidência da presença de calcificações pulpares é muito variada, entre 7,5% e 90%, dependendo da técnica empregada. A formação de calcificações apresenta grande importância na Endodontia, pois pode tornar o tratamento endodôntico mais complexo, até que sua remoção seja feita e os canais radiculares possam ser acessados e preparados adequadamente. Com o objetivo de aprofundar o entendimento sobre a fisiopatologia dos nódulos pulpares, este trabalho realizou uma análise morfológica, estrutural e composicional dessas mineralizações em dentes humanos extraídos e as comparou com a dentina dos mesmos indivíduos. Para tal, foram realizadas as técnicas de microscopia eletrônica de varredura com elétrons secundários (MEV-ES) e retroespalhados (MEV-BSE), espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX), espectroscopia de micro-RAMAN (EMR), difração de raio X (mDRX) e espectroscopia de emissão atômica induzida por plasma de Argônio (ICP-AES).

Experimental

Dentes permanentes com indicação de exodontia foram obtidos de doadores do Curso de Odontologia da UFPR. As amostras foram seccionadas e foram analisados ao todo 13 nódulos pulpares e 13 fragmentos de dentina saudável.

Para uma análise da microestrutura e da morfologia foi usado um microscópio Tescan Vega3 LMU (Tescan, Brno, Czech Republic). A constituição elementar das amostras foi avaliada por energia dispersiva de raios X (EDX, Oxford Instruments, Abingdon). A análise estrutural foi realizada por meio de espectros de micro-Raman (EMR) utilizando um microscópio Raman Confocal (WITec alpha 300R; Ulm, Alemanha) e também de difração de raios X (DRX Bruker D8 Advance, Bélgica). A técnica de ICP-AES foi utilizada para análise constitucional das amostras complementando as técnicas anteriores. O equipamento utilizado foi um Espectrômetro de

Plasma Thermo Scientific (ICAP 6500, Massachusetts, EUA).

Resultados e Discussão

Com base nas avaliações de DRX e EMR, os nódulos eram formados predominantemente de hidroxiapatita, assim como as dentinas. De um refinamento da técnica de DRX nota-se uma similaridade no tamanho médio dos cristallitos entre nódulos e dentina e entre nódulos. Da análise química percebeu-se uma maior concentração de Zn, Cu e Fe no nódulo do que na dentina, o que levanta indícios sobre possíveis meios precipitadores de hidroxiapatita. Por base na morfologia dos nódulos, foi observada a presença de cinco diferentes estruturas nodulares, (i) formações facetadas, (ii) superfícies mais compactas com túbulos dentinários, (iii) superfícies rugosas, com a presença de lacunas e reabsorções, (iv) superfícies envoltas por fibras colágenas, (v) superfície irregular com estruturas semelhantes a túbulos dentinários envoltas por fibras colágenas. A presença dos túbulos dentinários sugere que estes nódulos foram gerados por fraturamento interno do dente, pois a formação da hidroxiapatita dental é formada pelos odontoblastos, os quais estão conectados com a dentina.

Conclusões

A dentina e o nódulo pulpar possuem a mesma formação cristalina com tamanhos médios de cristallito similares. A observação de túbulos indica como possível mecanismo de formação nodular a fratura interna da dentina.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CME da UFPR por permitir o uso das técnicas de microscopia e EMR e ao LORXI pelo uso do difratômetro de raios X.

REFERÊNCIAS

¹Moss-Salentijn L, Hendricks-Klyvert M. J Endod. 1988;14(4):184-9.

²Ranjitkar S, Taylor JA, Townsend GC. Aust Dent J. 1972;47(1):36-40.

CIÊNCIAS EXATAS

EVALUATION OF EXTRACTION PHASES BASED ON POLYPYRROLE FOR DETERMINATION OF ATRAZINE, CAFFEINE AND PROGESTERONE IN AQUEOUS SAMPLES

Adriana C. de Lazzari¹, Débora P. Soares¹, Bruno J. G. Silva², Marcio Vidotti¹

¹Grupo de Pesquisa em Macromoléculas e Interfaces - Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná, C.P. 19032, 81531-980 Curitiba, Brazil.

²Grupo de Cromatografia e Técnicas de Microextração - Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná, C.P. 19032, 81531-980 Curitiba, Brazil

Introduction

Sample preparation consists of a crucial step of the analytical process since it is generally at this stage that the analytes extraction and preconcentration are carried out. It is necessary that the employed technique presents some advantages: high selectivity, detectability, reproducibility and automation, low cost and lower consumption of solvents. ¹ Thus, in the last decades, several techniques of sample preparation have been developed for this purpose, specially the Solid-Phase Extraction (SPE) which allows the extraction of a large variety of organic compounds in complex matrices. There is a growing interest in the development of extraction phases based on stable materials with high sorption capacity and low cost able to remove compounds from the environment, such as polypyrrole (PPy), a conducting polymer. ² In this sense, this work proposes the development of extraction phases based on PPy and polypyrrole nanotubes (PPyNT) for determination of three contaminants of emerging concern (CECs): atrazine, caffeine and progesterone in aqueous samples.

Experimental section

PPy and PPyNT films were coated on the steel mesh surface by electrochemical polymerization with a deposition charge of 500 mC using a three-electrode cell. The PPy was synthesized in the presence of sodium dodecylbenzenesulfonate (NaDBS) and PPyNT in the presence of methyl orange (MO). These films were morphologically characterized by scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) and their sorption capacity was evaluated in the determination of the CECs by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS).

Results and Discussion

The formation of PPy and PPyNT films on the steel mesh surface could be seen from the SEM and TEM images (Figure 1A, B, C).

The PPy films had a globular cauliflower-like appearance and PPyNT had a nanotubular moderately curved morphology. Furthermore, according to the TEM image, it can be seen that the nanotubes are hollow, having internal diameters of approximately 10

nm to 170 nm and external diameters of approximately 50 nm to 500 nm.

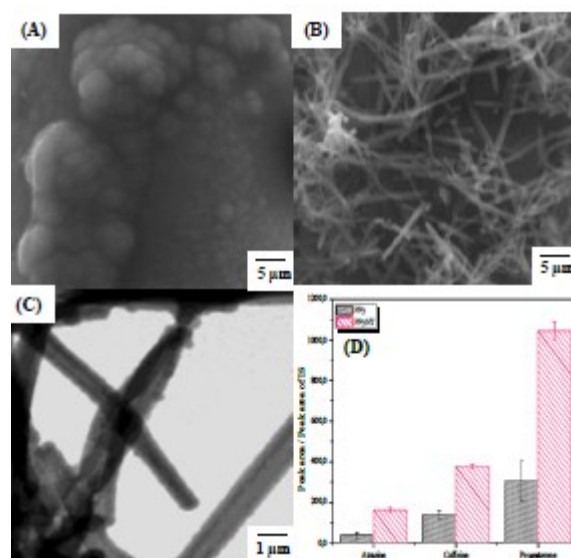


Figure 1. SEM images of (A) PPy, (B) PPyNT and (C) TEM image of PPyNT. (D) Peak areas after extraction of the CECs (replicates = 3).

In relation to the sorption capacity, Figure 1D shows a comparison between peak areas for each CEC using PPy and PPyNT as extraction phases. It was observed that there was a significant improvement in the extraction efficiency when PPyNT was used due to its larger surface area, that is, there is a greater number of exposed sites in the polymer, which provides a more efficient sorptive interaction with the analytes.

Conclusions

PPy and PPyNT were coated on the steel mesh surface with characteristic morphologies and successfully employed as sorbent phase for the extraction of different CECs in aqueous samples. The PPyNT film promoted an increase in extraction efficiency due to its larger surface area.

Acknowledgements

The authors are grateful to CAPES and CME.

REFERENCES

- ¹Fatta, D. *et al.* Trends in Anal. Chem. 1707, 26, 515-533.
- ²Asadollahzadeh, H. *et al.* Anal. Chim. Acta, 1710, 662, 32.

COMPOSITE HYDROGELS BASED ON PECTIN AND POLY(VINYL) ALCOHOL

Ana Caroline Jaski¹, Fernanda Simas Tosin¹, Izabel Cristina Riegel-Vidotti^{*1}¹Federal University of Paraná, Chemistry Department, 81531-980, Curitiba, Brazil.

Introduction

The present work studies the physicochemical properties of composite hydrogels synthesized from poly(vinyl alcohol) (PVOH) and pectin, in order to combine the properties of the two polymers, such as mechanical stability from PVOH and porosity and high affinity to water due to the presence of the polysaccharide. Previous studies in this same research group have demonstrated that this hydrogel can be used as the extraction phase for some emerging pollutants of an aqueous matrix, which are generally difficult to extract by conventional methods. It was also possible to observe that the pectin is distributed in the polymer matrix of PVOH, forming a system that has two phases. In this sense, in the present work, through rheological and morphological studies, it is expected to understand how the two phases arrangement affects the hydrogel's properties, such as extraction capacity and the variability of extractable compounds¹.

Experimental

The hydrogel was prepared blending the two polymers (PVOH and pectin) in different mass ratios. Two pectins were used, a commercial pectin (PC) that was subsequently dialyzed (*d*PC). The pectins differ in their molar mass distribution (*M_w/M_n*) and degree of methoxylation². After mixing the polymers dispersions, citric acid was added as the crosslinker. For instance, the hydrogel P10PC2, refers to mixing equal volumes of an initial dispersion of PVOH 10 wt% and of PC 2 wt%. A HAAKE MARSII Rheometer was used, from 25 °C to 60 °C, controlled by the Peltier device (TC81, Haake), coupled to a thermo-circulating bath (DC5, Haake), with a C60/ 2° TiL sensor (plate-plate system). SEM images were obtained in a VEGA TESCAN, at 15 kV. A thin gold layer was deposited in the fracture cross-section of the dried gel, after complete gelation.

Results and Discussion

The “gelling point” of all hydrogels was determined, since the gelation mechanism is directly related to the molecular structure and concentration of the constituents. The results are in Table 1

Table 1. Hydrogels gelling points

| Hydrogel | Gelling point(s) |
|----------|------------------|
| P10dPC2 | 12680 |
| P10PC2 | 6254 |
| P15dPC2 | 10800 |
| P15PC2 | 12670 |

A suggested explanation for the different gelling behavior is that in PC, hydrogen bonding is more favorable, whereas in *d*PC these interactions are less favored because of the greater amount of esterified methyl groups. The concentration of the polymers also exerts influence on the gelling profile because it alters the way that the polymer-solvent and polymer-polymer interactions occur. The difference between two pectins in the hydrogels was also observed using SEM (Fig.1). It is suggested that the PC is more hydrophilic, so it forms smaller and more homogeneous droplets of pectin within the PVOH matrix. Conversely, the *d*PC phase has a higher interface tension with PVOH phase. Also, higher mass ratios increase the pectin droplet sizes.

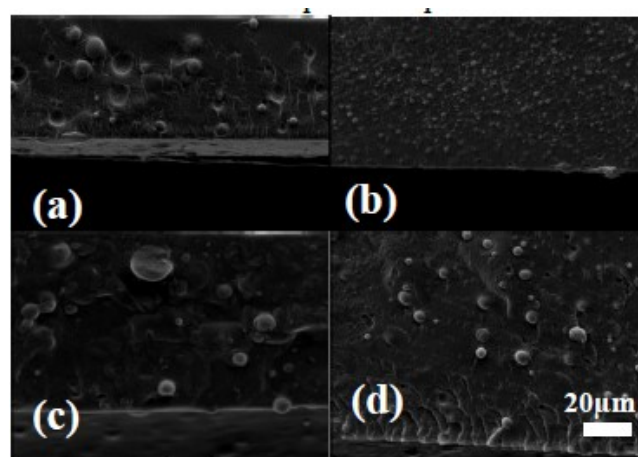


Figure 1. Hydrogels P10dPC2 (a), P10PC2 (b), P15dPC2 (c) and P15PC2 (d), images increased 1700x. The droplets are the pectin phase.

Conclusions

With the results obtained so far it can be seen that the interactions between PVOH and PC or *d*PC affect the gel's properties such as gelling point and morphological arrangement, reflecting the differences between the two pectins.

The gels will be characterized with respect to their efficiency in extracting polar organic compounds and the results will be correlated to their rheological and morphological properties.

Acknowledgements

PPGQ/UFPR; CME/UFPR; CAPES; CNPq.

REFERENCES

- Castilhos, N. D. B. et al. Physical-chemical characteristics and potential use of a novel alginate/zein hydrogel as the sorption phase for polar organic compounds. *Carbohydr. Polym.* 174, 507–516 (2017).
- Lopes, L. C. et al. Effect of low and high methoxyl citrus pectin on the properties of polypyrrole based electroactive hydrogels. *Carbohydr. Polym.* 155, 11–18 (2017).

PEDOT NANOTUBES ELECTROCHEMICALLY SYNTHESIZED APPLIED IN SUPERCAPACITORS DEVELOPMENT AND ELECTROCATALYSIS

Bruna M. Hryniewicz^{1*} and Marcio Vidotti¹

*brumahry@gmail.com

¹Universidade Federal do Paraná, Departamento de Química, PR - Brazil

Introduction

Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) (PEDOT) is an interesting conducting polymer as it possesses high conductivity, low redox potentials and environmental stability¹. The properties of this conducting polymer can be enhanced by altering the morphology for nanotubes that can decrease the diffusion distance of ionic transport and increase the surface area, leading to a higher exposition of the electroactive sites². In this work, for the first time, PEDOT nanotubes were successfully electrodeposited onto flexible stainless-steel mesh electrodes in presence of methyl orange (MO) as a hard template. The modified electrodes were used for flexible supercapacitors development and electrocatalysis of 2-nitrophenol (2-NPh).

Experimental

The reaction medium was composed by 100 mmol L⁻¹ EDOT, 5 mmol L⁻¹ MO and 8 mmol L⁻¹ KNO₃ and the pH was adjusted to 2, 4 and 7 with 1 mol L⁻¹ HNO₃. Also, the pristine PEDOT was fabricated. The electrochemical synthesis was performed under potentiostatic conditions (1.25 V) in stainless steel mesh working electrodes until the charge reached 0.5 C cm⁻². The electrochemical characterizations were performed in 1 mol L⁻¹ NaCl by cyclic voltammetry (CV) and galvanostatic charge/discharge (GCD) curves. The morphologies of PEDOT nanotubes were investigated by Scanning Electron Microscope (SEM) in a TESCAN VEGA3 LMU (CME-UFPR). The electrocatalysis of 2-NPh was performed *in situ* during the application of -0.9 V in biphtalate buffer pH 4 with 217 μmol L⁻¹ of 2-NPh.

Results and discussion

SEM images of the as-synthesized materials (Figure 1) show that PEDOT-NT-pH2 is composed by nanotube morphology all over the surface, while PEDOT-NT-pH4 electrode present both tubes and globules and it was not evidenced the formation of nanotube morphology at PEDOT-NT-pH7.

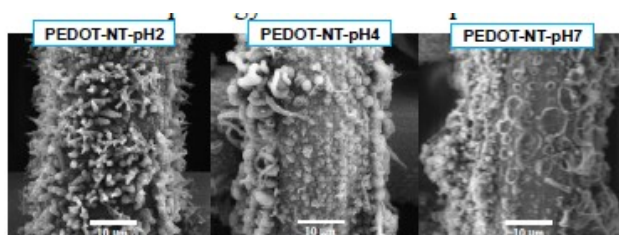


Figure 1. SEM image of the modified electrodes synthesized in the presence of MO.

The current-time transients were analyzed using a theoretical model³ which indicated that the current of the polymerization in pH 2 is used for 3D nucleation and growth, while in pH 4 the current for EDOT oxidation at the PEDOT surface growing nuclei has an important contribution, which might explain the different structures obtained.

The modified electrodes were characterized by CV and GCD cycles and a specific capacitance of 307.3 F g⁻¹ at 0.8 A g⁻¹ was obtained for PEDOT-NT-pH2, indicating that the nanotubular morphology could increase the double layer capacitance. The specific capacitance obtained in this work is higher than many recent values found in the literature^{1,4}. Also, a good capacity retention of PEDOT-NT-pH2 was achieved (77% of the initial capacitance) after 2500 GCD cycles. CV and GCD experiments were carried out with the electrode bent in different positions and a small loss in the capacitance was achieved, indicating good flexible properties.

PEDOT modified electrodes were employed for the electrocatalysis of 2-NPh, which was studied by UV-Vis spectroelectrochemical method. PEDOT-NT-pH2 showed the highest apparent constant rate and the interfacial features of 2-NPh reduction at PEDOT surface was evaluated by EIS measurements, which indicated that the charge transfer processes are facilitated in the nanotubular morphology.

Conclusions

Stainless steel mesh electrodes were modified with PEDOT nanotubes. SEM images showed that the pH of the reaction medium is an important parameters to modify the final morphology. The electrode synthesized at pH 2 showed the best supercapacitive and electrocatalytic performances, indicating the great potential of this material in different applications.

Acknowledgements

CAPES, CNPq, CME-UFPR and INCT in Bioanalytics are kindly acknowledged

REFERENCES

- ¹D'Arcy, et al. ACS Nano. 1714 8, 1500-1510.
- ²Liu, R. et al. Nanotechnology 1708 19, 215710.
- ³Palomar-Pardavé et al. Electrochim. Acta 1705 50, 4736-4745.
- ⁴Wang, Z. et al. J. Mater. Chem. A 1716 4 1714-1722.

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE FERRITA DE COBALTO

Brunna Karoline Santana¹, Carlos Alberto Policiano Almeida²

^{1,2}Laboratório de Pesquisas Interficiais (LAPECI). Universidade Estadual do Centro-Oeste (UNICENTRO). Endereço: R. Simeão Varela de Sá, 03 - Vila Carli, Guarapuava - PR, 85040-080, Brasil.

Introdução

Nanotecnologia é a produção, caracterização e aplicação de estruturas e sistemas em tamanhos nanométricos¹. Ela engloba o projeto, manipulação, produção e montagem a nível atômico e molecular². Nanociência e nanotecnologia trazem amplo avanço para a Ciência, com vasto potencial de benefícios em diversas áreas, como o desenvolvimento de medicamentos, descontaminação de águas, tecnologias de informação e comunicação, entre outros. As ferritas são materiais formados por um óxido misto de ferro e outro metal, entre elas, a de maior destaque é a ferrita de cobalto, devido a sua estabilidade física e química³.

Experimental

A ferrita de cobalto foi preparada pelo método de co-precipitação. Em um béquer foram adicionadas as soluções cloreto de cobalto (II) e cloreto de ferro (III), com relação molar de Co:Fe = 1:2, após dissolução total foi adicionado 40,0 mL de ácido clorídrico. Paralelamente, foi preparada uma solução de hidróxido de sódio 4,0 mol L⁻¹. As soluções foram misturadas, mantida sob agitação mecânica de 1300 rpm a 80 °C por 30 minutos. Ao término da agitação e aquecimento a suspensão na mistura reacional foi deixada decantar magneticamente, com o auxílio de um ímã e a temperatura ambiente. O precipitado foi lavado com água ultrapura até atingir pH em torno de 7, e seco em estufa por 4 horas a 80 °C. Após isso o material foi retirado da estufa, macerado e armazenado para as devidas caracterizações.

Resultados e Discussão

As nanopartículas foram caracterizadas pelas técnicas de difração de raios X (DRX), espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), microscopias eletrônicas de transmissão e varredura (TEM e MEV, respectivamente). O DRX da amostra sintetizada foi comparado com carta cristalográfica da ferrita de cobalto. Esta contraposição mostrou que a amostra apresentou estruturas espinélio cúbica, indexadas ao composto CoFe₂O₄. O tamanho de cristalito foi calculado pela equação de Scherrer, resultando em 14,14 nm. Com a técnica de FTIR foram adquiridos os picos característicos de interação O-H e Fe-O, o que indicou a obtenção da ferrita. As imagens obtidas através do MEV com diferentes ampliações, mostram que foram

sintetizadas partículas com boa distribuição de tamanho e uma síntese homogênea (figura 1).

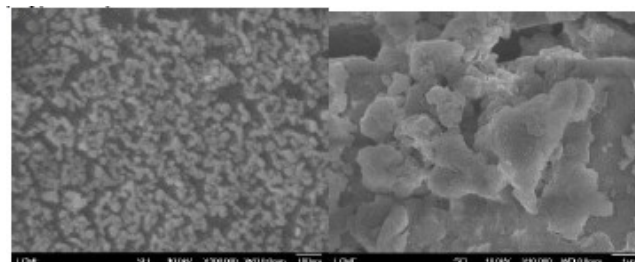


Figura 1. Micrografias de microscopia eletrônica de varredura.

As micrografias de TEM (figura 2) mostraram que as nanopartículas possuem formato esférico atingindo tamanhos entre 5 e 30 nm.

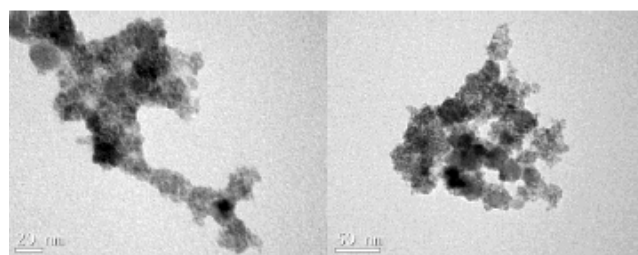


Figura 2. Micrografias de microscopia eletrônica de transmissão.

Conclusões

As nanopartículas magnéticas de ferrita de cobalto foram obtidas com êxito, atingindo tamanhos condizentes com a escala nanométrica, possibilitando aplicações em trabalhos futuros.

Agradecimentos

Ao meu orientador, Policiano. Aos meus colegas de laboratório.

Aos técnicos dos equipamentos utilizados.

REFERÊNCIAS

- ¹The Royal Society & The Royal Academy of Engineering: Nanoscience and nanotechnologies: opportunities and uncertainties. Londres, 1704. 116p.
- ²Fernandes, M. F. M.; Filgueiras, C. A. L. Um panorama da nanotecnologia no Brasil (e seus macro-desafios). Quimica Nova. v.31, n.8, p.2175-2213. 1708.
- ³Mohamed, R. M.; Rashad, M. M.; Haraz, F. A.; Sigmund, W. Structure and magnetic properties of nanocrystalline cobalt ferrite powders synthesized using organic acid precursor method. J. Magn. Mater. v.322, p.1758-1764, 1710.

NANOCOMPÓSITO POLIMÉRICO COM AUNPS ANCORADAS EM SUBSTRATO DE SÍLICA: SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO

Carla Requena Klimpovuz (PG)¹, Hellen de Almeida Vienna (IC)¹, Denis Augusto Turchetti (PQ)¹, Marcela Mohallem Oliveira (PQ)², Leni Campos Akcelrud (PQ)¹

¹Laboratório de Polímeros Paulo Scarpa – LaPPS, Departamento de Química – UFPR

²Grupo de Química de Nanomateriais – GQNano, Departamento Acadêmico de Química e Biologia - UTFPR

Introdução

Dentro da área da Química de Nanomateriais, nanopartículas de ouro (AuNPs) têm sido alvo de inúmeras pesquisas concernentes à sua síntese, caracterização, bem como suas aplicações. Isso se deve ao fato de que esses nanomateriais apresentam características diferenciadas das expressas pelo sólido estendido. Para as AuNPs, essas características se evidenciam por conta da absorção *plasmon* que consiste na oscilação coletiva dos elétrons de superfície das NPs quando expostas a um campo eletromagnético externo. A banda plasmon é passível de modificações conforme mudanças na forma, tamanho e meio que cerca as AuNPs¹, potencializando suas aplicações em diversos segmentos, entre eles no de dispositivos óticos.² A junção de AuNPs com polímeros luminescentes é especialmente interessante por conta das propriedades provenientes da sinergia dos dois compostos, levando ao aumento na gama de aplicações do nanocompósito.³ Sendo assim, os objetivos deste trabalho foram centrados na síntese e caracterização de um nanocompósito formado por AuNPs ancoradas em substrato de sílica e um homopolímero de fluoreno.

Experimental

As AuNPs foram sintetizadas ancoradas em lâminas de sílica visando uma futura aplicação em dispositivos baseados em fibra ótica. Os substratos foram funcionalizados com 3-aminopropiltriétoxissilano (APTES). Posteriormente, foram mergulhados em soluções de precursores de Au³⁺, seguida pela etapa de redução utilizando borohidreto de sódio para formação das AuNPs ancoradas no substrato. Em etapa posterior, houve a deposição do filme de um homopolímero de fluoreno, dando origem ao nanocompósito polimérico. As amostras foram caracterizadas por espectroscopia de absorção UV-Vis, difratometria de raios X (DRX) e microscopias eletrônicas de transmissão (MET) e varredura (MEV).

Resultados e Discussão

Os espectros UV-Vis dos filmes de AuNPs apresentaram bandas referentes à absorção *plasmon*. A DRX indicou pico referente ao plano cristalino de

Au₀ cfc. As imagens de MET e MEV indicaram o formato esférico das AuNPs, conforme Figura 1.

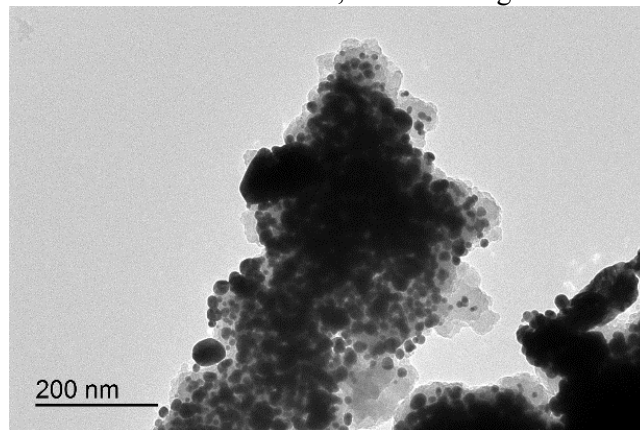


Figura 1. Imagem de MET do filme de AuNPs.

Para o nanocompósito formado pelos filmes de AuNPs e polímero luminescente, os espectros UV-Vis evidenciaram a banda de absorção do polímero, além do deslocamento da banda *plasmon*. Nas imagens de MET e MEV do nanocompósito, foi possível observar a presença de AuNPs envoltas por polímero, ressaltando a interação dos componentes.

Conclusões

A rota de síntese das AuNPs ancoradas em substrato de sílica mostrou-se funcional, com filmes relativamente homogêneos e estáveis. A deposição do polímero sobre os filmes de AuNPs deu origem a um nanocompósito polimérico com características diferenciadas daquelas encontradas nos materiais isolados.

Agradecimentos

LaPPS-UFPR, GQNano-UTFPR, CME-UFPR, GQM-UFPR, INCT Nanomateriais de Carbono, Fundação Araucária, CAPES, CNPq.

REFERÊNCIAS

- ¹Oldenburg, S. J.; et al. Chem. Phys. Lett. 1998, 288, 243-247.
- ²Heidemann, B. R.; et al. Applied Optics. 1715, 54, 8192-8197.
- ³Oliveira, H. P. M.; et al. Química Nova. 1706, 29, 227-286.

CIRCUITO IMPRESSO SUPERCONDUTOR DE BAIXO CUSTO USANDO IMPRESSORA DOMÉSTICA

Élton José de Souza¹, Simone Regina Lanzoni Souza², Gisele Aparecida de Souza¹

¹Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira – FEIS/UNESP

²E.E. Ana Maria de Souza – Selvíria/MS

Introdução

Desde a descoberta dos supercondutores de alta temperatura (HTS) uma variedade de estudos foi realizados com o objetivo de aumentar a temperatura crítica (T_c) desses materiais e suas potenciais aplicações.¹⁻³ Os avanços tecnológicos têm levado a utilizar materiais supercondutores no desenvolvimento de novos dispositivos, tais avanços poderiam implicar em uma grande evolução da área de eletrônica.^{1,2} O trabalho foi desenvolvido em duas etapas: a síntese da solução precursora do sistema BSCCO e da preparação do filme no formato de um circuito supercondutor impresso usando uma impressora de tinta comercial.

Experimental

O método seguido neste trabalho consistiu na deposição de uma solução precursora sobre um substrato usando uma impressora de jato de tinta modificada.^{4,5} O preparo da solução precursora consiste baseado no método empregado por M. P. Pechini.⁶ O layout da trilha foi impresso por uma impressora jato de tinta, modelo Epson C45, adaptada para realizar a impressão, como ilustrado no esquema da Figura 1.

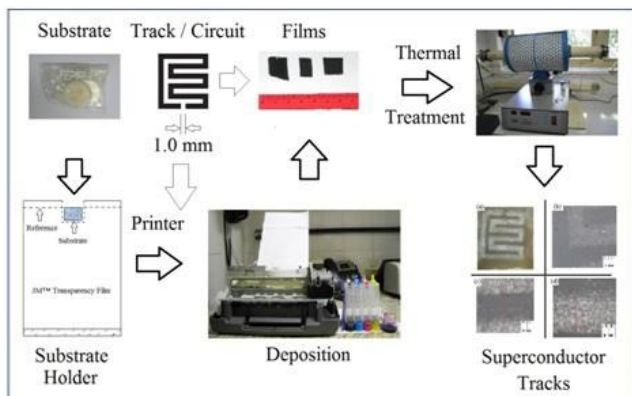


Figura 1. Esquema da deposição do filme utilizando uma impressora jato de tinta modificada

Resultados e Discussão

Foram realizadas medidas de MEV e DRX, a fim de verificar a morfologia e identificar as fases supercondutora. A figura 2 observa-se a formação de grãos na forma de placas, que são características do sistema BSCCO.

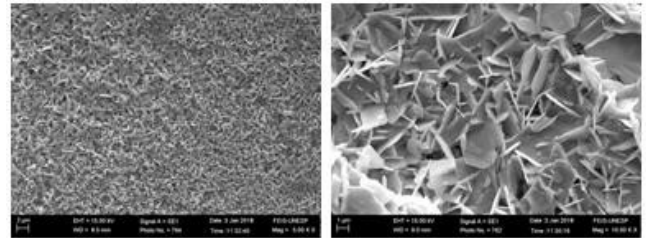


Figura 2. Micrografia da trilha GT-09.

Na figura 3 são mostrados os DRX das trilhas GT-02, GT-03, GT-08 e GT-09, com 03, 06, 09 e 12 camadas de impressão, respectivamente

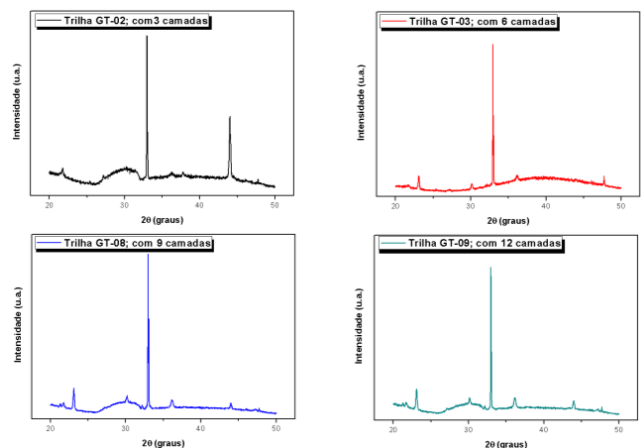


Figura 3. Difratograma de raios-X das trilhas impressas GT-02, GT-03, GT-08 e GT-09

Conclusões

Através de todas as caracterizações realizadas, em principal nas trilhas impressas foi possível observar, que embora seja uma técnica barata e muito simples, é viável para a produção de trilhas com muita qualidade e a um custo muito reduzido

Agradecimentos

A FEPISA e ao DFQ-FEIS pelo financiamento.

REFERÊNCIAS

- ¹Fujita, S; Godoy, S. Kluwer Academic, p. 367, 1701
- ²Peruzzi, R. O. Dissertação FEIS/Unesp – 1706, Brasil.
- ³Maeda, H. et al. JJAP, 1988.
- ⁴Arin, M. et al. J. E. C. S., 1711
- ⁵Souza, G. A. FEIS/UNESP – 1712, Brasil.
- ⁶Maggio P. P. US Patent – 1967.

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF PANI/GO COMPOSITES

Gabriel Machado Silva¹, Jeferson F. de Deus², João B. Floriano³, Paula C. Rodrigues⁴¹gmachado@ufpr.br
²jfdeus@utfpr.edu.br³jbfloriano@utfpr.edu.br
⁴paulac@utfpr.edu.br

Introduction

Energy demand is one of the great problems of modern society since it is expected only to grow as technologies advance. Supercapacitors have shown great potential in supplying electrical energy due to their distinct and effective charge storage mechanisms. Polyaniline (PANI) is a very well-studied polymer that shows interesting applications in electronic devices such as supercapacitors (showing specific capacitance values of 2136 F·g⁻¹), exhibiting different oxidation states and conducting electricity when doped (in polaronic emeraldine salt state). Constructing composites of PANI and Graphene Oxide (GO) is believed to decrease PANI's chemical instability when stressed and is an interesting study material for supercapacitors since it's simple, non-expensive, easily manufactured and has quite abundant raw materials.

Experimental

In this work, GO was synthesized through the Hummers' method of graphite oxidation and PANI through the oxidative polymerization with ammonium persulfate, (NH₄)₂S₂O₈, in 1.0 mol·dm⁻³ HCl solution. PANI/GO composites were synthesized in different ratios of GO suspension, resulting in composite films with PANI:GO ratios of 1:1, 3:1, 10:1 and 30:1, as shown in Table 1.

Table 1. Aniline (*m_{aniline}*) and GO (*m_{GO}*) mass ratios

| PANI:GO | <i>m_{aniline}</i> / mg | <i>m_{GO}</i> / mg |
|---------|---------------------------------|----------------------------|
| 1:1 | 50 | 50 |
| 3:1 | 500 | 150 |
| 10:1 | 500 | 50 |
| 30:1 | 1500 | 50 |

Results and Discussion

The SEM images in Figures 1 to 2 show that the increase of the PANI content of the samples reflect on their morphology. As it can be seen, samples with greater PANI ratio such as 10:1 and 30:1 show much wrinkled morphologies. This increase in surface area due to this wrinkle is interesting for some devices which depend on the material's active surface *viz.* supercapacitors. XRD and Electrochemical characterizations were also performed.

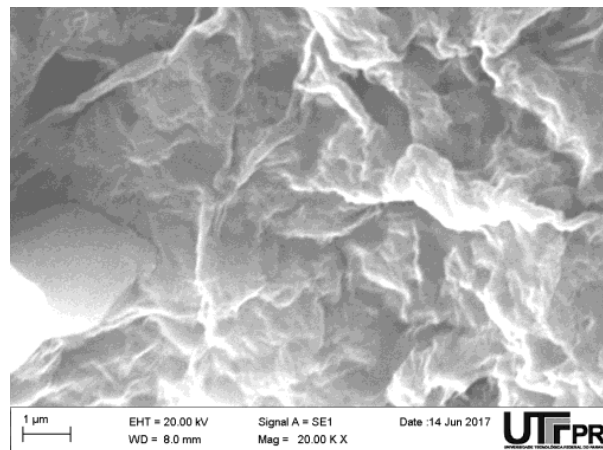


Figure 1. 10:1 sample SEM image.

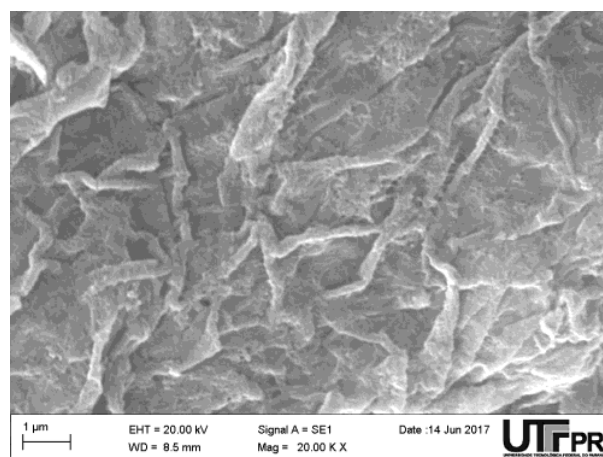


Figure 2. 30:1 sample SEM image.

Conclusions

Microscopic images suggest that PANI were coating onto the surface of the GO sheets.

The DRX results show that the GO peak disappeared from PANI:GO (3:1), implying that the GO had almost no aggregation and was fully utilized as the substrate of PANI to produce the composite hybrid.

CV results show peaks are due to the oxidation and reduction of the polymer; the behaviour of the cyclic voltammograms with different scan rates are an indication that the systems are diffusion controlled.

Acknowledgements

Thanks are due to Professor Roberto M. Faria (IFSC / USP) and Bruno Bassi M. Torres for the original material characterization.

REFERENCES

- ¹Lv, L. P.; et al. J. Am. Chem. Soc. 1713 135, 14198–14175.
- ²Vimalanandan, A.; et al. Adv. Mater. 1713 25, 6980–6984.

MELISSOPALYNOLOGICAL CHARACTERIZATION OF HONEYS LABELED AS COMING FROM THE FLOWERING OF *HOVENIA DULCIS* THUNB.

Helayne Aparecida Maieves¹, Gerson Lopes Teixeira², Rosemary Hoffmann Ribani³

¹Universidade Federal de Pelotas – Rua Gomes Carneiro, n. 01, CEP 96010-610, Pelotas-RS.

²Universidade Federal de Santa Catarina – Av. Admar Gonzaga, n. 1346, CEP 88034-001, Florianópolis-SC.

³Universidade Federal do Paraná - Rua Francisco H. dos Santos, S/N, CEP 81531-980, Curitiba-PR.

Introduction

Floral honeys can be characterized using microscopic analysis that identifies and quantifies the pollen grains. The science that estimates the floral origin of honey is known as Melissopalynology. Currently, there is great interest in characterizing honey through pollen analysis along with physicochemical analysis. The requirements for using the name of a plant as its major pollen source in the honey specification are as follows: present at least 45% predominance in pollen grains and be equally harvested from a region with floral predominance in the visitation area of the apiary bees¹. Several physicochemical parameters are used in the characterization of the honeys aiming at the creation of patterns, according to edaphoclimatic and floristic factors of the regions, establishing comparative criteria in the analyzes and controlling possible frauds². Thus, the objective of this study was to evaluate honey from different regions regarding its melissopalynological characteristics.

Experimental

Five honey samples produced by *Apis mellifera* and *Tetragonisca angustula* from the flowering of *H. dulcis* Thunb. (as described on the labels) were obtained in the states of São Paulo (SP), Paraná (PR), Santa Catarina (SC) and Rio Grande do Sul (RSa = from *A. mellifera* and RSj = from *T. angustula*). The melissopalynological preparation of the pollen sample followed a method by Loveaux *et al.* (1978)¹. Observations were made using a Zeiss Observer D1 inverted microscope, aided by the Axio Vision software. The quantitative analysis was performed by counting a total of 350 grains of pollen in each sample. The *H. dulcis* Thunb. pollen (HdP) identification was performed using the flower which was investigated by scanning electron microscopy (SEM) with the aid of a JEOL microscope (JSM-6360 LV). The pollen image from SEM was then used as a pattern for later comparison with the micrographs of pollen samples captured by the Observer D1 microscope.

Results and Discussion

The qualitative analysis demonstrated a great diversity of pollen types in the samples, which was predictable. Nevertheless, only the pollen from the *Hovenia dulcis* Thunb. species was quantified (Figure

01). From the five analyzed samples, three of them presented more than 45% HdP: honey sample from Santa Catarina (SC) showed 63.14%, while honey from the state of Paraná (PR) presented 57.14%, and honey from *Apis mellifera* from the state of Rio Grande do Sul (RSa) showed 69.07% HdP.

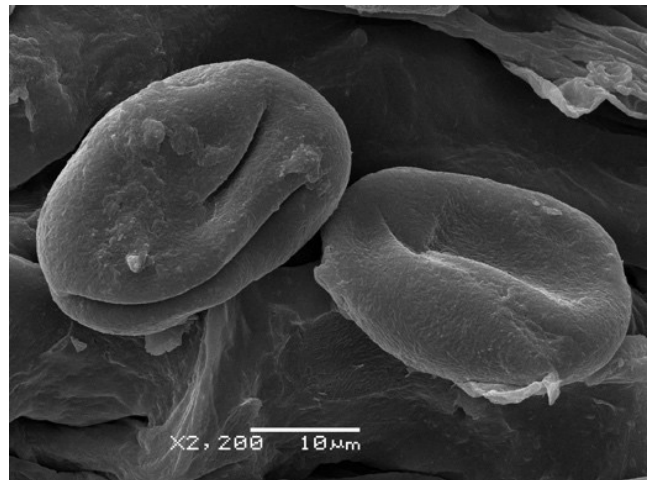


Figure 01. Microphotograph of pollen from the flower of *H. dulcis* Thunb., showing general anatomical individual view.

The melissopalynological analysis confirms the floral origin after detection of pollen grains by the SEM. However, SP (29,14%) and RSj (33,14%) honey samples did not present a content $\geq 45\%$ of HdP. As there was no identification of the other botanical species, those honey can be called as “polyfloral” type, once they have the contribution of several botanical species, or even some other predominant pollen, provided that the floral species present in their composition represent more than 45% of the total pollen grains.

Conclusion

Three samples showed a predominance of the flowering of *H. dulcis* Thunb. according to melissopalynological analysis, being able to receive the denomination of mono-floral honey of Japanese Raisin Tree.

Acknowledgments

To the Centro de Microscopia Eletrônica - UFPR.

