**Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais**
**Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Produtos e Processos**

**ANDRÉ AUGUSTO DE ALMEIDA**

# REVELADORES ALTERNATIVOS DERIVADOS DE ÓXIDO DE GRAFENO E CARVÃO ATIVADO PARA APLICAÇÕES EM PAPILOSCOPIA FORENSE

**Belo Horizonte**
**2023**

**ANDRÉ AUGUSTO DE ALMEIDA**

# REVELADORES ALTERNATIVOS DERIVADOS DE ÓXIDO DE GRAFENO E CARVÃO ATIVADO PARA APLICAÇÕES EM PAPILOSCOPIA FORENSE

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Produtos e Processos, do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Produtos e Processos.

Orientadora: Adriana Akemi Okuma
Coorientadora: Angela de Mello Ferreira
Coorientador: Leonel da Silva Teixeira

**Belo Horizonte**
**2023**

Almeida, André Augusto de.
A447r Reveladores alternativos derivados de óxido de grafeno e carvão ativado para aplicações em papiloscopia forense / André Augusto de Almeida. – 2023.
116 f. : il.
Orientadora: Adriana Akemi Okuma.
Coorientadora: Angela de Mello Ferreira.
Coorientador: Leonel da Silva Teixeira.
Dissertação (mestrado) – Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Produtos e Processos, Belo Horizonte, 2023.
Bibliografia.
1. Papiloscopia. 2. Ciências forenses. 3. Química legal. 4. Óxido de grafeno. 5. Carvão ativado. I. Okuma, Adriana Akemi. II. Ferreira, Angela de Mello. III. Teixeira, Leonel da Silva. IV. Título.

CDD: 614.12

Ficha elaborada pela Biblioteca - *campus* Nova Suíça - CEFET-MG
Bibliotecária: Rosiane Maria Oliveira Gonçalves - CRB6-2660

**ANDRÉ AUGUSTO DE ALMEIDA**

**REVELADORES ALTERNATIVOS DERIVADOS DE ÓXIDO DE GRAFENO E CARVÃO ATIVADO PARA APLICAÇÕES EM PAPILOSCOPIA FORENSE**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Produtos e Processos, do Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Produtos e Processos.

Belo Horizonte, 30 de outubro de 2023.

Aprovada pela Banca Examinadora:

Dra. Adriana Akemi Okuma

Dr. Leonel Da Silva Teixeira

Dr. Cleverson Fernando Garcia

Dra. Raquel Vieira Mambrini

Dr. Rodrigo Fileto Cuerci Maciel

Dedico esta dissertação de mestrado a todos os intrépidos que, mesmo enfrentando a complexidade da vida com responsabilidades profissionais, familiares e pessoais, decidem romper com a zona de conforto em busca de seus sonhos. Àqueles que, com coragem e resiliência, empreendem jornadas desafiadoras, conciliando o labor diário, o compromisso familiar e a busca incansável pela realização pessoal. Que este estudo possa honrar a dedicação e inspirar outros a seguir trajetórias similares de superação e conquista.

**AGRADECIMENTOS**

Em um momento de profunda gratidão, desejo expressar meus sentimentos de apreço a todos que, de maneira generosa, contribuíram para a realização deste trabalho. Esta jornada de aprendizado e pesquisa se tornou uma realidade graças ao apoio, comprometimento e amor de inúmeras pessoas e instituições.

Aos meus estimados colegas do CEFET-MG, Ana Manini, Clara Cardoso, Tainá Rabelo, Tatiana Kelly e Marcos Moreira, desejo manifestar minha sincera gratidão. Cabe ressaltar meu profundo agradecimento ao CEFET-MG e ao PPGTPP por me brindarem com a preciosa oportunidade de aprofundar meus horizontes acadêmicos, sendo uma honra fazer parte desta instituição de renome.

Aos meus ilustres orientadores, Angela de Mello Ferreira, pela riqueza de conhecimento compartilhado, ao Leonel da Silva Teixeira, sempre presente no laboratório, oferecendo apoio, ensinamentos e trocas de ideias preciosas, e à minha querida orientadora e amiga, Adriana Akemi Okuma, que transcende a figura de orientadora para se tornar uma referência profissional, sua orientação e inspiração foram fundamentais para o êxito deste trabalho.

Ao amigo Flávio, minha profunda gratidão pela assistência inestimável ao longo dos anos de pesquisa, fornecendo artigos e bibliografias que desempenharam um papel crucial no desenvolvimento desta dissertação.

À Faseh, expresso meu agradecimento por acolher o meu desafio acadêmico e permitir a conciliação entre trabalho e pesquisa. Nesta etapa final, estendo minha gratidão à minha nova instituição de trabalho, Inspirali, por criar as condições propícias para a conclusão bem-sucedida deste ciclo.

Minha família merece um agradecimento especial, pois sua torcida e orações foram uma fonte constante de apoio e força. Aqui, reservo um lugar especial para agradecer aos meus amores, Luana, minha companheira de vida, e meu filho Estevão, o verdadeiro coração batendo fora do meu peito. Peço desculpas por todos os momentos de ausência e dedico a eles este trabalho. Sei que o sacrifício de estar longe de vocês valeu a pena, e é a vocês que ofereço o resultado deste esforço.

Por fim, encerro este agradecimento com um profundo reconhecimento a Deus, o Rei eterno e imortal. A Ele dedico este trabalho como uma manifestação de minha fé e gratidão. Em Sua infinita sabedoria, encontro inspiração e força para seguir adiante, pois Ele é o alicerce que sustenta tudo o que fazemos.

**RESUMO**

Dentre os diversos métodos e técnicas que abrangem as Ciências Forenses, a Papiloscopia Forense é sem dúvida o mais utilizado para identificação humana, empregando a análise de impressões papilares dos indivíduos. Na Papiloscopia Forense, os pós reveladores de impressões papilares são os materiais mais utilizados nos exames devido à facilidade de aplicação, portabilidade e versatilidade. Porém, a maioria desses pós é tóxica e prejudicial à saúde dos profissionais devido à exposição constante, tornando o ambiente de trabalho insalubre. Diante dessas premissas e na busca por soluções mais sustentáveis e tecnológicas, o Óxido de grafeno e o Carvão ativado são materiais com grande potencial para a substituição dos pós reveladores convencionais para impressões papilares. Devido as dimensões nanométricas de suas partículas e outras características como elevada área superficial de contato e grupos funcionais oxigenados que permitem diversas interações com outras substâncias ou materiais, o Óxido de grafeno pode ser utilizado nas ciências forenses como uma alternativa mais segura e tecnológica para substituir os pós convencionais, como o Negro de fumo, um produto potencialmente cancerígeno. Já o Carvão ativado é um material altamente poroso obtido a partir de matérias-primas orgânicas como madeira, coco, bambu, entre outras. É econômico e uma opção mais sustentável do que os pós reveladores convencionais. Nesse contexto, o presente trabalho teve como objetivo avaliar o desempenho do Óxido de grafeno, Carvão ativado e seus derivados obtidos por síntese verde para aplicação no desenvolvimento de impressões papilares. Para a avaliação preliminar do desempenho do Óxido de grafeno e do Carvão ativado como reveladores de impressões papiloscópicas, impressões papilares gordurosas foram depositadas em placa de vidro com aplicação de força moderada e revelação imediata. A mesma metodologia foi aplicada ao pó preto *Hi-fi* (um revelador de referência clássico) para comparação visual. A utilização do óxido de grafeno como revelador não permitiu a visualização das linhas papilares devido ao tamanho das partículas. Nesse caso, o material de partida foi triturado para a redução do tamanho e o teste de revelação foi repetido. Porém, nessa fase inicial, o Carvão ativado apresentou maior interação com os resíduos de impressões papilares, permitindo a visualização das linhas papilares e minúcias. Posteriormente, o Óxido de grafeno e o carvão ativado foram oxidados na presença de dicloroisocianurato de sódio como agente oxidante, etanol como solvente, variando as fontes de energia (ultrassom e irradiação de micro-ondas). Os materiais oxidados foram então funcionalizados utilizando Ácido aminoacético como reagente e Etanol como solvente, sob irradiação de ultrassom ou micro-ondas. Materiais de partida, intermediários e produtos foram caracterizados por Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raios X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (SME), Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) e Espectroscopia Raman. As caracterizações dos materiais, obtidos nas diferentes etapas de síntese, permitiram constatar que a oxidação e inserção do grupo amino ocorreu de forma satisfatória e de acordo com a literatura científica. Os resultados obtidos com os testes de revelação indicaram que os materiais produzidos têm potencial para serem utilizados como reveladores na identificação de impressões papilares, além de serem mais seguros e obtidos por síntese verde.

PALAVRAS-CHAVE: Reveladores químicos. Óxido de grafeno. Carvão ativado. Funcionalização. Ciências Forenses.

**ABSTRACT**

Among the various methods and techniques that encompass Forensic Sciences, Forensic Papilloscopy is undoubtedly the most used for human identification, using fingerprint analysis to identify individuals. In Forensic Papilloscopy, fingerprint powders are the materials most used in exams due to ease of application, portability and versatility. However, most of these powders are toxic and harmful to professionals' health due to constant exposure, making the work environment unhealthy. Given these premises and in the search for more sustainable and technological solutions, Graphene oxide and Activated carbon are materials with enormous potential to replace conventional powders for fingerprint. Due to the nanometric size of its particles and other characteristics such as high contact surface area and oxygenated functional groups that allow diverse interactions with other substances or materials, Graphene oxide can be used in forensic sciences as a safer and more technological alternative to replace conventional powders, such as carbon black, a potentially carcinogenic product. Activated carbon is a highly porous material obtained from organic raw materials such as wood, coconut, bamboo, among others. It is economical and a more sustainable option than conventional powders. In this context, the present work aimed to evaluate the performance of Graphene oxide, activated carbon and their derivatives obtained by green synthesis for application in the development of fingerprints and other ridge skin impressions. For preliminary evaluation of the performance of Graphene Oxide and Activated Carbon as fingerprint developers, greasy fingerprints and other ridge skin impressions were deposited on glass with moderate force and immediate development. The same methodology was applied to Hi-fi black powder (a classic reference developer) for visual comparison. The use of graphene oxide as developer did not allow the visualization of papillary lines due to the size of the particles. In this case, the starting material was crushed to reduce size and the development test was repeated. However, at this initial stage, Activated carbon showed greater interaction with fingerprint residues, allowing the visualization of ridge lines and some minutiae. Subsequently, Graphene oxide and Activated carbon were oxidized in the presence of Sodium dichloroisocyanurate as an oxidizing agent and ethanol as a solvent, varying the energy sources (ultrasound and microwave irradiation). The oxidized materials were then functionalized using Aminoacetic acid as a reagent and Ethanol as a solvent, under ultrasound or microwave irradiation. Starting materials, intermediates and products were characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD), Scanning Electron Microscopy (SME), Energy Dispersive Spectroscopy (EDS) and Raman Spectroscopy. The characterizations of the materials, obtained in the different synthesis stages, allowed us to verify that the oxidation and insertion of the amino group occurred satisfactorily and in accordance with the scientific literature. The results obtained in development tests indicated that the materials produced have the potential to be used as developers to identify fingerprints and other ridge skin impressions, in addition to being safer and obtained through green synthesis.

KEYWORDS: Chemical developers. Graphene oxide. Activated carbon. Functionalization. Forensic Sciences.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Cristas dérmicas ..... 18
Figura 2 - Sistemas de classificação da impressão digital ..... 21
Figura 3 - Os quatro tipos fundamentais de impressão digital segundo classificação de Vucetich. ..... 22
Figura 4 - Ilustração das minúcias em uma impressão papiloscópica: A) Bifurcações; B) Encerro; C) Início ou fim de uma crista; D) Ilhota ..... 22
Figura 5 - Confronto de fragmento e impressão do banco de dados AFIS da Polícia Federal. 23
Figura 6 - Marcas deixadas pelo contato da ponta dos dedos, palmas das mãos ou das plantas dos pés etc. ..... 24
Figura 7- Esquema representativo do sistema tegumentar que consiste em pele, cabelo, unhas, tecido subcutâneo abaixo da pele e glândulas sortidas. ..... 25
Figura 8 - (A) Cristas de fricção da falange distal (porção ventral) do dedo humano; (B) IPL produzida a partir de toque de média pressão do mesmo dedo com uma superfície de vidro. 27
Figura 9- Revelação de impressões papilares pela técnica do pó. ..... 28
Figura 10- Exemplo de interação eletrostática entre as partículas do pó e os componentes presentes na impressão digital ..... 27
Figura 11- Exemplo de interação eletrostática entre as partículas do pó e os componentes presentes na impressão digital. ..... 31
Figura 12– Pincel magnético pronto para aplicação do pó. (A) Ponta do pincel prestes a entrar em contato com o pó magnético; (B) O pó magnético se adere a ponta do pincel, por conta do campo magnético; (C) O pó será aplica em uma IDL, sobre o suporte de vidro; (D ..... 34
Figura 13- Impressão revelada com o pó fluorescente verde mediante a utilização da lanterna de 470 nm e filtro laranja. ..... 35
Figura 14- Tipos de pinceis usados em Papiloscopia Forense: (A) Pincel magnético; (B) Pincel de fibra de vidro; (C) Pincel de plumas de Marabu branco; (D) Pincel de pelo de Camelo; (E) Pincel de Vibra de vibro hidrorepelente; (F) Pincel de Fibra de carbono ..... 37
Figura 15 - Impressão digital revelada com vapores de iodo ..... 37
Figura 16- Câmara de vapor de cianoacrilato ..... 39
Figura 17 - Revelação de impressão latente com cianoacrilato sem corante e com corante fluorescente ..... 37
Figura 18 - Revelação em papel com aplicação de ninidrina ..... 38

Figura 19 - Reação de síntese da chalcona, Condições de reação: i: NaOH EtOH; EtOH sob resfriamento; 4 h. ..... 42
Figura 20 - Micrografia obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura do OG. ..... 44
Figura 21 - Estrutura do grafeno e seus derivados. (A) grafeno monocamada, (B) grafeno multicamada, (C) grafeno oxidado e (D) grafeno oxidado reduzido. ..... 45
Figura 22- Estrutura do óxido de grafeno e grupos funcionais ..... 44
Figura 23 – Defeitos na estrutura do Óxido de grafeno ..... 45
Figura 24 – Micrografia do Carvão Ativado ..... 53
Figura 25- Esquema representativo dos diferentes tipos de poros do CA: (A) Aberto; (F) Fechado; (G) Gaiola; (T) Poro de transporte. ..... 53
Figura 26- Principais grupos funcionais presentes na superfície dos carvões ativados ..... 60
Figura 27- Ciclo de lavagem do material magnetizado ..... 73
Figura 28- Material magnetizado sendo totalmente atraído pelo imã ..... 73
Figura 29 - Comparação geral do Espectro na região do infravermelho ..... 76
Figura 30- Difratometrias de raios-X do Óxido de Grafeno ..... 77
Figura 31– Comparação de Difratogramas para o carvão ativado. (A) Dado experimental; (B) Dados de referência. ..... 78
Figura 32– Micrografia de Óxido de Grafeno mostrando a rugosidade e dobras das folhas do material ..... 78
Figura 33- Representação, das distorções e ondulações nas folhas de grafeno ..... 79
Figura 34- Micrografia do óxido de grafeno onde é possível visualizar possíveis folhas do OG empilhadas ..... 80
Figura 35 - - Composição do espectro presente no OG ..... 80
Figura 36- Imagens de MEV com ampliação de 400 x para (A) carvão ativado comercial; (B) Imagens de MEV com ampliação de 1200 x. ..... 81
Figura 37- Micrografia do CA magnetizado ..... 81
Figura 38- Espectroscopia de energia dispersiva do Carvão ativado ..... 82
Figura 39- Espectroscopia de energia dispersiva do Carvão Ativado magnetizado ..... 82
Figura 40 - Espectroscopia do Carvão ativado magnetizado ..... 83
Figura 41 - Espectro Raman obtido da amostra de magnetita sintetizada. ..... 84
Figura 42 - Espectroscopia Raman da amostra de carvão ativado comercial utilizando linha 632,8 nm em laranja ..... 85
Figura 43- Desempenho preliminar do Óxido de Grafeno e Carvão Ativado; Pó Preto (A); Óxido de Grafeno (B); Carvão Ativado (C). ..... 86

Figura 44- Desempenho preliminar do Carvão Ativado aplicado nas superfícies: Vidro (A); Papel Alumínio (B); Couro (C); Madeira (D); Borracha (E); Isopor (F). (I) Imagem colorida; (II) Imagem em preto e branco. ..... 88
Figura 45 - Comparação entre o CA magnetizado e o Pó magnético padrão ..... 90
Figura 46- Comparação entre o OG e o Pó preto padrão ..... 91
Figura 47 – Comparação das triplicatas entre o OG e o pó preto padrão ..... 92
Figura 48 – Moagem do Óxido de Grafeno: (A) Vaso Inox; (B) Vaso revestido de alumina e bolas de alumina; (C) Óxido de Grafeno dentro do Vaso; (D) Óxido após procedimento de moagem; (E) Material moído depositado na peneira; (F) Peneira; (G) Óxido de grafeno peneirado ..... 93
Figura 49- Micrografia do antes e depois do procedimento de moagem do OG. (A) Óxido de grafeno; (B) Óxido de grafeno após procedimento de moagem ..... 94
Figura 50 - Teste de desempenho do CA ..... 95
Figura 51 - Comparação entre o Pó de CA e o Pó preto padrão ..... 96
Figura 52 – Comparação entre o CA e o Pó padrão das impressões naturais ..... 97
Figura 53 - Comparação entre o CA e o Pó padrão das impressões écrinas ..... 98
Figura 54 – Comparação entre o CA e o Pó padrão das impressões sebáceas ..... 98

## LISTA DE QUADROS

**QUADRO 1 -** Componentes químicos da impressão digital ..... 26

**QUADRO 2 -** Composição dos pós reveladores brancos e pretos..... 32

**QUADRO 3 -** Classificação dos poros do carvão ativado ..... 53

**QUADRO 4 -** Comparação entre adsorção física e adsorção química……..….58

## LISTA DE TABELAS

**TABELA 1 -** Classificação para avaliação de impressões digitais reveladas..... 86

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

| | |
|---|---|
| **AFIS** | *Automated fingerprint identification system* |
| **CA** | Carvão ativado |
| **CAM** | Carvão ativado magnetizado |
| **CAO** | Carvão ativado oxidado |
| **CEFET-MG** | Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais |
| **$CH_3CH_2OH$** | Etanol |
| **COOR** | Carboxilato |
| **COVs** | Compostos orgânicos voláteis |
| **C-O-C** | Alquil-óxi |
| **C=O** | Carboxilas |
| **C≡N** | Nitrila |
| **DRX** | Difração de Raios-X |
| **EDS** | Espectroscopia de Energia Dispersiva |
| **FTIR** | *Fourier-transform infrared spectroscopy* |
| **OG** | Óxido de grafeno |
| **$H_2O_2$** | Peróxido de hidrogênio |
| **IPL** | Impressão papilar latente |
| **IUPAC** | *International Union of Pure and Applied Chemistry* |
| **KOH** | Hidróxido de potássio |
| **$K_2FeO_4$** | Ferrato de potássio |
| **MEV** | Microscopia Eletrônica de Varredura |
| **OH** | Hidroxilas |
| **P. A.** | Para análise |
| **RPP** | Reagente de pequenas partículas |
| **UV** | Ultravioleta |
| **UV/Vis** | Espectroscopia na região do Ultravioleta Visível |

## LISTA DE SÍMBOLOS

| | |
|---|---|
| Å | Unidade de medida Angstrom ($10^{-10}$ m) |
| ® | Marca registrada |
| µm | Micrômetro ($10^{-6}$ m) |
| nm | Nanômetro ($10^{-9}$ m) |

**SUMÁRIO**

1 INTRODUÇÃO ..... 16

2 OBJETIVOS ..... 17

2.1 Objetivo Geral ..... 17

2.2 Objetivos específicos ..... 17

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA ..... 18

3.1 Impressões papilares e a papiloscopia ..... 18

3.2 Impressões papilares, datilogramas ou dermatóglifos ..... 22

3.3 Metodologias de revelação papiloscópica ..... 24

3.4 Aplicação de pós para revelação de digitais ..... 26

3.5 Materiais de carbono ..... 40

3.5.1 Óxido de Grafeno (OG) ..... 41

3.5.2 Carvão ativado ..... 50

4 METODOLOGIA ..... 61

4.1 Amostras, reagentes e solventes ..... 62

4.2 Materiais e equipamentos ..... 62

4.3 Técnicas instrumentais de caracterização de materiais ..... 63

4.3.1 Espectroscopia na região do Infravermelho ..... 63

4.3.2 Difração de Raios X ..... 63

4.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia por Energia Dispersiva (EDS) ..... 63

4.3.4 Espectroscopia Raman ..... 64

4.4 Metodologia e sínteses ..... 64

4.4.1 Oxidação e funcionalização do Óxido de Grafeno em banho ultrassônico e em forno com micro-ondas adaptado para reações orgânicas ..... 64

4.4.2 Oxidação e funcionalização do Carvão Ativado em banho ultrassônico e em forno com micro-ondas adaptado para reações orgânicas ..... 65

4.5 Magnetização do Carvão ativado oxidado (CAO) ..... 66
4.6 Testes preliminares e metodologia padrão de coleta e preparação das amostras de impressões papilares ..... 67
4.7 Moagem do Óxido de Grafeno ..... 69
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES ..... 70
5.1 Resultados obtidos da oxidação e funcionalização do Óxido de grafeno e Carvão ativa em banho ultrassônico e em forno com micro-ondas adaptado para reações orgânicas ..... 70
5.2 Resultados da magnetização do Carvão ativado magnetizado ..... 70
5.3 Caracterização do Óxido de Grafeno oxidado e funcionalizado por FTIR ..... 72
5.4 Caracterização por Difratrometria de raios X do Óxido de Grafeno, Carvão Ativado e do Óxido de Grafeno, Carvão Ativado oxidados ..... 74
5.5 Caracterização do Óxido de Grafeno e Carvão Ativado, por Microscopia Eletrônica de Varredura de transmissão ..... 76
5.6 Caracterização do Carvão magnético por Espectroscopia Raman ..... 81
6 TESTE PRELIMINAR DO OG E CA COMO REVELADOR ..... 83
6.1 Teste preliminar com o CA magnetizado em comparação ao Pó magnético padrão ..... 87
6.2 Moagem do Óxido de Grafeno ..... 90
6.3 Testes padrão de desempenho como reveladores do CA ..... 92
7 CONCLUSÃO ..... 98
REFERÊNCIAS ..... 101
ANEXO A – Termo de Consentimento Livre e Esclarecido ..... 111

# 1 INTRODUÇÃO

Em 1880, um momento emblemático marcou o nascimento de uma das áreas mais vibrantes da Ciência Forense. O médico escocês Henry Faulds, então no Japão, desvelou sua pesquisa pioneira intitulada *"On the Skin-furrows of the Hand"* na renomada revista *Nature* (FAULDS, 1880).

Apesar de as impressões papilares latentes permanecerem invisíveis a olho nu, ao longo dos anos, foram desenvolvidas técnicas engenhosas para trazê-las à luz. No entanto, a maioria desses métodos envolve processos químicos e físicos, incluindo os pós comerciais amplamente utilizados pelos especialistas em papiloscopia forense.

Ao longo do século XX até os dias de hoje, os métodos tradicionais de revelação de impressões papilares permaneceram praticamente estagnados, sem grandes avanços tecnológicos. Portanto, torna-se crucial explorar e aprimorar métodos e produtos alternativos que não apenas atendam às exigências da perícia papiloscópica, mas também aprimorem a qualidade do trabalho e proporcionem um ambiente laboral mais eficiente, ao mesmo tempo em que gerem economias substanciais.

Nesse contexto, esta pesquisa teve como principal objetivo avaliar o potencial de dois materiais, o Óxido de Grafeno (OG) e o Carvão Ativado (CA), como agentes reveladores de impressões papilares latentes. Esta pesquisa apresenta esses materiais e seus derivados como alternativas mais acessíveis e seguras em comparação com os tradicionais reveladores papiloscópicos. Além disso, buscou-se funcionalizar quimicamente esses materiais, ampliando suas aplicações na ciência forense e estimulando o desenvolvimento de novos materiais alternativos com propriedades promissoras para esta área de estudo.

O OG, sendo um nanomaterial incrivelmente versátil, exibe um potencial notável para superar os métodos convencionais, oferecendo eficiência excepcional e reduzindo a toxicidade. Sua escala nanométrica proporciona uma vasta área de superfície, permitindo uma maior interação com outras substâncias. Além disso, os grupos funcionais oxigenados que decoram sua estrutura conferem propriedades únicas que podem melhorar a abordagem tradicional na Papiloscopia Forense.

Por outro lado, o CA se apresenta como uma alternativa igualmente fascinante, sendo economicamente viável e ambientalmente sustentável. Sua notável área superficial e estrutura microporosa o capacitam a uma ampla gama de aplicações, amplificando a interação com os resíduos das impressões papilares latentes.

Nesse desafio constante, a pesquisa explorou as capacidades do OG e do CA como alternativas tecnológicas que não apenas cumprem com os princípios de sustentabilidade, menos tóxicos, mas também se alinham com a eficiência econômica.

No entanto, é crucial ressaltar que, embora os resultados iniciais sejam promissores, uma extensa série de estudos adicionais se faz necessária para a completa validação e implementação prática dessas alternativas. Esta jornada contínua de pesquisa e desenvolvimento continuará a impulsionar a evolução da Papiloscopia Forense, garantindo sua adaptação às demandas e desafios do futuro.

# 2 OBJETIVOS

## 2.1 Objetivo Geral

A presente pesquisa tem como objetivo avaliar o potencial revelador do Óxido de Grafeno e do Carvão Ativado, na revelação de impressões papilares latentes, apresentando os materiais e seus derivados como alternativas mais e seguras em relação aos reveladores papiloscópicos de uso convencional, além de realizar a sua funcionalização química maximizando suas possibilidades na ciência forense e desenvolvendo novos materiais alternativos.

## 2.2 Objetivos específicos

I. Realizar os testes de comparação de eficiência entre o OG, CA e seus derivados com o pó comercial comum de revelação.
II. Estudar a funcionalização química do óxido de grafeno e Carvão Ativado objetivando o desenvolvimento de sítios ativos em suas estruturas a fim de promover uma maior interação entre os reveladores e as impressões papilares.
III. Realizar a caracterização química, morfológica e microestrutural do óxido de Grafeno e Carvão Ativado, ambos funcionalizados.
IV. Realizar a magnetização do Carvão ativado, a fim de aprimorar a eficácia da técnica de revelação de impressões digitais, tornando-a mais sensível, precisa e versátil.

# 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

## 3.1 Impressões papilares e a papiloscopia

A papiloscopia palavra de origem greco-latina, onde em latim *papilla* que significa papilas e, *skopêin* palavra examinar em greco refere-se à ciência que estuda os desenhos e impressões formadas pelas papilas dérmicas (AGUIAR FILHO, 2019). Essas cristas dão origem as impressões papilares por meio do contato das pontas dos dedos, das palmas das mãos ou pelas plantas dos pés com diferentes superfícies. As cristas dérmicas, conhecidas popularmente como impressões papilares, são elevações ou dobras na camada mais profunda da pele, chamada de derme, que se projetam para cima em direção à camada mais superficial da pele, a epiderme (ALEM, 2019).

As impressões papilares (Figura 1) são muito utilizadas para autenticar e identificar pessoas, sendo que a ciência papiloscópica se fundamenta em quatro princípios basilares que a validam como uma ferramenta eficaz de identificação. A primeira característica importante de uma impressão é sua perenidade, pois, as digitais dos seres humanos são formadas ainda no ventre materno a partir do primeiro trimestre da gestação e acompanharão o indivíduo para sempre (ALEM, 2019).

Figura 1 - Cristas dérmicas




Fonte: Adaptado de MARTINI (2009).

O segundo princípio está relacionado à imutabilidade, considerando que os padrões formados serão os mesmos durante toda a vida, a menos que ocorram situações como lesões profundas que possam vir a alterar seu formato, provocando cicatrizes (ALEM, 2019).

Assim, a variabilidade dos formatos das cristas papilares pode ser apresentada como o terceiro princípio, pois a possibilidade de encontrar mais de uma pessoa com os mesmos

padrões papilares é de 1 em 64 bilhões. E, com o aumento acelerado da população mundial, essa probabilidade torna-se ainda menor (GUERREIRO; SAMPAIO, 2019).

Por fim, o princípio da classificação, que nada mais é que a possibilidade de registrar e arquivar as impressões papilares, montando assim com os registros uma base de consultas posteriores, que permitirá a identificação dos indivíduos para as áreas de interesse (AGUIAR FILHO, 2019; ALEM, 2019).

Atualmente no Brasil o sistema utilizado para identificação e classificação das impressões papilares é o método desenvolvido por Vucetich em 1891, que se orienta pelas regiões presentes nas impressões delimitadas pelos sistemas de linhas que se estabelece em um mesmo sentido dando a sensação de agrupamento (FIGINI, 2017; MONTEJO, 2020).

A partir desse método é possível verificar três sistemas de linhas que estampam essas áreas (Figura 2): basilar, marginal e nuclear. O marginal, que compõe o contorno do desenho com linhas arqueadas e angulares, e o terceiro sistema, é o nuclear representando a parte central do desenho da impressão, se limitando aos outros sistemas (NONTEJO, 2020).

Figura 2 - Sistemas de classificação da impressão digital




Fonte: Adaptado de MONTEJO (2020).

A convergência dos três sistemas origina o “delta”, um desenho com forma geométrica triangular que Vucetich preceituou como a base do sistema de classificação de impressões papilares. De acordo com a existência, ausência ou o ângulo da posição do delta, se define os tipos fundamentais aplicados na classificação não individualizadora. (AGUIAR FILHO, 2019). Ao observar a Figura 3, pode-se verificar os quatro tipos fundamentais aplicados na classificação não individualizadora, no primeiro, o arco, com a ausência do delta e presença de linhas que percorrem o dedo de um lado ao outro. A presilha interna, o segundo tipo, se refere à presença de uma laçada e um delta à direita de quem se observa, em que a laçada é formada pelas linhas que partem da esquerda e recurvam-se no centro para retornarem à origem. O terceiro tipo, a presilha externa e seu desenho é formado pelo delta à esquerda do observador e

a laçada tem origem no lado direito. Por fim, o verticilo que ocorre quando existem dois deltas no desenho, um a direita e outro à esquerda (AGUIAR FILHO, 2019).

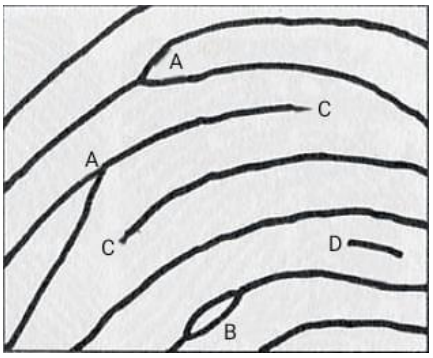
Figura 3 - Os quatro tipos fundamentais de impressão digital segundo classificação de Vucetich.




Fonte: Adaptado de COSTA (2022).

A partir dos possíveis tipos de impressões papilares vistos, pode-se proceder com a identificação do indivíduo por meio as minúcias encontradas nos desenhos impressos das digitais, conforme Figura 4 (GUERREIRO; SAMPAIO, 2019).

Figura 4 - Ilustração das minúcias em uma impressão papiloscópica: A) Bifurcações; B) Encerro; C) Início ou fim de uma crista; D) Ilhota




Fonte: Adaptado de SOUTELO (2022).

Essas especificidades retratam acidentes aleatórios que interrompem as linhas e são conhecidas como Pontos Característicos ou Detalhes de Galton. Esses detalhes ocorrem tanto na origem quanto no fim das linhas, pontos, ilhotas, bifurcações, trípodes, ângulos e encerros.

Ainda, ao se analisar os pontos característicos de maneira particular, pode-se verificar diversas variações em relação ao seu formato, sentido, posição e direção no desenho observado (AGUIAR FILHO, 2019).

A partir dessas informações é possível realizar um confronto papiloscópico, que compreende correlacionar uma impressão digital conhecida e uma desconhecida, a fim de se

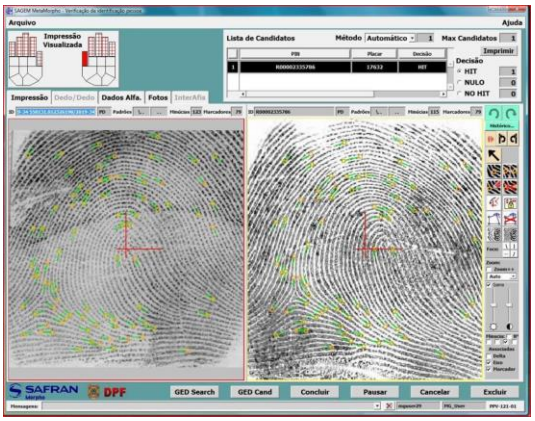
utilizar a impressão conhecida como padrão para se verificar as coincidências de pontos característicos, além do formato, direção, sentido no campo papilar e mesma quantidade de linhas entre os pontos. Tal procedimento permite ao final evidenciar as possíveis coincidências e averiguar se as impressões papilares pertencem ao mesmo indivíduo (COSTA, 2022).

Apesar disso, atualmente não existe regulamentação no mundo sobre a quantidade mínima necessária de pontos coincidentes para que as impressões sejam atribuídas a uma única fonte (AGUIAR FILHO, 2019; FIGINI, 2017).

Em decorrência do grande volume de perícias papiloscópicas feitas no Brasil, houve a necessidade de se desenvolver um sistema automático de comparação de fragmentos determinado como *Automated Fingerprint Identification System* (AFIS). O Brasil usa o sistema AFIS, com seus bancos de dados civis centralizados no sistema do Tribunal Superior Eleitoral e registros criminais principalmente no sistema da Polícia Federal. Atualmente, ambos os sistemas realizam pesquisas criminais, dessa forma, uma vez que o fragmento é adicionado ao sistema, ele é comparado com o banco de dados (COSTA, 2022).

