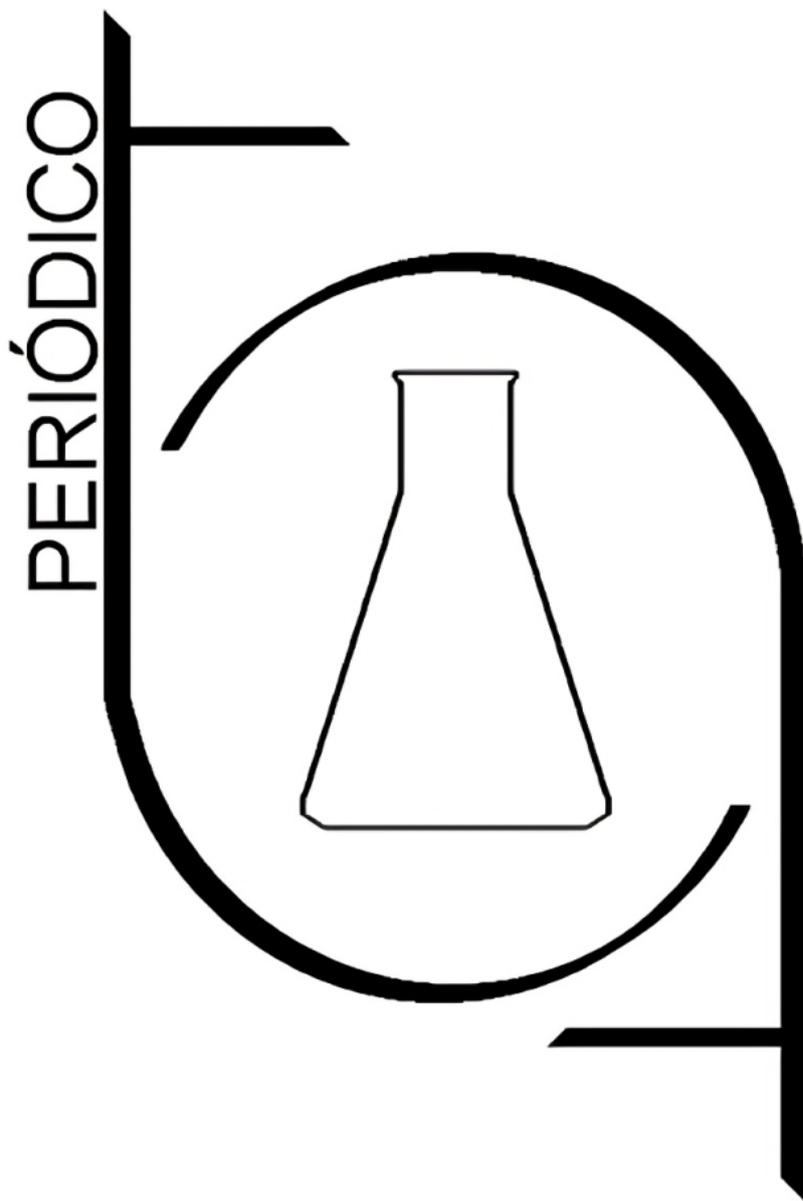


# PERIÓDICO TCHÊ QUÍMICA



Volume 21 - Número 47 - 2024 ISSN 2179-0302

Órgão de divulgação científica e informativa

[www.periodico.tchequimica.com](http://www.periodico.tchequimica.com)

# PERIÓDICO TCHÊ QUÍMICA

ISSN - 1806-0374 (Impresso)

ISSN - 2179-0302 (Online)

Volume 21

Número 47 – 2024

ISSN 2179 - 0302

Órgão de divulgação científica e informativa.

## Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Periódico Tchê Química: órgão de divulgação científica e informativa [recurso eletrônico] / Dr. D. Scientific Consulting – Vol. 21, n. 46 (Jan. 2024) – Nova Prata: Araucária - Scientific Association, 2005 - Quadrimestral.

Sistema requerido: Adobe Acrobat Reader.

Modo de acesso: World Wide Web:

<<http://www.tchequimica.com>>

Descrição baseada em: Vol. 19, n. 41 (Jun. 2022).

ISSN 1806-0374

ISSN 2179-0302

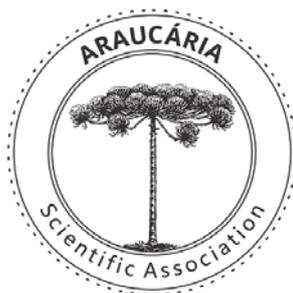
1. Química. 2. Física. 3. Biologia. 4. Ciências Naturais. 5. Farmacologia. 6. Ciências exatas. 7. Ciências aplicadas. 8. Ciências. I. Grupo Tchê Química.

UDC 001

## Bibliotecário Responsável

Ednei de Freitas Silveira

CRB 10/1262



Welcome to PERIÓDICO TCHÊ QUÍMICA

*International multidisciplinary scientific journal*

*Periodico Tchê Quimica publishes Research Article/Original Article, Review Article, Short Report, Technical Notes, Case Studies, Interview, Book review and Forum article. Articles suitable for publication at Periodico Tchê Quimica are those that cover the traditional fields of **Chemistry, Biology/Biochemistry, Pharmaceutical Chemistry, Medicinal Chemistry, Chemical Engineering, Chemometrics/Statistics, physics/Physical chemistry, and Science Education**. We are especially interested in those submissions that are highly relevant to theoretical and **applied contributions in the area of chemistry and related disciplines**.*

# PERIÓDICO TCHÊ QUÍMICA

Volume 21

Número 47 – 2024

ISSN 2179 - 0302

## Órgão de divulgação científica e informativa.

### Editors-in-Chief

- Ketevan Kupatadze, Ph.D., [ketevan\\_kupatadze@iliauni.edu](mailto:ketevan_kupatadze@iliauni.edu), Georgia, ISU.
- Shaima R. Banoon, MsC., [shimarb@uomisan.edu.iq](mailto:shimarb@uomisan.edu.iq), Iraq, University of Misan.

### Assistant Editors

- Francisco José Santos Lima, PhD, [limafjs@yahoo.com](mailto:limafjs@yahoo.com), Brazil, UFRN.
- Carlos Eduardo Cardoso, PhD, [prppg@universidadedevassouras.edu.br](mailto:prppg@universidadedevassouras.edu.br), Brazil, USS.
- Tamari Edisherashvili, PhD, [tamari.edisherashvili.1@iliauni.edu.ge](mailto:tamari.edisherashvili.1@iliauni.edu.ge), Georgia, ISU.
- Ednei Freitas da Silva, BsC, Brazil, PUCRS.

### Associate Editors

- Teresa M. Roseiro Maria Estronca, PhD., [troseiro@ci.uc.pt](mailto:troseiro@ci.uc.pt), Portugal, UC.
- José Carlos Oliveira Santos, PhD, [josecos@ufcg.edu.br](mailto:josecos@ufcg.edu.br), Brazil, UFCG.
- Alcides Wagner Serpa Guarino, PhD, [guarino@unirio.br](mailto:guarino@unirio.br), Brazil, UNIRIO.
- Roseli Fernandes Gennari, PhD, [rgennari@dfn.if.usp.br](mailto:rgennari@dfn.if.usp.br), Brazil, USP.
- Andrian Saputra, PhD., [andriansaputra@fkip.unila.ac.id](mailto:andriansaputra@fkip.unila.ac.id), University of Lampung, Indonesia.
- Rafael Rodrigues de Oliveira, PhD., [rafa\\_rdo@yahoo.com.br](mailto:rafa_rdo@yahoo.com.br), Brasil, Neoprospeta.
- Lívio César Cunha Nunes, PhD., [liviocesar@hotmail.com](mailto:liviocesar@hotmail.com), Brazil, UFPI.
- Élcio Jeronimo de Oliveira, PhD, [elcioejo7@gmail.com](mailto:elcioejo7@gmail.com), Brazil, KVANTUM.
- Murilo Sérgio da Silva Julião, PhD, [sergio@uol.com.br](mailto:sergio@uol.com.br), Brasil, UVA.
- Hugo David Chirinos Collantes, PhD, [hdccoll@gmail.com](mailto:hdccoll@gmail.com), Peru, UNAMBA.
- Carlos E. de Medeiros J., PhD, [c\\_enrique@hotmail.com](mailto:c_enrique@hotmail.com), Brasil, PETROBRAS.
- Walter José Peláez, PhD, [walter.pelaez@unc.edu.ar](mailto:walter.pelaez@unc.edu.ar), Argentina, UNC.
- Rodrigo Brambilla, PhD, [kigobrambilla@gmail.com](mailto:kigobrambilla@gmail.com), Brazil, UFRGS.
- Joan Josep Solaz-Portolés, PhD, [Joan.Solaz@uv.es](mailto:Joan.Solaz@uv.es), Spain, UV.
- José Euzébio Simões Neto, PhD, [euzebiosimoes@gmail.com](mailto:euzebiosimoes@gmail.com), Brasil, UFRP.
- Aline Maria dos Santos, Ph.D., [aline.santos@ifrj.edu.br](mailto:aline.santos@ifrj.edu.br), Brazil, SP.
- César Luiz da Silva Guimarães, Ph.D., [cesarlui66@uol.com.br](mailto:cesarlui66@uol.com.br), Brazil, IBAMA.
- Daniel Ricardo Arsand, PhD, [daniel.arsand@gmail.com](mailto:daniel.arsand@gmail.com), Brazil, IFSul.
- Paulo Sergio Souza, Ph.D., Brazil, [paulosasouza@gmail.com](mailto:paulosasouza@gmail.com), Brasil, Fundação Osorio.
- Danyelle Medeiros de Araújo Moura, Ph.D., [danyelle.quimica@yahoo.com.br](mailto:danyelle.quimica@yahoo.com.br), Brasil, UFRN.
- Oana-Maria Popa, Ph.D., [p\\_oanamaria@gmail.com](mailto:p_oanamaria@gmail.com), IPN, Romania.
- Alessandra Deise Sebben, PhD., [adsebben@gmail.com](mailto:adsebben@gmail.com), Brazil
- Fredy Hernán Martínez Sarmiento, PhD., [fhmartinezs@udistrital.edu.co](mailto:fhmartinezs@udistrital.edu.co), UD-FJC, Colombia.
- Fabiana de Carvalho Fim, PhD., [fabianafim@ct.ufpb.br](mailto:fabianafim@ct.ufpb.br), UFPB, Brazil.
- Gabriel Rubensam, MsC., [rubensam\\_quimico@hotmail.com](mailto:rubensam_quimico@hotmail.com), Brazil, UFRGS.
- Masurquede de Azevedo Coimbra, MsC., [masurr@gmail.com](mailto:masurr@gmail.com), Brazil, Health Secretary of Rio Grande do Sul State.
- Gustavo Guthmann Pesenatto, MD., [gustavoggp@gmail.com](mailto:gustavoggp@gmail.com), Primary Health Care, Brazil.
- Fábio Herrmann, MD., [fabioherrmannfh@gmail.com](mailto:fabioherrmannfh@gmail.com), Santa Casa de Misericórdia de Porto Alegre Hospital, Brazil.
- Marco Antonio Smiderle Gelain, MD., [marco\\_gelain@hotmail.com](mailto:marco_gelain@hotmail.com), Dante Pazzanese Cardiology Institute, São Paulo - Brazil
- Ahmed M. Sadoon, Ph.D., [ams95@uomosul.edu.iq](mailto:ams95@uomosul.edu.iq), Iraq, University of Mosul
- Cristiana de Barcellos Passinato, MsC., [crispassinato@iq.ufrj.br](mailto:crispassinato@iq.ufrj.br), Brazil, UFRJ
- Maria Yurievna Kuznetsova, Ph.D., [kuznetsova\\_m\\_yu@staff.sechenov.ru](mailto:kuznetsova_m_yu@staff.sechenov.ru), I. M. Sechenov First Moscow State Medical University, Russian Federation.

- Dorofeev Alexey Evgenievich, Ph.D., [dorofeev\\_a\\_e@staff.sechenov.ru](mailto:dorofeev_a_e@staff.sechenov.ru), I. M. Sechenov First Moscow State Medical University, Russian Federation.
- Giorgi Dalakishvili, Ph.D., [giorgi.dalakishvili@iliauni.edu.ge](mailto:giorgi.dalakishvili@iliauni.edu.ge), Ila State University, Georgia.
- Bhavna Ambudkar, Ph.D., [bhavna.ambudar@sitpune.edu.in](mailto:bhavna.ambudar@sitpune.edu.in), Symbiosis Institute of Technology, Symbiosis international University, Pune, India.
- Cristiane de Souza Siqueira Pereira, PhD., [cristiane.pereira@univassouras.edu.br](mailto:cristiane.pereira@univassouras.edu.br), Brasil, Universidade de Vassouras.

#### Emeritus Editors

- Sérgio Machado Corrêa, PhD, [sergiomc@uerj.br](mailto:sergiomc@uerj.br), Brazil, UERJ.
- Monica R. da Costa Marques, PhD, [mmarquesrj@gmail.com](mailto:mmarquesrj@gmail.com), Brazil, UERJ.
- Denise Alves Fungaro, PhD, [dfungaro@ipen.br](mailto:dfungaro@ipen.br), Brazil, IPEN.

#### General Secretary

- Luis Alcides Brandini De Boni, Ph.D., [deboni@acaria.org](mailto:deboni@acaria.org), Brazil, A.S.A.

#### Periódico Tchê Química

ISSN - 1806-0374 (Print)  
ISSN - 2179-0302 (Online)

LCCN: 2010240735

Divulgação *on-line* em <http://www.periodico.tchequimica.com>  
<http://www.journal.tchequimica.com>  
<http://www.tchequimica.com>

Esta revista é indexada e resumida pelo CAS, EBSCO, Index Copernicus, EIJ, Latindex, Web of Science (ESCI), OAJI.net, CAB Abstracts, ROAD, and Sumários.

#### Missão

O Periódico Tchê Química (PTQ) publica artigos de pesquisa originais, artigos de revisão, notas curtas (publicações científicas), revisões de livros, artigos de fórum, editoriais e entrevistas. Pesquisadores de todos os países são convidados a publicar nas páginas do PTQ.

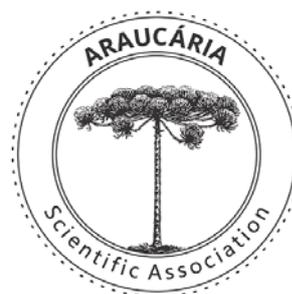
A responsabilidade sobre os artigos é de exclusividade dos autores.

#### Correspondências:

Rua Anita Garibaldi, 359/603.  
Bairro Mon't Serrat. CEP: 90450-001  
Porto Alegre – RS. Brasil.  
Skype: tchequimica

[www.periodico.tchequimica.com](http://www.periodico.tchequimica.com)  
[journal.tq@gmail.com](mailto:journal.tq@gmail.com)

**Proudly edited by the Araucária Scientific Association since 2024.**



#### General Inquiries:

For general inquiries, information, or questions about our mission and activities, please feel free to reach out to us:

- **Email:** [root@acaria.org](mailto:root@acaria.org).
- **Phone:** +55 54 9 3300-8160

#### Investor Relations:

If you are interested in supporting our mission or exploring collaboration opportunities, please contact our Investor Relations team:

**Email:** [root@acaria.org](mailto:root@acaria.org).

#### Media and Press:

For media inquiries, interviews, or press-related matters, please get in touch with our Media Relations team:

**Email:** [media@acaria.org](mailto:media@acaria.org).

# Índice / Index

## 1 – Artigo / Article

Murilo Sérgio da Silva Julião, Danielle Rodrigues Maciel, Felipe Wesley de Vasconcelos Paulino, Fabriciany Lourenço Moreira, Lúcia Betânia da Silva Andrade, Hécio Silva dos Santos.

**BRAZIL**

**DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE ÁCIDO ASCÓRBICO, ÁCIDO ÚRICO E DOPAMINA COM ELETRODO DE PASTA DE NANOTUBOS DE CARBONO**

*SIMULTANEOUS DETERMINATION OF ASCORBIC ACID, URIC ACID, AND DOPAMINE ON CARBON NANOTUBE PASTE ELECTRODE*

Página – 1

## 2 - Artigo / Article

Mariam Radhi Kadhim, Ihsan Mahdi Shaheed, Ahmed Al-Yasari.

**IRAQ**

**NANOESTRUTURAS DE QUITOSANA / HEXAMOLIBDATO PARA LIBERAÇÃO ORAL DE FÁRMACOS**

*CHITOSAN / HEXAMOLYBDATE NANOSTRUCTURES FOR ORAL DRUG DELIVERY*

Página – 10

## 3 - Artigo / Article

Dr. Sangeeta Borkakoty, Dr. Atowar ul Islam, Devaj Neogi, Nilotpal Dekka.

**INDIA**

**UM SISTEMA AUTOMATIZADO DE MONITORAMENTO E IRRIGAÇÃO DE CULTURAS COM ANÁLISE PREDITIVA**

*AN AUTOMATED CROP MONITORING AND IRRIGATION SYSTEM WITH PREDICTIVE ANALYSIS*

Página – 24

## 4 - Artigo / Article

Raghad Saad Hatem, Alaa Frak Hussain, Hayder Hamied Mihsen.

**IRAQ**

**SÍNTESE DE NOVOS ADSORVENTES VIA MCM-41 FUNCIONALIZADO PARA A REMOÇÃO DE ALGUNS ÍONS DE SOLUÇÕES AQUOSAS**

*SYNTHESIS OF NEW ADSORBENTS VIA FUNCTIONALIZED MCM-41 FOR THE REMOVAL OF SOME IONS FROM AQUEOUS SOLUTION*

Página – 42

## 5 - Artigo / Article

Isaac Newton Lima da Silva, Éder Fernandes, Henrique Gonzaga.

**BRAZIL**

**ANÁLISE DA INCERTEZA NA DETERMINAÇÃO DO RAIOS CRÍTICO DE GUINADA UTILIZANDO SIMULAÇÃO DE MONTE CARLO**

*ANALYSIS OF UNCERTAINTY IN THE DETERMINATION OF THE CRITICAL YAW RADIUS USING MONTE CARLO SIMULATION*

Página – 61

## 6 – ENTREVISTA / INTERVIEW

Dr. José de Ribamar Oliveira Filho, and Luis Alcides Brandini De Boni

**BRAZIL**

**EXPLORANDO A CARREIRA E CONTRIBUIÇÕES DE JOSÉ RIBAMAR: UMA ENTREVISTA COM O PRESIDENTE DO CFQ**

*EXPLORING THE CAREER AND CONTRIBUTIONS OF JOSÉ RIBAMAR: AN INTERVIEW WITH THE PRESIDENT OF CFQ*

Página – 69

## 7 – Upcoming interviews

**THE ROLE OF EDUCATION IN FOSTERING ENTREPRENEURSHIP AND INNOVATION: INSIGHTS FROM DR. BHAVNA AMBUDKAR**

&

**INSIGHTS FROM DR. ÉLCIO GERÔNIMO DE OLIVEIRA: A JOURNEY THROUGH AEROSPACE ENGINEERING AND ACADEMIA**

Página – 86 & 87

## 8 – Conference invitation

**CONFERENCE INVITATION**

**FREE PASS**

Página - 88

## DETERMINAÇÃO SIMULTÂNEA DE ÁCIDO ASCÓRIBICO, ÁCIDO ÚRICO E DOPAMINA COM ELETRODO DE PASTA DE NANOTUBOS DE CARBONO

## SIMULTANEOUS DETERMINATION OF ASCORBIC ACID, URIC ACID, AND DOPAMINE ON CARBON NANOTUBE PASTE ELECTRODE

**Murilo Sérgio da Silva Julião\***

*Acaraú Valley State University (UVA/CE), Chemistry Course, Applied Analytical Chemistry Laboratory, Sobral-CE, Brazil.*

**Danielle Rodrigues Maciel**

*Acaraú Valley State University (UVA/CE), Chemistry Course, Applied Analytical Chemistry Laboratory, Sobral-CE, Brazil.*

**Felipe Wesley de Vasconcelos Paulino**

*Ceará State University (UECE), Postgraduate Program in Natural Sciences, Fortaleza-CE, Brazil.*

**Fabriciany Lourenço Moreira**

*Ceará State University (UECE), Postgraduate Program in Natural Sciences, Fortaleza-CE, Brazil.*

**Lúcia Betânia da Silva Andrade**

*Acaraú Valley State University (UVA/CE), Biological Sciences Course, Experimental Biology Laboratory, Sobral-CE, Brazil.*

**Hélcio Silva dos Santos**

*Acaraú Valley State University (UVA/CE), Chemistry Course, Laboratory of Natural Products Chemistry and Synthesis of Organic Compounds, Sobral-CE, Brazil.*

*\* Corresponding author*

*e-mail: murilosan@gmail.com*

Received on March 19, 2024; received as revised form June 01, 2024; accepted June 12, 2024.

### RESUMO

**Introdução:** Ácido ascórbico (AA), ácido úrico (AU) e dopamina (DA) desempenham papéis cruciais no metabolismo humano. Estas substâncias coexistem em fluidos biológicos e seus níveis estão diretamente associados à diversas patologias. Um problema encontrado na detecção eletroquímica direta e simultânea de AA, AU e DA é que estas espécies apresentam potenciais de oxidação muito próximos na maioria dos materiais eletródicos, o que leva a uma sobreposição da resposta voltamétrica. **Objetivo:** Determinar a concentração de AA, AU e DA em amostras de água natural sobre eletrodo de pasta de nanotubos de carbono (EPNTC). **Métodos:** Todas as medidas voltamétricas foram registradas num potenciostato/galvanostato  $\mu$ Autolab (Metrohm) conectado a uma célula eletroquímica de três eletrodos: trabalho, referência (Ag/AgCl, KCl<sub>3,0M</sub>) e auxiliar (platina). O eletrodo de trabalho foi construído em nosso laboratório. Para o preparo da pasta de nanotubos de carbono foram utilizadas as seguintes proporções: 50% NTC + 50% óleo mineral e 65% NTC + 35% óleo mineral. As técnicas voltamétricas: cíclica (VC) e de pulso diferencial (VPD) foram utilizadas para o estudo eletroanalítico. **Resultados:** As faixas lineares para determinação simultânea de AA, AU e DA pela DPV foram: 0,45 – 1,0 mM, 50 – 200  $\mu$ M e 10 – 90  $\mu$ M, respectivamente. Os limites de detecção (LODs) para o AA, DA e AU foram: 7,97 mM; 8,57  $\mu$ M e 5,95  $\mu$ M, respectivamente. Os desvios padrão relativos (RSD) foram de 4,6; 2,8 e 1,6% para 0,45 mM de AA, 50  $\mu$ M de DA e 50  $\mu$ M de AU. **Discussão:** O mecanismo de oxidação do: AA, AU e DA é um processo que envolve dois elétrons e 2 prótons. A detecção eletroquímica de DA na presença de altas concentrações de AA sobre eletrodos de carbono torna-se difícil devido à oxidação catalítica do AA pela DA. Para as três moléculas: AA, AU e DA, observa-se que as correntes de pico de oxidação aumentaram com o aumento da concentração. **Conclusões:** O EPNTC permitiu a separação dos picos de oxidação da mistura ternária de AA, AU e DA por voltametria cíclica e quando associado à DPV permitiu a determinação simultânea quantitativa de AA, AU e DA.