REFERENCES

- ¹Loveaux, J. *et al.* Bee World, 1978 59, 139-157.
- ²Crane, E. O livro do Mel 1985, 226p.

POLÍMERO CONJUGADO PARA PASSIVAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE OURO: CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES FOTOFÍSICAS.

Vienna, H. A.¹, Klimpovuz, C. R.¹, Turchetti, D. A.¹, Oliveira, M. M.², Akcekrud, L. C.¹

¹Departamento de Química (UFPR)

²Departamento de Química (UTFPR)

Introdução

Aplicações de nanocompósitos em sensores de fibra óptica baseado em LPG (LPG, do inglês, long period grating) são reportadas com o intuito de avaliar alterações em umidade e temperatura simultaneamente, por meio da detecção das variações no índice de refração do meio externo¹ e ainda para medir concentrações de gases, como exemplo o metano, sendo que, na parte com a LPG, a fibra óptica foi recoberta com policarbonato/criptofano-A² melhorando a sensibilidade do sensor. O estudo desenvolvido tem por finalidade a síntese de um polímero orgânico luminescente que seja capaz de evitar a agregação de nanocompósitos, dando mais estabilidade e durabilidade além de intensificar a sensibilidade e seletividade de um futuro sensor refratométrico, para detecção de substâncias químicas por adsorção a superfície da fibra óptica.

Experimental

Visando obter sistemas poliméricos conjugados ligados a nanopartículas de ouro (AuNPs), foram feitos experimentos para a inserção de grupamentos tiol na cadeia lateral do poli(9,9'-diil)bis(hexano-1-tiol-fluoreno-alt-2,7-dihexilfluoreno) (LaPPS79), devido à forte afinidade entre esta funcionalidade e o metal. A polimerização pela rota de Suzuki partiu da reação do monômero fluoreno com tioéster em sua cadeia lateral com o monômero fluoreno diborônico com hexilas, seguida por uma hidrólise, resultando no copolímero de fluoreno funcionalizado com tiol em 50% de suas ramificações (LaPPS79), obtido com 69,06% de rendimento. A caracterização espectroscópica do produto formado por RMN de ¹H e ¹³C e FTIR informou que há a presença do produto esperado. As nanopartículas de ouro, foram sintetizadas em parceria com o GQNano-UTFPR, por uma rota química que produziu AuNPs com 17nm de diâmetro, depositadas em substrato de sílica, por ser de superfície equivalente à da fibra óptica, facilitando a obtenção dos resultados iniciais.

Resultados e Discussão

O gotejamento da solução do LaPPS79 na superfície das AuNPs, que foram depositadas previamente no substrato de sílica, revelou a formação de um sistema ordenado que favorece a mobilidade eletrônica deste, sendo observada por Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e a superfície do

filme pode ser visualizada pela Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

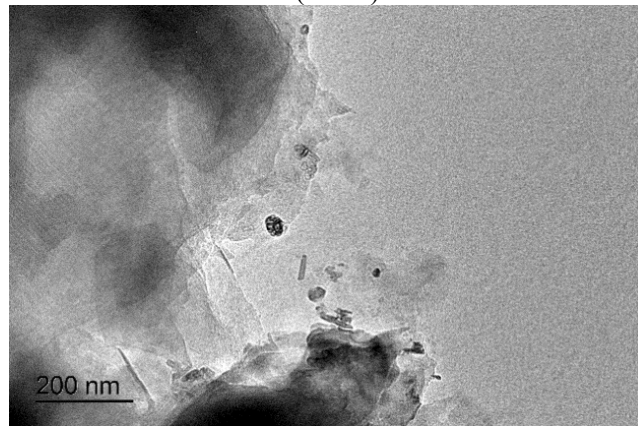


Figura: MET do LaPPS79+AuNPs evidenciando uma possível organização do LaPPS79 à esquerda.

Através das imagens da Microscopia Força Atômica (AFM) é possível afirmar que a deposição do LaPPS79, por gotejamento, fez com que o filme mantivesse o mesmo relevo (não tão regular) encontrado na superfície das AuNPs. Entretanto, as propriedades do LaPPS79 e do sistema LaPPS79+AuNPs, quando comparados, mostraram resultados surpreendentes na Espectrofotometria do Ultravioleta Visível (UV- Vis) e Fluorimetria.

Conclusões

As técnicas de UV-Vis e Fluorimetria foram utilizadas para comparar o polímero puro com o polímero passivado com AuNPs. Os resultados obtidos mostraram um aumento da intensidade e um *redshift* na banda plasmon das nanopartículas, além do efeito de extinção da emissão. Esta interação é observada devido à atração eletrostática e a diferença de eletronegatividade entre os átomos, uma vez que grupos que doam elétrons aumentam tanto o comprimento de onda como a intensidade da banda de absorção secundária o que justifica os resultados obtidos com o LaPPS79 e a sua aplicação em um futuro sensor de fibra óptica.

Agradecimentos

LaPPS-UFPR, GQNano-UTFPR, CME-UFPR, GQM-UFPR, CAPES, CNPQ.

REFERÊNCIAS

- ¹Yang, H.; et al. *Sensors and Actuators B: Chemical*. 1716 229, 297–304.
- ²Urrutia, A.; et al. *Sensors and Actuators B: Chemical*. 1716 227, 135–141.

O USO DA MEV NO ESTUDO DE FORAMINÍFEROS

Dissenha, J.G.^{1,2}, Santa-Rosa, L.C.C.¹, Woss, L.¹, Ribas, E.R.³, Disaró, S.T.1.³¹Endereço: Laboratório de Foraminíferos e Micropaleontologia Ambiental (LAFMA/UFPR) Rua Cel. Francisco Heráclito dos Santos, 100 – Jardim das Américas – C. P. 19031 - Curitiba (PR) Brasil CEP 81.530-000²Endereço: Programa de Pós-graduação em Geologia –Dpto Geologia/UFPR³Endereço: Museu de Ciências Naturais/SCB - Universidade Federal do Paraná

Introdução

Foraminíferos são organismos eucariontes unicelulares globalmente abundantes encontrados em todas as latitudes e em todos os ambientes marinhos e transicionais. Pertencem a um grupo bastante diversificado, podendo apresentar tamanhos que variam de aproximadamente 0,02mm de diâmetro (microforaminíferos) a cerca de 110 mm ou mais; porém a maioria das espécies apresenta entre 0,1 e 1,0mm. Os foraminíferos secretam uma estrutura externa denominada testa, teca ou carapaça que pode ter composição orgânica, calcária (calcita ou aragonita) ou, mais raramente, silicosa. Esta também pode ser formada a partir da produção de um cimento orgânico que agrega partículas exógenas de natureza diversa, construindo carapaças de material aglutinado. Os foraminíferos são importantes em vários ramos das ciências naturais, especialmente na Biologia, Geologia e Oceanografia, além de serem muito utilizados em monitoramento ambiental.

Até meados do século XVII, quando surge o microscópio, todas as ilustrações destes organismos eram feitas à mão.

Atualmente a maior parte das ilustrações se baseia em imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) que facilita muito a forma de ilustrar foraminíferos e permite obter detalhes importantes para a determinação taxonômica. Também utilizamos técnicas de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) para reconhecer a composição das carapaças.

Resultados e Discussão

Embora atualmente também se use microtomografias e fotos de microscopia óptica tratadas com *software* de composição de imagens, a microscopia eletrônica é, sem dúvida, fundamental para a obtenção de imagens com alta resolução de foraminíferos. Com elas é possível visualizar características importantes para a identificação e ilustração das espécies, fundamentais nos estudos taxonômicos.

O Laboratório de Foraminíferos e Micropaleontologia Ambiental da UFPR utiliza os equipamentos e serviços do Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR desde 1991. A obtenção de imagens com qualidade das carapaças e algumas de suas estruturas permitiram aprofundar os estudos de gêneros e espécies. Estas imagens também viabilizaram ilustrar e/ou identificar foraminíferos em 09 monografias, 04 dissertações, 02 teses e vários

artigos em revistas indexadas (Figura 1). Estas imagens contribuíram facilitando as discussões com especialistas e junto com os exemplares melhoraram o trabalho de comparação de espécimes com seus tipos primários (holótipos, parátipos, etc.) em vários museus do exterior. Também possibilitaram a ilustração das espécies em pôsteres e apresentações orais em congressos nacionais e internacionais.

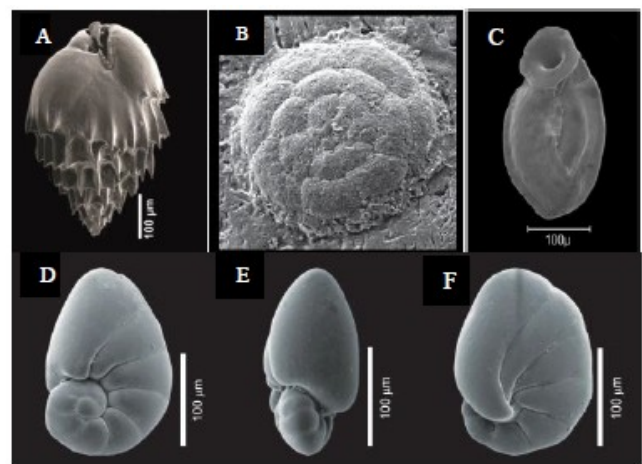


Figura 1. A- *Bulimina striata* (Foto: Santa-Rosa, L.C.C. 1716) B- *Trochaminideo* sp. (Foto: Dissenha, J.G. 1717). C- *Wiesnerella auriculata* (Foto: Silva, C.E. 1708). D-E-F- *Nonionella auris* (Foto: Disaró, S.T. 1714).

Conclusões

A utilização das técnicas de microscopia eletrônica é fundamental para investigar em detalhe a morfologia e a composição das carapaças; sem elas as imagens não teriam a qualidade nem a fidelidade necessárias que permitem comparar as espécies facilitando a reprodutibilidade das pesquisas.

Agradecimentos

Ao CME/UFPR por toda contribuição e apoio que nos tem dado ao longo destes anos.

REFERÊNCIAS

- Loeblich, A.R., Jr. & Tappan, H., 1964. Sarcodina chiefly "Thecamoebians" and Foraminiferida. In: **Treatise on Invertebrate Paleontology Part C. Protista 2**. Lawrence: Geological Society of America and University of Kansas Press, p. i-xxxii + C1- C900.
- Pawlowski, J.; Holzmann, M. & Tyszka, J., 1713. New supraordinal classification of Foraminifera: Molecules meet morphology. **Marine Micropaleontology**, 100:1-10.
- SEYVE C. **Introdução à micropaleontologia**. Angola, Elf Aquitaine Angola, 1990. 231 p.

DEVELOPMENT OF ACTIVATED BIOCHAR FROM TANNIN INDUSTRY WASTE

Juliana Schultz¹, Tassya T.S. Matos¹, Estala M.C.C. Batista¹, Eduarda Weihermann², Jailson B. de Andrade^{3,4}, Antonio S. Mangrich,⁴

¹Universidade Federal do Paraná - Brazil

²Universidade Sociedade Educacional de Santa Catarina - Brazil

³Universidade Federal da Bahia - Brazil

⁴Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia de Energia e Ambiente - Brazil

Introduction

Brazil is one of the world's largest producers of biomass, including sugar cane bagasse, coconut shells, timber industry waste, etc. Such materials are often not used for generating industrial products, and could therefore become potential pollutants. Another source of biomass that could cause environmental problems is waste from the species *Acacia mearnsii*, commonly known as black wattle. This species is used for obtaining tannin, which is employed in the pharmaceutical industry, leather tanning, and water and effluent treatment. Black wattle bark contains 17-40% of tannin, resulting in approximately 70% of waste after its extraction. In this work, this waste was used for the production of activated biochar (AB), a material that can be employed as an adsorbent.

Experimental procedure

For the production of AB, the raw material was ground and dried, the resulting precursor was mixed in a proportion of 1:2 (w/w) with the chemical agent ZnCl₂. The mixture was oven-dried at 100-110 °C for 6.5 or 13 h (impregnation time - IT) and then carbonized in a muffle furnace (Model FT-40, EDG) at 400 or 600 °C (carbonization temperature - CT) at 5 or 10 °C.min⁻¹ (heating rate - HR), and the thermal treatment of the sample was completed by heating at the final temperature for 60 min. The material was then cooled to room temperature at the normal cooling rate of the muffle furnace. These samples were washed with aqueous HCl (10%, w/w) and hot distilled water (60-80 °C), filtered, and dried at 110 °C for 12 h. The samples were characterized by several techniques, however in this work only SEM and BET results will be shown.

Results and Discussion

Figure 1 shows the SEM analyses of the raw material (A) with a 240x magnification and one of the AB samples in two different magnifications, 240x (B) and 2400x (C) to better visualize the porosity. Most samples presented an irregular heterogeneous surface morphology, with fissures, cracks, and pores. Comparing the samples with the raw material, the appearance of pores after the carbonization / activation process was observed, mainly the presence of macropores in the samples.¹

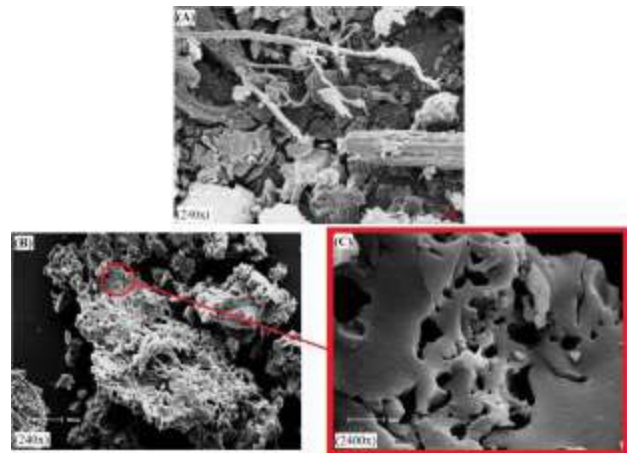


Figure 1. SEM image of the exhausted bark of *Acacia mearnsii* (A) and one of AB samples (B) and (C).

The Table 1 presents the results of the specific surface area (SSA), total pore volume (TPV) and average pore diameter (APD) of the samples. Greater values of SSA and TPV were obtained for the samples prepared at 600 °C and the predominance of micropores for all the samples.²

Table 1. BET results of the samples.

| Sample | SSA(m ² g ⁻¹) | TPV(cm ³ g ⁻¹) | APD(nm) |
|--------|--------------------------------------|---------------------------------------|---------|
| AB1a | 805.7 | 0.52 | 1.29 |
| AB2a | 1301.4 | 1.02 | 1.57 |
| AB3a | 1524.8 | 1.01 | 1.32 |
| AB4a | 1146.8 | 0.73 | 1.27 |
| AB5a | 700.6 | 0.45 | 1.29 |
| AB6a | 528.6 | 0.48 | 1.81 |
| AB7a | 1477.2 | 1.04 | 1.41 |
| AB8a | 1346.2 | 1.00 | 1.50 |

Conclusions

The results of the characterization showed that the activation process was successful and that activated biochar could be effectively produced from waste black wattle bark using ZnCl₂ as the activating chemical reagent.

Acknowledgment

Financial support was provided by CAPES and CNPq. The authors are grateful to TANAC S.A. (Montenegro, RS, Brazil).

REFERENCES

- ¹Danish, M.; et al. Surfaces and Interfaces. 1718 11, 1-13.
- ²Saygılı, H.; et al. Chem. Eng. Res. Des. 1715 100, 27-38.

SÍNTESE DE AGNPS NA SUPERFÍCIE DE TiO₂ POR FOTORREDUÇÃO E AVALIAÇÃO DE SUA ATIVIDADE FOTOCATALÍTICA SOB RADIAÇÃO UV-VIS E VISÍVEL

Larissa Bach Toledo¹, Patricio G. Peralta-Zamora¹

¹Universidade Federal do Paraná, Departamento de Química – Centro Politécnico, Curitiba, Brasil

Introdução

A fotocatalise heterogênea é um processo Oxidativo Avançado bastante utilizado na degradação de compostos recalcitrantes¹. Um dos maiores desafios para este processo é a utilização de radiação solar, uma vez que a grande maioria dos semicondutores é ativado em comprimentos de onda menores (~400nm). Neste sentido, a modificação de semicondutores vem ganhando espaço e notoriedade, e a utilização de metais nobres, como por exemplo a prata, vem ganhando destaque². Estudos mostram que o metal age como um capturador de elétrons e conseqüentemente, retarda a recombinação do elétron fotorgerado no processo.

Neste trabalho, o TiO₂ comercial foi modificado com nanopartículas de prata (AgNPs) e a atividade fotocatalítica do material foi avaliada, frente diferentes fontes de radiação.

Experimental

O procedimento para a fotorredução das AgNPs consistiu em suspender 500 mg de TiO₂ P25 (Degussa) em uma solução aquosa de AgNO₃ (8,55x10⁻⁵ mol L⁻¹). Em seguida sob refrigeração e agitação, uma lâmpada a vapor de Hg foi imersa (protegida por um bulbo de quartzo) para fornecer radiação UV-C, durante 17 minutos. O semiconductor foi filtrado (0,45 µm), lavado com água destilada diversas vezes e seco. Uma porção do material foi calcinado a 400 °C por (5 °C min⁻¹ - 2h). Os materiais foram caracterizados por diversas técnicas, e foram nomeados como TiO₂-AgNPs e o material calcinado como TiO₂-AgNPs₄₀₀.

A atividade fotocatalítica do material foi avaliada pela capacidade de degradação de sulfametoxazol (SMX) (5.0 mgL⁻¹ pH 4.0) sob radiação UV-Vis, utilizado uma lâmpada halógena 250 W, e também sob radiação apenas do visível, onde foi acoplado um filtro de corte (≤450 nm) à mesma lâmpada. Em todos os ensaios utilizou-se 100 mgL⁻¹ de semiconductor e 30 mL de solução de SMX. O TiO₂ P25 foi utilizado como referência. A concentração de SMX foi monitorado por HPLC-DAD.

Resultados e Discussão

Por meio das técnicas de caracterização comprova-se a presença de AgNPs esféricas e bem distribuídas na superfície do semiconductor, conforme mostrado na imagem de microscopia eletrônica de transmissão (Figura 1).

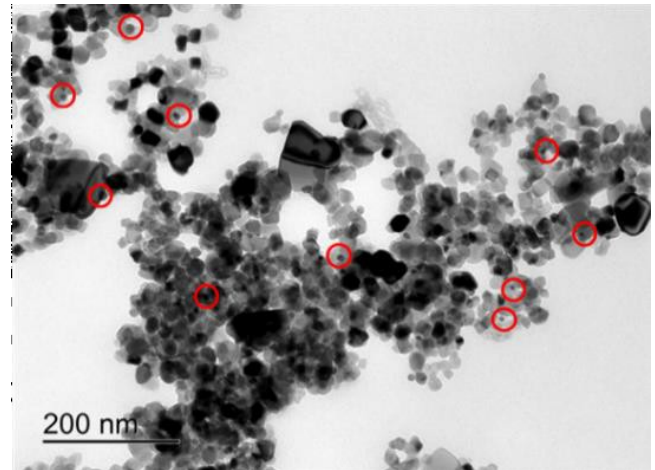


Figura. Imagem de MET para o TiO₂-AgNPs-

Ademais, visivelmente nota-se que o material não calcinado apresenta uma coloração marrom-acinzentado que é proveniente da banda de ressonância de elétrons. Os materiais obtidos apresentaram valores de band gap inferiores ao semiconductor referência (3,10 eV), sendo eles 2,02 eV (TiO₂-AgNPs) e 2,96 eV (TiO₂-AgNPs₄₀₀). Isso mostra que os materiais que são ativados em comprimentos de onda maiores, 610 e 417 nm.

Nos experimentos realizados sob radiação UV-Vis, após duas horas de reação, o material referência degradou aproximadamente 15% do substrato e os materiais modificados degradaram em média 40%. Neste caso os semicondutores modificados apresentaram atividade fotocatalítica superior ao TiO₂ referência.

Todavia, ao utilizar o filtro de radiação, onde apenas a radiação visível era transmitida ao sistema, nenhum dos semicondutores apresentou atividade fotocatalítica.

Conclusões

As AgNPs foram fotorreduzidas com sucesso. Nas condições avaliadas os materiais modificados apresentam atividade fotocatalítica apenas sob radiação UV-Vis. Sob radiação exclusivamente visível não houve degradação do substrato.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, UFPR, CME-UFPR.

REFERÊNCIAS

- ¹Fujishima, A et al, Int. Journal of Hydrogen Energy, 1707 32, 2664-2672.
- ²Pelaez, M.; et al. Appl. Cat. B: Environ. 1712 125, 331–349.

SÍNTESE DE GRAFENO DOPADO COM ÓXIDOS METÁLICOS.

Letícia Patricio Christopholi¹, Andreia Gerniski Macedo¹, Jeferson Ferreira de Deus¹¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR – Campus Curitiba

Introdução

Uma classe de materiais que tem despertado grande interesse nas pesquisas que envolvem a nanotecnologia são os óxidos semicondutores, devido às diversas possibilidades de aplicações tecnológicas. Suas propriedades possibilitam que sejam aplicados em produtos como dispositivos optoeletrônicos, células fotovoltaicas, sensores de gases, biosensores, carga para polímeros, diodos emissores de luz, sensores ópticos, etc [1]. Outro material de grande interesse na indústria e na academia é o grafeno, este material apresenta propriedades excepcionais, tais como alta estabilidade térmica, elevada transmitância ótica entre outras [2]. Neste trabalho deseja-se estudar as propriedades destes materiais através de dopagem e de nanocompósitos.

Experimental

O óxido de grafeno (GO) foi produzido através do método de Hummers modificado e o óxido de grafeno reduzido (GOR) foi obtido a partir do aquecimento do GO a 450°C por 1h, a fim de decompor os grupos funcionais e restaurar a estrutura grafítica resultando no GOR.

Para a obtenção dos compósitos GOSnO₂ e GOTiO₂, os óxidos metálicos foram adicionados ao grafite antes do início da etapa de oxidação, prosseguindo-se com os mesmos procedimentos para obtenção do GO e após aquecimento foram obtidos os compósitos GORSnO₂ e GORTiO₂.

A caracterização dos mesmos se deu por meio das técnicas Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Microscopia Eletrônica de Transmissão (TEM), Espectroscopia Raman e foi feita a análise da Condutividade Elétrica.

Resultados e Discussão

Através da análise de MEV e TEM foi possível verificar a morfologia de cada material.

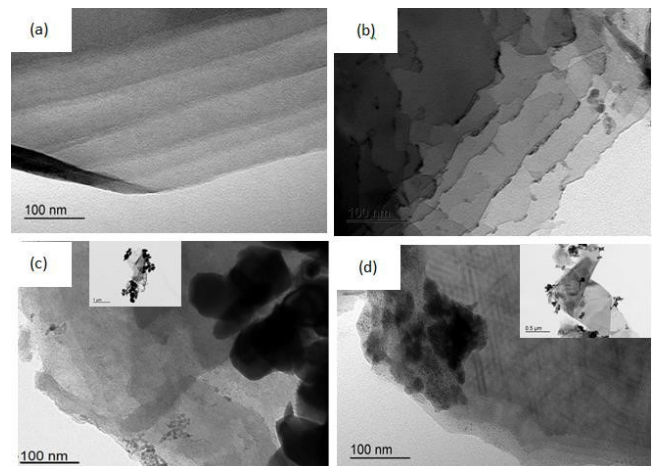


Figura 2. Imagens de TEM (a) GO, (b) GOR, (c) GORTiO₂ e (d) GORSnO₂.

A espectroscopia Raman demonstrou a ocorrência das mudanças estruturais desejadas, como se verifica nos espectros da figura 3.

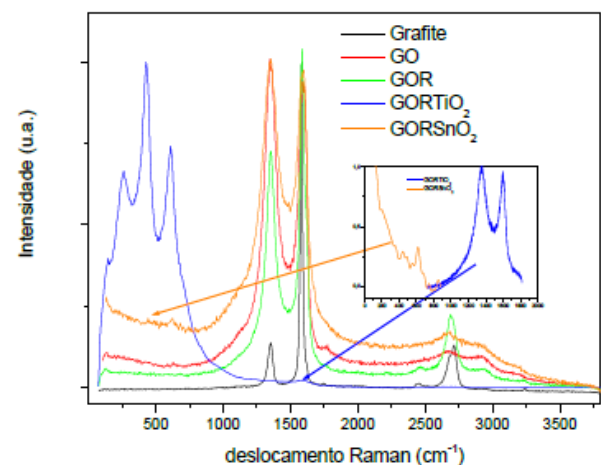


Figura 3. Espectroscopia Raman

Conclusões

As análises morfológicas e estruturais apresentaram os resultados esperados, a análise da condutividade elétrica mostrou que os materiais sintetizados possuem um comportamento ôhmico com potencial para aplicação como eletrodos.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, FA e o Instituto Serrapilheira pelo aporte financeiro.

REFERÊNCIAS

- ¹G. Sberveglieri, Prog. Material Science, 1709, 54, 1-67
- ²G. Naik, S. Krishnaswamy, Graphene, 1717, 6, 27-40

AVALIAÇÃO COMPARATIVA DE ALTERAÇÕES MICROSCÓPICAS ENTRE VERMICULITA E ORGANO-VERMICULITAS

Luis F. A. Batista (PG)¹, Rafael J. B. D. Presbiteris (PG)¹, Princys S. Mira (PG)¹ e Gilberto Abate (PQ)¹

¹Universidade Federal do Paraná. Av Cel Francisco H dos Santos, s/n. Jardim das Américas. Curitiba/Paraná.

Introdução

Os argilominerais possuem uma ampla gama de usos nas áreas geológica e ciência de materiais e outras, sendo passíveis de modificações física ou química¹. Este trabalho teve como objetivo efetuar a modificação do argilomineral vermiculita (VT) com dois sais de alquil-amônio (SAA), os brometos de etilxadeciltrimetilamônio e exadeciltrimetilamônio, (EHDMA e HTMA). As VT modificadas (VTM), identificadas como VT-EHDMA e VT-HTMA foram comparadas com a VT. As técnicas de Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM) e de Transmissão (TEM) foram empregadas para avaliar tal modificação, visando o posterior uso das VTM para remoção de poluentes de meio aquoso.

Experimental

Foram adicionados 5,000 g de VT, com granulometria entre 170 e 100 mesh, em 150,0 mL de solução aquosa 0,100 mol L⁻¹ do SAA desejado, e agitados por 24 horas em temperatura ambiente. Em seguida, as misturas foram centrifugadas a 3000 rpm e os sólidos lavados três vezes com água ultra-pura, e repetiu-se o processo mais duas vezes². As VTM foram secas em temperatura ambiente, maceradas com auxílio de almofariz e pistilo até alcançar granulometria entre 170 e 100 mesh, e analisadas pelas técnicas de TEM e SEM a vácuo.

Resultados e Discussão

Algumas modificações morfológicas e físicas foram constatadas com o auxílio da SEM e TEM, e as imagens obtidas são mostradas nas Figuras 1 e 2.

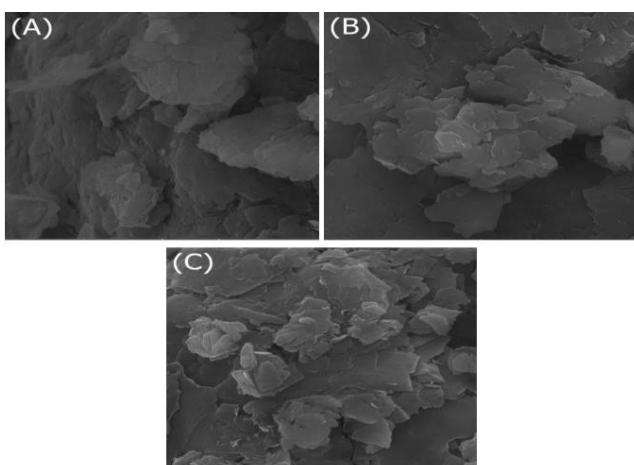


Figura 1. Imagens de SEM obtidas a partir da VT (A), VT-EHDMA (B) e VT-HTMA (C), com ampliação de 25.000 vezes.

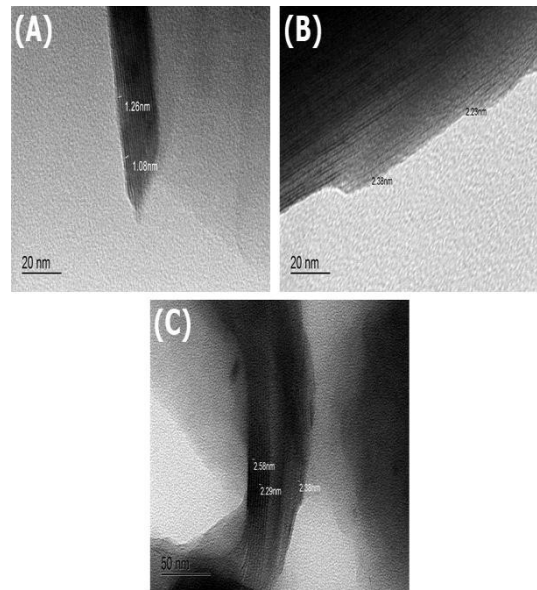


Figura 2. Imagens de TEM obtidas a partir da VT (A), VT-EHDMA (B) e VT-HTMA (C), com ampliação de 250.000 vezes.

Pode ser observado que a VT possui uma estrutura mais compacta, além de superfície e bordas mais irregulares do que as VTM, devido à ocupação das irregularidades pelos SAA (Figura 1). Também foi verificada a expansão do espaço interlamelar da VT (Figura 2)³, sugerindo a intercalação dos SAA. A modificação reduziu a densidade da VT, constatada pela flotação de partículas de VTM na fase aquosa e necessidade de maiores tempos de centrifugação para separá-las do sobrenadante. Isso indica que o argilomineral ficou mais hidrofóbico, diferentemente da VT, que se dispersou facilmente na fase aquosa.

Conclusões

Foram observadas alterações morfológicas da VT durante o processo de modificação. As técnicas de SEM e TEM foram importantes ferramentas auxiliares na confirmação da intercalação dos SAA na VT, indicando as organo-vermiculitas como potenciais fases sorventes para aplicações na remoção de poluentes orgânicos de meio aquoso.

Agradecimentos

Ao Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR (CME-UFPR) e ao Programa de Pós-Graduação em Química da UFPR (PPGQ-UFPR).

REFERÊNCIAS

- ¹Moraes, J. D. D.; et al. Int. J. Pharm. 1717 534, 213-219.
- ²Abate, G., Masini, J.C. J. Braz. Chem. Soc. 1705 16, 936-943.
- ³Liu, S.; et al. Environ. Pollut. 1717 228, 277-286.

NEW SOL-GEL SYNTHESIS OF ZnO NANOPARTICLES: MORPHOLOGICAL AND OPTICAL PROPERTIES

Marianne Roque de Freitas¹, Ney Mattoso¹

¹LABNANO, Departamento de Química, Universidade Federal do Paraná (UFPR), CEP 81531-990, Curitiba, PR, Brasil

Introduction

Zinc oxide nanoparticles (ZnO-NPs) are already used as sensors, semiconductors, catalysts, packaging additives, cosmetics, sunscreens, antimicrobial agents, etc.¹ They wide application is due to their non-toxicity, bio-compatibility and biosafety, chemical stability, the naturally abundance of their precursors, and mostly because of their optical, electronic and morphological properties,² high mechanical and thermal stability, and high energy-free excitation (60 meV), which allows emission at room temperature, and its band gap of around 3.37 eV.³ Most of the sol-gel routes proposed for the synthesis of ZnO-NPs uses adaptations of hydrolysis methodologies catalyzed by a base (usually NaOH) or by an acid (usually citric acid) in an organic medium. However, in order to reduce the amount of residue generated by the pH neutralization of the medium after the synthesis, eliminate the use of organic solvent in reaction, and in the attempt to reduce possible impurities in the ZnO-NPs, this work proposes a process in aqueous medium and without catalyst (acid or basic) by performing the reaction at a neutral pH of 6 (pH resultant of the medium). Therefore, considering its diverse properties and wide use, ZnO-NPs were synthesized by a novel, simple, low-cost, efficient and environmentally friendly sol-gel method using neutral pH, distilled water as solvent and reagent, and mono ethylene glycol as a new stabilizing agent.

Experimental

The nanoparticles of ZnO were synthesized by a sol-gel methodology in an open system by adding to distilled water, heated with magnetic stirring until 80°C, zinc acetate dihydrate (approximately 0.1 mol/L), followed by the stabilizing agent mono ethylene glycol (5% of the water volume). The pH of the solution remained at 6, and the reaction was preceded for 30 minutes, followed by withdrawal heating. Subsequently, the colloidal solution was washed with ethanol, centrifuged, and, after drying at 60°C, was calcined at 400°C for 1h.

Results and Discussion

The calcination condition was verified by thermal analysis TG/DTG-DSC and indicated complete removal of water and organics molecules from the final compound at 430°C.

The as-synthesized samples morphology and microstructure were analyzed by TEM (Transmission Electron Microscopy) proving that the use of mono ethylene glycol decreases the agglomerates formation, produces more spherical-like nanoparticles, and, according to ImageJ software calculus, reduces particles size distribution range from 12-107 to 10-65 nm and the weighted average size from 43 ± 2 nm to 28 ± 1 nm. Confirming its activity as stabilizing agent.

The SAED (Selected Area Electron Diffraction) analysis indicate that a crystalline hexagonal wurtzite structure corresponding to the zinc oxide pattern, with space group P63mc and lattice parameter a of 3.24982 Å and c of 5.17661 Å (JCPDS PDF n° 000-36-1451), was obtained.

A zinc content of 41 ± 3 at% and oxygen content of 59 ± 5 at% was obtained by EDS (Selected X-Ray Photon Energy Dispersion) analysis, indicating that the methodology employed favors the formation of oxygen-rich nanoparticles. This excess is associated to the presence of substitutional oxygen in the structure, which generates the oxygen antisite defects observed by the CL (Cathodoluminescence Spectroscopy) analysis.

The CL emission (with a green representative panchromatic resulting color) was homogeneously distributed throughout the sample with a large defects band (attributed mainly to oxygen vacancies) and a band gap energy of 3,21 eV. It is also believed that the main defects: oxygen vacancy and singly charged oxygen vacancy may be related to the presence of interstitial oxygen, which causes structural vacancies without changing the atomic ratio (as indicated by the EDS analysis).⁴

Conclusion

The proposed synthesis methodology was able to produce ZnO-NPs with the desired characteristics by a novel, simple, low-cost, efficient and environmentally friendly sol-gel method.

Agradecimentos

LabNANO, UFPR, CME e CNPq.

REFERENCES

- ¹Basith, N.M.; et al. J. Mater. Sci. Technol. 1714 30, 1108-1117.
- ²Omri, K.; et al. Ceram. Int. 1716 42, 8940-8948.
- ³Vijayaprasath, G.; et al. Mater. Res. Bull. 1716 76, 48-61.
- ⁴Montero-muñoz, M.; et al. Appl. Surf. Sci. 1718.

ESPECTROSCOPIA RAMAN COMO UMA TÉCNICA PARA A AUTENTICAÇÃO DE OBRAS DE ARTE.

Matheus Radaelli¹, Carla Damasceno¹, Evaldo Ribeiro¹

¹Universidade Federal do Paraná

Introdução

A área de ciências forenses é um campo vasto e pouco explorado academicamente a nível nacional. Há um grande interesse na análise de microvestígios por parte dos órgãos de perícia criminal para confecção de laudos periciais que auxiliem o processo de investigação criminal^{1,2}. A ideia geral deste trabalho está centrada na utilização da técnica de espalhamento Raman para levantar informações sobre os diversos pigmentos utilizados para pintura em obras de arte afim de obter um conjunto de informações que nos permitam, através de comparação com padrões conhecidos, determinar se uma dada obra de arte é autêntica ou se por acaso trata-se de uma falsificação ou repintura. Para isso é necessário a sistematização e comparação dos espectros Raman para diversos pigmentos de diferentes marcas de tinta óleo nacionais e internacionais buscando uma padronização no processo de análise.

Experimental

As amostras de tinta (pigmentos) utilizadas nas medidas provieram de tubos de tinta óleo da marca Corfix. Os espectros Raman foram obtidos utilizando o equipamento Confocal Raman WITTEC 300R Alpha, localizado no Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR. O espectromômetro é acoplado a um microscópio de imagem com lentes de 10x, 50x e 100x. Todas as medidas foram feitas com uma ampliação de 50x. Utilizou-se a fonte de excitação a laser (λ_0) de 532 nm. As medidas foram realizadas à temperatura ambiente, visando à operacionalidade do método empregado.

Resultados e Discussão

Em uma primeira abordagem analisamos um conjunto de tintas óleo vermelhas da marca Corfix. Todas elas têm um código de identificação padrão internacional PRXX (P-pigment e R-red), o qual utilizamos na identificação das mesmas.

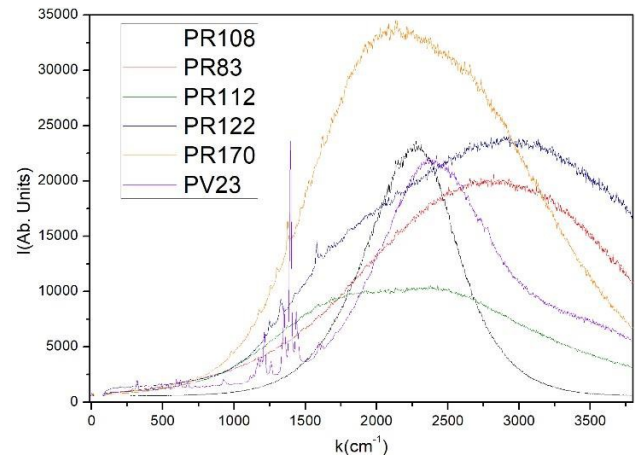


Figura. 1 – Espectros raman a T=300K para os diferentes tipos de pigmentos vermelho.

Na Figura 1 vemos que apesar de todas as tintas serem vermelho as suas luminescências são diferentes para cada pigmento (com exceção do PV23 que apresenta um espectro Raman diferente). Apesar de ser um resultado preliminar nos mostra uma possível rota inicial para a padronização de um processo de identificação de pigmentos utilizando a técnica.

Conclusões

É possível observar uma diferença nos espectros Ramans para diferentes pigmentos. Também observa-se uma diferença marcante nas luminescências para diferentes pigmentos de vermelho, o que mostra a possibilidade de diferenciação dos materiais utilizando apenas a luminescência.

Agradecimentos

Agradecemos o suporte financeiro da CAPES e o centro de microscopia eletrônica da UFPR por disponibilizar o Raman para as medidas.

REFERÊNCIAS

- ¹T. D. Chaplin, R. J. H. Clark, and B. W. Singer, Journal of Raman Spectroscopy 45, 1322 (1714)..
- ²D. Lauwers, V. Cattersel, L. Vandamme, A. van Eester, K. de Langhe, L. Moens, and P. Vandenabeele, Journal of Raman Spectroscopy 45, 1266 (1714)

CARACTERIZAÇÃO DO *BIOCHAR* DE CASCA ESGOTADA DA *ÁCACIA* NEGRA

Mayara Regina Fornari¹, Lídia Cecília da Silva¹, Antonio Salvio Mangrich¹, Marcio Vidotti¹, Juliana Schultz¹

¹Universidade Federal do Paraná, Avenida Coronel Francisco H. dos Santos, 100, Departamento de Química, Jardim das Américas, Curitiba, PR – Brasil.

Introdução

A biomassa pode ser degradada termicamente através da pirólise em atmosfera de oxigênio reduzido, produzindo como um sub-produto o *biochar*. As condições da pirólise juntamente com o tipo de biomassa utilizada são obtidos materiais com diferentes características e aplicabilidades¹. Esse trabalho teve como objetivo a caracterização da biomassa e do *biochar* produzido a partir da pirólise da casca esgotada de acácia negra (*Acacia mearnsii de Wildemann*) em busca de estruturas similares a grafenos ou seus óxidos.

Experimental

A biomassa seca foi moída num moinho de facas e peneiradas a 80 mesh. Em seguida, o material foi acondicionado em potes de terra-cota e vedados com argila branca. A pirólise teve como velocidade de aquecimento de 10 ° C min⁻¹, patamar de 2 horas a 900 ° C, sob atmosfera de N₂. Após, o material foi novamente peneirado a 80 mesh. As caracterizações da biomassa e do *biochar* consistiram na microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia eletrônica de transmissão (MET), espectroscopia por energia dispersiva (EDS) e espectroscopia de Raman.

Resultados e Discussão

Pelas micrografias de MEV (figura 1), pode-se observar que o *biochar* possui uma estrutura semelhante da biomassa de origem. Mostrando assim, que mesmo em temperaturas elevadas, a biomassa utilizada pode influenciar nas características do produto final. Outro fator observado, foi que no *biochar* apresentou estruturas mais porosas. Pelo EDS (figura 1), o oxigênio apresentou uma redução na sua concentração no *biochar* (figura 1a) quando comparada a biomassa (figura 1b), podendo indicar uma diminuição da presença de grupos funcionais nas estruturas. Além disso, pode-se observar a presença de agregados de cálcio tanto no *biochar* (a) quanto na biomassa in natura (b).

Pela difração de elétrons, pode-se observar uma cristalinidade no *biochar*, podendo indicar que ocorreu uma organização da estrutura durante a pirólise. Também através das micrografias de MET do *biochar* esfoliado por ultrassom de alta energia apresentou estruturas do tipo folhas, tal como o grafeno¹. Pela espectroscopia de Raman, foi possível

observar a banda do grafite (entre 1500 e 1699 cm⁻¹) no *biochar*, atribuída às vibrações das ligações C=C sp² em cadeias alifáticas e anéis aromáticos. A presença dessa banda, nas amostras, indica a presença de estrutura grafítica.