A partir do momento que o sistema verificar semelhanças da amostra em comparação com o banco de dados, será gerada uma pontuação para essa amostra, de modo que quanto maior a pontuação, maior a chance de a amostra pesquisada ser coincidente com a impressão apresentada, conforme Figura 5.

Figura 5 - Confronto de fragmento e impressão do banco de dados AFIS da Polícia Federal




Fonte: Adaptado de COSTA (2022)

Conforme a expertise do perito ao realizar sua análise, esse, verificará as evidências dos pontos característicos indicados pelo sistema e considerará se são correspondentes aos pontos

reais, se são coincidentes com os pontos marcados na impressão apresentada como assemelhada. Tal metodologia é denominada de confronto papiloscópico e tem por objetivo averiguar se as impressões pertencem à mesma fonte ou não (FIGINI, 2017).

## 3.2 Impressões papilares, datilogramas ou dermatóglifos

Desde a antiguidade existem evidências de registros de impressões papilares, sendo que tais marcações foram identificadas em edificações e alvenarias que datam o período neolítico (cerca de 7000 a.C.). Desse modo, as impressões papilares são parte imprescindível aos estudos da papiloscopia. É essencial conhecer sua estrutura e composição, para que assim possa se traçar as melhores metodologias de revelação papiloscópica, de forma que se permita chegar nas melhores opções de revelações (ALEM, 2019).

As marcas deixadas pelo contato da ponta dos dedos, palmas das mãos ou das plantas dos pés com determinadas superfícies geram as impressões papilares, palmares ou plantares, conforme (Figura 6)

Figura 6 - Marcas deixadas pelo contato da ponta dos dedos, palmas das mãos ou das plantas dos pés etc.

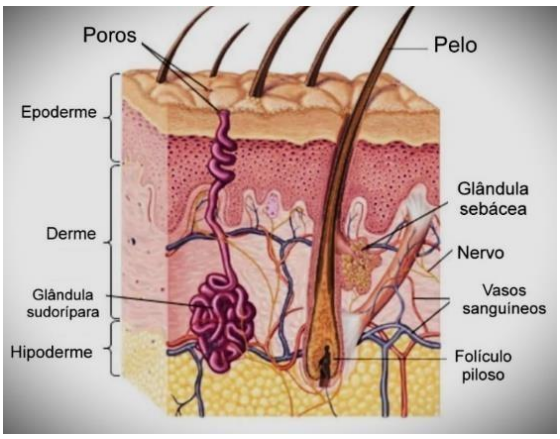


Fonte:https://pt.dreamstime.com/foto-de-stock-royalty-free-cópias-da-mão-image9358945

Por serem originadas pela região onde a pele é mais grossa, produzidos por regiões de pele espessa, proporcionam um arranjo de cristas e sulcos que refletem o desenho da superfície da pele e, morfologicamente são únicas, apresentando detalhes que se diferenciam de um indivíduo para o outro (LENNARD, 2016).

Os sinais deixados pela impressão são originados das glândulas sudoríparas e sebáceas presentes na derme, o indivíduo tomado de nervosismo e forte emoção em situações adversas, apresenta um aumento na produção de suor e comumente leva a mão ao rosto e depois partes do corpo. As secreções são produzidas pelas glândulas sudoríparas écrinas e apócrinas (Figura7) que secretam a maior parte da água, elementos nitrogenados, aminoácidos, sódio, fosfato, flúor, cloreto e proteínas, já as glândulas sebáceas secretam ácidos graxos livres, composto de triglicerídeos, monoésteres de cera, esqualeno, colesterol e hidrocarbonetos. Deste modo, 99% de água compõe a impressão digital e apenas 1% de componentes sólidos. Além disso, essa composição pode ser alterada por variáveis como idade, sexo, raça, dieta e metabolismo do indivíduo (FERREIRA *et al.*, 2021; FIGINI, 2017; GUERREIRO; SAMPAIO, 2019; SIRCHIE®, 2022).

Figura 7- Esquema representativo do sistema tegumentar que consiste em pele, cabelo, unhas, tecido subcutâneo abaixo da pele e glândulas sortidas.




Fonte: Adaptada de < https://anatomia-papel-e-caneta.com/sistema-tegumentar/>

Podem também estar presentes nas impressões agentes contaminantes provenientes de fatores extrínsecos, o que as deixa com maior complexidade. Essa contaminação pode acontecer no cotidiano da pessoa devido ao contato com cosméticos, alimentos e poeiras, até mesmo influência do meio ambiente, que após deposição da impressão na superfície, ficam expostas podendo evaporar os compostos voláteis, oxidar e degradar os componentes, afetando sua composição (FERREIRA *et al.,* 2021).

A Quadro 1, evidência os sinais deixados pelas impressões papilares originadas dos resíduos das glândulas sudoríparas e sebáceas presentes na derme.

Quadro1: Componentes químicos da impressão digital

| Glândula | Componentes orgânicos | Componentes inorgânicos |
|---|---|---|
| Sudorípara écrina | Aminoácidos, ureia, ácido láctico, colina, ácido úrico, creatinina e açúcares | Água, cloretos, íons metálicos,amônia, sulfatos e fosfatos |
| Sudorípara apócrina | Proteínas e carboidratos | Íons de sódio, potássio e ferro |
| Sebáceas | Ácidos graxos, triglicerídeos, esqualeno, álcool, colesterol e hidrocarbonetos | - |

As técnicas de revelação papiloscópica são caracterizadas pela revelação das impressões latentes (invisíveis a olho nu), mas servem para otimizar o contraste com as impressões visíveis e as superfícies onde estão depositadas, desta forma são utilizados processos químicos e/ou físicos para torná-las visíveis e/ou aumentar seu contraste com a superfície em que estão assentadas (BALSAN *et al.*, 2019).

### 3.3 Metodologias de revelação papiloscópica

As técnicas de revelação papiloscópica são caracterizadas pela revelação das impressões papilares latentes - IPL (invisíveis a olho nu), mas servem para otimizar o contraste com as impressões visíveis e as superfícies onde estão depositadas, desta forma processos químicos e/ou físicos são utilizados no favorecimento de sua visualização ou ainda, aumentar seu contraste com a superfície em que estão assentadas (BALSAN *et al*., 2019).

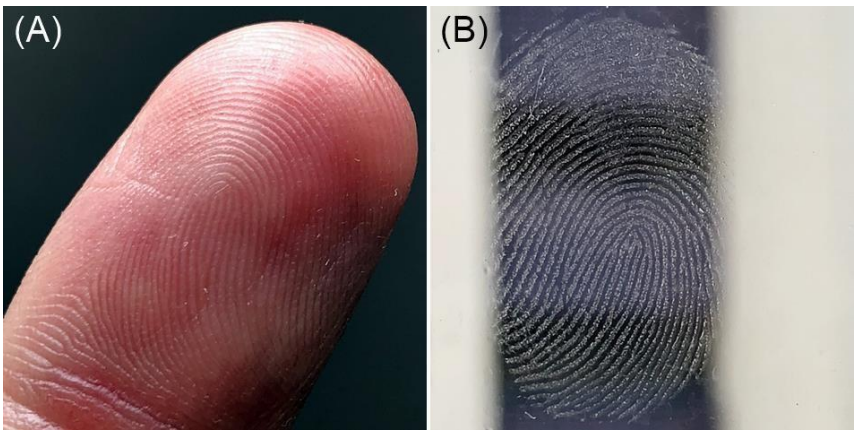
Nas cenas de crime ou quando necessário, faz se necessário tornar as impressões papilares latentes encontradas visíveis, isso para permitir uma comparação das amostras encontradas no banco de dados utilizado pela polícia (BARROS, 2019). Tais técnicas de revelação foram criadas para essas situações e são organizadas em ópticas, físico-químicas, químicas e físicas (PEIXOTO, RAMOS, 2010).

Em relação às técnicas ópticas, a fluorescência é amplamente utilizada. Baseia-se na absorção e emissão de energia, tal fenômeno se caracteriza pela liberação de um feixe de luz frequente com comprimento de onda referente a região do infravermelho ou ultravioleta, sendo

necessário o uso de uma lente como acessório para auxiliar a visualização do resíduo (PEIXOTO, RAMOS, 2010).

Cristas de fricção da falange distal (porção ventral) do dedo humano e uma impressão papilar latente (IPL) produzida a partir de toque de média pressão do mesmo dedo com uma superfície de vidro, nesse caso a visualização só é possível devido à transmissão difusa da luz nas gotículas que formam as cristas da impressão (Figura 8).

Figura 8 - (A) Cristas de fricção da falange distal (porção ventral) do dedo humano; (B) IDL produzida a partir de toque de média pressão do mesmo dedo com uma superfície de vidro.




Fonte: Autoria própria.

Quando se fala em revelação de IPLs, as técnicas físicas têm como fundamento o princípio da aderência ou solubilidade dos compostos dos reveladores das impressões latentes. Já os métodos químicos são aqueles que para revelar é necessário a interação entre o revelador e o resíduo da impressão digital, provocando uma reação química (FERREIRA *et al*., 2021).

A técnica a ser utilizada para a revelação da IDL dependerá da superfície a qual ela foi depositada. Nesse sentido, Rana e colaboradores (2021) e Figini (2017) relatam que existem dois tipos de superfícies: as porosas e as não porosas. As superfícies porosas são aquelas as quais possuem pequenos poros e irregularidades que permitem a penetração de materiais e substâncias externas como água, ar, pequenas partículas externas, poeira etc. Estes poros são responsáveis pela adsorção das substâncias e que compõem as Impressões papilares, o que permite que os resíduos perdurem por mais tempo sobre a superfície do material. Materiais como, tecidos, papéis, papelões e madeiras são amostras de superfícies porosas. Em relação as superfícies não porosas, elas são caracterizadas por serem lisas e não possuírem poros em sua superfície, exemplos desses materiais são vidros, plásticos e metais. Por não possuírem porosidade, elas se tornam mais frágeis em conservar os resíduos das impressões deixados em

sua superfície, podendo facilmente serem danificados por agentes externos (FIGINI, 2017; RANA *et al.,* 2021).

No Brasil a principal técnicas para a revelação das IPLs são os pós finos, ninidrina, fumigação de cianoacrilato, 1,8-diazafluoren-9-ona (DFO) e reagentes de pequenas partículas (BARROS, 2019). Diante das várias possibilidades, ressaltasse que não existe o método mais correto ou eficiente, para cada necessidade deve-se avaliar qual será a técnica que oferecerá o melhor resultado (GOMES, 2018).

## 3.4 Aplicação de pós para revelação de digitais

A utilização de pós para revelação de IPLs é um dos métodos mais arcaicos utilizados para essa finalidade, estudos apontam que sua utilização data de 1891. Ainda hoje as técnicas de revelação por pó são as mais utilizadas na papiloscopia (HOLDER; ROBINSON; LAUB, 2014).

Por conta de sua praticidade, portabilidade e fácil manuseio, os pós constituem o método físico de maior utilização em cenas de crime ou na bancada do laboratório, para realizar as revelações das IPLs, como ilustrado na Figura 9 (CONDOMITTI *et al*., 2020).

Figura 9- Revelação de impressões digitais pela técnica do pó.

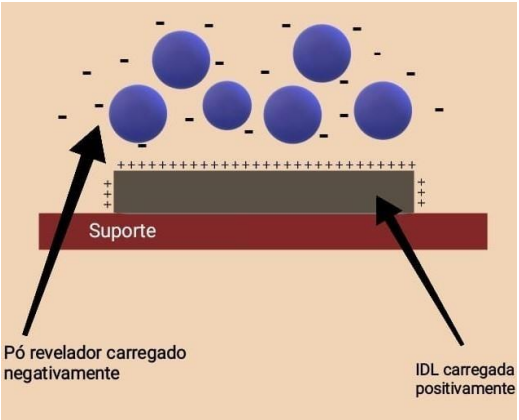


Fonte: Adaptado de https://blog.ipog.edu.br/tecnologia/o-que-faz-um-papiloscopista/

O método de revelação com pós pode ser aplicado tanto em superfícies lisas como porosas, mas apresenta melhores resultados em superfícies não porosas. Os ganhos com sua utilização estão relacionados à capacidade de revelar as impressões sem danificá-las, preservando assim as características dos contornos e sulcos, se executada de maneira correta (ALEM, 2019; FERREIRA *et al.*, 2021;).

Basicamente o método de revelação de impressões utilizando os pós tem por princípio a adesão. Por meio de ligações de hidrogênio e interações intermoleculares de Van de Waals, ocorre a adesão entre os componentes das impressões papilares e os pós reveladores. Além deste fenômeno, outras interações envolvendo a impressão são de grande importância, como as forças eletrostáticas e a morfologia dos materiais em relação à área superficial no qual o revelador será aplicado (Figura 10) (CARVALHO *et al.*, 2021).

Figura 10- Exemplo de interação eletrostática entre as partículas do pó e os componentes presentes na impressão digital




Fonte: Adaptado de CARVALHO *et al.* (2021).

A adesão dos pós às impressões papilares pode ocorrer por diferentes mecanismos, incluindo a atração eletrostática entre as partículas do pó e a superfície da pele, a formação de ligações químicas entre as moléculas do pó e as moléculas da IPL. Ainda é preciso verificar a distância entre as superfícies dos materiais utilizados no processo, pois não se observa interações entre as substâncias dos materiais quando esses apresentam um afastamento maior que 0,7 nm. Portanto, é importante que os pós reveladores tenham partículas com tamanho e forma adequados, de modo a permitir uma boa adesão às impressões papilares (CARVALHO *et al.*, 2021).

A eficiência do método de revelação de impressões papilares pode ser influenciada por vários fatores, incluindo a força de aplicação, o tipo de pincel utilizado, a experiência do perito, a umidade do ambiente e a superfície em que a impressão digital está aderida. A força de aplicação do pó de revelação é um fator crítico que pode afetar a qualidade da impressão digital revelada. Se a força aplicada for muito fraca, a impressão digital pode não ser revelada com nitidez, enquanto uma força excessiva pode resultar em danos à impressão ou à superfície na

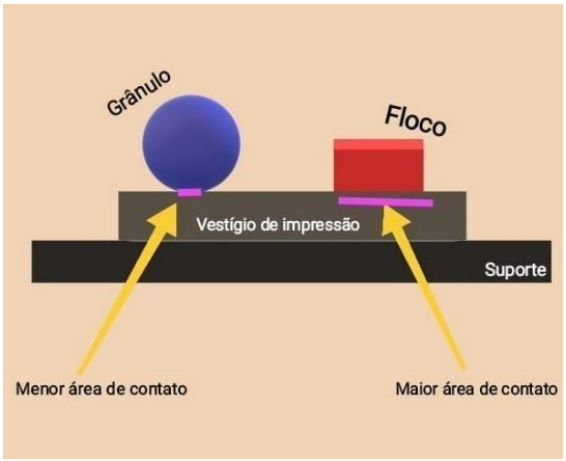
qual a impressão digital está aderida. O tipo de pincel utilizado também pode influenciar a eficiência do método. O tamanho, a rigidez e a qualidade das cerdas do pincel podem afetar a capacidade de transferir o pó para a superfície de forma uniforme e controlada, afetando assim a nitidez e qualidade da impressão digital revelada (CHEMELLO, 2006; MACEDO, CAMPOS, 2011; OLIVEIRA, 2016; PEIXOTO, RAMOS, 2010).

A experiência do perito na aplicação do pó de revelação de impressões papilares é outro fator importante a ser considerado. Um perito experiente pode ser capaz de aplicar

O pó de forma mais uniforme e controlada, produzindo uma impressão digital mais clara e nítida. A umidade do ambiente também pode influenciar a eficiência do método, uma vez que a umidade excessiva pode afetar a aderência do pó à superfície, prejudicando assim a qualidade da impressão digital revelada. Ainda a superfície em que a impressão digital está aderida também pode afetar a eficiência do método. Superfícies muito porosas ou texturizadas podem dificultar a transferência uniforme do pó de revelação, tornando mais difícil obter uma impressão digital clara e nítida (CHEMELLO, 2006; MACEDO, CAMPOS, 2011; OLIVEIRA, 2016; PEIXOTO, RAMOS, 2010).

Os pós ainda podem variar de acordo com sua granulometria e aspectos morfológicos. Verifica-se que os pós que apresentam melhores resultados em termos de revelações são aqueles que têm tamanho entre 5-12 $\mu m$, além de possuírem uma morfologia irregular. Nessa perspectiva de revelação, os pós que possuem um formato irregular levam vantagem em relação aos mais regulares, a sua superfície de contato permite uma maior interação com os vestígios investigados, devido à área superficial maior, (Figura 11). Já os pós de formas mais regulares e morfologia arredondada, tendem a se relacionar menos com os vestígios, podem rolarem sobre eles e o suporte, além de interagirem menos com sua superfície de contato (CARVALHO *et al.,* 2021).

Figura 11- Exemplo de interação eletrostática entre as partículas do pó e os componentes presentes na impressão digital.




Fonte: Adaptado de CARVALHO *et al.* (2021).

Ainda, a utilização da técnica de revelação pelo método do pó, deve levar em conta o tempo de deposição da amostra ou vestígio, pois a principal interação do pó revelador se dará com a água (FIGINI, 2012).

No caso de vestígios nupérrimos, acontece que com o decurso do tempo os componentes das digitais como água e os compostos voláteis são vaporizados, assim a interação ocorrerá com o constituinte sebáceo do vestígio. Nessa situação, as partículas do pó revelador são retidas nos vestígios das digitais em função da viscosidade do meio, considerando que quanto maior o percentual de resíduo lipídico menor será a mobilidade desses materiais (FIGINI, 2012).

A capacidade de um líquido envolver e se espalhar sobre um sólido é definida como molhamento, quando ocorre a superação da força de coesão do líquido pela adesão do sólido-líquido, pode-se definir molhamento total. Dessa forma, o líquido cobre toda a superfície do material sólido e se adere fortemente a ele (CARVALHO *et al.*, 2021).

Já quando ocorre a superação da força de coesão do líquido diante a adesão sólido-líquido, ocorre o molhamento parcial, ainda nesse sentido, o líquido, pode ser denominado como molhante ou não molhante. Dessa forma se potencializa a adesão do revelador aos vestígios das impressões, proporcionado pelo fenômeno da preponderância das forças de adesão entre o revelador e o vestígio, e como contrapartida ocorre a redução da força de retenção do resíduo (CARVALHO *et al*., 2021).

Os pós reveladores em sua maioria são compostos de uma mistura de pigmentos, agentes de ligação e outros componentes que ajudam a controlar a dispersão. De modo geral os

reveladores em pó possuem em sua constituição uma substância pigmentosa, que são partículas de cores variadas proporcionando a esses materiais essa propriedade adicional. Ainda conforme fabricante e o tipo de pó os pigmentos mais comuns incluem o ouro, a prata, o preto, o ciano, o magenta, o amarelo e o vermelho (NIJ, 2013; OLIVEIRA, 2016; SODHI, KAUR, 2001).

Exemplo de composição de pós pretos e brancos utilizados na composição dos materiais reveladores mais comuns em Papiloscopia Forense são apresentados no Quadro 2 (CARVALHO *et al.*, 2021; FIGINI, 2012).

QUADRO 2 - Composição dos pós reveladores brancos e pretos.

| Composição dos pós reveladores brancos Base | Composição |
|---|---|
| Óxido de titânio | 60% Dióxido de titânio, 20% talco e 20% caulim |
| Carbonato de chumbo | 80% Carbonato de chumbo, 15% Goma arábica, 3% alumínioem pó e 2% negro de fumo |
| **Composição dos pós reveladores pretos** | |
| Base | Composição |
| Óxido de ferro | 50% Óxido de ferro preto, 25% resina e 25% negro-de-fumo. |
| Dióxido de manganês | 45% Dióxido de manganês, 25% óxido de ferro preto, 25% negro-de-fumo e 5%resina |
| Negro-de-fumo | 60% Negro de fumo, 25% resina e 15% terra de fuller. |

Fonte: Adaptado de FIGINI (2012).

Já o aglutinante refere-se a um material utilizado para unir partículas sólidas ou outros materiais para formar uma estrutura mais estável, além de ser importante para proporcionar a

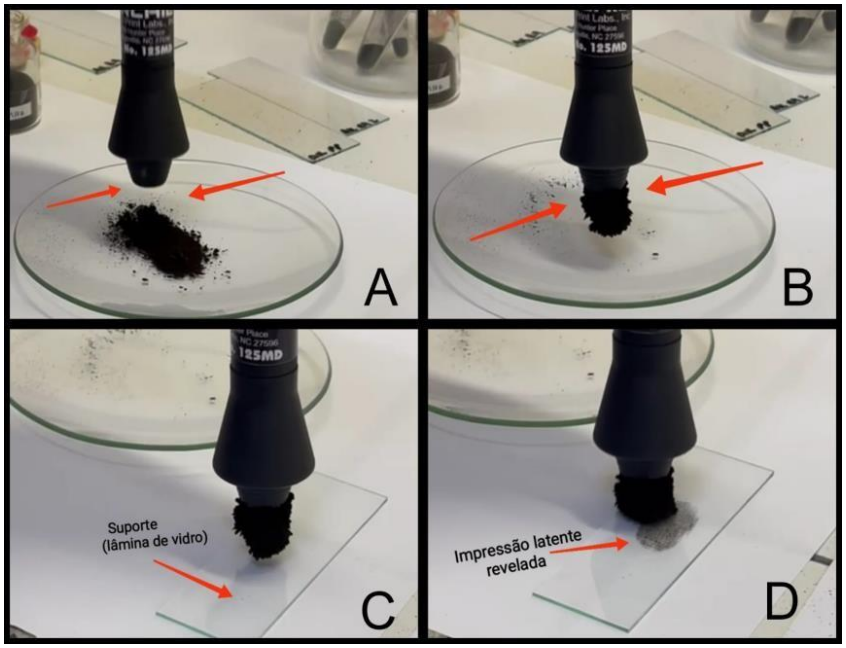
adesão do revelador aos vestígios das digitais. São exemplos de aglutinantes o pó de ferro, licopódio, amido de milho, colofónia e Goma arábica (NIJ, 2013; OLIVEIRA, 2016; SODHI, KAUR, 2001).

Os pós papiloscópicos são classificados em quatro tipos: regulares, metálicos, luminescentes e termoplásticos. Os pós regulares são compostos por pigmentos que produzem uma cor sólida e opaca, além de polímeros resinosos e os aglutinantes. Para garantirem o contraste visual são utilizados corantes como óxido de ferro (III), dióxido de manganês, dióxido de titânio e outros óxidos inorgânicos, eles são os mais comuns e amplamente utilizados (CARVALHO *et al.*, 2021; FIGINI, 2012).

Ainda, existem os reveladores comerciais metálicos que são pós constituídos de pigmentos que produzem uma cor metálica brilhante e refletiva, como ouro, prata e bronze. Eles são utilizados para produzir imagens de impressões papilares que evidenciam os detalhes das impressões papilares. Esse tipo de material, que geralmente é uma mistura de óxido de metais e metais, pode ser enriquecido com diversos outros componentes a fim de melhorar o contraste visual dos resíduos das impressões papilares. Como exemplo, pode-se citar o pó revelador a base de alumínio, largamente utilizado devido à baixa toxicidade e melhor custo-benefício em relação aos outros (FIGINI, 2012).

A combinação do óxido de ferro ou cobre na composição gera um pó magnético útil aos papiloscopistas, o pó magnético é composto de partículas de ferro revestidas com um material fluorescente ou colorido, que aderem às áreas úmidas das impressões papilares. Quando um campo magnético é aplicado ao pó, as partículas de ferro se aglutinam, formando uma camada visível sobre a impressão digital, de acordo com a Figura 12, (REIS, 2019).

Figura 12– Pincel magnético pronto para aplicação do pó. (A) Ponta do pincel prestes a entrar em contato com o pó magnético; (B) O pó magnético se adere a ponta do pincel, por conta do campo magnético; (C) O pó será aplica em uma IPL, sobre o suporte de vidro; (D



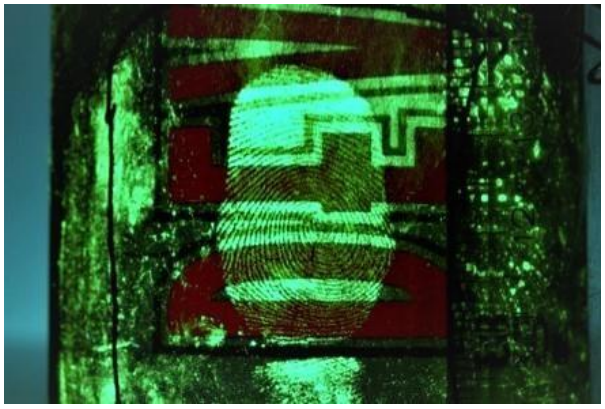

Fonte: Autoria própria

O material magnético é muito útil para ser aplicado em impressões frágeis, quando utilizado de maneira correta apenas o pó revelador entra em contato com os vestígios das digitais, diferente dos pinceis de cerdas que podem danificar a estrutura dos vestígios encontrados, outra vantagem dos pós magnéticos é que eles possibilitam a aplicação da quantidade mínima necessária para a revelação, proporcionando assim melhores resultados, com menor custo e redução de resíduos (REIS, 2019).

Já os pós luminescentes apresentam em sua composição a fotoluminescência, desse modo, eles são capazes de brilhar quando expostos a uma fonte de luz, como a luz ultravioleta. A fotoluminescência dos pós luminescentes ocorre devido a absorção de energia da luz e sua posterior liberação como luz. Os pós luminescentes são compostos por materiais luminescentes, como compostos orgânicos, minerais ou metais, que são formulados para brilhar na luz ultravioleta (FIGINI, 2012; REIS, 2019; SIRCHIE®, 2021)

Quando aplicados sobre uma superfície, os pós luminescentes aderem às áreas onde há gordura, proteína ou outros materiais corporais, deixando um contraste brilhante que pode ser vista com luz ultravioleta. Isso permite que os peritos visualizem impressões papilares latentes que seriam imperceptíveis a olho nu, comumente são utilizados em situações que apresentam impressões latentes, conforme Figura 13 (FIGINI, 2012; SIRCHIE®, 2021).

Figura 13- Impressão revelada com o pó fluorescente verde mediante a utilização da lanterna de 470 nm e filtro laranja.



Fonte: <https://cienciaccrime.files.wordpress.com/2011/09/5f51f-papi4.jpg>.

Por fim, os pós termoplásticos: são constituídos por materiais termoplásticos, que se tornam pegajosos quando aquecidos. Eles são usados para destacar impressões papilares latentes em superfícies suaves e flexíveis, como plástico ou borracha, ao serem aquecidos são fundidos ao resíduo (FIGINI, 2012; SIRCHIE®, 2021).

Embora diversos avanços tecnológicos ocorram anualmente no setor forense, diversas empresas do setor acrescentam aos produtos pós de quartzo ou pequenas partículas de plástico, a fim de melhorarem os resultados de seus produtos destinados as técnicas de revelação de impressões latentes utilizando os pós. Como exemplo dessas misturas, podemos citar a composição do pó dourado, que inclui flocos de bronze e pó de quartzo, bem como o pó prateado, composto por flocos de alumínio e pó de quartzo. Deve-se ressaltar que ambos os pós reveladores apresentam um elevado potencial toxicológico, tornando imprescindível o uso de Equipamentos de Proteção Individual (EPIs) para prevenir e reduzir o risco de contaminação (FIGINI, 2012).

De acordo com a *Safety Data Sheet da Sirchie*® (Ficha de Dados de Segurança) (2017), o pó de cor preta provavelmente é um produto carcinogênico pois uns dos seus componentes é o negro de fumo. Esse material é o produto da queima incompleta de materiais orgânicos, como carvão, madeira, gasolina, entre outros derivados petroquímicos (SILVA, 2009).

Além de sua produção ser prejudicial ao ambiente, pois eleva a poluição ambiental, não atender aos princípios da Química Verde, é composto principalmente de partículas de carbono e pode conter outros compostos químicos tóxicos, como dióxido de enxofre, monóxido de carbono e compostos orgânicos voláteis. A exposição prolongada ao negro de fumo pode ser prejudicial à saúde, pois pode causar irritação das vias aéreas, desconforto nasal, além de afetar o sistema respiratório e o sistema cardiovascular. (BALSAN *et al*., 2019; SILVA, 2009).

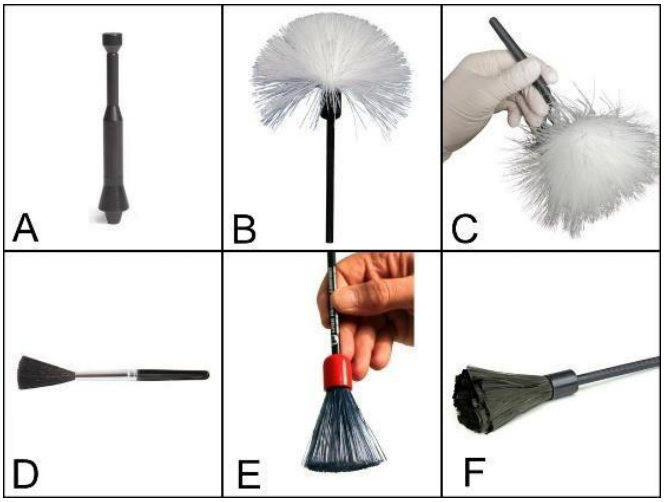
Estudo realizado com roedores com alta exposição e concentração do pó preto, por longo período, permitiu verificar que as cobaias apresentaram diversos problemas crônicos de saúde como, inflamação crônica, fibrose pulmonar e tumores pulmonares. Conjecturou-se que possíveis partículas do pó nos pulmões os sobrecarregaram e interferiram em sua purificação natural, levando o indivíduo ao agravamento ou cronicidade dos problemas de saúde (BALSAN *et al*., 2019).

Outra metodologia aplicada na papiloscopia é o uso do reagente de pequenas partículas (RPP). Esse material é utilizado quando há dificuldades relacionadas às condições das impressões que impossibilitam a utilização de outros métodos como componentes solúveis em água e a necessidade de aplicação a seco, esse reagente irá interagir com os compostos sebáceos da impressão digital. O dissulfeto de molibdênio é um composto comum utilizado na composição de reagentes de pequenas partículas (RPP) (FERREIRA *et al*., 2021).

Os pincéis utilizados em papiloscopia são ferramentas usadas para a coleta de impressões papilares. Eles são feitos de fibras sintéticas ou naturais, como cerdas de pelos de animais, e vêm em diferentes tamanhos e formatos. São uma ferramenta importante na papiloscopia, pois permitem que os peritos coletem impressões papilares de alta qualidade, que podem ser usadas para identificar indivíduos em investigações criminais ou em outras situações que exijam a identificação pessoal.

A Figura 14, apresenta várias opções de pinceis para aplicação de pós reveladores utilizados na Papiloscopia Forense.

Figura 14- Tipos de pinceis usados em Papiloscopia Forense: (A) Pincel magnético; (B) Pincel de fibra de vidro; (C) Pincel de plumas de Marabu branco; (D) Pincel de pelo de Camelo; (E) Pincel de Vibra de vibro hidrorepelente; (F) Pincel de Fibra de carbono




Fonte: Adaptado de SIRCHIE®, (2021).

A fumigação com iodo é uma técnica utilizada na papiloscopia para revelar impressões papilares. O objetivo da fumigação é destacar as características das impressões papilares, tornando-as mais visíveis para análise. A fumigação é realizada colocando uma pequena quantidade de iodo sublimado (iodo sólido que é transformado diretamente em gás) sobre a superfície onde há a suspeita de existir uma impressão digital. O iodo emite uma névoa de gás que reage com a gordura presente nas impressões papilares, tornando-as visíveis com cor escurecida na superfície, conforme Figura 15. O iodo fica aderido ao vestígio das IPLs transitoriamente por conta das interações intermoleculares, com o decurso do tempo, o contraste visual é perdido (LOBO; MACEDO, 2020).

Figura 15 - Impressão digital revelada com vapores de iodo



Fonte: SIRCHIE® (2016).

O *Safety Data Sheet da Sirchie*® (2016), classifica o iodo como um material tóxico e corrosivo, ou seja, a fumegação com iodo é uma técnica eficiente para revelar impressões papilares, mas também é potencialmente tóxica e deve ser realizada com precauções adequadas para garantir a segurança dos profissionais envolvidos.

Também é importante garantir uma ventilação adequada da área onde a fumegação é realizada para evitar a inalação excessiva de iodo. Atualmente, a tendência é a substituição desse método por outros mais tecnológicos e sensíveis, a fim de garantirem melhores resultados e um ambiente laboral mais saudável (LOBO; MACEDO, 2020).

O método de revelação com cianoacrilato é conhecido como método de "supercola" ou método de esmalte, das técnicas químicas de impressão papiloscópica é a que possui ampla utilização pelos papiloscopistas. O cianoacrilato é usado para revelar impressões papilares em superfícies não porosas, como plásticos, vidros e outros materiais lisos. As impressões papilares são reveladas pela condensação do vapor da supercola na superfície, sendo baseada na polimerização do composto éster de acrilato (ASSIS, 2020).

Os ésteres de cianoacrilato são compostos orgânicos que possuem um grupo nitrila (C≡N) e um grupo carboxilato (COOR) em sua estrutura. O grupo nitrila é altamente reativo, o que permite que o cianoacrilato reaja com as bases fracas presentes nas impressões papilares. A reação resulta na formação de ligações covalentes, ou seja, polimerização, que resulta na formação de uma réplica tridimensional da impressão digital. A reação de polimerização do cianoacrilato que origina um polímero duro e branco denominado de policianacrilato (ASSIS, 2020).

Além disso, os ésteres de cianoacrilato são líquidos incolores, o que os torna adequados para uso em aplicações forenses, o resultado é uma réplica da impressão digital. Entretanto, podem ser tóxicos se inalado em grandes quantidades e seus vapores de podem irritar o nariz, a garganta e os olhos, e em casos graves, causar dificuldade de respiração e outros problemas de saúde (ASSIS, 2020).

