

**OTIMIZAÇÃO DA SÍNTESE DE MICROESFERAS DE CARBONO SINTETIZADAS A PARTIR DE FIBRAS DE COCO EM FORNO HIDROTÉRMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS**Isabella Framil Guida<sup>1</sup> (IC) e M. V. Gelfuso<sup>1</sup> (PQ)<sup>1</sup>Universidade Federal de Itajubá, MG, Brasil**Palavras-chave:** Esferas de carbono. Fibras de coco. Síntese assistida por micro-ondas.**Introdução**

A crescente demanda por materiais funcionais de alto desempenho tem impulsionado a busca por metodologias de síntese que sejam não apenas inovadoras, mas também ambientalmente sustentáveis. Nesse contexto, as esferas de carbono (EC) emergem como uma classe promissora de materiais à base de carbono, destacando-se por um conjunto de propriedades únicas, como morfologia controlável, alta área superficial, propriedades químicas estáveis e porosidade ajustável (Lu et al., 2025; Yao et al., 2024; Zhao et al., 2025). Essas características versáteis conferem às EC uma ampla aplicabilidade em diversas áreas tecnológicas, abrangendo desde a remediação ambiental e o armazenamento de energia até a catálise e a biomedicina (Ait-Ramdane-Terbouche et al., 2025; Li et al., 2024b; Liang; Yu; Qi, 2025; Liu et al., 2024).

Tradicionalmente, na síntese de esferas de carbono utiliza-se precursores de origem não renovável ou que demandam alto consumo de recursos. Esta dependência gera desafios significativos em termos de custos, e impacto ambiental (Abdulwali et al., 2024; Li et al., 2024a; Thaha et al., 2024). Para enfrentar essa limitação e explorar alternativas mais ecológicas, uma nova rota de síntese é proposta, aproveitando os resíduos de fibra de coco. Esta biomassa abundante pode ser convertida em um valioso material, rico em carbono, por meio do método hidrotérmico assistido por micro-ondas e foi objeto de estudo anterior, no qual foi investigada a influência de parâmetros como temperatura e o uso de distintos catalisadores na síntese de EC.

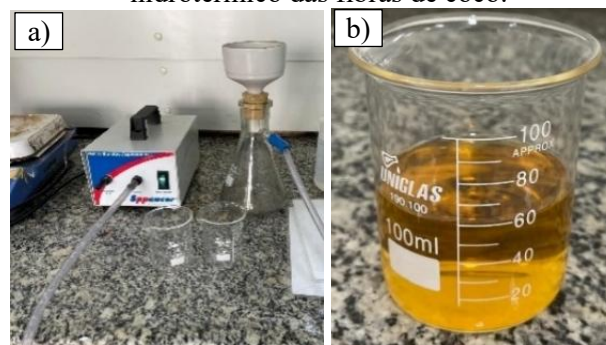
Em continuidade a esse estudo, o objetivo da presente pesquisa foi otimizar a síntese de EC buscando avaliar os grupos funcionais precursores das esferas, visando aumentar o rendimento de sua produção, utilizando um catalisador a base de aço inox e a dopagem com butóxido de titânio (Ti(OBu)<sub>4</sub>).

**Metodologia**

A síntese de esferas de carbono (EC), a partir de fibras de coco foi realizada, em duas etapas, utilizando o método hidrotérmico assistido por micro-ondas. O processo foi conduzido em um reator cilíndrico polimérico hermeticamente fechado, acoplado a um forno de micro-ondas, o qual foi adaptado para o controle preciso dos parâmetros internos de temperatura, tempo e pressão. Inicialmente, aproximadamente 16,90 g de fibras foram pesadas, cortadas manualmente, lavadas em água corrente e transferidas para o reator, juntamente com 80 mL de água de osmose reversa.