**Palavras-chave:** *Catecolaminas; Voltametria cíclica; Voltametria de pulso diferencial.*

## ABSTRACT

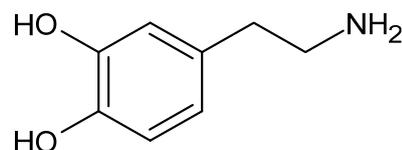
**Background:** Ascorbic acid (AA), uric acid (UA), and dopamine (DA) play crucial roles in human metabolism. These substances coexist in biological fluids, and their levels are directly associated with various pathologies. A significant problem encountered in the direct and simultaneous electrochemical detection of AA, UA, and DA is that these species present very close oxidation potentials on most electrode materials, leading to an overlap in the voltammetric response. **Aim:** The main goal of this work was to determine the concentration of AA, UA, and DA in a natural water sample on a carbon nanotube paste electrode (CNTPE). **Methods:** All voltammetric measurements were performed on a  $\mu$ Autolab potentiostat/galvanostat (Metrohm) connected to an electrochemical cell of three electrodes: working, reference (Ag/AgCl, KCl<sub>3.0M</sub>), and auxiliary (platinum). The working electrode was handmade in our laboratory. The following proportions were used to prepare the paste: 50% CNT + 50% mineral oil and 65% CNT + 35% mineral oil. Cyclic voltammetry (CV) and differential pulse voltammetry (DPV) were used for the electroanalytical study. **Results:** The linear ranges for the simultaneous determination of AA, DA, and UA by DPV were: 0.45 – 1.0 mM, 50 – 200  $\mu$ M, and 10 – 90  $\mu$ M, respectively. The LODs of the proposed method for AA, DA, and UA were: 7.97 mM; 8.57  $\mu$ M, and 5.96  $\mu$ M, respectively. The relative standard deviations (RSD) were 4.6, 2.8, and 1.6% for 0.45 mM of AA, 50  $\mu$ M of DA, and 50  $\mu$ M of UA. **Discussion:** The oxidation mechanism of AA, UA, and DA is a process that involves two electrons and 2 protons. Electrochemical detection of DA in the presence of high levels of AA on carbon-based electrodes becomes difficult due to the catalytic oxidation of AA by DA. For the three molecules, AA, UA, and DA, it is observed that the oxidation peak currents increased with increasing concentration. **Conclusions:** CNTPE allowed the separation of the oxidation peaks of the ternary mixture of AA, UA, and DA by cyclic voltammetry and, when associated with DPV allowed the simultaneous quantitative determination of AA, UA, and DA.

**Keywords:** Catecholamines; Cyclic voltammetry; Differential pulse voltammetry.

## 1. INTRODUCTION:

Ascorbic acid (AA), uric acid (UA), and dopamine (DA) play crucial roles in human metabolism. These substances coexist in biological fluids (e.g., blood and urine), and their levels are directly associated with various pathologies. Thus, the individual or simultaneous determination of these molecules is an essential issue in biomedical chemistry and pathological and diagnostic research. A significant problem encountered in the direct and simultaneous electrochemical detection of AA, AU, and DA is that they present very close oxidation potentials on most electrode materials, leading to an overlap in the voltammetric response (Oliveira, 2012).

Dopamine (DA) (Fig. 1) is an endogenous neurotransmitter belonging to the catecholamine family, which plays an essential role in the central nervous system (CNS) and has regulatory properties for hormonal, renal, and cardiovascular functions. In synthesizing catecholamines from the amino acid tyrosine, dopamine is the metabolic precursor of norepinephrine and adrenaline, which act on specific receptors in the CNS, mesenteric, renal, and coronary vessels.

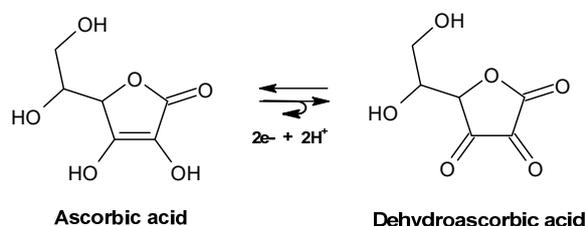


**Figure 1.** Structure of the dopamine molecule.  
Source: the authors.

Abnormal amounts of this substance in the human body are directly related to various brain functioning disorders, such as attention deficit, hyperactivity, mood disorders, and poor memory formation, as well as neurodegenerative diseases such as Parkinson's and schizophrenia. It is observed, therefore, that AD has great applicability in the medical field and is also widely used in hospital emergency units for the treatment of shock (cardiogenic, hemorrhagic, and septic) and severe hypotension, as it acts by increasing blood pressure artery and blood flow pumped by the heart (Oliveira, 2012).

Ascorbic acid (AA) or vitamin C is the common name for 2,3-enediol-L-gulonic acid, a notable antioxidant soluble in water and absolute ethanol, in the form of a white or yellowish solid, with a taste similar to the juice of an orange, being found in a wide variety of foods and supplement formulations. Humans cannot produce AA without the enzyme L-gluco-lactone oxidase, which

converts glucose into AA (Lisboa, 2015). In nature, vitamin C or AA is found in two forms: reduced (commonly known as ascorbic acid) and oxidized (dehydroascorbic acid) (Fig. 2). The oxidation-reduction reaction occurs as follows: removal of two atoms of hydrogen from the AA molecule (oxidation) and addition of two hydrogen atoms recomposing the AA (reduction).



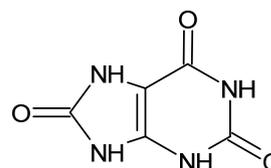
**Figure 2.** Mechanism of the ascorbic acid oxidation-reduction reaction. Source: the authors.

As it is a water-soluble vitamin, it does not accumulate in the body for prolonged periods, being easily excreted through urine, hence the need for its continuous supply through the diet. This vitamin participates in multiple biological functions, being a cofactor of enzymes involved in the post-translational hydroxylation of collagen, the most abundant protein in higher animals and the main constituent of different types of joint tissue connective, giving them various degrees of flexibility and resistance, participates in the biosynthesis of carnitine, a nutrient involved in lipid metabolism, in the conversion of the neurotransmitter dopamine to norepinephrine, in peptide amidation and tyrosine metabolism and also in the absorption of dietary iron, due to the reducing capacity of the ferric form ( $\text{Fe}^{3+}$ ) to the ferrous form ( $\text{Fe}^{2+}$ ) of iron by vitamin C, and also highlight the important role as a dietary antioxidant.

A lack of this nutrient is associated with the appearance of anemia, gum disease, gingivitis, epistaxis, quickly appearing bruises, decreased tissue healing capacity, hair weakening, rough and dry appearance of the skin, arthralgias and swelling of the joints, weakening of tooth enamel, immune deficits, possible weight gain due to a slower metabolism, with severe deficiency being associated with the emergence of Scurvy, a disease that mainly affects groups at risk of malnutrition, such as the elderly. Daily 10 mg of vitamin C can prevent this disease (Diniz, 2015).

Uric acid (UA) is a weak acid poorly soluble in water (6 mg/100 mL), Figure 3. It results from the metabolism of nitrogen within the human body,

the main product of the reaction of purines (adenine and guanine). It can also be found in some foods, such as meat, crustaceans, cereals, peanuts, and preserved foods; contributing to the increase in UA in the human body due to the ingestion of these foods. Excess UA in the human body can cause diseases such as gout, nephrolithiasis, and Lesch-Nyhan syndrome, which can be diagnosed due to high concentrations of UA in urine (hyperuricosuria) and blood (hyperuricemia).



**Figure 3.** Structure of the uric acid molecule. Source: the authors.

This compound is almost eliminated in the urine, in daily amounts ranging from 1.5 to 4.5 mM in healthy people. The quantification of UA in urine and blood samples is of significant clinical importance as it can assist in diagnosing organism dysfunctions. The most commonly used methods for determining UA in biological samples are chromatographic, voltammetric, and capillary electrophoresis (TROIANI, 2011).

Nanomaterials have received significant attention in recent years due to their great potential for application in diverse fields such as chemistry, biochemistry, electronics, mechanics, and optics. An essential group within these nanoscale materials consists of carbon nanotubes (CNT), discovered in 1991 by Iijima. Since their discovery, CNTs have been the subject of numerous investigations, which is due to their structural, mechanical, and electronic properties, which make these materials very attractive nanostructures for a wide range of applications (Iijima et al., 2001; Ajayan, 1999).

Carbon nanotubes are formed from hexagonal arrangements of carbon that form small cylinders. They can be classified by the number of walls/layers, lengths, diameters, and the presence of functional groups, which can alter the interaction between cells or tissues with carbon nanotubes (Newman et al., 2013). Structurally, there are two types: single-walled carbon nanotubes (SWCNT) and multi-walled carbon nanotubes (MWCNTs) (Ferreira, Rangel, 2009). A superficial layer of graphite represents SWCNTs rolled into a cylinder. This layer comprises carbon atoms forming a hexagonal network, with single and

double bonds and distances of 0.14 nm between nearby atoms. MWCNTs comprise two simple layers or more of coaxial cylinders (coinciding axes), closed at the ends with fullerene "hemispheres." They may present defects such as the presence of isolated pentagons and heptagons, and have a separation distance between layers of around 0.34 nm (Lobo et al., 2008).

MWCNTs are produced at low cost, and compared to most commercially available sensors based on metal oxides, silicon, and other materials, sensors based on carbon nanotubes (CNT) have the following advantages: high electrical conductivity and consequently decreased resistance to charge transfer; excellent chemical stability; broad application potential as molecular electronic components; the possibility of functionalization due to the presence of carboxylic groups; increase in surface area; high sensitivity, because of the large surface area, CNT can be used to immobilize enzymes, to maintain high biological activity; fast response time, have a remarkable ability to mediate electron transfer kinetics quickly; lower redox reaction potential and less surface fouling effects and high stability and lifetime (Pinho Júnior, 2016).

To this end, several techniques have been used to detect DA, AA, and UA, such as fluorimetry, chemiluminescence, ion exchange chromatography, high-performance liquid chromatography, ultraviolet-visible spectroscopy, and capillary electrophoresis. These techniques may present some disadvantages or inconveniences, as they are often complicated and often require pre-treatment of the sample, long analysis time, or a large number of organic solvents, which, in addition to being expensive, lead to the generation of a large amount of toxic waste. In this sense, electrochemical methods have received great attention due to their various advantages, such as low cost, high sensitivity and selectivity, speed of analysis, and ease of operation. Furthermore, these methods can be miniaturized and automated, enabling the construction of portable devices that allow rapid and efficient analysis of substances *in situ* (Oliveira, 2012).

The main goal of this work was to determine the concentration of ascorbic acid, uric acid, and dopamine on an unmodified carbon nanotube paste electrodes (CNTPE).

## 2. MATERIAL AND METHODS:

### 2.1. Materials

Potassium ferricyanide  $K_4[Fe(CN)_6]$ , NaOH,  $KNO_3$ , dibasic sodium phosphate, monobasic potassium phosphate, ascorbic acid, and  $H_3PO_4$  purchased from Vetec®;  $HNO_3$ , dopamine (DA), Pipes, multiwalled carbon nanotubes, and mineral oil (Nujol) purchased from Sigma-Aldrich®, all reagents were grade P.A.

Phosphate buffers 0.10 M (pH = 7.0) and 50 mM (pH = 4.0), Pipes buffer 0.1 M (pH = 6.98), KCl 0.1 M,  $K_4[Fe(CN)_6]$  1.0 mM, stock solutions of ascorbic acid (AA) 200 ppm, 1762 ppm and 10 mM (phosphate buffer 50 mM), dopamine (DA) 200 ppm, and 0.010 M (phosphate buffer 0.050 M), uric acid (UA) 1.0 mM (NaOH 0.1 M) and NaOH 2.0 M. All solutions were prepared with deionized water and pH were measured in a pHmeter (Metrohm).

### 2.2. Methods

All voltammetric measurements were performed on a  $\mu$ Autolab potentiostat/galvanostat (Metrohm) connected to an electrochemical cell (25.0 mL) of three electrodes: working, reference (Ag/AgCl,  $KCl_{3.0M}$ ) and auxiliary (platinum). Voltammetric measurements were recorded with the NOVA 2.1.5 software. Cyclic voltammetry (CV) and differential pulse voltammetry (DPV) were used for the electroanalytical study. Before each test, the solutions were always purged with  $N_2$  gas for 5 minutes.

The working electrode was handmade in our laboratory by introducing a brass wire into a Teflon® cylinder, leaving a small space for placing the electrode material paste: carbon nanotubes (CNT) + mineral oil. A preliminary study optimized the voltammetric working conditions: better buffer, CNT + oil ratio, and sweeping speed. The following buffers were used: phosphate 0.10 M (pH = 6.98) and Pipes 0.10 M (pH = 6.90).

As shown in Table 1, there is no significant difference between the currents measured in each buffer. However, the phosphate buffer was chosen because several authors (Yao et al., 2007; Lin et al., 2008) claim to be the most used and appropriate for this study.

Another optimized condition was the proportion of CNT and mineral oil for paste formation. The proportion chosen was 50%CNT: 50%mineral oil (m/m), as in this case, the paste had better adhesion and consistency than the proportion 65%CNT: 35%mineral oil (m/m).

Regarding the scanning speed, due to the oxidation of DA presenting a slow electron transfer kinetics, the voltammetric recordings were carried out at  $10 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ . The following proportions were used to prepare the paste: 50% CNT + 50% mineral oil and 65% CNT + 35% mineral oil.

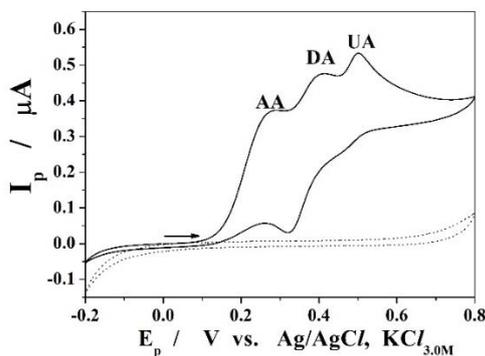
Before using CNTPE, it is necessary to estimate the effective surface area of this electrode, as the surface area occupied by carbon nanotubes is unknown. The area was estimated from data obtained by cyclic voltammetry for the reversible pair  $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-}/\text{Fe}(\text{CN})_6^{3-}$  and Randles-Sevcik equation (Brett & Brett, 1996). The effective area ( $A$ ) of CNTPE was estimated to be  $0.084 \text{ cm}^2$ .

### 3. RESULTS AND DISCUSSION:

#### 3.1. Results

##### 3.1.1. Study of the voltammetric behavior of DA, AA, and UA on carbon nanotube paste electrode

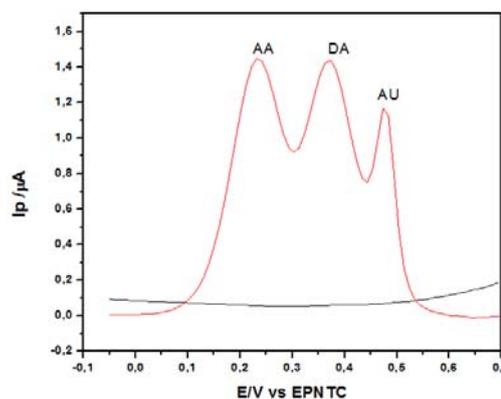
In the study of electrochemical behavior, 50 mM phosphate buffer (pH = 4.0) was used as a supporting electrolyte; according to Yao et al. (2007), under these conditions, there is an improvement in the electrocatalytic activity for the oxidations of dopamine (DA), uric acid (UA) and ascorbic acid (AA), facilitating the lowering of the excess potential of DA. Initially, this study was carried out using cyclic voltammetry. A mixture of these three analytes with concentrations: AA 70  $\mu\text{M}$ ; UA 10  $\mu\text{M}$  and DA 20  $\mu\text{M}$  were used to observe each species' individual behavior.



**Figure 4.** Cyclic voltammograms were recorded on CNTPE in 50 mM phosphate buffer (pH = 4.0) and mixture: 70  $\mu\text{M}$  AA + UA 10  $\mu\text{M}$  + DA 20  $\mu\text{M}$ . Experimental:  $E_i = E_f = 0.0 \text{ V}$ ;  $E_{\lambda 1} = -0.20 \text{ V}$ ;  $E_{\lambda 2} = 0.80 \text{ V}$ , and  $\nu = 10 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ . Source: the authors.

It's possible to observe in Figure 4 the presence of all perfectly separated oxidation and reduction peaks. However, they present low currents. Therefore, this CNTPE, without chemical modification, could reproduce the records of modified electrode surfaces described in the literature (Yao et al., 2007; Lin et al., 2008).

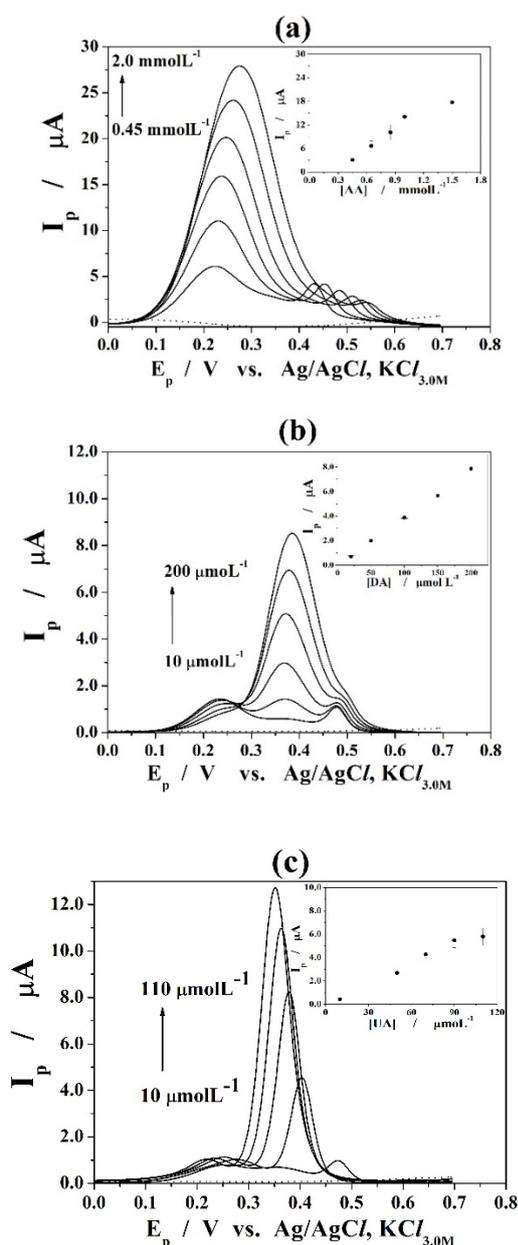
As can be seen in Figure 5, three AA, DA, and UA oxidation peaks can be observed at different potentials of 200 mV, 380 mV, and 470 mV, respectively, with a potential difference between AA and DA of 180 mV and 90 mV between DA and UA. Since DPV has higher current sensitivity and better resolution than CV, the DPV was used for the electroanalytical determination of DA, AA, and UA on the CNTPE.



**Figure 5.** Differential pulse voltammograms were recorded over CNTPE in 50 mM phosphate buffer (pH = 4.0) containing 70  $\mu\text{M}$  AA, 10  $\mu\text{M}$  UA, and 20  $\mu\text{M}$  DA. Experimental:  $\nu = 5.0 \text{ mV}\cdot\text{s}^{-1}$ ,  $A_p = 20 \text{ mV}$ , and  $\Delta E_i = 10 \text{ mV}$ . Source: the authors.

##### 3.1.2. Determination of AA, UA, and DA in natural water by DPV

Three separate recordings were made once the experimental parameters for using DPV were defined. For each one, the concentration of one of the analytes was increased with successive additions of the solution of one of the analytes. In contrast, the concentrations of the other two species were maintained constants. The results are shown in Figure 6.



**Figure 6.** Differential pulse voltammograms were recorded over CNTPE in 50 mM phosphate buffer (pH = 4.0) with increasing additions of AA for 50  $\mu\text{M}$  DA + 50  $\mu\text{M}$  UA (a), DA for 10  $\mu\text{M}$  UA + 70  $\mu\text{mol}\cdot\text{L}^{-1}$  AA (b), and UA for 40  $\mu\text{M}$  AA + 10  $\mu\text{M}$  DA (c). Experimental:  $\nu = 5.0 \text{ mV s}^{-1}$ ,  $A_p = 20 \text{ mV}$  and  $\Delta E_i = 10 \text{ mV}$ . Equations of the linear lines inserted in the figure, 6(a):  $I_p (\mu\text{A}) = -5.74 + 20.3 (\pm 0.8) \mu\text{M} [\text{AA}]$ ,  $R^2 = 0.9953$ ; 6(b):  $I_p (\mu\text{A}) = -0.062 + 39.2 (\pm 0.00) \text{ nM} [\text{DA}]$ ,  $R^2 = 0.9986$ ; 6(c):  $I_p (\mu\text{A}) = -0.159 + 58.8 (\pm 0.00) \text{ nM} [\text{UA}]$ ,  $R^2 = 0.9947$ . Source: the authors.

The linear ranges for the simultaneous determination of AA, DA, and UA by DPV were 0.45 – 1.0 mM, 50 – 200  $\mu\text{M}$  and 10 – 90  $\mu\text{M}$ , respectively (Figure 6). The limits of detection (LODs) of the proposed method for determining

AA, DA, and UA were 7.97 mM, 8.57  $\mu\text{M}$  and 5.96  $\mu\text{M}$ , respectively. The relative standard deviation of 10 successive scans was 4.6, 2.8, and 1.6% for 0.45 mM of AA, 50  $\mu\text{M}$  of DA, and 50  $\mu\text{M}$  of UA.

## 3.2. Discussion

### 3.2.1. Study of the voltammetric behavior of DA, AA, and UA on carbon nanotube paste electrode

Figure 4 presents peaks corresponding to AA and UA have potentials of 225 mV and 500 mV, respectively. The peak corresponding to DA presented a redox couple, which commonly only appears in this analyte (Lin et al., 2008).

The anodic and cathodic peak potentials for DA are 400 mV and 350 mV, respectively. The oxidation mechanism of AA, UA, and DA is a process that involves two electrons and 2 protons, and it agrees with the mechanism presented by Zhao et al. (2005). According to Lin et al. (2008), electrochemical detection of DA in the presence of high levels of AA on carbon-based electrodes becomes difficult due to the catalytic oxidation of AA by DA. But, as shown in Figure 5, the CNTPE achieved a good voltammetric response in the ternary mixture of these analytes.

### 3.2.2. Determination of AA, UA, and DA in water natural water by DPV

During the additions of the standard to the ternary mixture (Fig. 6), it was observed that the potentials of AA and DA were shifted to more positive values, while UA behaved differently, as the potential was shifted to more negative values. It is unknown whether this new electrode surface causes this behavior or is due to another event, as this behavior has not yet been reported in the literature.