A Figura 16, representa uma câmara de vapor de cianoacrilato, que é um equipamento utilizado para aplicar o produto na superfície da impressão digital. O equipamento é composto por uma câmara fechada onde é colocado o reagente líquido e a superfície com a impressão digital a ser revelada. A câmara é fechada e vedada para evitar a fuga dos vapores tóxicos do cianoacrilato (SIRCHIE, 2016).

Figura 16- Câmara de vapor de cianoacrilato



Fonte: SIRCHIE, 2016.

O cianoacrilato tem como uma de suas principais desvantagens a falta de contraste em superfícies claras. Isto é devido ao fato de que o cianoacrilato forma uma réplica incolor ou com pouco contraste na superfície clara. Isso pode tornar difícil a identificação e visualização da impressão digital na réplica (SIRCHIE, 2016).

Por esse motivo, o cianoacrilato é mais frequentemente utilizado em superfícies escuras ou opacas, onde o contraste entre a réplica e a superfície é mais evidente. Além disso, para aumentar o contraste na superfície clara, é possível utilizar um processo de correção de fundo, que envolve a aplicação de uma camada adicional de material para melhorar a visualização da réplica, ou ainda aplicar pós sobre as impressões reveladas ou tratá-las com corantes como Rodamina 6G e Amarelo Básico (Figura 17) (FERREIRA, 2020; GOMES,2018).

Figura 17 - Revelação de impressão latente com cianoacrilato sem corante e com corante fluorescente




Fonte: Adaptado de OGMES (2018).

Os corantes que são utilizados na revelação de impressões papilares com cianoacrilato são geralmente lisocromos, ou seja, corantes que se ligam à superfície por meio de forças não covalentes, como ligações de hidrogênio ou interações van der Waals. Eles apresentam fluorescência na aplicação de luz ultravioleta (UV) ou luz visível, dependendo da molécula corante utilizada. Quando a luz UV é aplicada, o corante emite luz visível, o que aumenta o contraste e a visibilidade da réplica da impressão digital (FERREIRA, 2020; GOMES,2018).

O Amarelo Básico 40, por exemplo, apresenta fluorescência na faixa de comprimento de onda entre 415-485 nm, enquanto a Rodamina 6G fluoresce na faixa de 495-540 nm. Essas informações são úteis para escolher o corante mais adequado para cada aplicação, considerando a faixa de comprimento de onda da luz utilizada (FERREIRA, 2020; GOMES, 2018).

Na Papiloscopia Forense, a ninidrina é frequentemente usada como um reagente para desenvolver impressões papilares latentes em superfícies porosas, como papel. Quando a ninidrina é aplicada a uma superfície contendo uma impressão digital latente, ela reage com os aminoácidos presentes nos resíduos da impressão, formando um composto de cor púrpura conhecido como roxo de Ruhemann. O composto 1,2,3-triceto- hidrindeno hidratado é a molécula que é comumente conhecida como ninidrina, é um reagente químico utilizado em várias aplicações, incluindo a detecção de aminoácidos presentes nas impressões papilares latentes Figura 18. (LOBO; MACEDO, 2020; SIRCHIE®, 2011b).

Figura 18 - Revelação em papel com aplicação de ninidrina



Fonte: Adaptado de SIRCHIE®, 2012/13d; <https://ars.els-cdn.com/content/image/1-s2.0-S0187893X13731951-gr3.jpg>.

A interação de aminoácidos e a matriz celulósica em papéis pode ajudar a preservar as impressões papilares latentes depositadas nessa superfície por longos períodos, e a ninidrina é eficaz na revelação dessas impressões mesmo após um Longo período. No entanto, é importante observar que a qualidade e a clareza da impressão digital podem ser afetadas por vários fatores,

como a qualidade do papel, as condições ambientais e o tempo decorrido desde a deposição da impressão (LOBO; MACEDO, 2020; SIRCHIE®, 2011b).

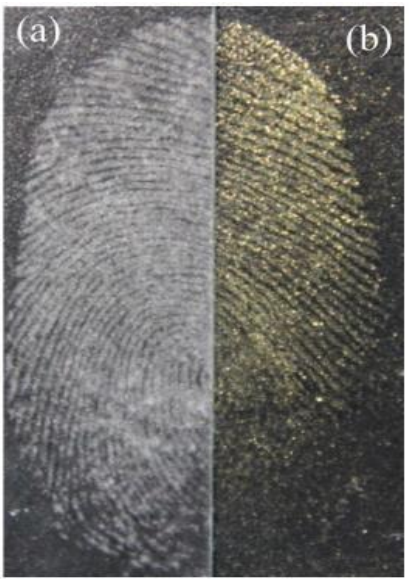
A solução de ninidrina pode ser aplicada de várias maneiras, incluindo spray, imersão ou pincel, dependendo das necessidades e do material em questão. Após a aplicação, é importante permitir que o material seja mantido por um período de 24 a 48 horas à temperatura ambiente e com umidade controlada, a fim de permitir que a reação ocorra completamente. No entanto, em algumas situações, pode ser necessário acelerar o processo, e isso pode ser feito com cuidado aquecendo a superfície, mas sem degradar o suporte da impressão. (LOBO; MACEDO, 2020; SIRCHIE®, 2011b).

É importante tomar precauções adequadas durante a manipulação da solução de ninidrina, pois a inalação ou aspiração da solução pode causar irritação das mucosas, edema pulmonar e pneumonia em casos mais graves. Portanto, deve-se usar equipamentos de proteção pessoal adequados, como luvas e máscaras, e manter a área bem ventilada durante a aplicação da solução (LOBO; MACEDO, 2020; SIRCHIE®, 2011b).

As metodologias tradicionais de revelação de impressões papilares, como o uso de pós e produtos químicos, podem apresentar desvantagens e riscos de toxicidade para o usuário e para o ambiente. Devido a essas desvantagens, têm sido desenvolvidas novas metodologias de revelação de impressões papilares, que buscam superar essas limitações e oferecer maior eficácia e segurança. Nessa perspectiva mais verde, podemos citar o pó de chalconas. Chalconas são compostos químicos que pertencem à classe dos flavonoides. Elas são formadas por uma estrutura de dois anéis aromáticos unidos por uma cadeia de três carbonos conjugados, formando um esqueleto básico de chalcona (Balsan *et al.,* 2019).

A chalcona *E*-1-fenil-3(4-metilfenil) prop-2-en-1-ona sintetizada nesse estudo foi utilizada como um agente revelador de impressões papilares em diferentes superfícies, e os resultados mostraram que ela apresentou uma boa eficiência na revelação de impressões papilares em comparação com outros pós reveladores comerciais (Figura 19). Além disso, a chalcona sintetizada apresentou baixa toxicidade em comparação com outros pós reveladores, tornando-a uma opção promissora para aplicações na área da papiloscopia.

Figura 19- Comparação entre aplicação do pó de chalcona
(a) e pó comercial de ouro padrão (b) na revelação de




Fonte: Adaptado de BALSAN *et al.*, (2019).

Algumas novas metodologias de revelação que utilizam nanomateriais vêm sendo testados atualmente. Os nanomateriais são materiais com dimensões na escala de nanômetros (1 nanômetro = 1 bilionésimo de metro) e apresentam propriedades físicas e químicas distintas das dos materiais em tamanho macroscópico. O uso de nanopós é uma outra técnica alternativa que pode ser utilizada em substituição aos reveladores convencionais na revelação de materiais. Os nanopós são partículas com dimensões na escala de nanômetros e apresentam uma alta superfície específica, o que pode resultar em uma maior sensibilidade e seletividade na revelação (BARROS, 2019; FERREIRA *et al.*, 2021).

Na produção de nanopós, é possível controlar com maior precisão o tamanho e a forma das partículas, o que pode levar a uma maior homogeneidade e uniformidade na revelação. Além disso, os nanopós podem apresentar outras propriedades físicas e químicas que podem ser exploradas para aprimorar a técnica de revelação ((BARROS, 2019; FERREIRA *et al.*, 2021).

## 3.5 Materiais de carbono

Os materiais de carbono ou à base de carbono constituem uma classe distintiva de substâncias intrinsecamente associadas ao elemento químico carbono, que desempenha o papel

central em sua composição. O carbono, em virtude de sua notável versatilidade e capacidade intrínseca de originar uma ampla gama de estruturas e compostos, confere aos materiais carbonáceos uma riqueza excepcional em termos de propriedades e aplicações (BURCHFIELD *et al*., 2017; CALLISTER JR, 2020; JENSEN, 2006).

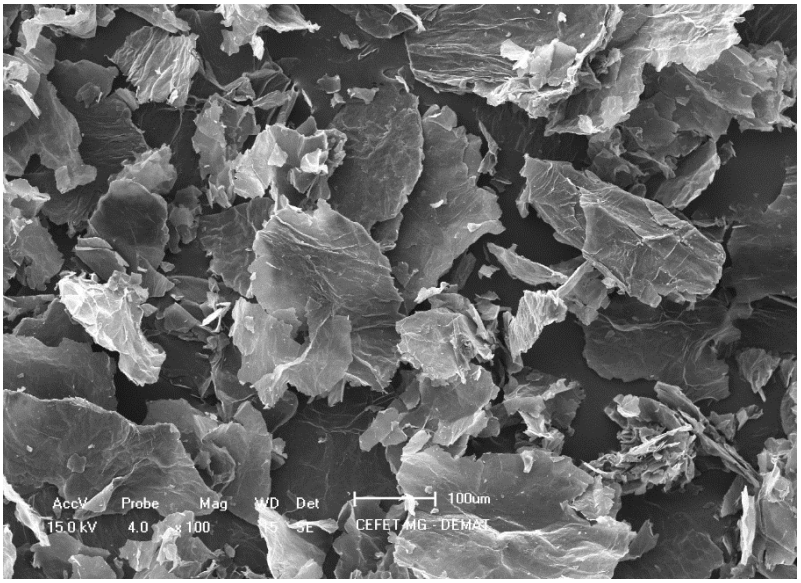
O carbono manifesta-se em várias formas alotrópicas notáveis, incluindo o grafite, com sua estrutura de camadas hexagonais planares, o diamante, com sua matriz cristalina tridimensional altamente dura, os fulerenos, moléculas de carbono em forma de esferas ocas ou elipsoides, os nanotubos de carbono de parede simples, cilindros compostos por uma única camada de átomos de carbono, os nanotubos de carbono de parede múltipla, consistindo em múltiplas camadas concêntricas, e o grafeno, uma única camada de átomos de carbono disposta em uma estrutura bidimensional hexagonal. Cada uma dessas formas alotrópicas possui propriedades físicas e químicas distintas, desempenhando papéis fundamentais na ciência dos materiais e em diversas aplicações tecnológicas (BURCHFIELD *et al*., 2017; CALLISTER JR, 2020; JENSEN, 2006).

### 3.5.1 Óxido de Grafeno

O Óxido de Grafeno (OG) é um material obtido a partir da oxidação do grafeno, no qual são introduzidos grupos funcionais contendo oxigênio, como carboxilas (C=O), hidroxilas (OH) e alquil-óxi (C-O-C), na superfície do grafeno. Obtido mediante adição de grupos químicos oxigenados na superfície do grafeno, resultando em um material altamente reativo e funcionalizado. O OG é um material promissor para várias aplicações devido às suas propriedades físicas e químicas únicas. Ele é altamente condutor de eletricidade e calor, é muito resistente e possui uma alta área superficial específica, o que o torna um excelente material para a adsorção de moléculas e compostos (ALMEIDA *et al*., 2019; IONIŢĂ *et al*., 2017; SOUZA, 2020; THAKRAN; KUMAR, 2018;).

O OG (Figura 20, p. 44), tem sido estudado em diversas áreas, como em dispositivos eletrônicos, materiais compósitos, sensores, catalisadores, energia e armazenamento de dados, entre outras. Como resultado, tem atraído a atenção da comunidade científica e da indústria como um material altamente promissor para aplicações futuras (ALMEIDA *et al*., 2019; IONIŢĂ *et al*., 2017; SOUZA, 2020; THAKRAN; KUMAR, 2018;).

Figura 20 - Micrografia obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura do OG.




Fonte: Dados experimentais.

Em contraste com o grafeno, que apresenta apenas camadas puras de carbono com uma espessura de um átomo, o OG possui grupos oxigenados ligados covalentemente à superfície. Em geral, grupos hidroxila e epóxido se encontram na região central, enquanto grupos carbonila, carboxila, diol, cetona, quinona e lactona se distribuem na superfície. A presença desses grupos funcionais confere ao OG propriedades físicas e químicas diferentes do grafeno (IONIŢĂ *et al*., 2017).

A incorporação de tais grupos resulta na formação de ligações covalentes envolvendo orbitais do tipo $sp^3$, em contraste com os orbitais do tipo $sp^2$ encontradas no grafeno não modificado, impactando a estrutura e estabilidade das folhas de grafeno oxidado, que se tornam mais espessas. Portanto, as folhas de OG adquirem uma maior espessura devido à presença de grupos funcionais de oxigênio e ligações covalentes envolvendo orbitais do tipo $sp^3$, influenciando as propriedades do material (ALMEIDA *et al*., 2019; AHMAD; FAN; HUI, 2018).

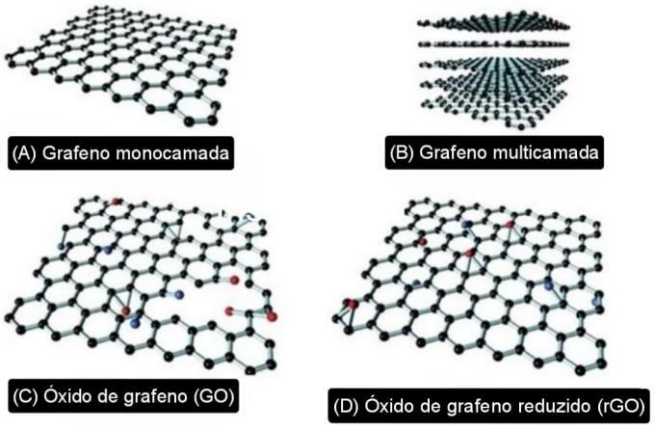
A existência desses grupos funcionais torna o OG altamente reativo e hidrofílico, favorecendo sua dispersão em soluções aquosas e orgânicas em comparação com o grafeno não modificado (SMITH *et al*., 2019; SOUZA, 2020; SUK *et al*., 2010).

Essas ligações $sp^3$ também podem afetar as propriedades elétricas e mecânicas do material, diminuindo sua condutividade elétrica e aumentando sua rigidez. No entanto, as propriedades elétricas e mecânicas do OG podem ser ajustadas mediante controle da densidade

e tipo de grupos funcionais presentes em sua superfície, permitindo sua aplicação em uma ampla variedade de campos (SMITH *et al*., 2019; SOUZA, 2020; SUK *et al*., 2010).

As estruturas do grafeno monocamada, grafeno multicamada, Óxido de grafeno e Óxido de grafeno reduzido estão apresentadas na Figura 21.

Figura 21 - Estrutura do grafeno e seus derivados. (A) grafeno monocamada, (B) grafeno multicamada, (C) grafeno oxidado e (D) grafeno oxidado



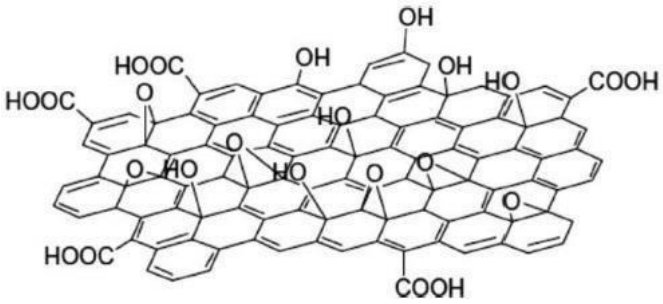

Fonte: Adaptado de IQBAL *et al.*, (2020).

A ampla variedade de rotas de síntese do OG, bem como as variações no grau de oxidação e no número de camadas, pode resultar em materiais com propriedades muito diferentes. Por exemplo, o grau de oxidação pode variar dependendo das condições de síntese, como a concentração do agente oxidante, tempo e temperatura de reação, além do tipo de grafeno usado como precursor (SMITH *et al*., 2019; SOUZA, 2020; SUK *et al*., 2010).

Devido à essas variações, é comum encontrar divergências na literatura em relação às propriedades do OG, especialmente em relação à sua condutividade elétrica, mecânica e térmica. Além disso, as diferentes técnicas de caracterização usadas pelos pesquisadores podem levar a resultados diferentes, o que também pode contribuir para as divergências observadas na literatura (SMITH *et al*., 2019; SOUZA, 2020; SUK *et al*., 2010).

O modelo estrutural da OG pelo plano basal de átomos de carbono $sp^3$ com os grupos funcionais pode ser representado por uma rede hexagonal de átomos de carbono, conforme apresentado na Figura 22, com grupos funcionais de oxigênio covalentemente ligados a alguns desses átomos de carbono. Os grupos funcionais podem estar distribuídos aleatoriamente ou seguir um padrão definido, dependendo do método de síntese empregado (CAMAROGS; SEMMER; SILVA, 2017; GAO *et al.*, 2009; MAGNE *et al.*, 2021).

Figura 22- Estrutura do óxido de grafeno e grupos funcionais



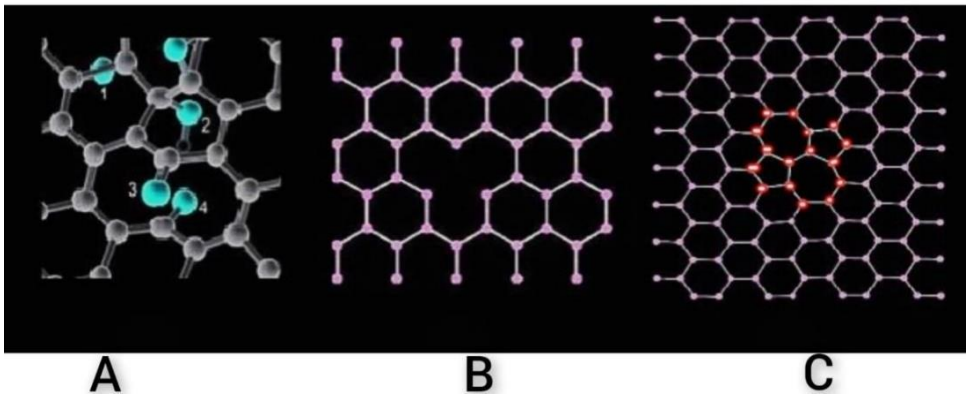

Fonte: Adaptado CAMARGOS, SEMMER E SILVA (2017).

A estrutura final do OG depende da rota sintética seguida e do grau de oxidação realizado no material. A oxidação química é a rota sintética mais comum para a obtenção de óxido de grafeno, e durante esse processo, a ação dos oxidantes pode originar defeitos na estrutura da rede hexagonal do grafeno, os defeitos e a heterogeneidade da estrutura do óxido de grafeno (CAMAROGS; SEMMER; SILVA, 2017; CORDEIRO, 2018; ZAMINPAYMA; RAZAVI; NAYEBI, 2017).

Por exemplo, a oxidação química pode gerar defeitos na rede hexagonal do grafeno (Figura 23 – A, p. 47), como grupos carboxila e hidroxila ligados a átomos de carbono adjacentes. Além disso, a redução química pode gerar defeitos de vacância (Figura 23 – B, p. 47) na estrutura, que são buracos deixados na rede hexagonal de carbono devido à remoção de átomos de oxigênio durante o processo de redução. Os defeitos de vacância podem ter efeitos significativos nas propriedades físicas e químicas do óxido de grafeno. Por exemplo, a presença de defeitos de vacância pode reduzir a condutividade elétrica do óxido de grafeno, uma vez que os elétrons têm menos caminhos para percorrer na rede hexagonal de carbono. Além disso, a presença de defeitos de vacância pode aumentar a reatividade química do óxido de grafeno,

tornando-o mais propenso a interagir com outras substâncias e materiais (CAMAROGS; SEMMER; SILVA, 2017; CORDEIRO, 2018; ZAMINPAYMA; RAZAVI; NAYEBI, 2017).

Figura 23 – Defeitos na estrutura do Óxido de grafeno




Fonte: Adaptado de ARAÚJO (2007); CAMAROGS, SEMMER; SILVA (2017).

Os defeitos de vacância podem ser introduzidos durante o processo de síntese do OG, como na oxidação química, ou podem ocorrer naturalmente devido a fatores como radiação ou temperatura. A manipulação e controle dos defeitos de vacância é importante para a obtenção do óxido de grafeno com as propriedades adequadas para aplicações específicas. Por exemplo, em algumas aplicações, a presença controlada de defeitos de vacância pode ser benéfica para aumentar a reatividade química do óxido de grafeno, enquanto em outras aplicações, a ausência de defeitos de vacância pode ser necessária para manter a alta condutividade elétrica do material (CAMAROGS; SEMMER; SILVA, 2017; CORDEIRO, 2018; ZAMINPAYMA; RAZAVI; NAYEBI, 2017).

Outro tipo de defeito que pode ser gerado é o defeito de Stone-Wales (Figura 23 - C), esse defeito é caracterizado pela rotação de um par de átomos de carbono em torno da ligação entre eles, seguida pela quebra de uma ligação carbono-carbono e pela formação de uma nova ligação entre os átomos adjacentes. Em outras palavras, um defeito de *Stone-Wales* envolve a mudança da orientação de dois átomos de carbono na rede hexagonal de carbono, criando uma estrutura em forma de Pentágono e heptágono em vez de hexágono. Essa mudança estrutural pode afetar as propriedades físicas e químicas do material, como a condutividade elétrica.

O defeito de *Stone-Wales* pode ser introduzido em estruturas de carbono de várias maneiras, incluindo exposição à radiação, deformação mecânica, processos de oxidação, entre outros. Em alguns casos, a presença controlada de defeitos de Stone-Wales pode ser desejável

para melhorar as propriedades do material para determinadas aplicações, como em dispositivos optoeletrônicos. Porém, em outras aplicações, é importante minimizar a presença desses defeitos, uma vez que eles podem reduzir a condutividade elétrica e mecânica do material (CAMAROGS; SEMMER; SILVA, 2017; CORDEIRO, 2018; ZAMINPAYMA; RAZAVI; NAYEBI, 2017).

Esses defeitos e heterogeneidades podem afetar as propriedades físicas e químicas do OG, como sua condutividade elétrica, sua capacidade de adsorção e sua estabilidade térmica. Portanto, o controle desses defeitos e heterogeneidades é importante para a obtenção de OG com propriedades específicas para diferentes aplicações (CAMAROGS; SEMMER; SILVA, 2017; CORDEIRO, 2018; ZAMINPAYMA; RAZAVI; NAYEBI, 2017).

As sínteses do OG podem ser organizadas em duas categorias principais: métodos oxidativos e métodos redutores. Os métodos oxidativos envolvem a utilização de agentes oxidantes, como ácido nítrico, ácido sulfúrico, peróxido de hidrogênio e permanganato de potássio, para oxidar o grafite e produzir o OG. Esses métodos geralmente produzem óxido de grafeno com uma alta densidade de grupos funcionais de oxigênio na superfície, como hidroxilas, epóxidos e carboxilas, o que torna o material hidrofílico e solúvel em água (FILHO, 2021; PENG *et al*., 2015; XAVIER, 2019).

Os métodos redutores, por outro lado, envolvem a utilização de agentes redutores, como hidrazina, boridreto de sódio e ácido ascórbico, para reduzir o OG e produzir grafeno reduzido (OGr). Esses métodos podem reduzir a densidade de grupos funcionais de oxigênio na superfície do OG, o que torna o material hidrofóbico e menos solúvel em água (FILHO, 2021; PENG *et al.*, 2015; XAVIER, 2019).

Ambos os métodos têm suas vantagens e desvantagens e podem ser escolhidos dependendo das aplicações desejadas do óxido de grafeno ou do grafeno reduzido. Brodie, utilizou uma mistura de ácido nítrico e ácido sulfúrico como agente oxidante para produzir o "ácido grafítico" a partir do grafite. O processo envolveu a imersão do grafite em uma solução de ácido nítrico e ácido sulfúrico fumegantes, seguida por aquecimento e lavagem para remover os ácidos. A técnica de Brodie era demorada e envolvia múltiplos ciclos de oxidação, lavagem e secagem, além disso, os gases produzidos durante a oxidação do grafite por ácido nítrico e sulfúrico são principalmente óxidos de nitrogênio, como $NO_2$ e $N_2O_4$ que podem ser tóxicos e prejudiciais à saúde se inalados em quantidades elevadas (FILHO, 2021; PENG *et al*., 2015; XAVIER, 2019).

Preparado pela primeira vez no século XIX, o OG desde então tem sido produzido principalmente pelos métodos propostos por Brodie e Staudenmaier, e pelo método Hummers, que foi idealizado no final da década de 1950 por William Hummers. Esses métodos de produção do óxido de grafeno são considerados os mais antigos e tradicionais e ainda são bastante utilizados atualmente. Além disso, existem muitas outras sínteses que foram desenvolvidas ao longo dos anos para a produção do óxido de grafeno, muitas das quais foram baseadas em modificações dos métodos originais (FILHO, 2021; PENG *et al*., 2015; XAVIER, 2019).

Atualmente as principais formas de obtenção do OG envolvem modificações do método de *Hummers*. O método *Hummers* é baseado na oxidação do grafite com ácido sulfúrico e nitrato de potássio, seguida de tratamento com peróxido de hidrogênio. Esse método é considerado destrutivo (*top-down*) porque o grafite é oxidado e degradado durante o processo de produção do OG (FILHO, 2021; PENG *et al*., 2015; XAVIER, 2019)

Ao longo dos anos várias modificações foram feitas no método *Hummers* para a obtenção de OG, com o objetivo de otimizar o processo e melhorar as propriedades do material final. Algumas das modificações incluem o uso de diferentes ácidos oxidantes, a adição de agentes de redução durante o processo de oxidação, e a variação das condições de reação, tais como temperatura e tempo (FILHO, 2021; PENG *et al*., 2015; XAVIER, 2019).

Além disso, a redução do OG para obtenção de grafeno também pode ser realizada de várias maneiras, como por exemplo, através da redução química com o uso de agentes redutores como hidrazina, borohidreto de sódio, ácido ascórbico, entre outros, ou por redução térmica em atmosfera controlada (FILHO, 2021; PENG *et al*., 2015; XAVIER, 2019).

Todas essas variações podem afetar diretamente as propriedades do OG e do grafeno produzidos, tais como tamanho das folhas, porcentagem de oxidação, grau de funcionalização, área superficial, condutividade, entre outras propriedades. É importante lembrar que a escolha do método e das condições de síntese devem ser feitas de forma cuidadosa para atender as necessidades específicas do estudo em questão (FILHO, 2021; PENG *et al*., 2015; XAVIER, 2019).

Peng e colaboradores (2015), relataram a síntese de óxido de grafeno a partir de grafite e ferrato de potássio em uma solução de ácido sulfúrico em um reator. Nesse estudo, os autores utilizaram o método de *Hummers* modificado. No entanto, a utilização de ferrato de potássio como oxidante na síntese de OG é uma técnica pouco comum e pode apresentar vantagens em

relação aos oxidantes tradicionalmente utilizados, como o permanganato de potássio (PENG *et al.*, 2015).

O método proposto por Peng *et al.* (2015) com o uso do oxidante ferrato de potássio, despertou interesse em outros pesquisadores que buscaram aprimorar ou modificar o processo de produção de óxido de grafeno. O trabalho de Yu, Wang e Chen (2016) propôs uma abordagem simples e verde que substituiu o ácido sulfúrico por peróxido de hidrogênio e alcançou um rendimento de 65%, superior ao método de *Hummers* e *Offeman*, que apresenta um rendimento de cerca de 40% (YU; WANG; CHEN, 2016).

Ao longo dos anos, foram propostas diversas modificações na metodologia de *Hummers* e *Offeman* para a produção de OG, com o objetivo de reduzir a quantidade de reagente inicial, além de utilizar substâncias oxidantes alternativas, ajustar o tempo de oxidação e outras condições de temperatura (DIAS *et al.*, 2020).

Dias e colaboradores (2020), propuseram uma metodologia modificada para a produção de OG que utiliza uma menor quantidade de reagentes e reduz a geração de resíduos tóxicos. A metodologia consiste em utilizar uma mistura de ácido sulfúrico e ácido nítrico em concentrações mais baixas do que as utilizadas na metodologia de *Hummers* e *Offeman*, e adicionar o grafite em pequenas porções à solução sob agitação. Além disso, a oxidação do grafite é realizada em temperatura ambiente, sem aquecimento externo (DIAS *et al.*, 2020).

Os resultados mostraram que a metodologia modificada foi capaz de produzir OG de alta qualidade, com alta pureza, poucos defeitos estruturais e alta superfície específica. Além disso, a metodologia reduziu significativamente a geração de resíduos tóxicos, em comparação com a metodologia original de *Hummers* e *Offeman* (DIAS *et al.*, 2020).

Essa metodologia modificada pode ser uma alternativa mais econômica, eficiente e sustentável para a produção de OG em escala de laboratório, contribuindo para o avanço das aplicações desse material em diversas áreas (DIAS *et al.*, 2020).

O OG apresenta propriedades que o tornam um material promissor como adsorvente para remoção de poluentes emergentes. Segundo o estudo de Ávila *et al.* (2017), o óxido de grafeno apresenta alta estabilidade química e térmica, além de uma grande área superficial e uma estrutura porosa, o que o torna capaz de adsorver uma ampla variedade de poluentes, como pesticidas, fármacos, corantes, metais pesados e outros compostos orgânicos (AVILA *et al.*, 2017).

Ainda, a funcionalização do grafeno oxidado (OG) pode ser empregada para modificar membranas em processos de tratamento de água, como destacado por Januário *et al.* (2019). A

funcionalização consiste na adição de grupos químicos na superfície do OG, com o objetivo de melhorar suas propriedades e torná-lo mais adequado para aplicações específicas (JANUÁRIO *et al.*, 2019).

No caso das membranas de tratamento de água, a funcionalização do OG pode conferir maior resistência à incrustação, ou seja, evitar a formação de camadas de incrustação na superfície da membrana, o que pode obstruir o fluxo de água. Além disso, a funcionalização pode aumentar a hidrofilia da membrana, o que facilita a passagem de água (JANUÁRIO *et al.*, 2019).

O OG pode ser disperso em substâncias polares, como água, etilenoglicol, *N*-*N*-dimetilformamida (DMF), *N*-metilpirrolidona (NMP) e tetraidrofurano (THF). Essas substâncias possuem polaridade suficiente para interagir com os grupos funcionais presentes na superfície do OG, promovendo sua dispersão e estabilização em suspensão. (PARK, RUOFF, 2009).

Além disso, é possível funcionalizar o OG por meio da reação com isocianatos, que podem levar à formação de grupos carbamato e amida na superfície do material, como destacado por Park e Ruoff, (2009). Essas funcionalizações podem aumentar a compatibilidade do OG com diferentes solventes e conferir novas propriedades ao material, como maior estabilidade em soluções e maior reatividade com outros compostos (PARK, RUOFF, 2009).

A obtenção de uma suspensão homogênea e solúvel em moléculas polares apróticas (ou seja, que não possuem hidrogênios ácidos) é importante para diversas aplicações do OG, como em processos de fabricação de materiais compósitos, revestimentos, sensores, entre outros. A dispersão adequada do OG nessas soluções pode garantir a eficiência e a homogeneidade do material em diferentes processos (PARK, RUOFF, 2009).

O trabalho de Pinto (2019), menciona que a modificação do OG com nanopartículas magnéticas de magnetita é uma das estratégias mais utilizadas para a obtenção do óxido de grafeno magnético (OGM). Nessa síntese, as nanopartículas de magnetita são adicionadas ao OG, seguidas de um processo de agitação e aquecimento para promover a ligação das nanopartículas à superfície do óxido de grafeno (PINTO, 2019).

Dessa forma, o OGM apresenta tanto as propriedades magnéticas das nanopartículas de magnetita quanto as propriedades de condutividade elétrica e mecânica do OG. Esse material tem potencial para aplicações em áreas como a biomedicina, na remoção de contaminantes em água e na produção de dispositivos eletrônicos com propriedades magnéticas (PINTO, 2019).

Paiva (2017), teve como objetivo a síntese e a funcionalização de nanoestruturas de óxido de grafeno magnético para aplicações em terapia fotodinâmica e fototérmica. O autor utilizou a síntese por método químico, semelhante ao descrito por Pinto (2019), para obter o óxido de grafeno magnético. Em seguida, realizou a funcionalização da superfície com grupos amino por meio da reação com 3-aminopropiltrietoxisilano e posterior lavagem com água destilada. Por fim, o autor realizou a funcionalização com um fotossensibilizador, tornando as nanoestruturas fluorescentes. (PAIVA, 2017).

### 3.5.2 Carvão ativado

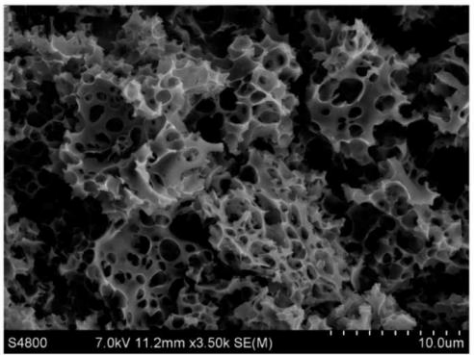
O CA é um material carbonáceo poroso que possui uma estrutura com uma grande quantidade de poros e uma área superficial elevada, o que lhe confere a capacidade de adsorver moléculas de substâncias orgânicas e inorgânicas tanto na fase líquida quanto na fase gasosa. Sua estrutura é composta por uma base grafítica onde os vértices e as bordas podem acomodar diferentes elementos, como oxigênio, nitrogênio e hidrogênio, formando grupos funcionais em sua superfície (DELGADO, 2019; IRURETAOGYENA, 2020; KAMEDA, 2020).

Esses grupos funcionais são responsáveis pela interação do CA com as moléculas de adsorvatos, tornando-o um material altamente eficiente na remoção de contaminantes presentes em líquidos e gases. A presença desses grupos funcionais na superfície do carvão ativado também pode conferir propriedades específicas, como a capacidade de catalisar reações químicas ou de remover metais pesados (PATRICK, 1995).