Na primeira etapa do tratamento hidrotérmico, o reator, contendo as fibras e a água, foi aquecido a uma taxa de 10 °C/min até 200 °C, em patamar de 1 hora. Após o resfriamento, ao forno, a solução resultante foi separada das fibras por filtração a vácuo, utilizando um kitassato, funil de Buchner e filtro de papel (Figura 1a), obtendo-se um volume final de 60 mL de solução amarelada (Figura 1b).

Figura 1. a) Sistema de filtração a vácuo. b) solução rica em hemiceluloses obtida após o tratamento hidrotérmico das fibras de coco.



Fonte: Autores (2025)

O volume desta solução foi, então, ajustado para 80 mL com adição de água de osmose reversa antes de ser utilizada na etapa seguinte (segunda etapa).

**“Do conhecimento acadêmico à transformação sustentável: inovação com validação científica”**

Para a segunda etapa da síntese, a solução diluída (80 mL) foi reinserida no reator com a adição de um catalisador de aço inox na forma de uma moeda de 20 mm. O reator, hermeticamente fechado, foi submetido a um novo ciclo de aquecimento em micro-ondas, com taxa de 10 °C/min, a 200 °C e tempo de patamar de 1 hora.

Após o resfriamento, a suspensão, contendo as EC(s) foi submetida a ciclos de ultrassom (15 min) e centrifugação (3500 rpm por 10 min) para obter-se as EC limpas. A fase aquosa foi removida e substituída por água de osmose reversa, repetindo-se o procedimento até que a água se tornasse incolor. As esferas de carbono foram transferidas para uma placa de Petri e secas em estufa a 70 °C por 24 horas. A massa das EC(s) secas foi determinada em uma balança analítica (precisão 0,0001g).

Para a síntese das ECs dopadas com titânio (EC-BuTi), foi utilizado o mesmo procedimento da condição de síntese feita na etapa 1 e 2, porém, com uma etapa adicional de preparação da solução precursora que continha o dopante. Para tanto, uma mistura de aproximadamente 7,4962 g de butóxido de titânio ( $\text{Ti}(\text{OBu})_4$ ) e 10 mL de ácido nítrico foi preparada a 65 °C, sob agitação leve, utilizando uma chapa magnética aquecedora. Uma mistura, de coloração vinho, foi formada e, então, foi adicionada à solução amarelada de hemiceluloses, resultando em uma solução de cor mais escura. O volume total da solução final foi também ajustado em 80 mL antes de ser submetida à segunda etapa, no forno hidrotérmico, juntamente com o catalisador, a moeda.

A lavagem do material resultante, dopado (EC-BuTi), por sua vez, foi modificadas uma vez que observou-se a formação de pequenos cristais, não esféricos. Após a secagem em estufa, o material foi transferido para um béquer de 250 mL, submerso em água de osmose reversa e submetido a um tratamento em ultrassom por 10 minutos. O procedimento de ultrassom foi repetido com a substituição subsequente com água de osmose limpa até que a água se tornasse cristalina, indicando a completa extração da solução residual. O material sólido foi, então, filtrado e seco em estufa, a 70°C por 24h. Uma segunda síntese dopada (EC-BuTi #2) foi conduzida sob as mesmas condições, mas com aproximadamente 3,7481 g de butóxido de titânio e 5 mL de ácido nítrico. O procedimento de lavagem e secagem para a amostra EC-BuTi #2 seguiu o mesmo protocolo.

A análise micrográfica das amostras pura (EC-Moeda) e dopadas (EC BuTi e EC BuTi #2) foi realizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) em um microscópio Phenom ProX para determinar a morfologia