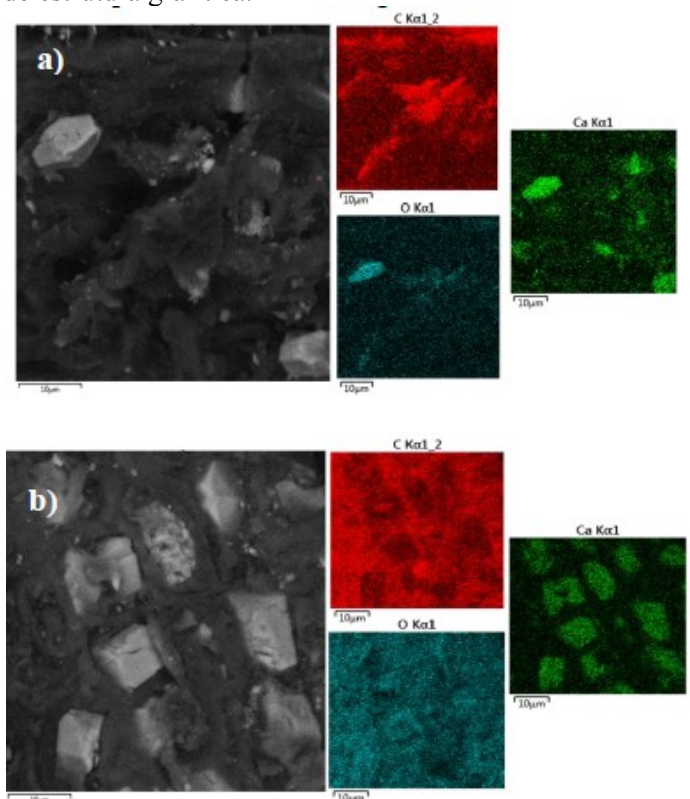


Figura 1. Imagens de MEV e EDS por área (50μm²) de C, O e Ca do *biochar* (a) e da biomassa (b) da casca esgotada de acácia negra

Conclusões

Através da pirólise lenta da biomassa foi possível a formação de estruturas mais aromáticas da biomassa, semelhantes ao óxido de grafeno. Mostrando assim, um material com potencial aplicabilidade no desenvolvimento de dispositivos armazenadores de energia, como uma alternativa de substituição ao grafeno.

Agradecimentos

À CAPES, ao CME/UFPR e ao DQ/UFPR.

REFERÊNCIAS

¹Genovese, M. et al. Mater. Chem. 1715, 2903-2913

INFLUÊNCIA DA SÍLICA DE CASCA DE ARROZ NAS CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS DO CONCRETO

Pamela Albino Campos¹; Marcelo Henrique Farias de Medeiros²

^{1, 2}Departamento de Construção Civil (DCC) da Universidade Federal do Paraná (UFPR), Setor de Tecnologia, Centro Politécnico, Jardim das Américas, CEP: 81531-980, Curitiba, Paraná, Brasil.

Introdução

A incorporação de adições minerais no cimento Portland é uma prática cada vez mais recorrente na indústria da construção civil. Oriundas de resíduos de termelétricas, indústrias siderúrgicas, e, até mesmo, da produção de arroz, as adições minerais modificam a microestrutura da matriz hidratada, alterando propriedades do concreto no estado fresco e endurecido. A reação de adições minerais pozolânicas dá-se pela fixação de hidróxido de cálcio presente na mistura, formando cristais de silicato de cálcio hidratado (C-S-H), responsáveis pela resistência do concreto. Dessa forma, a disponibilidade de reserva alcalina torna-se imprescindível para que as pozolanas atinjam o máximo potencial reativo. Entretanto, o consumo total de portlandita não mostra-se uma alternativa interessante, uma vez que propicia a redução da alcalinidade da matriz e o aumento da taxa de carbonatação.

Experimental

O procedimento experimental consistiu na moldagem de pastas com diferentes teores de sílica de casca de arroz em substituição parcial ao cimento. Os teores de substituição, em massa, adotados foram de 5%, 10%, 15% e 17%, além da pasta referência. A relação água/aglomerante foi fixada em 0,59 e o consumo de cimento foi de 290kg/m³. Foram moldados 2 corpos de prova cilíndricos de dimensões $\phi 22 \times 44$ mm para cada proporção e para cada idade analisada (15, 30, 45, 60 e 117 dias), resultando em 10 corpos de prova por teor, totalizando 50 amostras das pastas.

Resultados e Discussão

Foi realizado o ensaio de microscopia eletrônica de varredura aos 14 e 45 dias. A amostra com substituição de 17% de sílica de casca de arroz apresentou grande quantidade de hidróxido de cálcio aos 14 dias, como permite observar a **Figura 1a**. O mesmo teor, aos 45 dias, apresentou grande quantidade de silicato de cálcio hidratado, resultado da hidratação do cimento e da atividade pozolânica, conforme apresenta a **Figura 1b**. Para confirmar os compostos formados, foi realizado a espectroscopia de energia dispersiva (EDS) pontualmente, conforme apresentado na **Tabela 1**.

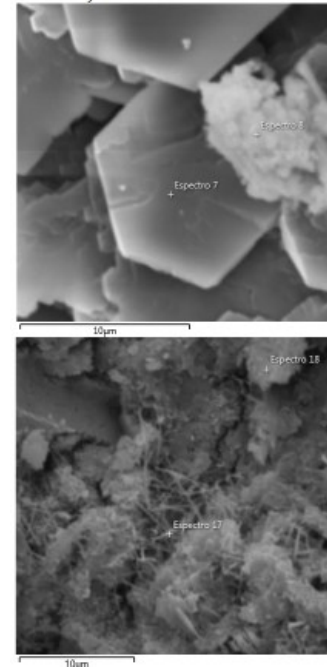


Figura 1. Amostras com 17% de substituição de sílica de casca de arroz (a) aos 14 dias (b) aos 45 dias

| Elementos | 20% - 15 dias | | 20% - 45 dias | |
|-----------|---------------|------------|---------------|-------------|
| | Espectro 7 | Espectro 8 | Espectro 17 | Espectro 18 |
| Ca | 32,2 | 23,7 | 15,6 | 14,4 |
| O | 66,8 | 69 | 75,9 | 77,7 |
| Si | - | 6,4 | 6,6 | 6,7 |
| Al | - | 0,9 | 1,9 | 1,2 |

Tabela 1 – Espectroscopia de energia Dispersiva

Conclusões

A incorporação de sílica de casca de arroz altera a cinética de hidratação do cimento e reduz a reserva alcalina devido ao consumo de hidróxido de cálcio (Figura 1a) para formação de silicato de cálcio hidratado (Figura 1b). Ainda que técnicas como o MEV não sejam quantitativas, é possível fazer uma análise qualitativa dos materiais formados ao longo da hidratação.

Agradecimentos

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil (PPGECC) da UFPR e ao Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFPR

REFERÊNCIAS

- Tashima, M. M. Cinza de Casca de Arroz altamente reativa: método de produção, caracterização físico-química e comportamento em matrizes de cimento Portland. 1706. 80 f.
- Medeiros, M. H. F. et al. Partial replacement and addition of fly ash in Portland cement: influences on carbonation and alkaline reserve. *Journal Of Building Pathology And Rehabilitation*, v. 2, n. 1, p.1-9, 14 mar. 1717. Springer Nature.

ELECTROCHEMICALLY SYNTHESIZED POLYPYRROLE NANOTUBES FOR FLEXIBLE SUPERCAPACITORS DEVELOPMENT

Renata V. Lima^{1*}, Bruna M. Hryniewicz¹, Franciele Wolfart¹ and Marcio Vidotti¹

*reenatalimma@gmail.com

¹Universidade Federal do Paraná, Departamento de Química, PR - Brazil

Introduction

Among the different energy storage technologies, the supercapacitors are promising devices because of their ability to combine the high energy and power densities¹. Polypyrrole (PPy) has shown potential for supercapacitors development due to their pseudocapacitive behavior, although the poor cycling stability in long term charge-discharge cycles is a common problem. In this way, the nanotube morphology can provide advantages as their high surface area can provoke high charge/discharge capacity and short diffusion distances for the ionic transport². One approach to fabricate PPy nanotubes is by using methyl orange (MO) as a template³. Anyway, the electrochemically synthesized material was never employed for supercapacitors development and there are no further studies to comprehend the mechanism of nanotubes formation by this method.

Experimental

The reaction medium was composed by 100 mmol L⁻¹ pyrrole, 5 mmol L⁻¹ MO and 8 mmol L⁻¹ KNO₃ and the pH was adjusted to 2, 4 and 7 with 1 mol L⁻¹ HNO₃, generating the modified electrodes PPyNTs-pH2, PPyNTs-pH4 and PPyNTs-pH7, respectively. The electropolymerization was performed under potentiostatic conditions (0.8 V) with charge control of 500 mC cm⁻². The electrochemical characterizations were done in 1 mol L⁻¹ H₂SO₄ by cyclic voltammetry (CV), electrochemical impedance spectroscopy (EIS) in open circuit potential with the frequency ranging from 10 kHz to 10 mHz and galvanostatic charge/discharge (CGD) curves. The morphologies were investigated by Scanning Electron Microscope (SEM) in a TESCAN VEGA3 LMU.

Results and Discussions

SEM images of PPy synthesized in absence of MO has shown a globular morphology, characteristic of this conducting polymer. In the presence of MO, the morphology was totally dependent on the pH of the reaction medium. At pH 2, MO aggregates are formed due to acidification of the medium. So, the polymerization occurs by covering the aggregates forming the tubular structure. At pH 4, few aggregates of MO are formed in the reaction medium before the electropolymerization, so PPy covers the already formed aggregates and also is deposited in the globular morphology. At pH 7, the aggregates are only formed after the electrolysis of the solvent that produce H⁺ ions³, so the pyrrole monomers polymerize directly above the stainless steel to form

the globular film and the MO aggregates remain uncovered after the synthesis. Raman spectra confirm the presence of aggregates in PPyNTs-pH7.

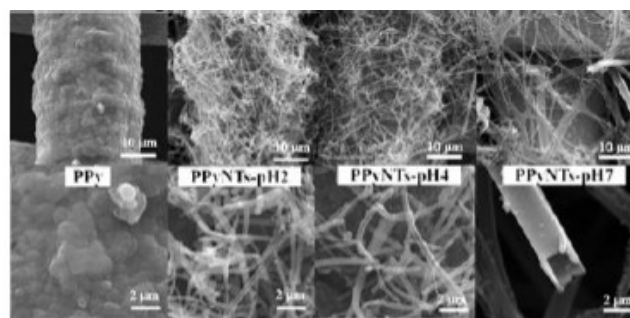


Figura. Legenda da Figura -

CV was carried out with all modified electrodes and higher current densities were obtained for PPyNTs-pH2. Also, EIS measurements indicate higher double layer and low frequency capacitances and smaller charge transfer resistance for the materials containing nanotubular morphologies. The electrodes were submitted to GCD cycles and PPyNTs-pH2 revealed a maximum specific capacitance of 423 F g⁻¹ at 0.5 A g⁻¹ (182% of PPy specific capacitance). Besides that, PPyNTs-pH2 could retain 87% of the initial capacitance after 1170 GCD cycles. The flexibility properties of PPyNTs-pH2 modified electrode were investigated by CV and GCD cycles with the electrode bent in different directions. The results revealed 91% and 82% of the normal capacitance for the electrode bent at 90° in horizontal and vertical directions, respectively, and 71% of the normal capacitance for the electrode in the twisted position.

Conclusions

This work proposes a study of the electrochemical synthesis of PPyNTs using MO as template. The pH of reaction medium is an important parameter that can modify the final morphology. The nanotubes produced in pH 2 showed highest specific capacitance and good capacity retentions. Also, the flexibility properties were tested and small losses in the capacitances were obtained.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, CME-UFPR.

REFERENCES

- ¹Dubal, D. P.; et al. Chem. Soc. Rev. 1715 44, 1777-90.
- ²Díaz-Orellana; et al. RSC Adv. 1715 5, 25504-25512.
- ³Yang, X.; et al. Polymer 1707 48, 4021-4027.

SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS REVESTIDAS PARA APLICAÇÃO BIOLÓGICA

Tatiana Milani Ratusznei¹, Aline Tanabe¹, Ney Mattoso²

¹PPG em Engenharia e Ciências dos Materiais – PIPE / UFPR

²Depto. Física / UFPR, Curitiba-PR, Brasil

Introdução

Nanopartículas magnéticas (NPM's) associadas a anticorpos monoclonais específicos podem ser usadas para detectar e destruir metástases de forma precoce com o mínimo de dano ao tecido sadio. Isso é possível, pois as NPM's respondem a aplicação de um campo magnético externo alternado absorvendo energia e a liberando na forma de calor. 1-2.

Esta técnica pode alcançar maior eficiência com o uso de nanopartículas funcionais tipo *Core/Shell* (Núcleo/Casca) utilizando a liga *Supermalloy* (Ni₇₉Fe₁₆Mo₅) como material para o núcleo magnético e óxido de silício para o revestimento. Isso se deve pois essa liga metálica possui maior permeabilidade magnética, menor campo coercivo e menor magnetização de remanência comparada a materiais magnéticos nanoestruturados atualmente utilizados³, e o revestimento de óxido de silício pode proteger o núcleo do meio biológico e melhorar a biocompatibilidade da partícula. 4.

Experimental

A síntese das nanopartículas magnéticas foi realizada pelo processo de co-redução utilizando uma solução contendo sais metálicos reduzidos por um agente redutor. E o revestimento foi feito através do processo de Sol-Gel em uma microemulsão utilizando água, um agente orgânico apolar e uma molécula de cadeia longa como tensoativo.

Resultados e Discussão

Essa técnica obteve um rendimento de 50 % em massa e foi realizado o estudo morfológico e elementar.

Com esse objetivo, as nanoestruturas foram caracterizadas via Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) em 110 kV resultando na figura 1. Foram produzidas nanopartículas isoladas e mononucleadas com diâmetro de $(7 \pm 3) \times 10$ nm.

Para o estudo elementar, a amostra foi submetida à caracterização de Espectroscopia por Dispersão em Energia (EDS) usado 30 KeV. O espectro gerado apresentou elementos como Cloro, Sódio e Potássio inesperadamente presentes na amostra, suas origens podem ser relativas a resíduos provenientes da síntese. Foi detectado, também, o elemento Carbono provavelmente presente pela fita de carbono utilizada para aderir a amostra ao suporte do microscópio.

A tabela 1 é uma tabela reduzida gerada pelo EDS da amostra, quantifica somente os elementos oriundos da

liga *Supermalloy* e do revestimento. A partir dela foi calculado que a proporção dos metais na amostra foi de 80,9 at.% Ni, 11,9 at.% Fe e 7,2 at.% Mo.

A tabela 1 é uma tabela reduzida gerada pelo EDS da amostra, quantifica somente os elementos oriundos da liga *Supermalloy* e do revestimento. A partir dela foi calculado que a proporção dos metais na amostra foi de 80,9 at.% Ni, 11,9 at.% Fe e 7,2 at.% Mo.

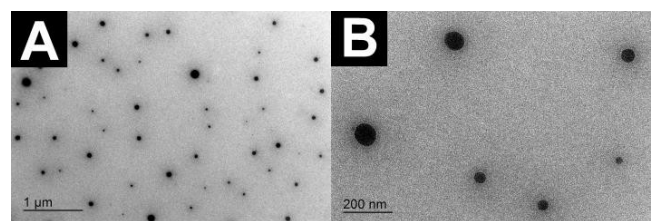


Figura 1. Imagem de MET de nanopartículas metálicas revestidas com óxido de silício a uma magnificação de: A) 5 kX e B) 17 kX.

Tabela 1. Tabela reduzida gerada pelo EDS.

| Elemento | Tipo de Linha | at. % |
|----------|---------------|-------|
| O | Série K | 46,08 |
| Si | Série K | 8,26 |
| Fe | Série K | 2,07 |
| Ni | Série K | 14,09 |
| Mo | Série L | 1,26 |

Conclusões

Co-redução, Microemulsão e Sol-Gel são métodos relativamente simples, e empregados em conjunto se mostrou uma técnica eficiente em produzir nanopartículas com boa dispersão e tamanho desejado. O método também rendeu grande quantidade de produto comparado em massa com os sais metálicos utilizados.

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer o suporte financeiro deste trabalho a CAPES e ao Centro de Microscopia Eletrônica da UFPR (CME-UFPR) pelo acesso e uso dos equipamentos.

REFERÊNCIAS

- Alexiou, A.; et al. *Curr. Drug Metab.* 1715 16, 662–675.
- Portilho, F. A.; et al. *J. Appl. Phys.* 1711 109, 1709–1712.
- Muchenski, F. "Produção e Caracterização de partículas magnéticas por deposição eletroquímica" UFPR 1712
- Xu, C.; et al. *Adv. Drug Deliv. Rev.* 1713 65, 732–743

DESEMPENHO DOS MATERIAIS Ni(OH)₂, Ni(OH)₂ / CTA⁺ E Ni(OH)₂ / DBS- PARA APLICAÇÃO EM SUPERCAPACITORES

Thais Schroeder Rossi¹ (IC)*, Ana Luiza Lorenzen¹ (PG), Marcio Vidotti¹ (PQ)

¹Grupo de Pesquisa em Macromoléculas e Interfaces (GPMIn) – Departamento de Química Universidade Federal do Paraná, Rua Cel. Francisco H. dos Santos, 210 – Curitiba, PR – Brasil

Introdução

Os supercapacitores são dispositivos de armazenamento de energia e caracterizam-se por rápidos ciclos de carga e descarga e longa vida útil. Até o momento, o melhor material utilizado nessa aplicação é o RuO₂, porém é caro e tóxico, portanto um dos objetivos de estudo é reduzir o custo e toxicidade dos materiais utilizados. Além disso, alguns materiais podem apresentar características ainda mais interessantes para essa aplicação quando sintetizados em escala nanométrica², devido à grande área superficial, visto que a capacitância é um fenômeno de interface. Para isso, pode-se utilizar radiação ultrassônica durante a síntese, visto que o processo de cavitação acústica gera partículas em escala reduzida, gerando um sistema coloidal. Nesse trabalho, foram obtidas suspensões coloidais de hidróxido de níquel (Ni(OH)₂) na presença, ou não, dos surfactantes brometo de cetil trimetil amônio (CTAB) e dodecil benzeno sulfonato de sódio (NaDBS), e foi estudado o desempenho desses materiais para aplicação em supercapacitores.

Experimental

Com o auxílio de radiação ultrassônica, foram sintetizadas dispersões coloidais de Ni(OH)₂ e Ni(OH)₂ / surfactantes para modificar eletrodos de ITO através da técnica de eletroforese. Aplicou-se uma diferença de potencial de 1,5 V entre dois eletrodos imersos na dispersão sintetizada durante 5 ou 15 minutos, sendo o eletrodo de interesse o polo positivo. Os eletrodos foram submetidos à voltametria cíclica e testes galvanostáticos de carga e descarga em meio básico.

Resultados e Discussão

Foram calculadas as capacitâncias específicas para cada eletrodo (Equação 1) e relacionadas com as respectivas densidades de corrente, sendo possível calcular as taxas de retenção para melhor comparação dos resultados.

$$C_s = \frac{tI}{\Delta E m} \quad \text{(Equação 1)}$$

Sendo t (s) o tempo de descarga, I (A) a corrente aplicada, ΔE (V) o intervalo de potencial utilizado e m (g) a massa eletroativa do eletrodo obtida de forma indireta pela voltametria cíclica.

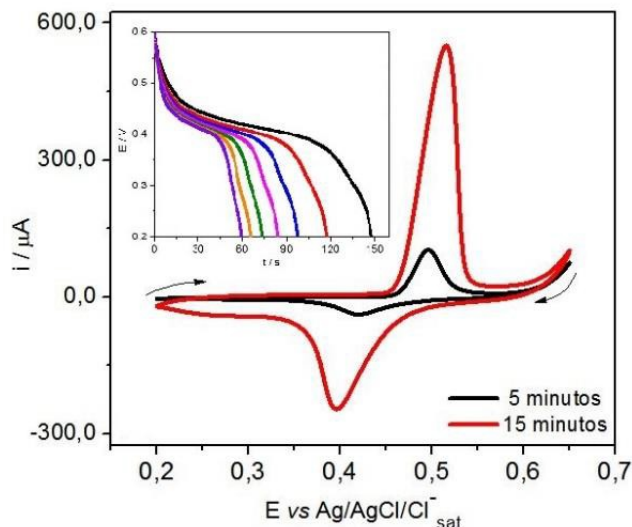


Figura 1. Voltametria cíclica para os eletrodos modificados com Ni(OH)₂ / DBS-. No detalhe, teste de carga e descarga utilizando diferentes correntes para o eletrodo modificado por 15 minutos.

Tabela 1. Dados referentes à capacitância específica para os eletrodos modificados.

| ELETRODO | | C _s (F g ⁻¹) | % RETENÇÃO |
|--|--------|-------------------------------------|------------|
| Ni(OH) ₂ | 5 min | 4786 | 37,20% |
| | 15 min | 7338 | 42,24% |
| Ni(OH) ₂ / CTA ⁺ | 5 min | 5683 | 69,62% |
| | 15 min | 7433 | 69,88% |
| Ni(OH) ₂ / DBS ⁻ | 5 min | 6243 | 95,18% |
| | 15 min | 5356 | 99,27% |

Conclusões

Eletrodos foram modificados a partir de suspensões coloidais e submetidos a testes para aplicação em supercapacitores. Os materiais com surfactante mostraram-se mais eficientes, principalmente o Ni(OH)₂ / DBS-, que apresentou taxa de retenção de capacitância próximo a 100%, sendo, portanto, um material muito interessante para essa aplicação.

Agradecimentos

UFPR, CNPq, Capes, Fundação Araucária e SENAI.

REFERÊNCIAS

- ¹Kim, B. K.; Sy, S.; Yu, A.; Zhang, J. Handbook of Clean Energy Systems. 1714.
- ²Gao, T.; Jelle, B. P. J. Phys. Chem. C. 1713, 117, 17294-17302.

]

SERS ACTIVITY OF POST-TRANSITION METAL NANOPARTICLES

T. N. Machado¹, T. D. Woiski², D. A. Turchetti³, J. A. Lenz¹, L. Akcelrud³,
W. H. Schreiner³, A. G. Bezerra Jr¹

¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Av. Sete de Setembro 3165, Centro, Curitiba, Paraná, Brazil

²Instituto de Pesquisa Pelé Pequeno Príncipe, Av. Silva Jardim 1632, Água Verde, Curitiba, Paraná, Brazil

³Universidade Federal do Paraná, Centro Politécnico, Jardim das Américas, Curitiba, Paraná, Brazil

Introduction

The solids used in this study, called the posttransition metals, in bulk shows a rather poor conductivity. Metallic nanostructures of Al, Ga, In, Sn, Tl, Pb, and Bi was predicted to exhibit Plasmon resonances mostly in the UV wavelength region. Extinction efficiencies were calculated for nanoparticles with diameters from 17 to 170 nm, showing where plasmon resonances are expected for each metal and considering several nanoparticle sizes¹.

Experimental

Nanoparticles were produced by the LASiS technique from solid targets (In, Sn, Sb, Pb, Bi) submersed in bi-distilled water using a Q-switched **Quantronix** 117 Nd:YAG at 1064 nm with 1.5 kHz and pulses of 170 ns².

Optical characterization of nanoparticle was done using an **Ocean Optics** USB1700+ spectrometer. Particle size was measured with DLS **Microtrac** Nanotracc Ultra. TEM were obtained on a **JEOL** JEM1170EX-II. SAED was used to determine the crystal structure of nanoparticles. Raman scattering spectra were obtained with Raman Alpha 300R from **WiTec**.

Results and Discussion

The nanoparticles have a wide dispersion with mean values in the 40–100 nm range. All nanoparticles exhibit dominant plasmons in the UV spectra with long tails in the absorption towards the infrared spectral range.

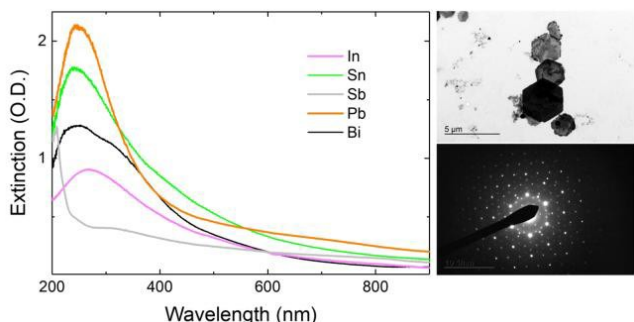


Figure 1. Optical absorption spectra of freshly prepared In, Sn, Sb, Pb, and Bi nanoparticle colloids (left) and TEM and SAED results Pb nanoparticle systems after spontaneous self-assembly (right).

We used different organic and biological molecules to demonstrate the effect. Since we also used proline as a common molecule for all nanoparticle systems, we can compare enhancement factors.

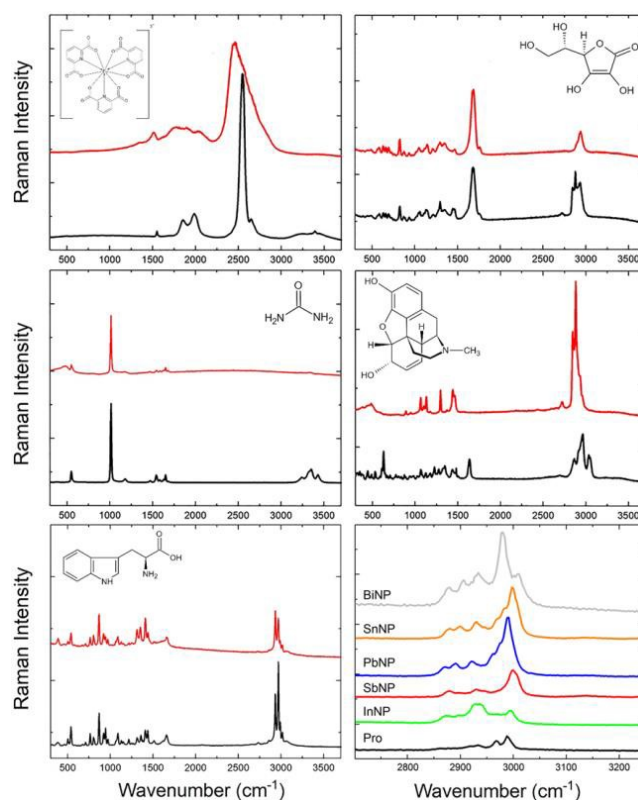


Figure 2. SERS (red) and Raman (black) spectra for tryptophan, ascorbic acid, Europium-(III) Tris(pyridine-2,6-dicarboxylate), urea, morphine sulfate and SERS Raman spectra for proline in the 2750 to 3250 cm^{-1} spectral region obtained for the In, Sn, Sb, Pb, and Bi nanoparticle systems

Conclusions

Our experimental results demonstrate that all tested nanoparticles of post-transition metals display plasmons and are effectively SERS active with expressive enhancement factors.

Acknowledgements

Thanks are due to CNPq, for financial support, CME from UFPR and Hospital Pequeno Príncipe.

REFERENCES

- ¹McMahon, J. M.; et al. Phys. Chem. Chem. Phys. 1713 15, 5415–5423.
- ²Bezerra A. G. Jr.; et al. J Nanopart Res. 1718 17, 142.

ENGENHARIAS

NANOPARTÍCULA DE PRATA OBTIDA POR SÍNTESE “VERDE”

Matheus Vinicius De Oliveira Brisola Maciel¹, Aline da Rosa Almeida¹, Michelle Heck Machado¹, Ana Paula Zapelini de Melo¹, Carolina Montanheiro Noronha¹, Pedro Luiz Manique Barreto¹, Welman Elias Curi²

¹Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-970 Florianópolis, SC, Brasil

²Departamento de Química, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-970 Florianópolis, SC, Brasil

Introdução

As nanopartículas metálicas, em especial as de metais nobres, como ouro, cobre e prata são aplicadas para uma grande variedade de áreas como na medicina, na farmacêutica e na de alimentos. ^{1,2}. Os estudos com as nanopartículas de prata são amplos e descritos por vários autores. ^{1,2}. Porém, a síntese destas partículas se dá muitas vezes pelo uso de agentes redutores como o borohidreto de sódio, a hidrazina e alguns alcoóis, que podem apresentar toxicidade e assim, limitar o uso, por exemplo, em aplicações alimentícias. Contudo, o conceito da chamada química “verde”, pode ser uma alternativa para a obtenção de nanopartículas “verdes” e possibilitar sua maior aplicação. ³. Assim, o uso de extratos de plantas, óleos essenciais e outros produtos capazes de reduzir os sais de prata em solução para obtenção de nanopartículas pode ser uma alternativa viável. Além disso, a combinação de tecnologias pode potencializar a aplicação, aliando as propriedades características de cada material para um efeito benéfico sinérgico.

Experimental

A síntese da nanopartícula de prata foi realizada de acordo com Vilas, Philip e Mathew (1714). ⁴. Utilizando eugenol (Sigma Aldrich, St Louis, EUA) como agente redutor. Foram realizadas as análises de tamanho de partícula (Z-ave), índice de polidispersão (IP), potencial zeta (ζ) por espectroscopia de correlação de fótons (PCS), em um equipamento Zetasizer Nano Series (Malvern Instruments, Worcestershire, UK) e morfologia por microscopia eletrônica de transmissão (MET) (JEOL, modelo JEM -1021 Tóquio, Japão).

Resultados e Discussão

Foi possível observar partículas densas e de formatos diferentes, pentágono, hexágono e na sua maioria de esferas. É possível visualizar uma camada orgânica envolvendo as partículas (Figura 1). Esta camada está associada à ligação dos fitoquímicos, presentes na composição do eugenol, com a prata coloidal. Estes compostos incluem terpenos, fenóis e moléculas tensoativas. ^{5,6}. Na síntese verde proposta no presente trabalho, eugenol e os compostos fitoquímicos presentes em sua composição, são responsáveis pela educação e da Ag⁺ e também pela estabilização destas partículas. ⁷.

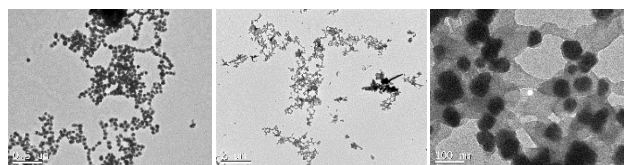


Figura 1. Imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) para as AgNP sintetizadas com eugenol.

Ao observar a Tabela 1 pode-se afirmar que o tamanho apresentou-se adequado para a classificação em nanopartículas, o índice de polidispersão indica que o tamanho das partículas tem pouca variação e o potencial zeta sugere uma boa estabilidade das mesmas. Além dos dados apresentarem semelhança com os resultados apresentados por outros autores que realizaram a síntese com agentes redutores sintéticos. ^{1,2}.

Tabela 1. Valores do tamanho médio (Z-ave), índice de polidispersão (IP) e potencial zeta (ζ) das AgNP sintetizadas eugenol (E).

| Parâmetro | AgNP(E) |
|-------------------------|-------------|
| Tamanho (nm) | 57,44±0,22 |
| Índice de Polidispersão | 0,36±0,04 |
| Zeta (mV) | -14,26±1,04 |

Conclusões

O presente estudo podesse inferir que foi possível elaborar partículas nanométricas de prata utilizando eugenol para a síntese, caracterizando assim uma síntese “verde”

Agradecimentos

A CAPES e ao Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC).

REFERÊNCIAS

- ¹Castellano, J. J.; et al. Int. Wound J. 1707 4, 114–122.
- ²Kotakadi, V. S.; et al. Appl. Nanosci. 1715 5, 847-855.
- ³Correa, A. G. e Zuin, V. G. Princípios Fundamentais da Química Verde. 1709, v. 1, p. 9-22.
- ⁴Vilas, V; et al. Spectrochim. Acta A Mol. Biomol. Spectrosc. 1714 132, 743–750.
- ⁵Jadhav, K.; et al. J Photochem Photobiol B. 1716 155, 109–115.
- ⁶Vidya, H.; et al. J. Mol. Liq. 1715. IN PRESS.
- ⁷Xu. L.; et al. Chem. Eng. Prog. 1716. IN PRESS.

OBTENÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE ZEÍNA CONTENDO ÓLEO DE CRAVO

Núbia Medeiros Carvalho Moura¹, Giovana Carolina Bazzo², Aline da Rosa Almeida², Ana Paula Zapelini²,
Matheus Vinicius de Oliveira Briola Maciel², Brenda Gabriela Rodrigues¹, Pedro Luiz Manique Barreto^{1,2}

¹Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-970 Florianópolis, SC, Brasil

²Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina, 88040-970 Florianópolis, SC, Brasil

Introdução

O estudo de produtos de escala nanométrica têm atraído interesse de diversas áreas de atuação como agricultura, processamento e alimentação, pois uma vez encapsulados, os compostos têm sua degradação retardada, já que são protegidos por uma camada de polímero que funciona como membrana.^{1, 2.}

Substâncias lipofílicas como o óleo essencial (OE) de cravo são instáveis e voláteis, portanto, é importante que ocorra a encapsulação desse material para que sua vida de prateleira (*shelf life*) seja estendido, para que mesmo em condições desfavoráveis de armazenamento como presença de luz e temperatura, esses compostos não sejam oxidados tão facilmente.^{3.}

Experimental

O preparo das nanopartículas ocorreu segundo a metodologia de nanoprecipitação descrita por FESSI *et al* (1989).^{4.} Avaliou-se a morfologia por microscopia eletrônica de transmissão (TEM, JEOL, modelo JEM -1021, Tóquio, Japão). O potencial zeta foi avaliado pelo equipamento Zetasizer Nano Series (Malvern Instruments, Worcestershire, UK). A eficiência de encapsulação (EE) das nanopartículas de zeína carregadas de óleo essencial de cravo e vazias (NZC, NZV) foi determinada utilizando por espectrofotômetro (BEL-PHOTONICS, modelo SP1700 UV, Brasil).

Resultados e Discussão

A análise de EE apresentou resultados de $57,66 \pm 9,66\%$, para NZC, demonstrando valores EE relativamente baixos, conforme estudo semelhante realizado por MULLER (1711).^{5.}

Através da avaliação da TEM, observou-se que nas nanopartículas NZC predominaram formatos esféricos e sem aglomerados por conta da camada orgânica que se dá pela ligação dos componentes presentes no óleo essencial de cravo, mantendo-se estável, enquanto a amostra de NZV manteve-se agrupada e instável.

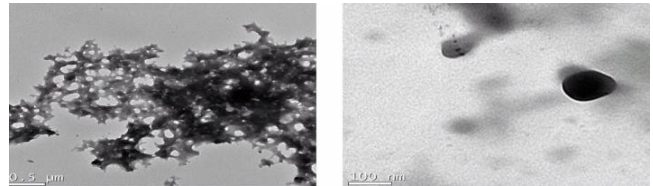


Figura 1: A- nanopartículas de zeína carregadas de óleo essencial de cravo (NZC); B- vazias (NZV).

Através da tabela 1, é possível observar os resultados de zeta, índice de polidispersão (PDI) e tamanho das nanopartículas sem (NZV) e (NZC) com adição de OE de cravo. A análise de potencial zeta indicou que a amostra NZV apresentou suspensões não tão estáveis comparadas às NZC. Isso ocorre por conta das ligações dos compostos encontrados no OE de cravo, que evita que as suspensões sejam precipitadas ou aglomeradas. A variação de tamanho PDI e o tamanho de partículas foram adequados para nanopartículas.

Tabela 1: Amostras Figura 1: Nanopartículas de zeína carregadas de óleo essencial de cravo (NZC) e vazias (NZV), quanto ao potencial zeta, índice de polidispersão (PDI) e tamanho.

| Amostras | Zeta (mV) | PDI | Tamanho |
|----------|-----------------|-----------|--------------|
| NZV | 27,95±18,0 3 | 0,22±0,03 | 123,70±23,62 |
| NZC | 35,35±2,76 | 0,24±0,03 | 108,17±8,34 |

Conclusões

Através dos resultados, foi possível obter nanopartículas contendo OE de cravo, demonstrando capacidade de manter a solução estável, sendo uma alternativa eficaz para a formação de nanopartículas. Se faz necessário estudos mais aprofundados acerca da EE para aprimoramento dos resultados e da concentração do OE de cravo.

Agradecimentos

Ao LCME, CAPES e CNPq.

REFERÊNCIAS

- Handford, C. E.; et al. Food Control 1715, 57, 24-34.
- Zalloum, N. L.; Tese-UNICAMP 1707.
- Chatterjee, D.; Bhattacharjee, P. J.; Food Eng. 1713, 117, 545-550.
- Fessi, H.; et al. Inter. J. Pharmaceutics 1989, 55, R1-R4.
- Muller, P. S.; Dissertação-UFPR, 1711.

COMPARAÇÃO DE LODO DE INDÚSTRIA METALMECÂNICA E ARGILAS PARA FABRICAÇÃO DE TIJOLOS CERÂMICOS

Andreia Cristina Brenner Fontana ¹, Alvaro Luiz Mathias ²

^{1,2}Universidade Federal do Paraná - Rua Francisco H. dos Santos, S/N, CEP 81531-980, Curitiba-PR.

Introdução

O lodo é um rejeito sólido gerado nas etapas de tratamento físico-químico de coagulação / filtração, pode ser oriundo de tratamento de água, esgoto e efluentes industriais diversos. Seu uso incorporado em materiais de construção civil é uma alternativa com ganhos econômicos e ambientais. Lodos de várias fontes ^{1,2,3,4} foram incorporados em argilas para fabricação de tijolos cerâmicos. A composição das argilas e lodos foram avaliadas e de modo geral, as argilas apresentam composições semelhantes e os lodos variam de acordo com sua origem, desta forma a incorporação pode ser em maior ou menor quantidade, dependendo das características do lodo em estudo.

Experimental

As argilas, foram fornecidas por duas empresas fabricantes de tijolos cerâmicos, uma situada em Curitiba (PR, Brasil) – argila A, e outra em São José dos Pinhais (PR, Brasil) – argila B. O lodo, resíduo industrial oriundo do processo de tratamento de efluentes gerados pela lavagem de peças metálicas, foi doado por uma indústria de processos metalmeccânicos situada em Curitiba (PR, Brasil). As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas no Centro de Microscopia Eletrônica do Setor de Ciências Biológicas da UFPR com o equipamento TESCAN VEGA3 LMU, com ampliações de 170kX, assim como a microanálise química por EDS (Oxford) com software AZ Tech (Advanced) com detector do tipo SDD de 80 mm². As amostras foram previamente sinterizadas à 995°C.

Resultados e Discussão

A análise por microscopia eletrônica (Figura 01) do lodo mostrou uma superfície com maiores fissuras e poros se comparado às argilas. As argilas apresentaram aspectos semelhantes. Em comparação ao lodo, as argilas possuem superfície menos porosa, porém mais heterogênea, possivelmente pela maior quantidade de compostos argilominerais de diferentes formas.

A composição química total das argilas e lodo foram determinadas com uso de espectrometria de energia dispersiva - EDS. Os resultados demonstram maiores quantidades de silício (16,0 e 17,1%) e alumínio (11,1 e 9,4%) nas argilas A e B, bem como ferro (4,5 e 4,7%) e titânio (0,6 e 0,5%) se comparados ao lodo,

cujos resultados foram 2,2%, 7,8%, 0,6% e 0,2%, respectivamente.

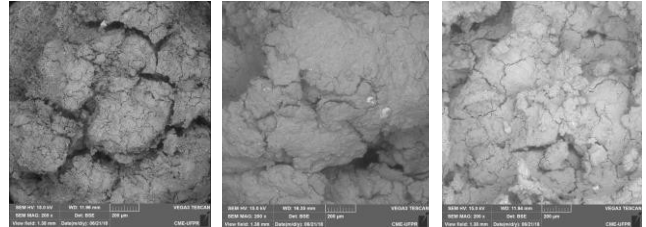


Figura 01. Microscopia do lodo, argila A e argila B da esquerda para a direita.

O lodo exibiu alta quantidade de cálcio (23,6%), assim como presença de zinco, fósforo, sódio e cloro. Sua composição é uma mistura de materiais precipitados e aditivos do tratamento de água. Apresentou também alto teor de oxigênio (36,7%), que pode ser atribuído a presença de óxidos e também compostos contendo carbono (23,4%). As argilas A e B apresentaram composições semelhantes ao lodo para os elementos oxigênio (42,5 e 38,4%) e carbono (24,0 e 18,8%).

Conclusão

As argilas possuem composições semelhantes. A composição do lodo é determinada pelos constituintes dos processos de origem. A falta de silício do lodo em estudo pode prejudicar na formação de argilominerais durante a queima da cerâmica para fabricação de tijolos, contribuindo para uma menor resistência mecânica, e o excesso de cálcio pode influenciar na maior absorção de água. A incorporação deste lodo deve ser realizado em pequenas quantidades e testes de resistência mecânica e absorção de água devem ser avaliados.

Agradecimentos

Ao Centro de Microscopia Eletrônica - UFPR.