O CA é um dos adsorventes mais utilizados em processos de adsorção devido à sua alta capacidade adsortiva e sua ampla disponibilidade no mercado. Além disso, o carvão ativado possui uma grande área superficial, porosidade e uma ampla variedade de tamanhos de poros (Figura 24, p. 53), o que lhe confere uma capacidade de adsorção versátil para diferentes tipos de contaminantes presentes em fluidos. O CA é utilizado em uma ampla variedade de aplicações, incluindo a remoção de compostos orgânicos voláteis (COVs), poluentes atmosféricos, substâncias químicas em soluções aquosas, odor e gosto em água potável, entre outras. Além disso, o CA é um material relativamente barato e pode ser facilmente regenerado

e reutilizado em várias aplicações de adsorção (DELGADO, 2019; KAMEDA, 2020; IRURETAOGYENA, 2020).

Figura 24 – Micrografia do Carvão Ativado



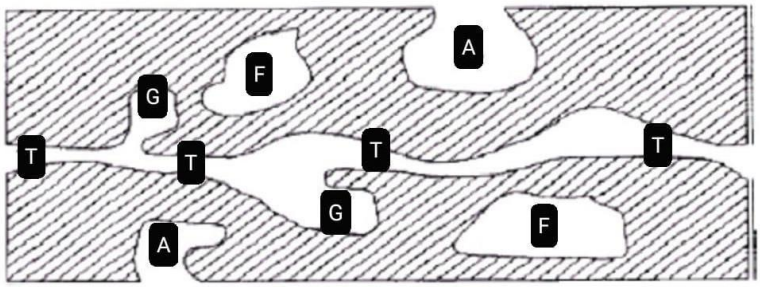

Fonte: https://meiobit.com/417297/o-que-e-carvao-ativado-ele-vai-salvar-o-rio-de-janeiro/

O Quadro 3 e a Figura 25 trazem informações sobre alguns dos variados tipos de poros existentes nos carvões ativados.

Quadro 3 – Classificação dos poros do carvão ativado

| | |
|---|---|
| Aberto | Orifício que se comunicam com a superfície externa |
| Poro de transporte | Poro aberto que permite o fluxo de fluido |
| Gaiola | Braço presente no poro de transporte, mas que não contribuem para ofenômeno de transporte |
| Fechado | Orifício isolado |

Figura 25- Esquema representativo dos diferentes tipos de poros do CA:
(A) Aberto; (F) Fechado; (G) Gaiola; (T) Poro de transporte.




Fonte: Adaptado de MOCELIN (2007).

De acordo com Claudino (2003), o CA é produzido a partir de materiais orgânicos, como madeira, casca de coco, turfa, carvão mineral, entre outros, que são submetidos a altas temperaturas em presença de um agente ativador, como o vapor de água, para gerar uma estrutura porosa e uma grande área superficial (CLAUDINO, 2003).

Desse modo, sua produção geralmente envolve duas etapas principais: carbonização e ativação. A etapa de carbonização é essencial, pois ela remove os componentes voláteis e gases leves presentes no material precursor, deixando uma massa de carbono fixo. Durante a carbonização, ocorrem diversas transformações químicas e físicas no material, como a quebra de ligações químicas e a eliminação de elementos voláteis, resultando em um carvão bruto com uma estrutura porosa primária (ALMEIDA, 2015; CLAUDINO, 2003; SCHNEIDER, 2008; TEXEIRA, 2020).

Essa estrutura porosa é importante para a etapa seguinte, que é a ativação. Na etapa de ativação, o carvão bruto é submetido a altas temperaturas em presença de um agente oxidante, que vai aumentar a porosidade e a área superficial específica do material, formando o CA final. A estrutura porosa primária formada durante a carbonização favorece a formação de poros maiores e mais complexos durante a ativação, resultando em um CA com uma alta capacidade de adsorção (ALMEIDA, 2015; CLAUDINO, 2003; SCHNEIDER, 2008; TEXEIRA, 2020).

Por isso, a etapa de carbonização é considerada um pré-tratamento do material, fundamental para o sucesso da produção de CA. A qualidade da matéria-prima utilizada e as condições de carbonização também podem influenciar as características do carvão bruto e, consequentemente, do CA final (ALMEIDA, 2015; CLAUDINO, 2003; SCHNEIDER, 2008; TEXEIRA, 2020).

A ativação física é um dos métodos de ativação do CA e consiste em tratar o produto da carbonização com gases oxidantes, como vapor d'água e dióxido de carbono, usados individualmente ou combinados, a altas temperaturas entre 800-1000°C. Esse processo provoca a formação de poros e a abertura de canais em toda a estrutura do carvão, aumentando a área superficial específica e a capacidade de adsorção do material. (ALMEIDA, 2015; CLAUDINO, 2003; SCHNEIDER, 2008; TEXEIRA, 2020).

Durante a ativação física, ocorrem diversas reações químicas entre o carvão e o agente oxidante, resultando na formação de novos grupos funcionais na superfície do carvão, como hidroxilas e carboxilas, que aumentam a capacidade de adsorção do material. Além disso, a alta temperatura provoca a desidratação e a quebra de ligações químicas na estrutura do carvão,

favorecendo a formação de poros maiores e mais complexos. (CLAUDINO, 2003; MORENO *et al.*, 2000; SCHNEIDER, 2008).

De acordo com Sudaryanto e colaboradores (2006), a ativação física geralmente ocorre em temperaturas mais elevadas do que as usadas na ativação química, geralmente entre 800 e 1000° C, e é realizada com a utilização de agentes oxidantes como o vapor d'água e o $CO_2$. Embora apresente rendimento menor do que a ativação química, a ativação física possui algumas vantagens em relação a essa última (SUDARYANTO *et al.*, 2006).

Uma das principais vantagens da ativação física é que ela produz baixos teores de gases, como $CO_2$ e CO, durante o processo, tornando-a mais ambientalmente amigável. Além disso, a ativação física permite um maior controle da distribuição de poros e da atividade química da superfície do CA, o que pode ser benéfico para a sua aplicação em determinadas áreas (SUDARYANTO *et al.*, 2006).

Por outro lado, a ativação química geralmente gera CA com poros maiores, incluindo macroporos e mesoporos, o que é mais apropriado para a adsorção de moléculas de tamanho maior, como corantes e compostos orgânicos. Além disso, a ativação química pode modificar a química da superfície do CA, o que pode ser benéfico em algumas aplicações específicas, como a remoção seletiva de contaminantes específicos (SUDARYANTO *et al.*, 2006).

A ativação química pode ser realizada em condições mais brandas do que a ativação física, geralmente entre 400 e 900 °C. Além disso, o processo de ativação química geralmente produz um rendimento maior do que a ativação física, tornando-o mais econômico em alguns casos. No entanto, o processo de ativação química pode gerar resíduos tóxicos, e a química da superfície do CA produzido por esse método pode ser diferente daquela do CA produzido por ativação física (PEREIRA, *et al.*, 2008).

Na ativação química, o precursor é impregnado com o agente ativante, como cloreto de zinco ($ZnCl_2$), ácido fosfórico ($H_3PO_4$), ácido clorídrico (HCl), ácido nítrico ($HNO_3$), hidróxido de sódio (NaOH) ou hidróxido de potássio (KOH), por um período que pode variar de algumas horas a vários dias, dependendo do agente ativante e da temperatura. Em geral, o precursor é primeiro seco e depois impregnado com a solução do agente ativante, sendo mantido em repouso por um período para que haja a difusão do agente ativante no material. A temperatura é geralmente mantida em torno de 100 ºC durante a impregnação. Após a impregnação, o material é submetido à carbonização e ativação, geralmente em temperaturas entre 500 e 900ºC, para produzir o CA com as características desejadas (AHMEDNA; MARSHALL; RAO, 2000; HUIDOBRO; PASTOR; RODRÍGUEZ, 2001).

A escolha da matéria-prima é um fator importante na produção de carvão ativado, pois determina as características finais do produto. Idealmente, a matéria-prima deve ter um alto teor de carbono fixo e baixo teor de cinzas e outros minerais, a fim de produzir um CA com alta porosidade e área superficial (BOUCHELTA *et al.*, 2008; ZABANIOTOU; STAVROPOULOS; SKOULOU, 2008).

Os produtos de origem vegetal são amplamente utilizados como matérias-primas na produção, especialmente materiais lignocelulósicos, como madeiras, cascas de coco, bagaço de cana-de-açúcar, sementes de frutas, entre outros. Esses materiais têm como componentes químicos fundamentais a celulose, hemicelulose e lignina, que se decompõem durante a carbonização para formar um material carbonáceo com uma estrutura porosa.

Além disso, o uso de rejeitos agrícolas como matérias-primas na produção de CA tem ganhado destaque devido aos seus benefícios ambientais e econômicos. Esses materiais são geralmente resíduos de processos industriais ou agrícolas e, portanto, seu uso como matérias-primas na produção de carvão ativado pode ajudar a reduzir a quantidade de resíduos gerados e contribuir para a sustentabilidade (BOUCHELTA *et al.*, 2008; ZABANIOTOU; STAVROPOULOS; SKOULOU, 2008).

A IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*) estabelece uma classificação dos poros de materiais porosos com base no diâmetro dos poros e na capacidade de adsorção de moléculas. a distribuição do tamanho dos poros e volume específico total de um material poroso é crucial para sua capacidade de adsorção, permitindo que gases e líquidos acessem a superfície do material e sejam retidos nos poros. E, como mencionado anteriormente, a IUPAC estabelece uma classificação de poros de acordo com seu diâmetro (AYGÜN; DUMAN, 2003; MIYATA, *et al.*, 2003; SING, *et al.*, 1985; TEXEIRA, 2020).

A IUPAC classifica poros com base no diâmetro em micro-poros (<2 nm), meso-poros (2-50 nm) e macro-poros (>50 nm). Micro-poros adsorvem moléculas pequenas como gases nobres, meso-poros adsorvem moléculas médias como alcanos, e macro-poros adsorvem moléculas grandes como polímeros. Essa classificação guia a escolha de materiais porosos para diversas aplicações (AYGÜN; DUMAN, 2003; MIYATA, *et al.*, 2003; SING, *et al.*, 1985).

A área superficial total disponível do adsorvente é uma das propriedades mais importantes para o processo de adsorção. Quanto maior a área superficial do adsorvente, maior será a quantidade de moléculas que poderão ser adsorvidas em sua superfície. A área superficial do adsorvente está diretamente relacionada à sua estrutura porosa, como discutido

anteriormente. Materiais com uma maior quantidade de poros, especialmente os poros de tamanho micro e mesoporos, têm uma maior área superficial e, portanto, uma maior capacidade de adsorção. A distribuição de tamanho de poros também é importante, pois poros maiores permitem a adsorção de moléculas maiores, enquanto poros menores podem reter moléculas menores e mais leves (ALMEIDA, 2015; TEXEIRA, 2020).

No entanto, é importante notar que a área superficial total não é a única propriedade do adsorvente que afeta a adsorção. Outros fatores, como a energia de superfície e a afinidade química do adsorvente pelo adsorbato, também desempenham um papel importante. Portanto, a seleção do adsorvente ideal para uma aplicação específica deve levar em consideração várias propriedades do material, além da área superficial total (ALMEIDA, 2015; TEXEIRA, 2020).

Ainda, a adsorção pode ser dividida em dois tipos principais: adsorção física (fisissorção) e adsorção química (quimissorção). Na adsorção física, também chamada de adsorção por forças de Van der Waals, a adsorção ocorre por meio de interações fracas e não específicas entre as moléculas do adsorvato e o adsorvente. As forças de adsorção física incluem dipolo-dipolo, dipolo-induzido, dispersão de London e interações de hidrogênio. A adsorção física é um processo reversível e, portanto, o adsorvato pode ser facilmente removido do adsorvente por meio de processos como aquecimento, redução da pressão ou aumento da temperatura (COELHO *et al.*, 2014; PEREIRA *et al.*, 2008; TEXEIRA, 2020)

Na adsorção química, também conhecida como quimissorção, a adsorção ocorre por meio de ligações químicas fortes e específicas entre as moléculas do adsorvato e o adsorvente. Essas ligações químicas geralmente envolvem átomos de oxigênio, nitrogênio, enxofre ou metais presentes na superfície do adsorvente. A adsorção química é um processo irreversível, o que significa que o adsorvato não pode ser facilmente removido do adsorvente. A adsorção química é geralmente mais seletiva do que a adsorção física e é usada para remover contaminantes específicos de efluentes (COELHO *et al.*, 2014; PEREIRA *et al.*, 2008; TEXEIRA, 2020)

A diferença entre os dois tipos de adsorção está relacionada à força das ligações que ocorrem entre as moléculas do adsorvato e do adsorvente. Na adsorção física, as forças de Van der Waals são fracas e não específicas, enquanto na adsorção química, as ligações químicas são fortes e específicas. (COELHO *et al.*, 2014; PEREIRA *et al.*, 2008; TEXEIRA, 2020)

Comparação entre as características da fisissorção e da quimissorção (Quadro 4, p. 58), (TEXEIRA, 2020).

Quadro 4 - Comparação entre adsorção física e adsorção química

| **Adsorção Física** | **Adsorção Química** |
|---|---|
| Baixo calor de adsorção | Alto calor de adsorção |
| Não específica | Altamente específica |
| Monocamada ou multicamada | Somente monocamada |
| Nenhuma dissociação das espécies adsorvidas | Pode envolver dissociação |
| Significante somente a temperaturas relativamente baixas | Possível em uma ampla faixa de temperatura |
| Rápida, não ativada, reversível | Ativada, pode ser lenta e irreversível |
| Sem transferência de elétrons. Pode ocorrer polarização do adsorvato. | Transferência de elétrons com formação de ligações entre adsorvato e adsorvente. |

Fonte: Adaptado de TEXEIRA (2020)

A estrutura do CA é basicamente constituída por camadas hexagonais paralelas formadas de carbono tetraédrico, que estão interligadas pelos vértices dos átomos de carbono. Ainda, a estrutura do CA pode conter elementos como oxigênio, nitrogênio e hidrogênio, que podem estar presentes na forma simples ou como grupos funcionais (ALMEIDA, 2015; TEXEIRA, 2020).

Esses elementos podem estar presentes na estrutura do CA como impurezas ou como parte dos grupos funcionais presentes em sua superfície, como hidroxilas, cetonas, ésteres, carboxilas, entre outros. A presença desses grupos funcionais pode aumentar a capacidade do CA de adsorver determinados compostos em sua superfície, tornando-o mais seletivo para a remoção de determinados poluentes em meio aquoso ou gasoso (ALMEIDA, 2015; TEXEIRA, 2020).

A presença de grupos funcionais contendo oxigênio, como carbonilas, carboxilas, hidroxilas e enóis, na superfície do CA pode afetar suas propriedades de adsorção, carga superficial e reatividade. A presença desses grupos pode aumentar a afinidade do carvão ativado por compostos polares em solução, como compostos orgânicos contendo grupos funcionais hidroxila ou carboxila, ou íons metálicos carregados positivamente em solução. Além disso, o

CA pode ser modificado por meio de tratamento térmico, oxidação e impregnação com compostos inorgânicos para alterar suas propriedades de adsorção e seletividade para determinados poluentes. Por exemplo, a oxidação do CA com ácido nítrico pode aumentar a densidade de grupos carboxila em sua superfície, aumentando assim a capacidade de adsorção para íons metálicos em solução (ALMEIDA, 2015; TEXEIRA, 2020).

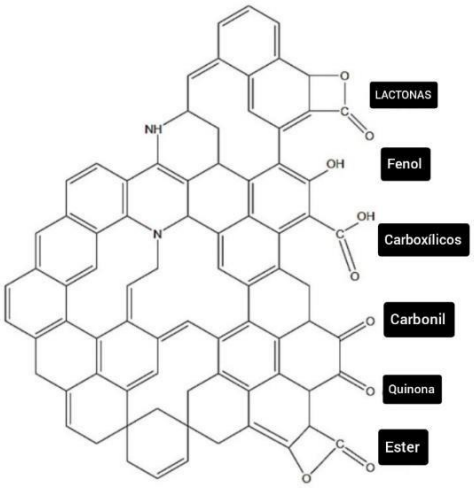
Os grupos funcionais presentes na superfície do CA, como hidroxila, carbonila e carboxila, apresentam cargas elétricas que podem influenciar no comportamento ácido-base do material. Em solução aquosa, esses grupos podem ionizar e liberar ou captar prótons, conferindo ao carvão ativado um caráter anfótero. Por exemplo, a presença de grupos carboxila confere um caráter ácido à superfície do carvão ativado, enquanto a presença de grupos hidroxila confere um caráter básico (ALMEIDA, 2015; TEXEIRA, 2020).

Um CA com caráter básico tende a ter uma carga superficial positiva e, portanto, preferirá adsorver moléculas com carga negativa (como íons ácidos). Por outro lado, um CA com caráter ácido terá uma carga superficial negativa e, portanto, terá maior afinidade por moléculas com carga positiva (como íons básicos). No entanto, vale lembrar que a seletividade de adsorção também depende de outras propriedades, como o tamanho e a forma das moléculas adsorvíveis e a estrutura dos poros do CA (BANSAL; OGYAL, 2005; RAMÓN *et al.*, 1999).

De acordo com a classificação proposta por Boehm, os principais grupos que conferem o caráter ácido ao CA são os grupos carboxílicos, anidridos e lactonas. Esses grupos apresentam pH de ponto de carga zero (pHpzc) abaixo de 7, o que significa que a superfície do material com esses grupos está carregada positivamente em soluções com pH acima de 7, tornando-se ácida. Alguns grupos como cetona, éteres, pironas e cromenos podem contribuir para as propriedades básicas da superfície do carvão ativado, conforme mencionado anteriormente. A presença desses grupos resulta na formação de complexos superficiais de oxigênio que podem atuar como sítios básicos. Esses sítios apresentam regiões ricas em elétrons π que podem doar pares de elétrons para espécies em solução, atuando como base de Lewis (BANSAL; OGYAL, 2005; RAMÓN *et al.*, 1999).

Desenho esquematizado dos principais grupos funcionais na superfície dos CAs (Figura 26, p.60).

Figura 26- Principais grupos funcionais presentes na superfície dos carvões ativados




Fonte: Adaptado de ALMEIDA (2015).

Os compósitos de Fe/CA são materiais que combinam a alta capacidade de adsorção do CA com a capacidade de oxidação do ferro. Eles têm sido amplamente estudados como adsorventes eficazes para a remoção de contaminantes orgânicos e inorgânicos em meio aquoso, incluindo compostos tóxicos como fenóis, corantes, herbicidas, pesticidas, metais pesados e íons nitrato. A combinação de adsorção e oxidação permite que esses compósitos sejam eficazes em uma ampla variedade de aplicações de tratamento de água e efluentes (KÄFER, 2021).

O estudo realizado por Castro e colaboradores (2009a) teve como objetivo preparar e avaliar dois compósitos de carvão ativado/óxido de ferro, com 33% e 9% de Fe total, respectivamente. O processo de preparação envolveu a impregnação de $FeCl_3$ no carvão ativado, seguida de calcinação em forno com atmosfera controlada de ar e nitrogênio. A eficiência dos compósitos na remoção de corante reativo foi avaliada, mostrando-se bastante promissora (CASTRO *et al.*, 2009; KÄFER,2021).

Em outro trabalho, Castro *et al.* (2009) propôs um mecanismo de reação para o processo de adsorção e oxidação de corante azul de metileno (AM) utilizando compósitos de carvão ativado/óxido de ferro. O mecanismo consiste na formação de radicais livres hidroxila (•OH) pela reação do ferro com o peróxido de hidrogênio ($H_2O_2$), que podem oxidar tanto moléculas dissolvidas no meio aquoso quanto as adsorvidas na superfície das partículas de CA. A oxidação pode ocorrer por meio de uma transferência de elétrons ou uma transferência de hidrogênio. A presença de grupos funcionais na superfície do carvão ativado e a distribuição dos íons de ferro na superfície do material afetam a capacidade de adsorção e a eficiência do processo de

oxidação. O estudo concluiu que a adição de óxido de ferro ao carvão ativado aumentou a eficiência do processo de adsorção e oxidação do corante azul de metileno (CASTRO *et al.*, 2009; KÄFER,2021).

O trabalho de Duarte, Maldonado-Hódar e Madeira (2012) teve como objetivo otimizar o tamanho de partícula do CA impregnado com óxido de ferro no processo heterogêneo do tipo Fenton, para a remoção de corantes. O estudo avaliou a influência do tamanho das partículas na eficiência de remoção de corantes, além de investigar as propriedades físico-químicas dos materiais. Os resultados mostraram que o tamanho das partículas do CA impregnado com óxido de ferro influencia significativamente a eficiência do processo de remoção de corantes. Partículas menores apresentaram melhor eficiência de remoção, provavelmente devido a uma maior disponibilidade de sítios reativos na superfície. No entanto, partículas muito pequenas também apresentaram menor estabilidade em relação às partículas maiores (DUARTE; MALDONADO; MADEIRA, 2012; KÄFER,2021).

O estudo concluiu que o tamanho de partícula ideal para o CA impregnado com óxido de ferro depende das características do corante a ser removido, bem como das condições do processo de remoção. A escolha do tamanho ideal pode permitir um melhor aproveitamento do material, com maior eficiência e estabilidade (DUARTE; MALDONADO; MADEIRA, 2012; KÄFER,2021).

Duarte et al. (2013), prepararam um catalisador de Ferro Carvão ativado (CA/Fe) com 7% em peso de acetato de ferro (II). Esse catalisador foi utilizado para tratar um efluente por meio da reação de Fenton heterogênea, que envolve a produção de radicais livres altamente reativos para oxidar compostos orgânicos. O objetivo do trabalho foi avaliar a influência do tamanho das partículas de carvão ativado impregnado com óxido de ferro no processo de degradação do corante reativo azul 19 (RBBR) (DUARTE; MALDONADO; MADEIRA, 2012; KÄFER,2021).

Para isso, foram testados tamanhos de partícula de carvão ativado na faixa de 0,3 a 1,0 mm. Os resultados mostraram que a eficiência da degradação do corante aumentou com o tamanho da partícula, atingindo um valor máximo para partículas de 0,8 mm. Esse tamanho de partícula apresentou a melhor relação entre a área superficial e a massa de catalisador, proporcionando uma maior disponibilidade de sítios ativos para a oxidação do corante. Além disso, verificou-se que o AC/Fe apresentou uma alta estabilidade, mantendo sua eficiência catalítica após cinco ciclos de reutilização. (DUARTE; MALDONADO; MADEIRA, 2012; KÄFER,2021).

O estudo de Silva *et al.* (2017) descreve a síntese de catalisadores à base de óxidos de ferro suportados em CA derivado de cascas de amendoim para remoção do corante Azul de Metileno (AM) de águas residuais por meio da oxidação tipo Fenton heterogênea. Os autores utilizaram um método de impregnação a seco para sintetizar os catalisadores, adicionando soluções de nitrato de ferro e amônio aos suportes de carvão ativado derivado de cascas de amendoim. Os catalisadores foram calcinados em forno a temperaturas de 300 °C e 500 °C para promover a oxidação e formação de óxidos de ferro suportados no CA (KÄFER,2021; Silva *et al.*, 2017).

O trabalho de Melo *et al.* (2018), investigou a adsorção do corante reativo Blue 5G em CA de osso bovino (BAC) e em um material híbrido funcionalizado com magnetita (FBAC), a fim de avaliar o efeito da presença de nanopartículas magnéticas na remoção do contaminante. O carvão ativado de osso bovino (BAC) foi produzido por pirólise do osso bovino a 600 °C, seguido de ativação química com ácido fosfórico. O material híbrido funcionalizado com magnetita (FBAC) foi preparado pela impregnação do BAC com uma solução de cloreto de ferro (III) seguida de tratamento com hidróxido de sódio (KÄFER,2021; MELO *et al.*, 2018).

Em resumo, o trabalho de Melo *et al.* (2018) investigou a adsorção do corante reativo Blue 5G em CA de osso bovino (BAC) e em um material híbrido funcionalizado com magnetita (FBAC), e avaliou o efeito da presença de nanopartículas magnéticas na remoção do contaminante. O FBAC apresentou uma eficiência de remoção significativamente maior do que o BAC e uma maior facilidade de separação do meio reacional por meio de um ímã. (KÄFER,2021; MELO *et al.*, 2018).

Em suma, os compósitos Fe/CA têm sido amplamente estudados para diversas aplicações devido às suas propriedades adsorventes e catalíticas. A impregnação de óxidos de ferro em carvão ativado é uma das metodologias mais utilizadas para produzir esses compósitos. (KÄFER, 2021).

Devido as características apresentadas, o CA pode ser mais uma alternativa para ser utilizado como pó revelador de impressões papilares. Devido à sua alta capacidade de adsorção, o CA pode aderir a resíduos oleosos e sujeira presentes nas impressões papilares, revelando a imagem da impressão com maior clareza e contraste visual.

# 4 METODOLOGIA

A seguir são apresentados os métodos utilizados, assim como as técnicas e procedimentos experimentais, que foram realizados no Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG) e no Laboratório do Núcleo de Identificação (NID) da Superintendência da Polícia Federal em Minas Gerais (PF/SR- MG), referentes à utilização do OG, CA e seus derivados nas aplicações forenses.

Após testes preliminares de revelação com o OG e CA, material de partida, o projeto se baseou em três etapas principais: (1) a funcionalização química do OG e CA, incluindo a magnetização do derivado de CA, (2) a caracterização dos materiais de partida e dos seus derivados e (3) testes de revelação com os novos materiais e comparação com o pó revelador de referência, o pó preto.

Na primeira e segunda etapas, foi realizado a funcionalização química do OG e CA. Essa etapa teve por objetivo modificar a superfície dos materiais no interesse de aumentar sua interação com as moléculas presentes nas impressões papilares.

Após a funcionalização química, foi realizada a magnetização do CA. A magnetização é um tipo de funcionalização do material. No caso do carvão foram feitas funcionalizações até chegar a um material magnético. Incialmente oxidação química para aumentar os sítios de interação ou pontos de inserção de novos grupos funcionais. Após oxidação, foi introduzido o grupo funcional nitrogenado ou foi realizada a deposição do material magnético com o carvão. Essa etapa envolve a utilização de um campo magnético (ímã) para orientar as partículas magnéticas, permitindo a sua separação e manipulação em testes posteriores.

Após a magnetização, foi realizado a caracterização dos materiais funcionalizados e magnetizados. Essa etapa envolveu a análise de diversas propriedades dos materiais, como sua estrutura cristalina, composição química, tamanho e forma das partículas, e sua estabilidade em diferentes condições. Foram utilizadas técnicas de caracterização avançadas, como Microscopia Eletrônica de Varredura, Espectroscopia na região do Infravermelho, Espectroscopia Raman entre outras.

Na terceira etapa, foram realizados os testes de deposição dos pós dos materiais estudados sobre as superfícies contendo impressões papilares para revelação. Esses testes foram realizados na superintendência da Polícia Federal, no Laboratório do Núcleo de Identificação (NID). Os testes envolveram a preparação de amostras com impressões papilares, a deposição dos pós nas amostras, e a análise dos resultados obtidos. Foram avaliados diversos parâmetros,

como a eficiência de revelação das impressões papilares, a sensibilidade e a seletividade dos métodos de revelação, a reprodutibilidade dos resultados, entre outros.

## 4.1 Amostras, reagentes e solventes

O OG utilizado neste trabalho foi produzido e doado pelo grupo de pesquisa liderado pelo Professor Doutor Leonardo Giordano Paterno da Universidade de Brasília (UnB). Foi também utilizado, o CA em pó P.A (Marca: *Synth*, Lote: 249792).

Para as diferentes funcionalizações do OG e CA, foram utilizados os reagentes: Etanol P. A. 95%. Dicloroisocianurato de sódio 42% de cloro ativo. Além disso, para a funcionalização foi utilizado ácido aminoacético P.A. 98,5% (aminoácido Glicina).

## 4.2 Materiais e equipamentos

Neste trabalho foram utilizados os seguintes materiais e equipamentos:

- Espectrômetro de FTIR *Shimadzu* (Modelo: IR-Prestige 21, N° de série: A21004602204LP):
- Difratômetro de raios X (DRX) *Shimadzu*, 7000 XRD:
- Microscópio eletrônico de varredura *SHIMADZU* modelo SSX-550 SUPERSCAN, acoplado com a Espectroscopia por dispersão de elétrons (EDS)
- Espectrômetro Raman Jobin Yvon/Horiba LabRAM - HR800 com laser de He-Ne (632,8nm):
- Banho ultrassônico (Unique, Número de série: 24171)
- Micro-ondas convencional adaptado para reações orgânicas (Electrolux – 1300W)
- Moinho de bolas planetário (*Retsch*, modelo PM 100)
- Centrífuga de laboratório microprocessada digital de bancada - NT810
- Agitador magnético com placa de aquecimento cerâmica - C-MAG HS 7
- Pó Magnético para revelação de IPL
- Pó Preto Padrão para revelação de IPL
- Pincéis Magnéticos para revelação de IPL
- Pincéis de fibra sintética para revelação de IPL
- Câmera Forense: DCS 5 *Foster+Freeman*, para documentar as IPL

Além desses equipamentos, também utilizados diversos materiais de laboratório, como lâminas de vidro, cubetas, tubos de ensaio e vidrarias padrão. Além disso, contamos com uma capela de fluxo para garantir a segurança e o controle do ambiente durante experimentos sensíveis.

## 4.3 Técnicas instrumentais de caracterização de materiais

Breve descrição das técnicas empregadas para caracterização do Óxido de grafeno do Carvão Ativado e seus derivados funcionalizados.

### 4.3.1 Espectroscopia na região do Infravermelho

A espectroscopia na região do Infravermelho (FTIR) foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais do Departamento de Química do CEFET-MG Campus Gameleira em equipamento Shimadzu (Modelo: IR-Prestige 21, N° de série: A21004602204LP). Utilizou-se o acessório de Refletância Total Atenuada (ATR) e o *software Origin*® para análise dos dados.

### 4.3.2 Difração de Raios X

A Difração de Raios X (DRX), foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais do Departamento de Engenharia de Materiais do CEFET-MG Campus Nova Suíça em equipamento Shimadzu, 7000 XRD. Foi usado um tubo de raio x de cobre com tensão de 40 kV e corrente 30 mA. A varredura foi realizada na região de 2 Theta de 10 a 80º em tomada fixa de 2 segundos.

### 4.3.3 Microscopia Eletrônica de Varredura e Espectroscopia por Energia Dispersiva

A Microscopia Eletrônica de Varredura foi realizada no Laboratório de Caracterização de Materiais do Departamento de Engenharia de Materiais do CEFET- MG Campus Nova Suíça em equipamento SHIMADZU modelo SSX-550 SUPERSCAN, acoplado com a Espectroscopia por dispersão de elétrons (EDS).

Ainda, para avaliação da morfologia das partículas foi disponibilizado pela empresa Hitachi High-Tech o Microscópio Eletrônico de Varredura de bancada marca HITACHI modelo TM4000 Plus II, acoplado com a Espectroscopia por Dispersão de Elétrons (EDS).

O EDS foi utilizado nas duas análises por MEV, para realizar uma análise química pontual, com intuito de identificar os principais contaminantes presentes. Para isso, as amostras foram fixadas em uma fita de carbono, além de ser realizada a metalização da superfície com ouro.

### 4.3.4 Espectroscopia Raman

As amostras foram analisadas por meio de Espectroscopia Raman no Laboratório de Espectroscopia Raman do DEMET/UFMG. O espectro Raman foi obtido no espectrômetro Jobin Yvon/Horiba LabRAM - HR800 com laser de He-Ne (632,8nm). O sinal Raman foi coletado por um microscópio Olympus BX-41 e um detector CCD resfriada com $N_2$ líquido da Spectrum One. Os espectros foram adquiridos com uma potência de laser 8mW incidindo numa área de 1 $mm^2$ na amostra. O tempo de aquisição foi de 10s, e para aumentar a razão sinal/ruído, o número de aquisições foi de 5 vezes.

## 4.4 Metodologia

### 4.4.1 Oxidação e funcionalização química do Óxido de Grafeno em banho ultrassônico e em forno com micro-ondas adaptado para reações orgânicas

No procedimento de oxidação do material por banho ultrassónico, adicionou-se 100 mg em 7 mL de etanol e realizou-se uma dispersão em banho ultrassônico (Unique, Número de série:24171) por 5 min. Em seguida, 20 mg de dicloroisocianurato de sódio foi acrescentado à mistura, a qual foi submetida ao ultrassom por 30 min. Por fim, o produto foi seco em estufa até a evaporação do solvente (COELHO, 2016).

Em relação a funcionalização química, ao material oxidado OG (97,7 mg) foi acrescido 7mL de Etanol e a mistura foi dispersa em banho ultrassônico por 5 min, logo após, adicionou-se 0,332 mmol de ácido aminoacético à mistura que foi submetida à irradiação ultrassônica por 30 min. Por fim, o material funcionalizado foi seco em estufa até que o solvente fosse removido (COELHO, 2016).

Para oxidar o material em forno micro-ondas adaptado, 100 mg de OG foram dispersos

em 7 mL de etanol por5 min em ultrassom. À mistura dispersa acrescentou-se 20 mg de dicloroisocianurato desódio que em seguida foi submetida ao forno com micro-ondas adaptado para reações orgânicas (Eletrolux – 1300W) por 1,20 min por pulsos de 5 em 5 segundos. Os materiaisoxidados foram secos em estufa até a retirada completa do solvente.

Para funcionalizar o produto oxidado OG (86,1 mg) foi adicionado 0,332 mmol de ácido aminoacético e 7 mL de etanol, sendo as reações realizadas em micro-ondas empregando-se pulsos de 5 segundos durante 1,20 min. O produto obtido foi seco em estufa até a total eliminação do solvente (COELHO, 2016).

### 4.4.2 Oxidação e funcionalização do Carvão Ativado em banho ultrassônico e em forno com micro-ondas adaptado para reações orgânicas

No procedimento de oxidação do material, adicionou-se 100 mg do CA em 7 mL de Etanol e realizou-se uma dispersão em banho ultrassônico (Unique, Número de série:24171) por 5 min. Em seguida, 20 mg de dicloroisocianurato de sódio foi acrescentado à mistura, a qual foi submetida ao ultrassom por 30 min. Por fim, o produtofoi seco em estufa até a evaporação do solvente.