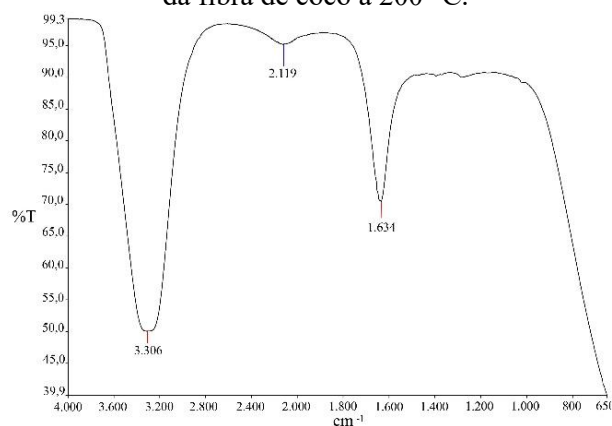
dos produtos obtidos. As micrografias das amostras dopadas estão representadas nas Figuras 4a e 4b. Utilizando o software ImageJ, foi realizada a medição do diâmetro de 600 esferas presentes apenas na amostra EC-Moeda, nas demais amostras (dopadas) não foi possível a medição dos diâmetros devido à formação morfológica irregular dos cristais obtidos.

Adicionalmente, foi realizada a análise por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) da solução residual do tratamento hidrotérmico das fibras de coco. A amostra dopada EC BuTi foi caracterizada por Difração de Raios-X (DRX), para avaliar a estrutura cristalina do material formado.

**Resultados e discussão**

A Figura 2 apresenta a análise por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) da solução de hemiceluloses obtida do tratamento hidrotérmico assistido por micro-ondas das fibras de coco. A análise revelou a presença de bandas de absorção que confirmam a formação de precursores como monossacarídeos e furânicos. A banda larga em 3306  $\text{cm}^{-1}$  é atribuída ao estiramento de grupos O–H, o que é altamente esperado devido à natureza polissacarídica da hemicelulose. Na região de 1634  $\text{cm}^{-1}$ , a banda é consistente com o estiramento de grupos C=O (carbonila), característicos dos grupos acetil e ácidos furânicos presentes na estrutura da hemicelulose, bem como de ligações duplas C=C, que podem estar associadas à presença de lignina (Mothé; Miranda, 2009).

Figura 2 – Espectro de Infravermelho da solução de hemiceluloses obtida a partir do tratamento hidrotérmico da fibra de coco a 200 °C.



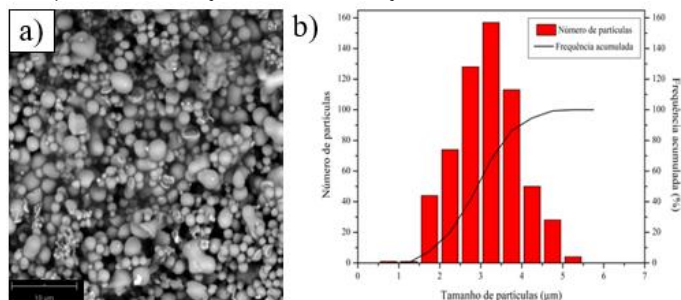
Fonte: Autores (2025)

*“Do conhecimento acadêmico à transformação sustentável: inovação com validação científica”*

A caracterização morfológica da amostra EC Moeda 1h demonstrou que essa condição resultou na obtenção de um material com morfologia esférica e uniforme (Figura 3a). A análise da distribuição de tamanho das partículas revelou uma distribuição pouco larga, apresentando um  $D_{50}$  de 2,90  $\mu\text{m}$  (Figura 3b).

Figura 3 –a) Micrografia da EC Moeda 1h.

b) Caracterização da distribuição da EC Moeda 1h.



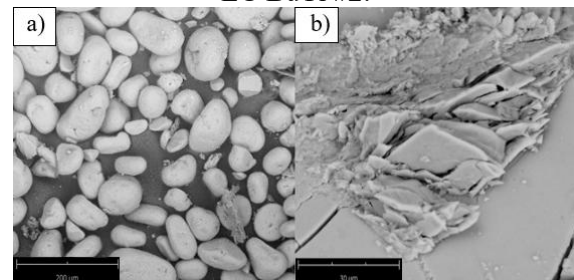
Fonte: Autores (2025)

A formação de esferas de carbono a partir de resíduos de biomassa é um processo complexo, regido pelo equilíbrio entre a cinética de polimerização e carbonização, que define a via de nucleação e crescimento do produto final. Embora o mecanismo exato de síntese ainda esteja sob investigação na literatura, o processo é amplamente aceito como sendo similar àqueles que usam como precursores a glicose e a sacarose, os quais se baseiam em um fenômeno de nucleação e crescimento. Inicialmente, a biomassa sofre hidrólise e desidratação, gerando monômeros que, ao atingirem a supersaturação, formam núcleos. O crescimento, por sua vez, ocorre pela polimerização e agregação desses monômeros, levando à formação das esferas (Cheng et al., 2025; Li; Li; Liu, 2012).