For the three molecules, AA, UA, and DA, it is observed that the oxidation peak currents increased with increasing concentration. No change in DA and UA currents was observed after increasing the concentration of AA; however, during the increasing addition of UA, it was observed that its potential was shifted to more negative values, leading UA to approach the oxidation potential of DA, causing possible interference in the quantitative determination of UA. In this case, UA needs to improve the analysis conditions.

## 4. CONCLUSIONS:

This work presents the advantages of CNTPE without chemical modification for the simultaneous determination of species of biological interest: ascorbic acid (AA), uric acid (UA), and dopamine (DA), as it showed good electrocatalytic activity for the oxidation of these species. Due to the chemical stability of carbon nanotubes, this electrode surface can be used in electroanalysis as an electron transfer mediator. Optimizing the voltammetric working conditions indicated that the electrode's electrochemical behavior strongly depends on the pH of the solution. The CNTPE allowed the separation of the oxidation peaks of the ternary mixture of AA, UA, and DA by cyclic voltammetry. The limits of detection (LODs) of the proposed method for determining AA, DA, and UA were 7.97 mM, 8.57  $\mu$ M, and 5.96  $\mu$ M, respectively. Therefore, it showed quantitative application when associated with differentiated pulse voltammetry, as it allows the simultaneous determination of these biological compounds in an aqueous solution with good sensitivity and selectivity.

## 5. DECLARATIONS

### 5.1. Study limitations

AA, UA, and DA determination studies were also carried out using two other electrode surfaces made of carbon: glassy carbon (GCE) and graphite paste (CPE).

The previously assembled CPE and CNTPE had a limited useful life, possibly due to the support electrolytes (buffers B-R) used, as the higher the pH of the buffer, the greater the attack suffered by these electrode surfaces and consequently the shorter the useful life of these electrodes. However, this disadvantage is fully compensated due to the renewal of the electrode surface, when "poisoning" of the electrode is observed.

The choice to use CNTPE and CPE is justified for the following reasons: (i) greater hydrophobicity of these electrodes compared to the glassy carbon electrode (GCE), due to the presence of Nujol oil, hoping to have more success in stabilizing the analytes (AA, UA and DA) in aqueous medium, (ii) lower background currents and (iii) ease of renewal of the carbon nanotube paste, thus avoiding undesirable adsorption effects and time-consuming GCE polishing steps. In comparison to CPE, the choice for CNTPE was due to the better resolution of voltammetric recordings, and this is associated

with the intrinsic properties of carbon nanotubes: wide working potential window, low background current, and eventual stabilization of ionic species and/or molecular.

The data presented in Table 1 indicate the reason for choosing phosphate buffer as the supporting electrolyte.

As this is preliminary work and we have not yet submitted the project to the Ethics Committee, it was not possible to extend the research to biological samples (data not shown).

### 5.2. Acknowledgements

To other research groups at UVA/CE.

### 5.3. Funding source

To funding agencies: CNPq for granting research grants. Hécio Silva dos Santos and Murilo Sérgio da Silva Julião are grateful for the financial support provided by PQ/CNPq (Grant#: 306008/2022-0) and FUNCAP (Grant#: BP5-0197-00087.01.00122), respectively.

### 5.4. Interest conflicts

We declare that we do not have any potential conflict of interest in this publication.

### 5.5 Open Access

This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 (CC BY 4.0) International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution, and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made. The images or other third-party material in this article are included in the article's Creative Commons license unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons license and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this license, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

## 6. REFERENCES:

1. Ajayan, P. M. (1999, May 1). Nanotubes from Carbon. Chemical Reviews. American Chemical Society (ACS). Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1021/cr970102g>
2. Bandow, S., Takizawa, M., Hirahara, K., Yudasaka, M., & Iijima, S. (2001, March). Raman scattering study of double-wall carbon nanotubes derived from the chains of fullerenes in single-wall carbon nanotubes. Chemical Physics Letters. Elsevier BV. Retrieved from [http://dx.doi.org/10.1016/s0009-2614\(01\)00192-0](http://dx.doi.org/10.1016/s0009-2614(01)00192-0)
3. Bradford, M. M. (1976, May). A rapid and sensitive method for the quantitation of microgram quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding. Analytical Biochemistry. Elsevier BV. Retrieved from [http://dx.doi.org/10.1016/0003-2697\(76\)90527-3](http://dx.doi.org/10.1016/0003-2697(76)90527-3)
4. Diniz, S. N. C. Vitaminas Antioxidantes, Carotenoides, Polifenóis e Envelhecimento. *Dissertação*. (Mestrado em Medicina), Faculdade de Medicina de Coimbra, Coimbra-Portugal, 2015.
5. Ferreira, H. S., & Rangel, M. do C. (2009). Nanotecnologia: aspectos gerais e potencial de aplicação em catálise. Química Nova. FapUNIFESP (SciELO). Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422009000700033>
6. Gimenes, D. T. (2009). Desenvolvimento de metodologias analíticas usando FIA com detecção amperométrica: análise de dopamina, ácido ascórbico e ácido úrico. *Dissertação* (Mestrado em Química), Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia-MG.
7. Iijima, S. (1991, November). Helical microtubules of graphitic carbon. Nature. Springer Science and Business Media LLC. Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1038/354056a0>
8. Lin, L., Chen, J., Yao, H., Chen, Y., Zheng, Y., & Lin, X. (2008, June). Simultaneous determination of dopamine, ascorbic acid and uric acid at poly (Evans Blue) modified glassy carbon electrode. Bioelectrochemistry. Elsevier BV. Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1016/j.bioelechem.2008.01.009>
9. Lisboa, M. J. S. (2015). Suplementação de antioxidante ácido ascórbico na dieta de camundongos MDX (um modelo de distrofia muscular de Duchenne): Repercussões morfológicas no músculo liso (estrutura primária) e no plexo mioentérico (estrutura secundária) do íleo. *Dissertação* (Mestrado em Morfologia). Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal-RN.
10. Lobo, A. O., Antunes, E. F., Palma, M. B. S., Pacheco-Soares, C., Trava-Airoldi, V. J., & Corat, E. J. (2008, May). Biocompatibility of multi-walled carbon nanotubes grown on titanium and silicon surfaces. Materials Science and Engineering: C. Elsevier BV. Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1016/j.msec.2007.04.016>
11. Lupetti, K. O.; Ramos, L. A.; Fatibello-Filho, O. (2003). Determinação enzimática de dopamina em formulações farmacêuticas utilizando sistema de análise por injeção em fluxo com extrato bruto de abacate (*Persea americana*). *Química Nova*, 26(2), 197-201.
12. Newman, P., Minett, A., Ellis-Behnke, R., & Zreiqat, H. (2013, November). Carbon nanotubes: Their potential and pitfalls for bone tissue regeneration and engineering. Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine. Elsevier BV. Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1016/j.nano.2013.06.001>
13. Nóbrega, J. A., & Lopes, G. S. (1996, June). Flow-injection spectrophotometric determination of ascorbic acid in pharmaceutical products with the Prussian Blue reaction. Talanta. Elsevier BV. Retrieved from [http://dx.doi.org/10.1016/0039-9140\(95\)01830-1](http://dx.doi.org/10.1016/0039-9140(95)01830-1).
14. Brett, A. M. O. & Brett, C. M. A. (2000). *Eletroquímica: Princípios, Métodos e Aplicações*. Coimbra: Almedina, 472p.
15. Oliveira, A. X. (2012). Desenvolvimento e aplicação de um sensor voltamétrico para análise simultânea de dopamina, ácido ascórbico e ácido úrico empregando um eletrodo modificado com naftoquinona adsorvida sobre nanotubos de carbono.

- Dissertação* (Mestrado em Química). Universidade Federal dos Vales do Jequitinhonha e Mucuri, Jequitinhonha-MG.
16. Pinho Júnior, W. (2016). Eletrodos Quimicamente modificados a partir de nanotubos de carbono e nitroanilinas e sua aplicação na determinação de antioxidante de importância biológica. *Dissertação* (Mestrado em Química). Universidade Federal de Alagoas, Maceió-AL.
  17. Troiani, E. P. (2011). Desenvolvimento de eletrodos modificados com polímeros condutores e nanotubos de carbono e aplicação na determinação de analitos de interesse farmacêutico em amostras biológicas e em fármacos. *Tese* (Doutorado em Química). Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP.
  18. Yao, H., Sun, Y., Lin, X., Tang, Y., & Huang, L. (2007, June). Electrochemical characterization of poly(eriochrome black T) modified glassy carbon electrode and its application to simultaneous determination of dopamine, ascorbic acid and uric acid. *Electrochimica Acta*. Elsevier BV. Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1016/j.electacta.2007.04.013>
  19. Zhao, Y., Gao, Y., Zhan, D., Liu, H., Zhao, Q., Kou, Y., Shao, Y., et al. (2005, March 31). Selective detection of dopamine in the presence of ascorbic acid and uric acid by a carbon nanotubes-ionic liquid gel modified electrode. *Talanta*. Elsevier BV. Retrieved from <http://dx.doi.org/10.1016/j.talanta.2004.09.019>

**Table 1.** Optimization of working conditions: proportion of CNT + mineral oil; buffer and scan rate ( $v$ ).  
Source: the authors.

Analyte	Scan rate ( $V s^{-1}$ )			
	0.01	0.05	0.01	0,05
	CNT 50% + mineral oil 50%		CNT 65% + mineral oil 35%	
<b>Pipes 0.10 M buffer (pH = 6.90).</b>				
AA	3.22 $\mu A$	7.10 $\mu A$	5.37 $\mu A$	7.25 $\mu A$
UA	8.00 $\mu A$	9.23 $\mu A$	7.08 $\mu A$	8.27 $\mu A$
DA	2.62 $\mu A$	1.59 $\mu A$	4.73 $\mu A$	9.12 $\mu A$
AA, UA, DA	3.03 $\mu A$	0.413 $\mu A$	1.07 $\mu A$	2.19 $\mu A$
<b>Phosphate 0.10 M buffer (pH = 6.98)</b>				
AA	7.10 $\mu A$	9.22 $\mu A$	1.07 $\mu A$	1.56 $\mu A$
UA	5.86 $\mu A$	8.58 $\mu A$	11.4 $\mu A$	14.4 $\mu A$
DA	2.10 $\mu A$	1.71 $\mu A$	9.43 $\mu A$	17.1 $\mu A$
AA, UA, DA	3.19 $\mu A$	3.42 $\mu A$	3.15 $\mu A$	1.62 $\mu A$

## NANOESTRUTURAS DE QUITOSANA / HEXAMOLIBDATO PARA LIBERAÇÃO ORAL DE FÁRMACOS

## CHITOSAN / HEXAMOLYBDATE NANOSTRUCTURES FOR ORAL DRUG DELIVERY

كيتوسان / هيكسامولبدات مركبات نانوية لتوصيل الأدوية عن طريق الفم

**Mariam Radhi Kadhim***University of Kerbala, Faculty of Science, Department of Chemistry. Iraq.***Ihsan Mahdi Shaheed \****University of Kerbala, Faculty of Science, Department of Chemistry. Iraq.***Ahmed Al-Yasari***University of Kerbala, Faculty of Science, Department of Chemistry. Iraq.**\* Corresponding author**Ihsan.aldahan@uokerbala.edu.iq*

---

Received on March 06, 2024; received as revised form May 28, 2024; accepted June 11, 2024.**RESUMO**

**Introdução:** Nas últimas décadas, avanços substanciais foram alcançados no campo da entrega de medicamentos por meio da criação de formulações de liberação controlada, levando a avanços médicos significativos. O objetivo principal desses sistemas de liberação controlada é sustentar a concentração desejada do medicamento na corrente sanguínea ou em tecidos específicos por um período prolongado. Uma classe de nanoestruturas são os polioxometalatos (POMs), que são nanoclusters aniônicos carregados negativamente compostos por metal e átomos de oxigênio. Os POMs são notáveis por sua capacidade de serem controlados precisamente em tamanho e forma. Essas características, combinadas com sua carga negativa inerente, contribuem para sua estabilidade e os tornam estruturas altamente versáteis. **Objetivo:** Este estudo teve como objetivo examinar a auto-montagem de híbridos orgânicos-inorgânicos usando hexamolibdato de tipo Lindqvist de polioxometalato (POM) e quitosano para sintetizar novas nanoestruturas 3D. Essas nanoestruturas foram então investigadas quanto à sua adequação como nanocarreadores para o medicamento de quimioterapia Temozolomida (TMZ). A liberação de TMZ do nanocarreador foi estudada sob várias condições de pH. **Métodos:** Este estudo compreende duas partes práticas. A primeira parte foca na síntese de nanoestruturas hierárquicas projetadas para carregar medicamentos de TMZ. A quantidade de medicamento carregado na nanoestrutura preparada de POM-Quitosano foi determinada usando Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (HPLC) em vários tempos de carga. A segunda parte do estudo investiga o processo de liberação do medicamento TMZ das nanoestruturas hierárquicas. Esse processo de liberação é examinado em duas soluções tampão com valores de pH distintos. **Resultados:** As características de superfície, tamanho, composição química e identidade das nanoestruturas foram analisadas usando técnicas como HPLC, FTIR, DRX, MEV e XPS. **Discussão:** Os nanocarreadores demonstraram um comportamento de liberação intrigante dependente do pH, sugerindo sua aplicação potencial em sistemas de entrega de medicamentos. **Conclusões:** Neste estudo, preparamos com sucesso novos nanocarreadores de quitosano e POM carregados com TMZ (21% de carga) por meio de auto-montagem para entrega oral de medicamentos. A forma de nanocarreador preparada de TMZ foi completamente caracterizada por DRX, FTIR, XPS e MEV. A forma oral preparada de TMZ mostrou uma excelente liberação dependente do pH do TMZ, onde a taxa de liberação em pH 7.4 foi consideravelmente mais rápida do que em pH 2.8.

**Palavras-chave:** *Chitosano, entrega de medicamentos, nanoestruturas hierárquicas, polioxometalatos (POMs), Temozolomida (TMZ).*

**ABSTRACT**

**Background:** In recent decades, substantial progress has been achieved in the field of drug delivery through the creation of controlled-release formulations, leading to significant medical advancements. The primary objective of these controlled release systems is to sustain the desired drug concentration in the bloodstream or specific tissues for an extended duration. One class of nanostructures is polyoxometalates (POMs), which are negatively charged anionic nanoclusters consisting of metal and oxygen atoms. POMs are notable for their ability to be precisely controlled in size and shape. These characteristics, combined with their inherent negative charge, contribute to

their stability and make them highly versatile structures. **Aim:** This study aimed to examine the self-assembly of organic-inorganic hybrids using polyoxometalate (POM) Lindqvist-type hexamolybdate and chitosan to synthesize novel 3D nanostructures. These nanostructures were then investigated for their suitability as nanocarriers for the chemotherapy drug (Temozolomide TMZ). The release of TMZ from the nanocarrier was studied under various pH conditions. **Methods:** This study comprises two practical components. The first part focuses on synthesizing hierarchical nanostructures designed to load TMZ drugs. The amount of drug loaded onto the as-prepared nanostructure of POM-Chitosan was determined using High-Performance Liquid Chromatography (HPLC) at various loading times. The second part of the study investigates the release process of the TMZ drug from the hierarchical nanostructures. This release process is examined in two buffer solutions with distinct pH values. **Results:** The surface characteristics, size, chemical composition, and identity of the nanostructures were confirmed using techniques such as HPLC, FTIR, XRD, SEM, and XPS. The results confirm the successful complexation of chitosan with POM Lindqvist-type hexamolybdate. **Discussion:** The nanocarriers demonstrated an intriguing pH-dependent release behavior, suggesting their potential application in drug delivery systems. **Conclusions:** In this study, new nanocarriers of chitosan and POM were successfully prepared and loaded with TMZ (21% loading) via self-assembly for oral drug delivery. The as-prepared nanocarrier form of TMZ was fully characterized via XRD, FTIR, XPS, and SEM. The as-prepared oral form of TMZ showed an excellent pH-dependent release of TMZ, where the release rate at pH 7.4 was considerably faster than at pH 2.8.

**Keywords:** Chitosan, Drug delivery, Hierarchical nanostructures, polyoxometalates (POMs), Temozolomide (TMZ).

### الخلاصة :

**الخلفية:** في العقود الأخيرة، تم تحقيق تقدم كبير في مجال توصيل الأدوية من خلال إنشاء مركبات إطلاق خاضعة للرقابة، مما أدى إلى تقدم طبي كبير. الهدف الأساسي لأنظمة الإطلاق الخاضعة للرقابة هذه هو الحفاظ على تركيز الدواء المطلوب في مجرى الدم أو أنسجة معينة لفترة طويلة. إحدى فئات الهياكل النانوية هي بولي أوكسوميثالات (POMs)، وهي عبارة عن مجموعات نانوية أنيونية سالبة الشحنة تتكون من ذرات المعدن والأكسجين. تتميز POMs بقدرتها على التحكم بدقة من حيث الحجم والشكل. تساهم هذه الخصائص، جنبًا إلى جنب مع شحنتها السلبية المتأصلة، في استقرارها وتجعلها هياكل متعددة الاستخدامات للغاية. **الهدف:** تهدف هذه الدراسة إلى فحص التجميع الذاتي للهجين العضوية وغير العضوية باستخدام مادة البولي أوكسوميثالات (POM) وهيكساموليبيدات من نوع ليندكفيست والكيتوسان لتجميع هياكل نانوية ثلاثية الأبعاد جديدة. تم بعد ذلك فحص هذه البنية النانوية للتأكد من ملائمتها كحاملات نانوية لعقار العلاج الكيميائي. **TMZ:** تمت دراسة إطلاق TMZ من الناقل النانوي في ظل ظروف مختلفة للأس الهيدروجيني. **طريقة العمل:** تتكون هذه الدراسة من عنصرين عمليين. يركز الجزء الأول على تصنيع الهياكل النانوية الهرمية المصممة خصيصًا لتحميل دواء TMZ. تم تحديد كمية الدواء المحملة على البنية النانوية المحضرة لـ POM-Chitosan باستخدام تحليل كروماتوجرافي سائل عالي الأداء (HPLC) في أوقات تحميل مختلفة. يبحث الجزء الثاني من الدراسة في عملية إطلاق عقار TMZ من الهياكل النانوية الهرمية. يتم فحص عملية الإطلاق هذه في وجود محلولين عازلين بـ pH مميزة. **النتائج:** تم تشخيص الخصائص السطحية والحجم والتركيب الكيميائي وهوية الهياكل النانوية بنجاح وذلك باستخدام تقنيات مثل HPLC، FTIR، XRD، AFM، XPS. تثبت النتائج نجاح تكوين المعقد بين الهيكساموليبيدات (POM) والكيتوسان. **المناقشة:** أظهرت الناقلات النانوية سلوك إطلاق مثير للاهتمام يعتمد على الرقم الهيدروجيني، مما يشير إلى إمكانية تطبيقها في أنظمة توصيل الدواء. **الاستنتاجات:** في هذه الدراسة، نجحنا في إعداد ناقلات نانوية جديدة من الكيتوسان و POM محملة بـ TMZ (وكانت نسبة التحميل 21٪) عن طريق التجميع الذاتي كوسيلة لتوصيل الدواء عن طريق الفم. تم تمييز شكل الناقل النانوي المُجهز من TMZ بشكل كامل عبر XRD و AFM FTIR و XPS. SEM أظهر الشكل المُجهز لـ TMZ إطلاقًا ممتازًا يعتمد على الرقم الهيدروجيني لـ TMZ حيث كان معدل الإطلاق عند درجة الحموضة 7.4 أسرع بكثير من الرقم الهيدروجيني 2.8.

**كلمات مفتاحية:** كيتوسان، توصيل الأدوية، هياكل نانوية هرمية، أوكسوميثالات، تيموزولوميد

## 1. INTRODUCTION

Temozolomide (TMZ) drug is (3,4-dihydro-3-methyl-4-oxoimidazo-[5,1-d]-as-tetrazine-8-carboxamide TZ) the TMZ is an oral chemotherapy drug that is primarily used in the treat certain types of tumors such as brain tumors, especially glioblastoma multiforme (GBM), which is the most common and aggressive form of brain cancer. It is also used in the treatment of anaplastic astrocytoma and mixed gliomas (Delello Di Filippo *et al.*, 2021; Hotchkiss & Sampson, 2021). The Temozolomide drug belongs to a class of drugs, which called the factors alkylating agents. It works by damaging the DNA in cancer cells, which

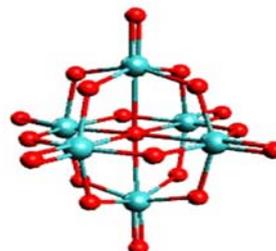
inhibits their ability to divide and grow and consequently helps to slow down or stop the growth of tumors. TMZ is commonly used as a primary medication for treating GBM (glioblastoma multiforme). However, high doses and frequent administration of TMZ are needed owing to its short half-life, and GBM cells often develop resistance to it. (Emamgholizadeh Minaei *et al.*, 2019) Consequently, this leads to significant side effects and limits its effectiveness. Therefore, new strategies for the controlled release of TMZ are required to address these limitations and would aim to maintain therapeutic levels of the drug over extended periods. One promising approach is nanomedicine, where Nanocarriers, such as nanoparticles or liposomes, can be designed to capture TMZ and release it slowly and selectively

at the tumor site. (Cui *et al.*, 2016; Dang & Guan, 2020) The implementation of these nanocarriers can also provide many advantages. First, it can enhance the stability of a drug, prevent deterioration, and ensure its effectiveness throughout the delivery process. Second, it can improve the solubility of TMZ, availability, and biological compatibility, hence facilitating its distribution within the body. In addition, these nanocarriers could increase the possibility of delivering the drug to the targeted cancer cells, reducing exposure to healthy tissue and thus improving the safety profile of treatment. (Alshawwa *et al.*, 2022; Din *et al.*, 2017; Kamaly *et al.*, 2016; Tewabe *et al.*, 2021) By utilizing nanomedicine, researchers explore improving TMZ treatment efficiency while minimizing its side effects. This involves the development of new nanostructures with diverse and improved properties to serve as carriers for the drug.

Polyoxometalates (POM) are nanoclusters composed of negatively charged oxygen species and metals that can be controlled accurately in shape and size. They have received great interest in systems drug delivery. POM has illustrated the ability to improve the biocompatibility and modify the bioactivity and cytotoxicity of the drug. As inorganic building blocks, POMs offer promising prospects for the development of advanced drug delivery systems, facilitating the targeted and controlled release of therapeutic agents while enhancing their efficacy and reducing potential side effects (em Bioquímica, n.d.; Khalilpour *et al.*, 2021; Zhang *et al.*, 2019). Several studies have focused on synthesizing hierarchical nanostructures combining chitosan and POMs for oral drug delivery (Mikušová & Mikuš, 2021). However, most of these studies have primarily utilized Keggin, Anderson, and Dawson POMs in conjunction with bioactive components like chitosan to create multifunctional 3D nanostructures (Azmana *et al.*, 2021; Shah *et al.*, 2015; X. Wang *et al.*, 2022). Bio-nanocomposites based on chitosan can specifically penetrate the membranes of cancerous cells and impart anti-tumor action through several enzymatic, antiangiogenic, immune-stimulating, and apoptotic mechanisms. The anticancer impact of chitosan-metal complexes is due to their ability to scavenge free radicals and interact with cellular DNA (Fang *et al.*, 2020; W. Wang *et al.*, 2020).