Em relação a funcionalização quimica, ao material oxidado CA (98,2 mg) foi acrescido 7 mL de etanol e a mistura foi dispersa em banho ultrassônico por 5 min, logo após, adicionou-se 0,332 mmol de ácido aminoacético à mistura que foi submetida à radiaçãoultrassônica por 30 min. Por fim, o material funcionalizado foi seco em estufa até que o solvente fosse removido (ADAPTADO de COELHO, 2016).

Para oxidar o material, 100 mg de OG foi disperso em 7 mL de etanol por 5 min em ultrassom. À mistura dispersa acrescentou-se 20 mg de dicloroisocianurato de sódio que em seguida foi submetida ao forno com micro-ondas adaptado para reações químicas (Eletrolux – 1300W) por 1,20 min por pulsos de 5 em 5 segundos. Os materiaisoxidados foram secos em estufa até a retirada completa do solvente.

Para funcionalizar o produto oxidado CA (88,3 mg) foi adicionado 0,332 mmol de ácido aminoacético e 7 mL de etanol, sendo as reações realizadas em micro-ondas empregando-se pulsos de 5 segundos durante 1,20 min. O produto obtido foi seco em estufa até a total eliminação do solvente (COELHO, 2016).

## 4.5 Magnetização do Carvão ativado oxidado

A superfície do carvão ativado oxidado (CAO) previamente obtido passou por um processo de funcionalização por meio da incorporação de nanopartículas de óxido de ferro magnético, empregando um método de coprecipitação simples adaptado (HEITMANN *et al.*, 2016; PAIVA, 2017).

Para a condução deste procedimento, foram preparadas soluções contendo 4 g de Sulfato de ferro (II) ($FeSO_4, 7H_2O$) e 7,0 g de Cloreto de ferro (III) ($FeCl_3, 6H_2O$), que foram pesados e, posteriormente, adicionados a um volume de 300 mL de água desoxigenada. O objetivo dessa etapa consistiu na obtenção de uma solução homogênea, garantindo a completa dissolução dos sais. Adicionalmente, foram incorporados 1,0 g de carvão ativado oxidado.

Durante o curso do processo, a mistura, compreendendo os sais de ferro dissolvidos e o CAO, foi submetida a um aquecimento controlado a 80 °C por meio de um sistema de banho-maria, promovendo, assim, um meio propicio à reação e a consequente formação do óxido de ferro desejado. Em seguida, foi realizada a adição gradual de 48 mL de uma solução de hidróxido de potássio (KOH) com concentração igual a 3,0 mol por litro. A adição da solução de KOH, à mistura (CAO + sais de ferro dissolvidos) aquecida foi efetuada, empregando uma bureta e com gotejamento lento, com a intuito de que ocorra uma deposição controlada do $Fe_3O_4$ sobre as partículas de CAO.

Após a adição completa dos 48 mL de KOH, a mistura foi mantida em constante agitação por um período de 40 minutos, a uma temperatura constante de 80°C. Tal procedimento visou promover a adequada mistura dos reagentes e a consequente obtenção de um produto desejado.

Findo o tempo de reação, a solução foi submetida a um resfriamento gradual até atingir a temperatura ambiente, com o recipiente posicionado sob a influência de um campo magnético gerado por um ímã, onde ocorre a precipitação de óxido de ferro (material magnético) sobre a superfície do CAO. Esta abordagem permitiu a seletiva separação do material magnético formado (CAO + óxido ferro), o qual foi prontamente atraído e magnetizado, enquanto o material (fase sólida) sem propriedade magnética permaneceram em suspensão.

O material obtido, CAO com o óxido de ferro magnético depositado em sua superfície, foi submetido a três ciclos consecutivos de lavagens utilizando água. Posteriormente, o material foi submetido a uma lavagem adicional com etanol etílico, promovendo uma secagem mais eficiente e eliminando quaisquer vestígios de umidade residual. Todo o procedimento de lavagem foi realizado sob o campo magnético gerado pelo imã.

Finalmente, o material foi transferido para uma estufa previamente aquecida a 100°C, sendo submetido a um processo de secagem pelo tempo necessário para atingir um teor de umidade constante. Este método de secagem em estufa assegurou a completa remoção do solvente residual, resultando na obtenção de um produto seco.

O material magnético obtido foi submetido às análises de caracterização e aplicado em testes de revelação de impressões papiloscópicas, conforme detalhadamente descrito na seção de resultados e discussão deste estudo.

## 4.6 Testes preliminares e metodologia padrão de coleta e preparação das amostras de impressões papilares

Esta metodologia detalha os procedimentos adotados para a obtenção de amostras de impressões papilares de diferentes doadores, visando à representatividade e qualidade necessárias para as análises subsequentes.

Incialmente, foram realizados testes preliminares simplificados, apenas para verificar o potencial de aplicação dos materiais proposto como reveladores. Posteriormente, foram realizados o teste padrão conforme Barros e colaboradores (2013). Nos próximos tópicos serão apresentadas as especificações do teste padrão realizado.

A metodologia consistiu em depositar as digitais em lâminas de vidro, realizando um leve toque na testa com o indicador esquerdo, seguido de um leve toque no antebraço e, por fim, a deposição empregando uma força média do dedo na lâmina. A escolha do vidro como superfície foi feita devido à sua ausência de porosidade, o que o torna um suporte ideal para os primeiros testes.

Todas as coletas de impressões datiloscópicas neste estudo foram conduzidas em sequências de triplicatas para cada doador.

### 4.6.1 Seleção de Doadores para os testes padrão

A seleção cuidadosa dos doadores, representados pelos perfis 1, 2 e 3, baseou-se na qualidade visual das impressões papilares. O doador 1, uma mulher de 40 anos com impressões de baixa qualidade (-), pode fornecer insights relevantes sobre os efeitos do envelhecimento ou da atividade profissional no desgaste das impressões. O doador 2, um homem de 60 anos com impressões de qualidade intermediária (-/+), amplia a compreensão sobre as nuances associadas

ao envelhecimento. Já o doador 3, um adolescente de 14 anos com impressões de alta qualidade (+), oferece um contraste valioso ao evidenciar a condição das impressões em um estágio mais precoce da vida.

Destaca-se que, além das variáveis mencionadas, o decurso temporal pode desencadear um desgaste natural progressivo nas impressões papilares, o qual deve ser considerado ao interpretar as diferentes categorias de doadores e suas respectivas características.

Foram selecionados doadores de acordo com a qualidade de suas impressões papilares, a fim de representar a diversidade de cenários encontrados na prática. A seleção incluiu:

- Doador 1 com baixa qualidade de impressões papilares (-). Doador do sexo feminino, com 40 anos.
- Doador 2 com média qualidade de impressões papilares (-/+). Doador do sexo masculino, com 60 anos.
- Doador 3 com alta qualidade de impressões papilares (+). Doador do sexo masculino, com 14 anos.

Essa seleção prévia teve por base critérios visuais de inspeção das impressões papilares.

### 4.6.2 Coleta de amostras para os testes padrão

A coleta das amostras de impressões papilares foi realizada de forma orientada (*briefed*), com acompanhamento e direcionamento dos doadores durante o processo. Foram obtidas preferencialmente impressões papilares naturais, não afetadas por secreções sebáceas ou écrinas. As amostras foram coletadas de diferentes modos, de acordo com o tipo de impressão digital desejado. Todas as coletas de impressões datiloscópicas neste estudo foram conduzidas em sequências de triplicatas para cada doador.

Para a obtenção de impressões papilares naturais, os seguintes passos foram seguidos, os doadores foram instruídos a lavar as mãos minuciosamente com água e sabão. Após a lavagem, as mãos foram secas e os doadores aguardaram por 30 minutos enquanto realizavam atividades de rotina.

Decorrido esse tempo, as amostras foram coletadas, assegurando que os doadores não utilizassem cosméticos nas mãos e não esfregassem deliberadamente as pontas dos dedos em áreas ricas em secreção sebácea. Antes da deposição das impressões papilares, as pontas dos

dedos foram esfregadas entre si para uniformizar as marcas, em seguida a ponta dos dedos foram pressionados levemente sobre placas de vidro previamente identificadas e por último as placas foram armazenadas por 24 h até o momento da revelação.

Após a etapa de teste preliminar, o protocolo descrito a seguir foi utilizado para conduzir os testes desta pesquisa de maneira sistemática e controlada. A fase de coleta e preparação de amostras de impressões papilares desempenhou um papel fundamental ao fornecer a base sólida para avaliar o desempenho dos reveladores.

### 4.6.3 Impressões papilares sebáceas para os testes padrão

Para a obtenção de impressões papilares sebáceas, os seguintes procedimentos foram adotados:

Os doadores foram orientados a lavar as mãos com água e sabão, assegurando a remoção completa de resíduos de sabão. Em seguida, os doadores esfregaram as pontas dos dedos na superfície do nariz, uma fonte de suor sebáceo. A testa, outra possível fonte de suor sebáceo, foi evitada, pois contém glândulas écrinas, o que poderia comprometer a pureza da amostra.

Foi garantido que nenhum cosmético fosse aplicado nessas regiões, a fim de evitar contaminantes que pudessem afetar o depósito das impressões papilares.

### 4.6.4 Impressões papilares Écrinas para os testes padrão

Para a obtenção de impressões papilares écrinas, os seguintes passos foram seguidos:

Os doadores foram orientados a lavar as mãos minuciosamente com água e sabão, garantindo a remoção completa de resíduos de sabão. As mãos foram colocadas em sacos de polipropileno por 20-30 minutos antes da doação do resíduo.

## 4.7 Moagem do Óxido de Grafeno

A moagem de materiais é o processo de redução do tamanho das partículas de um material. Isso pode ser feito usando uma variedade de métodos, como moagem em moinho de rolos, moagem em moinho de bolas e similares (STOLLE *et al.*, 2011).

Deste modo seguindo Serodre e colaboradores (2019), o OG foi moído em um moinho bolas planetárias o qual permitiu alcançarmos o objetivo de redução da dimensões do OG,

conforme procedimento demostrado nos resultados.

# 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

## 5.1 Resultados obtidos com a oxidação e a funcionalização do Óxido de Grafeno e do Carvão Ativado empregando o banho ultrassônico e o forno com micro-ondas adaptado para reações orgânicas

Levando em consideração aspectos práticos das sínteses realizadas e as massas de materiais obtidos empregando fontes diferentes de energia, o procedimento empregando o ultrassom apresentou um melhor desempenho em relação à obtenção de óxido de grafeno (OG) oxidado e carvão ativado (CA) oxidado quando comparada ao método com micro-ondas. Foram obtidos 103,0 mg de OG oxidado por ultrassom, em comparação com 89,9 mg pelo método de micro-ondas, levando em consideração perdas por transferência. Da mesma forma, para o carvão ativado, a síntese com ultrassom produziu 105,0 mg de CA oxidado, enquanto o método de micro-ondas resultou em 92,3 mg, também considerando perdas por transferência.

Esses resultados sugerem que o ultrassom se mostrou mais eficiente na obtenção das amostras desejadas, indicando sua maior eficácia na dispersão e oxidação dos materiais. No entanto, é importante ressaltar que as perdas por transferência também devem ser consideradas ao avaliar a eficiência dos métodos. No caso específico da síntese com utilização da radiação micro-ondas, o produto obtido ficou fortemente aderido aos frascos de reação, não sendo possível uma transferência próxima aos 100 % para os frascos de armazenamento. Isso não foi constatado na síntese empregando o ultrassom, pelo contrário, a transferência para o frasco de armazenamento foi executada de forma eficiente e sem dificuldades. Portanto, a escolha do método de síntese deve levar em consideração não apenas a quantidade final de material obtido, mas também outros fatores, como custo, tempo e facilidade de execução.

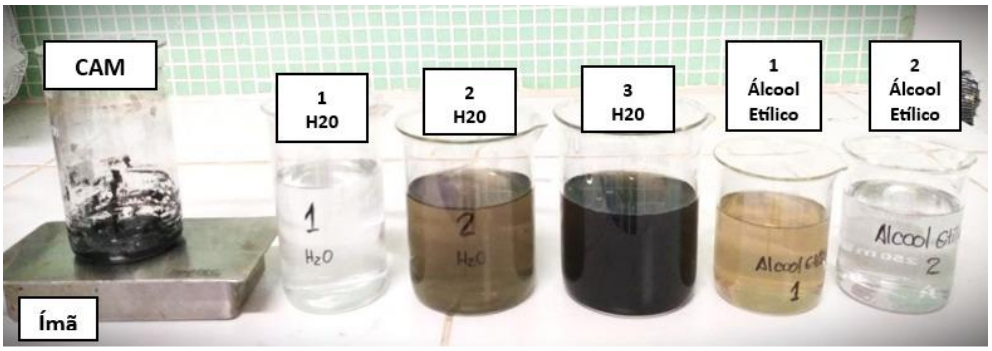
## 5.2 Resultados da magnetização do Carvão ativado magnetizado

Neste procedimento, foram preparadas soluções contendo 4 g de $FeSO_4$, $7H_2O$ e 7 g de $FeCl_3$, $6H_2O$, os quais foram pesados e, posteriormente, adicionados a um volume de 300 mL de água desoxigenada. O objetivo primordial desta etapa consistiu na obtenção de uma solução

homogênea, assegurando a completa dissolução dos sais. Adicionalmente, incorporaram-se 1,0g de CAO.

Durante a etapa subsequente de lavagem (Figura 27), observou-se que parte do material formado, e possivelmente uma fração do próprio CAO, não exibiu propriedades magnéticas, indicado pela ausência de atração pelo ímã, resultando na suspensão destas partículas.

Figura 27 – Ciclo de lavagem do material magnetizado




Fonte: Dados experimentais.

O procedimento adotado para a magnetização do CAO neste estudo evidenciou-se eficaz, uma vez que o material seco resultante foi integralmente atraído quando submetido a um campo magnético (Figura 28).

Figura 28 – Material magnetizado sendo totalmente atraído pelo imã



Fonte: Dados experimentais.

## 5.3 Caracterização do Óxido de Grafeno oxidado e funcionalizado por Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier

O espectro na região do infravermelho do OG material de partida revelou a naturezada cadeia carbônica da molécula pelas absorções em 2927 e 2858 $cm^{-1}$ ($\nu Csp^3$- H), 1450 $cm^{-1}$ ($\delta CH_2$, 1364 $cm^{-1}$ ($\delta CH_3$) e a banda em 1626 (νC=C). Foi indicado a presença de grupos hidroxilas pela absorção em 3418 $cm^{-1}$ (νO-H), grupos carboxílicos foram evidenciados pela absorção em 1742 $cm^{-1}$ (νC=O), a banda em 1159 $cm^{-1}$ (νC-O-C) indica a presença de epóxido e a absorção em 1035 $cm^{-1}$ (νC-O), corresponde a vibrações simétricas em grupos C-O (CONSTANTINO, 2006; PAVIA *et al.*, 2010).

Os grupos funcionais característicos do Óxido de grafeno no espectro na região do infravermelho foramrelatados da seguinte forma, a banda de adsorção em 3314 $cm^{-1}$ atribuída à deformação axial de grupos hidroxila (O-H), em 1723 $cm^{-1}$ relativa ao estiramento da ligação C=O de ácidos carboxílicos e em 1224 $cm^{-1}$, correspondente à presença de gruposepóxido (ALMEIDA et al., 2019).

Nesse sentido, foi atribuída a natureza da cadeia carbônica do Óxido de grafeno as absorções em 2966 $cm^{-1}$ e 2923 $cm^{-1}$ (νC-H), em referência as vibrações simétricas e assimétricas e a região de 900 a 400 $cm^{-1}$ aos modos de deformação angular em grupos =C-H. Já os grupos funcionais presentes foram observados em: 3423 $cm^{-1}$ (νO-H), 2400 a 2000 $cm^{-1}$ (νO=C=O), 1716 $cm^{-1}$ (νC=O), 1637 $cm^{-1}$ (νC), 1384 $cm^{-1}$ (δC–(C=O)–C) e 1025 $cm^{-1}$ a vibrações simétricas em grupos C–O (CORDEIRO, 2018).

Desta maneira, pode se verificar que os resultados obtidos na etapa de caracterização da amostra encontram amparo na literatura que lhe confere parâmetros aceitáveis em relação as suas características apresentadas.

O Espectro na região do infravermelho do OG funcionalizado via micro-ondas (Figura 33 (A)), permitiu verificar a presença de grupos hidroxilas pela banda larga de absorção na região de 3196 $cm^{-1}$ (νO-H). Entretanto, os grupos aminos absorvem na região de 3300-3200 $cm^{-1}$, ocasionando uma sobreposição de bandas com os grupos hidroxilas, que absorvem na região de 3600-2500 $cm^{-1}$. A banda de absorção na região de 1705 $cm^{-1}$ (νC=O) indica a presença de grupos carboxílicos, sendo ligações duplas entre carbonos evidenciadas pela banda em 1601 $cm^{-1}$ (νC=C).

A banda de absorção na região de 1401 $cm^{-1}$ (νC-N) evidencia a presença de ligação entre carbono e nitrogênio e a presença de epóxido foi indicada pela banda de absorção na

região de 1245 $cm^{-1}$ (νC- O- C). Além disso, a absorção em 1045 $cm^{-1}$ (νC-O), corresponde a vibrações simétricas em grupos C-O (CONSTANTINO, 2006; PAVIA *et al.*, 2010).

O espectro na região do infravermelho do OG funcionalizado via ultrassom (Figura 33 (B)), sugeriu a presença de grupos hidroxilas pela banda larga de absorção na região de 3201 $cm^{-1}$ (νO-H). Porém, os grupos hidroxilas absorvem na região de 3600-2500 $cm^{-1}$, já os grupos amino absorvem na região de 3300-3200 $cm^{-1}$, desta forma pode-se observar uma sobreposição das bandas de absorção (SOUTELO, 2022).

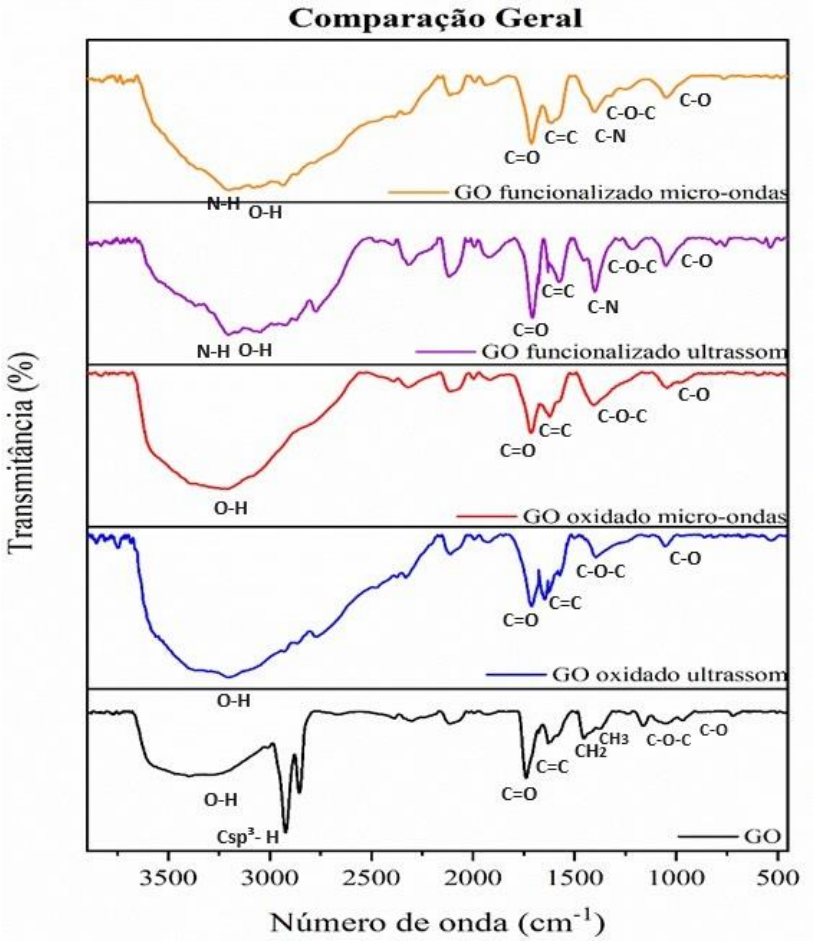
Os grupos carboxílicos são evidenciados pela absorção em 1705 $cm^{-1}$ (νC=O) e duplas ligações entre carbonos são verificadas pela banda em 1576 $cm^{-1}$ (νC=C). A presença de banda de absorção em 1395 $cm^{-1}$ (νC-N) indica a presença de ligação entre carbono e nitrogênio e a presença de epóxido foi evidenciada pela banda em 1214 $cm^{-1}$ (νC-O-C). Em suma, a banda de absorção em 1048 $cm^{-1}$ (νC-O), corresponde a vibrações simétricas em grupos C-O (CONSTANTINO, 2006; PAVIA *et al.*, 2010).

O espectro na região do infravermelho do Óxido de grafeno oxidado por irradiação de micro-ondas (Figura 33 (C)), permitiu visualizar os grupos hidroxilas por meio da banda larga de absorção na região de 3255 $cm^{-1}$ (νO-H), já os grupos carbonílicos são demostrados pela absorção em 1718 $cm^{-1}$ (νC=O), a banda em 1615 $cm^{-1}$ (νC=C), 1401 $cm^{-1}$ (νC-O-C) indica a presença de epóxido e a absorção em 1041 $cm^{-1}$ (νC-O) equivalem a vibrações simétricas em grupos C-O (CONSTANTINO, 2006; PAVIA *et al.*, 2010).

O OG oxidado por via ultrassónica, apresentou o seguinte espectro na região do infravermelho (Figura 33 (D)), onde verificou-se a presença de grupos hidroxilas pela banda larga de absorção na região de 3207 $cm^{-1}$ (νO-H), grupos carboxílicos foram evidenciados pela absorção em 1714$cm^{-1}$ (νC=O), a banda em 1651 $cm^{-1}$ (νC=C), 1393 $cm^{-1}$ (νC-O-C) indica a presença de epóxido e a absorção em 1044 $cm^{-1}$ (νC-O) corresponde a vibrações simétricas em grupos CO (CONSTANTINO, 2006; PAVIA *et al.*, 2010).

Correlacionando as duas metodologias utilizadas e analisando os espectros na regiãodo infravermelho (Figura 29, p. 76), pode se verificar que as metodologias alcançaram êxito ao oxidar e funcionalizar o OG. Pelos resultados obtidos nestes experimentos, ficou evidenciado que, o método do ultrassom apresentou maior eficácia, que pode ser percebida na maior intensidade das bandas, bem como na maior quantidade de produto sintetizado.

Figura 29 - Comparação geral do Espectro na região do infravermelho



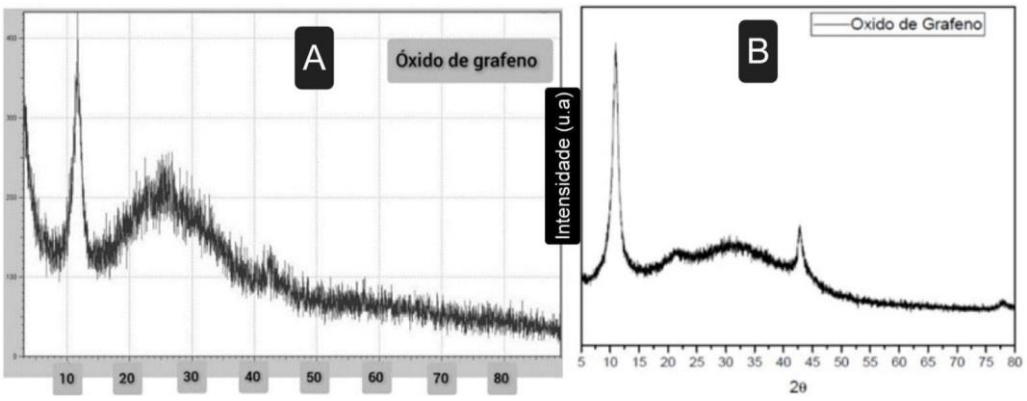

Fonte: Dados experimentais.

## 5.4 Caracterização por Difratrometria de raios X do Óxido de Grafeno, Carvão Ativado, Óxido de Grafeno Oxidado e, Carvão Ativado Oxidado

O resultado obtido (Figura 30- A, p. 77), indica a presença de um intenso pico de difração em 2θ = 11,6° com um espaçamento entre os planos (d) de 7,5 Å. Este pico intenso e deslocado para esquerda para valores mais baixos de 2θ em relação aopico característico do grafite (2θ = 26,4°) indica que a estrutura do óxido de grafeno é bastante diferente da estrutura do grafite, já a Figura 30 - B, apresenta o resultado utilizado como parâmetro de comparação para o material de partida desta pesquisa (DIAS et al., 2020; SIBURRIAN, R., *et al.*, 2018).

A presença de grupos funcionais de oxigênio e moléculas de água na estrutura da camada de carbono do óxido de grafeno pode levar ao aumento da distância entre as camadas de carbono. Isso é consistente com o valor do espaçamento interplanar (d) de 7,5 Å, conforme literatura consultada (DIAS et al., 2020; SIBURRIAN, R., et al., 2018).

Figura 30 - Difratometrias de raios-X do Óxido de Grafeno

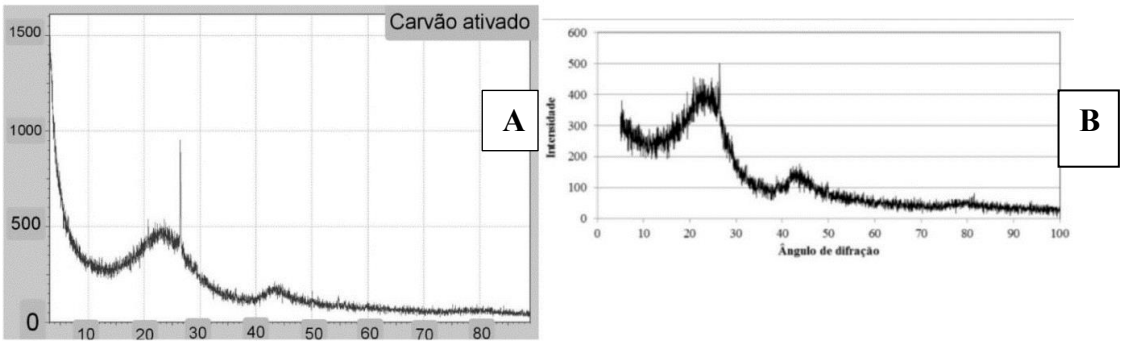



Fonte: Figura (A) Dados experimentais; Figura (B) DIAS et al., (2020).

O difratograma da amostra de CA (Figura 31-A, p. 78) indica que a amostra apresenta predominantemente um caráter amorfo. Essa característica é comum em amostras de carvão ativado, uma vez que esse tipo de material passa por um processo de ativação que remove grande parte dos componentes cristalinos presentes (ROSA *et al.*, 2018).

No entanto, alguns picos de difração emergem da linha de base, indicando a presença de uma pequena quantidade de material cristalino na amostra. O difratograma do carvão ativado foi comparado aos resultados (Figura 31 -B, p.78) do trabalho apresentado por Rosa e colaboradores (2018), onde picos de difração foram identificados em 2θ = 26,39° e 43,07° e podem ser relacionados ao carbono e grafite, respectivamente. A presença desses picos indica que a amostra de carvão ainda contém algum grau de cristalinidade, mesmo após o processo de ativação (ROSA *et al.*, 2018).

Figura 31– Comparação de Difratogramas para o carvão ativado. (A) Dado experimental; (B) Dados de referência.

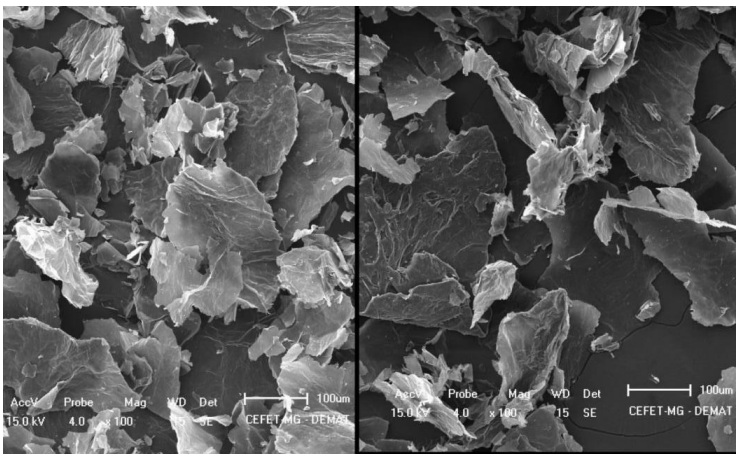



Fonte: Adaptado de ROSA et al., (2018).

## 5.5 Caracterização do Óxido de Grafeno e Carvão Ativado, por Microscopia Eletrônica de Varredura de transmissão

Na imagem de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do OG material de partida desse trabalho (Figura 32) é possível observar uma estrutura morfológica formada por várias camadas espessas de grafeno oxidado, dispostas em padrões irregulares de empilhamento característicos e um aspecto rugoso das folhas.

Figura 32– Micrografia de Óxido de Grafeno mostrando a rugosidade e dobras das folhas do material

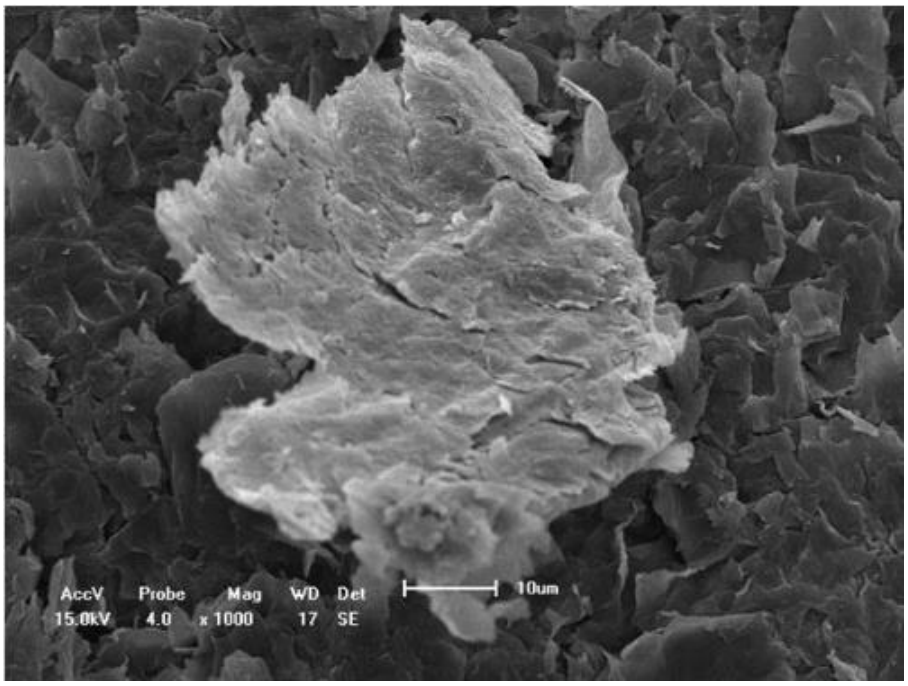



Fonte: Dados experimentais.

Considerando a imagem da Figura 33 como referência, é evidente que a rugosidade da superfície da folha e as ondulações do material apresentam uma notável semelhança morfológica com o padrão identificado no óxido de grafeno, material de partida utilizado nesta

pesquisa representado na Figura 32. Essa comparação sugere fortemente que as características visíveis em ambos os trabalhos estão alinhadas com as propriedades do óxido de grafeno, indicando que se trata, de fato, do óxido de grafeno em análise (RODBARI *et al.*, 2016).

Figura 33- Representação, das distorções e ondulações nas folhas de grafeno

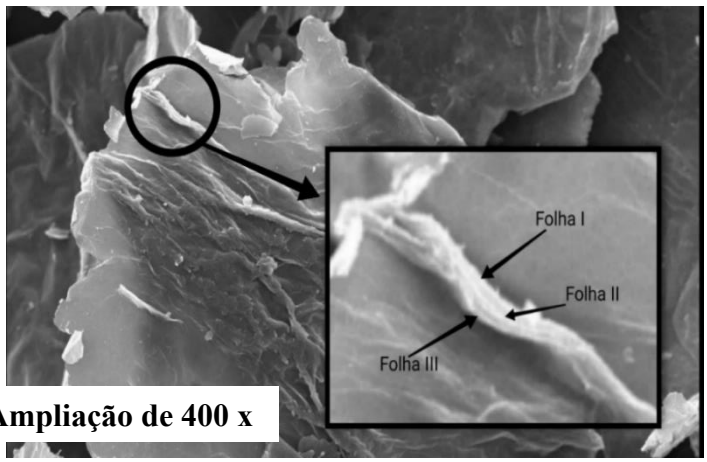



Fonte: Adaptado de RODBARI et al. (2016).

Esse empilhamento é conhecido como grafite, que é uma forma cristalina do carbono composta por múltiplas camadas de grafeno.No caso da imagem em questão, o grafite observado é composto por camadas de grafeno oxidadoempilhadas em cima uma da outra, formando uma estrutura em camadas (RODBARI *et al*., 2018).

Na Figura 34, podemos observar como o material de partida deste trabalho é composto por camadas de grafeno oxidado empilhadas em cima uma da outra, formando uma estrutura em camadas. Essa estrutura em camadas pode ser explicada pela natureza do processo de oxidação, que pode levar à formação de múltiplas camadas de grafeno oxidado (RODBARI *et al.*, 2018).