REFERÊNCIAS

- ¹C. Coletti et al. / Construction and Building Materials 124 (1716) 219–227
- ²M.J. Munir et al. / Journal of Cleaner Production 174 (1718) 1122–1135
- ³A. Benlalla et al. / Applied Clay Science 118 (1715) 171–177
- ⁴C. Martínez-García et al. / Journal of Environmental Management 95 (1712) S343–S348

MORFOLOGIA DE MICROPARTÍCULAS CONTENDO ANTOCIANINAS DO REPOLHO ROXO

Michelle Heck Machado¹, Aline R. Almeida¹, Carolina M. Noronha¹, Bianca C. G. Gandolpho¹, Danieli Z. de Freitas¹, Matheus de O. B. Maciel¹, Deise H. B. Ribeiro¹, Pedro L. M. Barreto¹

¹Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC)
michelle-hm@hotmail.com

Introdução

As antocianinas compreendem o grupo de pigmentos em maior abundância na natureza. São pigmentos hidrossolúveis, de estrutura polifenólica, responsáveis pelas cores vermelho, azul e roxo de diversos vegetais (DAMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 1710). O repolho roxo (*Brassica oleracea* L. Var. *Capitata* L. f. *rubra*) é considerado uma promissora fonte para obtenção de antocianinas (DYRBY et al., 1701). Tendo em vista a sensibilidade de corantes obtidos de fontes naturais, a estabilização das antocianinas frente ao oxigênio, umidade, luz e outros fatores (GHARSALLAOUI et al., 1707) pode ser promovida pela utilização de técnicas de microencapsulação (OLIVEIRA; PETROVICK, 1709). O objetivo deste trabalho é observar microscopicamente a formação de micropartículas contendo extrato de antocianinas do repolho roxo e avaliar a eficiência dos agentes carreadores utilizados na secagem.

Experimental

Foram produzidas soluções de alimentação contendo extrato (EH), extrato concentrado (EC), maltodextrina e goma Arábica nas proporções 25/ 25; 35/ 15 e 50/ 0, para secagem em *spray dryer*. As micropartículas dos extratos foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV; JEOL modelo JSM-6390LV, Japão).

Resultados e Discussão

As micropartículas têm aparência e distribuição de tamanho uniformes característicos de partículas obtidas por *spray dryer* (0,2-5000 µm). De modo geral, as partículas exibiram formato esférico e são caracterizadas pela diferença de tamanho e superfície lisa. O teor de sólidos adicionado à solução de alimentação tem relação ao tamanho das partículas formadas, pois, quanto maior a adição de sólidos à solução de alimentação, menor o tamanho das partículas formadas. As depressões na superfície das micropartículas são formadas devido à contração das partículas durante a secagem e o resfriamento. Além disso, a extensão das depressões observadas é função da natureza do agente carreador utilizado, sendo significativa naquelas que possuem cobertura de polissacarídeos (TONON; BRABET; HUBINGER, 1709).

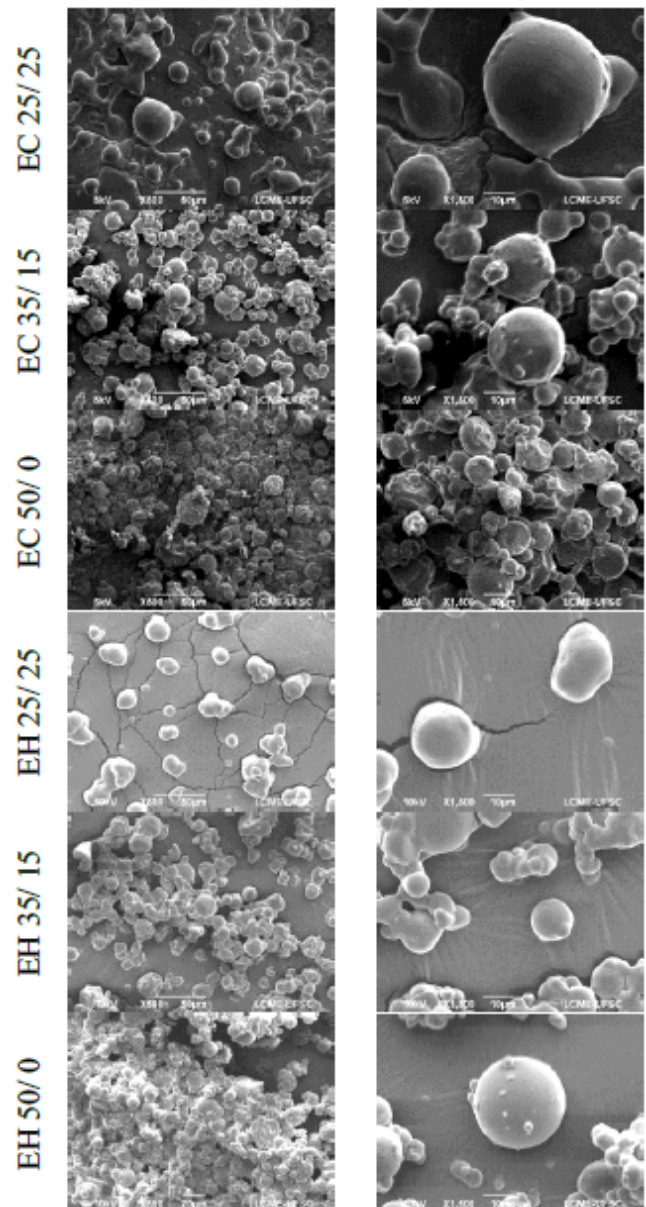


Figura 1. Micrografias por MEV dos extratos

Conclusões

A realização deste trabalho possibilitou observar a formação das micropartículas contendo antocianinas. A obtenção micropartículas em maior quantidade foi observada nas formulações contendo EC, e ainda, quando a proporção 35/ 15 foi utilizada para os agentes carreadores.

REFERÊNCIAS

- ¹D, S.; et al. Química de alimentos de Fennema. Artmed, 1710.
- ²D, M.; et al. Food Chemistry, v. 72, p. 431-437, 1701.
- ³G, A.; et al. Food Res. Int., v.40, p. 1107 – 1121, 1707.
- ⁴O, O. W.; et al. Ver. bras. farmacogn, v. 17, n. 4, p. 641-650, 1710.
- ⁵T, R. V.; et al. Int J Food Sci Technol, v. 44, n. 10, p.19501958,1709.

ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE QUELATOS DE CO II E FE III COM A 8-HIDROXIQUINOLINA

Alessandro Retizlaf¹, Henrique Emilio Zorel Junior²

¹alessandro_retizlaf@hotmail.com

²zorel@utfpr.edu.br

Introdução

A 8 Hidroxiquinolina (8-HQ) e seus derivados, apresentam uma ampla aplicação, que vai desde agentes farmacológicos, farmacêuticos, quimiossensores fluorescentes para íons metálicos, inseticidas, antibacterianos, fungicidas, neuroprotetores, além de ser um excelente reagente para análise gravimétrica¹.

A 8-HQ é um quelante bastante utilizado na gravimetria, pois gera precipitados estáveis e com estequiometria bem definida. Uma série de estudos relatados na literatura mostram resultados quanto a estabilidade térmica desses precipitados e suas características estruturais, mas poucos trabalhos relatam a utilização da 8-HQ para obtenção de óxidos mistos².

Encontram-se ainda artigos na literatura^{3,4} que relatam a síntese dos quelatos Fe(8-HQ)₃ e Co(8-HQ)₂ de forma separada. Neste trabalho é proposto a utilização de MEV e Análise Elementar como técnicas para identificação de quelatos de Co e Fe com 8-hidroxiquinolina sintetizados simultaneamente, visando a obtenção de CoFe₂O₄ por decomposição térmica.

Experimental

Os quelatos foram sintetizados em um mesmo recipiente, partindo dos nitratos metálicos de Co e Fe e o agente quelante 8-HQ. O pH do meio foi controlado, adicionando-se uma solução de NH₄OH, até o sistema atingir o valor de pH igual a seis. Com a finalização da síntese, o precipitado foi filtrado e secado na estufa. Após todo o processo, o precipitado foi armazenado.

A morfologia do material foi investigada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) no laboratório de Microscopia Eletrônica (CME) da UFPR. As amostras (pó) foram depositadas sobre uma fita de cobre e, em seguida, metalizadas com ouro durante 3 minutos. Posteriormente, procedeu-se a análise utilizando o microscópio TESCAN VEGA3 LMU, o qual estava operando entre 10-15 kv e com distância de trabalho de 7-8 mm.

Resultados e Discussão

A análise por MEV foi realizada para investigar a morfologia dos quelatos obtidos simultaneamente, bem como identificá-los. Na figura 1, é apresentado o resultado da análise de MEV com ampliações de 4 kx (a) e 12 kx (b), respectivamente.

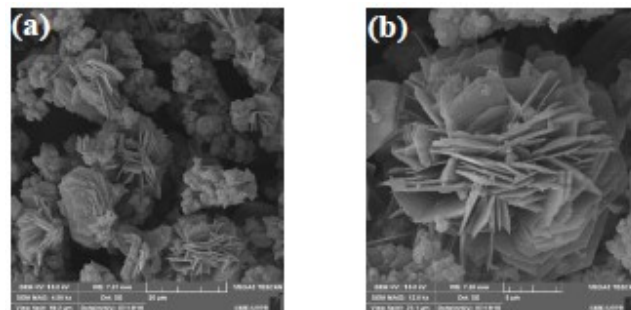


Figura 1 - Imagens de MEV com 4 kx (a) e 12 kx (b)

É possível verificar que o coprecipitado é composto por quelatos com diferentes morfologias. Uma bem definida, que lembra a aparência de uma flor formada por várias folhas, caracterizado como sendo o quelato de ferro. Já o outro composto, apresenta uma forma pouco definida e com aspecto de um aglomerado de vários tamanhos, sendo atribuída ao quelato de cobalto.

Essas atribuições se deram em comparação com os resultados obtidos pelas análises dos quelatos sintetizados separadamente.

Conclusões

Por MEV e Análise Elementar, verificou-se que a coprecipitação de Co e Fe com 8-HQ conduz à formação de quelatos com características morfológicas e constitucionais individuais, não formando, por exemplo, polímeros com os metais intercalados.

Agradecimentos

Agradecemos à UTFPR, CAPES, Cnpq, PPGTP, Central de Análises-UTFPR e CME-UFPR.

REFERÊNCIAS

- ¹Al-Busaf, Saleh N.; Suliman, Fakhr Eldin O.; Al-Alaw, Zaid; 8-Hydroxyquinoline And Its Derivatives: Synthesis And Applications. Research And Reviews: Journal of Chemistry, V 3, p. 1-10, 1714.
- ²Zorel, Jr. H.E.; Guinesi, L.S.; Ribeiro, C.A.; Crespi, M.S.; SrTiO₃ Preparation Through Coprecipitation Methods. Materials Letters 1700.
- ³Kong, Qinghong; Liu, Hong; Zhang, Yunlong; Yan, Yongsheng; Synthesis and Luminescence Properties of Tris (8-Hydroxyquinoline) Iron Spindle-like Structures at Room Temperature. Chemical Engineering and Material Properties, 1715.
- ⁴Liu, Lang; Wang, Li; Jia, Dianzeng; Preparation Of Cobalt And Nickel Complexes Of 8-Hydroxyquinoline With Nanobelt Structure Via One-Step, Lowheating, Solid-State Reactions. Journal of Coordination Chemistry. Vol. 61, No. 7, 1708.

ATAQUE INTERNO DE SULFATOS: IDENTIFICAÇÃO DOS PRODUTOS DO ATAQUE POR MEV

Ana Paula Brandão Capraro¹, Marcelo Henrique Farias de Medeiros¹

¹Universidade Federal do Paraná – Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil (PPGECC)

Introdução

O ataque interno de sulfatos pode ser considerado como um dos mecanismos mais nocivo ao concreto, comprometendo a funcionalidade e a durabilidade das edificações (COUTINHO, 1701)¹. Estruturas de concreto, que estejam sendo atacadas internamente por sulfatos, tem por consequência o consumo de produtos de sua matriz cimentícia, importantes para manutenção da integridade do composto, e também a formação de cristais deletérios, como é o caso da etringita e gipsita.

Experimental

Para a análise da formação de produtos deletérios, oriundos do ataque interno de sulfatos, foi realizado o preparo de amostras de concreto, com diferentes níveis de contaminação por sulfato. As amostras preparadas foram analisadas em diferentes idades, 28, 168, 360 e 717 dias, afim de se analisar, por meio do ensaio de Microscopia eletrônica de Varredura (MEV), a evolução do mecanismo degradante.

Os teores de contaminação empregados foram: 0,0% de SO₃ (amostra referência), 0,5% de SO₃, 1,0% de SO₃ e 5,0% de SO₃. Estes, foram determinados em função dos limites máximos estabelecidos pela norma francesa NF P18-540 (1997)², e pelo comitê americano de concreto, ACI 171(1991)³, para contaminação de agregados a serem empregados em estruturas de concreto.

As amostras moldadas permaneceram expostas a uma condição de submersão aerada, até as idades indicadas ao ensaio, para aceleração do mecanismo deteriorante.

Nas idades previstas, as amostras foram retiradas da condição em que estavam, fraturadas e submetidas ao procedimento de paralização das reações de hidratação, com álcool etílico puro. Posteriormente, as amostras foram coladas ao porta amostras com esmalte de grafite, afim de que as análises fossem feitas na superfície de fratura das amostras e que o fluxo de elétrons pudesse ocorrer.

Resultados e Discussão

As imagens obtidas neste estudo indicaram a maior incidência de cristais aciculares, semelhantes aos cristais de etringita nas amostras de maiores contaminações e em idades mais avançadas. Ainda, quando feita a análise de EDS, foi possível a

identificação de elementos, como o enxofre e o cálcio, que confirmam a presença dos cristais deletérios em amostras contaminadas.

A Figura 1 representa a amostra de maior contaminação, 5,0% de SO₃, na última idade de análise, 717 dias. Nota-se a presença de cristais aciculares depositados, confirmando a susceptibilidade da matriz cimentícia ao ataque.

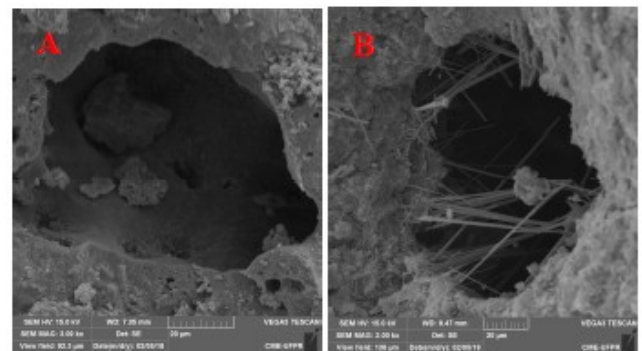


Figura 1. Imagens de MEV obtidas nas amostras estudadas. A – Poro livre de produtos oriundos do ataque na amostra referência; B - Deposição de cristais aciculares de etringita na amostras de maior contaminação por SO₃.

Conclusões

As imagens obtidas nesse estudo auxiliaram no processo de entendimento do ataque interno de sulfatos em função do teor de contaminante disponível na matriz cimentícia. Para as amostras de maior contaminação, 1,0% de SO₃ e 5,0% de SO₃, a identificação de cristais aciculares nos poros da matriz se deu de forma mais facilitada do que para as amostras com 0,0% e 0,5% de SO₃.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CME, ao PPGECC, a CAPES e a Fundação Araucária por todo o auxílio dado no período do estudo.

REFERÊNCIAS

- ¹Coutinho, J. S. Ataque por Sulfatos. Faculdade de Engenharia do Porto (FEUP). Portugal, 1701.
- ²Association Française de Normalisation. XP P18-540. Granulats – Définitions, conformité, spécifications. Paris, 1997.
- ³American Concrete Institute. Guide to Durable Concrete. Detroit – USA, 1991. (ACI 171)

SÍNTESE VERDE DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA OBTIDAS COM ÓLEO ESSENCIAL DE TOMILHO (*THYMUS VULGARIS L.*)

Ana Paula Zapelini de Melo¹, Matheus Vinícius de Oliveira Brisola Maciel¹, Aline da Rosa Almeida¹, Michelle Heck Machado¹, Carolina Montanheiro Noronha¹, Cleonice Gonçalves da Rosa¹, Michael Ramos Nunes², Bianca Cardoso Gasparini Gandolpho¹, Rafael Dutra de Armas³, Pedro Luiz Manique Barreto¹

¹Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil.

²Instituto Federal de Santa Catarina, Lages, SC, Brasil.

³Centro Universitário - Católica de Santa Catarina, Joinville, SC, Brasil.

Introdução

Nanopartículas metálicas, em especial as de prata, sintetizadas por meio de compostos fitoquímicos, apresentam perfis morfológicos únicos, tais características contribuem diretamente para a degradação da parede microbiana de microrganismos patogênicos, causadores de doenças¹.

O objetivo deste trabalho foi desenvolver nanopartículas de prata (NPAg) sintetizadas com o óleo essencial de tomilho (*Thymus Vulgaris L.*) sob diferentes pH, e avaliá-las quanto a sua característica estrutural, morfológica e atividade antimicrobiana.

Experimental

Foram preparadas soluções AgNO₃ (3,10 x 10⁻⁴ M) em diferentes condições de pH (7, 8, 9 e 10). As soluções de AgNO₃ foram mantidas sob constante agitação e aquecimento até atingirem a temperatura de 100 °C, 2 mL da solução de óleo essencial de tomilho diluído em acetona P.A (1:170) foram gotejados sobre a solução de AgNO₃. A solução permaneceu sob agitação e temperatura constantes por 30 minutos. A alteração da coloração, de incolor para amarelo, indicou a formação das NPAg².

A morfologia das NPAg foi determinada por microscopia eletrônica de transmissão (MET), em microscópio (JEOL, modelo JEM - 1021, Japão).

A atividade antimicrobiana das NPAg foi determinada pela metodologia de difusão de poços, frente às cepas de *Escherichia coli* ATCC 25922 (gram-negativa) e *Staphylococcus aureus* ATCC 2593 (gram-positiva)³.

Resultados e Discussão

Através da análise de MET (Figura 1) é possível observar uma camada orgânica entre as nanopartículas, atribuída à ligação de componentes fitoquímicos presentes no óleo essencial, responsáveis pela estabilidade coloidal da solução.

As AgNP em pH 7, 8 e 9 apresentaram predominância de formatos esféricos e elevada atividade antimicrobiana frente às cepas de *E. coli* e *S. aureus*. Enquanto em pH 10, apresentaram formato de bastonetes e inibição microbiana apenas frente às cepas de *S. aureus* (Tabela 1). Tais resultados demonstram que a predominância de formatos esféricos favorece a ação antimicrobiana das AgNP.

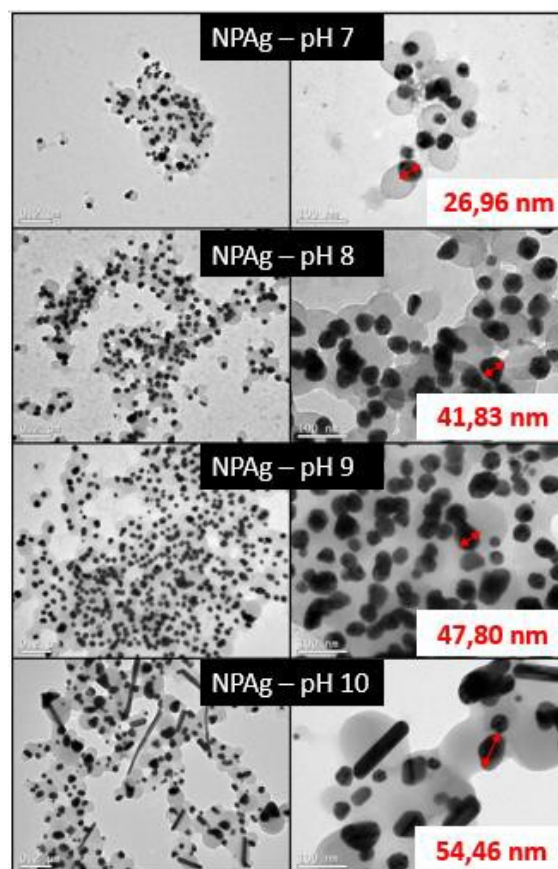


Figura 1. MET das NPAg em pH 7, 8, 9 e 10.

| Bactéria | AgNP pH 7 | AgNP pH 8 | AgNP pH 9 | AgNP pH 10 |
|------------------|-----------|-----------|-----------|------------|
| <i>E. coli</i> | 60% | 80% | 80% | - |
| <i>S. Aureus</i> | 40% | 40% | 60% | 40% |

Tabela 1: Porcentagem de inibição das NPAg em pH 7, 8, 9 e 10 frente à *E. coli* e *S. Aureus*. (-) Não houve inibição.

Conclusões

Através das análises de MET e atividade antimicrobiana, foi possível observar que a morfologia das NPAg e o pH do meio interferem diretamente na capacidade de inibição frente às cepas dos microrganismos. As NPAg podem ser utilizadas efetivamente como agentes antimicrobianos frente à bactérias gram-positivas e gram negativas.

REFERÊNCIAS

- ¹Kotakadi, V. S.; et al. Appl. Nanosci, 5, 847-855, 1715.
- ²Vilas, V; et al. Spectrochim. Acta A 132, 743-750, 1714.
- ³Khan, A. U.; et al. Mol. Struct. 215, 39-46, 1716.

IDENTIFICAÇÃO DA DUREZA DE CONSTITUINTES DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2175 NITRETADO COM AUXÍLIO DE TÉCNICAS DE MICROSCOPIA

Giuseppe Pintaude^{1*}, Ane C. Rovani¹, Julio C. Klein das Neves¹ e Leonardo E. Lagoeiro²

*Autor correspondente: giuseppepintaude@gmail.com,

¹Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Laboratório de Superfícies e Contato (LASC), Curitiba, Brasil

²Universidade Federal do Paraná, Programa de Pós Graduação em Geologia, Departamento de Ciências da Terra, Curitiba, Brasil

Introdução

O aço inoxidável duplex geralmente é empregado em ambientes agressivos, especialmente na indústria de óleo e gás, em componentes sujeitos à corrosão e ao desgaste [1]. Uma solução possível para atender simultaneamente a estas solicitações é o uso de tratamentos superficiais, tal como a nitretação assistida por plasma.

Experimental

O processo de nitretação a plasma com gaiola catódica foi realizado em um equipamento de escala industrial (AS Plasma Metal) com pressão de 75 kVA (0,75 mbar) e uma mistura de gases de 25% de N₂ e 75% de H₂. Ensaios de nanoindentação foram realizados em um NanoTest (Micro Materials Ltd, Wrexham, Reino Unido) com um penetrador de diamante Berkovich. Análises de difração de elétrons por retroespalhamento (EBSD) foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura equipado com um Oxford-HKL (Tescan Mira3 LM-FEG).

Resultados e Discussão

A partir dos testes de nanodureza uma clara diferença foi observada entre os valores de dureza das duas fases, conforme Fig 1. Para confirmar a fase mais dura, a análise de EDX foi realizada em vários pontos, conforme mostra a Fig. 2. O grão de austenita aparece em alto relevo e foi confirmado pela presença significativa de níquel, que é um elemento gamagênico. Portanto, a austenita foi o constituinte mais mole neste caso. Verificou-se que não há consenso na literatura sobre qual fase do aço SAF 2175 é mais dura.

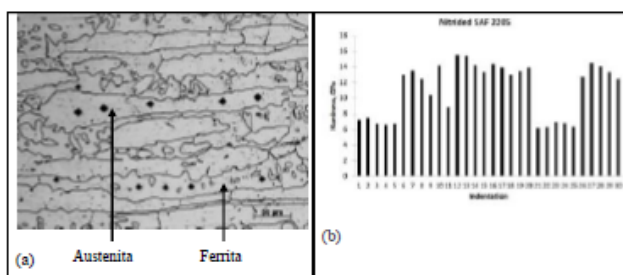
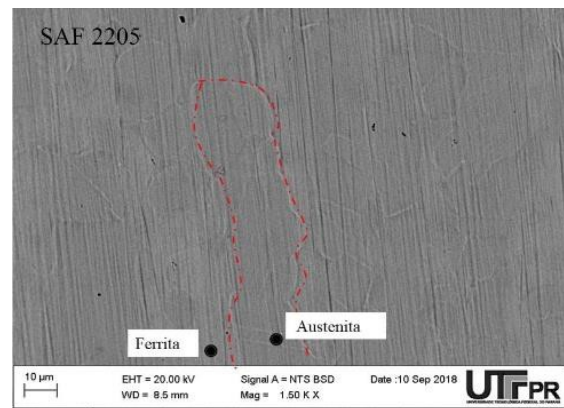


Figure 1. Indentações Vickers nas fases de austenita e ferrita do aço SAF 2175 nitretado; (b) valores de nanodureza obtidos para ~400 nm de profundidade máxima.



| | N | Si | Cr | Fe | Ni | Mo |
|-----------|------------|------------|-------------|-------------|------------|------------|
| Ferrita | 6.36 ± 0.5 | 0.49 ± 0.1 | 22.21 ± 1.5 | 61.99 ± 1.4 | 5.72 ± 0.5 | 3.23 ± 0.2 |
| Austenita | 6.72 ± 0.4 | 0.35 ± 0.1 | 20.77 ± 1.5 | 61.23 ± 1.3 | 8.96 ± 0.6 | 1.98 ± 0.2 |

Figura 2. Composições químicas locais (% em peso) das fases de austenita e ferrita em aço SAF 2175 nitretado.

Ainda, de forma a justificar a diferença entre as fases uma análise de EBSD foi realizada. A Fig. 3 mostra uma predominância para os cristais de austenita serem altamente alongados paralelamente à direção de laminação. Em contraste, os grãos de ferrita (vermelho) são menos alongados e tendem a ter uma forma mais equiaxial. A interpretação para isso é que a ferrita é mais resistente à deformação, enquanto a azul se comporta como uma fase fraca e acomoda a deformação mais facilmente.

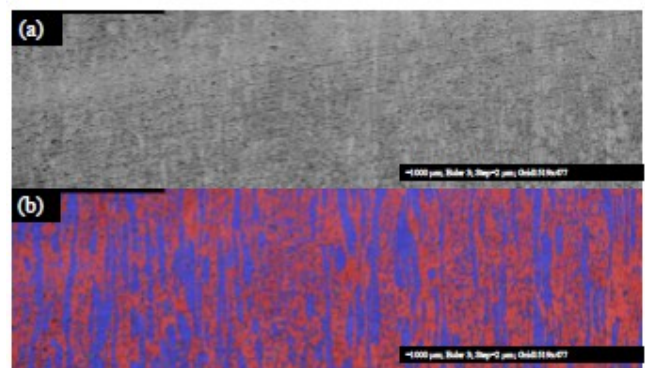


Figura 3. (a) Micrografia de aço SAF 2175 nitretado; (b) Mapa EBSD mostrando em azul a austenita e em vermelho a ferrita.

Conclusões

A partir das técnicas de caracterização foi identificada a maior dureza da fase ferrita na camada nitretada do aço SAF 2175.

REFERÊNCIAS

¹Von der Ohe, C. B.: et al. Wear. 1712;288: 39-53.

MORPHOLOGICAL COMPARISON OF ARCTIUM LAPPA LEAVES BEFORE AND AFTER OF SUPERCRITICAL EXTRACTION

Ariadine Reder Custódio de Souza¹, Michele C. M. Bombardelli², Marcos Lúcio Corazza¹

¹Federal University of Paraná, CEP 81531-980, Curitiba-PR, Brazil

²State University of Midwest, CEP 85040-080, Guarapuava-PR, Brazil

Introduction

Extracts of *Arctium lappa* leaves, commonly known as burdock or bardana (in Brazil), have been obtained from supercritical fluid extraction (SFE) using CO₂ as solvent and ethanol as co-solvent. These extracts presented different biological properties such as antioxidant and antimicrobial activity¹. However, the morphology of the raw material submitted to the extraction process has been little studied. Thus, this study aims to the comparison of structural and morphological properties of raw material *A. lappa* leaves before and after the SCE using Scanning Electron Microscopy (SEM).

Experimental

The studied leaves were harvested in a rural area of Ivaiporã (State of Paraná, Brazil), sanitized and dried in air circulation, and after that they were ground. This raw material was submitted to supercritical extraction using CO₂ as solvent and ethanol as co-solvent to obtain the extracts of interest. SFE experiments were performed at 17 MPa and 333.15 K. The morphological properties of the raw material before the extraction process were compared to the raw material after extraction to verify the influence of the process on the structure of the matrix. Samples were examined by SEM using a Tescan Vega 3 microscope (Kohoutovice, Czech Republic). The samples were spread on double adhesive tape adapted into a metal stump. The micrographs (magnification 1000 ×) were obtained with a 15 kV acceleration under low vacuum.

Results and Discussion

Fig. 1 depicts the SEM micrographs of the *A. lappa* leaves before (1) and after (2) supercritical extraction. It can be observed that in sample 1 a large number of stomates (rounded structures) surrounded by fibers. These structures are so evident due to the grinding process, which broke it's the cellular structure. In sample 2, it is verified that the amount of stomates decreased and the fibrous structure is more damaged. Apparently, the extraction process affected

the cells structure, thus allowing the extraction of inner parts of the matrix².

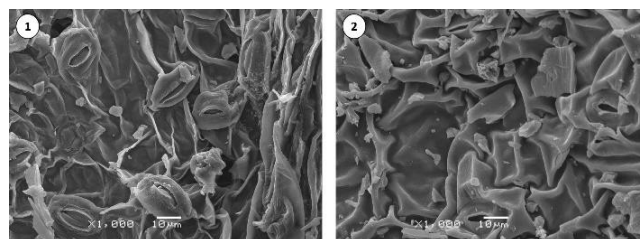


Fig. 1. SEM micrographs of *A. lappa* leaves at 1000 × magnification: (1) before supercritical extraction process and (2) after supercritical extraction process.

The SEM images show that the structure of the leaves suffered a cellular damage caused by the extraction process, mainly due to the pressurization and depressurization steps, where the stomates were degraded and the fibers ruptured. This shows that the SFE has the ability to break down the structures of interest and enable the extraction of intracellular compounds.

Conclusions

The use of MEV allowed to verify that the cellular structures of *Arctium lappa* leaves were broken by the SFE process, which allowed to obtain the vegetal extracts. This analysis allowed to shed light on the morphology changes on vegetable raw materials submitted to SFE.

Acknowledgment

This study was supported by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - (CAPES) Brasil.

REFERENCES

- ¹Souza, A.R.C.; et al. J. Superc. Fluids, 1718, 140, 137-146.
- ²Donato, A.M.; et al. Braz. J. of Pharmacognosy, 1707, 17, 426-443.

POTENCIAL AGREGADOR DO $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ QUANDO COMBINADO A $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ EM NANOPARTÍCULAS SINTETIZADAS POR REDUÇÃO QUÍMICA

Fabio Muchenski¹, Ney Mattoso²

¹Instituto Federal Catarinense – Campus São Bento do Sul e Programa Interdisciplinar de Pós-Graduação em Engenharias – PIPE - UFPR. Email: fabio.muchenski@ifc.edu.br.

²Departamento de Física – UFPR. Email: mattoso@fisica.ufpr.br

Introdução

Este trabalho tem o objetivo de apresentar alguns resultados referentes ao poder de agregação do $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (molibdato de sódio dihidratado) quando combinado ao $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (cloreto de níquel hexahidratado) em nanopartículas sintetizadas através de redução química realizada pelo NaBH_4 (borohidreto de sódio).

O molibdato de sódio está presente na síntese de diversos materiais, entre eles, nanocristais de níquel obtidos por microemulsão. Molibdato de sódio também serve de catalizador na formação de óxidos juntamente com metais de transição, como o níquel¹. Além disso, o molibdato de sódio pode servir como centro de formação e crescimento de outras partículas. Um exemplo é a obtenção de nanopartículas magnéticas e superparamagnéticas com constituintes a base de Ni e Fe, gerando uma liga conhecida como *supermalloy*².

Experimental

Neste trabalho foram sintetizadas nanopartículas de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ com NaBH_4 e $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e NaBH_4 . Antes da colocação do agente redutor, era adicionado à solução: CMC (Carboximetilcelulose). Após a síntese, as partículas passaram por processo de centrifugação e limpeza com álcool isopropílico em uma centrífuga Daiki 80 2B. Em seguida, estas partículas foram observadas em um microscópio eletrônico de transmissão (MET) da marca JEOL, modelo JEM 1200EX-II.

Resultados e Discussão

A figura 1 mostra nanopartículas obtidas da redução do $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ por NaBH_4 .

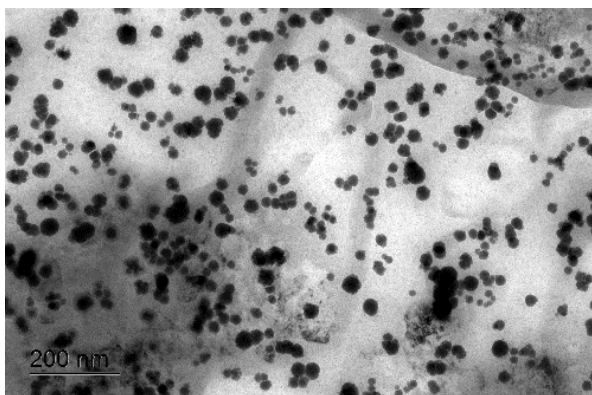


Figura 1. Nanopartículas obtidas pela redução de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ por NaBH_4 . Magnificação de 20 kx.

A figura 2 apresenta a redução do $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ por NaBH_4 .

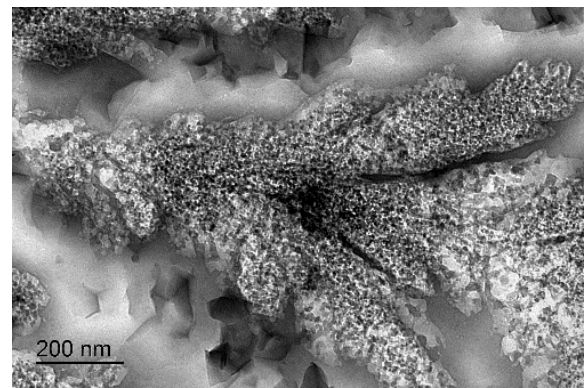


Figura 2. Nanopartículas obtidas pela redução de $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ por borohidreto de sódio. Magnificação de 20 kx.

A presença do $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ faz com que as partículas sejam formadas em agregados, não permitindo sua separação posterior. E isto aconteceu mesmo na presença do CMC, que deveria desacelerar a velocidade de reação química pelo fato de sua alta viscosidade.

Outras amostras foram desenvolvidas alternando a ordem dos elementos precursores à redução química. Na figura 2 foi apresentado o resultado de amostras em que CMC foi despejado sobre $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ e só depois foi colocado o $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. A outra combinação foi misturar diretamente o $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ com o $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ e só depois introduzir o CMC. Da mesma forma as partículas foram sintetizadas em aglomerados.

Conclusões

A partir das análises feitas no MET, pode-se verificar que o molibdato de sódio é um elemento que promove a agregação do $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ independente da colocação de um surfactante para a redução da velocidade de reação.

Agradecimentos

Agradecimento ao Centro de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal do Paraná.

REFERÊNCIAS

- ¹Masteri-farahani, M., Mahdavi, S. & Rafizadeh, M. *Ceram. Int.* 2013 39, 4619–4625.
- ²Muchenski, F. Dissertação. 2012.

REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO EM AREIAS ARTIFICIAIS DE CURITIBA-PR

Macioski, G.¹, Lima, A. J. M.², Silva, A. L. C.², Medeiros, M. H. F.¹

¹Universidade Federal do Paraná, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil, Av. Cel. Francisco H. dos Santos, 100, Curitiba - PR

²Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Departamento Acadêmico de Construção Civil, R. Dep. Heitor de Alencar Furtado 4900, Curitiba-PR

Introdução

Reação álcali-agregado (RAA) é um termo usado principalmente para se referir a reação que ocorre no concreto no estado endurecido entre o cimento e os agregados em idades tardias. Essa reação normalmente causa fissuras e perda de resistência pela formação de um gel expansivo¹. O objetivo deste trabalho é identificar em agregados artificiais comercializados em Curitiba e Região Metropolitana a manifestação da RAA pelo método acelerado de barras de argamassa prescrito pela ABNT NBR 15577² e identificar a presença do gel expansivo através de imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Experimental

Agregados de três diferentes jazidas de areia, que comercializam agregados miúdos de origem artificial (provenientes de britagem), foram estudados. A origem mineralógica dos agregados não foi informada pelas jazidas. O ensaio de expansibilidade foi realizado pela moldagem de barras de argamassa na proporção 1:2,25:0,47 com cimento CPV-ARI conforme norma ABNT NBR 15577. Para cada agregado foram moldados três prismas e mantidos em solução de NaOH durante 30 dias à 80°C e realizadas leituras dos comprimentos das barras. A microscopia (Zeiss, modelo EVO MA15) foram realizadas após paralização da hidratação por secagem e metalização em ouro. Também foi realizada a identificação dos compostos químicos por EDS.

Resultados e Discussão

A partir da Figura 1, é possível observar que os agregados 1 e 2 podem ser classificados como reativos, enquanto o agregado 3 permaneceu inócuo.

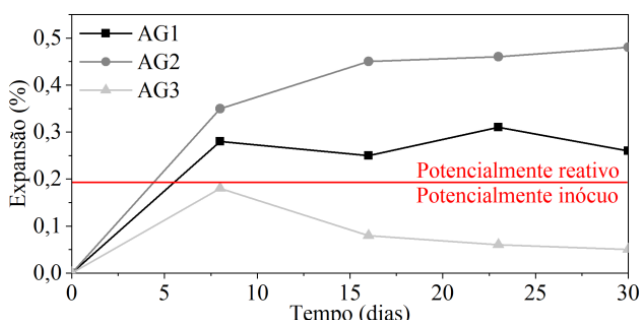


Figura 1. Expansibilidade em barras de argamassa

Nos ensaios de microscopia foi possível localizar regiões próximas aos agregados que indicavam a ocorrência de reações (Figura 2). Além

de poros preenchidos por um gel gretado e fissuras preenchidas por um cristal esbranquiçado (Figura 3). A formação do gel ocorreu apenas nas amostras potencialmente reativas (AG1 e AG2).

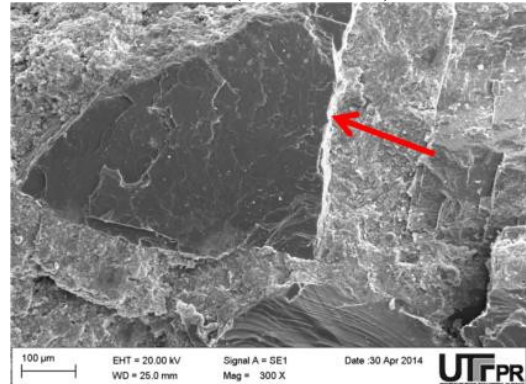


Figura 2. Zona de transição esbranquiçada

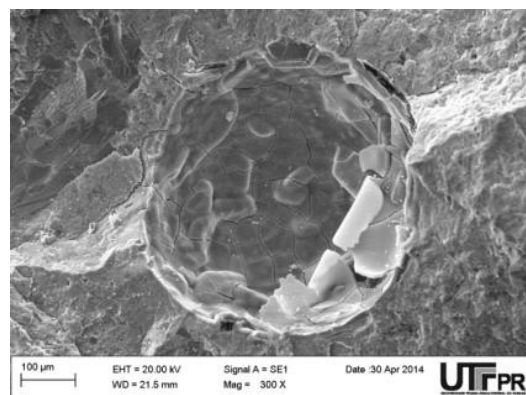


Figura 3. Gel gretado e fissuras preenchidas

A partir do EDS foi possível confirmar uma composição química rica em sódio e cálcio; comum em reações do tipo álcali-silica, em que a sílica amorfa dos agregados reage com íons hidroxila e álcalis de sódio ou potássio³.

Conclusões

Comprovou-se a reatividade de dois dos três agregados avaliados, com expansões de até 0,48% e formação de gel expansivo e fissuras, comportamento típico de reação álcali-silica.

REFERÊNCIAS

- ¹Mehta, P. K.; Monteiro, P. J. M. Concrete: Microstructure, Properties, and Materials. Ed 4. 675p. McGraw-Hill Professional Publishing. 1713.
- ²Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 15577 - Reatividade álcali-agregado. Parte 1 a 7. Rio de Janeiro 1718.
- ³Sims, I.; Poole, A. B. Alkali-Aggregate Reaction in Concrete: A World Review. Ed 1. 768p. CRC Press. 1717.

DEGRADAÇÃO DE CONCRETO POR ÁCIDO SULFÚRICO BIOGÊNICO APÓS 17 ANOS DE OPERAÇÃO EM ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE): ESTUDO DE CASO EM CURITIBA/PR

Jayson Pereira Godinho¹; Murilo Ferreira Primo², Marcelo Henrique Farias de Medeiros³

^{1, 2, 3}Departamento de Construção Civil (DCC) da Universidade Federal do Paraná (UFPR), Setor de Tecnologia, Centro Politécnico, Jardim das Américas, CEP: 81531-980, Curitiba, Paraná, Brasil.