On the other hand, Lindqvist-type hexamolybdate, a specific type of polyoxometalate, has attracted growing interest due to its potential applications in electronic and photonic devices (Anyushin *et al.*, 2020; Cameron

*et al.*, 2018). Interestingly, the combination of chitosan and Lindqvist-type hexamolybdate in the fabrication of 3D nanostructures has not been previously reported. This study aims to illustrate the formation of nanostructures using POMs, specifically Lindqvist-type hexamolybdate, with chitosan as a nanocarrier for pH-controlled oral drug delivery of TMZ. The prepared nanostructures were thorough.



**Figure 1.** Structure of the POMs used in this study.

## 2. MATERIALS AND METHODS:

### 2.1. Materials

Chitosan was purchased from Central Drug House (CDH) Scientific. Acetic acid and phosphate-buffered saline (PBS) were purchased from HiMedia (India). TMZ was obtained from Sigma-Aldrich. Glycine was purchased from Thomas Baker. The pH meter from OAICTON-2100, Singapore. Centrifuge from Hettich-Universal II- Germany.

### 2.2. Instrumentation

The analysis involved various instruments, including the High-Performance Liquid Chromatography, UFLC-20A, Shimadzu, Japan. Fourier-transform infrared spectroscopy, FT-IR-8400S, Shimadzu, Japan. X-Ray Diffraction X-Ray, Siemens model D500. Scanning Electron Microscopy (SEM), ZEISS model, UK. Atomic Force Microscopy (AFM), DME Denmark model and X-Ray Photoelectron Spectra (XPS), Germany Bes Tek device model.

### 2.3. Methods

#### 2.3.1 Synthesis of 3D nanostructures

The nanostructures were created using POM-chitosan in a 1:1 ratio. In a typical procedure,

separate mg of chitosan and 1 mg of POM (hexamolybdate) 1 mg were prepared in an acetic acid solution 0.5 mL. The POM solution was immediately combined with the chitosan solution. Within 30 seconds of this combination, the solution's color changed to a pale yellow. The mixture was then left to age for half an hour, followed by centrifugation at 5000 rpm for 5 min, followed by washing three times with deionized water to obtain the final product. Several analytical techniques were employed to characterize the nanostructures. FTIR provided information about functional groups and chemical bonds present in the nanostructures. XRD was utilized to examine the crystallographic properties, while SEM allowed for the visualization of surface morphologies and topographies. XPS provided information about the elemental composition and chemical states of the nanostructures. AFM also provides information about nanocomposite size, shape, and surface roughness.

### **2.3.2. Loading of as-prepared nanostructures with TMZ**

Temozolomide (TMZ) was selected as the model drug for this study. An aqueous TMZ solution of 0.5 mg/mL, 5 ml, was submerged in a nanopowder of POM-chitosan. After shaking the mixture for 12 hours at 25°C, the result was washed three times with deionized water. After that, the product was centrifuged for five minutes at 5000 rpm to remove any unbound medication. The amount of unloaded TMZ that remained in the supernatant was measured by HPLC under the chromatographic conditions listed in Table 1 to ascertain the percentage of TMZ loaded onto the nano-POM-chitosan.

### **2.3.3. Release (in vitro) of loaded TMZ**

TMZ release was achieved by immersing a sample of nanostructures loaded with TMZ 10 mg under agitation on a shaker plate 500 rpm by using two pH mediums, and the pH was measured by a digital PH meter and control by using a certain buffer solution: an acidic medium (pH 2.8, glycine-HCl buffer solution), and in neutral medium (pH 7.4, phosphate-buffered saline (PBS) solution) over a period of 24 h. The amount of TMZ released in each case was determined by taking 0.5 ml aliquots of the supernatant at timed intervals. Finally, the amount of TMZ released was measured by applying HPLC analysis using the UFLC system of a Shimadzu 20A with a UV detector. The chromatographic conditions that were optimized were illustrated in Table 1.

## **3. RESULTS AND DISCUSSION:**

### **3.1. Results**

#### **3.1.1. Fourier-transform infrared (FT-IR)**

The Fourier-transform infrared spectra of POM-Chitosan-TMZ nanocomposites were individually compared with those of TMZ (Temozolomide) and POM (polyoxometalate). The comparison revealed complexation between POM and the nanocomposite, as shown in Figure 2.

#### **3.1.2. X-ray diffraction analysis (XRD)**

Figures 3 A, B, C, and D demonstrated the XRD data for POM hexamolybdate; chitosan; the as-prepared nanostructure before loading with TMZ, and the as-prepared nanostructure after loading with TMZ.

#### **3.1.3. Scanning Electron Microscopy (SEM) analysis**

The scanning electron microscope has long been the preferred technology for determining the surface shape and fundamental physical characteristics of materials. This technique determines the particle shape and size distribution of the as-prepared nano structure before and after being loaded with TMZ, shown in figure 4 and 5.

#### **3.1.4. X-Ray Photoelectron Spectra (XPS)**

X-ray photoelectron spectroscopy was performed to identify the elemental composition of the as-prepared nano structure prior to and after being loaded with TMZ, as explained in Figure 6.

#### **3.1.5. Atomic Force Microscopy (AFM)**

Atomic Force Microscopy was used to determine the roughness of the prepared nanostructure before and after it was loaded with TMZ, as demonstrated in Figures 7 and 8.

#### **3.1.6. Release behavior of TMZ loaded onto as-prepared nanostructures**

After studying the loading of TMZ onto an as-prepared nanostructure, the drug release profiles of TMZ -loaded to an as-prepared nanostructure in [pH 2.8] glycine-HCl buffer solution and [pH 7.4] phosphate-buffered saline

(PBS) solution was shown in Figure 9.

## 3.2. Discussion

### 3.2.1. Fourier-transform infrared (FT-IR)

The Fourier-transform infrared (FT-IR) spectra of POM-Chitosan-TMZ nanocomposites were individually compared with those of TMZ and POM (polyoxometalate). The comparison revealed the most characteristic bands of each component, POM and TMZ, with slight shifts observed at 794  $\text{cm}^{-1}$ , 960  $\text{cm}^{-1}$ , and 1446  $\text{cm}^{-1}$ , specifically for POM. These shifts indicate complexation between POM and the nanocomposite, as depicted in Figure 1. Based on the given information, the shifts in the characteristic bands of POM in the nanocomposite provide evidence of complex formation between POM and TMZ. These shifts may be attributed to changes in the molecular environment or interactions between the components, indicating the successful incorporation of POM into the Chitosan-TMZ nanocomposite.

### 3.2.2. X-ray diffraction analysis (XRD)

XRD measurements were used to investigate the as-prepared nanostructures. Fig. 3-C presents the XRD patterns of the as-prepared POM-chitosan compared to POM (Figure 3-A) and Chitosan (Figure 3-B), where several characteristic Bragg reflections of Lindqvist-type hexamolybdate POMs ( $2\theta = 16.5^\circ$ ), as well as other peaks at  $2\theta = 20^\circ$ ,  $26.5^\circ$  and  $29.5^\circ$  for Chitosan, could clearly be observed, indicating the successful complexation of Chitosan with POM Lindqvist-type hexamolybdates through strong interactions. Compared to its POM and Chitosan precursors, the POM-Chitosan structure showed broader peaks, which can be attributed to the smaller crystalline particle size, confirming the nano-character of the resultant POM-Chitosan composite. These results indicated the formation of the nanostructures, also supported by the SEM analysis. After loading TMZ into the POM-Chitosan nanocomposite, the XRD patterns (Fig.3-D) showed minimal change compared to the POM-Chitosan composite, though border peaks were observed.

### 3.2.3. Scanning Electron Microscopy (SEM) analysis

The morphology of the as-prepared

nanostructures of POM-chitosan before and after loading with TMZ was investigated via SEM. As can be shown in Figure 3, which demonstrates the SEM micrographs of the POM-chitosan nanostructure, the nanostructure itself consists of hierarchical microsphere structures with a size of about 1  $\mu\text{m}$  constructed from a multitude of nanoplates of thicknesses ranging from 20-113 nm and widths of 200-500 nm. 3D hierarchical structures were formed from the central connection of these nanoplates. The loading of TMZ onto the hierarchical microsphere structures resulted in totally different morphological (shape and size) structures compared to POM-Chitosan. As can be seen from Fig. 4, nanosphere particles with diameters ranging from 13-42 nm are formed upon loading with TMZ. These considerable changes in both morphology and size can be attributed to the TMZ loaded onto the surface of the POM-Chitosan nanostructure. These findings are consistent with the XRD results, which showed a smaller particle size change upon TMZ loading compared to the naked POM-Chitosan nanostructures.

### 3.2.4. X-Ray Photoelectron Spectra (XPS)

X-ray photoelectron spectroscopy (XPS) was employed to determine the elemental composition of the nanocomposites. The findings are depicted in Figure 3. The XPS analysis verified the presence of carbon, nitrogen, and molybdenum, as evidenced by the respective peaks observed. The C1s peak was measured at a binding energy (BE) of 290 eV, indicating the presence of carbon in Chitosan (and TMZ in (b)). The N1s peak appeared at a BE of 404 eV, representing the amido groups in Chitosan. Moreover, the Mo3d peak at a BE of 237 eV confirmed the existence of POM Lindqvist-type hexamolybdate. Notably, the N1s band exhibited two distinct peaks: the first one, observed at 404 eV, was associated with alkylamines, while the second peak at higher binding energy indicated the protonation of the amine groups in chitosan. This finding further supported the presence of electrostatic interactions between POM and chitosan.. XPS results again confirm the successful complexation of chitosan with POM Lindqvist-type hexamolybdate.

### 3.2.5. Atomic Force Microscopy (AFM)

Gaining useful information from AFM images is best achieved through their display, as the images provide a 3D representation of the sample's surface. Typically, AFM images are viewed in either 2D or 3D, allowing for the

visualization of height variations. Adjusting the color scale and contrast of the images can enhance the presentation of height changes, making them more visually impactful. The images were captured from different positions on the sample. To address the unevenness of the sample stage, line-by-line leveling was applied during image processing to normalize the Z range. The data extracted from these images was examined to gather information about roughness, feature height, and grain analysis. The 3D images have been deliberately exaggerated in the Z range to highlight the sample's features. The color variation in the images represents the height of the sample within the Z range, with the dark brown indicating the lowest point (zero) and the bright yellow representing the highest point.

### **3.2.6. Release behavior of TMZ loaded onto as-prepared nanostructures**

The potential of the nanostructures to act as carriers in oral drug delivery was explored by studying the loading and release behavior of TMZ in media of different pHs. Upon loading TMZ onto the nanostructures, a color change from pale yellow to green was seen, indicating the successful loading of TMZ. The amount of TMZ loaded onto the POM-chitosan nanostructures was determined via HPLC and was found to be about 21% (by weight), representing a high loading efficiency. This could be attributed to the large relative surface area (smaller particle size compared to POM-chitosan before loading) of the nanostructures. The employment of pH changes within the gastrointestinal (GI) tract is one of the most interesting methods in the design of oral delivery protocols for drugs in which two pH changes are chosen, the first mimicking the acidic conditions of the stomach (pH 1–3), and the second the more basic conditions of the intestines (pH 5–8). Fig. 8 shows the release profile of TMZ at pH 2.8 and pH 7.4 over 24 h, from which it can clearly be seen that release was pH-dependent. As can be seen from Fig. 6, at pH 7.4 the release of TMZ reaches 97% in 24 h, where in the first ten hours, the amount released shows a dramatic increase, at up to 90%, which is then followed by a more sustained release pattern over the following 14 hours. On the other hand, at pH 2.8 the total amount of TMZ released over 24 h was only 73%. An 'eruption' release of up to 45% was seen in the first 60 minutes at pH 7.4 and 2.8, which can be attributed to the physisorption of TMZ onto the dispersed POM-chitosan nanostructure powder. Compared to the pH 7.4 release profile, the amount of TMZ released at pH

2.8 in the first four hours was relatively smaller, at up to 50%, indicating that the absorption of TMZ is favored at lower pH. Thus, it can clearly be concluded that the release behavior of TMZ from POM-Chitosan nanostructures was pH-responsive. The above results clearly demonstrate the potential use of POM-Chitosan nanostructures as nanocarriers for the oral delivery of TMZ in the therapy for certain cancers.

## **4. CONCLUSIONS**

In this research, the nanocarriers from POM and Chitosan were effectively synthesized and loaded with TMZ (loading efficiency of 21% using the self-assembly method). Oral drug delivery is the primary goal for developing and innovating these nanocarriers. The as-prepared nanocarrier form of TMZ was fully characterized via XRD, FTIR, XPS, and SEM. The XRD analysis of nanocomposite gives insightful information about crystal structure and arrangement and aids to understanding their general composition. The FT-IR Analysis contributed to determining and confirming the chemical structure of the nanocomposite by identifying the functional group present in the sample. The XPS analysis was used primarily to provide information about the nanocomposite composition by identifying the type of elements within these nanocomposites. The SEM analysis was used to determine the structural features and surface morphology of the nanocomposite by providing a better understanding of their physical properties. The oral form of TMZ loaded within the nanocomposite was evaluated, and release behavior was shown to depend on the pH. The comparison of the release rate of TMZ from the nanocomposite in pH 7.4 and pH 2.8 found that the amount of release in pH 7.4 was faster than in pH 2.8. The ability of these nanocomposites to effectively control the TMZ release through their pH-dependent release behavior makes them a promising method for oral drug delivery. Generally, the successful production thorough characterization of the POM-Chitosan nanocomposite loaded with TMZ and their pH-dependent release behavior demonstrated the potential of these nanocomposites to be used as effective carriers in oral drug delivery. These results provide new possibilities for enhancing the delivery of TMZ, maximizing the therapeutic efficiency, and eventually minimizing the side effects.

## 5. DECLARATIONS

### 5.1. Study Limitations

1. The study only focuses on synthesizing and characterizing the POM-Chitosan nanocomposite loaded with TMZ. No *in vitro* or *in vivo* studies were conducted to evaluate the anticancer efficacy, cytotoxicity, or biocompatibility of the developed nanocarrier system.

2. The release observations were performed only under simulated gastrointestinal pH conditions (pH 2.8 and 7.4). The behavior of the nanocarrier system in other physiological environments, such as blood or tumor microenvironments, was not investigated.

3. The potential for targeting the nanocarrier system to specific cancer cells or tissues was not explored, which could enhance the therapeutic efficacy and reduce side effects.

4. No long-term stability studies were conducted to determine the shelf-life and storage conditions of the developed nanocarrier system.

5. It did not investigate the potential toxicity or environmental impact of the POM-Chitosan nanocomposite, which is essential for future clinical translation and commercialization.

6.

### 5.2. Acknowledgements

The author was very grateful for the cooperation of the Chemistry department committee, College of Science, Kerbala University.

### 5.3. Funding source

The research was funded by the researcher.

### 5.4. Competing Interests

The authors declare no conflicts of interest.

### 5.5 Open Access

This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 (CC BY 4.0) International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution, and reproduction in any

medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made. The images or other third-party material in this article are included in the article's Creative Commons license unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons license and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this license, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

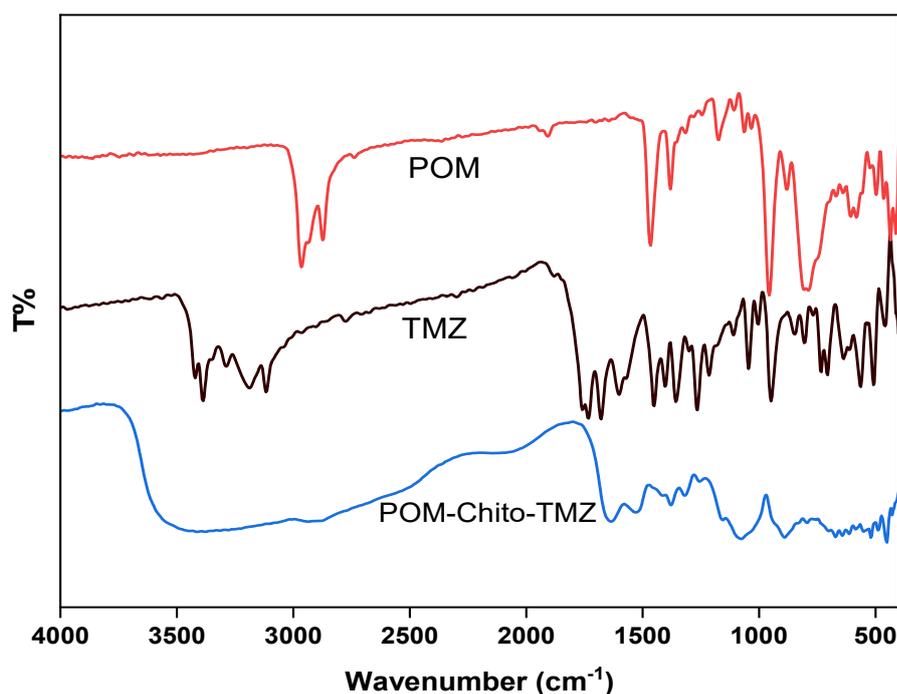
## 6. REFERENCES

1. Alshawwa, S. Z., Kassem, A. A., Farid, R. M., Mostafa, S. K., & Labib, G. S. (2022). Nanocarrier Drug Delivery Systems: Characterization, Limitations, Future Perspectives and Implementation of Artificial Intelligence. In *Pharmaceutics* (Vol. 14, Issue 4). MDPI. <https://doi.org/10.3390/pharmaceutics14040883n>
2. Anyushin, A. V., Kondinski, A., & Parac-Vogt, T. N. (2020). Hybrid polyoxometalates as post-functionalization platforms: From fundamentals to emerging applications. In *Chemical Society Reviews* (Vol. 49, Issue 2, pp. 382–432). Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/c8cs00854j>
3. Azmana, M., Mahmood, S., Hilles, A. R., Rahman, A., Arifin, M. A. Bin, & Ahmed, S. (2021). A review on chitosan and chitosan-based bionanocomposites: Promising material for combatting global issues and its applications. In *International Journal of Biological Macromolecules* (Vol. 185, pp. 832–848). Elsevier B.V. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.07.023>
4. Cameron, J. M., Wales, D. J., & Newton, G. N. (2018). Shining a light on the photosensitisation of organic-inorganic hybrid polyoxometalates. In *Dalton Transactions* (Vol. 47, Issue 15, pp. 5120–5136). Royal Society of Chemistry. <https://doi.org/10.1039/c8dt00400e>

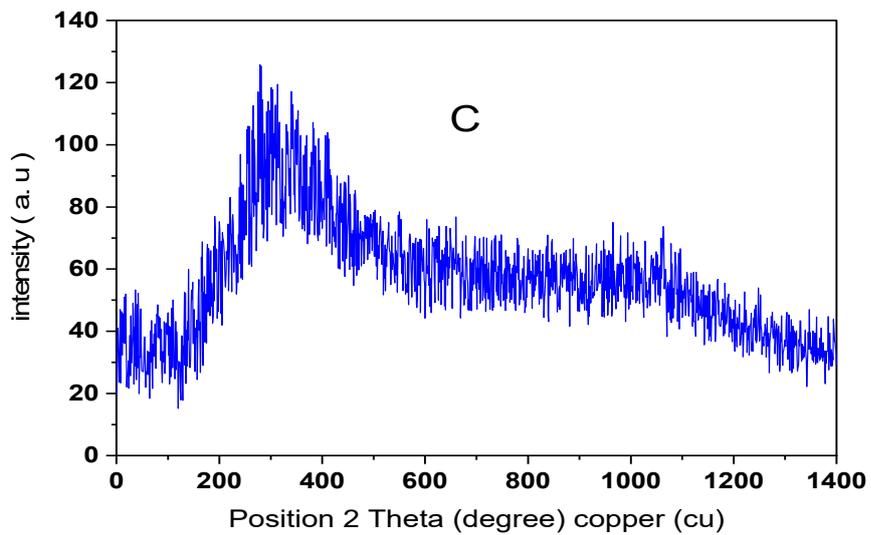
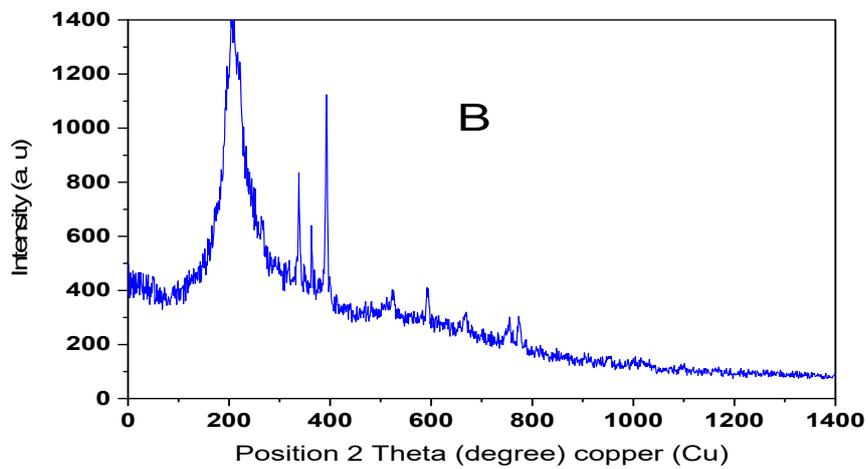
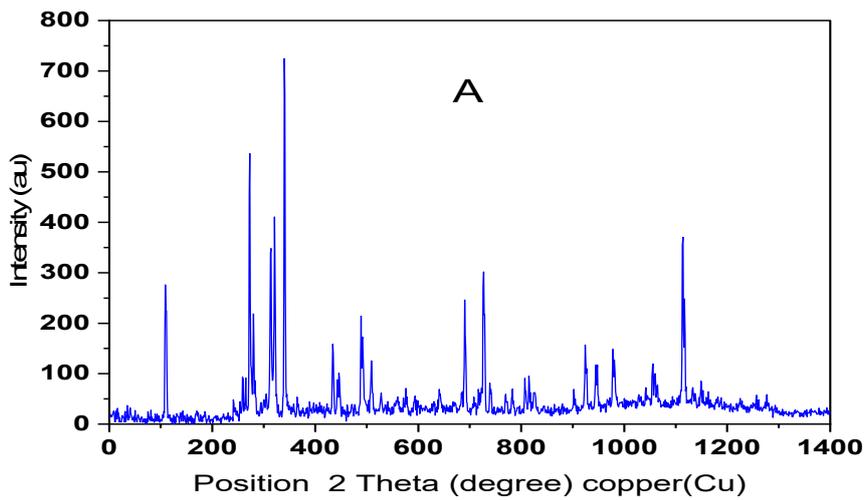
5. Cui, W., Li, J., & Decher, G. (2016). Self-Assembled Smart Nanocarriers for Targeted Drug Delivery. In *Advanced Materials* (Vol. 28, Issue 6, pp. 1302–1311). Wiley-VCH Verlag. <https://doi.org/10.1002/adma.201502479>
6. Dang, Y., & Guan, J. (2020). Nanoparticle-based drug delivery systems for cancer therapy. In *Smart Materials in Medicine* (Vol. 1, pp. 10–19). KeAi Communications Co. <https://doi.org/10.1016/j.smaim.2020.04.001>
7. Delello Di Filippo, L., Hofstätter Azambuja, J., Paes Dutra, J. A., Tavares Luiz, M., Lobato Duarte, J., Nicoletti, L. R., Olalla Saad, S. T., & Chorilli, M. (2021). Improving temozolomide biopharmaceutical properties in glioblastoma multiforme (GBM) treatment using GBM-targeting nanocarriers. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 168, 76–89. <https://doi.org/10.1016/j.ejpb.2021.08.011>
8. Din, F. U., Aman, W., Ullah, I., Qureshi, O. S., Mustapha, O., Shafique, S., & Zeb, A. (2017). Effective use of nanocarriers as drug delivery systems for the treatment of selected tumors. In *International Journal of Nanomedicine* (Vol. 12, pp. 7291–7309). Dove Medical Press Ltd. <https://doi.org/10.2147/IJN.S146315>
9. em Bioquímica, L. (n.d.). *Applications of Polyoxometalates in Medicine and their Putative Mechanisms of Action*. <http://hdl.handle.net/10400.1/8053>
10. Emamgholizadeh Minaei, S., Khoei, S., Khoei, S., & karimi, M. R. (2019). Tri-block copolymer nanoparticles modified with folic acid for temozolomide delivery in glioblastoma. *International Journal of Biochemistry and Cell Biology*, 108, 72–83. <https://doi.org/10.1016/j.biocel.2019.01.010>
11. Fang, Y., Xing, C., Liu, J., Zhang, Y., Li, M., & Han, Q. (2020). Supermolecular film crosslinked by polyoxometalate and chitosan with superior antimicrobial effect. *International Journal of Biological Macromolecules*, 154, 732–738. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.03.139>
12. Hotchkiss, K. M., & Sampson, J. H. (2021). Temozolomide treatment outcomes and immunotherapy efficacy in brain tumor. In *Journal of Neuro-Oncology* (Vol. 151, Issue 1, pp. 55–62). Springer. <https://doi.org/10.1007/s11060-020-03598-2>
13. Kamaly, N., Yameen, B., Wu, J., & Farokhzad, O. C. (2016). Degradable controlled-release polymers and polymeric nanoparticles: Mechanisms of controlling drug release. In *Chemical Reviews* (Vol. 116, Issue 4, pp. 2602–2663). American Chemical Society. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.5b00346>
14. Khalilpour, H., Shafiee, P., Darbandi, A., Yusuf, M., Mahmoudi, S., Moazzami Goudarzi, Z., & Mirzamohammadi, S. (2021). Application of Polyoxometalate-based composites for sensor systems: A review. *Journal of Composites and Compounds*, 3(7), 129–139. <https://doi.org/10.52547/jcc.3.2.6>
15. Khan, A., Imam, S. S., Aqil, M., Sultana, Y., Ali, A., & Khan, K. (2016). Design of experiment based validated stability indicating RP-HPLC method of temozolomide in bulk and pharmaceutical dosage forms. *Beni-Suef University Journal of Basic and Applied Sciences*, 5(4), 402–408. <https://doi.org/10.1016/j.bjbas.2015.11.011>
16. Ramalho, M. J., Coelho, M. A. N., & Pereira, M. C. (2018). Nanocarriers for the delivery of temozolomide in the treatment of glioblastoma. In *Design and Development of New Nanocarriers* (pp. 687–722). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813627-0.00018-1>
17. Shah, H. S., Joshi, S. A., Haider, A., Kortz, U., Ur-Rehman, N., & Iqbal, J. (2015). Synthesis of chitosan-coated polyoxometalate nanoparticles against cancer and its metastasis. *RSC Advances*, 5(113), 93234–93242. <https://doi.org/10.1039/c5ra18489d>
18. Tewabe, A., Abate, A., Tamrie, M., Seyfu, A., & Siraj, E. A. (2021). Targeted drug delivery — from magic bullet to nanomedicine: Principles, challenges, and future perspectives. In *Journal of Multidisciplinary Healthcare* (Vol. 14, pp.