Com base na morfologia esférica obtida com o uso do catalisador a base de aço inoxidável, essa metodologia foi escolhida para os primeiros testes de dopagem com titânio. No entanto, a síntese do material dopado, não resultou na formação das esferas de carbono. A micrografia de MEV da amostra EC-BuTi (Figura 4a) revela a formação de partículas com uma morfologia irregular e em forma de “cascalhos”, em contraste com a forma esférica obtida em sínteses feitas sem dopagem. Já a amostra EC-BuTi #2 (Figura 4b), sintetizada com metade da quantidade de dopante, apresentou uma morfologia predominante de estruturas em forma de placas. Essa diferença drástica na morfologia, em função da concentração do dopante, evidencia a sensibilidade do processo de síntese à quantidade de butóxido de titânio, o

qual interfere diretamente na nucleação e no crescimento das estruturas carbonáceas (Nicolae et al., 2020).

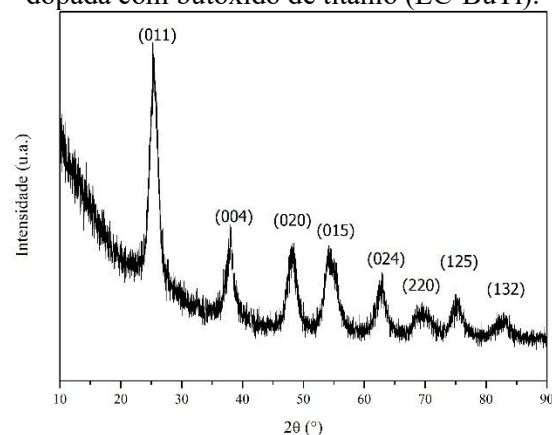
Figura 4 –a) Micrografia da EC BuTi. b) Micrografia da EC BuTi #2.



Fonte: Autores (2025)

A análise por Difração de Raios-X (DRX) foi realizada para investigar a natureza cristalina do material dopado. O difratograma, ilustrado na Figura 6, confirmou a presença da fase Anatase ( $\text{TiO}_2$ ), uma forma cristalina tetragonal do óxido de titânio. Essa fase foi evidenciada por picos de difração bem definidos, que foram indexados a partir da ficha JCPDS 00-001-0562. Os principais picos corresponderam aos planos cristalinos (011), (004), (020), (015), (024), (220), (125) e (132). Esse resultado demonstra que a introdução do butóxido de titânio alterou o mecanismo de nucleação, direcionando a formação do produto para uma fase cristalina em detrimento da carbonização esférica (Baca et al., 2020).

Figura 6: Difratograma de raios-X (DRX) da amostra dopada com butóxido de titânio (EC-BuTi).



Fonte: Autores (2025)

## Conclusões

O presente estudo é a continuação de um trabalho anterior que utilizou o método hidrotérmico assistido por micro-ondas para a síntese de esferas de carbono a partir de

**“Do conhecimento acadêmico à transformação sustentável: inovação com validação científica”**

resíduos de fibra de coco. A análise por FTIR foi essencial para o entendimento do processo, revelando a formação de precursores que levam à formação do material à base de carbono. A otimização da síntese com o uso de uma moeda como catalisador demonstrou eficácia na produção de esferas com morfologia esférica e alta uniformidade. Adicionalmente, a investigação da dopagem com butóxido de titânio (Ti(OBu)<sub>4</sub>) demonstrou a sensibilidade do processo de síntese à concentração do dopante, evidenciada pelas diferentes morfologias observadas. A análise por DRX confirmou que a introdução do butóxido de titânio alterou o mecanismo de nucleação, resultando na formação de uma fase cristalina tetragonal denominada Anatase (JCPDS 00-001-0562) em detrimento da formação de EC.