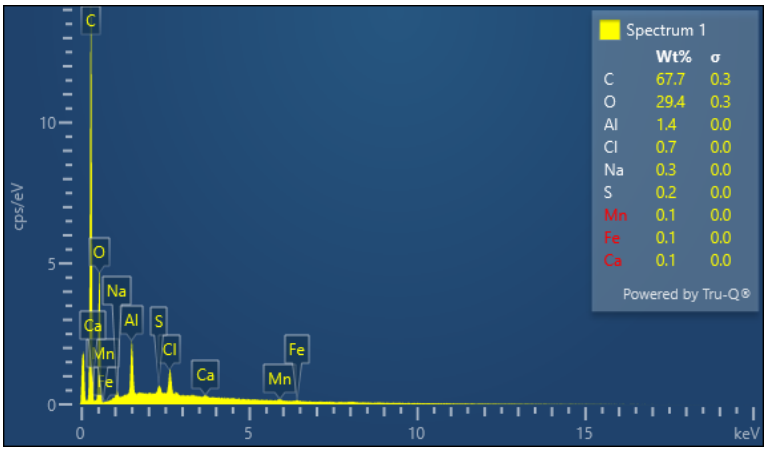
Figura 34- Micrografia do óxido de grafeno onde é possível visualizar possíveis folhas do GO empilhadas




Fonte: Dados experimentais.

Na análise por Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS), pôde-se discernir a presença dos elementos carbono e oxigênio, principalmente, o que se revela uma ocorrência típica, dado que tais elementos representam os componentes predominantes do material em questão (Figura 35) (CAMAROGS; SEMMER; SILVA, 2017; GAO *et al.*, 2009; MAGNE *et al.*, 2021).

Figura 35 - Composição do espectro presente no OG

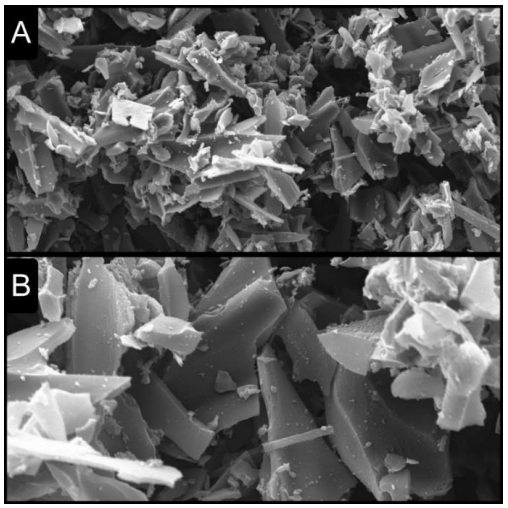



Fonte: Dados experimentais.

Na figura 36 indica a imagem do CA material de partida desta pesquisa, pode ser observada uma estrutura de superfície heterogênea do carvão, sem presença relevante de

fissuras e estrutura porosa e sim a formação de uma estrutura lamelar com cristas e poros não aparentes (Figura 36).

Figura 36 - Imagens de MEV com ampliação de 400 x para (A) carvão ativado comercial; (B) Imagens de MEV com ampliação de 1200 x.



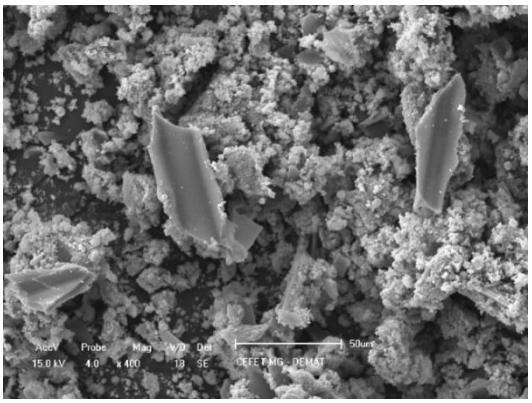

**(A) carvão ativado comercial, com ampliação de 400 x**

**(B) carvão ativado comercial, com ampliação de 1200 x**

Fonte: Dados experimentais.

Imagem da micrografia do CAM após o processo de magnetização é apresentada na Figura 37. Nela, as pequenas partículas de magnetita se sobrepõem em toda a extensão do material, destacando-se em um tom mais claro em contraste com a estrutura do carvão.

Figura 37- Micrografia do CA magnetizado



**Carvão ativado magnetizado comercial, com ampliação de 400 x**

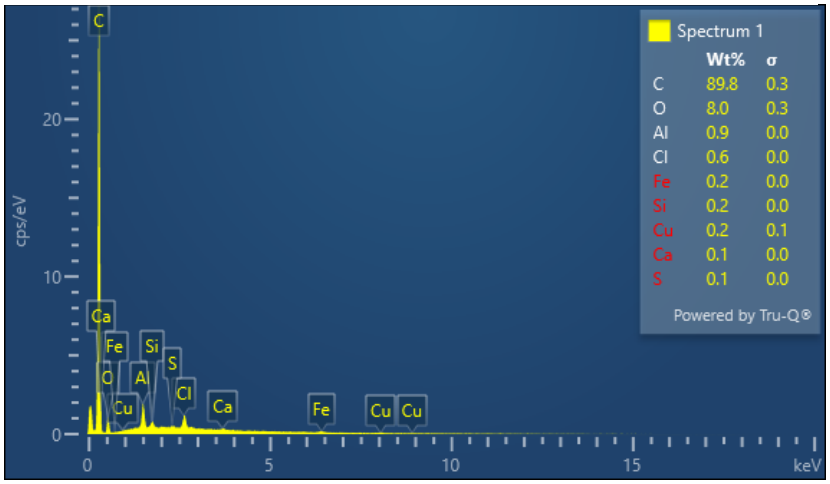
**Escala: 50 µm**

Fonte: Dados experimentais.

Os elementos químicos presentes nas amostras do CAM foram analisados em MEV-EDS (Figura 38). Essa determinação foi realizada em diferentes pontos da amostra de forma aleatória. Ressalta-se que essa análise não representa um ensaio quantitativo, mas qualitativo

principalmente quanto a presença de átomos de carbono na estrutura. o espectro da análise EDS para composição elementar das amostras do carvão ativado, onde pode-se observar a presença de carbono,oxigênio, em sua maior proporção.

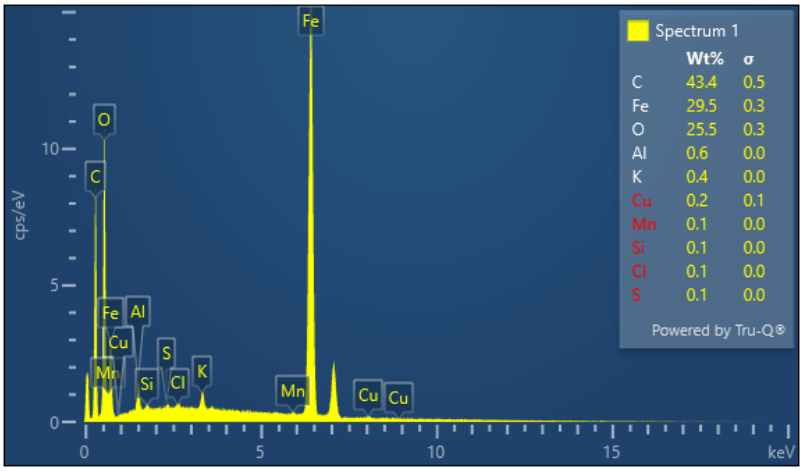
Figura 38- Espectroscopia de energia dispersiva do Carvão Ativado




Fonte: Dados experimentais.

Os elementos químicos presentes na amostra de carvão ativado magnetizado foram examinados utilizando a técnica de MEV-EDS, como representado na Figura 39.

Figura 39- Espectroscopia de energia dispersiva do carvão ativado magnetizado




Fonte: Dados experimentais.

Pela análise realizada, é possível observar a presença do elemento Ferro (Fe) na composição do material. Essa análise foi conduzida em diferentes pontos da amostra de forma aleatória, sendo importante salientar que se trata de uma análise qualitativa e semi-quantitativa, com foco principal na identificação da presença de átomos de carbono e ferro na estrutura.

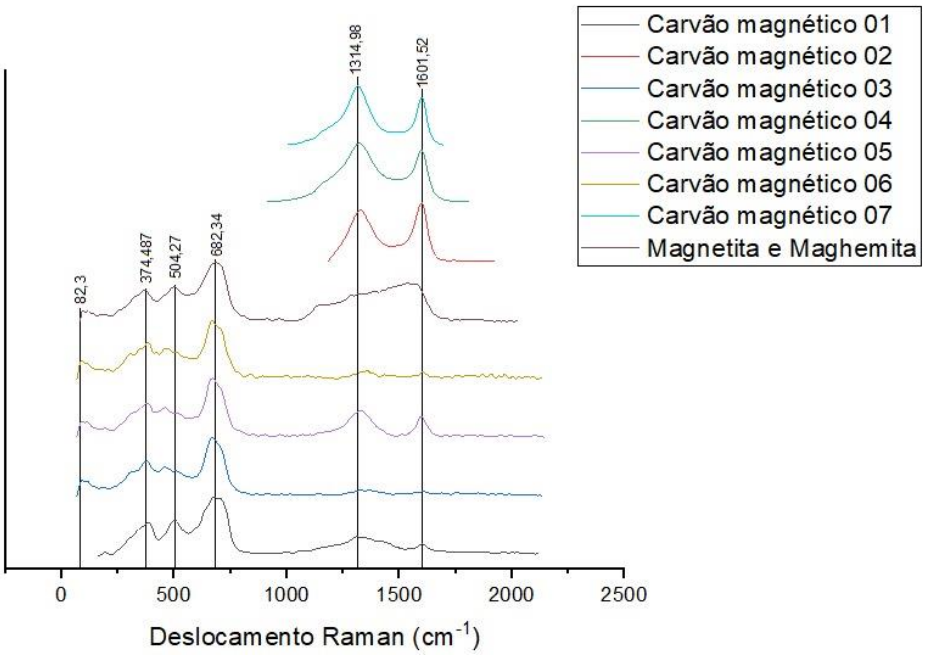
O espectro da análise EDS revelou a composição elementar das amostras de carvão ativado, destacando a predominância de carbono, ferro e oxigênio em sua maior proporção. Além disso, por meio dos diversos testes realizados, foi possível constatar que o processo de magnetização do carvão ativado foi eficiente.

## 5.6 Caracterização do Carvão magnético por Espectroscopia Raman

O espectro Raman a seguir foi obtido a partir de uma análise de uma amostra complexa contendo diferentes componentes.

Os espectros Raman obtidos mostraram picos característicos associados a duas fases distintas: carvão e maghemita ($\gamma$-$Fe_2O_3$). Os picos em 504,27 $cm^{-1}$ e 682,34 $cm^{-1}$ foram identificados como picos característicos da maghemita ($\gamma$-$Fe_2O_3$), enquanto os picos em 1314,98 $cm^{-1}$ e 1601,52 $cm^{-1}$ foram atribuídos ao carvão (Figura 40).

Figura 40 - Espectroscopia do Carvão ativado magnetizado




Fonte: Dados experimentais.

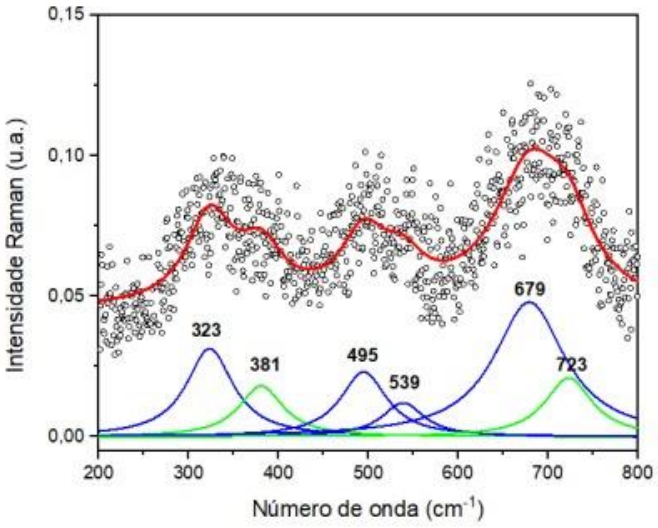
A análise dos espectros Raman em diferentes pontos da amostra revelou que as fases de carvão e maghemita ($\gamma$-$Fe_2O_3$), coexistem em várias regiões da amostra.

Ao que tudo indica pelo decurso do tempo, houve uma transformação na composição da amostra, com a magnetita se convertendo em maghemita ($\gamma$-$Fe_2O_3$), além disso, observou-se uma variação na intensidade dos picos característicos da maghemita ($\gamma$-$Fe_2O_3$), em diferentes pontos, sugerindo que a transformação não é uniforme em toda a amostra.

No contexto de validação dos resultados obtidos para a fase maghemita, é relevante mencionar que ARAE (2020) também recorreu à espectroscopia Raman para determinar a fase das nanopartículas de óxido de ferro em seu estudo. Para a aquisição dos espectros, eles operaram na faixa de 200 a 800 $cm^{-1}$, mantendo a intensidade do laser constantemente controlada a 0,25 mW, com o objetivo de preservar a integridade das amostras (ARAE, 2020).

No curso dessa análise, foi identificado cinco modos vibracionais Raman ativos, conforme previstos para a magnetita: A1g, Eg e três modos T2g. Os resultados apresentados no espectro (Figura 41) destacam a identificação dos modos vibracionais a 310 $cm^{-1}$ (Eg), 497 $cm^{-1}$ (T2g 2), 537 $cm^{-1}$ (T2g 3) e 665 $cm^{-1}$ (A1g). Contudo, é fundamental ressaltar que as bandas observadas em 381 $cm^{-1}$ e 723 $cm^{-1}$ são características distintivas da fase maghemita. A presença dessas bandas no espectro levanta a possibilidade de uma oxidação parcial da magnetita para maghemita, um fenômeno que pode ter sido induzido pelo laser durante a análise, ou oxidação da magnetita devido à presença e ar e umidade. Esses achados reforçam a robustez da caracterização da fase maghemita nas nanopartículas de óxido de ferro (ARAE, 2020).

Figura 41 - Espectro Raman obtido da amostra de magnetita sintetizada.

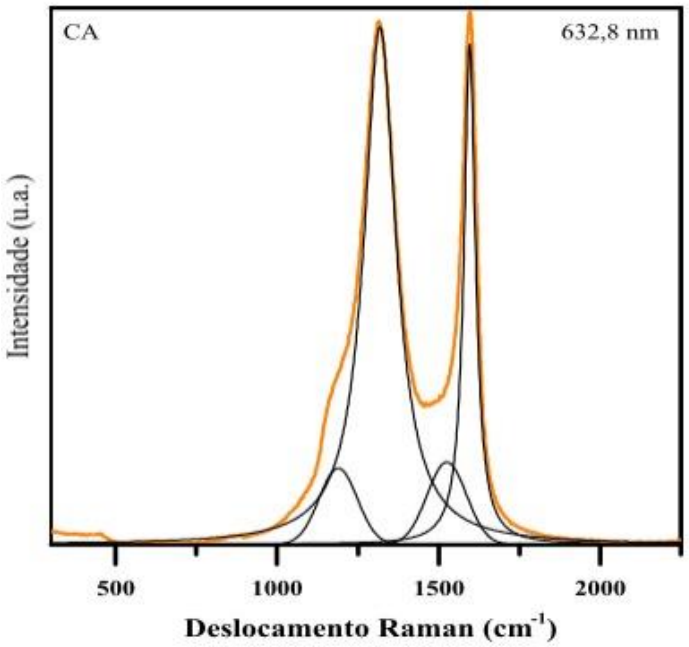



Fonte: Adaptado de ARAE (2020).

De acordo com a pesquisa de JAKSON (2021) sobre o carvão ativado, foram obtidos resultados consistentes com achados anteriores. Ao analisar o espectro do carvão por meio de espalhamento Raman, conforme apresentado na Figura 42, foram identificados os picos característicos das bandas D e G na primeira ordem do espectro (até aproximadamente ~1800 $cm^{-1}$). A análise detalhada da curva revelou a decomposição desses picos componentes do espectro em quatro gaussianas distintas, características de materiais carbonáceos, incluindo o CA, grafite e suas variantes alotrópicas (JAKSON, 2021)

Especificamente, os picos observados em 1350 $cm^{-1}$ e 1580 $cm^{-1}$, conhecidos como bandas D e G, respectivamente, são indicativos da hibridação do carbono (JAKSON, 2021).

Figura 42 - Espectroscopia Raman da amostra de carvão ativado comercial utilizando linha 632,8 nm em laranja




Fonte: Adaptado de JAKSON (2021).

## 6 TESTE PRELIMINAR DO OG E CA COMO REVELADOR

As análises iniciais (Figura 43, p. 86) indicam que apesar de existir uma interação entre os resíduos da IPL, a resolução não foi satisfatória a ponto de permitir a visualização de "evidências" para a identificação do indivíduo. A baixa resolução muito provavelmente se deu

pelo tamanho das partículas, pois apesar das partículas apresentarem espessura nanométricas, outras dimensões são maiores por apresentarem morfologia em folhas.

Já a utilização do CA permitiu observar umaadesão moderada aos resíduos das IPL, o que possibilitou a visualização das cristas e sulcos, permitindo a verificação de minúcias e detalhes importantes em uma investigação papiloscópica. Nessa etapa, o Pó Preto Hi-Fi (*SIRCHIE®*, BPP00116), revelador clássico da papiloscopia forense, foi utilizado como padrão visual de qualidadedas revelações.

Figura 43- Desempenho preliminar do Óxido de Grafeno e Carvão Ativado;
Pó Preto (A); Óxido de Grafeno (B); Carvão Ativado (C).




Fonte: Dados experimentais.

Devido ao resultado promissor obtido na primeira etapa de revelação, o CA foi testado em outras superfícies seguindo a mesma metodologia, porém com base na classificação apresentada na Tabela 1, a qual estabelece critérios padronizados para avaliação de impressões digitais reveladas, este trabalho utilizou esse conjunto de critérios para a análise de eficácia da revelação em diversas superfícies. As categorias da classificação variam de 0 a 4, refletindo a qualidade da revelação e o nível de detalhes identificados. Essa tabela serviu como referência para a avaliação de resultados e permitiu a análise sistemática da eficácia da técnica de revelação em diferentes contextos.

**Tabela 1** – Classificação para avaliação de impressões digitais reveladas.

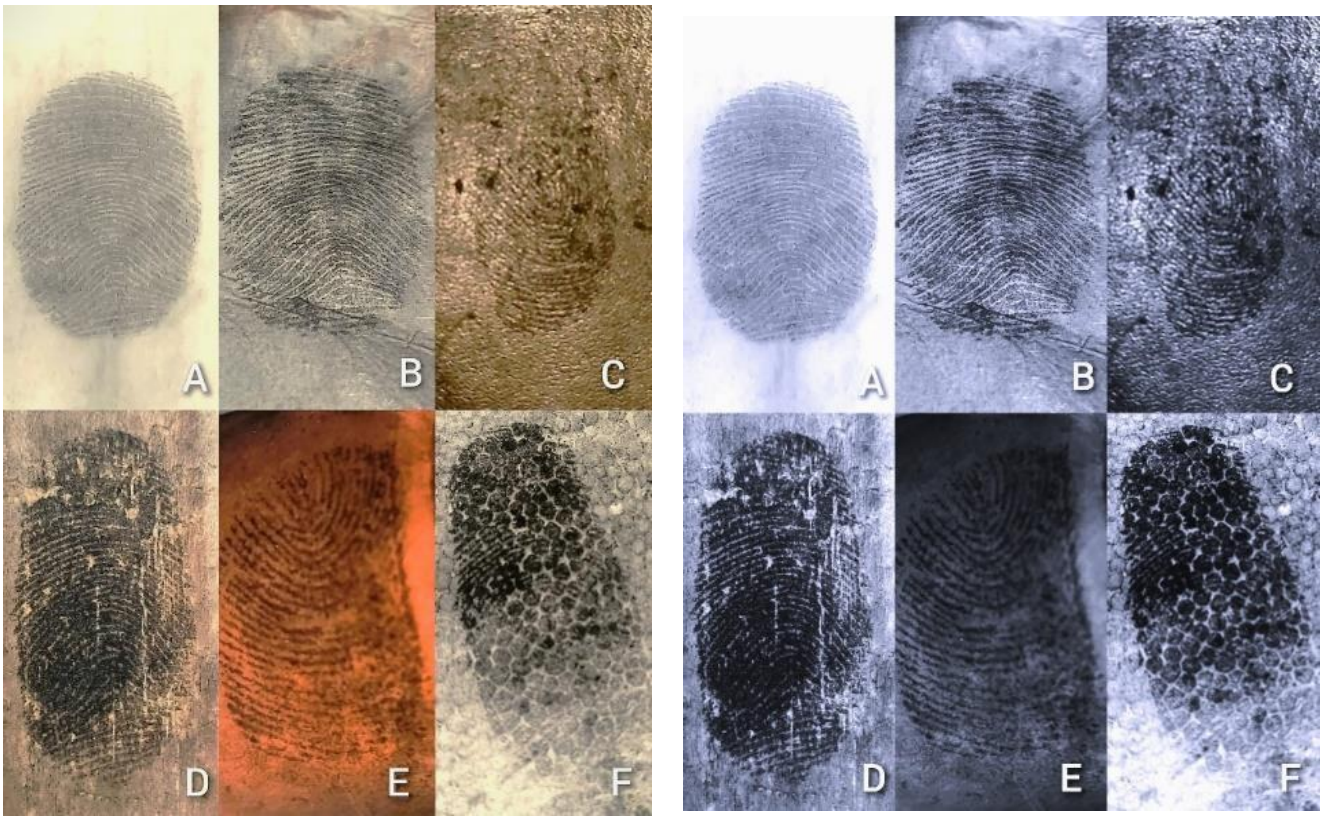
| Avaliação | Nível de detalhes |
|---|---|
| 0 | Sem evidência de impressão digital |
| 1 | Revelação ruim; evidência de interação, mas sem detalhes da crista papilar |
| 2 | Revelação limitada; cerca de 1/3 dos detalhes da crista papilar estão presentes, mas provavelmente não podem ser usados para fins de identificação |
| 3 | Revelação boa; entre 1/3 e 2/3 dos detalhes da crista papilar; impressão digital identificável |
| 4 | Revelação muito boa; todos os detalhes de crista papilar; impressão digital identificável |

Fonte: Adaptado de NICOLODIA et al, (2019).

Após obter resultados promissores na primeira etapa de testes de revelação, a pesquisa expandiu seu escopo para avaliar o desempenho do CA, em várias superfícies. As superfícies testadas incluíram vidro, papel alumínio, madeira, isopor, borracha e couro, como ilustrado na Figura 44.

Figura 44- Desempenho preliminar do Carvão Ativado aplicado nas superfícies: Vidro (A); Papel Alumínio (B); Couro (C); Madeira (D); Borracha (E); Isopor (F). (I) Imagem colorida; (II) Imagem em preto e branco.

**(I)** **(II)**




Fonte: Dados experimentais

As imagens revelaram uma variação na qualidade das impressões digitais em cada superfície testada:

1. Vidro (Imagem A): A revelação no vidro apresentou uma eficácia relativamente boa, com cerca de 1/3 a 2/3 dos detalhes das cristas papilares identificados (Classificação 3).
2. Papel Alumínio (Imagem B): A revelação no papel alumínio apresentou um resultado semelhante ao do vidro, com uma eficácia relativamente boa, com cerca de 1/3 a 2/3 dos detalhes das cristas papilares identificados (Classificação 3).

3. Madeira (Imagem D): A revelação na madeira foi limitada, com cerca de 1/3 dos detalhes das cristas papilares identificados (Classificação 2).
4. Isopor (Imagem F): O isopor, por outro lado, apresentou uma revelação ruim, com evidência de interação, mas sem detalhes da crista papilar identificados, indicando uma presença mínima de detalhes das cristas papilares (Classificação 1).
5. Borracha e Couro (Imagens E e C): As imagens de borracha e couro variaram em eficácia, com algumas áreas apresentando uma revelação limitada (Classificação 2), enquanto em outras, a revelação foi classificada como ruim (Classificação 1).

Os testes preliminares revelaram que a complexidade da revelação de impressões digitais em diferentes superfícies, demonstrando que a qualidade e a eficácia variam significativamente. A coleta adequada de evidências é fundamental, especialmente em superfícies desafiadoras, como isopor, madeira e couro onde a revelação não foi satisfatória.

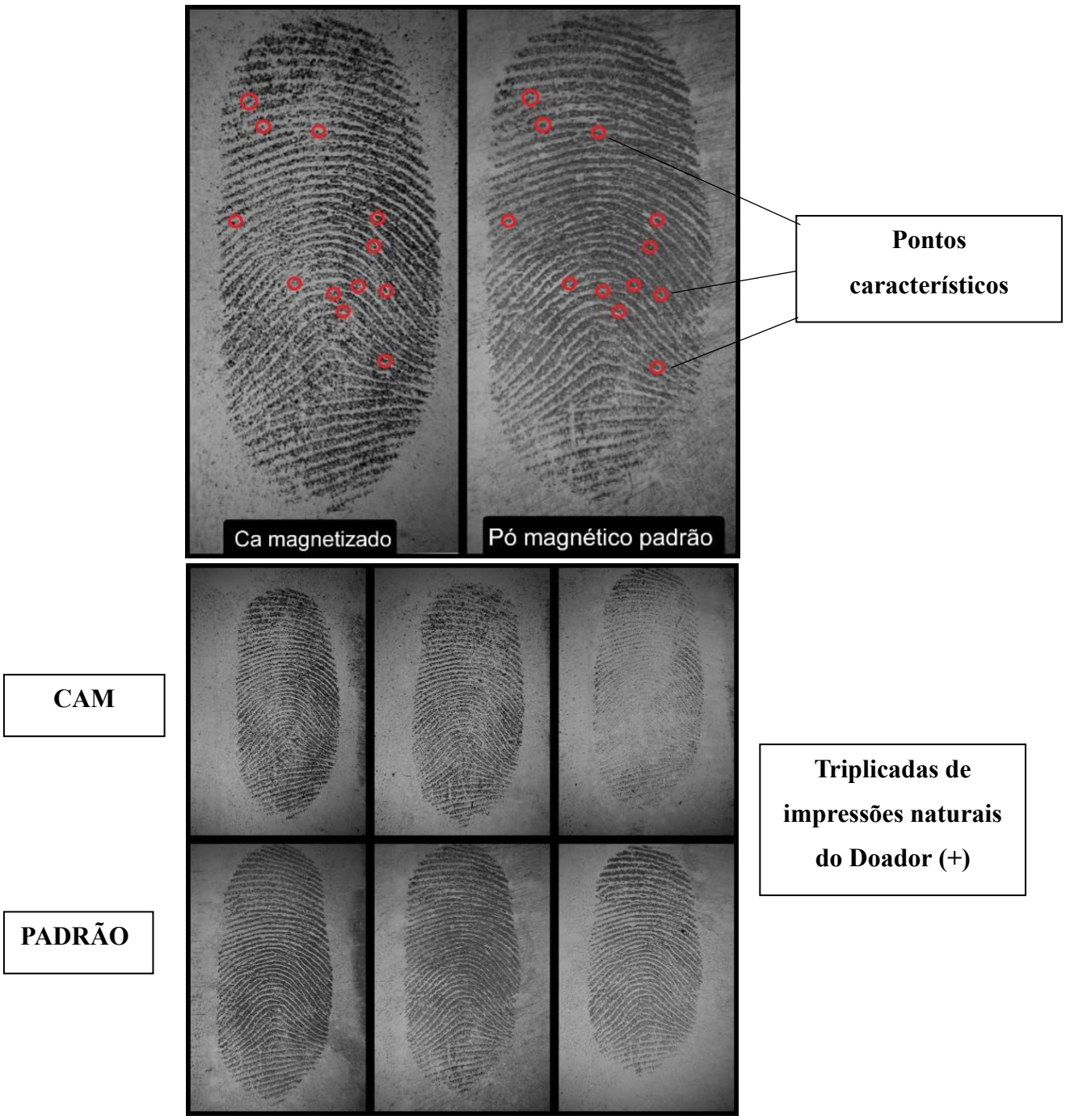
## 6.1 Teste com o Carvão ativado magnetizado em comparação ao Pó magnético padrão

Realizou-se uma análise comparativa entre o carvão ativado magnetizado (CAM) e o pó magnético convencional (Figura 45).

Empregando uma abordagem sistemática, na qual foram coletadas sequências de triplicatas de impressões digitais naturais de um doador cujos resíduos papilares foram previamente classificados com “boa qualidade”. Uma sequência foi destinada à revelação pelo CAM, e outra sequência foi destinada à revelação pelo pó magnético convencional, que serviu como padrão de comparação.

Os resultados revelaram que o CAM apresentou um desempenho notável em relação ao contraste visual e à qualidade das revelações. Durante a análise, foi possível identificar 12 pontos característicos em confronto papiloscópico nas impressões reveladas pelo CAM e igualmente no material padrão. Seguindo os parâmetros da Tabela 1, todas as revelações feitas com o CAM  e o Pó magnético padrão foram classificadas como 4, indicando uma revelação muito boa, na qual todos os detalhes das cristas papilares foram identificados.

Figura 45 - Comparação entre o CA magnetizado e o Pó magnético padrão




Fonte: Dados experimentais.

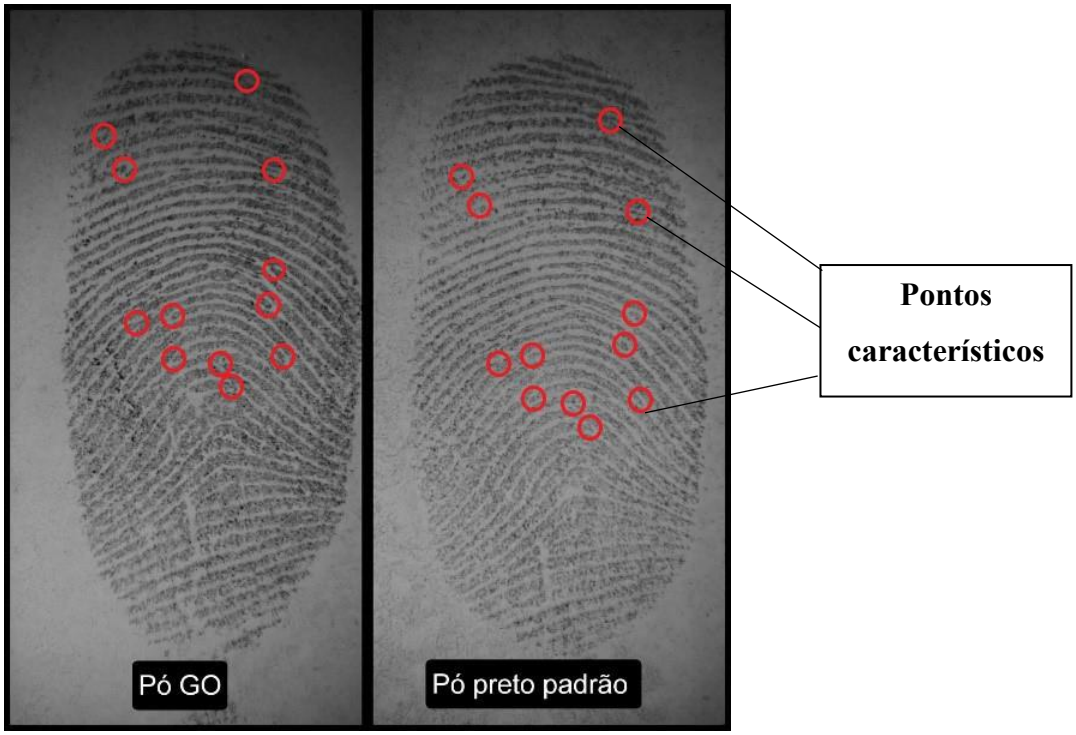
O OG não se mostrou eficaz na revelação de impressões papilares nos primeiros testes de revelação, possivelmente devido ao tamanho aumentado das partículas do material. No

entanto, após submetê-lo a um processo de redução de tamanho de partícula, os resultados foram significativamente melhores.

Para esta comparação, foi novamente utilizado o esquema de triplicatas de impressões digitais naturais de um doador previamente classificado como fornecendo de boas impressões. De modo que, uma sequência foi destinada à revelação pelo OG, e outra sequência das triplicatas foi destinada à revelação pelo pó convencional, que serviu como padrão de comparação.

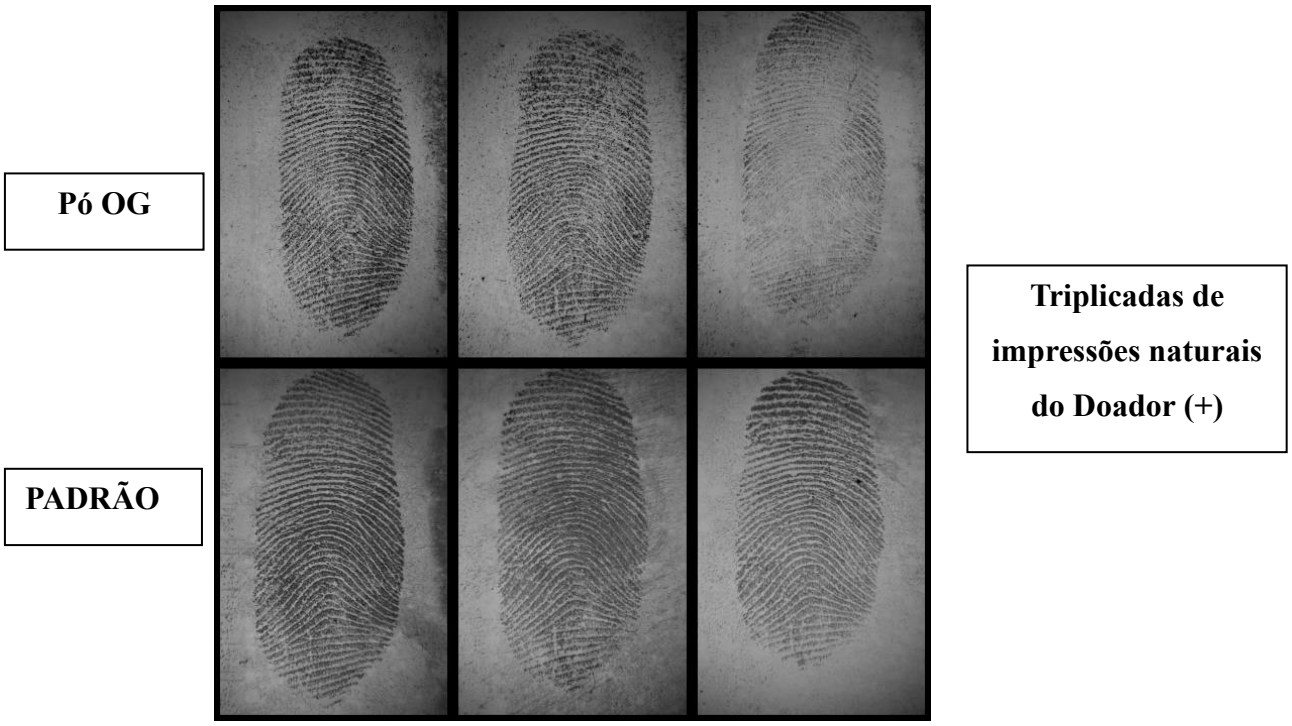
Os resultados desta análise comparativa (Figura 46 e 47) revelaram que o OG com suas partículas reduzidas demonstrou um desempenho satisfatório em relação ao contraste visual e à qualidade das revelações. Em ambas as abordagens, OG e pó padrão, foram identificados 12 pontos característicos em confronto papiloscópico nas impressões reveladas. Seguindo os critérios estabelecidos na Tabela 1, todas as revelações obtidas tanto com o OG quanto com o pó padrão foram classificadas como 4. Isso indica uma revelação de qualidade, onde todos os detalhes das cristas papilares foram identificados de forma nítida e precisa.