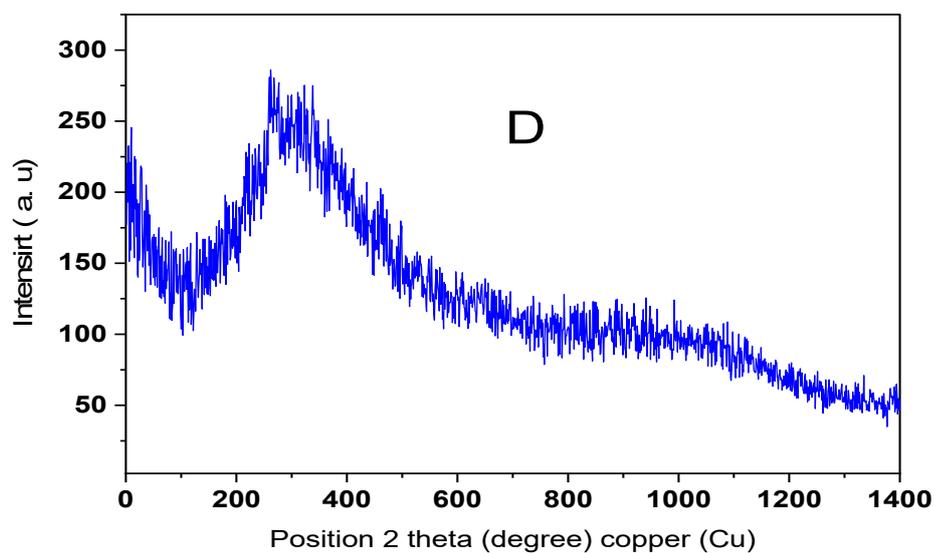
1711–1724). Dove Medical Press Ltd.  
<https://doi.org/10.2147/JMDH.S313968>

19. Wang, W., Meng, Q., Li, Q., Liu, J., Zhou, M., Jin, Z., & Zhao, K. (2020). Chitosan derivatives and their application in biomedicine. In *International Journal of Molecular Sciences* (Vol. 21, Issue 2). MDPI AG.  
<https://doi.org/10.3390/ijms21020487>
20. Wang, X., Wei, S., Zhao, C., Li, X., Jin, J., Shi, X., Su, Z., Li, J., & Wang, J. (2022). Promising application of polyoxometalates in the treatment of cancer, infectious diseases and Alzheimer's disease. In *Journal of Biological Inorganic Chemistry* (Vol. 27, Issues 4–5, pp. 405–419). Springer Science and Business Media Deutschland GmbH.
21. Zhang, Y., Liu, J., Li, S. L., Su, Z. M., & Lan, Y. Q. (2019). Polyoxometalate-based materials for sustainable and clean energy conversion and storage. In *EnergyChem* (Vol. 1, Issue 3). Elsevier B.V.  
<https://doi.org/10.1016/j.enchem.2019.100021>

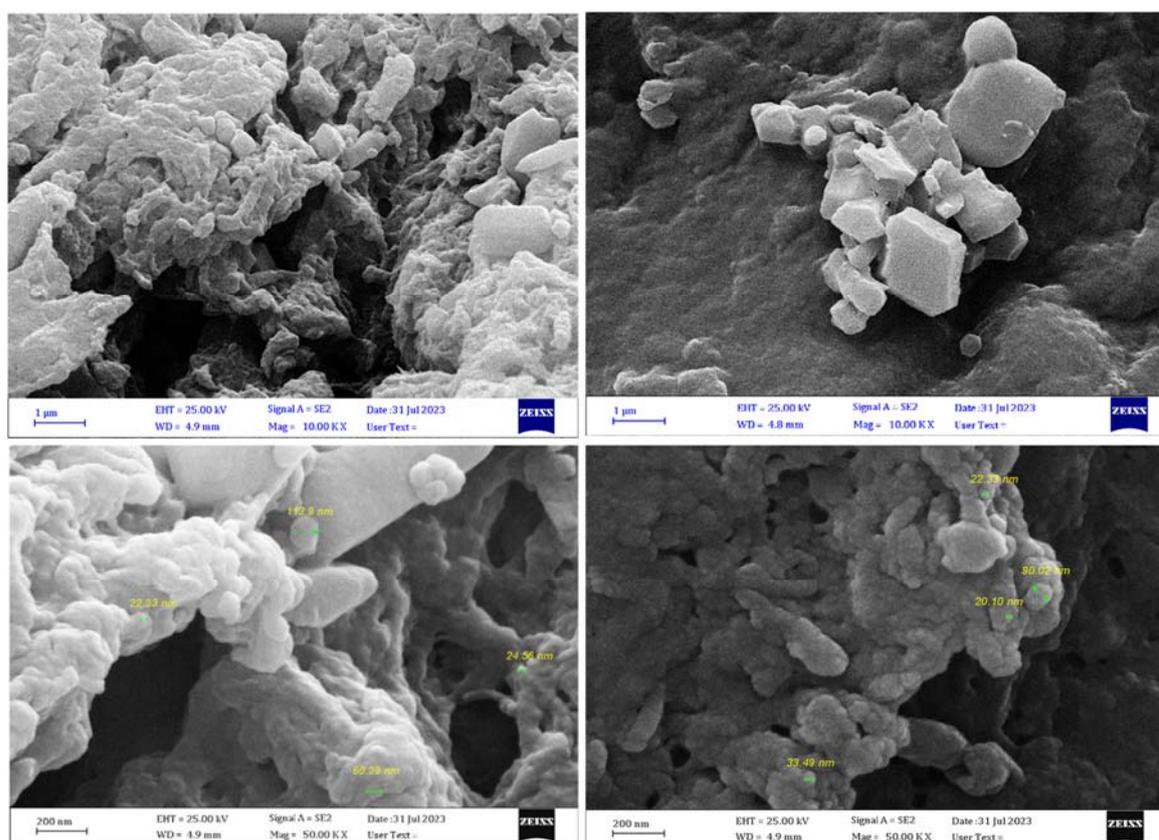


**Figure 2.** FTIR spectra of the POM-Chitosan nanocomposite loaded with TMZ (blue), POM Lindqvist-type (red), and TMZ (black).

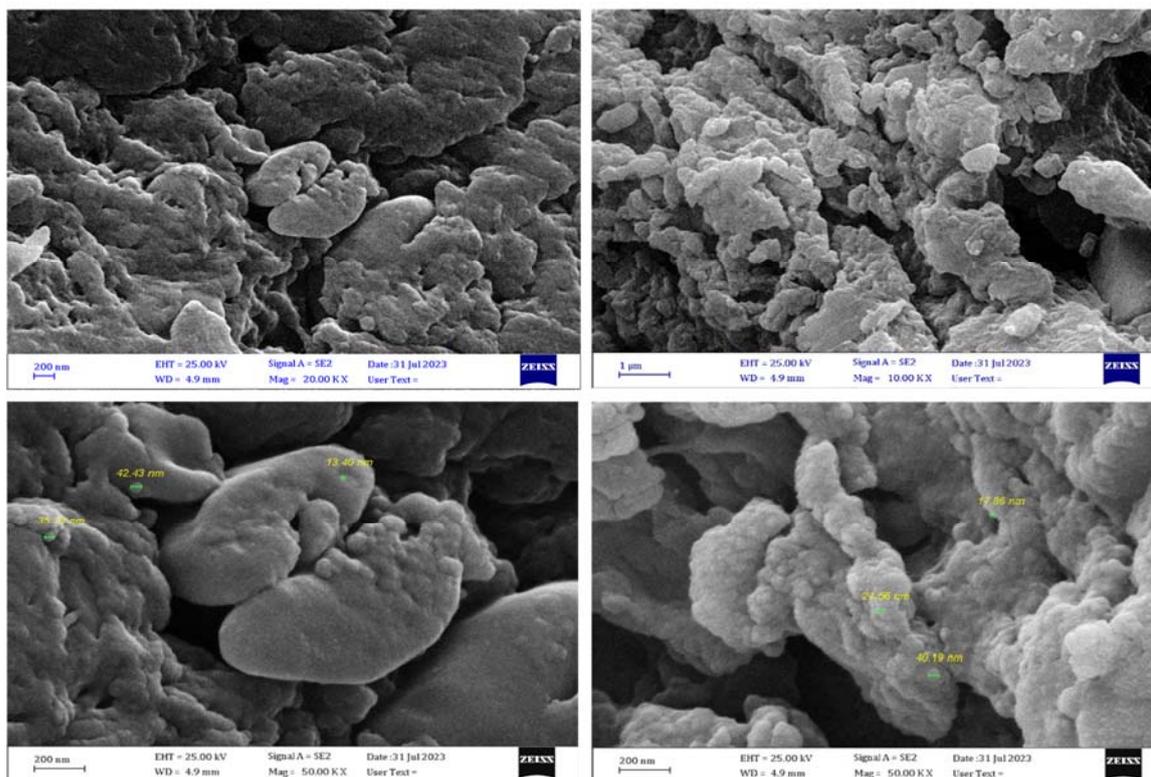




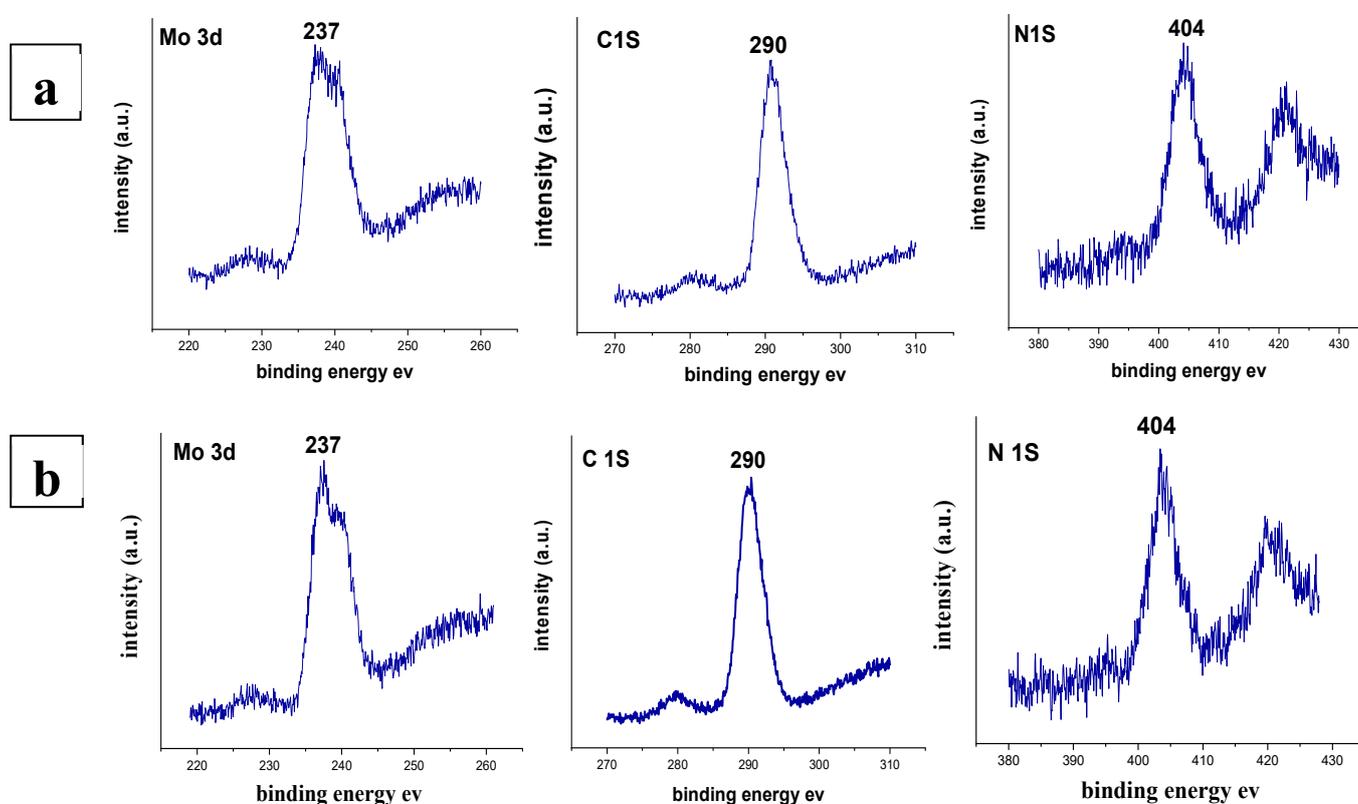
**Figure 3.** : XRD patterns of (A) POM hexamolybedate; (B) chitosan ; (C) the as-prepared nanostructure prior to loading with TMZ; and (D) the as-prepared nanostructure after loading with TMZ.



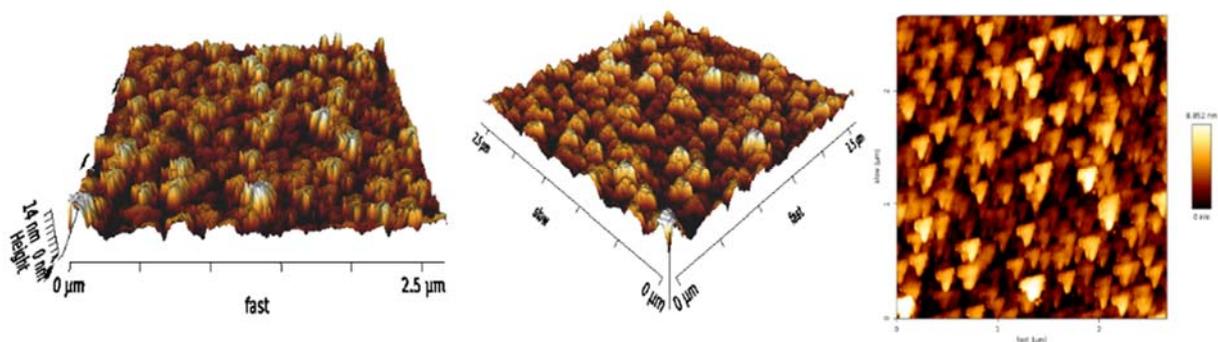
**Figure 4.** SEM images of the as-prepared nanostructures prior to loading with TMZ.



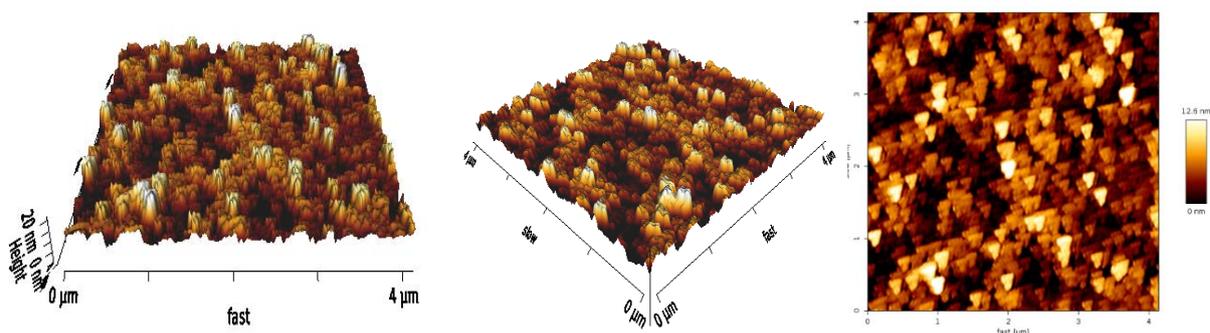
**Figure 5.** SEM images of the as-prepared nanostructures after loading with TMZ.



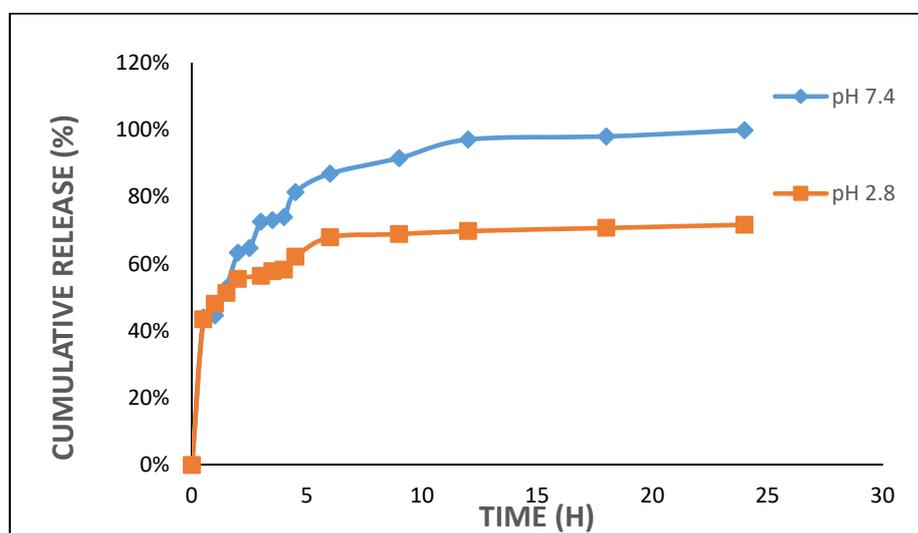
**Figure 6.** : X-Ray photoelectron spectra of: (a) the as-prepared POM-Chitosan nanostructure prior to loading with TMZ; and (b) the as-prepared POM-Chitosan nanostructure after loading with TMZ.



**Figure 7.** AFM images of the as-prepared nanostructures prior to loading with TMZ



**Figure 8.** AFM images of the as-prepared nanostructures after loading with TMZ.



**Figure 9.** Release behavior of TMZ loaded onto nanostructures at pH 7.4 (blue) and pH 2.8 (orange).

**Table 1.** *Chromatographic conditions*

<b>Column</b>	<b>C18</b>
<b>Mobile phase</b>	Acetonitrile 60:40 Water HPLC
<b>Detector (Wavelength)</b>	328 nm
<b>Flow rate</b>	1.0
<b>Column temperature</b>	37°C
<b>Injection volume</b>	20 µL
<b>Run time</b>	10 min

## UM SISTEMA AUTOMATIZADO DE MONITORAMENTO E IRRIGAÇÃO DE CULTURAS COM ANÁLISE PREDITIVA

## AN AUTOMATED CROP MONITORING AND IRRIGATION SYSTEM WITH PREDICTIVE ANALYSIS

**Sangeeta Borkakoty**

*University of Science & Technology Meghalaya, Department of Computer Science, India*

**Dr. Atowar ul Islam \***

*University of Science & Technology Meghalaya, Department of Computer Science, India*

**Devaj Neogi**

*University of Science & Technology Meghalaya, Department of Computer Science, India*

**Nilotpai Deka**

*University of Science & Technology Meghalaya, Department of Computer Science, India*

*\* Corresponding author*

*e-mail: atowar91626@gmail.com*

Received on December 10, 2023; received as revised form June 01, 2024; accepted June 12, 2024.