**Agradecimentos**

A PIBIC/UNIFEI, ao CNPq (Proc.316730/2023-8), e à FAPEMIG (APQ 01856) pelo apoio financeiro.

**Referências**

- ABDULWALI, Nada *et al.* Microwave-assisted green synthesis of monodispersed carbon micro-spheres and their antibacterial activity. **Applied Surface Science**, v. 642, p. 158579, jan. 2024.
- AIT-RAMDANE-TERBOUCHE, Chafia *et al.* Novel hybrid material of platinum (IV) nanocomplex-Carbon spheres: Synthesis, characterization, electrical conductivity and energy storage application. **Journal of Organometallic Chemistry**, v. 1036, n. April, p. 123717, ago. 2025.
- BACA, Martyna *et al.* Physicochemical and photocatalytic characterization of mesoporous carbon/titanium dioxide spheres. **Diamond and Related Materials**, v. 101, n. September 2019, 2020.
- CHENG, Guo *et al.* Hydrothermal synthesis and structural design of zero- to three-dimensional biomass-derived carbon nanomaterials. **Carbon Letters**, v. 35, n. 2, p. 441–467, 24 abr. 2025.
- LI, Kaining *et al.* Hollow carbon sphere featuring highly dispersed Co-N<sub>x</sub> sites for efficient and controllable syngas electrosynthesis from CO<sub>2</sub>. **Chemical Engineering Journal**, v. 488, n. March, p. 150952, 2024a.
- LI, Min; LI, Wei; LIU, Shouxin. Control of the morphology and chemical properties of carbon spheres prepared from glucose by a hydrothermal method. **Journal of Materials Research**, v. 27, n. 8, p. 1117–1123, 2012.
- LI, Xuemei *et al.* Radial channel boosting stress release in hollow carbon spheres for high-rate sodium ions storage. **Diamond and Related Materials**, v. 147, p. 111347, ago. 2024b.
- LIANG, Yining; YU, Yingliang; QI, Xinhua. Synthesis of hollow hierarchical porous carbon spheres from lignin by soft template and hydrothermal method for supercapacitors. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 307, n. P1, p. 141938, maio 2025.
- LIU, Rui *et al.* Classification, fabrication, and modification of carbon spheres for sodium-ion batteries. **Materials Today Chemistry**, v. 35, p. 101903, jan. 2024.
- LU, Yueyue *et al.* Highly efficient and rapid adsorption of dyes by hollow mesoporous carbon spheres. **Separation and Purification Technology**, v. 365, n. January, p. 132746, set. 2025.
- MOTHÉ, Cheila G.; MIRANDA, Iara C. Characterization of sugarcane and coconut fibers by thermal analysis and FTIR. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 97, n. 2, p. 661–665, 28 ago. 2009.
- NICOLAE, Sabina A. *et al.* Recent advances in hydrothermal carbonisation: From tailored carbon materials and biochemicals to applications and bioenergy. **Green Chemistry**, v. 22, n. 15, p. 4747–4800, 2020.
- THAHA, Yudi Nugraha *et al.* Synthesis of superhydrophobic carbon sphere by pyrolysis of heavy oil fraction of coal tar/ferrocene mixture and their magnetic nanostructure. **Diamond and Related Materials**, v. 142, n. September 2023, p. 110796, 2024.
- YAO, Yaqi *et al.* Synthesis and applications of carbon nanospheres: A review. **Particuology**, v. 87, p. 325–338, 2024.
- ZHAO, Jiaxin *et al.* Nanocellulose-based carbon sphere immobilized AgNPs for antibacterial cellulosic paper. **Industrial Crops and Products**, v. 230, n. April, p. 121120, ago. 2025.