Introdução

O efluente proveniente do esgoto é rico em sulfatos, que gera um complexo meio de alta agressividade a estruturas de concreto [1, 2]. O ataque por ácido sulfúrico biogênico é resultado do ciclo do enxofre, que ocorre nos sistemas de tratamento do esgoto [2]. Sob condições anaeróbicas, bactérias redutoras de sulfato produzem sulfeto de hidrogênio (H₂S) a partir de compostos de enxofre presentes no esgoto. O H₂S é convertido, sobre condições aeróbicas e sob a ação de bactérias, em ácido sulfúrico biogênico [2]. A reação do ácido sulfúrico com o concreto produz gipsita e etringita, que são compostos expansivos causadores de fissuras no concreto [3]. Deste modo, este trabalho focou em identificar os compostos no interior do concreto que causam a sua degradação por ácido sulfúrico biogênico.

Experimental

Foi realizada uma inspeção em uma Estação de Tratamento de Esgoto (ETE) na cidade de Curitiba/PR, no qual foram extraídos testemunhos de concreto das lajes de cobertura dos reatores UASB. Foi realizado ensaio de resistência à compressão nos testemunhos extraídos para confrontar com a resistência de projeto da edificação. As principais microestruturas no interior do concreto foram avaliadas qualitativamente por meio das imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) obtidas com um microscópio FEG SEM, Tescan, Mira 3 e microsonda analítica de raios-X Oxford X-Max 50 (EDS).

Resultados e Discussão

A resistência à compressão média dos testemunhos extraídos foi de 52 MPa, muito superior ao especificado no projeto da década de 90 (22 MPa). Isso revela a preocupação quanto à resistência para concretos expostos à ambientes agressivos por parte da empresa de saneamento. Os resultados empregando a técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV), associada com a espectroscopia de dispersão de elétrons (EDS) estão apresentados na **Figura 1**.

Na **Figura 1a** é indicada a presença de etringita, caracterizada por cristais aciculares e percentagens altas de cálcio (17%), enxofre (9%) e alumínio (4%) quantificadas pelo EDS. Na **Figura 1b** são observados cristais de gipsita com altos teores de cálcio (24%) e enxofre (23%).

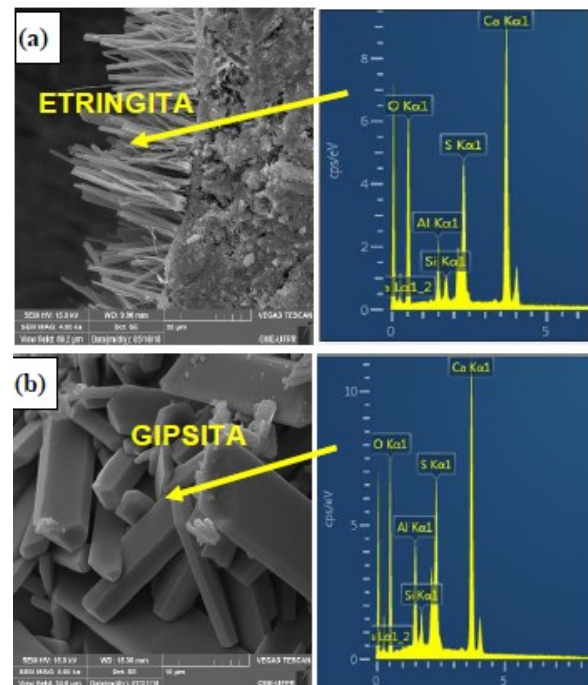


Figura 1 - Microestrutura do interior do concreto dos testemunhos extraídos das lajes dos reatores UASB. (a) etringita; (b) gipsita.

Conclusões

Com as técnicas de MEV e EDS, foi possível identificar os principais compostos formados pelo ataque por ácido sulfúrico biogênico, que ocasionam a fissuração e descamação do concreto.

Mesmo o concreto apresentando resistência de 52 MPa, ficou clara a forte degradação do concreto após 17 anos de vida útil em um ambiente fortemente agressivo como uma Estação de Tratamento de Esgoto.

Agradecimentos

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil (PPGECC) da UFPR, ao Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFPR e a Companhia de Saneamento do Paraná (SANEPAR).

REFERÊNCIAS

- Chernicharo, C. A. L. Anaerobic reactors: Biological wastewater treatment Series (volume 4). 1st ed. London: IWA Publishing, v. 1 184p. 1707.
- Monteny, J. et al. Chemical, microbiological, and in situ test methods for biogenic sulfuric acid corrosion of concrete, Cement and Concrete Research, v. 30, No. 4, pp. 623-634, 1700.
- Muynck, W.; Belie, N.; Verstraete, W. Effectiveness of admixtures, surface treatments and antimicrobial compounds against biogenic sulfuric acid corrosion of concrete. Cement and Concrete Composites, v. 31, p. 163-170, 1709.

INFLUÊNCIA DO TEMPO DE HIDRATAÇÃO DO CIMENTO NA PASSIVAÇÃO DO AÇO CARBONO: ABORDAGEM SOBRE ARMADURAS CORROÍDAS NA PRODUÇÃO DE CONCRETO ARMADO

Jayson Pereira Godinho¹; Rafael Luiz Neves de Oliveira²; Marcelo Henrique Farias de Medeiros³

^{1, 2, 3}Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil (PPGECC) da Universidade Federal do Paraná (UFPR), Setor de Tecnologia, Centro Politécnico, Jardim das Américas, CEP: 81531-980, Curitiba, Paraná, Brasil.

Introdução

A alcalinidade do concreto deriva da presença de portlandita ($\text{Ca}(\text{OH})_2$), que mantém o pH da solução nos poros do concreto entre 12,5 e 13,5, o que propicia a formação de uma película protetora de caráter passivo [1, 2]. Teorias indicam que a película passivadora seja de ferrato de cálcio, este resultante da combinação de $\text{Fe}(\text{OH})_3$ com $\text{Ca}(\text{OH})_2$ [3, 4]. Desde modo objetivo deste trabalho foi estudar o efeito do uso de armaduras previamente corroídas, na moldagem de concreto armado, na velocidade de formação da película passivadora do aço carbono.

Experimental

Moldou-se 4 lajes de concreto armado (25 x 25 x 7) cm, cada uma com 2 barras de aço carbono de 8 mm de diâmetro, para avaliar mudanças no potencial de corrosão e no tempo para passivação das barras imersas, totalizando 2 lajes com 2 barras novas e 2 lajes com 2 barras previamente oxidadas com solução de 30% de HCl em água destilada por 3 dias. A avaliação do processo de hidratação do cimento ocorreu por confrontação de imagens coletadas por microscopia eletrônica de varredura com microscópio FEG SEM, Tescan, Mira 3, com identificação dos compostos formados pela morfologia dos cristais, auxiliado por microsonda analítica de raios-X Oxford X-Max 50 (EDS), que inferiu a composição química dos compostos apontados na **Figura 2** por espalhamento de elétrons.

Resultados e Discussão

Na **Figura 1** é exibido os potenciais de corrosão medidos entre 2 e 144 dias após moldagem.

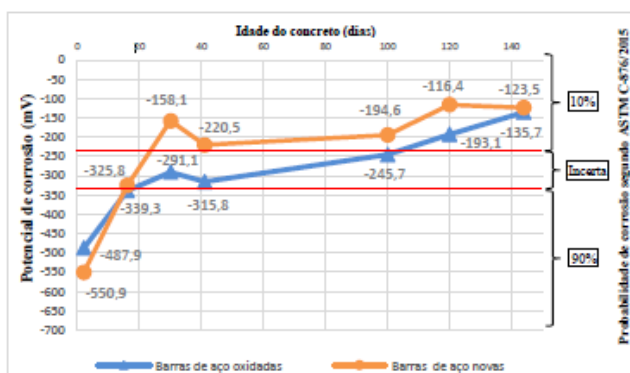


Figura 1 - Variação do potencial de corrosão ao longo do tempo.

Na **Figura 1** é indicado que as armaduras novas demoraram 22 dias para atingir a passivação,

enquanto as armaduras oxidadas precisaram de 100 dias (4,5 vezes mais). Na **Figura 2** são apresentadas as microestruturas responsáveis pela manutenção do pH alcalino do concreto e pelo processo de passivação química da armadura em seu interior.

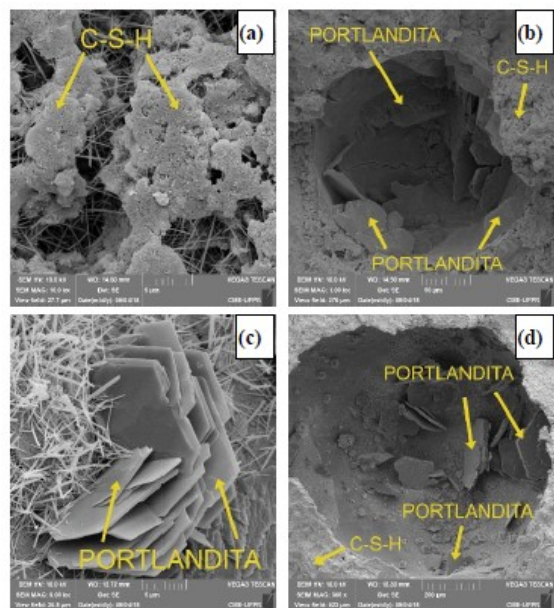


Figura 2 – Microestrutura do interior do concreto. (a) C-S-H formado até os 28 dias; (b) Portlandita formada dentro do poro até os 28 dias; (c) Portlandita formada fora dos poros até os 100 dias; (d) Portlandita formada dentro do poro após 100 dias.

Conclusões

Ocorreu após 100 dias a passivação em todas as barras, sendo que, nas barras novas, em tempo 4,5 vezes menor. Isso decorre de as barras corroídas manterem uma camada de produtos que prejudicam a interação química. Foi possível identificar por MEV/EDS as microestruturas de caráter alcalino atuantes na passivação do aço embutido no concreto.

Agradecimentos

Ao PPGECC da UFPR e ao Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da UFPR.

REFERÊNCIAS

- Isaia, G. C. Concreto: Ciência e Tecnologia. São Paulo/SP: Instituto Brasileiro do Concreto - IBRACON, 1711.
- Leek, D. S. The Passivity of Steel in Concrete. Quarterly Journal of Engineering Geology, v. 24, n. 1, p. 55–66, 1991.
- Mehta, P. K.; Monteiro, P.J.M. Concreto: Microestrutura, Propriedades e Materiais. São Paulo: 1714.
- Ribeiro, D. V. Corrosão em Estruturas de concreto armado: teoria, controle e métodos de análise. Rio de Janeiro: Elsevier, 1714.

ESTUDO DO GRÃO, FARINHA E AMIDO DO TRIGO SARRACENO (*Fagopyrum esculentum*) POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Layse do Prado Cordoba¹, Egon Schnitzler², Nina Waszczyński¹

¹Universidade Federal do Paraná - Rua Francisco Heráclito dos Santos, S/N, Caixa Postal 19011, CEP 81.531-980 - Curitiba, Paraná, Brasil.

²Universidade Estadual de Ponta Grossa, Av. Carlos Cavalcanti, 4748, CEP 84.030-900 - Ponta Grossa, Paraná, Brasil.

Introdução

O trigo sarraceno foi originado da Ásia Central e foi transferido por povos nômades para a Europa Central e Oriental. No Brasil foi trazido para a região sul, pelos imigrantes poloneses, russos e alemães, no século XXI. O Brasil se coloca em 7º lugar na produção mundial de trigo sarraceno. A maior concentração de produção está no estado do Paraná, com destaque para as cidades de Cascavel, Céu Azul e Ibema, além dos municípios de Ipiranga, Palmeira e Ponta Grossa, que tem sua produção integral exportada para o Japão². O trigo sarraceno é um pseudocereal, muito rico em amido (70-91%), que apresenta muitos componentes benéficos à saúde humana, como compostos fenólicos, flavonóides e proteínas de aminoácidos essenciais³.

Experimental

Realizou-se a obtenção das imagens por microscópio eletrônico de varredura (MEV) das amostras de amido e farinhas no equipamento MIRA 3 (TESCAN, República Tcheca). A tensão no feixe de elétrons de 15 kV foi gerada por uma lâmpada com um filamento de tungstênio. As amostras foram fixadas em uma fita adesiva de carbono e pulverizadas com plasma de ouro (Au) em um Metalizador marca Bal-Tec modelo SCD 050 Sputter Coater.

Resultados e Discussão

As imagens da parte externa e interna do grão estão na Figura 1, onde foi possível observar a organização dos grânulos do amido.

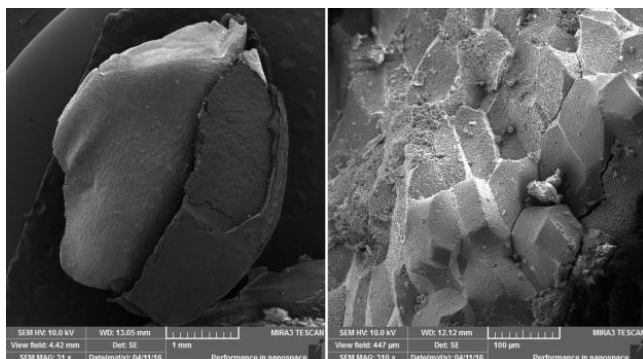


Figura 1. Morfologia do grão do trigo sarraceno.

Quando no grão, o amido se aglomera nas células do endosperma, formando estruturas embaladas firmemente. No centro da semente, os

grânulos de amido não são tão compactados como nas células periféricas. A Figura 2 mostra o (a) amido extraído e a (b) farinha do trigo sarraceno observado por MEV.

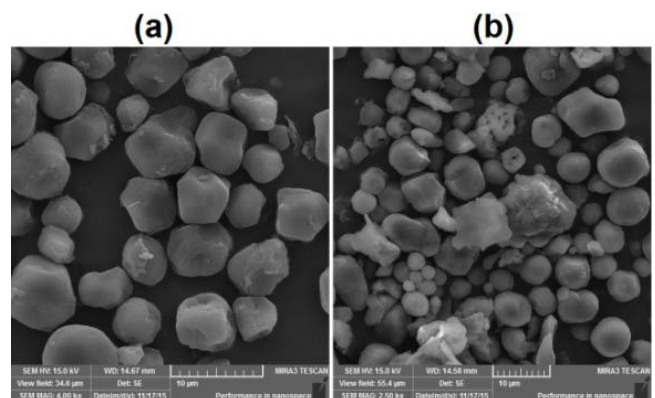


Figura 2. (a) Amido e (b) farinha de trigo sarraceno.

O (a) amido apresenta formato oval, esférico ou poligonal, com superfície lisa. Na (b) farinha observa-se a presença de proteínas e outros componentes.

O tamanho médio dos grânulos do (a) amido foi de $5,49 \pm 2,38 \mu\text{m}$, sendo considerado um amido pequeno, quando comparado aos convencionais (milho, mandioca e batata que têm de 15-30 μm).

Conclusões

Por meio do MEV foi possível a observação e estudo da morfologia dos grânulos do amido dentro do grão de trigo sarraceno. Também observou-se o amido e a farinha obtido desse grão, além de medir os tamanhos e observar seu formato característico.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Centro de Microscopia Eletrônica (CME) da Universidade Federal do Paraná (UFPR).

REFERÊNCIAS

- Mota, C.; et al. F. Chem. 1716 193, 55-61. 2 Deral. Disponível em: <<http://www.agricultura.pr.gov.br/modules/conteudo/conteudo.php?conteudo=74>>. Acesso: 10 out. 1718.
- Malik, M. A.; Saxena, D. C. J. F. Proc. Pres. 1716 40. 6, 1352-1363.

AVALIAÇÃO DA UTILIZAÇÃO DE PADRÕES MINERAIS PARA ANÁLISE WDS

Lucas Tomazi Durand¹, Guilherme L. Melo², Julio Cesar Klein das Neves¹

¹Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais – UTFPR

²Programa de Pós Graduação em Engenharia Mecânica – UTFPR

Introdução

Padrões minerais podem ser usados para calibrar a quantificação de elementos químicos em microscópios eletrônicos de varredura (MEV), trazendo alta confiabilidade como dados de entrada para análises WDS. O Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais (CMCM) da UTFPR possui um desses padrões, de wollastonita, majoritariamente para a calibração do elemento cálcio (Ca).

Antes de serem comercializados pelo fabricante, os padrões passam por uma série de verificações e são fornecidos polidos e com um revestimento condutor^{1, 2}. Além do resultado de análise química, é comum também que o caderno de composições traga instruções específicas a respeito de regiões que podem ou não ser usadas na análise e de heterogeneidades específicas.

Uma análise preliminar do padrão de wollastonita por elétrons retroespalhados, revelou a presença contrate de fases na região que deveria ser homogênea, inclusive com pequenos pontos claros, indicando a presença de elementos pesados, distintamente da composição apresentada pelo fornecedor. Esse trabalho tem por objetivo avaliar o padrão mineral de wollastonita quanto à presença de heterogeneidades.

Experimental

O padrão de wollastonita, recebido pela UTFPR na aquisição do detector WDS, foi analisado por elétrons retroespalhados (BSE), a fim de verificar diferenças de peso atômico nos materiais, e a composição química foi determinada semi-quantitativamente por EDS.

Resultados e Discussão

A análise por BSE mostrou três regiões de diferentes tonalidades na wollastonita (M, W1 e W2), como mostrado na Figura 1.

A análise EDS da wollastonita mostrou diferença de composição entre as três regiões. A matriz (região M) apresenta composição condizente com a composição certificada, entretanto, a região W1 apresenta mais Si que Ca e presença de Mg (provável impureza), enquanto a região W2 apresenta picos de Zn. Os espectros obtidos por EDS da região W1 e W2 são apresentados na Figura 2.

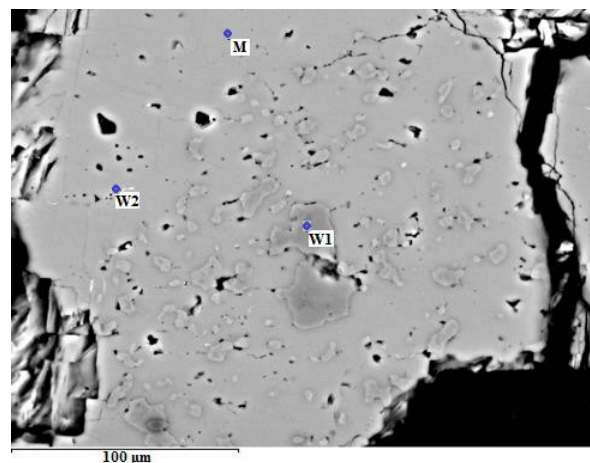


Figura 1. Imagem do padrão de wollastonita, utilizando detector de BSE.

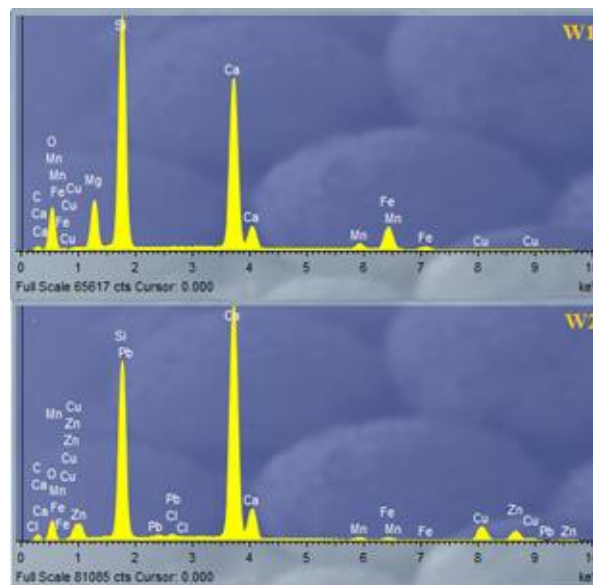


Figura 2. Espectros EDS da região W1 e W2 do padrão de wollastonita.

Conclusões

O padrão mineral não é homogêneo em sua microestrutura, apresentando três regiões de composições distintas, não reportadas no caderno de utilização. Apenas a matriz (M) apresenta composição condizente com o certificado. A wollastonita da analisada pode ser usada como padrão de calibração, mas na seleção da região a ser analisada deve ser usado o detector BSE, a fim de se evitar as heterogeneidades.

REFERÊNCIAS

- ¹MAC Micro-Analysis Consultants, Cambridgeshire, 1715.
- ²Henrique Kahn, Microscopia Eletrônica de Varredura e Análise Química, 1712.

IDENTIFICAÇÃO DOS COMPOSTOS HIDRATADOS NA PASTA DE CIMENTO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA COM ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA

Rodrigues-Pinto, M. A.¹, Medeiros, M. H. F.¹

¹Departamento de Construção Civil, Universidade Federal do Paraná. Centro Politécnico, Jardim das Américas – Bloco III, caixa postal 19.011, cep: 81.531-980, Curitiba PR, Brasil.

Introdução

A microestrutura das pastas de cimento hidratadas varia consideravelmente devido as características físicas e químicas do cimento utilizado e também devido a relação água/cimento (a/c) empregada, a utilização de adições minerais e as condições de cura.^{1,2} As técnicas de microscopia eletrônica, auxiliadas por um sistema de espectroscopia por energia dispersiva (EDS), permitem a identificação dos cristais presentes na matriz cimentícia.¹ Nessa perspectiva, o presente estudo tem como objetivo a utilização do MEV/EDS para a identificação visual e da composição química dos produtos resultantes da hidratação do cimento.

Experimental

Para a produção da pasta de cimento foi utilizado o cimento CPV – ARI e um aditivo superplastificante a base de policarboxilato. O consumo de cimento foi de 296kg/m³ e a relação a/c de 0,58. Com o intuito de verificar a formação e a morfologia dos cristais produzidos durante a hidratação, as amostras foram levadas ao microscópio eletrônico de varredura FEG SEM Tescan, Mira 3 com microssonda analítica de raios X Oxford X-Max 50. Para o ensaio foram utilizadas peças fraturadas das amostras secas em estufa, com 105 dias de hidratação em cura submersa em água, fixadas em bases metálicas e metalizadas com ouro.

Resultados e Discussão

Os produtos de hidratação normalmente identificados na pasta de cimento endurecida consistem no gel de C-S-H e hidróxido de cálcio, além de pequenas quantidades de etringita e monossulfato.¹ A morfologia dos cristais de hidróxido de cálcio (portlandita) é variável, dependendo do espaço livre para cristalização, da temperatura de hidratação e do tipo de aditivo utilizado, porém, usualmente possuem estrutura cristalina, identificada visualmente como massas irregulares prismáticas com o tamanho da ordem de 40 microns.² Na Figura 1, com o auxílio da composição obtida por meio do EDS, é possível identificar a formação de placas de portlandita, além de cristais aciculares compostos por aproximadamente 7% de enxofre, identificados como etringita.

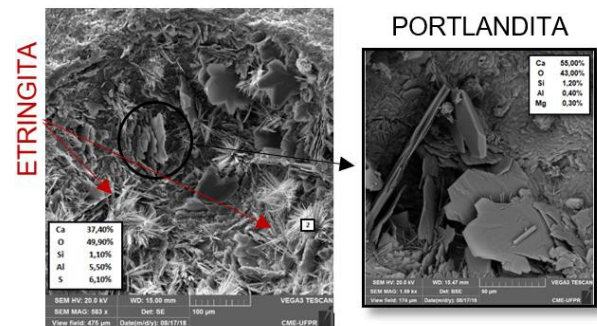


Figura 1 – Portlandita e etringita na matriz cimentícia

O C-S-H possui morfologia variando desde fibras pouco cristalinas até um reticulado cristalino. Nos estágios iniciais da hidratação apresenta-se na forma de uma malha “favo-de-mel”, tornando-se um maciço intercalado por outros cristais finos¹. A Figura 2 mostra a presença de fibras curtas e lamelares do C-S-H preenchendo o poro do concreto, morfologia típica em matrizes cimentícias com elevado período de hidratação.

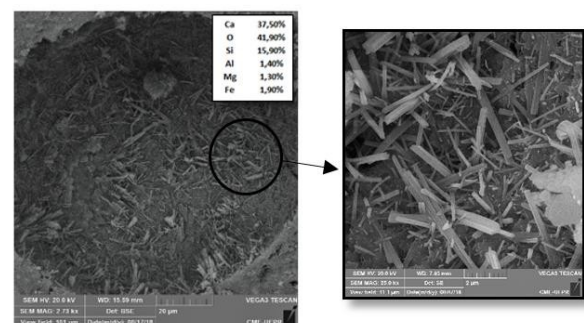


Figura 2 – C-S-H presente na matriz cimentícia

Conclusões

A microscopia eletrônica permitiu a identificação visual dos produtos de hidratação do cimento, sendo uma importante técnica para estudar a microestrutura do concreto. Dessa maneira, por meio da análise em MEV/EDS da pasta de cimento, foi possível identificar cristais prismáticos de portlandita, formações aciculares correspondentes a etringita e o C-S-H em forma lamelar.

Agradecimentos

Agradecimento ao CME/UFPR e ao LAME/UFPR

REFERÊNCIAS

- ¹Diamond, S. Cem. and Conc. Res. 1704, 26, 919-933.
- ²Mehta, P. K; Monteiro, P. J. M. Conc.: Estr., Prop. e Mat. São Paulo: PINI, 1994.

MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION OF LOQUAT SEED STARCH USING SCANNING ELECTRON MICROSCOPY

Rafaela Cristina Turola Barbi¹, Gerson Lopes Teixeira², Polyanna Silveira Hornung³, Suelen Avila¹, Rosemary Hoffmann-Ribani¹

¹Universidade Federal do Paraná – Rua Francisco H. dos Santos, S/N, CEP 81531-980, Curitiba-PR.

²Universidade Federal de Santa Catarina – Av. Admar Gonzaga, n. 1346, CEP 88034-001, Florianópolis-SC.

³University of Manitoba – Department of Food & Human Nutritional Sciences, MB R3T 2N2, Winnipeg, Canada.

Introduction

Investigating non-conventional starch sources is essential because different chemical compositions, granular sizes, shapes, and amylose and amylopectin ratios, reveal new technological properties. The loquat (*Eriobotrya japonica*), which is a fruit from the Rosaceae plant family, has a high amount of starch in its seeds ($\cong 17\%$).¹ However, little information about the morphology of loquat seed starch is available in the literature. Thus, this study aimed to characterize structural properties of loquat seed starch using Scanning Electron Microscopy (SEM).

Experimental

The studied loquat seeds were harvested in an area of urban afforestation of Curitiba (Paraná State, Brazil) at two stages of maturity: ripe (RI) and unripe (UN). The loquat seed starch (LSS) derived from different places from the urban afforestation were codified as “A” (RI and UN), “B” (RI and UN) and “C” (RI and UN). Their properties were compared to the commercial sample codified as “D” only at the ripe (RI) stage. The LSS granules were examined by SEM using a Tescan Vega 3 (Kohoutovice, Czech Republic) microscope. The starch was scattered on double adhesive tape adapted in a metallic stub. The micrographs (magnification 1000 \times) were obtained with an acceleration of 15 kV under low vacuum. The average sizes of the starch granules were calculated using ImageJ free software (version 1.49 v).

Results and Discussion

The SEM micrographs of the LSS granules are shown in Fig. 1. All the starch samples presented similar geometric granular shapes, i.e., oval and cylindrical profiles, and the average size of the granules ranged from 29.05 to 43.66 μm . The analyzed starches presented average diameters similar to those reported for cereal starches². The LSS presented significant differences ($p < 0.05$) in their average sizes according to the maturation stage. In general, unripe samples provided higher starch granules than the ripe fruits. In comparison to the commercial sample (D (RI)), a variation between 7 to 42% was found in the granule sizes for the samples obtained from urban afforestation.

Resultados e Discussão

This study revealed the microstructure and morphology of loquat seed starch and the results suggest that the commercial fruits have a tendency to produce starch granules with higher sizes than the samples which were collected in the urban environment.

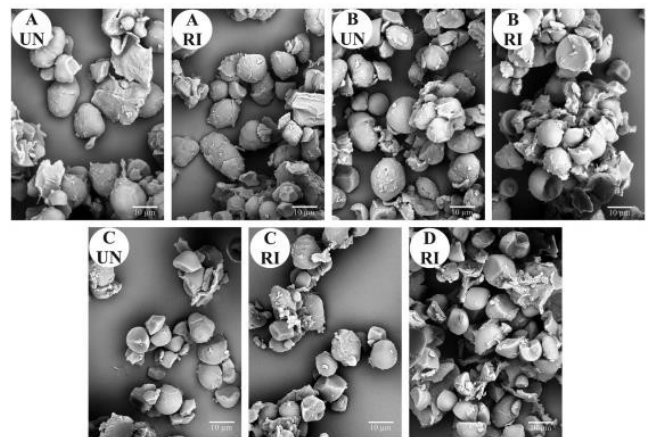


Fig. 1. SEM micrographs of starch granules from loquat seed at 1000 \times magnification. RI=ripe; UN= unripe; Samples; A,B,C= Urban afforestation; D= Commercial

Conclusions

The use of SEM allowed to verify that the starch granules of loquat seeds were of oval and cylindrical geometric shapes. In addition, the determination of its average diameter was also performed, as well as revealing that commercial loquat starch provides higher granule sizes than the loquat seed starch derived from urban afforestation.

Acknowledgment

This study was supported by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - (CAPES) Brasil - Finance Code 001.

REFERENCES

- ¹Tian, S., Qin, G., & Li, B. (1711). 17 Loquat. In *Postharvest Biology and Technology of Tropical and Subtropical Fruits* (pp. 444). China.
- ²Damodaran, S., Parkin, K. L., & Fennema, O. R. (1710). *Química de Alimentos de Fennema* (4th ed.). Porto Alegre: Artmed.

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA EM FILMES DE HIDROXIPROPILMETILCELULOSE (HPMC)

Romaildo Santos de Sousa¹, Alcilene Rodrigues Monteiro Fritz¹

¹Departamento de Engenharia Química e Engenharia de Alimentos, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Alimentos (PPGEAL) da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC), Campus Prof. João David Ferreira Lima, Florianópolis.

Introdução

A microscopia eletrônica é uma técnica utilizada em várias áreas de concentração, principalmente na análise de materiais sólidos microestruturados¹. A importância da microscopia eletrônica de varredura (MEV) na ciência moderna tem sido imensa, sendo considerada uma ferramenta indispensável para produzir e desenvolver novos materiais². No desenvolvimento de embalagens de alimentos é possível utilizar a MEV para obter informações relevantes sobre a morfologia, homogeneidade e interação entre os componentes, permitindo uma melhor otimização do processo de fabricação. Sendo assim, o objetivo do presente estudo foi utilizar a MEV para avaliar o efeito de diferentes concentrações de óleo essencial de alecrim (*Rosmarinus officinalis*) (OEA) na estrutura de filmes biodegradáveis produzidos a partir de hidroxipropilmetilcelulose (HPMC) e glicerol.

Experimental

Os filmes foram obtidos por meio da técnica de *casting* a partir de emulsões combinando uma fase hidrofílica (HPMC a 4 % m/v e glicerol a 1 % m/v) e uma hidrofóbica (OEA) em diferentes concentrações (1, 2, 3 e 4 % m/v). As respectivas emulsões foram homogeneizadas em um agitador mecânico (UltraTurrax T25, IKA) a 15.000 rpm por 3 minutos, seguido de vácuo por 5 minutos em câmara a vácuo (TE-395, Tecnal, Brasil). As emulsões foram adicionadas (0,18 g.cm⁻²) sobre placas de Petri (acrílico) de 15 cm de diâmetro e colocadas em estufa com circulação de ar forçada (TE-394/2, Tecnal, Brasil) a 30 °C por 12 horas. Os filmes foram mantidos em dessecador (58 % de umidade relativa) por 48 horas. A região transversal dos filmes foi analisada em microscópio eletrônico de varredura (JEOL JSM-6390LV, Japão) do Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME) da UFSC. As amostras foram previamente desidratadas em liofilizador (Liotop, L102, Brasil) por 24 horas. As amostras secas foram fixadas em cilíndrico metálico e revestidas por uma fina camada de ouro, utilizando equipamento metalizador (Baltec, SCD 0005, Japão).

Resultados e Discussão

Na Figura 1 estão apresentadas as imagens das seções transversais dos filmes à base de HPMC sem e com OEA. O filme sem OEA apresentou

rachaduras na superfície e internamente, porém revelou uma fase homogênea, contínua e sem a presença de bolhas de ar.

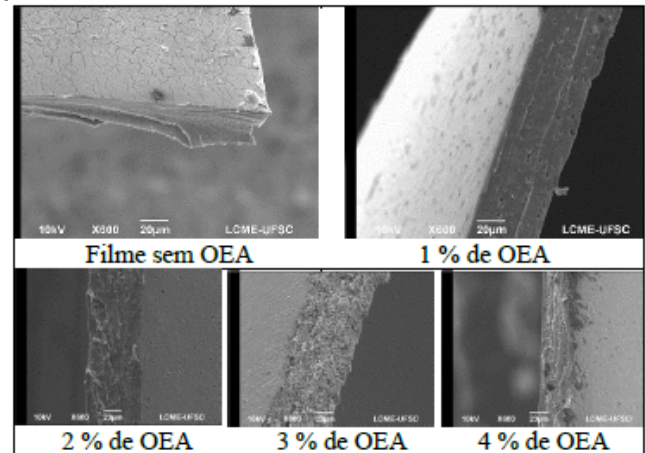


Figura 1. MEV da seção transversal dos filmes de HPMC.

Com a presença ou aumento do teor de OEA nos filmes, observou-se gotículas lipídicas com forma elíptica e esférica e descontínua na matriz polimérica e sem a presença de aglomerados de HPMC não dissolvido e sem separação de fases por sedimentação. Porém, houve coalescência de gotas de OEA provocando um aumento da rugosidade superfície dos filmes. Estas características podem influenciar em outras propriedades físicas dos filmes, como nas propriedades ópticas (pode reduzir a transparência), mecânicas (aumentar a elongação e reduzir a resistência à tração) e de permeabilidade ao vapor de água (reduzir a permeação).

Conclusões

Foi possível utilizar a MEV para avaliar o efeito do OEA em filmes de HPMC. As micrografias mostram que houve distribuição uniforme do óleo em toda a região transversal dos filmes, atribuído a pouca mobilidade do óleo devido à alta viscosidade da emulsão de HPMC/OEA.

Agradecimentos

Ao PPGEAL/UFSC, à CAPES pelo auxílio financeiro no mestrado e ao Laboratório Central de Microscopia Eletrônica da UFSC.

REFERÊNCIAS

- ¹Dedavid B. A. et al. Edipucrs. 1707, 1, 60.
- ²Brodusch N. et al. Springer Singapore. 1718, 1, 137.

ZONA DE TRANSIÇÃO ENTRE PARTÍCULAS DE MADEIRA E MATRIZ CIMENTÍCIA

Tháisa Mariana Santiago Rocha¹, Leonardo Fagundes Rosembach Miranda², Douglas Magnus Zeni Júnior³

¹Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil (PPGECC/UFPR)
thaisamsrocha@yahoo.com.br

²Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Construção Civil (PPGECC/UFPR)
reciclagem.miranda@gmail.com

³Engenheiro Florestal
dmzjr@hotmail.com

Introdução

Devido ao aumento da geração de resíduos de construção e demolição (RCD), tornou-se necessária a utilização de materiais mais sustentáveis. A utilização de resíduos vegetais, como agregados em compósitos, representa um significativo ganho ambiental ¹. A madeira é um material altamente higroscópico e é susceptível às alterações dimensionais provocadas pela contração e pelo inchamento devido à entrada e saída de água das paredes celulares ². Por isso, é imprescindível o entendimento do comportamento das partículas de madeira quanto à saturação ou não das mesmas antes da produção dos compósitos.

Experimental

Foram produzidos compósitos de cimento com partículas de madeira de compensado - provenientes de resíduos de construção e demolição (RCD) – saturadas e não saturadas a partir da adaptação da NBR 16541^{3,4}. Foi realizada a paralisação da hidratação das amostras aos 56 dias e, então, foi realizado o ensaio de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

Resultados e Discussão

É possível identificar (Fig. 1) em tom mais escuro as partículas de madeira e em tom mais claro, a matriz cimentícia. Observa-se, ainda, o descolamento da partícula de madeira com relação à matriz devido à variação dimensional provocada pela perda da água que foi absorvida antes da produção do compósito⁶ (Fig. 1a). Enquanto que nos compósitos produzidos com as partículas não saturadas (Fig. 1b), é possível visualizar uma maior aderência entre as partículas e a matriz, apesar de existirem fissuras na zona de transição – esta que compreende até 170µm ao redor da partícula⁶.

Conclusões

Conclui-se que a não saturação das partículas propiciou a formação de fissuras na zona de transição, enquanto que a saturação das partículas de madeira contribuiu para o descolamento entre a partícula e a matriz cimentícia, provocando o enfraquecimento do compósito.

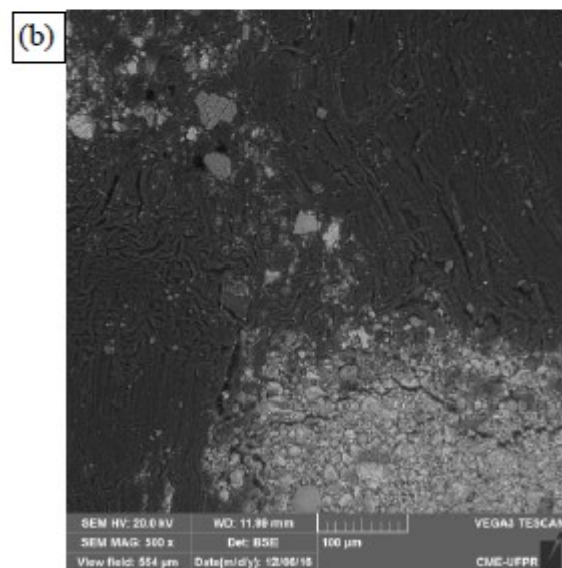
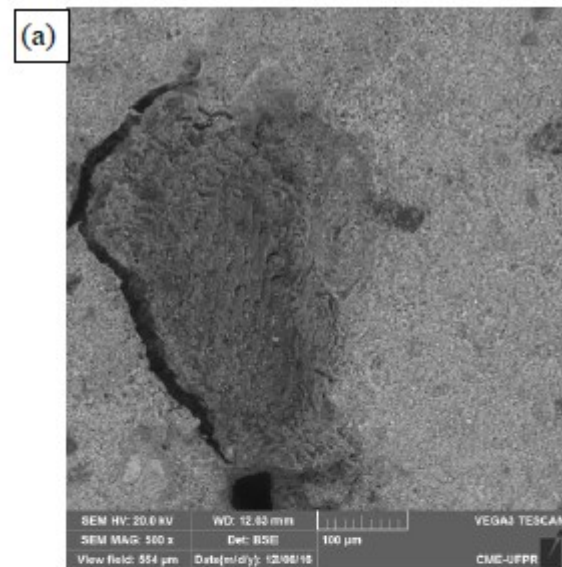


Figura 1. Compósito de cimento-madeira (compensado) (a) saturado e (b) não saturado).

Agradecimentos

Ao LAME/DCC e ao PPGECC da UFPR; à CAPES e à Fundação Araucária.

REFERÊNCIAS

- ¹Lima, A. J. M. Tese de Doutorado. 1709 281.
- ²Burguer, L. M.; et al. Anatomia da Madeira. 1991.
- ³ABNT NBR 16541. 1716.
- ⁴Rocha, T. M. S. Dissertação de Mestrado. 1717 172.
- ⁵Pan, Z.; et al. Cem. Conc. Res. 1702 32, 357-362.
- ⁶Savastano Júnior, H.; et al. PINI Editora, 1994 56.

CIÊNCIAS DA SAÚDE

CARACTERIZAÇÃO DE SISTEMA NANOESTRUTURADO DE AMIDO ATRAVÉS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO

Aline Caldonazo¹, Nayana C. F. Stofella¹, Elisa F. Montin¹, Raul E. L. Lazo¹, Andressa Veiga¹, Fábio S. Murakami¹

¹Universidade Federal do Paraná, PPG Ciências Farmacêuticas, Laboratório de Tecnologia Farmacêutica. Av. Pref. Lothário Meissner, 632 – Jardim Botânico, 80210-170, Curitiba-PR, Brazil.

Introdução

Os materiais nanoestruturados apresentam grande interesse em várias áreas de pesquisa. Os sistemas em escala nanométrica, podem ser obtidos na estrutura da celulose e do amido através de tratamentos químicos e/ou mecânicos. Os nanocristais de celulose e amido obtidos por hidrólise ácida, são estabilizadores de partículas que favorecem sua utilização na área alimentícia e farmacêutica [1]. Ao se observar o amido ao microscópio é possível visualizar seus grânulos, anéis de crescimento e estruturas cristalinas. A microscopia de difração auxilia na visualização das regiões cristalinas que é típica das orientações das macromoléculas. As lamelas cristalinas e amorfas apresentam espessura de 9 nm [2]. A microscopia eletrônica de transmissão permite a visualização de nanocristais por difração de elétrons e também por campo escuro, permitindo uma identificação mais precisa da conformação cristalográfica.

Experimental

A obtenção de material nanoestruturado a partir do amido através da hidrólise ácida foi descrita por Amini et al., 1716. Em 40 g de amido de milho, uma solução com 100 mL de ácido sulfúrico 4,5 mol L⁻¹ foram acrescentados e dissolvidos. No ultrassom a solução foi mantida à temperatura de 40 °C por 45 minutos. A solução passou por filtração à vácuo e o filtrado foi lavado com água destilada até pH neutro. O material suspenso foi mantido em solução aquosa até a realização da análise de microscopia eletrônica de transmissão. Para o preparo da amostra, foram diluídos 1 µL em 10 mL de água destilada. Em uma placa de Parlódio, uma gota da solução diluída foi depositada e mantida sob vácuo até o momento da análise.