### RESUMO

**Introdução:** O aumento da população global e a diminuição das terras agrícolas desafiam o abastecimento de alimentos, agravado pela degradação da terra e escassez de água. A agricultura de precisão, usando soluções de IoT, oferece uma promessa para abordar essas questões, aumentando a produtividade, a lucratividade e a sustentabilidade ambiental. O artigo propõe um sistema automatizado de monitoramento e irrigação baseado em IoT com análise preditiva como uma solução. **Objetivos:** Desenvolver um modelo de irrigação baseado em IoT com computação em nuvem, um aplicativo móvel para monitoramento remoto e controle de irrigação, e um método de análise preditiva para previsão das condições climáticas. **Métodos:** Sensores IoT conectados a um Node MCU monitoram em tempo real a temperatura, umidade e umidade do solo. Uma bomba de água ajusta a irrigação de acordo. Os dados são enviados para o ThingSpeak para visualização e para o Firebase para armazenamento, acessíveis por meio de um aplicativo móvel. A análise preditiva combina dados de sensores e dados históricos do clima usando o algoritmo Random Forest para otimizar a irrigação. Isso determina a frequência, duração e tempo ideais de irrigação com base nos níveis previstos de temperatura e umidade do solo, garantindo a umidade ideal do solo para o crescimento das plantas. **Resultados:** O sistema exibiu resultados encorajadores. Aproveitando IoT, computação em nuvem e análise preditiva, ele mostrou potencial transformador. Oferecendo monitoramento preciso da umidade do solo, acesso instantâneo a dados e conselhos personalizados, o sistema pode elevar o gerenciamento de culturas, agilizar o consumo de água e aumentar a produtividade entre os agricultores indianos. **Discussão:** O sistema automatizado de monitoramento e irrigação de culturas tem potencial transformador na agricultura. Alguns escopos e aprimoramentos futuros podem incluir a ampliação da compatibilidade de culturas, integração de dados de satélite, aprimoramento do monitoramento de pragas, melhoria da conectividade, enriquecimento do aplicativo móvel, expansão por meio de parcerias e refinamento dos modelos preditivos. **Conclusões:** O sistema de monitoramento de culturas baseado em IoT revoluciona a agricultura indiana, otimizando a irrigação e integrando previsões climáticas. Com aprimoramentos de aplicativos móveis e melhorias futuras, ele promete uma agricultura sustentável e o empoderamento dos agricultores.

**Palavras-chave:** *Internet das Coisas, sensores IOT, random forest, aprendizado de máquina, análise preditiva.*

### ABSTRACT

**Background:** The rising global population and decreasing agricultural land challenge the food supply, worsened by land degradation and water scarcity. Using IoT solutions, precision farming offers promise for addressing these issues by enhancing productivity, profitability, and environmental sustainability. The paper proposes an IoT-based automated monitoring and irrigation system with predictive analysis as a solution. **Aims:** To develop an IoT-based

irrigation model with cloud computing, a mobile app for remote monitoring and irrigation control, and a predictive analysis method for forecasting weather conditions. **Methods:** IoT sensors are connected to a node MCU, and they monitor real-time temperature, humidity, and soil moisture. A water pump adjusts irrigation accordingly. Data is sent to ThingSpeak for visualization and Firebase for storage and is accessible via a mobile app. Predictive analysis combines sensor and historical weather data using the Random Forest algorithm to optimize irrigation. This determines the ideal irrigation frequency, duration, and timing based on predicted temperature and soil moisture levels, ensuring optimal soil moisture for plant growth. **Results:** The system exhibited encouraging outcomes. It displayed transformative potential by harnessing IoT, cloud computing, and predictive analytics. Offering precise soil moisture monitoring, instant data access, and tailored advice, the system can elevate crop management, streamline water consumption, and boost productivity among Indian farmers. **Discussion:** The automated crop monitoring and irrigation system has transformative potential in farming. Some future scope and enhancements may include broadening crop compatibility, integrating satellite data, enhancing pest monitoring, improving connectivity, enriching the mobile app, scaling up through partnerships, and refining the predictive models. **Conclusions:** The IoT-driven crop monitoring system revolutionizes Indian agriculture by optimizing irrigation and integrating weather forecasts. With mobile app enhancements and future improvements, it promises sustainable farming and empowerment for farmers.

**Keywords:** *Internet of Things, IOT sensors, random forest, machine learning, predictive analysis.*

## 1. INTRODUCTION:

The world population is growing exponentially. The Food and Agriculture Organization predicts that food and feed production will need to increase by 70% by 2050 to meet global demand ("The state of the world's land and water resources for food and agriculture," n.d.). However, agricultural land is shrinking, and natural resources are being depleted, creating a critical need to improve agricultural productivity (Kumar et al., 2008). The application of IoT (Internet of Things) solutions in agriculture, known as precision farming, can help bridge the gap between supply and demand, ensuring high productivity, profitability, and environmental protection (Verdouw et al., 2016). The adoption of IoT devices in agriculture is expected to reach 75 million by 2020, with the global smart agriculture market tripling by 2025 (Adesta et al., 2017).

IoT technology enables farmers to reduce waste, improve yields, and make efficient use of resources such as water and electricity. Smart farming solutions use sensors to monitor crop fields, providing data on humidity, soil moisture, light, temperature, and crop health. Farmers can remotely monitor the field status and take necessary actions based on the data, such as initiating smart irrigation when soil moisture drops. These IoT solutions provide better control over livestock raising and growing processes, making them more predictable and efficient.

The challenges facing agricultural growth include population growth, limited arable land, access to water, and changing dietary patterns. Rapid population growth, uneven land distribution, and land degradation hinder efforts to increase

food production and meet basic needs. Rising incomes and dietary changes increase global food demand, necessitating increased agricultural output. However, factors such as climate change, underinvestment, and urbanization pose challenges to agricultural production.

Total factor productivity (TFP) (Le Mouél & Forslund, 2017) measures agricultural productivity that considers inputs such as land, labor, fertilizer, and machinery. Improving TFP through advanced technology, improved seed varieties, mechanization, and efficient resource use is crucial to sustainably meeting the needs of a growing population. However, TFP growth is not keeping pace with targets, and low-income countries rely on changing land use, which leads to deforestation and land degradation.

The world has lost a third of arable land in the past 40 years due to erosion and pollution (Quinton & Fiener, 2024). Continuous tillage, heavy fertilizer use, and deforestation (Lawrence & Vandecar, 2015) have degraded soils and affected their ability to store water. Soil erosion is occurring at a rate much faster than soil formation, posing a threat to agricultural productivity (Wu et al., 2018). As populations increase, per-capita farmland is decreasing, exacerbating the challenge of meeting food demand.

Water scarcity is another significant concern for agriculture (Seckler et al., 1999). Irrigated agriculture is more productive than rain-fed agriculture, but competition for water resources is increasing due to population growth, urbanization, and climate change. Agriculture currently accounts for around 70% of global freshwater withdrawals, and reallocating water from agriculture to other sectors may be necessary in water-stressed regions (Giovannucci et al., 2012).

Several works have been done in this regard. A few prominent and recent works include:

Na et al. (2016) employ antimony electrodes for pH measurement. The inverse relationship between soil resistance and soil moisture is utilized for estimating soil moisture content, with corresponding circuitry developed accordingly. Soil temperature is determined using the DS18B20 sensor, which operates on the Dallas one-wire protocol. This system is integrated with Bluetooth technology to facilitate data transfer to a nearby mobile phone.

Ananthi et al. (2017) tested soil using various sensors, including pH, temperature, and humidity sensors. Based on the results, farmers can select and cultivate crops that are most suitable for their soil conditions.

Boobalan et al. (2018) propose a system that incorporates a Raspberry Pi, various sensors, a Pi camera, and a motor driver. The Pi camera captures video and transmits it to the cloud via the Raspberry Pi.

Raut et al. (2018) describe an automatic irrigation system that also measures the levels of the three major macronutrients—nitrogen (N), phosphorus (P), and potassium (K)—in the soil, thereby saving farmers time, money, and energy.

Bhatnagar and Chandra (2020) propose a soil health monitoring system that enables farmers to monitor soil moisture, soil temperature, and soil pH using an Android smartphone.

Sarma et al. (2023) suggest an IoT-based agriculture environment and security monitoring system to address challenges in the agricultural sector, including water constraints, soil degradation, and climate change.

### 1.1 Aim of the project

To address the challenges faced by the agriculture sector, there is a need to accelerate productivity growth in agriculture through technological advancements, sustainable land management practices, and efficient resource use. Improving TFP, reducing soil erosion, and implementing water management strategies are essential for meeting future food demand and ensuring food security. Farmers can optimize resource use, improve yields, and contribute to a sustainable agricultural future by adopting IoT solutions and precision farming techniques.

Integrating sustainable sensors, cloud-based data analytics, weather predictions, and emerging technologies like the Internet of Things (IoT), Cloud Computing, Big Data, and Predictive

Analysis holds immense potential in effectively addressing the problem at hand. Moreover, by incorporating a mobile app into the system, the real-time status of the field becomes easily accessible, allowing for remote control of the irrigation system.

Continuous real-time monitoring of the field throughout the year is made possible by deploying sustainable sensors. These sensors collect crucial data on environmental factors such as temperature, humidity, soil moisture, and sunlight exposure. Leveraging the power of the IoT, these sensors are seamlessly connected, enabling the transmission of real-time data for analysis.

The collected data can be efficiently processed and analyzed using cloud-based infrastructure and data analytics tools. Cloud Computing provides scalability and computational resources for handling large datasets, while advanced analytics techniques, including machine learning, enable the extraction of valuable insights.

Considering weather predictions in the analysis adds another layer of understanding to the field conditions. Predictive Analysis methods help anticipate future trends and potential risks, enabling proactive decision-making.

To enhance accessibility and control, connecting the system to a mobile app is highly beneficial. This integration allows users to access the real-time status of the field remotely. Additionally, it enables convenient control of the irrigation system through the app, empowering users to make adjustments based on the collected data and analysis.

By combining these technologies and functionalities, the system becomes a comprehensive solution. It offers real-time monitoring and analysis and empowers users with remote control capabilities, ultimately leading to more efficient resource management, optimized irrigation practices, and improved agricultural outcomes.

## 2. MATERIALS AND METHODS:

Our automated crop monitoring and irrigation system is a sophisticated solution designed to optimize agricultural practices and maximize crop yields. This comprehensive system comprises various components and technologies, each crucial in ensuring efficient and effective irrigation management.

## 2.1. Materials

Figure 1 shows the block diagram of the system.

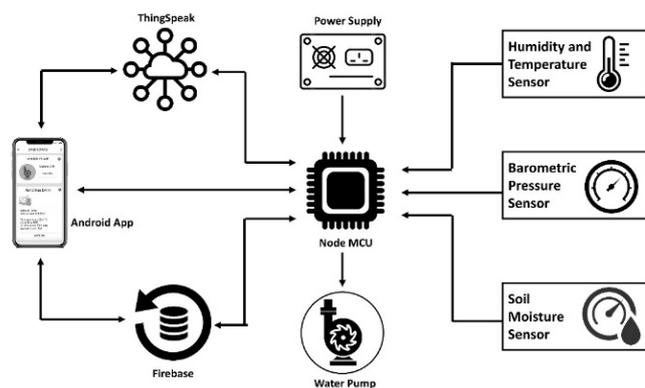


Figure 1. Block Diagram of the System.

The following are the components of our system:

- **Node MCU:** At the core of our system lies the Node MCU (Dutta & Khurana, 2021). NodeMCU stands for Node Microcontroller Unit. It is a powerful microcontroller based on the ESP8266 WiFi module (Mesquita et al., 2019). This compact and versatile device serves as the central control unit, responsible for gathering data from various sensors, processing it, and communicating with the cloud and mobile app.
- **Soil moisture sensor:** To monitor soil moisture levels, we employ a high-precision soil moisture sensor FC-28 (Bhadani & Vashisht, 2019). This sensor measures the moisture content in the soil, providing valuable insights into the watering needs of the crops. By regularly collecting and analyzing this data, farmers can ensure optimal irrigation levels and prevent under or overwatering.
- **Humidity and temperature sensor:** In addition to monitoring soil moisture, our system also tracks humidity levels in the farm environment. DHT11 humidity and temperature sensor (Gay & Gay, 2018) is deployed to measure the amount of moisture present in the air. This data helps farmers understand the atmospheric conditions and make informed decisions regarding irrigation scheduling.
- **Barometric Sensor:** To gauge atmospheric pressure, which can impact crop growth and water requirements, a BMP280 barometric sensor (Kusuma et al., 2023) is integrated into our system. Farmers can anticipate weather patterns

by monitoring atmospheric pressure changes and adjust their irrigation plans accordingly. This information proves invaluable in ensuring that crops receive the appropriate amount of water at the right time.

- **ThingSpeak:** To facilitate data management and analytics, our system incorporates ThingSpeak (Nakhuva & Champaneria, 2015), an open-source Internet of Things (IoT) platform. This cloud-based platform receives and stores the data collected by the sensors, allowing for real-time monitoring and analysis. ThingSpeak also offers visualization tools that enable users to track historical data trends, helping farmers identify patterns and make data-driven decisions.
- **Firestore:** To enhance the functionality and scalability of our system, we integrate Firestore (Moroney & Moroney, 2017), a popular mobile and web application development platform. Firestore serves as a real-time database, enabling seamless synchronization of data across multiple devices and providing instant updates to users. By leveraging Firestore's capabilities, our system ensures that users have access to the latest information regarding their crops and irrigation processes.
- **Android Mobile Application:** To provide users with a user-friendly interface and seamless control over the system, we have developed an Android mobile application. This intuitive and feature-rich app empowers farmers to monitor real-time data, visualize historical trends, access crop yield predictions, and control the water pump. With just a few taps on their mobile devices, farmers can remotely start or stop the water pump, ensuring the irrigation process aligns with the specific needs of their crops.
- **Water pump:** The pump itself is a vital system component. It is responsible for delivering water to the field based on the data collected from the soil moisture sensor. Integrating the water pump into our automated system eliminates the need for manual irrigation management and reduces the risk of human error. This automated approach guarantees consistent and optimized watering, promoting healthy crop growth and

minimizing water waste.

Figure 2 shows the working of the prototype of our system.

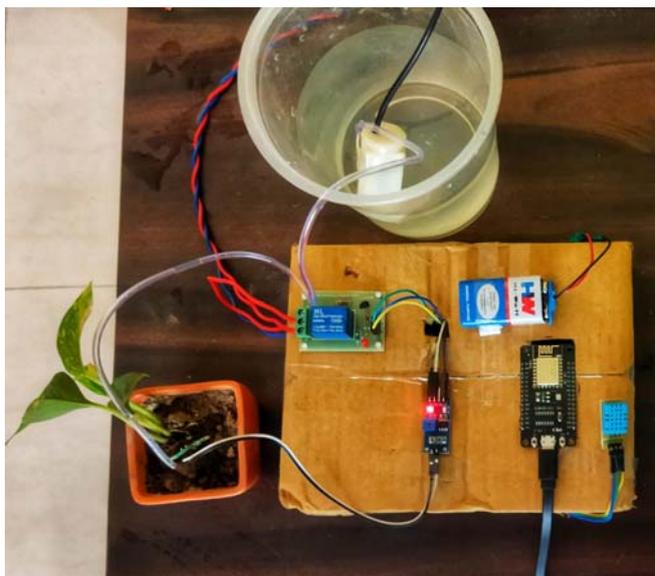


Figure 2: Prototype of the system

## 2.2. Methods

The workflow begins with data collection from soil moisture, humidity, and pressure sensors, followed by data processing and transmission to cloud platforms such as ThingSpeak and Firebase. Through an intuitive mobile app, farmers can access real-time data, control the water pump remotely, and gain valuable insights into crop conditions. With optimization and decision-making capabilities, this system enhances sustainable agriculture practices, helping farmers make informed choices and achieve maximum crop productivity:

### 2.2.1. Data Collection

The system utilizes various sensors, including a soil moisture sensor, humidity sensor, and barometric pressure sensor, to collect data related to soil moisture, atmospheric humidity, and atmospheric pressure. These sensors are connected to the Node MCU, which acts as the central control unit of the system.

The FC-28 soil moisture sensor is connected to the analog pin A0 of the NodeMCU. The DHT11 humidity and temperature sensor is connected to digital pin D2.

To initialize the I2C (Inter-Integrated Circuit) communication interface on the NodeMCU microcontroller, pin 4 is used for SDA and pin 5 is used for SCL. I2C is a popular communication protocol used to connect multiple peripheral devices with a microcontroller or a

microprocessor. It allows multiple devices to communicate using only two wires: SDA (Serial Data Line) and SCL (Serial Clock Line). This allows the NodeMCU to communicate with I2C-compatible devices such as the BMP280 sensor.

Lastly, the power source is connected to the NodeMCU and the water pump is connected to the digital pin D1.

The MicroPython firmware version 1.22.2 (Tollervy, 2017; Gaspar et al., 2020) is flashed to the NodeMCU board. MicroPython is a lean and efficient Python 3 programming language implementation optimized to run on microcontrollers and embedded systems.

The following Python modules ("MicroPython libraries — MicroPython latest documentation," n.d.). are used to gain access to the necessary functions and classes to control the microcontroller's pins, communicate with I2C (Inter-Integrated Circuit) devices, perform serial communication, read analog values, work with time-related operations, and interface.

- **machine.Pin:** This module provides an interface to control the pins of the microcontroller. It allows you to configure pins as inputs or outputs, set their state, and read their values. It is commonly used for interacting with sensors, actuators, and other hardware peripherals connected to the microcontroller.
- **machine.I2C:** The I2C (Inter-Integrated Circuit) module enables communication with devices that support the I2C protocol. It allows data to be sent and received over the I2C bus, which is a popular communication interface for sensors, displays, and other devices.
- **machine.UART:** The UART (Universal Asynchronous Receiver-Transmitter) module provides access to the serial communication interface on the microcontroller. It allows data to be sent and received over serial connections, such as with a computer or other devices.
- **machine.ADC:** The ADC (Analog-to-Digital Converter) module provides access to the analog-to-digital converter on the microcontroller. It allows to read analog voltages from sensors or other analog sources.
- **time:** The time module provides functions to work with time-related operations, such as adding delays, measuring time intervals, and getting the current time.

- **bmp280:** This module provides a driver to interact with the BMP280 barometric pressure and temperature sensor. It allows data such as temperature and atmospheric pressure to be read from the sensor.
- **dht:** This module provides a driver to interact with DHT series humidity and temperature sensors, such as the DHT11 and DHT22. It allows data such as temperature and humidity to be read from the sensor.

### 2.2.2 Data Processing and Transmission

The Node MCU processes the data collected from the sensors, performing necessary calculations and formatting. The processed data is then transmitted to the cloud platform, ThingSpeak and Firebase for storage and further analysis.

#### 2.2.2.1 Data Upload to ThingSpeak

Firstly, we set up the credentials for ThingSpeak: our Channel ID and API Keys. We also define an interval of 30 seconds. We set up a loop to send the sensor data to our ThingSpeak channel every 30 minutes.

#### 2.2.2.2 Data Upload to Firebase

Firebase, a real-time database, is used to synchronize the data across multiple devices and provide instant updates to users.

To connect our device to Google Firebase we have used the Firebase Admin SDK (Yahiaoui, 2017). The Admin SDK allows to interact with Firebase services, including the Real-time Database and Firestore (Kesavan et al., 2023), a flexible, scalable, and server-less cloud database provided by Google as part of the Firebase platform.

### 2.2.3 Mobile Application

An Android mobile app is developed to provide a user-friendly interface for farmers to interact with the system. The mobile app allows farmers to monitor real-time data, visualize historical trends, and control the water pump remotely. Through the app, users can access the ThingSpeak visualizations and the Firebase Real-time Database to gain insights to the data.

The mobile application has been developed using AppGyver (Oteyo et al., 2021), a low-code WYSIWYG (What You See Is What You Get) app development platform that allows users to create web and mobile apps using a visual interface. It offers a range of pre-built components and supports integration with various APIs.

The app shows the status of the water pump (ON/OFF) along with an option to toggle the

status. It also displays the temperature, humidity, atmospheric pressure, and soil moisture levels in real time. Figure 3 shows the mobile application dashboard interface.

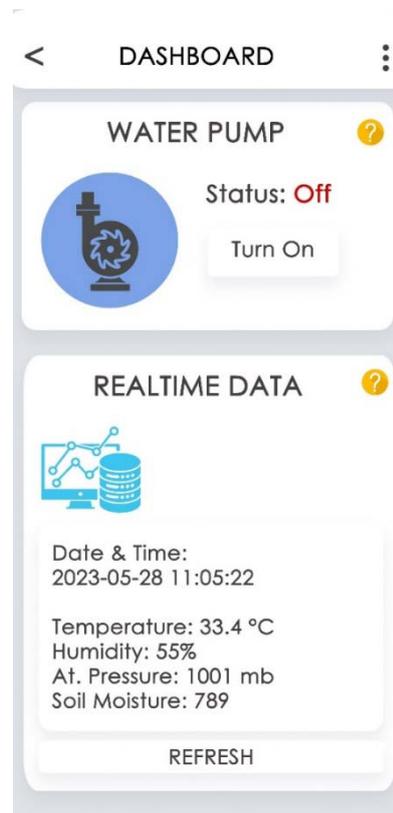


Figure 3: Mobile application dashboard interface

### 2.2.4 Irrigation Control

The water pump, a critical component of the system, is controlled based on the data collected from the soil moisture sensor. The system analyzes the soil moisture data to determine the optimal irrigation requirements. Farmers can remotely control the water pump through the mobile app via the Node MCU, selecting from options such as turning it on, or off.

For the coding part, we use relay module and MQTT. A relay module is an electrical switch that uses an electromagnet to control the flow of current to an external device or circuit. It acts as a digital switch that can be controlled by a microcontroller or a device like the NodeMCU. When energized, the relay closes the circuit, allowing current to flow through it and activating the connected device. When de-energized, the relay opens the circuit, interrupting the current flow and deactivating the connected device.

MQTT (Message Queuing Telemetry Transport) is a lightweight messaging protocol commonly used in IoT (Internet of Things) applications. It is designed to be efficient, simple to implement, and well-suited for constrained

devices with low bandwidth and limited processing capabilities.

### 2.2.5 Predictive Analysis and Crop Yield Prediction

Predictive analysis (Joshi et al., 2020) is a powerful methodology that utilizes historical data and statistical algorithms to forecast future outcomes or trends. In the context of agriculture and environmental management, predictive analysis plays a crucial role in optimizing decision-making processes. By analyzing historical trends, environmental conditions, and irrigation practices, the system can forecast the future yield of crops. These predictions assist farmers in making informed decisions regarding crop management and resource allocation.

To implement predictive analysis into the system, we have used the following steps:

Over a period of time, the data collected from the sensors is combined with historical weather obtained from a public weather database OpenWeather's API, One Call API version 3.0 ("OpenWeatherMap.org.," n.d.) to create a comprehensive dataset. The dataset has the following features as shown in Figure 4.

```
Column Names:
Index(['Date', 'Time', 'Temperature',
       'Humidity', 'Soil Moisture',
       'Wind Speed', 'Wind Direction',
       'Rainfall'],
      dtype='object')

Data Types:
Date          object
Time          object
Temperature   int64
Humidity      int64
Soil Moisture int64
Wind Speed    int64
Wind Direction object
Rainfall      float64
dtype: object
```

Figure 4: Feature of the dataset

The dataset is divided into two subsets: training and test sets. The training set (80% of the data) is used to train the model, while the test set (the remaining 20%) is kept aside to evaluate the model's performance.