Figura 46- Comparação entre o OG e o Pó preto padrão




Fonte: Dados experimentais.

Figura 47- Comparação das triplicatas entre o OG e o Pó preto padrão



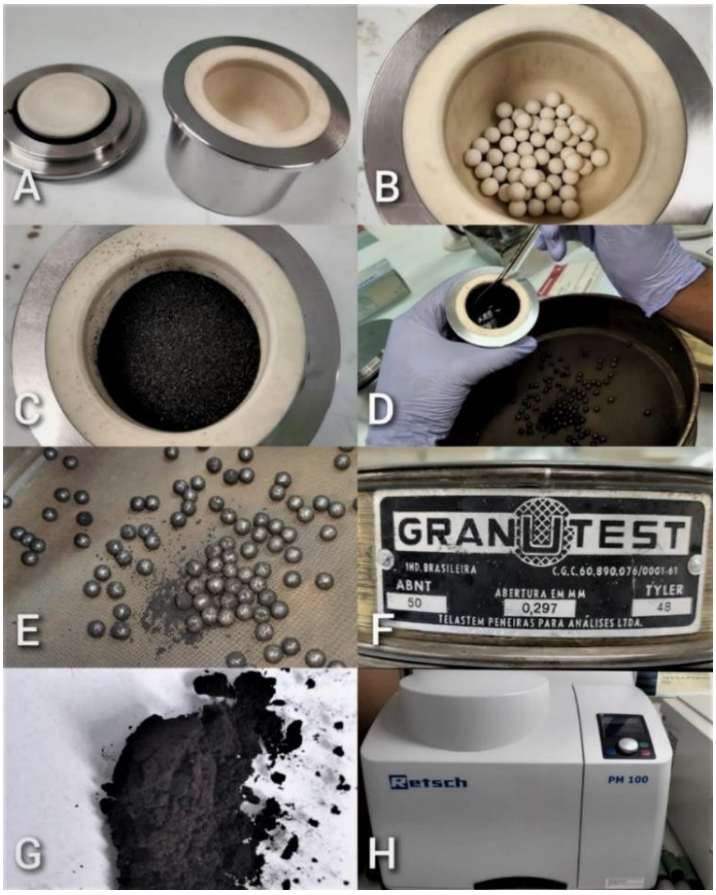

Fonte: Dados experimentais.

É importante ressaltar que os testes aqui mencionados foram conduzidos no Laboratório do Núcleo de Identificação (NID) da Superintendência da Polícia Federal em Minas Gerais (PF/SR-MG), e para estes testes preliminares foi utilizado a metodologia descrita na página 64.

## 6.2 Moagem do Óxido de Grafeno

O Óxido de grafeno foi moído em um moinho de bolas planetário o qual permitiu alcançarmos o objetivo de redução das dimensões das partículas, conforme procedimento demostrado (Figura 48, p. 93).

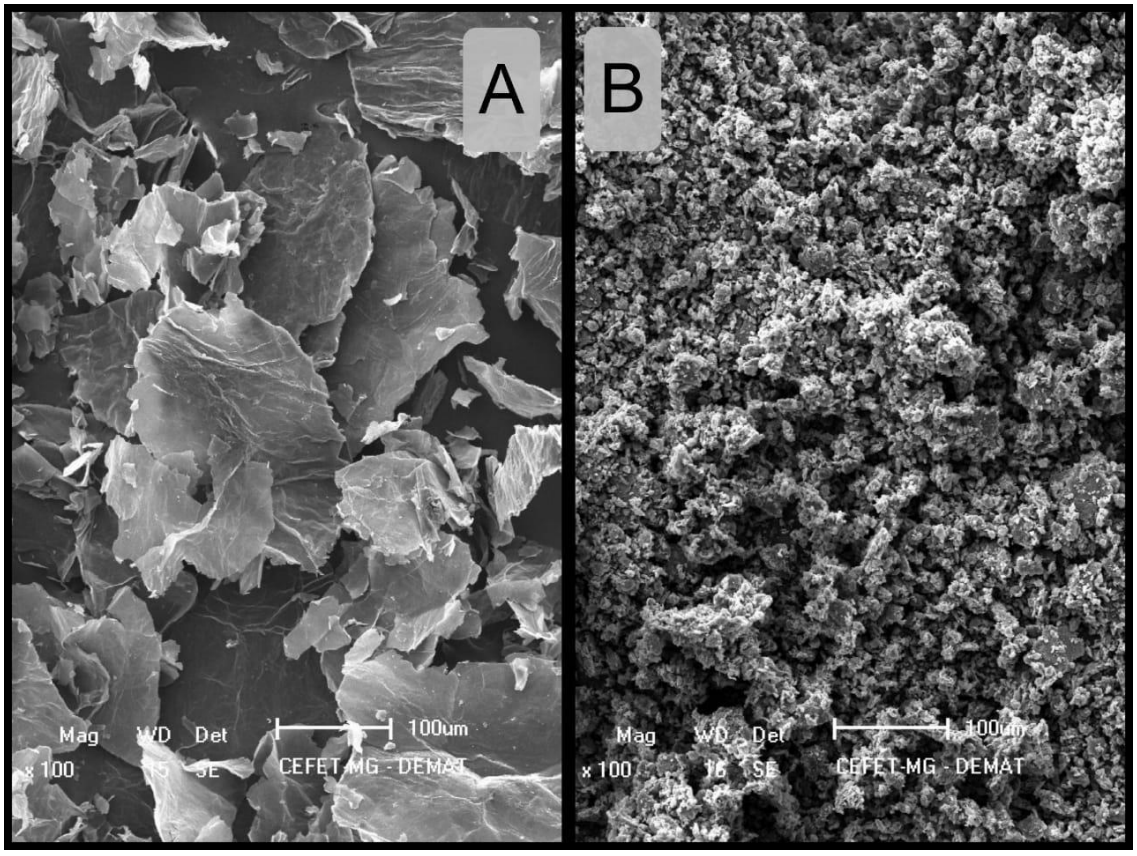
Figura 48 - Moagem do Óxido de Grafeno: (A) Vaso Inox; (B) Vaso revestido de alumina e bolas de alumina; (C) Óxido de Grafeno dentro do Vaso; (D) Óxido após procedimento de moagem; (E) Material moído depositado na peneira; (F) Peneira; (G) Óxido de grafeno peneirado




Fonte: Dados Experimentais.

Na avaliação da morfologia das partículas foi utilizado a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), assim se comprovando a redução do tamanho do material, conforme demonstrado na Figura 49.

Figura 49- Micrografia do antes e depois do procedimento de moagem do OG. (A) Óxido de grafeno; (B) Óxido de grafeno após procedimento de moagem



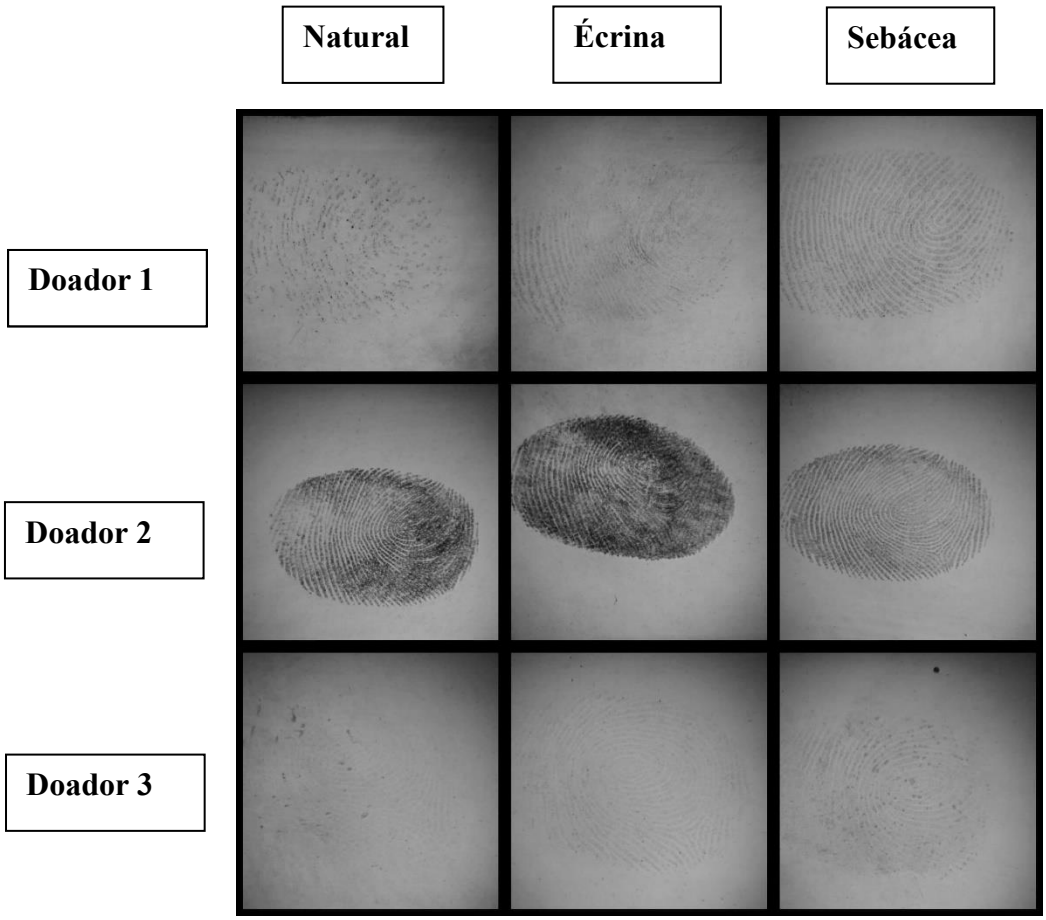

Fonte: Dados Experimentais.

## 6.3 Testes padrão de desempenho como reveladores do Carvão Ativado

É importante ressaltar que esses testes foram conduzidos com impressões papilares de três doadores distintos e envelhecidas por 24 horas e foram realizados em triplicata, o que reforça a consistência e a confiabilidade dos resultados obtidos.

Os resultados dos testes padrão realizados com o Carvão Ativado revelaram-se distintos em comparação com o pó preto padrão, no caso do doador 1 e doador 3 (Figura 50), os resultados foram insatisfatórios, devido à presença de resíduos específicos que dificultaram a obtenção de visibilidade clara dos padrões das impressões papilares. Isso salienta a complexidade das condições de análise forense, onde diferentes tipos de resíduos podem estar presentes e interagir de maneira única com a superfície da pele de cada pessoa.

Figura 50 - Teste de desempenho do CA

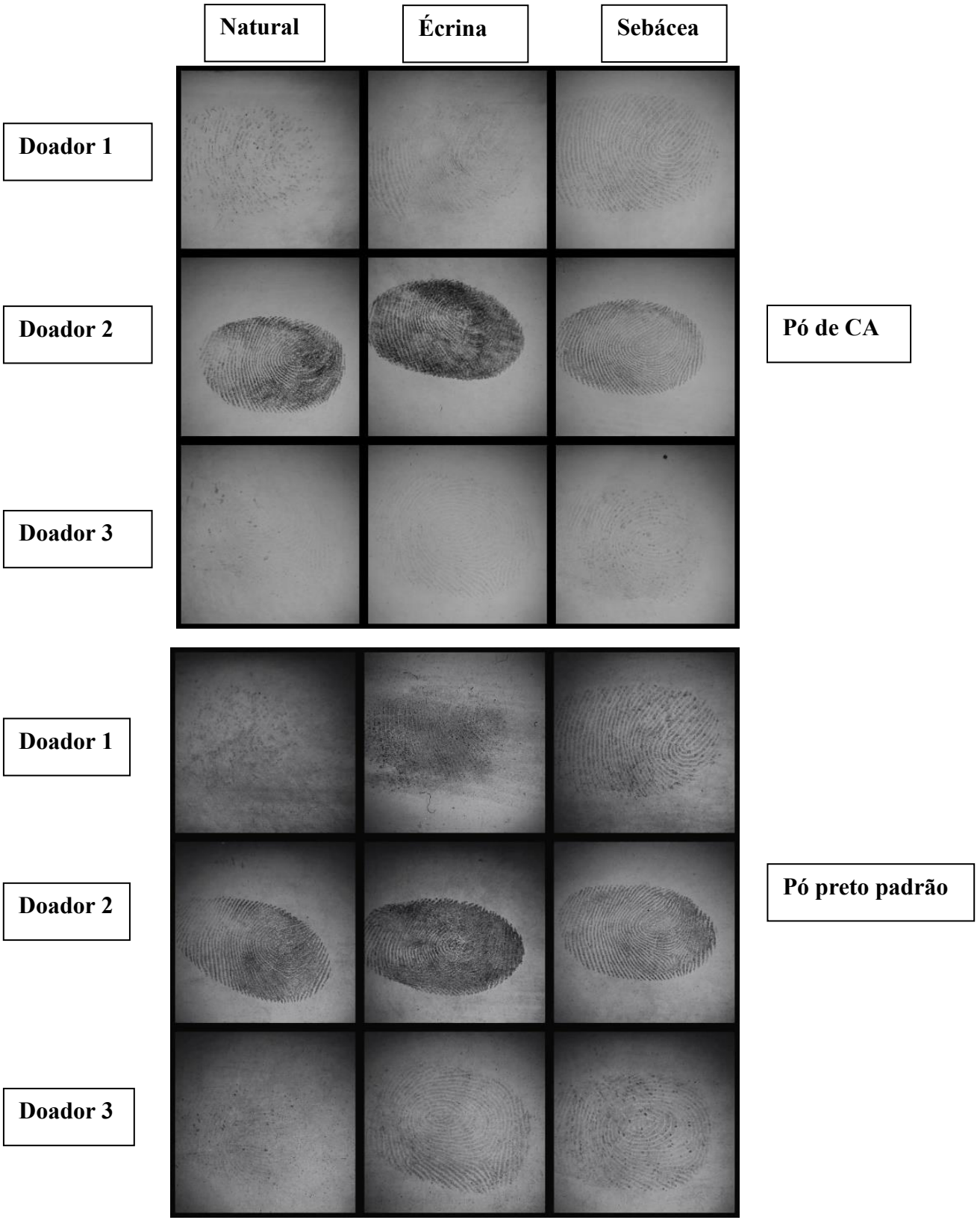



Fonte: Dados Experimentais.

Por outro lado, o doador 2 (Figura 50) apresentou resultados satisfatórios, com um contraste visual adequado que possibilitou a visualização de detalhes nítidos. Essa variação na eficácia do Carvão Ativado entre as amostras ressalta a importância de considerar não apenas os resíduos em si, mas também as características individuais das pessoas que deixam as impressões papilares, como a composição química natural da pele, o que pode influenciar a qualidade das evidências.

Os resultados dos testes de revelação das impressões papilares com CA e Pó preto padrão são apresentados na Figura 51.

Figura 51 - Comparação entre o Pó de CA e o Pó preto padrão




Fonte: Dados Experimentais

No caso dos doadores 1 e 3, os resultados foram insatisfatórios para materiais testados. Isso ocorreu devido à presença de resíduos específicos que dificultaram a obtenção de visibilidade clara dos padrões das impressões papilares. Essa situação realça a complexidade da análise forense, onde diferentes tipos de resíduos podem estar presentes e interagir de maneira única com a superfície da pele de cada pessoa. Assim como o Pó Preto Padrão não foi capaz de superar essa complexidade em certos casos, o CA também enfrentou dificuldades.

No entanto, no caso do doador 2, o CA apresentou resultados satisfatórios. Ele conseguiu revelar impressões papilares com um contraste visual adequado, permitindo a visualização de detalhes nítidos. Essa variação na eficácia do CA entre as amostras destaca a importância de considerar não apenas os resíduos em si, mas também as características individuais (sexo, idade etc.) das pessoas que deixam as impressões papilares como. A composição química natural da pele de cada indivíduo pode influenciar a qualidade das evidências, assim como acontece com o Pó Preto Padrão.

Com o propósito de avaliar a identificação de minúcias e detalhes nas impressões reveladas do doador 2, que apresentou os melhores resultados, conduziu-se uma análise comparativa por meio de um confronto papiloscópico entre o CA e o Pó Padrão para examinar os pontos característicos das impressões naturais, écrinas e sebáceas Figuras 52, 53 e 54.

Figura 52- Comparação entre o CA e o Pó padrão das impressões naturais

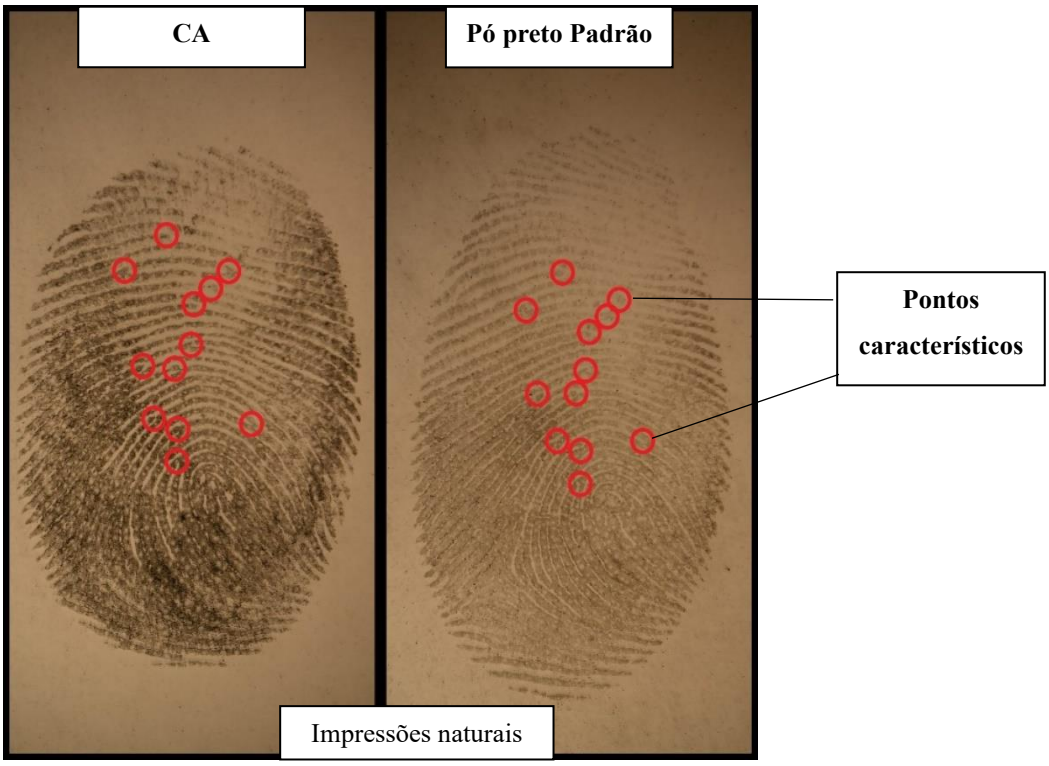


Figura 53 - Comparação entre o CA e o Pó padrão das impressões écrinas

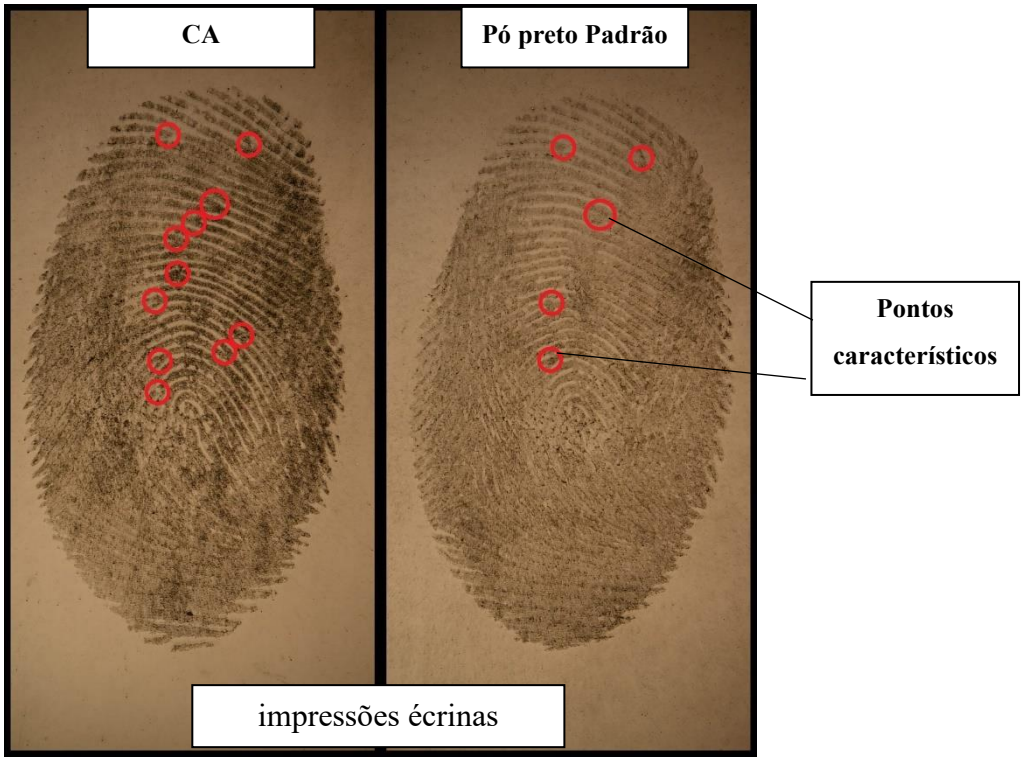
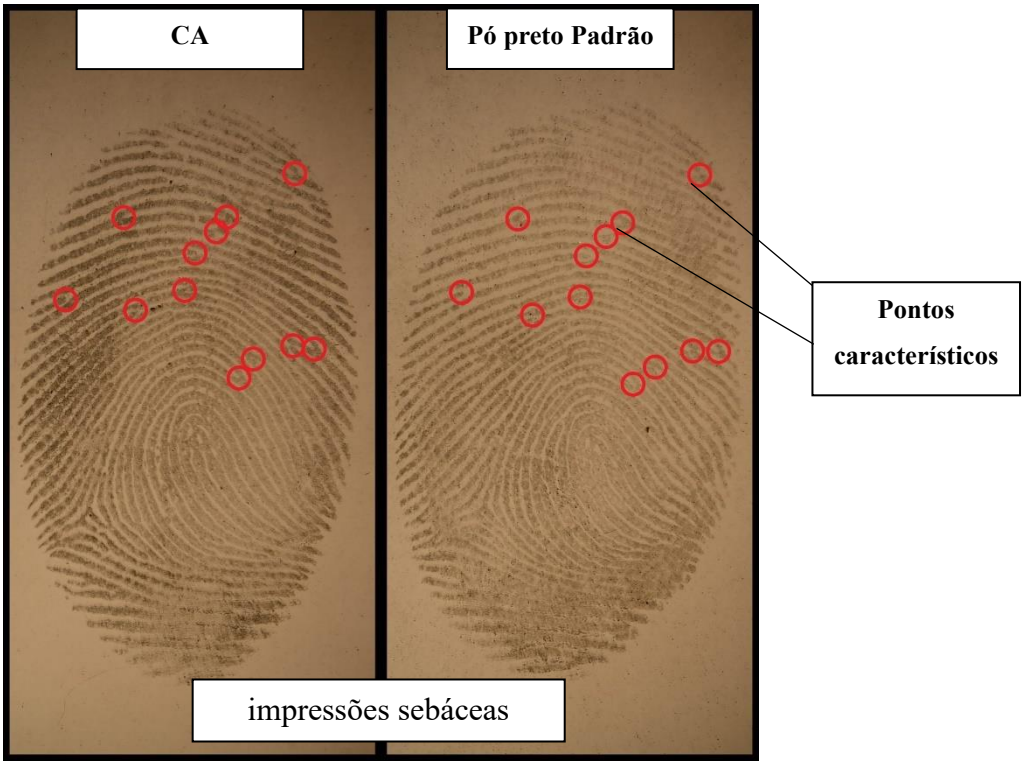



Figura 54 - Comparação entre o CA e o Pó padrão das impressões sebáceas



No confronto das abordagens em relação às impressões naturais (Figura 50), tanto o Carvão Ativado (CA) quanto o pó padrão revelaram a identificação de 12 pontos característicos. De acordo com os critérios estabelecidos na Tabela 1, todas as revelações, obtidas com o uso tanto do CA quanto do pó padrão, foram classificadas com uma pontuação 4. Vale destacar que o pó de CA proporcionou um contraste visual ligeiramente mais acentuado em comparação com o pó padrão.

No que diz respeito ao confronto papiloscópico das impressões écrinas (Figura 51), observou-se que, com a aplicação do Carvão Ativado (CA), foi possível identificar 11 pontos característicos na revelação, resultando em uma classificação com pontuação 4, de acordo com os critérios da Tabela 1. Por outro lado, o Pó Preto Padrão permitiu a identificação de apenas 5 pontos característicos, enquadrando essa revelação em uma classificação entre 2 e 3, conforme os critérios da tabela de classificação de revelações de impressões digitais.

No cenário do confronto das impressões sebáceas (Figura 52), tanto o CA quanto o pó padrão possibilitaram a identificação de 12 pontos característicos. Seguindo os critérios estabelecidos na Tabela 1, todas as revelações, obtidas com o uso tanto do CA quanto do pó padrão, foram classificadas com uma pontuação 4.

Portanto, tanto o Pó Preto Padrão quanto o CA enfrentam desafios na revelação de impressões papilares devido à complexidade das condições forenses, enfatizando a necessidade de análises cuidadosas e a consideração das características individuais das evidências e das pessoas envolvidas.

# 7 CONCLUSÃO

Neste trabalho, foi realizada uma pesquisa sobre o uso de Óxido de grafeno, Carvão ativado e seus derivados na revelação de impressões papilares. Por meio das caracterizações realizadas, GO, CA e derivados funcionalizados apresentaram conformidade com a literatura científica, apresentando propriedades e características esperadas para os materiais em questão. Os resultados preliminares são promissores e fornecem uma base sólida para a continuidade desta pesquisa.

É de relevância significativa destacar as vantagens intrínsecas associadas ao uso do CAM em comparação com o pó magnético convencional. O CAM, além de possuir baixa toxicidade, apresenta-se como uma opção mais alinhada aos princípios da química verde e sustentabilidade, com custos substancialmente reduzidos.

A análise comparativa entre o CAM e o pó magnético convencional demonstrou que o CAM possui um grande potencial para melhorar o contraste visual em impressões papilares, tornando possível a visualização clara das linhas papilares e dos pontos característicos. Esses resultados indicam que o CAM pode ser uma ferramenta valiosa em análises papiloscópicas, onde a precisão é de suma importância para determinar possíveis correspondências entre impressões papilares.

No entanto, é importante destacar que o óxido de grafeno (OG), em sua forma inicial, não apresentou eficácia na revelação de impressões papilares, devido ao tamanho das partículas do material. Porém, após o processo de redução do tamanho das partículas, o OG demonstrou uma notável capacidade de melhorar o contraste visual, permitindo a visualização clara das linhas papilares e dos pontos característicos nas impressões papilares. Isso sugere que o OG pode ser uma alternativa promissora para aprimorar as técnicas de revelação de impressões papilares, desde que a redução do tamanho das partículas seja realizada de maneira adequada.

Além disso, os resultados dos testes papiloscópicos evidenciaram a complexidade das condições forenses, onde diferentes tipos de resíduos presentes nas impressões papilares e as características (sexo, idade etc.) individuais das pessoas que as deixam desempenham um papel crítico no desempenho dos materiais de revelação. A composição química natural da pele de cada indivíduo pode influenciar a qualidade das evidências, independentemente do material utilizado. Isso reforça a necessidade de considerar cuidadosamente as características individuais das evidências e das pessoas envolvidas em análises forenses

A comparação do Pó Preto Padrão e do Carvão Ativado (CA) para a revelação de impressões papilares destacou a importância de avaliar minuciosamente as condições específicas de cada caso. Tanto o Pó Preto Padrão quanto o CA enfrentaram desafios em determinadas situações devido à complexidade das condições forenses. No entanto, em casos específicos, o CA demonstrou resultados satisfatórios, ressaltando sua utilidade em análises forenses.

Diante desses resultados, é evidente que há um potencial significativo para aprimorar as técnicas de revelação de impressões papilares com o uso do CAM e do OG, desde que sejam consideradas as condições específicas de cada caso. No entanto, é necessário realizar mais análises para uma compreensão mais completa das propriedades dos materiais e sua aplicação prática na área forense.

É crucial ressaltar que a abordagem experimental foi concebida, pautada pelos princípios fundamentais da química verde, que visa a minimização do impacto ambiental decorrente das atividades de pesquisa. Neste contexto, conferimos uma primordial ênfase à seleção de solventes e reagentes sustentáveis, oriundos de fontes renováveis, notadamente o etanol e o aminoácido Glicina, bem como à adoção do próprio carvão ativado obtido mediante matérias primas renováveis.

Além disso, utilizamos estratégias voltadas para a otimização da eficiência energética em nossos experimentos, dando destaque à aplicação de fontes alternativas como irradiação de micro-ondas e ultrassom. Tais escolhas não somente contribuíram para a redução do impacto ambiental inerente às práticas laboratoriais, mas também consolidaram nosso comprometimento com a pesquisa científica responsável e sustentável.

Perspectivas futuras incluem a investigação mais aprofundada das condições que afetam o desempenho desses materiais, o refinamento das técnicas de redução de tamanho de partícula do OG e a consideração de abordagens combinadas que possam aproveitar o potencial de ambos os materiais. Além disso, a pesquisa pode ser estendida para incluir uma gama mais ampla de resíduos e amostras para uma compreensão abrangente das condições forenses.

Cabe ressaltar a relevância deste trabalho no que se refere à segurança dos profissionais envolvidos na perícia papiloscópica, considerando a substituição de reveladores altamente tóxicos por materiais com baixa toxicidade.

Em suma, este estudo representa um passo importante na busca por técnicas de revelação de impressões papilares mais eficazes, precisas, acessíveis e seguras, contribuindo para o

avanço da ciência forense e aprimorando a capacidade de investigação criminal, com base na sustentabilidade de processos e produtos tecnológicos.

# REFERÊNCIAS

AGUIAR FILHO, A. M. (Org.). Peritos em papiloscopia e Identificação humana**. Goiânia**: Kelps, v. 2, 2021. 205 p.

AHMAD, H.; FAN, M.; HUI, D. Graphene oxide incorporated functional materials: a review. Composites Part B: Engineering, [s. l.], v. 145, n. 15, p. 270–280, Jul. 2018.

AHMEDNA, M.; MARSHALL, W. E.; RAO, R. M. Production of granular activated carbons from select agricultural by-products and evaluation of their physical, chemical and adsorption properties. Bioresource Technology, Barking, v. 71, n. 2, p. 113-123, Jan. 2000.

AHMEDNA, M.; MARSHALL, W. E.; RAO, R. M. Surface properties of granular activated carbons from agricultural by-products and their effects on raw sugar decolorization. Bioresource Technology, Barking, v. 71, n. 2, p. 103-112, Jan. 2000.

ALEM, L. Padronização de metodologia para a identificação de perfil genético de impressões papilares impregnadas com reveladores químicos empregados na perícia criminal militar. 2019. 90 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Médicas) – Faculdade de Ciências Médicas, Centro Biomédico, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, 2019.

ALMEIDA, A. F. et al. Síntese e caracterização de óxido de grafeno pelo método de oxidação química do grafite visando suas aplicações em adsorção de resíduos. In: CONRESOL. 2º Congresso Sul - Americano de resíduos sólidos e sustentabilidade. Foz do Iguaçu: Ibeas, 2019. p. 1-6. Disponível em: https://www.ibeas.org.br/conresol/conresol2019/V-042.pdf. Acesso em: 12 out. 2022.

ALMEIDA, C. F. Produção de carvão ativado quimicamente a partir da palmácea mauritia flexuosa e o estudo de suas propriedades adsortivas. 2015. 68 f. Dissertação (Mestrado em Química) - Faculdade de Ciências Exatas e Tecnologia, Universidade Federal da Grande Dourados, Dourados- MS, 2015.

ANASTAS, P. T.; WARNER, J. C. Green Chemistry: theory and practice. [s. l.]: Oxford University Press, 1998.

ARAÚJO, M. E. C.; PASQUALI, L. Histórico dos processos de identificação. In: Datiloscopia: a determinação dos dedos. Brasília: L. Pasquali, 2006. cap. 1, p. 6-64.

ARAE, Karina Sanae Palace. Síntese e caracterização de nanopartículas de óxido de ferro. Trabalho de Conclusão de Curso em Química Bacharel apresentado ao Instituto de Química da Universidade de Brasília, como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharelado em Química. Universidade de Brasília, Instituto de Química, 2020.