Resultados e Discussão

A análise de microscopia eletrônica de transmissão foi utilizada para a observação de cristais de amido em escala nanométrica. Na micrografia (Figura 1) foi possível observar os nanocristais em diferentes conformações cristalográficas (Figura 2).

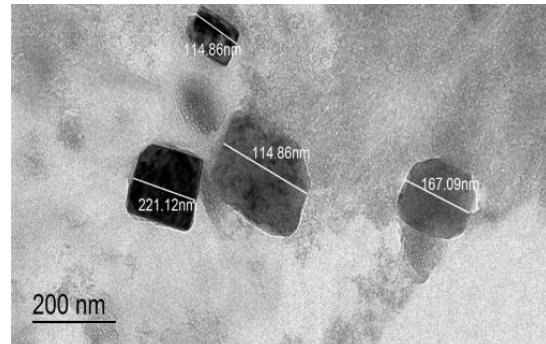


Figura 1 - Micrografia de microscopia eletrônica de transmissão do nanocristal de amido com 100 kV em 17000x.



Figura 2 - Micrografia de microscopia eletrônica de transmissão por difração do nanoamido.

Foram encontrados cristais de 114,86 nm até 221,12 nm, tamanhos semelhantes aos de Amini et al., 1716, através da mesma metodologia de obtenção dos nanocristais. Outras metodologias de hidrólise ácida com ácido sulfúrico são utilizadas, porém, a reação deve ser mantida nas mesmas condições durante cinco dias sob agitação de 100 rpm à 40 °C [3,1].

Conclusões

A microscopia eletrônica de transmissão teve grande importância para a visualização dos nanocristais em diferentes conformações cristalinas e tamanho médio das nanoestruturas. Assim, a metodologia empregada por hidrólise ácida sob ultrassom se demonstrou eficiente para a obtenção de nanocristais de amido.

Agradecimentos

Ao CME pelos ensaios realizados e à CAPES pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS

- ¹Yang, et al. Food Hydrocolloids. 1718 84, 230-238. ² Dufresne, A. . COCIS. 1714 19, 397-408. ³Condés. Food Hydrocolloids. 1715 47, 146-157. ⁴Amini, et al. Food Hydrocolloids. 1716 57, 132-138.

CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DO CLORIDRATO DE DULOXETINA

Andressa Veiga¹, Nayana C. F. Stofella¹, Elisa F. Montin¹, Raul E. L. Lazo¹, Aline Caldonazo¹, Fábio S. Murakami¹

¹Universidade Federal do Paraná, PPG Ciências Farmacêuticas, Laboratório de Tecnologia Farmacêutica. Av. Pref. Lothário Meissner, 632 - Jardim Botânico, 80210-170, Curitiba-PR, Brazil

Introdução

O cloridrato de duloxetine (DLX), cuja nomenclatura química é cloridrato de (+)-(S)-N-metil-3-(1-naftaleniloxi)-2-tiofenopropana-mina, é um inibidor seletivo da recaptção de serotonina e noradrenalina. Seu uso é indicado para o tratamento de transtorno depressivo maior, transtorno de ansiedade generalizada, dor neuropática periférica diabética, incontinência urinária, dor crônica ou neuropática, síndrome do intestino irritável, sedação noturna e fibromialgia[1–3].

Para que um medicamento seja racionalmente desenvolvido, o fármaco deve ser avaliado, dentre outros parâmetros, quanto às suas propriedades físico-químicas, polimorfismo e estabilidade[4]. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) fornece informações sobre os hábitos das estruturas cristalinas além de permitir a caracterização morfológica. Também, possibilita uma avaliação qualitativa e quantitativa de cristais através da observação da homogeneidade e determinação do tamanho e formato das partículas[5]. Neste contexto, o propósito deste estudo foi caracterizar morfológicamente o cloridrato de duloxetine.

Experimental

O equipamento TESCAN VEGA3 LMU foi utilizado para as análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV). A amostra foi previamente metalizada com ouro e analisada em baixo vácuo com voltagem de aceleração de 15 kV nas ampliações de 1K× e 4K×.

Resultados e Discussão

A solubilidade de um ingrediente farmacêutico ativo é um dos mais importantes parâmetros físicos para atingir a concentração necessária do fármaco no sistema circulatório a fim obter a resposta farmacológica desejada. Diferentes formas cristalinas ou polimorfos de um mesmo fármaco possuem diferente solubilidade. Qualquer fármaco para ser absorvido deve estar presente na forma de solução no local de absorção[6].

De acordo com a literatura, a estrutura cristalográfica da DLX revelou uma forma monoclinica que poderia ser uma forma estável utilizada em formulações farmacêuticas[7-8]. As micrografias apresentadas na Figura 1 indicam a presença de arranjo cristalino com cristais irregulares de tamanhos variáveis e possivelmente cristais de

formato monoclinico, o que estaria em acordo com a literatura[7-8]. No entanto, são necessárias outras técnicas como difração de raios X para confirmar a estrutura cristalográfica das amostras.

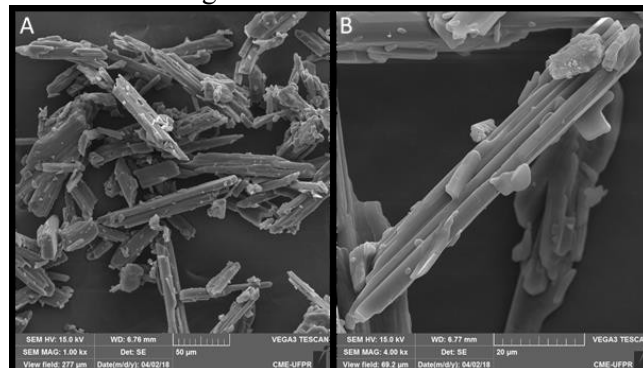


Figura 1. Micrografias da DLX em aumentos de 1000x (A) e 4000x (B)

Conclusões

As análises microscópicas permitiram verificar a principal forma cristalina do cloridrato de duloxetine. Com o auxílio de outras técnicas como a difração de raios X e análise térmica é possível determinar qual ou quais os polimorfos estão presentes na amostra. E a microscopia por si só permite inclusive diferenciar dois fármacos diferentes, desde que possuam morfologias ou tamanhos distintos. Sendo portanto uma técnica com vasta aplicação no âmbito farmacêutico.

Agradecimentos

Ao CME pela realização dos experimentos de microscopia e à CAPES pelo suporte financeiro.

REFERÊNCIAS

- Lesley M, Arnold LM. Pain Med. 1707; <https://doi.org/10.1111/j.1526-4637.1706.00178.x>.
- Darowski A, Chambers SCF, Chambers DJ. Drugs Aging. 1709; 26(5):381-94.
- Srinivasulu P, Srinivas KSV, Reddy RS, Mukkanti K, Buchireddy R. Pharmazie. 1709; 64:10–13.
- Patel P, Ahir K, Patel V, Manani L, Patel C. The Pharma Innovation Journal. 1715; 4(5):14-17.
- Murakami F. S, UFSC. 1709.
- Ini S, Shmueli Y, Koltai T, Gold A. Teva Pharmaceuticals Inc. 1706; Patent N°: WO1706081515 A2.
- Bhadbhade M, Hook J, Marjo C, Rich A, Lin Q. 1709; E65, o2294.
- Marjo CE, Bhadbhade M, Hook JM, Rich AM. 1711; 8: 2454–64.

DEVELOPMENT OF NANOCAPSULES FOR VEICULATION OF COSMETIC ACTIVES

Melissa Marques Gonçalves¹, Paula Hitomi Shimizu¹, Karen Emanuely Maquim Adão¹, Tatiana Vigiani Baptista Marcondes¹, Allan Michael Junkert², Roberto Pontarolo², Daniela Florencio Maluf¹

¹Labsec, Department of Pharmacy, Federal University of Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil.

²CEB, Department of Pharmacy, Federal University of Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil.

Introdução

The skin is a complex multilayered structure whose main function is to protect the body from external aggressions. Its structure controls the actives penetration into the skin and nanomaterials can be used to overcome this limitation. Also, nanoencapsulation of cosmetic actives protects them from degradation and improve sensory properties and stability to cosmetics.^{1,2} Therefore, the aim of this work was to develop nanocapsules for the encapsulation of several cosmetic actives.

Experimental

Preparation of nanocapsules Nanocapsules (NCs) were prepared by nanoprecipitation method.^{3,4} Briefly, an organic phase composed by polycaprolactone (PCL) (40 mg), capric/caprylic triglycerides (CCT) (170 mg), Span 80® (170 mg) and acetone (17 g) was dropped into an aqueous phase composed by Tween 80® (500 mg) and ultrapure water (50 g), under magnetic stirring. Then, the obtained dispersion was evaporated until a final volume of 30 mL. *Characterization of nanocapsules*
Spectroscopic Analysis

Chemical characterization of the raw materials and obtained nanocapsules was performed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) (ALPHA-P, BRUKER®) in the range of 4000-400 cm⁻¹ and ATR method.

Morphological Analysis

Morphological analysis of the obtained nanocapsules was performed by Optical Microscopy (OM) and Scanning Electron Microscopy (SEM) (VEGA3, TESCAN®) at 15 kV.

Hydrodynamic diameter, polydispersity index and zeta potential analysis

Hydrodynamic diameter and polydispersity index of the obtained nanocapsules were determined by Dynamic Light Scattering (NanoDLS, Brookhaven®). Zeta potential was determined by electrophoretic mobility (Particle Charge Titration Analyzer, Stabino®). Prior to the analysis, the samples were diluted 1:100, in ultrapure water.

Results and Discussion

The FTIR analysis (Figure 1) allowed to confirm the identity of the raw materials and the total removal of the acetone from the nanocapsules dispersion.

The obtained nanocapsules presented an average hydrodynamic diameter of 510.6 nm with polydispersity index of 0.354. The nanocapsules size was confirmed by OM and SEM analysis (Figure 2). The obtained nanocapsules showed zeta potential of -31.155 mV at pH 7,0.

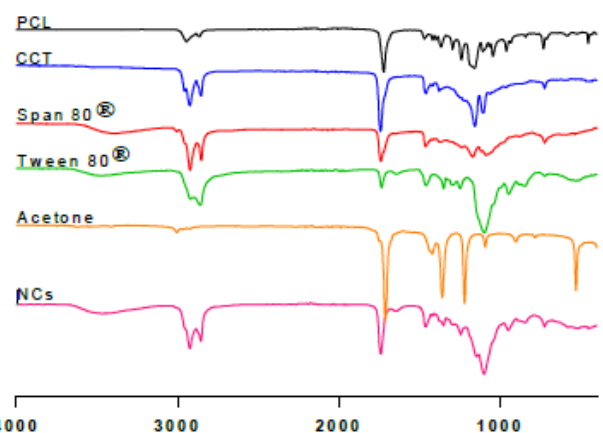


Figure 1. FTIR spectra of PCL, CCT, Span 80®, Tween 80®, Acetone and NCs.

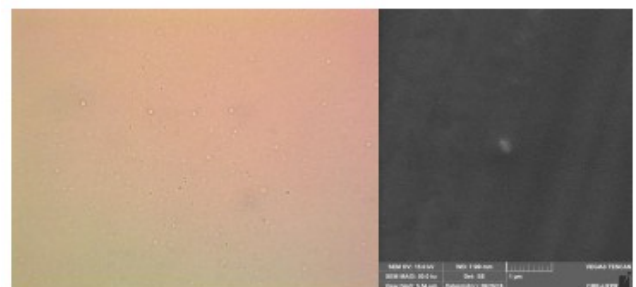


Figure 2. A) Image by OM (magnification: 1000X) and B) by SEM.

Conclusion

A stable nanocapsules dispersion was obtained from the proposed method and nanocapsules of cosmetic actives can be developed from this formulation.

Acknowledgements

The authors would like to thank CME for SEM analysis and BioPol for hydrodynamic diameter, polydispersity index and zeta potential analysis.

REFERENCES

- ¹Carazo, E.; *et al.* Chem. Res. 1718 18, 1-10.
- ²Gajbhiye, S.; *et al.* JCDSA. 1716 6, 48-53.
- ³Fessi, H.; *et al.* Int. J. Pharm. 1989 55, R1-4.
- ⁴Mora-Huertas, C.E.; *et al.* Int. J. Pharm. 1710 385, 113-142.

ELECTROSPUN NANOFIBERS OF POLY(VINYL ALCOHOL) AS SCAFFOLD FOR SKIN TISSUE ENGINEERING

Melissa Marques Gonçalves¹, Daniela Florencio Maluf¹, Cyro Ketzer Saul², Roberto Pontarolo³

¹Labsec, Department of Pharmacy, Federal University of Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil.

²LITS, Department of Physics, Federal University of Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil.

³CEB, Department of Pharmacy, Federal University of Paraná, Curitiba, Paraná, Brazil.

Introduction

Electrospinning is the simplest and least expensive method to produce polymeric nanofiber materials. This technique is based on extrusion of polymer solutions from a needle by a high voltage electric field. Electrospun nanofiber scaffolds can mimic the extracellular matrix architecture of different tissues as skin, and so, it is possible your application to tissue regeneration. 1,2.

Experimental

Preparation of nanofibers

A scaffold of nanofibers of PVA was prepared by electrospinning method. Briefly, a PVA solution (7% w/w) was hosted in a syringe and a high voltage power supply (10 kV) was linked to needle. Then, the polymer solution was ejected from the needle by this high electric-field force to a collector 12 cm away.

Characterization of nanofibers

Spectroscopic Analysis

Chemical characterization of the PVA was performed by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) (ALPHA-P, BRUKER®) in the range of 4000-400 cm⁻¹ and ATR method.

Morphological Analysis

Morphological analysis and measurement of the diameter of the obtained nanofibers was performed by Scanning Electron Microscopy (SEM) (VEGA3, TESCAN®) at 15 kV.

Results and Discussion

The FTIR analysis (Figure 1) allowed to confirm the identity of the PVA.

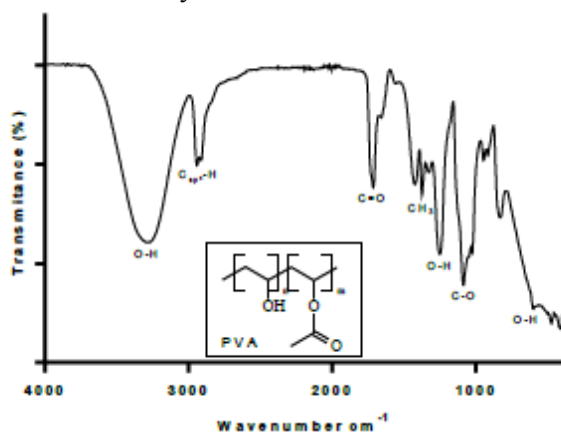


Figure 1. FTIR spectra of PVA.

The obtained scaffold presented nanofibers with an average diameter of 242.846 ± 13.010 nm (Figures 2 and 3).

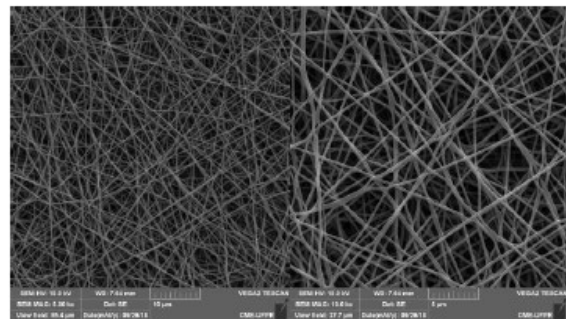


Figure 2. SEM micrographs of scaffold obtained.

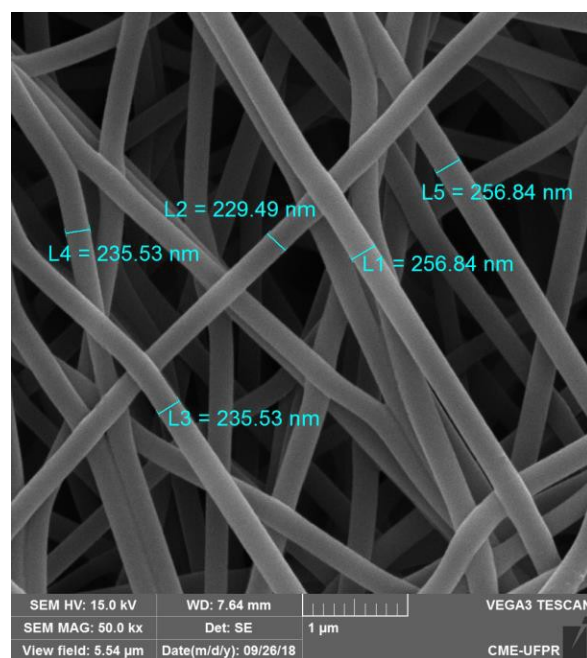


Figure 3. Measurement of the diameter of nanofibers by SEM.

Conclusion

A scaffold with homogeneous nanofibers was obtained. This scaffold can be used as an extracellular matrix-like material for tissue engineering for skin regeneration.

Acknowledgements

The authors would like to thank CME for SEM analysis and CEB for FTIR analysis.

REFERENCES

- Cheng, H; *et al.* Mater. Sci. Eng. C. 1718 90, 750–763.
- Tonda-Turo, C; *et al.* Carbohydr. Polym. 1717 162, 82–92.

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA AVALIAÇÃO DA CRISTALINIDADE DE FOSFATO DE SITAGLIPTINA MONOIDRATADO

Nayana C. F. Stofella¹, Andressa Veiga¹, Elisa F. Montini¹, Aline Caldonazo¹, Raul E. Luna Lazo¹, Fábio S. Murakami¹

¹Universidade Federal do Paraná, Departamento de Farmácia, Av. Pref. Lothário Meissner, 632, Jardim Botânico, 80210-170, Curitiba - PR, Brasil

Introdução

O Diabetes mellitus (DM), é definido como a desregulação do metabolismo da glicose. Em 1715, o número de adultos com DM aumentou para 415 milhões (prevalência: 8,8%), e é projetada para ser superior a 642 milhões em 1740. 1.

O Diabetes mellitus tipo 2 (DMT2) é caracterizado pela perda progressiva da função das células β -pancreáticas e resistência à insulina. Uma das principais gliptinas utilizadas no tratamento do DM tipo 2 é o fosfato de sitagliptina monoidratado, esta é inibidora da dipeptidil peptidase-4 (DPP-4) e representa uma classe de agentes hipoglicêmicos que podem melhorar o controle glicêmico com baixo risco de hipoglicemia. 2,3.

A avaliação da cristalinidade de ingredientes farmacêuticos ativos (API) é importante para caracterizar a morfologia da superfície de um API, sendo essa caracterização relevante na biodisponibilidade, estabilidade e processabilidade (fluxo do pó, compressibilidade, entre outras características). 4.

Experimental

A avaliação morfológica foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) TESCAN VEGA3 LMU. A amostra foi previamente metalizada com ouro e analisada em baixo vácuo com voltagem de aceleração de 15 kV na magnificação de 1K \times e 5K \times .

O padrão de difração de raio-x de pó foi determinado em difratômetro XRD-7000 (Shimadzu), usando os seguintes parâmetros: Raio-X de radiação monocromática Cu, voltagem 40.0 (kV), corrente de 17.0 (mA), ângulo de varredura Theta-2Theta, faixa de varredura 2.000 - 40.000. A amostra foi empacotada em um porta-amostras de aço inoxidável de 17 mm.

Resultados e Discussão

A microscopia eletrônica de varredura corrobora para a análise cristalográfica de um ingrediente farmacêutico ativo (API), ou seja, na determinação da orientação cristalina. Segundo Kaduk (1715), a estrutura cristalográfica do fosfato de sitagliptina monoidratado sugerida é a forma de cristais achatados e finos (platy), conforme fig. 1.5.

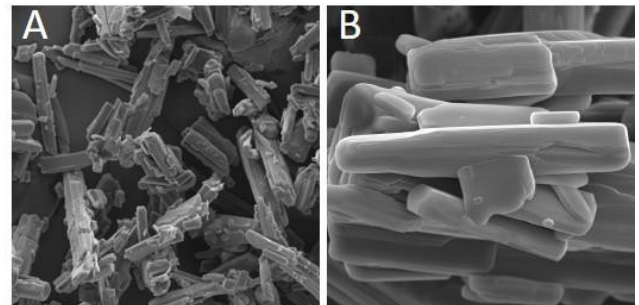


Figura 1. Micrografias do fosfato de sitagliptina monoidratado em aumentos de 1000x (A) e 5000x (B).

O fosfato de sitagliptina monoidratado possui cristalinidade natural e pode ser comprovada através dos picos característicos na difração de raio-X em θ em 13.2°, 13.8°, 15.9°, 18.4°, 19.1°, 21.2°, 24.0°, 25.0°, 25.7°, 29.5° e 30.9° \pm 0.2°, conforme Fig. 2. 6.

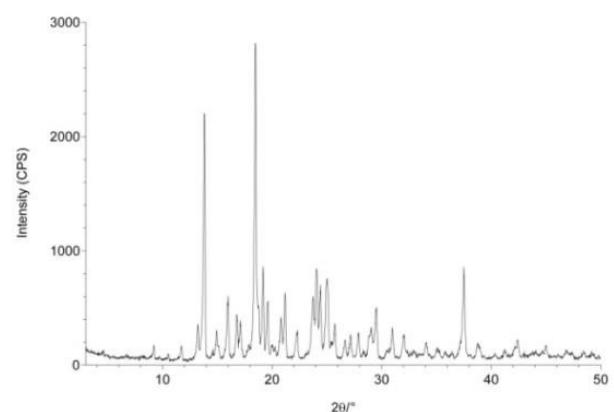


Figura 2. Difração de raio-X em pó do fosfato de sitagliptina monoidratado.

Conclusões

As análises microscópicas permitiram verificar as principais formas cristalinas do fosfato de sitagliptina monoidratado.

REFERÊNCIAS

- ¹SBD. Diretriz da Sociedade Brasileira de Diabetes 1717, 12.
- ²Cai, X.; et al. Diabetes Technology & Therapeutics. 1716 18, 784-793.
- ³Alsalm, W.; et al. Diabetes, Obesity and Metabolism, 1717 17, 1080-1085.
- ⁴Prado, L. D. Rev. Virtual Quim. 1715 7, 1780-2112.
- ⁵Dwivedi, S. P. D.; et al. U.S. Patent 1715/0087834 A1.
- ⁶Kaduk, J. A.; et al. Powder Diffr. 1715 30, 349-356.

CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DE NANOPARTÍCULAS DE PLA (ÁCIDO POLILÁCTICO) CONTENDO ATORVASTATINA

Raul Edison Luna Lazo¹, Guilherme Martins², Larissa Sakis Bernardi², Paulo Renato de oliveira², Fabio Seigi Murakami¹

¹Universidade Federal do Parana, programa de pós graduação em ciências farmacêuticas, laboratório de tecnologia farmacêutica, Av. Prefeito Lothário Meissner, 632 - Jardim Botânico, Curitiba - PR, 80210-170

²Universidade Estadual do Centro Oeste - Unicentro, programa de pós graduação em ciências farmacêuticas, laboratório de tecnologia farmacêutica, R. Simeão Varela de Sá, 03 - Vila Carli, Guarapuava - PR, 85040-080

Introdução

A atorvastatina é um fármaco sintético, lipofílico, da família das estatinas que atua como inibidor da enzima 3-hidróxi-3-metilglutaril-Coenzima A reductase, enzima que regula a biossíntese de colesterol. No entanto, estudos atuais advertem que as estatinas diminuem significativamente o risco de acidente vascular cerebral (ACV) em pacientes que já possuem a doença, uma vez que as estatinas atuam no sistema nervoso central. Outros estudos sugerem que a prevalência de Alzheimer e Epilepsia é menor em pacientes tratados com estatinas¹. Um dos objetivos da nanotecnologia farmacêutica é a vetorização de fármacos até seu alvo de ação, que no caso específico trata-se da barreira hemato encefálica. Para tanto, o tamanho das nanopartículas (Nps) deve estar na faixa de 100-300 nm², sendo necessário a utilização de técnicas de caracterização morfológicas e de tamanho de partículas entre as que destacam a microscopia eletrônica, espalhamento de luz dinâmica (DLS) e difração de laser. Sem dúvida as propriedades morfológicas e distribuição de tamanho de partícula são cruciais no momento da caracterização e estabilidade de sistemas nanoestruturados. Desta maneira, a microscopia eletrônica de varredura demonstra ser uma das principais ferramentas instrumentais utilizadas no delineamento de sistemas nanoestruturados³.

Experimental

A avaliação morfológica e de distribuição de tamanho das Nps foi realizada em um microscópio de varredura eletrônico com emissão de campo (MEV-FEG), empregando voltagem de aceleração de 15 kV. Uma alíquota (~10 µL) de uma dispersão de Nps de PLA contendo ATV foi acondicionada em suporte metálico (*stub*), e após a secagem, submetida ao processo de metalização com ouro coloidal, sob vácuo. As micrografias foram obtidas em diferentes ampliações.

Resultados e Discussão

Na análise das micrografias obtidas (Figura 1), pode-se observar que o sistema nanoparticulado

produzido é homogêneo e composto por Nps que apresentam morfologia esférica. A distribuição de tamanho das partículas está em torno de 100-300 nm em todas as partículas avaliadas, entretanto, é necessária sua avaliação por outras técnicas como DLS e difração de raios laser.

É de extrema importância correlacionar os resultados MEV-FEG com DLS porque o diâmetro de partícula está relacionado ao princípio das técnicas utilizadas. Enquanto o MEV avalia o diâmetro das Nps liofilizadas, a técnica de DLS realiza esta determinação avaliando a camada de hidratação das Nps em suspensão, resultando nesta divergência de valores entre as metodologias aplicadas⁴.

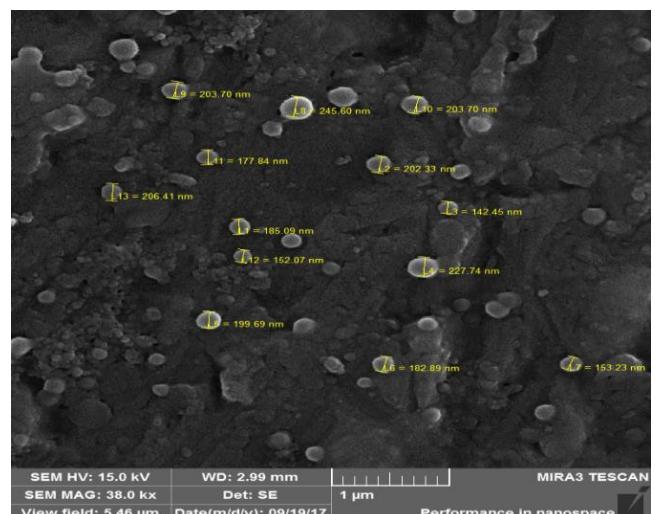


Figura 1, nanopartículas esféricas de PLA contendo atorvastatina.

Conclusões

A microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo permitiu caracterizar as Nps de PLA contendo atorvastatina como esféricas com tamanhos entre 100-300 nm viabilizando sua vetorização para a barreira hemato encefálica.

REFERÊNCIAS

- Butterfield, D. A.; et al. *Pharmacol. Res.* 1711 64, 180–186.
- Li, J.; et al. *J. Nanotechnol. Rev.* 1713 2, 241–257.
- Lin, P. C.; et al. *Adv. Biotechnol.* 1714 32, 711–726.
- Bootz, A.; et al. *J. Pharm. Biopharm.* 1704 57, 369–375.

ANÁLISE ULTRAESTRUTURAL DE FILMES POLIMÉRICOS AMILÁCEOS CONTENDO EXTRATO BRUTO DE *B. erioclada* DC.

Vanessa Barbosa Bobek¹, Camila Freitas de Oliveira¹, Larissa Junqueira Gatto¹, Sandra Zanin¹, Jane Manfron Budel², Josiane de Fátima Padilha de Paula², Obdúlio Gomes Miguel¹

¹Universidade Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Lothário Meissner, 632 - Jardim Botânico 80210-170 – Curitiba, PR, Brasil

²Universidade Estadual do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Ciências Farmacêuticas, Carlos Cavalcanti 4748 – Uvaranas 84030-900, Ponta Grossa, PR, Brasil

Introdução

Os polímeros biodegradáveis têm despertado o interesse em diversas áreas da pesquisa científica. A substituição dos polímeros sintéticos pelos polímeros naturais apresenta como grande vantagem redução dos custos e a rápida degradação que eles possuem em relação aos sintéticos¹.

Dentre os diversos polímeros naturais encontra-se o amido, um polissacarídeo biodegradável muito utilizado na indústria de medicamentos, alimentos e cosméticos devido à sua atoxicidade, baixo custo e fácil disponibilidade. A aplicação do amido como matéria-prima na produção de filmes poliméricos se baseia nas propriedades químicas, físicas e funcionais da amilose para formar géis e na sua capacidade para formar filmes².

A incorporação de ativos vegetais em filmes poliméricos tem sido estudada em diversos trabalhos visando explorar os possíveis efeitos bioativos das espécies medicinais. Neste sentido, o presente trabalho teve por objetivo desenvolver e caracterizar morfologicamente filmes de amido contendo extrato bruto de *B. erioclada* DC.

Experimental

O extrato bruto etanólico de *B. erioclada* foi obtido por maceração após o período de 7 dias.

Os filmes foram obtidos pela técnica de *casting*, utilizando como plastificante o glicerol e como polímeros o amido de milho e a polilisina. Os materiais foram misturados nas concentrações determinadas e mantidos sob agitação a 90 °C por cerca de 17 minutos. Logo após, 10 mL das soluções filmogênicas foram vertidas em placa de petri, e levadas à estufa a 37 °C durante 24 horas.

A avaliação morfológica da superfície e da secção transversal foi realizada em microscópio eletrônico de varredura com emissão de campo MYRA3, (Tescan) e microscópio eletrônico de varredura VEGA3 (Tescan). Os filmes foram cortados e fixados em suporte metálico metalizados com ouro no equipamento SC7617 Mini Sputter Coater.

Resultados e Discussão

As análises de microscopia eletrônica de varredura com campo de emissão (FEG) foram realizadas nas superfícies e nas secções transversais dos filmes de amido com e sem extrato. As superfícies

variaram de lisas a rugosas, não porosas e compactas (Figura 1).

No trabalho realizado por Isotton (1713)³ os filmes obtidos com os plastificantes glicerol e sorbitol apresentam superfícies lisas e compactas. Esta descrição vai ao encontro das características observadas para este trabalho.

Em secção transversal, os filmes mostraram-se densos e regulares, o que sugere uma estrutura homogênea.

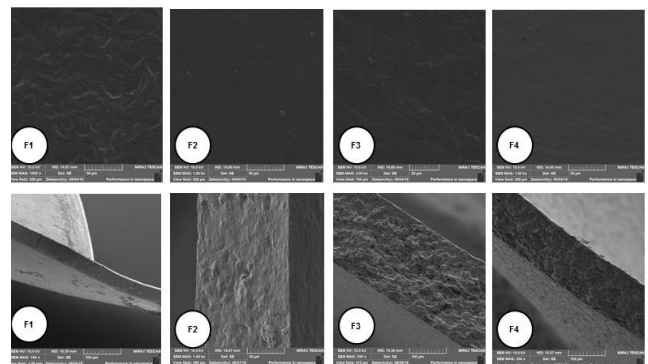


Figura 1- Microscopia Eletrônica de Varredura com Campo de Emissão da superfície e da fratura dos filmes.

Como os filmes com glicerina são sensíveis a esta análise e deterioram-se com o uso de uma tensão superior a 10kV, não foi possível fazer imagens com grandes aumentos e consequentemente verificar neles a presença de poros.

Conclusões

As formulações foram obtidas com sucesso e os filmes formados apresentaram matrizes homogêneas, densas, compactas e não porosas.

Agradecimentos

Ao Complexo de laboratórios multiusuários (C-LABMU) da Universidade Estadual de Ponta Grossa pelas análises de FEG.

À CAPES pelo suporte financeiro.

REFERÊNCIAS

- ¹Franchetti S.M.M et al. Quím. Nova 1706 29, 811-816.
- ²Mali, S. et al. Semina: Ciências Agrárias, Londrina 1710 31, 137-156.
- ³Isotton, F. S. Dissertação (Mestrado). Universidade de Caxias do Sul. Caxias do Sul 1713, 65-69.

CIÊNCIAS DA TERRA

CPO PATTERNS OF AN UPPER CRUST SHEAR ZONE – EXAMPLES FROM LANCINHA FAULT SYSTEM, SOUTHERN BRAZIL

T. Conte¹, G.C.G. Cavalcante¹, L.E. Lagoeiro¹, C.S. Silveira¹, K.T. Pesch Vieira¹, and R. Santos¹.

¹Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brazil

Introduction

Crustal deformation processes are directly related with the reological behaviour of its mineral constituents and strongly influenced by temperature and pressure conditions, as well as strain rate and fluid assistance. The main deformation mechanisms activated during the deformation of the upper crust are thought to be cataclastic flow, bulging and subgrain rotation, although other mechanisms could be activated under certain conditions.

Geological setting

The Lancinha Fault System (LFS) represents the southernmost part of the Ribeira Belt (Figure 1), which constitutes a series of NE trending shear zones generated by lateral tectonic escape as a result of São Francisco and Congo cratons collision during the amalgamation of west Gondwana, forming the Mantiqueira Province at the end of the Neoproterozoic (~600 Ma)[1,2]. The study area extends from north of Curitiba (Paraná state) city area to Registro city (São Paulo state) and concentrates on filites, S-C type schists and mylonitic rocks deformed under greenschist facies conditions (~300 - 350°) with strong anastomosed foliation following the NE

distribution and the determination of crystallographic preferred orientations (CPO) of the bulk mineralogy.

Results and discussion

The micro deformation texture analysis combined with quantitative textural analysis by EBSD show the existence of rocks with compositional variation and different levels of dynamic recrystallization, suggesting that during the formation of the shear zone different mechanisms were activated. The CPO results show that the deformation is stronger on the sample localized at the shear zone centre, meanwhile on the quartzite sample collected further from the main fault the fabric is less defined and deformed mainly by subgrain rotation, as shown by a peak at 10 degrees on the misorientation angle frequency distribution diagram. The predominant slip system is the prism $\langle c \rangle$ although romb $\langle a \rangle$ has also been activated. The activation of prism $\langle c \rangle$ slip system may be due to the high strain rates despite the low temperature texture observed on the thin section. Also, the peak at 60 degrees on the misorientation diagram combined with the concentration on the C axis in the reverse pole figure suggest that the presence of Dahphiné type twinning may have increased the deformation accommodation under low T conditions.

Conclusions

We applied the SEM-ESBD technique to analyse the full crystallographic orientation of quartz grains in quartzites, mylonitic granite and schists intensely recrystallized during the development of the Lancinha Shear Zone anastomosing system. This study shows that the deformation at LFS is mainly accommodated by dislocation creep, associated to subgrain rotation recrystallization in low-temperature conditions.

Acknowledgment

Authors would like to thank CNPq, CAPES, CME and Programa de Pós-graduação em geologia da UFPR.

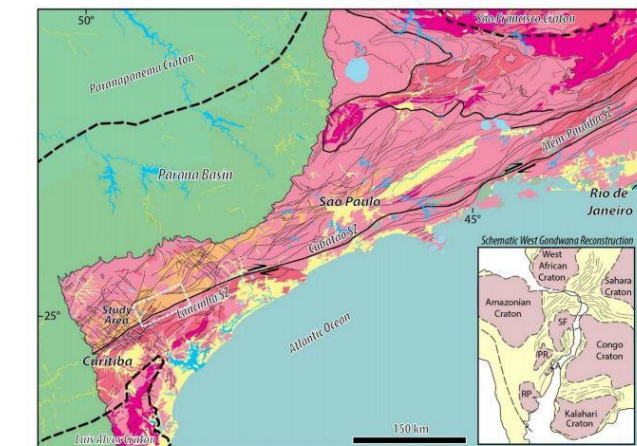


Figure 1- Geological map of the Ribeira Belt showing the location of Lancinha Shear Zone system and West Gondwana reconstruction.

Analytical method

Two samples chosen according to shear zone proximity were analysed by SEM electron backscatter diffraction (EBSD) and the data was processed using the Mtex extension for MatLab. The thin sections were made from samples that were cut parallel to the stretching lineation (X direction) and perpendicular to the foliation (XZ plane of the strain ellipsoid). SEM-EBSD analysis allowed the discrimination of phase

REFERENCES

- Campanha, A. G. C. 1702. O papel do sistema de zonas de cisalhamento transcorrentes na configuração da porção meridional da Faixa Ribeira. Livre Docência - Universidade de São Paulo, São Paulo.
- Heilbron, M.; Machado, N. 1703. Timing of terrane accretion in the Neoproterozoic–Eopaleozoic Ribeira orogen (SE Brazil). *Precambrian Research*, v 155 87-112.

MICROSCALE STRAIN PARTITIONING DURING HIGH-TEMPERATURE DEFORMATION OF PLAGIOCLASE: AN EXAMPLE FROM GABBRO-NORITE OF THE BARRO ALTO COMPLEX, BRAZIL CENTRAL

C. S. Silveira¹, L. E. Lagoeiro¹, G. C. G. Cavalcante¹, P. F. Barbosa², F. O. Ferreira³, T. Conte¹, R. T. Autoé², M. M. M. Ferreira¹

¹ Universidade Federal do Paraná, Curitiba, Brazil

² Universidade de Brasília, Brasília, Brazil

³ Universität Bayreuth, Bayreuth, Germany

Introduction

Microstructures and textural analysis are essential to evaluate aspects related to plastic deformation in minerals of the crust, especially for abundant minerals such as plagioclase. In this work, we analyzed metamorphosed gabbro-norites from the mafic-layered complex Barro Alto, with the purpose of understanding the development of preferred orientation in plagioclase by optical and electron microscopy associated with the EBSD technique.

Geological setting

The Barro Alto complex (BAC) is a continental-scale feature exposed in the Brasília Belt, Brazil Central. Petrological and geochronological data suggest that the evolution of these complexes involved two magmatic sequences [1] formed in intracontinental riftings systems [1,2]. The deformation in BAC is associated with west-dipping Maranhão River Thrust, a ductile zone in which metamorphism occurred under greenschist to granulite facies [2]. Pyroxene geothermometry indicates crystallization temperature at 1300°C, metamorphic reequilibration between 750-900° C at 750 Ma, and depth of 35km [2].

Analytical method

Characterization of microstructure and CPO measurements were performed on six polished thin sections from the NNE-SSW portion of the BAC. The thin sections were made from samples that were cut parallel to the stretching lineation (X direction) and perpendicular to the foliation (XZ plane of the strain ellipsoid), followed by 0.25 µm diamond paste polishing and colloidal silica. SEM-EBSD analysis allowed the discrimination of phase distribution (modal proportion) and the determination of crystallographic preferred orientations (CPO) of the bulk mineralogy. Crystallographic data are represented as pole figures, grain parameters and texture strength (J-index). Pole figures were plotted on equal area, lower hemisphere projections, and XZ section of the finite strain ellipsoid.

Results and discussion

The samples are composed of porphyroclasts of plagioclase and diopside in a matrix dominantly composed of plagioclase, cpx, opx and, less commonly, amphibole and biotite. We separated the samples in two groups according to the grain size.

Group A comprises three samples with a very fine-grained mylonitic matrix (0.03 to 0.08 mm) which wrap around porphyroclasts. The Group B has one sample composed mainly by medium-grained plagioclase (1 to 0.5 mm). In Group A, the plagioclase poles figures for {100}, {010} and {001} show a weak texture with a low J index (2.4). In Group B, pole figures exhibit maximum in {100} parallel to X direction and {010} parallel to Z direction. The strongest texture for the pole figures is confirmed by the high J index (15.33). The microstructure and texture analyses suggest that different deformation mechanisms were active in each group. The weak texture observed in Group A may be a result of diffusive processes in fine-grained aggregates. On the other hand, in coarser-grained domains dislocation creep may dominate, which led to the development of stronger texture. In Group B the principal mechanism is dislocation creep controlled by the [100](010) slip system. Differences in grain size suggests a strong partitioning of deformation between diffusive processes (grain size sensitive mechanism) in fine grained aggregates, and dislocation creep in large grains aggregates.

Conclusions

Detailed microstructure observations and texture analyses through EBSD data of the metagabbro-norites and mylonites from the Barro Alto Complex indicate that deformation in the lower crust was accommodated by dislocation creep and by grain boundary sliding (GBS) mechanisms.

Acknowledgment

Authors would like to thank CNPq, CAPES, CME and Programa de Pós-graduação em geologia da UFPR.

REFERENCES

- ¹Filho Ferreira, cesar fonseca, Martins Pimentel, M., Maria De Araujo, S., Laux, J.H., 1710. Layered intrusions and volcanic sequences in Central Brazil: Geological and geochronological constraints for Mesoproterozoic (1.25 Ga) and Neoproterozoic (0.79 Ga) igneous associations. *Precambrian Research* 183, 617–634. <https://doi.org/10.1026/j.precamres.1710.06.0082>
- Vimalanandan, A.; et al. *Adv. Mater.* 1713 25, 6980–6984.
- ²D'el-Rey Silva, L.J.H., de Vasconcelos, M.A.R., Silva, D.V.G., 1708. Timing and role of the Maranhão River Thrust in the evolution of the Neoproterozoic Brasília Belt and Tocantins Province, central Brazil. *Gondwana Research* 13, 352–374. <https://doi.org/10.1026/j.gr.1707.09.004>

CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA E CAPACIDADE ANTIBACTERIANA DE NANOPARTÍCULAS DE ZEÍNA CARREGADAS COM EUGENOL

Ana Paula Zapelini de Melo¹, Cleonice Gonçalves da Rosa¹, Carolina Montanheiro Noronha¹, Michael Ramos Nunes², Daniele Ziglia de Freitas¹, Núbia Medeiros Carvalho Moura¹, Pedro Luiz Manique Barreto¹

¹Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, SC, Brasil.