The random forest (Breiman, 2001) algorithm as the machine learning model for prediction due to its ability to handle both regression tasks (predicting continuous variables) and classification tasks, as well as its robustness and feature importance analysis. In the random forest algorithm, multiple decision trees are trained independently and combined to make predictions.

The random forest model is trained using the training set. The model learns the relationship between the input features (such as Temperature, Humidity, etc.) and the target variables (Temperature and Soil Moisture).

The performance of the trained model is accessed using the test set. The Mean Squared Error (MSE) (Hodson et al., 2021) evaluation metric was used to gauge the accuracy of the model's temperature and soil moisture levels predictions.

The Mean Squared Error (MSE) is a common metric used to evaluate the performance of regression models, particularly in machine learning tasks. It measures the average of the squared differences between the predicted values and the actual values. Mathematically, the MSE is calculated shown in Equation 1:

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (y_i - \hat{y}_i)^2 \dots \dots \dots (1)$$

Where:

$n$  - number of samples or data points in the dataset.

$y_i$  - the actual value of the target variable for the  $i^{\text{th}}$  data point.

$\hat{y}_i$  - the predicted value of the target variable for the  $i^{\text{th}}$  data point.

The MSE computes the squared differences between each predicted value and its corresponding actual value, then averages these squared differences across all data points.

An algorithm is developed that takes the predicted temperature and soil moisture levels as inputs. These predictions determine the optimal irrigation frequency, duration, and timing to maintain the desired soil moisture level and support plant growth.

### 2.2.5 Source Codes

The implementation of the system involves two key components: real-time control of irrigation using the NodeMCU microcontroller, and predictive analysis. Here we provide the source code for both the components.

#### 2.2.5.1 Arduino Code

The following code connects the sensors to the Node MCU and periodically uploads the data to ThingSpeak and Firebase database. The code for this section is written in MicroPython version 1.22.2 using the Arduino IDE.

Firstly, the necessary libraries are imported.

```
import dht
import bmp280
import machine
import time
from umqtt.simple import MQTTClient
import urequests
import firebase_admin
from firebase_admin import credentials, db
```

The sensor connections are then set up with the NodeMCU. Analog pin A0 is used for reading soil moisture levels. Digital pin

```
# Setting up the sensor connections with NodeMCU

# assigned to the analog pin A0 for reading soil moisture levels
sensorpin1 = machine.A0

# assigned to digital pin 2 for the DHT11 temperature and humidity sensor
sensorpin2 = machine.Pin(2)

dht_sensor = dht.DHT11(sensorpin2)

# initializing I2C communication using pins 5 (SCL) and 4 (SDA)
i2c = machine.I2C(scl=machine.Pin(5), sda=machine.Pin(4))

# initializing the BMP280 sensor for atmospheric pressure readings
bmp = bmp280.BMP280(i2c=i2c)
```

After that, we define the functions to read data from the sensors.

```
# Defining the functions to read data from the sensors

def read_soil_moisture():
    # Reading the soil moisture sensor and converts the raw value to a percentage
    value = sensorpin1.read()
    moisture_percentage = (value / 1023) * 100
    return moisture_percentage

def read_temperature_humidity():
    # Reading temperature and humidity from DHT sensor
    dht_sensor.measure()
    temperature = dht_sensor.temperature()
    humidity = dht_sensor.humidity()
    return temperature, humidity

def read_atmospheric_pressure():
    # Reading atmospheric pressure from BMP280 sensor
    pressure = bmp.pressure
    return pressure
```

Functions are defined to print the read data.

```
# Printing the sensor readings
def print_sensor_data():
    timestamp = time.strftime('%Y-%m-%d %H:%M:%S')
    temperature, humidity = read_temperature_humidity()
    atmospheric_pressure = read_atmospheric_pressure()
    soil_moisture = read_soil_moisture()
    print("Timestamp:", timestamp)
    print("Temperature:", temperature, "°C")
    print("Humidity:", humidity, "%")
    print("Pressure:", atmospheric_pressure, "hPa")
    print("Soil Moisture:", soil_moisture, "%")
    print()
```

The pump is set up.

```
# Setting up the Pump
relay_pin = machine.Pin(5, machine.Pin.OUT)

def turn_on_pump():
    #Turning on the water pump
    relay_pin.value(0)
    print("Pump is ON")

def turn_off_pump():
    #Turning off the water pump
    relay_pin.value(1)
    print("Pump is OFF")
```

Post that step, the MQTT protocol is set up.

```
# MQTT setup
mqtt_broker = 'mqtt.thingspeak.com'
mqtt_port = 1883
mqtt_user = 'smartagriculture'
mqtt_password = 'SmaAg@321'
mqtt_topic = 'water_pump/control'

def mqtt_callback(topic, msg):
    message = msg.decode('utf-8')
    if message == 'ON':
        turn_on_pump()
    elif message == 'OFF':
        turn_off_pump()
    else:
        print("Invalid command.")

client = MQTTClient("nodemcu_client", mqtt_broker, mqtt_port, mqtt_user, mqtt_password)
client.set_callback(mqtt_callback)
client.connect()
client.subscribe(mqtt_topic)
```

Now, the ThingSpeak Channel is set up with the API Key.

```
# Setting up the credentials for
ThingSpeak: Channel and API
channel_id = "2179018"
write_api_key = "Y4VCD299459S30JQ"
read_api_key = "H800DIMY47WE2N3D"
interval = 5 * 60
# 5 minutes interval
```

Data is read from the sensors and sent to ThingSpeak every 5 minutes.

```
# Reading the data from the sensors
def read_sensor_data():
    moisture = read_soil_moisture()
    temperature, humidity =
    read_temperature_humidity()
    pressure = read_atmospheric_pressure()
    return moisture, temperature,
    humidity, pressure

# Defining a function to send data to
ThingSpeak
def send_data_to_thingspeak(timestamp,
moisture, temperature, humidity,
pressure):
    # Sending sensor data to ThingSpeak
    url =
    "https://api.thingspeak.com/update?api_key
    ={}".format(write_api_key)
    payload =
    "field1={:.2f}&field2={:.2f}&field3={:.2f}
    &field4={:.2f}&field5={:.2f}".format(
        timestamp, moisture, temperature,
        humidity, pressure
    )
    try:
        response = urequests.get(url,
        params=payload)
        response.close()
        print("ThingSpeak Update
        successful.")
    except Exception as e:
        print("ThingSpeak Update error:
        {e}")

# Setting up a loop to send the sensor
data to our ThingSpeak channel every 5
minutes
while True:
    timestamp = time.time()
    moisture, temperature, humidity,
    pressure = read_sensor_data()
    send_data_to_thingspeak(timestamp,
    moisture, temperature, humidity, pressure)
    time.sleep(interval)
```

Next, the Firebase Database is set up.

```
# Firebase setup
cred =
credentials.Certificate('path/to/smart-
agriculture-2e093.json')
firebase_admin.initialize_app(cred,
{'databaseURL': 'https://smart-
agriculture-2e093-default-
rtadb.firebaseio.com/'})
ref = db.reference('/')
```

Now, the weather data has been sent to Firebase.

```
# Sending the weather data to Firebase
database
def send_weather_data(moisture,
temperature, humidity, pressure):
    timestamp = int(time.time())
    data = {
        'Timestamp': timestamp,
        'Soil Moisture': moisture,
        'Temperature': temperature,
        'Humidity': humidity,
        'Pressure': pressure,
    }
    try:
        ref.push(data)
        print("Database Updated.")
    except Exception as e:
        print("Database Update error:
        {e}")
```

The main loop continuously reads sensor data, prints it, and sends it to the Firebase database at a predefined interval.

```
# Main loop
while True:
    try:
        print_sensor_data()

    send_weather_data(*read_sensor_data())
    except Exception as e:
        print("Error: {e}")
    time.sleep(interval)
```

### 2.2.5.2 Predictive Analysis Code

The code below predicts the temperature and soil moisture levels, and based on these inputs, the optimal irrigation frequency, duration, and timing are calculated to maintain the desired soil moisture level.

The coding has been done in Python 3.12.2 using Jupyter Notebook.

Firstly, the necessary libraries are imported.

```
import pandas as pd
from sklearn.model_selection import
train_test_split
from sklearn.ensemble import
RandomForestRegressor
from sklearn.metrics import
mean_squared_error
```

The dataset that has been formatted into a CSV (Comma Separated Values) file is now loaded.

```
# Loading the dataset
data = pd.read_csv('weather_data.csv')
```

The data is split into features and target variables.

```
# Splitting the data into features and
target variables
X = data[['Temperature', 'Humidity', 'Wind
Speed', 'Wind Direction', 'Rainfall']]
y_temperature = data['Temperature']
y_soil_moisture = data['Soil Moisture']
```

Then, the dataset is split into training and testing data. 80% of the data will be used for training and the remaining 20% for testing. The 'random\_state' parameter specifies the seed value for the random number generator. This seed is used to ensure that the data split is reproducible.

```
# Splitting data into training and testing
sets
X_train, X_test, y_temp_train,
y_temp_test, y_soil_train, y_soil_test =
train_test_split(X, y_temperature,
y_soil_moisture, test_size=0.2,
random_state=42)
```

The random forest model for temperature and soil moisture predictions.

Here, the 'n\_estimators' parameter specifies the number of decision trees to be used in the random forest. In this case, n\_estimators=100 means that the random forest will consist of 100 decision trees.

```
# Training the random forest model for
temperature prediction
rf_temp =
RandomForestRegressor(n_estimators=100,
random_state=42)
rf_temp.fit(X_train, y_temp_train)
```

```
# Training the random forest model for
soil moisture prediction
rf_soil =
RandomForestRegressor(n_estimators=100,
random_state=42)
rf_soil.fit(X_train, y_soil_train)
```

Temperature and soil moisture predictions are made using the trained models on the testing data.

```
# Making predictions
temp_predictions = rf_temp.predict(X_test)
soil_predictions = rf_soil.predict(X_test)
```

Mean squared error (RMSE) is calculated for both temperature and soil moisture predictions.

```
# Evaluating the models
temp_rmse =
mean_squared_error(y_temp_test,
temp_predictions, squared=False)
soil_rmse =
mean_squared_error(y_soil_test,
soil_predictions, squared=False)

print(f"Temperature RMSE: {temp_rmse}")
print(f"Soil Moisture RMSE: {soil_rmse}")
```

An algorithm is now created to adjust irrigation frequency and duration based on temperature and soil moisture predictions. It categorizes irrigation frequency and duration into "High/Low/Normal" and "Long/Short/Normal," respectively, based on the predictions.

```
# Algorithm for adjusting irrigation
frequency, duration, and timing
def adjust_irrigation(temp_prediction,
soil_moisture_prediction):
    if temp_prediction > 30:
        irrigation_frequency = "High"
    elif temp_prediction < 10:
        irrigation_frequency = "Low"
    else:
        irrigation_frequency = "Normal"

    if soil_moisture_prediction < 20:
        irrigation_duration = "Long"
    elif soil_moisture_prediction > 80:
        irrigation_duration = "Short"
    else:
        irrigation_duration = "Normal"

    return irrigation_frequency,
irrigation_duration
```

Lastly, the algorithm is tested by providing five test cases. For each test case, temperature and soil moisture predictions are used to recommend irrigation frequency and duration.

```

# Testing the algorithm
print("Testing:")
for i in range(5):
    temp_pred = temp_predictions[i]
    soil_pred = soil_predictions[i]
    irrigation_frequency,
    irrigation_duration =
    adjust_irrigation(temp_pred, soil_pred)
    print(f"Test {i+1}:")
    print(f" - Temperature Prediction:
    {temp_pred:.2f}°C")
    print(f" - Soil Moisture Prediction:
    {soil_pred:.2f}%")
    print(f" - Recommended Irrigation
    Frequency: {irrigation_frequency}")
    print(f" - Recommended Irrigation
    Duration: {irrigation_duration}")

```

### 3. RESULTS AND DISCUSSION:

#### 3.1. Results

In the context of Indian farming, the automated crop monitoring and irrigation system has shown promising results during the testing phase. By utilizing IoT technology, cloud computing, and predictive analytics, the system has the potential to revolutionize agriculture practices and significantly benefit Indian farmers. Let's explore how the system performed and its positive impact on crop monitoring and irrigation.

The experimental evaluation of the system was conducted in two distinct phases: Weather Monitoring and Irrigation Phase and the Predictive Analysis Phase.

##### 3.1.1 Weather Monitoring and Irrigation Phase

In the Weather Monitoring and Irrigation phase, the system demonstrated remarkable proficiency in acquiring real-time data and effectively controlling the water pump as depicted in Figure 5. The ThingSpeak content was updated correctly as shown in Figure 6. Across different settings, the system consistently provided accurate temperature, pressure, soil moisture, and humidity readings. The efficient water pump control mechanism ensured optimal irrigation management, enhancing crop health and productivity.

```

Timestamp: 2024-03-12 08:00:00
Temperature: 25 °C
Humidity: 60 %
Pressure: 1013.25 hPa
Soil Moisture: 42.73 %

```

```

ThingSpeak Update successful.
Database Updated.
Pump is OFF

```

```

Timestamp: 2024-03-12 08:05:00
Temperature: 25.1 °C
Humidity: 59.5 %
Pressure: 1013.2 hPa
Soil Moisture: 42.69 %

```

```

ThingSpeak Update successful.
Database Updated.
Pump is OFF

```

```

Timestamp: 2024-03-12 08:10:00
Temperature: 25.2 °C
Humidity: 59 %
Pressure: 1013.1 hPa
Soil Moisture: 42.66 %

```

```

ThingSpeak Update successful.
Database Updated.
Pump is OFF

```

Figure 5: Output of Arduino Code

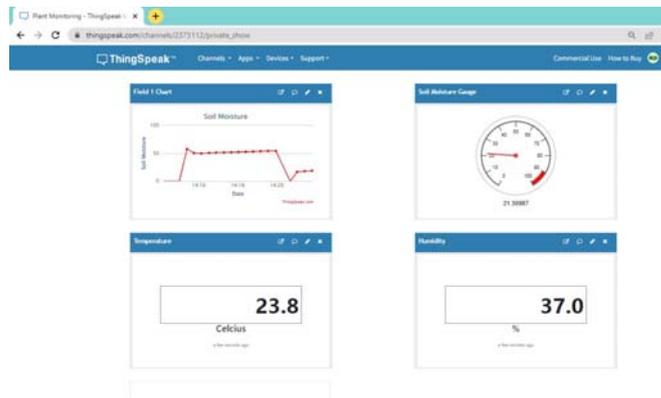


Figure 6: ThingSpeak Output

##### 3.1.2 Predictive Analysis Phase

###### 3.1.2.1 Testing Algorithm for Weather Prediction and Irrigation Recommendations

In the Predictive Analysis phase, the algorithm was first tested to check if the weather prediction and irrigation recommendations were working correctly. They were both found to be acceptable, as shown in Figure 7.

- Test 1:
- Temperature Prediction: 31.94°C
  - Soil Moisture Prediction: 68.31%
  - Recommended Irrigation Frequency: Normal
  - Recommended Irrigation Duration: Normal
- Test 2:
- Temperature Prediction: 31.20°C
  - Soil Moisture Prediction: 66.67%
  - Recommended Irrigation Frequency: Normal
  - Recommended Irrigation Duration: Normal
- Test 3:
- Temperature Prediction: 31.83°C
  - Soil Moisture Prediction: 66.35%
  - Recommended Irrigation Frequency: Normal
  - Recommended Irrigation Duration: Normal
- Test 4:
- Temperature Prediction: 31.15°C
  - Soil Moisture Prediction: 66.10%
  - Recommended Irrigation Frequency: Normal
  - Recommended Irrigation Duration: Normal
- Test 5:
- Temperature Prediction: 31.31°C
  - Soil Moisture Prediction: 66.03%
  - Recommended Irrigation Frequency: Normal
  - Recommended Irrigation Duration: Normal

Figure 7: Output of Predictive Algorithm

### 3.1.2.2 Performance Evaluation

After that, the system's performance was evaluated over a span of one week. Data acquired from the system's sensors was amalgamated with historical weather data sourced from OpenWeather's API during this period. This integration resulted in the creation of a comprehensive dataset. A dataset comprising 100 sets of temperature and soil moisture values, synchronized at identical timestamps was utilized for actual and predicted values. The system's predictive capabilities were assessed, revealing minimal deviation between the predicted and actual temperature and soil moisture levels, as shown in Figures 8(a) and 8(b).

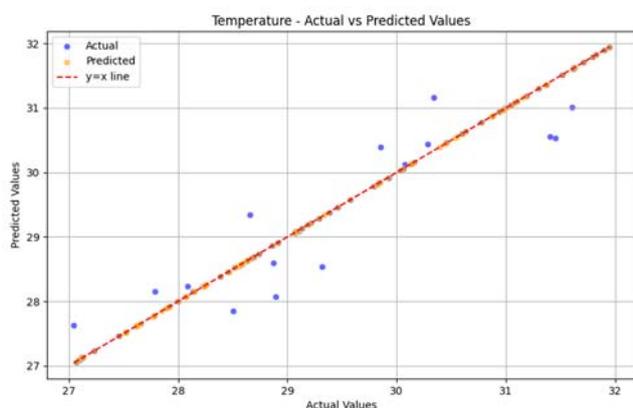


Figure 8(a): Temperature Predictions v/s Actual Data

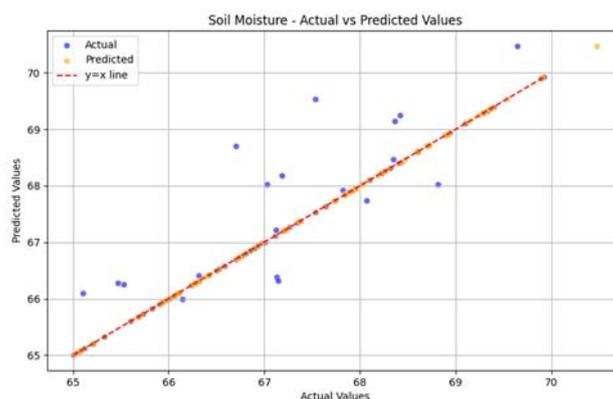


Figure 8(b): Soil Moisture Predictions v/s Actual Data

### 3.1.2.3 Statistical Analysis of the Results

Statistical analysis of the results involves examining various measures such as mean values, standard deviations, and confidence intervals to gain insights into the data's characteristics and the reliability of the predictions. Here's how each of these statistical measures contributes to the analysis.

#### Mean Values

The mean value represents the average of a dataset and provides a central tendency measure. Calculating the mean values of actual and predicted data helps understand the typical values observed for temperature and soil moisture levels. Comparing the mean values of actual and predicted data can indicate if the prediction model tends to overestimate or underestimate the variables.

The mean values for the temperature and soil moisture predictions as compared to the means of the actual values, are given in Table 1.

	Temperature	Soil Moisture
Actual	29.33097	67.23058
Predicted	29.31658	67.31588

Table 1: Mean values

#### Standard Deviation

Standard Deviations: Standard deviation quantifies the spread or dispersion of data points around the mean. A low standard deviation indicates that the data points are close to the mean, while a high standard deviation suggests greater variability. Analyzing the standard deviations of actual and predicted data helps assess the consistency and reliability of the predictions. Lower standard deviations imply more accurate and consistent predictions, while higher

deviations may indicate greater uncertainty.

The standard deviations for the temperature and soil moisture predictions, as compared to of the actual values, are given in Table 2.

	Temperature	Soil Moisture
Actual	1.453039693	1.311055
Predicted	1.436644586	1.349004

Table 2: Standard deviation

### Confidence Intervals

Confidence intervals provide a range of values within which the true population parameter is likely to lie with a certain level of confidence. Calculating confidence intervals for predicted values allows us to estimate the range within which the true values are expected to fall. A narrower confidence interval indicates higher precision and confidence in the predictions, while a wider interval suggests greater uncertainty. Analyzing the overlap or disparity between confidence intervals of actual and predicted data provides insights into the accuracy and reliability of the prediction model. We will consider the mean difference and standard error for the two sets of actual and predicted values of temperature and soil moisture predictions.

The mean difference is a measure that quantifies the average disparity or discrepancy between two sets of values. It is calculated by finding the arithmetic mean of the differences between corresponding values in the two datasets.

The standard error measures the variability or uncertainty associated with an estimate or statistic, such as the mean difference. It represents the standard deviation of a statistic's sampling distribution, indicating how much the sample statistic tends to vary from the true population parameter on average. A smaller standard error suggests that the sample statistic is more likely to be close to the population parameter, while a larger standard error indicates greater uncertainty or variability in the estimate.

The confidence intervals are depicted in Figure 9.

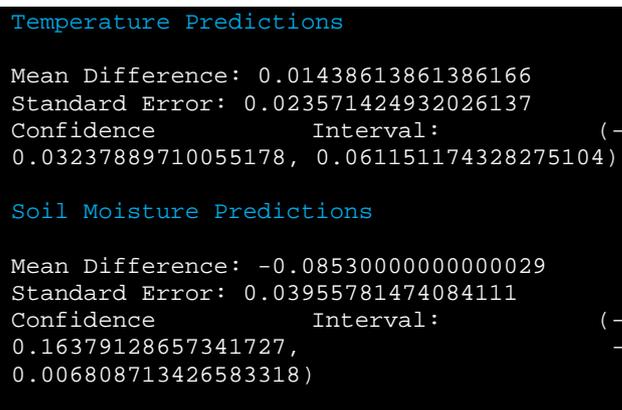


Figure 9. Confidence Intervals.

## 3.2. Discussion

The automated crop monitoring and irrigation system demonstrated promising results during the testing phase in the Indian farming scenario. By leveraging IoT technology, cloud computing, and predictive analytics, the system showcased its potential to revolutionize agricultural practices. With accurate monitoring of soil moisture, real-time access to data, and personalized recommendations, the system has the power to enhance crop management, optimize water usage, and improve overall productivity for Indian farmers. As the system moves from testing to implementation, its benefits have the potential to transform the agricultural landscape in India, empowering farmers and promoting sustainable farming practices.

### 3.2.1 Analysis of the results

The results indicate that the predictive model performs well in estimating the target variable, with predicted values closely resembling the actual observations. The consistency in predictions and the lack of statistically significant differences between actual and predicted values further support the model's accuracy and reliability.

- The negligible difference between the means suggests that the predictive model is performing reasonably well in capturing the central tendency of the data.
- The predictive model demonstrates consistency in its predictions, as can be seen from the lower standard deviation of the predicted values.
- The calculation of confidence intervals show that while there is a slight discrepancy between the actual and predicted values, the difference is relatively small and not statistically significant based on the confidence

interval. Therefore, the predictive model appears to provide reasonably accurate estimates, with the predicted values closely aligning with the actual observations.

### 3.2.2 Areas of improvement

While the system has achieved positive results during the testing phase, there are several areas of future scope and potential improvements that can further enhance its effectiveness and address specific challenges faced by Indian farmers.