ARDILA-FIERRO, K. J; HERNÁNDEZ, J. G. Sustainability assessment of mechanochemistry by using the twelve principles of green chemistry. ChemSusChem, Weinheim, v. 20, n. 14, p. 2145-2162, May. 2021.

ASSIS, A. C. M. M. A. Caraterização química de impressões papilares humanas por FT-MS: aplicações forenses. 2020. 257 f. Tese (Doutorado em química) – Faculdade de Ciências, Universidade de Lisboa, Lisboa, 2020.
AVILA, E. S. et al. Síntese e caracterização de óxido de grafeno e óxido de grafeno reduzido. Revista Brasileira de Engenharia e Sustentabilidade, v. 3, n. 1, p. 19-24, Abr. 2017.

AYGÜN, A.; YENISOY-KARAKAŞ, S.; DUMAN, I. Production of granular activated carbon from fruit stones and nutshells and evaluation of their physical, chemical and adsorption properties. Microporous and Mesoporous Materials, Amsterdã, v. 66, n. 2- 3, p. 189-195, Dez. 2003.

BALSAN, J. D. et al. Desenvolvimento de metodologia de revelação de impressão digital latente com chalconas. Química Nova, Curitiba, v. 42, n. 8, p. 845-850, Ago. 2019.
BANSAL, R. C.; OGYAL, M. Activated carbon adsorption. Boca Raton: Taylor e Francis Group, 2005. p. 497.

BARROS, R. M. Emprego de nanomateriais para análise multi-informacional de impressões papilares latentes. 2019. 162 f. Tese (Doutorado em Nanociência e Nanobiotecnologia) - Programa de Pós-Graduação em Nanociência e Nanobiotecnologia, Instituto de Ciências Biológicas, Universidade de Brasília, Brasília, 2019.

BOUCHELTA, C. et al. Preparation and characterization of active carbon from date stones by physical activation with steam. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, Amsterdam, v. 82, n. 1, p. 70-77, 2008.

BURCHFIELD, L. A. et al. Novamene: A new class of carbon. Heliyon, London, v. 3, n. 2, p. 1-15, Fev. 2017.

CALAZANS, C. H.; CALAZANS, S. M. Ciência forense: das origens à ciência forense computacional. São Paulo: Laboratório de sistemas integrados. Escola politécnica. Universidade de São Paulo, 2005.

CAMAROGS, J. S. F.; SEMMER, A. O.; SILVA, S. N. Características e aplicações do grafeno e do óxido de grafeno e as principais rotas para síntese. The Journal Of Engineering And Exact Sciences, Belo Horizonte, v. 3, n. 8, p. 1118-1130, Set. 2017.

CARVALHO, D. DA S. et al. O pó revelador e o seu processo de adesão aos resquícios presentes nas impressões papilares. Revista Brasileira de Ciências Policiais, Brasília, v. 12, n. 4, p. 323-358, Jan./Abr. 2021. Disponível em: https://periodicos.pf.OGv.br/index.php/RBCP/article/view/751/448. Acesso em: 6 Jun. 2022.

CASTRO, C. S. et al. Remoção de compostos orgânicos em água empregando carvão ativado impregnado com óxido de ferro: ação combinada de adsorção e oxidação em presença de H2O2. Química Nova, São Paulo, v. 32, n. 6, p. 1561 - 1565, Jul. 2009.

CHEMELLO, E. Ciência forense: impressões papilares. Química Virtual, [s.l.], p. 1-11, Dez. 2006.

CLAUDINO, A. Preparação de carvão ativado a partir de turfa e sua utilização na remoção de poluentes. 2003. 101 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2003.
COELHO, G. F. et al. Uso de técnicas de adsorção utilizando resíduos agroindustriais na remoção de contaminantes em águas. Journal of Agronomic Sciences, Umuarama, v. 3, n. especial, p. 291-317, 2014.

CONDOMITTI, U. et al. Uso de Nanopartículas superparamagnéticas na revelação de impressões dígito-papilares latentes. Brazilian Journal Of Forensic Sciences, Medical Law And Bioethics, [s.l.], v. 9, n. 3, p. 282-291, Fev. 2020.

CONSTANTINO, M. G. Química orgânica: curso básico universitário. Rio de Janeiro: LTC, v. 3, 2006.

CORDEIRO, G. L. Síntese e processamento de óxido de grafeno reduzido: abordagens no desenvolvimento de eletrocatalisadores suportados para oxidação de etanol. 2018. 123 f. Dissertação (Doutorado em Ciência de Tecnologia Nuclear - Materiais) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2018.

CORRÊA, A. G.; ZUIN, V. G. Princípios fundamentais da química verde. In: (Org.). Química verde: fundamentos e aplicações. São Carlos: EdUFSCar – Editora da Universidade Federal de São Carlos, 2009, p. 9-22.

COSTA, Clara Cardoso. Aplicação de óxido de grafeno na área forense: avaliação de rotas sintéticas. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharel em Química Tecnológica) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), 2022.

DEDAVID, Berenice. Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras. Materiais poliméricos, metálicos e semicondutores. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007. [recurso eletrônico]. Disponível em: https://editora.pucrs.br/edipucrs/acessolivre/livros/microscopia.pdf. Acesso em: 23 Jan. 2023.

DIAS, G. C. et al. Caracterização morfológica de óxido de grafeno preparados pelo método de hummers modificado. Revista Tecnológica, São Paulo, v. 29, n. 1, p. 199-216, Jan. 2020.

DUARTE, F.; MALDONADO-HÓDAR, F. J.; MADEIRA, L.M. Influence of the particle size of activated carbons on their performance as Fe supports for developing Fenton-like catalysts. Industrial & Engineering Chemistry Research, Washington, v. 51, n. 27, p 9218-9226, 2012.

ESPINDULA, Alberi (Org.). Ciências Forenses: uma introdução às principais áreas da criminalística moderna. 3. ed. Campinas (SP): Millennium, 2017. p. 135-162.
FAULDS, Henry. On the skin-furrows of the hand. Nature, London, v. 22, p. 605, 1880. Disponível em: file:///C:/Users/hmps001908/Downloads/02 2605a0.pdf. Acesso em: 18 Mai. 2022.

FECHINE, Pierre B. A. (Org.). Avanços no desenvolvimento de nanomateriais. Fortaleza: Imprensa Universitária, 2020. 300 p

FERREIRA, R. G. et al. Fingerprint development techniques: a review. Revista Virtual de Química, Belo Horizonte, p. 1-25, Set. 2021.

FIGINI, A. R. L. Papiloscopia, datiloscopia e revelação de impressões papilares. Campinas: Millennium, 2012. 336 p.

FRAGA, T. J. M. et al. Tratamento de efluentes têxteis reais por adsorção em óxido de grafeno amino-amino-Fe3O4-funcionalizado. In: Silubesa, 19., 2020. Recife. Anais. Recife: Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental, 2020. Trabalho II-023.

FRAGA, T. J. M. et al. Estudo comparativo sobre a adsorção de corantes catiônicos em óxido de grafeno amino-amino-Fe3O4-funcionalizado. In: Congresso Brasileiro de Engenharia Ambiental e Sanitária, 30., 2019. Anais. Natal: Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental, 2019. Trabalho II-013.

GAO, W. et al. New insights into the structure and reduction of grafite oxide. Nature Chemistry, London, v. 1, n. 5, p. 403-408, Jul. 2009.

GARCIA, M. S. Química Forense: metodologias analíticas na investigação de crimes. 2015. 82 f. Monografia (Graduação em Química) - Instituto Municipal de Ensino Superior de Assis, Fundação Educacional do Município de Assis, Assis, 2015.

GHURAM, A. N. et al. Graphene Oxide (GO) materials: applications and toxicity on living organisms and environment. Journal of Functional Biomaterials, Basel, v. 13, n. 2. p. 1-28, Jun. 2022. Disponível em: https://doi.org/10.3390/jfb13020077. Acesso em: 10 Dez. 2022.

OGMES, W. M. G. S. Revelação de impressão digital latente em superfície metálica a partir da eletrodeposição de polímeros conjugados. 2018. 116 f. Tese (Doutorado em Química) - Instituto de Química e Biotecnologia, Universidade Federal de Alagoas, Maceió, 2018.

GUERREIRO, I. L.; SAMPAIO, C. G. Papiloscopia forense e revelação de impressões papilares na cena de um crime: uma ferramenta para o ensino de química com enfoque CTS. Research, Society And Development, Itajubá, v. 8, n. 9, p. 1-13, Jun. 2019.

GURUNATHAN, S. et al. Green synthesis of graphene and its cytotoxic effects in human breast cancer cells. International journal of nanomedicine, Auckland, v. 8, p. 1015-1027, 2013.

HAWTHORNE, M. R.; PLOTKIN, Sharon L.; DOUGLAS, Bracey-Ann. Fingerprints: analysis and understanding. Boca Raton: CRC Press, 2021. p. 3–13.

Heitmann AP, Silva GC, Paiva PR, Dantas MS, Ciminelli VS, Souza Dinóla IC, Ferreira AM. Magnetized manganese oxide nanocomposite for effective decontamination of Cd(II) from wastewaters. Water Sci Technol, 2016.

HOUSECROFT, Catherine E.; SHARPE, Alan G. Química Inorgânica. 4. ed. São Paulo: GEN, v. 2, 2013. E-book. Disponível em: https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/978-85-216-2733-3/. Acesso em: 19 Fev. 2023.

HUIDOBRO, A.; PASTOR, A. C.; RODRÍGUEZ-REINOSO, F. Preparation of activated carbon cloth from viscous rayon: part IV. Chemical activation, Lexington, v. 39, n. 3, p. 389-398, Mar. 2001.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, Genebra, 2015.

IONIŃă, M. et al. Graphene and functionalized graphene: extraordinary prospects for nanobiocomposite materials. Composites. Part B, Engineering., Oxford, v. 121, p. 34-57, Jul. 2017.

JACKSON, Paloma Cristina. Estudo de Decoração de Carvão Ativado por Óxidos Metálicos de Transição como Material Eletrodo em Supercapacitores. Dissertação (Mestrado em Engenharia Elétrica, área de Energia Elétrica) - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Elétrica e de Computação, 2021.

JANUÁRIO, E. F. D. et al. Membrana de microfiltração modificada com óxido de grafeno para remoção de amarelo crepúsculo. Encontro Internacional de Produção Científica – XIEPCC, 2019. Disponível em: https://rdu.unicesumar.edu.br/bitstream/123456789/3341/1/EDUARDA%20FREITAS%20DIOOG%20JANUÁRIO.pdf. Acesso em: 17 Out. 2022.

JENSEN, W. B. The origin of the term allotrope. Journal of Chemical Education, Washington, v. 83, n. 6, p. 838-839, Jun. 2006.

JR CALLISTER; William D. C. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução. Rio de Janeiro: LTC, 2020. 864 p. E-book. Disponível em: https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521637325/. Acesso em: 23 Fev. 2023.

KÄFER, M. Utilização de diferentes carvões ativados no preparo de compósitos com óxido de ferro para o uso na remoção de corante têxtil. 2021. 67 f. Dissertação (Mestrado em Processos Químicos e Biotecnológicos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2021.

LERF, A. et al. Structure of graphite oxide revisited. Journal of Physical Chemistry B, Washington, v. 102, n. 23, p. 4477-4482, 1998.

LOBO, B. J. M.; MACEDO, J. L. Revelação de Impressões papilares em Suportes Celulósicos e Cédulas de Dinheiro: uma revisão. Revista Brasileira de Ciências Policiais, Brasília, v. 11, n. 2, p. 21-48, Ago. 2020.

LOPEZ-RAMÓN, M. et al. On the Characterization of acid and basic surface sites on carbons by various techniques. Carbon, Elmsford, v. 37, n. 8, p. 1215-1221, 1999.

LOURO, H.; BORGES, T.; SILVA, M. J. Nanomateriais manufaturados: novos desafios para a saúde pública. Revista Portuguesa de Saúde Pública, Lisboa, v. 31, n. 2, p. 145-157, Jul./Dec. 2013. Disponível em: https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0870902512000399#bib002. Acesso em: 23 Mai. 2022.

MACEDO, I. O.; CAMPOS, A. F. Discussão da técnica de visualização térmica de impressões digitais em suportes metálicos. [201-?]. Disponível em: http://docplayer.com.br/23352675-Discussao-da-tecnica-de-visualizacao-termica-de-impressoes-digitais-em-suportes-metalicos.html. Acesso em 22 de Mar. 2022.

MAGNE, T. M. et al. Graphene and its derivatives: understanding the main chemical and medicinal chemistry roles for biomedical applications. Journal Of Nanostructure In Chemistry,

Berlim, v. 12, p. 693-727, Set. 2021. Disponível em: https://link.springer.com/article/10.1007/s40097-021-00444-3. Acesso em: 25 Fev. 2023.
MANAHAN, Stanley E. Química ambiental. Porto Alegre: Bookman, 2013. 944 p. E-book. Disponível em: https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788565837354/. Acesso em: 17 Fev. 2023.

MARTINIS, Bruno Spinosa de; OLIVEIRA, Marcelo Firmino de. Química forense experimental. São Paulo: Cengage Learning Brasil, 2016. E-book. Disponível em: https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788522122783/. Acesso em: 23 Fev. 2023.

MELO, N.H. et al. Evaluation of the adsorption process using activated bone char functionalized with magnetite nanoparticles. Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management, Miami, v. 10, p. 427–434, Dec. 2018.

MIYATA, T.; ENDO, A.; OHMORI, T.; AKIYA, T.; NAKAINA, M. Evaluation of pore size distribution in boundary region of micropore and mesopore using gas adsorption method. Journal of colloid and interface science, New York, v. 262, n. 1, p. 116-125, Jun. 2003.

MOCELIN, C. Pirolise de lodo de esgoto sanitário: produção de adsorvente e óleos combustíveis. 2007. 116f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Curitiba, 2017.

MONTEJO, V. L. La huella lofoscópica en la escena del crimen: estudio científico. Madrid: Reus, 2020. 236 p.

MORAVIA, Wagner Guadagnin. Estudos de caracterização, tratabilidade e condicionamento de lixiviados visando tratamento por lagos. 2007. 179 f. Dissertação (Mestrado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos) - Escola de Engenharia, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2007.

MORENO-CASTILLA, C.; LÓPEZ-RAMÓN, V. M.; CARRASCO-MARIN, F. Changes in surface chemistry of activated carbons by wet oxidation. Carbon, Lexington, v. 38, n. 14, p. 1995-2001, 2000.

NATIONAL INSTITUTE OF JUSTICE. Office of Justice Programs. The fingerprint sourcebook. Washington, DC: NIJ 2010. 422 p. Disponível em: https://www.ojp.gov/pdffiles1/nij/225320.pdf. Acesso em: 15 de Jul. de 2022.

NICOLODIA, Caroline; ROSA, Bruno Nunes da; SILVA, Caroline Carapina da; BERNEIRA, Lucas Moraes; PACHECO, Bruna S.; POLLETTI, Tais; VENZKE, Dalila; MARIOTTI, Kristiane C.; PEREIRA, Claudio M. P. Aplicação de Condimentos na Revelação de Impressões Digitais Latentes: Um Experimento no Ensino de Química. Química Nova, vol. 42, n. 8, p. 962-970, 2019.

NUNES FILHO, F. G. et al. Híbridos de grafeno/montmorillonita e óxido de grafeno/montmorillonita como nanomateriais funcionais: uma visão da literatura atual. Cerâmica, São Paulo, v. 67, n. 382, p. 210-229, Abr./Jun. 2021. Disponível em https://www.scielo.br/j/ce/a/sHPmjpBJF4B6xzHJJ4j5Yvr/abstract/?lang=pt. Acesso em: 28 Jan. 2023.

OLIVEIRA, G. D. de. Química forense: um estudo sobre impressão digital. 2016. 56 f.. Monografia (Graduação em Química Industrial) – Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense. Niterói, 2016.

PAIVA, J. M. Nanoestruturas de óxido de grafeno magnético: modificação e funcionalização de superfície para terapia fotodinâmica e fototérmica. 2017. 76f. Dissertação (Mestrado em Química) - Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2017.

PARK, S.; RUOFF, R. Chemical methods for the production of graphenes. Nature Nanotechnology, London, v. 4, p. 217-224, Mar. 2009. Disponível em: 10.1038/NNANO.2009.58. Acesso em: 18 Jun. 2022.

PATRICK, J. W. Porosity and applications. New York: John Wiley & Sons, 1995.

PAVIA, D. L. et al. A small scale approach to organic laboratory techniques. 3. ed. Belmont: Cengage Learning, 2011.1005 p.

PAVIA, Donald L. et al. Introdução à espectroscopia. São Paulo: Cengage Learning Brasil, 2016. E-book. Disponível em: https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788522123391/. Acesso em: 27 Fev. 2023.

PEIXOTO, A. S.; RAMOS, A. S. Filmes finos e revelação de impressões papilares latentes. Ciência e Tecnologia dos Materiais, Coimbra, v. 22, n. 1-2, p. 29-47, 2010.

PENG, L. et al. An iron-based green approach to 1-h production of single-layer graphene oxide. Nature Communications, London, v. 6, n. 5716, p. 1-9, Jan. 2015.

PEREIRA, E. et al. Preparação de carvão ativado em baixas temperaturas de carbonização a partir de rejeitos de café: utilização de FeCl3 como agente ativante. Quím. Nova, São Paulo, v. 31 n. 6, p. 1296-1300, Fev. 2008.

PINTO, G. C. Óxido de grafeno magnético: uma estratégia para imobilização de lipases. Dissertação (Mestrado em Química) – Instituto de Química, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2019.

PRADO, A. G. S. Química verde, os desafios da química do novo milênio. Química Nova, São Paulo, v. 26, n. 5, p. 738-744, Out. 2003.

RAYNER-CANHAM, Geoff; OVERTON, Tina. Química inorgânica descritiva, 5. ed. São Paulo: GEN, 2015. E-book. Disponível em: https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/978-85-216-2824-8/. Acesso em: 19 Fev. 2023.

REIS, C. F. Revelação de impressões papilares latentes com materiais híbridos magneto-fluorescentes por ESIPT. 2019. 63 f. Tese (Mestrado em Ciência dos Materiais.) - Instituto de Química, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2019.

RODBARI, R. J. et al. Estudo das caracterizações fisico-química do nanocomposito poliestireno/óxido de grafeno de alta acidez com aplicabilidade em filmes finos. Revista de Engenharia e Tecnologia, Ponta Grossa, v. 8, n. 2, Ago. /2016. p. 112-125.

ROSA, A. L. D. et al. Caracterização do carvão ativo utilizado na remoção do corante Rodamina B. In: 6º CONGRESSO INTERNACIONAL DE TECNOLOGIAS PARA O MEIO AMBIENTE BENTO GONÇALVES – RS, Brasil, 10 a 12 de Abril de 2018. p 1- 8.

SCHNEIDER, E. L. Adsorção de compostos fenólicos sobre carvão ativado. 2008. 93 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química). Centro de Engenharias Ciências Exatas, Universidade Estadual do Oeste do Paraná, Toledo, 2008.

SERODRE, TiaOg et al. Surface silanization of graphene oxide under mild reaction conditions. Journal of the Brazilian Chemical Society, São Paulo, v. 30, n. 11. p. 2488- 2499, Jul. 2019.

SIBURIAN R. et al. New route to synthesize of graphene nano sheets. Oriental Journal of Chemistry, Madhya Pradesh, v. 34; n. 1, p. 182-187, 2018.

SILVA, L. A. et al. Methylene blue oxidation over iron oxide supported on activated carbon derived from peanut hulls. Catalysis Today, Madrid, v. 289, p 237 - 248, 2017.

SILVA, M. J. Preparação e caracterização elétrica do compósito de poliuretano/negro de fumo. 2009. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Departamento de Física e Química, Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista. São Paulo, 2009.

SING, K. S. W. et al. Reporting physisorption data for gas/solid systems with special reference to the determination of surface area and porosity. International Union of Pure and Applied Chemistry, Carolina do Norte, v. 57, n. 4, p.603 – 619, 1985.

SIRCHIE. 101L HiFi volcano latent print powder, silk black: Safety Data Sheet. 2012. Disponível em: https://www.sirchie.com/regular-silk-black-fingerprint-powder.html. Acesso em 12 Out. 2022.

SIRCHIE. Ninhydrin Crystals 25 gram jar: technical Information: NRP01A, NRP02B, NRP03C, Ninhydrin, Crystals. 2011. Disponível em: https://www.sirchie.com/ninhydrin-crystals-25g-jar.html. Acesso em: 8 Dez. 2021.

SKOOG, D. A. et al. Fundamentos de química analítica. São Paulo: Cengage Learning, 2009. p. 899-920.

SMITH, A. T. et al. Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposites. Nano Materials Science, Basiléia, v. 1, n. 1, p. 31-47, Mar. 2019.

SMITH, William F.; HASHEMI, Javad. Fundamentos de engenharia e ciência dos materiais. Porto Alegre: Grupo A, 2012. p. 118-119. E-book. Disponível em: https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788580551150/. Acesso em: 23 Fev. 2023.

SOARES, L. A. et al. Síntese e caracterização de carvão ativado obtido a partir do bagaço de cana-de-açúcar. In: XXI CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA QUIMICA. FORTALEZA/CE, 25 a 29 de Setembro. p.1-8.

SODHI, G. S.; KAUR, J. Powder method for detecting latent fingerprints: a review. Forensic Science International, Lausanne, v. 120, n. 3, p. 172-176, Set. 2001.

SOUTELO, Ana Clara Manini. Química verde aplicada na síntese de reveladores papiloscópicos derivados de óxido de grafeno para fins forenses. 2022. Monografia (Graduação em Química) - Centro Federal de Educação Tecnológica de Minas Gerais (CEFET-MG), Belo Horizonte (MG). 2022.

SOUZA, Z. S. B. Estudo da funcionalização do grafeno como via para compatibilização com a matriz de poli(tereftalato de etileno). 2020. 113 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) - Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2020.

STREM CHEMICALS. Graphene oxide: Safety data sheet. 2021. Disponível em: https://www.strem.com/catalog/v/06-2530/12/carbon_1034343-98-0. Acesso em: 23 Out. 2022.

SUDARYANTO, Y. et al. High surface area activated carbon prepared from cassava peel by chemical activation. Bioresource Technology, Barking, v. 97, n. 5, p. 734-739, Mar. 2006.

SUK, J. W. et al. Mechanical properties of monolayer graphene oxide. ACS Nano, Washington, v. 4, n. 11, p. 6557–6564, Out. 2010.

TEXEIRA, J. L. Obtenção e caracterização de carvão ativado a partir da Casca de coco verde. 2020. 88 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre – RS, 2020.

THAKRAN, M.; RAY, S. K.; KUMAR, B. Recent advances in synthetic methods to prepare graphene oxide. International Journal For Research In Applied Science & Engineering Technology (Ijraset), Gurugram (Índia), v. 6, n. 6, p. 1055-1059, Jun. 2018.

TOMA, Enrique E. Nanotecnologia molecular: materiais e dispositivos. São Paulo: Blucher, 2016. Disponível em: https://integrada.minhabiblioteca.com.br/#/books/9788521210245/. Acesso em: 23 Fev. 2023.

VELHO, Jesus Antonio; GEISER, Gustavo Caminoto; ESPINDULA, Alberi (Org.). Ciências Forenses: uma introdução às principais áreas da criminalística moderna. 3. ed. Campinas: Millennium, 2017. p. 135-162.

XAVIER, C. Otimização da síntese de compósitos rOG/r-C3N4 para a fotodegradação de poluentes orgânicos empregando-se o bisfenol A como modelo. 2019. 90 f. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2019.

YU, C.; WANG, C. F.; CHEN, S. Facile access to graphene oxide from ferro-induced oxidation. Scientific Reports, London, v. 6, n. 17071, p. 1-7, Jan. 2016.

YU, Chao; WANG, Cai-Feng; CHEN, Su. Facile access to graphene oxide from ferro-Induced oxidation. Nature: Scientific Reports, London, v. 6, n. 17071, p. 1-7, Jan. 2016. Disponível em: 10.1038/srep17071. Acesso em: 24 Out. 2022.

ZABANIOTOU, A.; STAVROPOULOS, G.; SKOULOU, V. Activated carbon from olive Kernels in a two-stage process: industrial improvement. Bioresource Technology, Arkansas, v. 99, n. 2, p. 320-326, Jan. 2008.

ZAMINPAYMA, E; RAZAVI, M. E.; NAYEBI, P. Electronic properties of graphene with single vacancy and Stone-Wales defects. Applied Surface Science, Londres, v. 414, p. 101-106, Ago. 2017.

ZARBIN, A. J. G. Química de (nano)materiais. Química Nova, Curitiba, v. 30, n. 6, p. 1469-1479, Dez. 2007.

# ANEXO A – Termo de Consentimento Livre e Esclarecido

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Eu, André Augusto de Almeida, aluno do curso de Pós-graduação em Tecnologia de Produtos e Processos do Centro Federal de Educação Tecnológica, estou desenvolvendo, juntamente com meus orientadores, um estudo sobre reveladores alternativos para papiloscopia forense, utilizados para revelação de impressões digitais latentes em superfícies encontradas em locais de crime. A importância da realização desta pesquisa é que os atuais pós para revelação de impressões digitais utilizadas pela polícia brasileira são tóxicos, apresentando riscos aos profissionais da área, além de apresentarem custo elevado. Logo, a busca por reveladores alternativos é fundamental para os profissionais da área. Desta forma, sua participação voluntária neste estudo, através do fornecimento de doze impressões digitais sobre as amostras de superfícies, para os testes, visa alcançar os seguintes objetivos: verificar se os reveladores alternativos escolhidos são eficientes para revelação de impressões digitais. O Sr.(a) não terá nenhuma despesa para participar da pesquisa, a qual não apresenta nenhum risco à saúde. Como participante de uma pesquisa e de acordo com a legislação brasileira, você é portador de diversos direitos, além do anonimato, da confidencialidade, do sigilo e da privacidade, mesmo após o término ou interrupção da pesquisa. Assim, lhe é garantido:

I. A observância das práticas determinadas pela legislação aplicável, incluindo as Resoluções 466 (e, em especial, seu item IV.3) e 510 do Conselho Nacional de Saúde, que disciplinam a ética em pesquisa e este Termo;
II. A plena liberdade para decidir sobre sua participação sem prejuízo ou represália alguma, de qualquer natureza;
III. A plena liberdade de retirar seu consentimento, em qualquer fase da pesquisa, sem prejuízo ou represália alguma, de qualquer natureza. Nesse caso, os dados colhidos de sua participação até o momento da retirada do consentimento serão descartados a menos que você autorize explicitamente o contrário;
IV. O acesso aos resultados da pesquisa;
V. A indenização diante de eventuais danos decorrentes da pesquisa;
VI. O acesso a este Termo. Este documento é rubricado e assinado por você e pelo pesquisador, em duas vias, sendo que uma via ficará em sua propriedade. Se perder a sua via, poderá ainda solicitar uma cópia do documento ao pesquisador responsável. Qualquer dúvida ou necessidade nesse momento, no decorrer da sua participação ou após o encerramento ou eventual interrupção da pesquisa, pode ser dirigida ao pesquisador, por e-mail: andreaabio@yahoo.com.br, telefone (31) 986331779. Se optar por participar da pesquisa, peço-lhe que rubrique todas as páginas deste Termo, identifique-se e assine a declaração a seguir, que também deve ser rubricada e assinada pelo pesquisador.

**DECLARAÇÃO**

Eu, Isvaldina Stos Almeida, abaixo assinado, de forma livre e esclarecida, declaro que aceito participar da pesquisa como estabelecido neste TERMO.

Assinatura do participante da pesquisa: Isvaldina Stos Almeida.

Assinatura do pesquisador: André Augusto de Almeida.

Vespasiano, 18 de Julho de 2023

Se quiser receber os resultados da pesquisa, indique seu e-mail no espaço a seguir:

_____

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Eu, André Augusto de Almeida, aluno do curso de Pós-graduação em Tecnologia de Produtos e Processos do Centro Federal de Educação Tecnológica, estou desenvolvendo, juntamente com meus orientadores, um estudo sobre reveladores alternativos para papiloscopia forense, utilizados para revelação de impressões digitais latentes em superfícies encontradas em locais de crime. A importância da realização desta pesquisa é que os atuais pós para revelação de impressões digitais utilizadas pela polícia brasileira são tóxicos, apresentando riscos aos profissionais da área, além de apresentarem custo elevado. Logo, a busca por reveladores alternativos é fundamental para os profissionais da área. Desta forma, sua participação voluntária neste estudo, através do fornecimento de doze impressões digitais sobre as amostras de superfícies, para os testes, visa alcançar os seguintes objetivos: verificar se os reveladores alternativos escolhidos são eficientes para revelação de impressões digitais. O Sr.(a) não terá nenhuma despesa para participar da pesquisa, a qual não apresenta nenhum risco à saúde. Como participante de uma pesquisa e de acordo com a legislação brasileira, você é portador de diversos direitos, além do anonimato, da confidencialidade, do sigilo e da privacidade, mesmo após o término ou interrupção da pesquisa. Assim, lhe é garantido:

I. A observância das práticas determinadas pela legislação aplicável, incluindo as Resoluções 466 (e, em especial, seu item IV.3) e 510 do Conselho Nacional de Saúde, que disciplinam a ética em pesquisa e este Termo;

II. A plena liberdade para decidir sobre sua participação sem prejuízo ou represália alguma, de qualquer natureza;

III. A plena liberdade de retirar seu consentimento, em qualquer fase da pesquisa, sem prejuízo ou represália alguma, de qualquer natureza. Nesse caso, os dados colhidos de sua participação até o momento da retirada do consentimento serão descartados a menos que você autorize explicitamente o contrário;

IV. O acesso aos resultados da pesquisa;

V. A indenização diante de eventuais danos decorrentes da pesquisa;

VI. O acesso a este Termo. Este documento é rubricado e assinado por você e pelo pesquisador, em duas vias, sendo que uma via ficará em sua propriedade. Se perder a sua via, poderá ainda solicitar uma cópia do documento ao pesquisador responsável. Qualquer dúvida ou necessidade nesse momento, no decorrer da sua participação ou após o encerramento ou eventual interrupção da pesquisa, pode ser dirigida ao pesquisador, por e-mail: andreaabio@yahoo.com.br, telefone (31) 986331779. Se optar por participar da pesquisa, peço-lhe que rubrique todas as páginas deste Termo, identifique-se e assine a declaração a seguir, que também deve ser rubricada e assinada pelo pesquisador.

**DECLARAÇÃO**

Eu, Geraldo Magela de Almeida, abaixo assinado, de forma livre e esclarecida, declaro que aceito participar da pesquisa como estabelecido neste TERMO.

Assinatura do participante da pesquisa: Geraldo Magela de Almeida.

Assinatura do pesquisador: André Augusto de Almeida.

Vespasiano, 18 de Julho de 2023

Se quiser receber os resultados da pesquisa, indique seu e-mail no espaço a seguir:

_____

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

Eu, André Augusto de Almeida, aluno do curso de Pós-graduação em Tecnologia de Produtos e Processos do Centro Federal de Educação Tecnológica, estou desenvolvendo, juntamente com meus orientadores, um estudo sobre reveladores alternativos para papiloscopia forense, utilizados para revelação de impressões digitais latentes em superfícies encontradas em locais de crime. A importância da realização desta pesquisa é que os atuais pós para revelação de impressões digitais utilizadas pela polícia brasileira são tóxicos, apresentando riscos aos profissionais da área, além de apresentarem custo elevado. Logo, a busca por reveladores alternativos é fundamental para os profissionais da área. Desta forma, sua participação voluntária neste estudo, através do fornecimento de doze impressões digitais sobre as amostras de superfícies, para os testes, visa alcançar os seguintes objetivos: verificar se os reveladores alternativos escolhidos são eficientes para revelação de impressões digitais. O Sr.(a) não terá nenhuma despesa para participar da pesquisa, a qual não apresenta nenhum risco à saúde. Como participante de uma pesquisa e de acordo com a legislação brasileira, você é portador de diversos direitos, além do anonimato, da confidencialidade, do sigilo e da privacidade, mesmo após o término ou interrupção da pesquisa. Assim, lhe é garantido:

I. A observância das práticas determinadas pela legislação aplicável, incluindo as Resoluções 466 (e, em especial, seu item IV.3) e 510 do Conselho Nacional de Saúde, que disciplinam a ética em pesquisa e este Termo;

II. A plena liberdade para decidir sobre sua participação sem prejuízo ou represália alguma, de qualquer natureza;

III. A plena liberdade de retirar seu consentimento, em qualquer fase da pesquisa, sem prejuízo ou represália alguma, de qualquer natureza. Nesse caso, os dados colhidos de sua participação até o momento da retirada do consentimento serão descartados a menos que você autorize explicitamente o contrário;

IV. O acesso aos resultados da pesquisa;

V. A indenização diante de eventuais danos decorrentes da pesquisa;

VI. O acesso a este Termo. Este documento é rubricado e assinado por você e pelo pesquisador, em duas vias, sendo que uma via ficará em sua propriedade. Se perder a sua via, poderá ainda solicitar uma cópia do documento ao pesquisador responsável. Qualquer dúvida ou necessidade nesse momento, no decorrer da sua participação ou após o encerramento ou eventual interrupção da pesquisa, pode ser dirigida ao pesquisador, por e-mail: andreaabio@yahoo.com.br, telefone (31) 986331779. Se optar por participar da pesquisa, peço-lhe que rubrique todas as páginas deste Termo, identifique-se e assine a declaração a seguir, que também deve ser rubricada e assinada pelo pesquisador.

**DECLARAÇÃO**

Eu, Miguel Nunes Matos, abaixo assinado, de forma livre e esclarecida, declaro que aceito participar da pesquisa como estabelecido neste TERMO.

Assinatura do participante da pesquisa: Miguel Nunes.

Assinatura do pesquisador: _____.

Vespasiano, 06 de outubro de 2023

Se quiser receber os resultados da pesquisa, indique seu e-mail no espaço a seguir:

_____

Eu Rafael Matos de Oliveira portador da CPF 078 325 646-95 autorizo Miguel Nunes Matos a participar da pesquisa como estabelecido neste termo.

Oliveira