²Instituto Federal de Santa Catarina, Lages, SC, Brasil.

Introdução

O eugenol (4-alil-2-metoxifenol), é um composto fenólico natural, que apresenta elevada atividade biológica. Pode ser encontrado em plantas aromáticas como, cravo, canela, alfavaca e gengibre. Entretanto, é um óleo extremamente volátil e quimicamente instável. Para que haja sucesso na sua aplicação, é necessário adotar estratégias para estabilizar e preservar suas características intrínsecas¹.

A tecnologia de nanoencapsulação, é uma alternativa adequada, para reduzir perdas de compostos instáveis quimicamente, frente condições adversas encontradas no processamento de alimentos. Diante deste contexto, o objetivo deste trabalho foi desenvolver nanopartículas de zeína carregadas com eugenol (NP-E) e avaliá-las quanto a suas características morfológicas bem como atividade antibacteriana.

Experimental

Para a preparação das nanopartículas de zeína carregadas com eugenol (NP-E), a fase solvente constituiu de 17 mg/mL de zeína em etanol 85%, mantida sob agitação magnética por 12 h, Posteriormente foi adicionado o eugenol nas soluções.

A fase não-solvente foi uma solução aquosa do surfactante pluronic (1,5 % m/v). A formação das nanopartículas se deu quando vertido a fase solvente na fase não solvente, sob homogeneização a 10000 rpm por 3 min. O etanol foi evaporado em capela com exaustão durante 24 h².

A morfologia das NP-E foi determinada por microscopia eletrônica de transmissão (MET), 5 µL de amostra foi colocado em *grid* de cobre revestido de carbono (170 mesh) e visualizada em microscópio (JEOL, modelo JEM - 1021, Japão).

A atividade antibacteriana das NP-E foi avaliada contra as cepas de *Staphylococcus aureus* ATCC 2593, *Escherichia coli* ATCC 25922 e *Salmonella enterica* subsp.*enterica* serovar. *typhimurium* ATCC 14028, pela metodologia de difusão de poços³.

Resultados e Discussão

As micrografias demonstraram NP-E com população homogênea, formato esférico e diâmetro médio de 74 nm.

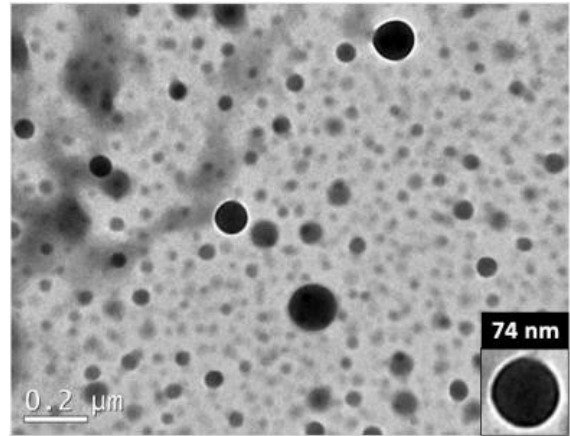


Figura 1. MET das NP-E.

As NP-E apresentaram elevada atividade antibacteriana frente à *E. coli*, *Salmonella* e *S. aureus*, nas concentrações 10³ e 10⁵ UFC/mL (Figura 2). Tal característica é atribuída a morfologia esférica das nanopartículas e aos grupamentos fenólicos presentes na amostra, que rompem e desestruturam o material celular bacteriano.

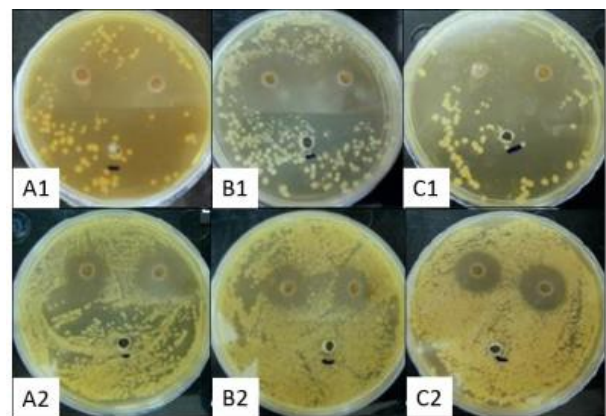


Figura 2. Atividade antibacteriana das NP-E. (A) *E. coli*, (B) *Salmonella* e (C) *S. aureus*, nas concentrações bacterianas: 1) 10³ e 2) 10⁵ UFC/mL.

Conclusões

Os resultados demonstram que as NP-E de formato esférico podem ser utilizadas como compostos antimicrobianos.

REFERÊNCIAS

- ¹Nedovic, V.; et al., *Icef11*, 1806-1815, 1711.
- ²da Rosa, C. G.; et al., *Colloids surf., A Physicochem. eng. asp.*, 481, 337-344, 1715.
- ³Vilas, V; et al. *Spectrochim. Acta A* 132, 743-750, 1714.

FILME FINO DE COPOLÍMERO EM BLOCO A BASE DE OLIGOSSACARÍDEO PARA APLICAÇÃO EM TEMPLATES NANOPOROSOS

Carolina Montanheiro Noronha¹, Issei Otsuka², Pedro L. M. Barreto¹, Redouane Borsali²

¹Departamento de Ciência dos Alimentos (PGCAL), Universidade Federal de Santa Catarina, CEP - 88034-001 Florianópolis, Santa Catarina, Brazil

²Univ. Grenoble Alpes, CNRS-CERMAV, F-38000, Grenoble, France

Introdução

Uma das propriedades mais fascinantes dos copolímeros em bloco é a de auto-organização, que pode originar uma grande variedade de estruturas periódicas ordenadas em escala nanométrica de 10 a 100 nm.¹ Neste sentido, há um crescente interesse no desenvolvimento de filmes finos nano-organizados a partir destes copolímeros em bloco, que podem ter sua morfologia, tamanho e orientação de seus nanodomínios controlada, conferindo grande versatilidade em diversas aplicações, como os materiais nanoporosos.²

No presente estudo, uma nova classe de copolímero em bloco híbrido, constituída por um bloco de oligossacarídeo (Mal), e outro bloco de polimetil(metacrilato) (PMMA) denominado Mal-*b*-PMMA₃, foi utilizada para o desenvolvimento de filmes finos para potencial aplicação em membranas nanoporosas.

Experimental

Os filmes finos de Mal-*b*-PMMA foram realizados pelo método do recobrimento por rotação (*spin-coating*). A solução polimérica foi preparada através da dissolução do copolímero em metiletilcetona (MEK) na concentração de 0,5 % (m/m) previamente agitada durante 24 horas até a completa solubilização para deposição de sobre um substrato de silício.

A Microscopia de Força Atômica (AFM) foi utilizada para a caracterização morfológica do filme fino de Mal-*b*-PMMA. A aquisição das imagens de fase foi realizada através de um microscópio de força atômica PicoPlus (Molecular Imaging, Corp., Tempe, AZ, USA), no modo de contato intermitente (*tapping*), à temperatura ambiente, utilizando um cantilever de silício (Vista Probes, Nanoscience Instruments, Inc., AZ, USA) com ponta de prova (*tip*) < 10 nm, frequência de ressonância de 190 kHz e constante de mola máxima de 48 N/m. As imagens de topografia foram realizadas utilizando um microscópio de força atômica Dimension Icon (Bruker Corp., Billerica, MA, USA) no modo de contato *peak force tapping* e um cantilever de silício (SCANASYST-AIR, Bruker Corp.) com ponta de prova de 2 nm.

Resultados e Discussão

Como mostra a Figura 1, o filme do copolímero Mal-*b*-PMMA apresentou uma morfologia bem definida, arranjada em estruturas porosas, apesar dos defeitos causados pelos orifícios nos depósitos. Tal morfologia corresponde a estruturas características de micelas cilíndricas que podem se formar durante a dissolução dos copolímeros no solvente.⁴

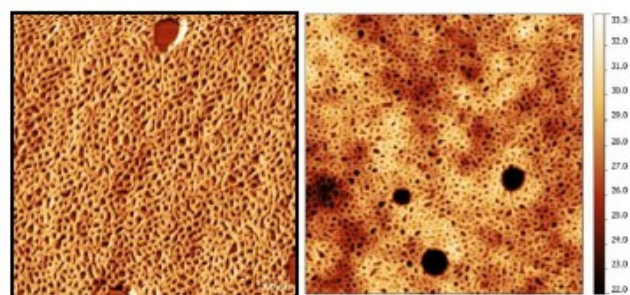


Figura 1. Imagens de fase e de topografia de AFM dos filmes finos do copolímero Mal-*b*-PMMA (1x1µm).

Conclusões

Comparado a filmes que tem habilidade de formar estruturas nanoporosas obtidas a partir de sistemas convencionais, como a remoção de um dos blocos por degradação, o sistema Mal-*b*-PMMA solubilizado em MEK oferece uma nova alternativa para a fabricação de membranas nanoporosas, que se organizam facilmente sem a necessidade de tratamentos posteriores.

Agradecimentos

À CAPES (Proc. BEX 1943/13-8), ao projeto GreeNanoFilms, the European Union Seventh Framework Program (FP7/1707-1713), ao CNRS (PolyNat Carnot) e ao PGCAL.

REFERÊNCIAS

- ¹Förster, S.; Plantenberg, T. *Angew. Chem.* 1702 41, 689-714.
- ²Hillmyer, M. A. *Adv. Polym. Sci.* 1705 190, 137-181.
- ³Noronha, C. M. ; et al. *Carbohydr Polym.* 1717 170, 15-22.
- ⁴Chang, C-Y.; et al. *Langmuir* 1711 27, 14545-14553.

PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE EBSD

Flávia Priscila Souza Afonso¹, Leonardo Evangelista Lagoeiro², Juliana de Jesus Costa³

¹ flavia.afonso@ufpr.br

² leonardo.lagoeiro@ufpr.br

³ jesuscosta@ufpr.br

Introdução

A técnica de análise da microscopia eletrônica de varredura (MEV) associada à difração de elétrons retroespalhados (EBSD) tem uma grande relevância para a obtenção de informações sobre as fases cristalográficas e sua orientação¹.

As amostras que são submetidas a essa análise necessitam de um preparo cuidadoso, com vários processos de polimento, afim de que a amostra esteja livre de qualquer tipo de imperfeição, garantindo assim que a emissão dos sinais será de alta qualidade² e que gerarão as informações esperadas.

Experimental

A preparação de amostras é dividida em várias fases. A fase inicial é coleta do material e a escolha da face a ser analisada, a mesma deve ser representativa do material a ser analisado.

Na segunda fase, está a preparação do material para análise, esta preparação pode ser realizada com a confecção de lâmina delgada ou preparação de embutimento, ambas podem ser analisadas pelo método MEV-EBSD. Para a preparação de lâminas delgadas o processo de confecção passa pelas etapas de corte, lixamento da face que será colada na lâmina, esse lixamento é realizado com ajuda de uma lixadeira e carbetto de silício como abrasivo, lavagem, secagem, colagem em lâmina de vidro com resina epóxi própria para colagem, corte do excesso de material (Figura 1A), desbaste e finalização manual utilizando carbetto de silício.

Caso o interesse seja a preparação de seção polida, o processo se restringe apenas ao corte da amostra, lavagem, secagem, embutimento com resina própria para este processo, e desbaste da face a ser analisada, com carbetto de silício, até que a mesma esteja lisa e a amostra esteja totalmente aparente.

A terceira fase é o polimento, este deve ser realizado com material e equipamentos apropriados para cada tipo de material, normalmente são utilizados diamante monocristalino e panos de polimento (Figura 1B). A sequência de diamante a ser utilizado também varia de acordo com o tipo de material. No entanto, normalmente são utilizadas diamante de 9, 6, 3, 1 e 0,25 micrômetros (μm). Posteriormente ao polimento a amostra é submetida ao ultrapolimento, este realizado com alumina de 0,05 μm e por fim sílica coloidal (17 nm). Para casos mais específicos, além da sílica coloidal também é utilizado o polimento iônico. O resultado esperado após a

preparação é uma amostra totalmente sem riscos, plana e espelhada (Figura 1C).

Resultados e Discussão

Uma preparação adequada e correta resultará em uma amostra com face perfeitamente plana, sem riscos, sem face fosca e totalmente livre de qualquer deformação obtida durante a fase de preparação. O resultado aparece na forma de um padrão de difração de Kikuchi nítido como o da Figura 1D.

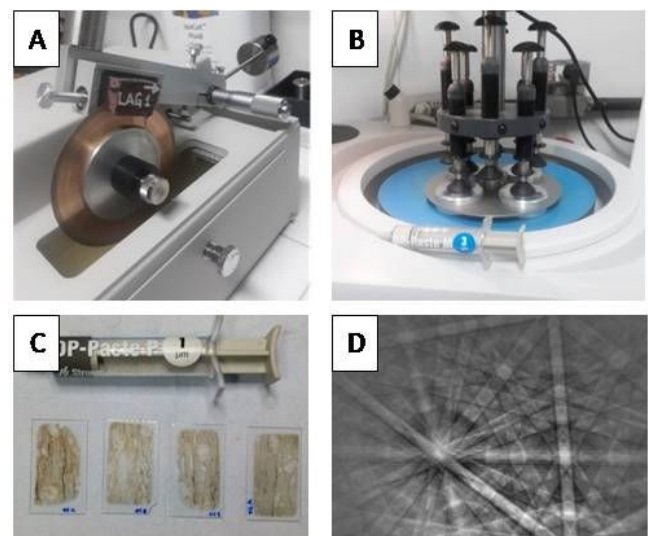


Figura 1- A) Preparação de lâmina delgada, corte realizado na isomet; B) Polimento mecânico realizado na Labopol com pano de polimento e diamante de 3 micras; C) Lâminas delgadas polidas; D) Imagem de padrões nítidos de EBSD, resultado de uma amostra com preparo adequado.

Conclusões

A sequência de preparação deve ser cuidadosamente planejada e executada², levando sempre em consideração que os insumos utilizados variam de acordo com o material a ser analisado. Uma análise correta e clara depende quase que exclusivamente de uma preparação precisa, e adequada.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPQ pelo financiamento através do projeto 305257/1714-5.

REFERÊNCIAS

¹L. Koll, et al. Journal of Microscopy, 243 (1711), pp. 176-219.

²Buehler® SumMet™ – The Sum Of Our Experience – A Guide to Materials Preparation & Analysis, 1707.

EVOLUÇÃO MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DE CARBONATOS DE ROCHAS DOLOMITIZADAS NA MINA RIO BONITO - PR E SUA INFLUÊNCIA NA GERAÇÃO DE ESPAÇO POROSO

Duarte, J.P.¹; Ferreira M.M.M.¹; Pinto-Coelho, C.V.¹; Lagoeiro, L.E.¹; Roemers-Oliveira, E.²

¹ Universidade Federal do Paraná (UFPR)

² Petrobras – Petróleo Brasileiro S.A.

Introdução

A Mina Rio Bonito (MRB), localizada no município de Campo Largo/PR, é composta por predominantemente por mármore e brechas carbonáticas. A área de estudo passou por um processo de dolomitização multifásica, desenvolvendo diversos tipos texturais de dolomita que ocorrem preenchendo fraturas e espaços vazios ou substituindo a matriz. Observam-se mudanças do espaço poroso em cada um dos tipos texturais descritos, diante disso o presente trabalho tem como objetivo terminar de que maneira a dolomitização atuou na geração/destruição do espaço poroso nos diferentes tipos texturais de dolomita.

Experimental

A difração de elétrons retroespalhados (EBSD) é aplicada conjuntamente com a espectroscopia de dispersão de energia de raios X. As lamina delgadas passaram por ultrapolimento, necessário para análises no Microscópio eletrônico de Varredura associado a ferramenta *Electron Backscatter Diffraction* (sistema MEV-EBSD) e no software QEMSCAN® (*Quantitative Evaluation of Minerals by Scanning Electron Microscopy*). Essa etapa foi feita com o uso de panos de polimento e sílica coloidal com granulometria de 17µm. As áreas selecionadas para análises são partes representativas dos veios e clastos de brecha.

Resultados e Discussão

Por meio de dados obtidos em microscopia óptica, DRX e microsonda eletrônica foram definidos, nessas brechas, três tipos texturais de dolomita Ds nos clastos e três no preenchimento (Dp); esse material de preenchimento varia entre micrítico, microesparítico e esparítico, podendo formar vênulas e veios ou preencher cavidades, sendo comum, nesse caso, a presença de dolomita em sela. Nas análises de EBSD observa-se considerável aumento da porcentagem de dolomita nas porções dos veios Dp3 (dolomita de preenchimento) em relação aos clastos Ds2 (dolomita de substituição). Nas porções brechadas há formação de cavidades, enquanto no clasto, onde há predomínio de calcita, a porosidade é essencialmente intergranular. Isso mostra o aumento da porosidade nas brechas em relação a rocha encaixante, indicando assim a geração de porosidade secundária durante a cristalização da Dp3. Com o

auxílio do mapa de orientação cristalográfica e da figura de polo é possível ver que a Dp3 teve crescimento orientado de acordo com $\langle 0001 \rangle$. mostra o aumento da porosidade nas brechas em relação a rocha encaixante, indicando assim a geração de porosidade secundária durante a cristalização da Dp3. Com o auxílio do mapa de orientação cristalográfica e da figura de polo é possível ver que a Dp3 teve crescimento orientado de acordo com $\langle 0001 \rangle$.

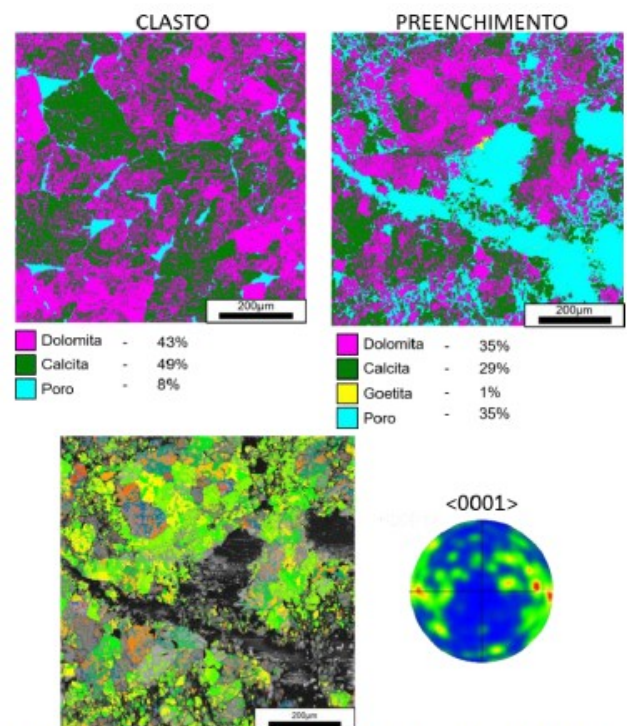


Figura 1. Mapa de fases de brecha dolomítica, evidenciando a textura de Dp3 (dolomita de preenchimento) correlacionado com mapa de fases de brecha dolomítica, com a relação entre a Dp3 e a Ds2 (em verde). Notar a relação de uma maior geração de porosidade nas dolomitas de preenchimento do que nas dolomitas de substituição dos clastos. No mapa de orientação cristalográfica, tem-se o crescimento orientado das dolomitas Dp3 de acordo com o eixo-C $\langle 0001 \rangle$.

Agradecimentos

Agradecimentos a Petrobras pelo financiamento do projeto, a Companhia de Cimentos Itambé, pela liberação das visitas à Mina Rio Bonito e pelo apoio durante os trabalhos de campo.

REFERÊNCIAS

¹Pinto-Coelho C.V; et al.. *Bol. Geociências da PETROBRAS* 1708a, 16, 103–117.

ESTUDO MICROESTRUTURAL DAS ROCHAS MILONÍTICAS DO ARQUIPÉLAGO SÃO PEDRO E SÃO PAULO

Ferreira, M.M.M.¹; Lagoeiro, L.E. 1; Silveira, C.S.¹

¹Programa de Pós-graduação em Geologia da UFPR

Introdução

Em contraste com as demais ilhas oceânicas brasileiras, o Arquipélago São Pedro São Paulo (ASPP) é composto por rochas peridotíticas milonitizadas. Através do estudo de cristais de olivina, este trabalho visa compreender melhor os mecanismos de deformação envolvidos durante a deformação dessas rochas.

O estudo da deformação em agregados de olivina foi bem desenvolvido ao longo das últimas duas décadas, graças ao aperfeiçoamento e desenvolvimentos de novas tecnologias^[1], sobretudo o MEV-EBSD (Microscopia eletrônica de varredura - Electron Backscatter Diffraction). Esse é o principal meio para o conhecimento sobre o manto litosférico, tendo em vista que esse mineral constitui cerca de 60% da composição do mesmo^[2].

Experimental

O corte das amostras foi feito no plano XZ (de acordo com o eposide de deformação). Foram preparadas lâminas delgadas, onde o polimento das mesmas foi feito com o uso de tecidos de polimento e pastas de diamante, de 1 μm e de 0.25 μm . As amostras passaram por polimento mecânico-químico com sílica coloidal de granulometria igual a 17nm.

Foram feitas descrições petrográficas para a identificação das fases minerais, microestruturas e seleção de áreas a serem analisadas no EBSD. O Processamento dos dados obtidos no EBSD foi feito utilizando o software Channel 5. Para a quantificação numérica da deformação das rochas, foram utilizados o M-index e BA-index.

Resultados e Discussão

As amostras caracterizam-se como ultramilonitos devido a granulação extremamente fina da matriz, composta principalmente por olivina (forsterita) ortopiroxênio (enstatita) e espinélio. Os porfiroclastos apresentam a mesma composição mineralógica da matriz e, como principais microestruturas, apresentam extinção ondulante, cauda de recristalização e estrutura manto-núcleo, sugerindo da recristalização por rotação de subgrão.

As figuras de polo da amostra IBE_42_2 (Figura 1A), constituída completamente por forsterita, com tamanho de grão variando entre 5 μm e 50 μm , mostram a direção a[100] paralela ao eixo X enquanto b[010] e c[001] formam guirlandas normais ao plano da foliação. O BA-index=0.80, confirma o padrão de olivina Tipo-D, característico de deformação em condições de alta pressão e baixa quantidade de

água^[3]. As figuras de polo da amostra INE_72_2 (Figura 1B), que contém enstatita como fase secundária e tamanho máximo de grão de 17 μm , mostram a direção a[100] subparalelo ao eixo X e a direção b[010] normal ao plano da foliação, configurando olivina Tipo-A.

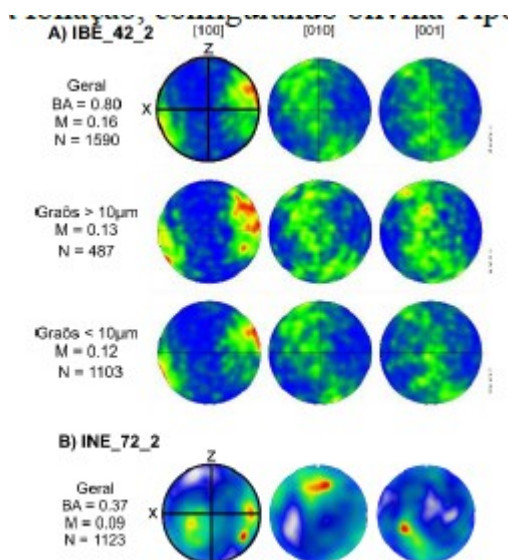


Figura 1 - Figuras de polo de área equivalente e hemisfério inferior, plotadas a um ponto por grão das amostras (A) IBE_42_2 e (B) INE_72_2.

Conclusões

O padrão de guirlanda (olivina Tipo-D) indica que o principal mecanismo responsável pela formação da CPO da forsterita dos milonitos do ASPP seja o DisGBS (*Dislocation creep + Grain Boundary Sliding*), sob condições alta pressão e pouca água. Com variações para olivina Tipo-A quando há presença de fase secundária (piroxênio).

O tamanho de grão médio visto na amostra INE_72_2, indica o controle da enstatita sobre o tamanho de grão da olivina^[3].

O padrão de CPO mostrado pelas olivinas do ASPP foi documentado por em outros peridotitos de cadeia meso oceânica^[4], o que sugere que a olivina do Tipo-D é característica, nesses tipos de ambientes tectônicos^[2].

REFERÊNCIAS

- ¹Karato, S.; et al. Annual Review of Earth and Planetary Sciences, 36:59–95. 1708.
- ²Michibayashi, K.; et al. Earth and Planetary Science Letters, 443:70–80. 1716.
- ³Warren, J. M.; Earth and Planetary Science Letters, 248:438–450. 1706.
- ⁴Harigane, Y.; Earth and Planetary Science Letters, 302:194–172. 1711b.

TRANSFORMAÇÕES TOPOTAXIAIS ENTRE ÓXIDOS E OXI-HIDRÓXIDOS DE FERRO EM FORMAÇÕES FERRÍFERAS

Camargo, M. H. T.^{1*}; Lagoeiro, L. E.¹; Barbosa, P. F.²; Cavallari, M. L.¹; Ribeiro, B. E.¹; Bragança, M. D. G. P.¹; Portella, K. F.¹

¹Universidade Federal do Paraná ² Universidade Nacional de Brasília * e-mail: muriloht.mc@gmail.com

Introdução

A Goethita (α -FeOOH), junto da Hematita (Fe_2O_3) e Magnetita (Fe_3O_4) são os principais constituintes do minério de ferro. O objetivo deste estudo foi analisar as semelhanças cristalográficas entre estes óxidos e hidróxidos, indicando transformações topotaxiais entre eles.

Magnetita e Hematita já apresentam relações topotaxiais conhecidas entre si, porém, tratando-se da Goethita, essas semelhanças não são totalmente esclarecidas. Buscando o melhor entendimento dessas relações, foram coletadas amostras naturais de formações ferríferas da mina de Timbopeba, no Quadrilátero Ferrífero (MG). Para explorar as relações cristalográficas, foi utilizada a técnica de *Electron Backscatter Diffraction (EBSD)*.

Experimental

Para análise ao EBSD foram geradas seções polidas e seções delgadas. O corte das seções foi feito com serras diamantadas e o polimento foi realizado com pastas diamantadas de 9 e então 6; 3; 1; 0,25 até 0,1 μm , respectivamente. Por fim, foi feito polimento com sílica coloidal (17nm) por 2h e as amostras foram analisadas no EBSD da Oxford/HKL, acoplado em um Microscópio Eletrônico de Emissão e Scan TESCAN MIRA 3.

Os dados foram processados no software Channel 5 e, para sistema de referência da amostra, a direção Z foi adotada como perpendicular ao bandamento da formação ferrífera. O eixo X é paralelo à direção de alongação mineral e, por fim, a direção Y é normal ao plano XZ. Todas as análises foram feitas ao longo dos planos XZ.

Resultados e Discussão

A partir das análises feitas com a técnica de EBSD, foram gerados figuras de pólos inversas, diagramas de misorientation e mapas de fases e orientações cristalográficas. Estes, mostraram consistentes padrões cristalográficos, principalmente entre o plano octaédrico da Magnetita $\{111\}$ e os planos basais da Hematita $\{0001\}$ e da Goethita $\{001\}$.

Picos na distribuição de ângulos de misorientation próximos a 60° mostram relações de maclação entre as fases minerais. Além disso, foram caracterizadas dois tipos principais de Goethita: a primeira é associada às

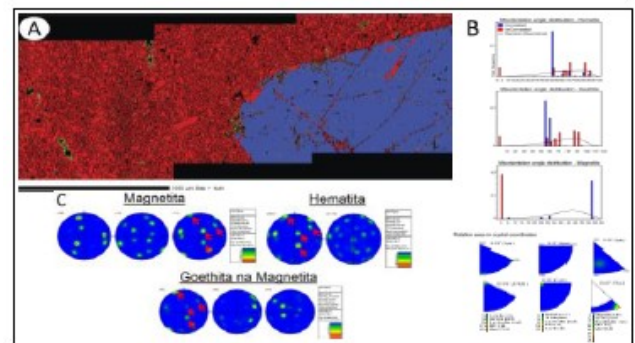


Figura 1. Legenda da Figura - A-Mapa de fases minerais. B-Diagramas de misorientation. C-Figuras de pólos inversos com destaque para as coincidências cristalográficas.

transformações topotaxiais, ocorrendo próxima aos porfiroblastos de magnetita; enquanto uma segunda, menos orientada, ocorre afastada dos porfiroblastos, possivelmente associada a processos de dissolução e precipitação.

Conclusões

Pela primeira vez foi mostrada a relação topotaxial entre a Goethita e os demais óxidos de ferro, utilizando a técnica de EBSD. Essa transformação ocorre sem grandes modificações na estrutura cristalina, assim, alguns planos cristalográficos se mantêm paralelos. Estas similaridades explicam o comportamento destas fases minerais a temperaturas relativamente baixas, como fases metamórficas (fácies xisto verde).

Agradecimentos

Agradeço principalmente à Universidade Federal do Paraná (UFPR) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

REFERÊNCIAS

- Ferreira, F., Lagoeiro, L., Morales, L. F., de Oliveira, C. G., Barbosa, P., Ávila, C., & Cavalcante, G. C. 1716. Texture development during progressive deformation of hematite aggregates: Constraints from VPSC models and naturally deformed iron oxides from Minas Gerais, Brazil. *Journal of Structural Geology*, 90, 111-127.
- Lagoeiro, L. E. 1998. Transformation of magnetite to hematite and its influence on the dissolution of iron oxide minerals. *Journal of Metamorphic Geology*, 16(3), 415-423.

EBSO QUARTZ GRAIN SIZE PIEZOMETER APPLIED TO THE EVALUATION OF DEFORMED CONGLOMERATE PETROFABRICS: PRELIMINARY RESULTS

Jaensch, S. E.¹, Lagoeiro, L. E.¹, Fossen, H.^{1,2}, Cavalcante, G. C. G.¹

¹Programa de Pós-Graduação em Geologia, Departamento de Geologia, Universidade Federal do Paraná

²Museum of Natural History/Department of Earth Science, University of Bergen, Bergen, Norway

Introduction

The quartz grain size have been described as a piezometer based mainly on optical microscopy data¹ and later calibrated to Electron Backscattered Diffraction (EBSD) measurements² based on observations of experimentally deformed rocks. The comparison of differential stress (σ_D) values given by the later method with microstructural descriptions of deformed quartzite conglomerates³ was done in this work.

The studied rocks are from the Scandinavian Caledonides in south-western Norway. The deformation that affected these rocks generated three different strain geometries during the same deformation event under greenschist facies conditions⁴. A comparison between stress data and microstructures previously described³ seeks to enlighten the comprehension of the regional tectonic history and base further discussion of the correlation between petrofabrics and strain geometries.

Experimental details

Six thin sections were made from the three analysed samples and polished according to the following abrasives and polishing times: 1 μm and 0.25 μm diamond paste for 17 minutes each, 0.05 μm alumina solution for 1 hour and colloidal silica solution for 1 hour. The polishing procedure was carried out on the Labopol-30/LaboForce-Mi polishing system (Struers) for all the abrasives with exception for the last solution which was applied with the Minimet™ polisher (Buehler). EBSD data was acquired on the Mira3 LM field emission gun scanning electron microscope (Tescan) with a voltage of 17 kV and a step size of 2 μm .

Grain boundaries were defined with a critical misorientation of 10° . The characterization of recrystallized grains was done based on the grain orientation spread⁶ and the differential stress was calculated based on the recrystallized mean grain size².

Results and Discussion

The mean grain size of recrystallized grains within the analysed samples varies from 8.82 μm to 12.2 μm . These recrystallized grain size values indicate differential stresses between 151.48 MPa and 186.22 MPa (Figure 1). When compared with the temperature expected for its metamorphic facies, these values indicate that the quartz deformation occurs at the limit between dislocation glide and dislocation creep⁷.

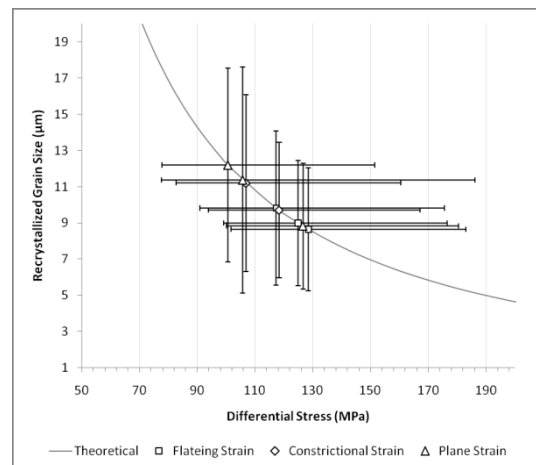


Figure 1 – Plot of recrystallized grain size versus differential stress for the analysed samples.

Data indicate that the variation in strain geometry and rock domain (matrix versus clast) does not have a strong influence on the σ_D values. Comparison with stress values calculated with the slip systems described in other works^{5,6} for the same samples also does not show any such correlation. High stress within the sample space does not directly correlate to slip systems that require a higher critical resolved shear stress.

Conclusions

The results indicate an absence of a partitioning of differential stress related to the variation of strain geometry in the studied area and the lack of correlation between different slip systems and variance of stress. This reaffirms that the different strain geometries were generated by the same deformation history due to the relative low range of stresses observed.

Acknowledgments

We thank the Laboratório de Análise Mineral e Rochas – LAMIR for the sample preparation and the LACTEC Institute for the EBSD analysis. Sérgio E. Jaensch acknowledges the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES for the scholarship

REFERENCES

- Stipp, M.; Tullis, M. *Geophys. Res. Lett.* 1703 30(21), 1788
- Cross, A. J.; et al. *Gephys. Res. Lett.* 1717 44, 1-8
- Jaensch, S. E.; et al. *Anais 49th Cong. Bras. Geol.* 1718, 1731
- Holst, T. B.; Fossen, H. *J. Struct. Geol.* 1987 9(8), 915-924
- Shigematsu, N. D.; et al. *J. Microsc.* 1706 224(3), 306-321
- Wright, A. J.; et al. *Microsc. Microanal.* 1711, 316-329
- Rutter, E. *Phil. Trans. Roy. Soc.* 1976 A283, 173-219

ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE AÇOS AVANÇADOS DE ALTA RESISTÊNCIA AHSS -DP CONFORMADOS AO LIMITE DE ESTRICÇÃO POR MEIO DE EBSD E DIFRAÇÃO DE RAIOS X

Thiago Gomes da Silva^{1,2}, Fernando do Rosario¹, Raul Farias Batista¹, Mariane Sampaio¹, Bruno Endo^{2,3}, Leonardo Lagoeiro⁴, Rodrigo Paludo², Ravilson Antônio Chemim Filho¹.

¹ Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Paraná.

² Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento – Lactec.

³ Departamento de Engenharia Civil da Universidade Federal do Paraná.

⁴ Departamento de Geologia da Universidade Federal do Paraná.

Introdução

A indústria automotiva tem buscado constantemente novos materiais para suprir a sua demanda por melhoria na segurança veicular, maior desempenho, redução na emissão de poluentes e melhoria no design, buscando sempre baixos custos de produção. Sendo o processo de estampagem responsável pela maior parte dos componentes que integram a carroceria do veículo, estudos para a evolução deste processo de fabricação tornam-se fundamentais para o cumprimento dos objetivos almejados. Nesse sentido, uma importante linha de desenvolvimento concentra-se principalmente na melhoria das chapas metálicas utilizadas. Um grande salto nesse processo evolutivo ocorreu no final dos anos 90 com o surgimento dos aços avançados de alta resistência (AHSS), segundo Keeler & Menachem¹.

Utilizando elementos de liga e um processo de fabricação controlado, tornou-se possível a obtenção de materiais que associam elevada resistência mecânica e boa conformabilidade, em aços que apresentam diferentes fases em sua microestrutura e fases que sofrem transformações durante o processo de conformação. Entre os AHSS, encontram-se os aços Dual Phase (DP). Com este objetivo, diversos métodos de ensaio são empregados para análise da conformabilidade das chapas metálicas, como os ensaios propostos por Marciniak *et al.*² e Nakazima *et al.*³, os mesmos padronizados pela norma ISO 11704-2 [4]. A maioria dos métodos, porém, prevê ensaios até a ruptura do material, o que implica em deformações além de um limite prático de estampagem. O sucesso de um processo de conformação concentra-se em produzir peças por deformação plástica sem ultrapassar esse limite, ou seja, não permite que o aço entre em estricção. Desta forma, o limite real de trabalho de uma chapa metálica corresponde a máxima deformação suportada pelo material até o instante em passa a sofrer estricção, aqui definido como “limite de estricção”. Por isso muitos autores buscam definir esse limite de estricção, principalmente para os aços AHSS. Métodos já mencionados, como os de Nakazima *et al.*² e Marciniak *et al.*³, avaliam os materiais através das curvas limite de conformação (CLC).

Experimental

Três amostras de chapas de aço dual phase 600 foram previamente gravadas por uma malha de círculos e submetidas ao ensaio Nakazima até as porcentagens de 94, 95 e 96% do valor limite de estricção do material usando punção semi-esférico. Após a conformação do material, as amostras das chapas foram seccionadas e imbutidas em resina para os ensaios de EBSD (Electron Backscattering Diffraction) e difração de raios X.

Resultados e Discussão

Do ensaio Nakazima foi possível extrair as curvas limite de conformação das chapas. Comparando isto com estudos prévios referentes a ensaios de tração do metal DP 600, notou-se que em 95% do limite de estricção do material já é possível observar claramente a formação de um “dimple” sobre a chapa. Este “dimple” já torna a chapa muito mais fina e a tensão aplicada até a sua formação é um limite de segurança natural do aço.

Com base nas medidas de EBSD e difração de raios X é possível mapear as orientações preferenciais da chapa na parte deformada com relação a parte não deformada. Também foi possível observar os alongamentos dos grãos cristalinos da chapa conformadas e diferenças entre os componentes de austenita e ferrita do metal.

Conclusões

A microestrutura dos aços DP 600 conformados podem agregar com o estudo visual do ensaio de Nakazima e se tornar um critério a mais para uma normatização dos limites de estampagem

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CEM e LACTEC pelo uso dos equipamentos de EBSD e ao LORXI pelo uso do difratômetro de raios X.

REFERÊNCIAS

¹Keeler, S., & Menachem, K. (1714). Acesso em 1718, disponível em Worldautosteel: www.worldautosteel.org.

²Marciniak Z, Kuczynski K. Int J Mech Sci 1967.

³Nakazima K, Kikuma T, Hasuka K. Study on the formability of steel sheets. Yawata Tech Rep 1968.

⁴ISO/DIS 11704-2:1708.

LOW GRADE METAMORPHISM AND DEFORMATION IN THE SOLE THRUST OF ROCAS VERDES OPHIOLITES: SENO OTWAY AND SENO SKYRING REGION, SOUTHERN PATAGONIA (52-54°S)

Veleda Astarte Paiva Mulle¹, Gustavo Marangon¹, Leonardo Fadel Cury¹, Mauricio Calderón²

¹ Laboratório de Análise de Minerais e Rochas, Departamento de Geologia da Universidade Federal do Paraná, Curitiba.

² Carrera de Geología, Facultad de Ingeniería, Universidad Andrés Bello, Santiago.

Introduction

In the proto-Pacific convergent margin of Southern Patagonia, marginal to backarc basins with seafloor spreading developed between rifted and drifted continental fragments, at Jurassic to Early Cretaceous times, during the early break-up of Southern Gondwana (1, 2). At Mid-Cretaceous with the initiation of the Andean Orogeny, these basins started to close, causing emplacement of ophiolites and formation of fold and thrust belts, by accretionary and/or collisional events (3, 4).

At Seno Otway and Seno Skyring region, the Rocas Verdes Basin (RVB) is constituted predominantly by metatuffs and rhyolites of Tobífera Fm., pillow and massive basalts of Sarmiento Ophiolitic Complex, slates of Zapata Fm., and schists of the basement, imbricated by eastwards thrusts (3, 4). Determine the emplacement mechanisms of the ophiolites, as well as the metamorphic conditions of sole thrust formation are the main goal of this work, trying to explain an accretionary nature of the paleosubduction zone formed during the closure of RVB.

Experimental

Structural and lithologic data were acquired during a field trip in October/17, seventy rock samples were collected, which twelve of them are oriented. Sixty four thin sections were described in a transmitted light optical microscope, model Axio Imager A2m, from the Laboratory of Minerals and Rock Analysis (LAMIR), of the Federal University of Paraná (UFPR), and eight rock samples were analysed in the scanning electron microscope (SEM) model JEOL 6010LA, coupled with energy dispersive spectroscopy (EDS), in LAMIR, UFPR. The samples were coated with gold and the SEM operated with 17 kV of tension and amperage of 0,85 μ A. The live-time EDS operation was 30 seconds by spot.

Results and Discussion

The petrographic analysis in the metatuffs reveals the transition from brittle to plastic deformation mechanisms, by protomylonitic structures with porphyroclasts of stretched quartz and ruptured feldspar, cleavage domains are defined by fine phengite and chlorite. In metabasaltic rocks actinolite and titanite crystals are sheared, and folded cleavage domains are defined by chlorite and

carbonate. In the slates, a slate cleavage is defined by white mica and chlorite.

The SEM+EDS analysis were used to distinguish and characterize the occurrence of metamorphic phases as the zoisite, phengite and chlorite in the metatuffs (figure 1); the titanite, albite, epidote, actinolite and chlorite in the metabasalts, and plagioclase and pyrite in the slates. EDS analysis reveals accessory phases as apatite, Ti-magnetite and ilmenite in rhyolites, and some phases with high contents of Nb and Y. High contents of Ti and Mg were found in the metabasalts.

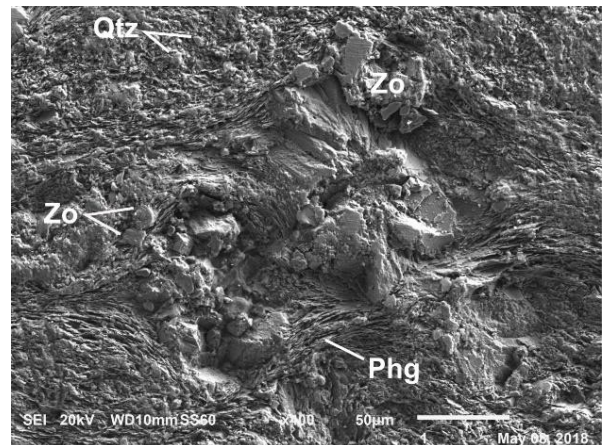


Figure 1: SEM image of Tobífera Fm. metatuff, crystals of zoisite, phengite, quartz and chlorite are indicated.

Conclusions

Protomylonitic features and metamorphic paragenesis, supported by the SEM+EDS, indicate lower greenschist facies for the units in the sole thrust of the ophiolites, temperatures are near 300 to 400°C, and pressures can range from 2 to 8 kbar, in upper to intermediate levels of crustal deformation.

Acknowledgements

We are grateful to LAMIR team and laboratory technician Leandro Keiji Ozahata. This study was funded by Fondecyt research project n° 1161818 and Petrobras/LAMIR/FUNPAR Microbial Project.

REFERENCES

- ¹Dalziel I.W.D. R. Soc. of London Philosophical T. A. 1981 300, 319–335.
- ²Stern C.R., De Wit M. Geol. Soc. London, Special Pub. 1703 218, 665–683.
- ³Calderón M., et al. Tectonoph. 1712 524–525, 165–185.
- ⁴Fosdick J., et al. Geol. Soc. of Am. Bul. 1711 123, 1679–1698.

APLICAÇÃO DE MEV-EDS NA GEOARQUEOLOGIA

Victor Amir Cardoso Dorneles^{1,2}, Claudia Inês Parellada²

¹Universidade Federal do Paraná

²Setor de Arqueologia do Museu Paranaense

Introdução

O reconhecimento da influência de microrganismos nos processos geológicos permitiu caracterizar feições estruturais de rochas siliciclásticas originadas pela ação microbiana, denominadas de estruturas sedimentares microbianas induzidas – MISS (Noffke et al., 1701).

Tal classificação tafonômica configura uma potencial contribuição no estudo paleoambiental de sucessões sedimentares terrígenas, além de estudos paleontológicos e geomicrobiológicos. Os chamados biofilmes e as esteiras microbianas são os tipos mais comuns de MISS, entretanto, é recorrente a ocorrência de formas peculiares dependendo do substrato e ambiente no qual se desenvolveram. Algumas formas de MISS apresentam a superfície assemelhada a gravuras rupestres documentadas em sítios arqueológicos (Parellada, 1708), podendo assim serem confundidas.

Experimental

O estudo objetiva caracterizar as MISS encontradas em rochas heterolíticas da Formação Teresina, no topo do Salto São João (25°04'30"S e 50°59'59"W), localizado no município de Prudentópolis (PR), possibilitando diferenciá-las de gravuras arqueológicas.

As amostras coletadas, após preparação por seccionamento vertical e lavagem, foram descritas macroscopicamente e com auxílio de estereomicroscopia, e analisadas por Microscopia Eletrônica de Varredura com Espectroscopia por Energia Dispersiva (MEV-EDS).

Resultados e Discussão

A descrição por estereomicroscopia mostrou uma textura esponjosa com alta porosidade no topo das amostras, nas porções castanho claro, além de apresentarem um arcabouço com laminações levemente onduladas, milimétricas e contínuas bem marcadas, podendo caracterizá-las como esteiras microbianas. Esta estruturação corresponde àquelas semelhantes encontradas, recorrentemente, na literatura. A base das amostras apresenta uma coloração cinza escura, localmente oxidada e com a preservação da laminação incipiente. Formas concêntricas e espirais interrompem as laminações de forma perpendicular, que vistas, em planta, aparentam gravuras artificiais.

A análise de MEV revelou a presença de microrganismos, comumente filamentosos, na estrutura das amostras, propiciando a precipitação de cristais micrométricos ao redor do corpo do microrganismo, o que pode indicar a bioindução da precipitação desses minerais (Figura 1). Também é

recorrente a presença de substância polimérica extracelular (EPS), servindo como aglutinador de sedimentos. Tais organismos podem ter influenciado o desenvolvimento das formas concêntricas e espiraladas encontradas nas MISS.

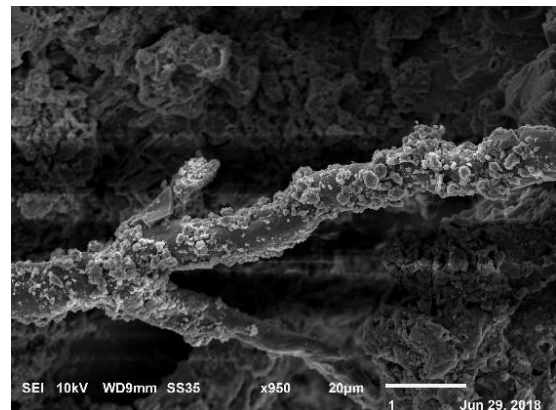


Figura 1. Microrganismo filamentoso presente nos poros da amostra, mostrando a bioindução da precipitação mineral ao redor de seu corpo.

Os gráficos de EDS revelaram que as porções mais escuras das rochas apontam altos teores de ferro e titânio, podendo estar relacionados a oxidação das amostras. Nessas porções com oxidação são onde mais ocorrem os microrganismos e o EPS em detrimento das porções mais porosas, compostas essencialmente por sedimentos siliciclásticos. As formas concêntricas e espiraladas podem ter sido formadas como pontos de fraqueza devido a presença da microbiota, ou então planos de fraturas sindeposicionais serviram como locais para o estabelecimento microbiano.

Conclusões

A presença de microrganismos filamentosos induzindo a precipitação de minerais nas amostras e a estruturação laminada evidenciam se tratar de estruturas microbianas induzidas.

As representações simbólicas de populações pré-coloniais, onde muitos elementos míticos apareciam como círculos concêntricos e espirais, foram, em épocas posteriores, reproduzidas artificialmente como gravuras com formas semelhantes às MISS, em diferentes suportes rochosos em áreas próximas.

REFERÊNCIAS

- Noffke, N., Gerdes, G., Klemke, T., Krumbein, W. E. 1701. Microbially induced sedimentary structures: a new category within the classification of primary sedimentary structures. *Journal of Sedimentary Research*. 71 (5): 649-656.
- Parellada, C.I. 1708. Revisão dos sítios arqueológicos com mais de seis mil anos BP no Paraná: discussões geoarqueológicas. *Fundamentos* 7: 117-135.

ASPECTOS MORFOLÓGICOS E GEOQUÍMICOS DE CRISTAIS HOPPER POR MEV, MICRO-CT E FRX

Victor Amir Cardoso Dorneles^{1,2}, Thiago Gomes da Silva³, Anelize Manuela Bahniuk Rumbelsperger^{1,2}

¹ Universidade Federal do Paraná,

² Laboratório de Análise de Minerais e Rochas (LAMIR),

³ Lactec: Instituto de Tecnologia para o Desenvolvimento

Introdução

O mineral halita (NaCl) é encontrado em salinas, corpos de água salgada nos quais a taxa de evaporação é maior do que a taxa de precipitação, formando depósitos evaporíticos. Estima-se que para a precipitação do cloreto de sódio a saturação das salinas deve ser da ordem de 34 g/L. A formação das pirâmides de halita se dá na interface água-ar e são conhecidas por halitas do tipo hooper. São formados em áreas sem a influência de vento, e a tensão superficial faz com que permaneçam boiando até assumirem um peso que os faça descer até o fundo da salina. As pirâmides hooper podem reter sedimentos e matéria orgânica encontrados no meio, configurando uma forma de caracterizar o ambiente evaporítico.

Experimental

Neste trabalho foram sintetizadas em laboratório halitas tipo hooper, com controle de temperatura, pH e salinidade, em um reservatório rico em íons de Ca e Mg. A morfologia da estrutura hooper foi observada via Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e sua estrutura interna foi visualizada por Microtomografia Computadorizada (Micro-CT). A identificação de possíveis íons de elementos químicos retidos na estrutura foi avaliada por Fluorescência de Raios X (FRX). As propriedades das pirâmides de sal crescidas em ambiente controlado foram comparadas com as de cristais hooper provenientes de salinas naturais.

Resultados e Discussão

Dados da literatura referentes à uma lagoa hipersalina natural, Lagoa Salgada (RJ), mostram os seguintes parâmetros físico-químicos médios para a formação de depósitos de halita: pH: 8,7; temperatura: 28-31° C; e salinidade: 64,7 g/L. Análises físico-químicas da água do reservatório simulado em laboratório mostram os parâmetros médios de pH: 8,3; temperatura: 29-31° C; e salinidade: 111,6 g/L. Nessas condições a formação das estruturas hooper ocorreu em aproximadamente três dias.

A análise de Micro-CT mostrou que os cristais hooper não são maciços, mas uma das faces apresentam uma depressão central, provavelmente gerada pelo processo de formação do cristal. No topo da estrutura ocorre uma possível semente cristalina, em formato de cubo, que devido a tensão superficial serviria de base para a formação da pirâmide. Alguns cristais coletados no fundo do reservatório apresentam um sobre crescimento cúbico ao redor da pirâmide, evidenciando que após a queda da pirâmide, o crescimento mineral continua.

O espectro de FRX apontou a seguinte

composição química para os cristais hooper sintetizados: Cl 56,5%; Na₂O 40,7%; SO₃ 0,9%; CaO 0,7%; e MgO 0,7%. A presença de tapetes microbianos no reservatório simulado pode explicar o acúmulo de SO₃, CaO e MgO na estrutura do sal.

A análise de MEV revelou a formação de possíveis cristais de carbonato de cálcio em escala elementar, associados aos cristais hooper (Figura 1). É provável que os elementos retidos na estrutura da halita sejam provenientes do processo de dopagem química, ou seja, a adição de impurezas químicas em um cristal estável, sendo o teor dessa impureza incapaz de interferir na estabilidade do cristal.

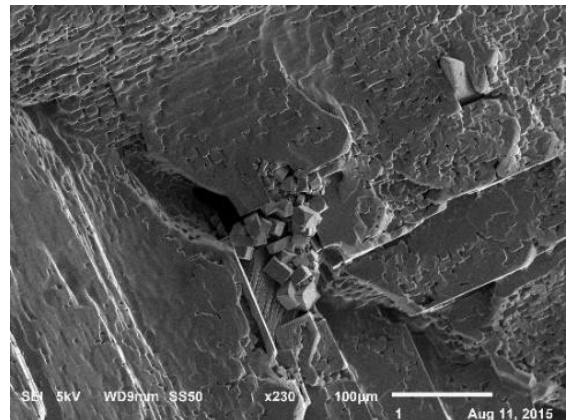


Figura 1. Cristal hooper de halita em MEV, com a presença de cristais elementares associados.

Conclusões

Observou-se que para uma condição de hipersalinidade do reservatório e temperatura média de 30°C, a formação dos cristais hooper ocorre em até três dias. A formação dos cristais inicia-se pela criação de sementes cúbicas que evoluem para as pirâmides. Após a formação destas, não há degradação no ambiente evaporítico, mas ao descerem para o fundo do reservatório, o crescimento mineral continua. A presença de Ca e Mg retidos na estrutura, comprovam o aprisionamento de íons e a formação de possíveis cristais de carbonato de cálcio em escala elementar.

REFERÊNCIAS

- ¹Silva, .A.M.; Santos, C.L. Halitas das Salinas de Cabo Frio: Reconhecimento das Morfologias como Subsídio para o Entendimento de Halitas Pretéritas. Bol. Geoci. Petrobras, Rio de Janeiro, 11(1/2):74-83, jan./dez. 1997.
- ²Melvin, J.L. Evaporites, Petroleum and Mineral Resources. Developments In Sedimentology 50. Elsevier Science Publishers B.V. Sara Burgerhartstraat, 25 P.O. Box 2, Amsterdam, The Netherlands, 1991.

ÍNDICE REMISSIVO POR AUTOR

| | | | |
|---------------------|----------------------------|-------------------|-------------|
| ABATE, G. | 56 | CORBELLINI, J.R. | 24 |
| ADÃO, K.E.M. | 88 | CORDOBA, L.P. | 79 |
| AFONSO, F.P.S. | 98 | CORRÊA, D.O. | 20 |
| AGUSTINI, D. | 41 | COSTA, J.J. | 98 |
| AKCELRUD, L.C. | 47, 51, 64 | CRUZ, A.F. | 16 |
| ALMEIDA, A.R. | 10, 66, 67, 69, 72 | CURI, W.E. | 66 |
| ALMEIDA, C.A.P. | 46 | CURY, L.F. | 104 |
| ALMEIDA, L.M. | 26, 32 | DAMASCENO, C. | 58 |
| AMANO, E. | 24 | DEUS, J.F. | 49, 55 |
| AMARAL, S.C. | 39 | DIAS, I. | 39 |
| ANDRADE, J.B. | 53 | DISARÓ, S.T. | 52 |
| ARMAS, R.D. | 73 | DISSENHA, J.G. | 52 |
| AUTOÉ, R.T. | 95 | DONATTI, L. | 30, 31 |
| AVILA, S. | 82 | DORNELES, V.A.C. | 105, 106 |
| BARBI, R.C.T. | 82 | DUARTE, J.P. | 99 |
| BARBIERI, S.F. | 39 | DUARTE, M.E. | 20, 23 |
| BARBOSA, P.F. | 95, 101 | DUCATTI, D.R.B. | 23 |
| BARRETO, P.L.M. | 10, 66, 67, 69, 72, 96, 97 | DURAND, L.T. | 80 |
| BARROS, H.R. | 16 | ENDO, B. | 104 |
| BATISTA, E.M.C.C. | 53 | FELTES, M.M.C. | 11 |
| BATISTA, L.F.A. | 56 | FERNANDES, L.F. | 29 |
| BATISTA, R.F. | 104 | FERREIRA, F.O. | 95 |
| BAZZO, G.C. | 67 | FERREIRA, M.M.M. | 95, 99, 100 |
| BERNARDI, L.S. | 91 | FERREIRA, P.C. | 36 |
| BEZZERA JR, A.G. | 64 | FIGUEIREDO, F.B. | 35 |
| BLOCK, J.M. | 11 | FLAVIANO, S.S. | 24 |
| BOBEK, V.B. | 18, 27, 92 | FLORIANO, J.B. | 49 |
| BOMBARDELLI, M.C.M. | 74 | FOGAÇA, J.M. | 25 |
| BORSALI, R. | 97 | FONTANA, A.C.B | 68 |
| BRAGANÇA, M.D.G.P. | 101 | FORGATI, M. | 31 |
| BRANCALHÃO, R.M.C. | 40 | FORNARI, M.R. | 59 |
| BUDEL, J.M. | 18, 27, 92 | FORSTNER, A.C.S. | 24 |
| CALDERÓN, M. | 104 | FOSEN, H. | 103 |
| CALDONAZO, A. | 86, 87, 90 | FRANCO, C.R.C. | 23, 39 |
| CAMARGO, M.H.T. | 101 | FREITAS, D.Z. | 10, 70, 96 |
| CAMPOS, P.A. | 60 | FREITAS, M.R. | 57 |
| CAMPOS, P.M. | 38, 92 | FRITZ, A.R.M. | 83 |
| CAPRARO, A.P.B. | 71 | GANDOLFO, B.C.G. | 10, 70, 73 |
| CARNEIRO, E. | 41 | GATTO, L.J. | 27, 92 |
| CARVALHO, C.J.B | 25 | GODINHO, J.P. | 77, 78 |
| CARVALHO, N.M. | 10 | GONÇALVES, A.G. | 23 |
| CARVALHO, S.F. | 40 | GONÇALVES, J.P. | 16 |
| CASAS, A.F. | 11 | GONÇALVES, M.M. | 88, 89 |
| CAVALCANTE, G.C.G. | 94, 95, 103 | GRASSIS, M.T. | 41 |
| CAVALLARI, M.L. | 101 | HAEMMERLE, C.A.S. | 19 |
| CHEMIN FILHO, R.A. | 104 | HAMMER, D.P. | 37 |
| CHERMAN, M.A. | 32 | HERRERIAS, T. | 31 |
| CHRISTOPHOLI, L.P. | 55 | HOFFMANN, I.K. | 22 |
| CHURATA, J.M. | 26 | HORNUNG, P.S. | 82 |
| CONTE, T. | 94, 95 | HRYNIEWICZ, B.M. | 45, 61 |
| CORAZZA, M.L. | 74 | JAENSCH, S.E. | 103 |

| | | | |
|-------------------|--|------------------------|------------------------|
| JASKI, A.C. | 44 | NORONHA, C.M. | 10, 66, 69, 72, 96, 97 |
| JUMMES, B. | 10 | NOSEDA, M.D. | 20, 23 |
| JUNKERT, A.M. | 88 | NOVAK, R.S. | 38 |
| KANDALSKI, P.K. | 30, 31 | NUNES, A.B. | 16 |
| KAVA, V.M. | 37 | NUNES, E.L.P. | 17 |
| KLIMPOVUZ, C.R. | 47, 51 | NUNES, M.R. | 72, 96 |
| LABIAK, P.H. | 22 | OLIVEIRA, C.C. | 16 |
| LAGOEIRO, L.E. | 73, 94, 95, 98, 99, 100, 101, 103, 104 | OLIVEIRA, C.F. | 18, 92 |
| LAZO, R.E.L. | 86, 87, 90, 91 | OLIVEIRA, L.M. | 28 |
| LAZZARI, A.C. | 43 | OLIVEIRA, M.M. | 47, 51 |
| LENZ, J.A. | 64 | OLIVEIRA, P.R. | 91 |
| LIMA, A.A. | 41 | OLIVEIRA, R.L.N. | 78 |
| LIMA, A.J.M. | 77 | OTSUKA, I. | 97 |
| LIMA, R.V. | 61 | PALUDO, R. | 104 |
| LORENZEN, A.L. | 63 | PARELLADA, C.I. | 105 |
| LUDWIG, T.A.V. | 21, 36, 37 | PASSOS, M.F. | 37 |
| MACEDO, A.G. | 55 | PAULA, J.F.P. | 34, 92 |
| MACHADO, C. | 30, 31 | PELIZZAR, L.P. | 34 |
| MACHADO, M.H. | 10, 66, 34, 69, 72 | PERALTA-ZAMORA, P.G. | 54 |
| MACHADO, P. | 35 | PEREIRA, L.R.G. | 25 |
| MACHADO, T.N. | 64 | PESCH-VIEIRA, K.T. | 94 |
| MACIEL, M.V.O.B. | 66, 67, 69, 72 | PIECHNIK, C.A. | 31 |
| MACIOSKI, G. | 76 | PINTAUDE, G. | 73 |
| MAIEVES, H.A. | 50 | PINTO-COELHO, C.V. | 99 |
| MALUF, D.F. | 88, 89 | POLMANN, G. | 11 |
| MANGRICH, A.S. | 53, 59 | PONTAROLO, R. | 88, 89 |
| MARAGON, G. | 104 | PORTELLA, K.F. | 101 |
| MARCONDES, T.V.B. | 88 | PRESBITERIS, R.J.B.D. | 56 |
| MARRA, R.C. | 22, 37 | PRIMO, M.F. | 77 |
| MARTINS, G. | 91 | RADAELLI, M. | 58 |
| MATHIAS, A.L. | 68 | RATUSZNEI, T.M. | 62 |
| MATOS, F.B. | 22 | RETIZLAK, A. | 70 |
| MATOS, T.T.S. | 53 | RIBANI, R.H. | 12, 13, 14, 50, 82 |
| MATTOSO, N.P. | 57, 62, 75 | RIBAS, E.R. | 52 |
| MEDEIROS, M.H.F. | 60, 71, 77, 78, 79, 82 | RIBEIRO, B.E. | 101 |
| MELO, A.P.Z. | 10, 66, 67, 72, 96 | RIBEIRO, D.H.B. | 34, 69 |
| MELO, G.L. | 80 | RIBEIRO, E. | 58 |
| MENEGHETTI, M.R. | 16 | ROCHA, R.M. | 28 |
| MIGUEL, M.D. | 27 | ROCHA, T.M.S. | 84 |
| MIGUEL, O.G. | 27, 92 | RODRIGUES, B.G. | 10, 67 |
| MILCENT, C.P.F. | 41 | RODRIGUES, P.C. | 49 |
| MIRA, P.S. | 56 | RODRIGUES-PINTO, M.A. | 81 |
| MIRANDA, L.F.R. | 84 | ROEMERS-OLIVEIRA, E. | 99 |
| MISE, K.M. | 32 | ROSA, C.G. | 72, 96 |
| MONTIN, E.F. | 86, 87, 90 | ROSARIO, F. | 104 |
| MORO, T.R. | 20 | ROSSI, T.S. | 63 |
| MUCHENSKI, F. | 75 | ROVANI, A.C. | 73 |
| MOURA, N.M.C. | 67, 96 | RUMBELSPERGER, A.M.B. | 106 |
| MULLER, V.A.P. | 104 | SAMPAIO, M. | 104 |
| MURAKAMI, F. | 86, 87, 90, 91 | SANT'ANNA-SANTOS, B.F. | 17 |
| NAKASHIMA, T. | 18 | SANTANA, B.K. | 46 |
| NEVES, J.C.K. | 7380, | SANTA-ROSA, L.C.C. | 52 |
| NOGUEIRA, M.I. | 19 | SANTORUM, M. | 33, 40 |

| | |
|-----------------------|------------------------|
| SANTOS, B. | 37 |
| SANTOS, D.C. | 33, 40 |
| SANTOS, R. | 94 |
| SANTOS, S.A. | 17 |
| SANTOS-FIDENCIO, G.C. | 23 |
| SAUL, C.K. | 88 |
| SCHNITZLER, E. | 79 |
| SCHREINER, W.H. | 64 |
| SCHULTZ, J. | 53, 59 |
| SHIMIZU, P.H. | 88 |
| SILVA, A.L.C. | 76 |
| SILVA, B.J.G. | 43 |
| SILVA, G.M. | 49 |
| SILVA, L.C. | 59 |
| SILVA, T.G. | 41, 104, 106 |
| SILVEIRA, C.S. | 94, 95, 100 |
| SILVEIRA, J.L.M. | 23, 39 |
| SOARES, D.P. | 43 |
| SOFFIATTI, P. | 17 |
| SOUZA, A.R.C. | 74 |
| SOUZA, E.J. | 48 |
| SOUZA, G.A. | 48 |
| SOUZA, M.R.D.P. | 30, 31 |
| SOUZA, R.S. | 83 |
| SOUZA, S.R.L. | 48 |
| STOFELLA, N.C.F. | 86, 87, 90 |
| TANABE, A. | 62 |
| TEIXEIRA, G.L. | 11, 12, 13, 14, 50, 82 |
| TELLES, F.Q. | 35 |
| TELLES, J.E.Q. | 35 |
| TENENBAUM, D.R. | 29 |
| TOLEDO, L.B. | 54 |
| TOSIN, F.S. | 44 |
| TREMARIN, P.I. | 21 |
| TRINDADE, E.S. | 16 |
| TURCHETTI, D.A. | 47, 51, 64 |
| TUSSET, E.A. | 21 |
| VEIGA, A. | 86, 87, 90 |
| VIDOTTI, I.C.R. | 16, 44 |
| VIDOTTI, M. | 43, 45, 59, 61, 63 |
| VIENNA, H.A. | 47, 51 |
| WASZCZYNSKYJ, N. | 79 |
| WATANABE, I. | 19 |
| WEIHERMANN, E. | 53 |
| WOISKI, T.D. | 64 |
| WOLFART, F. | 61 |
| WOSS, L. | 52 |
| ZALESKI, T. | 31 |
| ZANIN, S. | 92 |
| ZENI JR, D.M. | 84 |
| ZOREL JR, H.E. | 70 |

ÍNDICE REMISSIVO POR TÍTULO

| | |
|--|----|
| CARACTERIZAÇÃO MORFOLOGICA DE OLEOGEIS DE MILHO ESTRUTURADOS POR β -SITOSTEROL E DIFERENTES CERAS | 10 |
| EFFECT OF ENZYMATIC OIL EXTRACTION ON THE MICROSTRUCTURE OF PECAN NUT [CARYA ILLINOINENSIS (WANGENH) C. KOCH] AND CAKE | 11 |
| MICROSTRUCTURE OF CANOLA-BASED EMULSIONS STABILIZED WITH POLYOXYETHYLENE SORBITAN SURFACTANTS | 12 |
| MORPHOLOGY OF SAPUCAIA NUT (LECYTHIS PISONIS CAMBESS.) AND ITS PARTIALLY DEFATTED FLOURS CHARACTERIZED BY SCANNING ELECTRON MICROSCOPY | 13 |
| OPTICAL MICROSCOPY EVALUATION OF EMULSIONS MADE WITH CUPUASSU (THEOBROMA GRANDIFLORUM) FAT | 14 |
| GOMA ARÁBICA COMO ESTABILIZANTE DE NANOPARTÍCULAS PARA APLICAÇÃO BIOLÓGICA: CARACTERIZAÇÃO EM CONDIÇÕES DE CULTIVO CELULAR | 16 |
| COMPARATIVE LEAF MICROMORPHOLOGY OF <i>ALLAGOPTERA CAMPESTRIS</i> (MART.) KUNTZE AND <i>ALLAGOPTERA ROBUSTA</i> R.C.MARTINS & FILG. (ARECACEAE) | 17 |
| CRISTAIS DE OXALATO DE CÁLCIO EM ESPÉCIES DE BACCHARIS (ASTERACEAE) | 18 |
| A ULTRAESTRUTURA E INERVAÇÃO DOS PROGENITORES NEURONAI DA ZONA VENTRICULAR E SUBVENTRICULAR NO CÉREBRO ADULTO | 19 |
| APLICAÇÕES BIOTECNOLÓGICAS DE MICROALGAS | 20 |
| TAXONOMY AND ULTRASTRUCTURE OF DIATOMS (BACILLARIOPHYTA) WITH DESCRIPTION OF FOUR NEW SPECIES | 21 |
| THE FERN GENUS ELAPHOGLOSSUM (DRYOPTERIDACEAE) IN PARANÁ, BRAZIL: SPORE MORPHOLOGY AND ORNAMENTATION BASED ON ELECTRON MICROSCOPE STUDIES | 22 |
| CARACTERIZAÇÃO REOLÓGICA DE KAPPA-CARRAGENANA OXIDADA NA PRESENÇA E AUSÊNCIA DOS CONTRA-ÍONS K^+ E Ca^{2+} | 23 |
| A MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA EM ESTUDOS DE MORFOLOGIA VEGETAL | 24 |
| MUSCIDAE (INSECTA, DIPTERA) E MICROSCOPIA ELETRÔNICA: OS PEQUENOS DETALHES IMPORTAM, SÃO BONITOS E DESAFIADORES | 25 |
| O AUXÍLIO DA MEV PARA ELEVAÇÃO DO SUBGÊNERO SIDONIS MULSANT (COLEOPTERA: COCCINELLIDAE: CHNOODINI) A GÊNERO | 26 |
| ANÁLISE ULTRAESTRUTURAL DE SUPERFÍCIE DE PARTES AÉREAS DE MYRCIA HATSCHBACHII D. LEGRAND (MYRTACEAE) | 27 |
| ESPÍCULAS CALCÁRIAS COMO FERRAMENTA AUXILIAR PARA A DIAGNOSE DE ESPÉCIES EM ASCÍDIAS (CHORDATA, TUNICATA) | 28 |
| DIATOMÁCEAS (BACILLARIOPHYCEAE E FRAGILARIOPHYCEAE) NO PLÂNCTON DA BAÍA DO ALMIRANTADO, PENÍNSULA ANTÁRTICA | 29 |
| ALTERAÇÕES HISTOPATOLÓGICAS NA ESTRUTURA BRANQUIAL DE PEIXES ANTÁRTICOS EXPOSTOS A AGENTES ESTRESSORES | 30 |
| USO DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA NA IDENTIFICAÇÃO DE ALTERAÇÕES MORFOLÓGICAS EM ERITRÓCITOS DE PEIXES ANTÁRTICOS | 31 |
| CARACTERES DIAGNÓSTICOS DE <i>LIOPENYS</i> GUÉRIN-NENEVILLE, 1831 (COLEOPTERA: MELOLONTHIDAE) DESCOBERTOS COM AUXÍLIO DA MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA | 32 |
| DIFERENÇAS NA GLÂNDULA DA SEDA DE BOMBYX MORI (LEPIDOPTERA - BOMBYCIDAE) NO DECORRER DO DESENVOLVIMENTO LARVAL | 33 |
| CHARACTERIZATION OF <i>ARAUCARIA ANGUSTIFÓLIA</i> SEED STARCH AND ITS MORPHOLOGY | 34 |

| | |
|---|----|
| LEISHMANIOSE TEGUMENTAR AMERICANA (LTA), UMA VISÃO MICROSCÓPICA E MOLECULAR NO DIAGNÓSTICO CLÍNICO | 35 |
| EUNOTIACEAE KÜTZING (BACILLARIOPHYCEAE): MORPHOLOGICAL VARIATION OF THE RIMOPORTULA | 36 |
| BIOLOGIA MOLECULAR E TAXONOMIA NA IDENTIFICAÇÃO DE ESPÉCIES DE DIATOMÁCEAS | 37 |
| DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA COM EXTRATO AQUOSO DE ZINGIBER OFFICINALLE | 38 |
| ULTRAESTRUTURA DA POLPA E DOS POLISSACARÍDEOS DO FRUTO DE GABIROBA (CAMPOMANESIA XANTHOCARPA BERG) | 39 |
| NOVALUROM INDUZ ALTERAÇÕES HISTOLÓGICAS E ULTRAESTRUTURAS EM CÉLULAS EPITELIAIS DO INTESTINO MÉDIO DE BOMBYX MORI (LEPIDOPTERA: BOMBYCIDAE) | 40 |
| ESTUDO MORFOLÓGICO, ESTRUTURAL E DE ANÁLISES ELEMENTARES DE NÓDULOS PULPARES EM DENTES HUMANOS EXTRAÍDOS | 41 |
| EVALUATION OF EXTRACTION PHASES BASED ON POLYPYRROLE FOR DETERMINATION OF ATRAZINE, CAFFEINE AND PROGESTERONE IN AQUEOUS SAMPLES | 43 |
| COMPOSITE HYDROGELS BASED ON PECTIN AND POLY(VINYL) ALCOHOL | 44 |
| PEDOT NANOTUBES ELECTROCHEMICALLY SYNTHESIZED APPLIED IN SUPERCAPACITORS DEVELOPMENT AND ELECTROCATALYSIS | 45 |
| NANOCOMPÓSITO POLIMÉRICO COM AUNPS ANCORADAS EM SUBSTRATO DE SÍLICA: SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO | 47 |
| CIRCUITO IMPRESSO SUPERCONDUTOR DE BAIXO CUSTO USANDO IMPRESSORA DOMÉSTICA | 48 |
| SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF PANI/GO COMPOSITES | 49 |
| MELISSOPALYNOLOGICAL CHARACTERIZATION OF HONEYS LABELED AS COMING FROM THE FLOWERING OF HOVENIA DULCIS THUNB. | 50 |
| POLÍMERO CONJUGADO PARA PASSIVAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE OURO: CARACTERIZAÇÃO E PROPRIEDADES FOTOFÍSICAS. | 51 |
| O USO DA MEV NO ESTUDO DE FORAMINÍFEROS | 52 |
| DEVELOPMENT OF ACTIVATED BIOCHAR FROM TANNIN INDUSTRY WASTE | 53 |
| SÍNTESE DE AGNPS NA SUPERFÍCIE DE TiO ₂ POR FOTORREDUÇÃO E AVALIAÇÃO DE SUA ATIVIDADE FOTOCATALÍTICA SOB RADIAÇÃO UV-VIS E VISÍVEL | 54 |
| SÍNTESE DE GRAFENO DOPADO COM ÓXIDOS METÁLICOS | 55 |
| SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE FERRITA DE COBALTO | 56 |
| AVALIAÇÃO COMPARATIVA DE ALTERAÇÕES MICROSCÓPICAS ENTRE VERMICULITA E ORGANO-VERMICULITAS | 56 |
| NEW SOL-GEL SYNTHESIS OF ZNO NANOPARTICLES: MORPHOLOGICAL AND OPTICAL PROPERTIES | 57 |
| ESPECTROSCOPIA RAMAN COMO UMA TÉCNICA PARA A AUTENTICAÇÃO DE OBRAS DE ARTE. | 58 |
| CARACTERIZAÇÃO DO BIOCHAR DE CASCA ESGOTADA DA ACÁCIA NEGRA | 59 |
| INFLUÊNCIA DA SÍLICA DE CASCA DE ARROZ NAS CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAS DO CONCRETO | 60 |
| ELECTROCHEMICALLY SYNTHESIZED POLYPYRROLE NANOTUBES FOR FLEXIBLE SUPERCAPACITORS DEVELOPMENT | 61 |

| | |
|--|----|
| SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS REVESTIDAS PARA APLICAÇÃO BIOLÓGICA | 62 |
| DESEMPENHO DOS MATERIAIS Ni(OH)_2 , $\text{Ni(OH)}_2 / \text{CTA}^+$ E $\text{Ni(OH)}_2 / \text{DBS}^-$ PARA APLICAÇÃO EM SUPERCAPACITORES | 63 |
| SERS ACTIVITY OF POST-TRANSITION METAL NANOPARTICLES | 64 |
| NANOPARTÍCULA DE PRATA OBTIDA POR SÍNTESE “VERDE” | 66 |
| OBTENÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE ZEÍNA CONTENDO ÓLEO DE CRAVO | 67 |
| COMPARAÇÃO DE LODO DE INDÚSTRIA METALMECÂNICA E ARGILAS PARA FABRICAÇÃO DE TIJOLOS CERÂMICOS | 68 |
| MORFOLOGIA DE MICROPARTÍCULAS CONTENDO ANTOCIANINAS DO REPOLHO ROXO | 69 |
| ANÁLISE POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE QUELATOS DE CO II E FE III COM A 8-HIDROXIQUINOLINA | 70 |
| ATAQUE INTERNO DE SULFATOS: IDENTIFICAÇÃO DOS PRODUTOS DO ATAQUE POR MEV | 71 |
| SÍNTESE VERDE DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA OBTIDAS COM ÓLEO ESSENCIAL DE TOMILHO (THYMUS VULGARIS L.) | 72 |
| IDENTIFICAÇÃO DA DUREZA DE CONSTITUINTES DO AÇO INOXIDÁVEL DUPLEX SAF 2175 NITRETADO COM AUXÍLIO DE TÉCNICAS DE MICROSCOPIA | 73 |
| MORPHOLOGICAL COMPARISON OF ARCTIUM LAPPA LEAVES BEFORE AND AFTER OF SUPERCRITICAL EXTRACTION | 74 |
| POTENCIAL AGREGADOR DO $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ QUANDO COMBINADO A $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ EM NANOPARTÍCULAS SINTETIZADAS POR REDUÇÃO QUÍMICA | 75 |
| REAÇÃO ÁLCALI-AGREGADO EM AREIAS ARTIFICIAIS DE CURITIBA-PR | 76 |
| DEGRADAÇÃO DE CONCRETO POR ÁCIDO SULFÚRICO BIOGÊNICO APÓS 17 ANOS DE OPERAÇÃO EM ESTAÇÃO DE TRATAMENTO DE ESGOTO (ETE): ESTUDO DE CASO EM CURITIBA/PR | 77 |
| INFLUÊNCIA DO TEMPO DE HIDRATAÇÃO DO CIMENTO NA PASSIVAÇÃO DO AÇO CARBONO: ABORDAGEM SOBRE ARMADURAS CORROÍDAS NA PRODUÇÃO DE CONCRETO ARMADO | 78 |
| ESTUDO DO GRÃO, FARINHA E AMIDO DO TRIGO SARRACENO (FAGOPYRUM ESCULENTUM) POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA | 79 |
| AVALIAÇÃO DA UTILIZAÇÃO DE PADRÕES MINERAIS PARA ANÁLISE WDS | 80 |
| IDENTIFICAÇÃO DOS COMPOSTOS HIDRATADOS NA PASTA DE CIMENTO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA COM ESPECTROSCOPIA POR ENERGIA DISPERSIVA | 81 |
| MORPHOLOGICAL CHARACTERIZATION OF LOQUAT SEED STARCH USING SCANNING ELECTRON MICROSCOPY | 82 |
| MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA EM FILMES DE HIDROXIPROPILMETILCELULOSE (HPMC) | 83 |
| ZONA DE TRANSIÇÃO ENTRE PARTÍCULAS DE MADEIRA E MÁTRIZ CIMENTÍCIA | 84 |
| CARACTERIZAÇÃO DE SISTEMA NANOESTRUTURADO DE AMIDO ATRAVÉS DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO | 86 |
| CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DO CLORIDRATO DE DULOXETINA | 87 |
| DEVELOPMENT OF NANOCAPSULES FOR VEICULATION OF COSMETIC ACTIVES | 88 |
| ELECTROSPUN NANOFIBERS OF POLY(VINYL ALCOHOL) AS SCAFFOLD FOR SKIN TISSUE ENGINEERING | 89 |

| | |
|--|-----|
| MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA AVALIAÇÃO DA CRISTALINIDADE DE FOSFATO DE SITAGLIPTINA MONOIDRATADO | 90 |
| CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA DE NANOPARTÍCULAS DE PLA (ÁCIDO POLILÁCTICO) CONTENDO ATORVASTATINA | 91 |
| ANÁLISE ULTRAESTRUTURAL DE FILMES POLIMÉRICOS AMILÁCEOS CONTENDO EXTRATO BRUTO DE <i>B. ERIOCLADA</i> DC | 92 |
| CPO PATTERNS OF AN UPPER CRUST SHEAR ZONE – EXAMPLES FROM LANCINHA FAULT SYSTEM, SOUTHERN BRAZIL. | 94 |
| MICROSCALE STRAIN PARTITIONING DURING HIGH-TEMPERATURE DEFORMATION OF PLAGIOCLASE: AN EXAMPLE FROM GABBRO-NORITE OF THE BARRO ALTO COMPLEX, BRAZIL CENTRAL | 95 |
| CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA E CAPACIDADE ANTIBACTERIANA DE NANOPARTÍCULAS DE ZEÍNA CARREGADAS COM EUGENOL | 96 |
| FILME FINO DE COPOLÍMERO EM BLOCO A BASE DE OLIGOSSACARÍDEO PARA APLICAÇÃO EM TEMPLATES NANOPOROSOS | 97 |
| PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE DE EBSD | 98 |
| EVOLUÇÃO MINERALÓGICA E MICROESTRUTURAL DE CARBONATOS DE ROCHAS DOLOMITIZADAS NA MINA RIO BONITO - PR E SUA INFLUÊNCIA NA GERAÇÃO DE ESPAÇO POROSO. | 99 |
| ESTUDO MICROESTRUTURAL DAS ROCHAS MILONÍTICAS DO ARQUIPÉLAGO SÃO PEDRO E SÃO PAULO | 100 |
| TRANSFORMAÇÕES TOPOTAXIAIS ENTRE ÓXIDOS E OXIHIDRÓXIDOS DE FERRO EM FORMAÇÕES FERRÍFERAS | 102 |
| EBSD QUARTZ GRAIN SIZE PIEZOMETER APPLIED TO THE EVALUATION OF A DEFORMED CONGLOMERATE PETROFABRICS: PRELIMINARY RESULTS | 103 |
| ANÁLISE MICROESTRUTURAL DE AÇOS AVANÇADOS DE ALTA RESISTÊNCIA AHSS -DP CONFORMADOS AO LIMITE DE ESTRICÇÃO POR MEIO DE EBSD E DIFRAÇÃO DE RAIOS X | 103 |
| LOW GRADE METAMORPHISM AND DEFORMATION IN THE SOLE THRUST OF ROCAS VERDES OPHIOLITES: SENO OTWAY AND SENO SKYRING REGION, SOUTHERN PATAGONIA (52-54°s) | 104 |
| APLICAÇÃO DE MEV-EDS NA GEOARQUEOLOGIA | 105 |
| ASPECTOS MORFOLÓGICOS E GEOQUÍMICOS DE CRISTAIS HOPPER POR MEV, MICRO-CT E FRX | 106 |



Centro de Microscopia Eletrônica
Setor de Ciências Biológicas
Universidade Federal do Paraná