1. One area of future scope lies in expanding the system's compatibility with different types of crops and farming practices. The system has been primarily tested with staple crops such as rice and wheat. To cater to the diverse agricultural landscape of India, it is crucial to include a wider range of crops, including fruits, vegetables, and cash crops. This expansion would require the development of crop-specific models and algorithms to provide accurate recommendations and predictions tailored to the specific needs of each crop.
2. Another aspect that can be further explored is the integration of satellite imagery and remote sensing technologies into the system. By incorporating satellite data, farmers can gain valuable insights into larger factors influencing crop growth, such as land cover, vegetation indices, and temperature gradients. This integration would enable farmers to monitor crop conditions on a regional or even national scale, helping them make informed decisions about resource allocation and crop planning.
3. Additionally, the system can benefit from the inclusion of pest and disease monitoring capabilities. Indian farmers face significant challenges in pest management, and early detection is crucial to minimize crop losses. The system can provide real-time alerts and recommendations for effective pest control measures by incorporating pest and disease monitoring sensors or leveraging image recognition technologies. This integration would empower farmers to take proactive measures and minimize the impact of pests on their crops.
4. To enhance the system's effectiveness, addressing connectivity issues and ensuring reliable data transmission in remote and rural areas is essential. In India, where internet connectivity can be inconsistent, efforts should be made to develop offline functionalities for the mobile app. This would enable farmers to access crucial data and control features even in areas with limited or no internet connectivity. Additionally, exploring alternative communication technologies, such as low-power wide-area networks (LPWANs) (Chaudhari et al., 2020), can improve data transmission reliability in rural settings.
5. The system's mobile app can be further enriched with additional features and functionalities to meet the diverse needs of Indian farmers. For instance, incorporating market prices and trends can help farmers make informed decisions about crop marketing and improve their profitability. Providing access to relevant agricultural resources, such as best practices, training materials, and weather advisories, can empower farmers with knowledge and support their decision-making processes.
6. In terms of scalability, the system can explore partnerships with government agencies and agricultural cooperatives to reach a larger number of farmers. Collaborating with existing agricultural extension services can facilitate the adoption of the system among farmers and ensure effective dissemination of information and support.
7. Moreover, continuous research and development efforts are necessary to refine the predictive models and algorithms used in the system. By incorporating machine learning and artificial intelligence techniques, the system can continually improve its accuracy in predicting crop yields, identifying optimal irrigation schedules, and providing personalized recommendations. This would require ongoing data collection, analysis, and refinement of the models to adapt to changing climatic conditions, crop varieties, and farming practices.

### 3.2.3 Broader implications and practical applications

The findings from the research have several broader implications and practical

applications in agriculture.

1. **Optimized Resource Allocation:** Accurate crop yield predictions enable farmers and agricultural practitioners to allocate resources such as water, fertilizers, and pesticides more efficiently. Farmers can adjust input quantities to match the anticipated demand by knowing the expected yield in advance, reducing waste and minimizing costs.
2. **Risk Management:** Reliable crop yield predictions help farmers mitigate risks associated with uncertain weather conditions, market fluctuations, and environmental factors. Farmers can make informed decisions regarding crop selection, planting schedules, and risk management strategies by having a clearer understanding of potential yield outcomes.
3. **Financial Planning and Decision Making:** Crop yield predictions provide valuable insights for financial planning and decision-making processes. Farmers can use yield forecasts to estimate future revenues, negotiate contracts with buyers or suppliers, and secure financing for agricultural operations. This information is essential for budgeting, investment planning, and long-term sustainability.
4. **Research and Innovation:** Findings from such research can contribute to ongoing research and innovation in agricultural science, data analytics, and technology development. Continuous refinement of predictive models, integration of new data sources, and advancements in machine learning and artificial intelligence empower stakeholders to make more accurate and timely predictions, driving improvements in crop productivity, resilience, and sustainability.

#### 4. CONCLUSIONS:

The automated crop monitoring and irrigation system, powered by IoT technology, cloud computing, and data analytics, has the potential to revolutionize Indian farming. During testing, the system effectively monitored real-time soil moisture, temperature, humidity, and pressure, providing accurate field data for efficient irrigation management. Integration of weather

predictions further improved water usage by aligning irrigation schedules with upcoming weather patterns. The accompanying mobile app offered farmers a user-friendly interface for monitoring and controlling the system, visualizing historical data, and receiving predictive analytics on crop yields. Future improvements include expanding compatibility with diverse crops, integrating satellite imagery and remote sensing technologies for broader insights, addressing connectivity challenges in rural areas, and enriching the system with features like pest monitoring and market information. Continuous research and development efforts are essential to refine predictive models and algorithms using machine learning and artificial intelligence techniques. By optimizing resource utilization and promoting sustainable farming practices, this system can empower farmers, improve their livelihoods, and contribute to a resilient and prosperous agricultural sector in India.

The automated crop monitoring and irrigation system demonstrated promising results during the testing phase in the Indian farming scenario. By leveraging IoT technology, cloud computing, and predictive analytics, the system showcased its potential to revolutionize agricultural practices. With accurate monitoring of soil moisture, real-time access to data, and personalized recommendations, the system has the power to enhance crop management, optimize water usage, and improve overall productivity for Indian farmers. As the system moves from testing to implementation, its benefits have the potential to transform the agricultural landscape in India, empowering farmers and promoting sustainable farming practices. Analysis of the results indicates that the predictive model performs well in estimating the target variable, with predicted values closely resembling the actual observations. The consistency in predictions and the lack of statistically significant differences between actual and predicted values further support the model's accuracy and reliability. The negligible difference between the means suggests that the predictive model is performing reasonably well in capturing the central tendency of the data. The predictive model demonstrates consistency in its predictions, as can be seen from the lower standard deviation of the predicted values. The calculation of confidence intervals show that while there is a slight discrepancy between the actual and predicted values, the difference is relatively small and not statistically significant based on the confidence interval. Therefore, the predictive model appears to provide reasonably accurate estimates, with the predicted values closely

aligning with the actual observations. Areas of improvement for the system include expanding compatibility with different types of crops, integrating satellite imagery and remote sensing technologies, addressing connectivity issues in rural areas, incorporating pest and disease monitoring capabilities, enhancing the mobile app with additional features, and continuous refinement of predictive models through research and development efforts. The findings from such research have broader implications and practical applications in agriculture, including optimized resource allocation, risk management, financial planning, and decision-making, as well as opportunities for research and innovation to drive improvements in crop productivity, resilience, and sustainability.

## 5. DECLARATIONS

### 5.1. Study Limitations

- a) Limited crop compatibility: The system has been primarily tested with staple crops like rice and wheat. Its compatibility with a wider range of crops, including fruits, vegetables, and cash crops, is not explored, limiting its applicability across the diverse agricultural landscape of India.
- b) Connectivity challenges in rural areas: The manuscript does not address potential connectivity issues or limitations in remote and rural areas of India, where internet connectivity and data transmission reliability may be a concern.
- c) Limited data source for predictive analysis: The source of the historical weather data used for training and testing the predictive analysis model is not clearly stated, which could affect the generalizability of the model's performance.
- d) Lack of real-world testing and validation: The manuscript primarily focuses on the experimental setup and testing phase, but it does not provide information on real-world deployment, validation, and feedback from farmers, which could help identify additional limitations or areas for improvement.

### 5.2. Acknowledgements

I want to express my sincere gratitude to everyone who has offered their support during the research journey. While not directly involved in this project, the indirect contributions and unwavering

support from various individuals have greatly contributed to its success. I also want to acknowledge the reviewers and editors for their valuable feedback and suggestions, which have significantly enhanced the quality of this research paper.

### 5.3. Funding source

This research was funded by the authors.

### 5.4. Competing Interests

The authors declare no potential conflict of interest in this publication.

### 5.5. Open Access

This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 (CC BY 4.0) International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution, and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made. The images or other third-party material in this article are included in the article's Creative Commons license unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons license and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this license, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

## 6. REFERENCES:

1. Adesta, E. Y. T., Agusman, D., & Avicenna, A. (2017). Internet of things (IoT) in agriculture industries. *Indonesian Journal of Electrical Engineering and Informatics (IJEI)*, 5(4), 376-382. doi: 10.52549/ijeel.v5i4.373
2. Ananthi, N., Divya, J., Divya, M., & Janani, V. (2017, April). IoT based smart soil monitoring system for agricultural production. In *2017 IEEE Technological Innovations in ICT for Agriculture and Rural Development (TIAR)* (pp. 209-214). IEEE. doi: 10.1109/TIAR.2017.8273717
3. Bhadani, P., & Vashisht, V. (2019, January). Soil moisture, temperature and humidity measurement using arduino. In *2019 9th International Conference on*

- Cloud Computing, Data Science & Engineering (Confluence) (pp. 567-571). IEEE. doi: 10.1109/CONFLUENCE.2019.8776973
4. Bhatnagar, V., & Chandra, R. (2020). IoT-based soil health monitoring and recommendation system. *Internet of Things and Analytics for Agriculture*, Volume 2, 1-21. doi: 10.1007/978-981-15-0663-5\_1
  5. Boobalan, J. N. K. T., Jacintha, V., Nagarajan, J., Thangayogesh, K., & Tamilarasu, S. (2018, April). An IOT based agriculture monitoring system. In 2018 international conference on communication and signal processing (ICCSP) (pp. 0594-0598). IEEE. doi: 10.1109/ICCSP.2018.8524490
  6. Breiman, L. (2001). Random forests. *Machine learning*, 45, 5-32. doi: 10.1023/A:1010933404324
  7. Chaudhari, B. S., Zennaro, M., & Borkar, S. (2020). LPWAN technologies: Emerging application characteristics, requirements, and design considerations. *Future Internet*, 12(3), 46. doi: 10.3390/fi12030046
  8. Dutta, U., & Khurana, N. (2021). *The Internet of Things Using NODEMCU*. Blue Rose Publishers.
  9. Gaspar, G., Fabo, P., Kuba, M., Flochova, J., Dudak, J., & Florkova, Z. (2020, December). Development of IoT applications based on the MicroPython platform for industry 4.0 implementation. In 2020 19th International conference on mechatronics-mechatronika (ME) (pp. 1-7). IEEE. doi: 10.1109/ME49197.2020.9286455
  10. Gay, W., & Gay, W. (2018). DHT11 sensor. *Advanced Raspberry Pi: Raspbian Linux and GPIO Integration*, 399-418. doi: 10.1007/978-1-4842-3948-3\_22
  11. Giovannucci, D., Scherr, S. J., Nierenberg, D., Hebebrand, C., Shapiro, J., Milder, J., & Wheeler, K. (2012). Food and Agriculture: the future of sustainability. The sustainable development in the 21st century (SD21) Report for Rio, 20. doi: 10.2139/ssrn.2054838
  12. Hodson, T. O., Over, T. M., & Foks, S. S. (2021). Mean squared error, deconstructed. *Journal of Advances in Modeling Earth Systems*, 13(12), e2021MS002681. doi: 10.1029/2021MS002681
  13. Joshi, A., Khosravy, M., & Gupta, N. (2020). Machine learning for predictive analysis. *Proceedings of ICTIS*. doi: 10.1007/978-981-15-7106-0
  14. Kesavan, R., Gay, D., Thevessen, D., Shah, J., & Mohan, C. (2023, April). Firestore: The nosql serverless database for the application developer. In 2023 IEEE 39th International Conference on Data Engineering (ICDE) (pp. 3376-3388). IEEE. doi: 10.1109/ICDE55515.2023.00259
  15. Kumar, M. D., Malla, A. K., & Tripathy, S. K. (2008). Economic value of water in agriculture: Comparative analysis of a water-scarce and a water-rich region in India. *Water International*, 33(2), 214-230. doi: 10.1080/02508060802108750
  16. Kusuma, H. A., Oktavia, D., Nugaraha, S., Suhendra, T., & Refly, S. (2023, March). Sensor BMP280 Statistical Analysis for Barometric Pressure Acquisition. In *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science* (Vol. 1148, No. 1, p. 012008). IOP Publishing. doi: 10.1088/1755-1315/1148/1/012008
  17. Lawrence, D., & Vandecar, K. (2015). Effects of tropical deforestation on climate and agriculture. *Nature climate change*, 5(1), 27-36. doi: 10.1038/nclimate2430
  18. Le Mouël, C., & Forslund, A. (2017). How can we feed the world in 2050? A review of the responses from global scenario studies. *European Review of Agricultural Economics*, 44(4), 541-591. doi: 10.1093/erae/jbx006
  19. Likas, A., Vlassis, N., & Verbeek, J. J. (2003). The global k-means clustering algorithm. *Pattern recognition*, 36(2), 451-461. doi: 10.1016/S0031-3203(02)00060-2
  20. Mesquita, J., Guimarães, D., Pereira, C., Santos, F., & Almeida, L. (2018, September). Assessing the ESP8266 WiFi module for the Internet of Things. In 2018 IEEE 23rd international conference on emerging technologies and factory automation (ETFA) (Vol. 1, pp. 784-791). IEEE. doi: 10.1109/ETFA.2018.8502562
  21. MicroPython libraries — MicroPython latest documentation. (n.d.). <https://docs.micropython.org/en/latest/library/index.html>
  22. Moroney, L., & Moroney, L. (2017). The firebase real-time database. *The Definitive Guide to Firebase: Build Android Apps on Google's Mobile Platform*, 51-71. doi: 10.1007/978-1-4842-2943-9\_3

23. Na, A., Isaac, W., Varshney, S., & Khan, E. (2016, October). An IoT based system for remote monitoring of soil characteristics. In 2016 International conference on information technology (InCITE)-the next generation IT summit on the theme-internet of things: Connect your Worlds (pp. 316-320). IEEE. doi: 10.1109/INCITE.2016.7857638
24. Nakhuva, B., & Champaneria, T. (2015). Study of various internet of things platforms. *International Journal of Computer Science & Engineering Survey*, 6(6), 61-74. doi:10.5121/ijcses.2015.6605
25. OpenWeatherMap.org. (n.d.). One Call API 3.0 - OpenWeatherMap. <https://openweathermap.org/api/one-call-3>
26. Oteyo, I. N., Pupo, A. L. S., Zaman, J., Kimani, S., De Meuter, W., & Boix, E. G. (2021, September). Building smart agriculture applications using low-code tools: the case for discopar. In 2021 IEEE AFRICON (pp. 1-6). IEEE. doi: 10.1109/AFRICON51333.2021.9570936
27. Quinton, J. N., & Fiener, P. (2024). Soil erosion on arable land: An unresolved global environmental threat. *Progress in Physical Geography: Earth and Environment*, 48(1), 136-161. doi: 10.1177/03091333231216595
28. Raut, R., Varma, H., Mulla, C., & Pawar, V. R. (2018). Soil monitoring, fertigation, and irrigation system using IoT for agricultural application. In *Intelligent Communication and Computational Technologies: Proceedings of Internet of Things for Technological Development, IoT4TD 2017* (pp. 67-73). Springer Singapore. doi: 10.1007/978-981-10-5523-2\_7
29. Sarma, P., & Bayan, T. (2023). IOT-based Agriculture Environment and Security Monitoring System. *Periódico Tchê Química*, 20(44). doi: 10.52571/PTQ.v20.n44.2023
30. Seckler, D., Barker, R., & Amarasinghe, U. (1999). Water scarcity in the twenty-first century. *International Journal of Water Resources Development*, 15(1-2), 29-42. doi: 10.1080/07900629948916
31. Singh, M., Rajan, M. A., Shivraj, V. L., & Balamuralidhar, P. (2015, April). Secure mqtt for internet of things (iot). In 2015 fifth international conference on communication systems and network technologies (pp. 746-751). IEEE. doi: 10.1109/CSNT.2015.16
32. The state of the world's land and water resources for food and agriculture | Land & Water | Food and Agriculture Organization of the United Nations | Land & Water | Food and Agriculture Organization of the United Nations. (n.d.). <https://www.fao.org/land-water/solaw2021/en/>
33. Tollervey, N. H. (2017). *Programming with MicroPython: embedded programming with microcontrollers and Python*. "O'Reilly Media, Inc."
34. Verdouw, C., Wolfert, S., & Tekinerdogan, B. (2016). Internet of Things in agriculture. *CABI Reviews*, (2016), 1-12. doi: 10.1079/PAVSNNR201611035
35. Wu, X. D., Guo, J. L., Han, M. Y., & Chen, G. Q. (2018). An overview of arable land use for the world economy: From source to sink via the global supply chain. *Land Use Policy*, 76, 201-214. Doi: 10.1016/j.landusepol.2018.05.005
36. Yahiaoui, H. (2017). *Firestore Cookbook: Over 70 recipes to help you create real-time web and mobile applications with Firestore*. Packt Publishing Ltd.

## SÍNTESE DE NOVOS ADSORVENTES VIA MCM-41 FUNCIONALIZADO PARA A REMOÇÃO DE ALGUNS ÍONS DE SOLUÇÕES AQUOSAS

## SYNTHESIS OF NEW ADSORBENTS VIA FUNCTIONALIZED MCM-41 FOR THE REMOVAL OF SOME IONS FROM AQUEOUS SOLUTION

تحضير مواد مازة جديدة بواسطة توظيف MCM-41 لازالة بعض الايونات من المحاليل المائية

**Raghad Saad Hatem\***

*Department of Chemistry, College of Science, University of Kerbala, Kerbala, Iraq.*

**Alaa Frak Hussain**

*Department of Chemistry, College of Science, University of Kerbala, Kerbala, Iraq.*

**Hayder Hamied Mihsen**

*Department of Chemistry, College of Science, University of Kerbala, Kerbala, Iraq.*

\* Corresponding author

[Raghad.saad@uokerbala.edu.iq](mailto:Raghad.saad@uokerbala.edu.iq)

Received on February 28, 2024; received as revised form 07 April; 02 May; accepted June 12, 2024.

### RESUMO

**Introdução:** Materiais mesoporosos como a sílica MCM-41 são muito apreciados por suas características estruturais e aplicações em adsorção e catálise. Este estudo melhora a capacidade da MCM-41 de adsorver íons de cobalto e cobre, introduzindo grupos amina e base de Schiff, aumentando sua afinidade por esses poluentes e auxiliando na sua remoção de soluções aquosas. **Objetivos:** Preparar MCM-41@NTPE e MCM-41@NTPE-BSAL e utilizá-los para adsorver poluentes pesados como íons divalentes de cobalto e cobre de soluções aquosas. **Métodos:** Materiais mesoporosos (MCM-41@NTPE e MCM-41@NTPE-BSAL) derivados de cinzas de casca de arroz foram utilizados como adsorventes de baixo custo para a adsorção de íons Co(II) e Cu(II) de soluções aquosas. Experimentos de adsorção foram realizados para determinar parâmetros como concentração de íons, pH, tempo de exposição e massa de adsorvente. **Resultados:** MCM-41@NTPE e MCM-41@NTPE-BSAL foram caracterizados por FT-IR, FESEM-EDX, TEM, adsorção-dessorção de N<sub>2</sub>, DRX e TGA/DTA. O FT-IR confirmou a presença de grupos silanol e siloxano. DRX e TEM indicaram arranjos hexagonais altamente ordenados. A análise de adsorção-dessorção de N<sub>2</sub> revelou diâmetros médios de poros de 42,468 nm e 40,417 nm, volumes totais de poros de 0,094 cm<sup>3</sup>g<sup>-1</sup> e 0,3384 cm<sup>3</sup>g<sup>-1</sup>, e áreas superficiais específicas de 8,873 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup> e 37,802 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup> para MCM-41@NTPE e MCM-41@NTPE-BSAL, respectivamente. A TGA mostrou três etapas de redução de massa. A avaliação da adsorção mostrou que pH 6 e 5 foram ótimos para a adsorção de Co(II) e Cu(II), respectivamente, e a adsorção aumentou com a concentração inicial e o tempo de exposição. **Discussão:** A DRX confirmou a estrutura mesoporosa hexagonal, enquanto a análise BET exibiu naturezas amorfas. A TGA sugeriu que MCM-41@NTPE e MCM-41@NTPE-BSAL têm potencial de estabilidade, embora se decomponham entre 15-900°C. A microscopia eletrônica revelou arranjos hexagonais ordenados. Os materiais demonstraram alta eficácia na extração de íons de cobre e cobalto de soluções aquosas. **Conclusões:** Dois materiais de sílica mesoporosa (MCM-41@NTPE e MCM-41@NTPE-BSAL) foram preparados a partir de casca de arroz pela funcionalização da MCM-41. A avaliação da adsorção mostrou que a adsorção dependia do tempo de exposição, pH, concentração inicial e massa de adsorvente. MCM-41@NTPE-BSAL exibiu melhor adsorção de íons do que MCM-41@NTPE.

**Palavras-chave:** Tratamento de águas residuais, materiais mesoporosos, MCM-41, área superficial, síntese de biomateriais.

### ABSTRACT

**Background:** Mesoporous materials like MCM-41 silica are highly regarded for their structural features and applications in adsorption and catalysis. This study enhances MCM-41's ability to adsorb cobalt and copper ions

by introducing amine and Schiff-base groups, boosting its affinity for these pollutants and aiding in their removal from water solutions. **Aims:** To prepare MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL and use them to adsorb heavy pollutants like cobalt and copper divalent ions from aqueous solutions. **Methods:** Mesoporous materials (MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL) derived from rice husk were used as low-cost adsorbents for the adsorption of Co(II) and Cu(II) ions from aqueous solutions. Uptake experiments were performed to determine adsorption parameters like ion concentration, pH, exposure time, and adsorbent mass. **Results:** MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL were characterized by FT-IR, FESEM-EDX, TEM, N<sub>2</sub>-adsorption-desorption, XRD, AFM and TGA/DTA. FT-IR confirmed the presence of silanol and siloxane groups. XRD and TEM indicated highly ordered hexagonal arrangements. N<sub>2</sub>-adsorption-desorption analysis revealed average pore diameters of 42.468 nm and 40.417 nm, total pore volumes of 0.094 cm<sup>3</sup>g<sup>-1</sup> and 0.3384 cm<sup>3</sup>g<sup>-1</sup>, and specific surface areas of 8.873 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup> and 37.802 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup> for MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL, respectively. TGA showed three mass reduction steps. Adsorption assessment showed pH 6 and 5 were optimal for Co(II) and Cu(II) uptake, respectively, and uptake increased with initial concentration and exposure time. **Discussion:** XRD confirmed the hexagonal mesoporous structure, while BET analysis displayed amorphous natures. TGA suggested MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL have potential for stability, although decomposing between 15-900°C. Electron microscopy revealed ordered hexagonal arrangements. The materials demonstrated high efficacy in extracting copper and cobalt ions from aqueous solutions. **Conclusions:** Two mesoporous silica materials (MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL) were prepared from rice husk by functionalizing MCM-41. Adsorption assessment showed uptake depended on exposure time, pH, initial concentration, and adsorbent mass. MCM-41@NTPE-BSAL exhibited better ion uptake than MCM-41@NTPE.

**Keywords:** wastewater treatment, mesoporous materials, MCM-41, surface area, uptake.

## خلاصة

**مقدمة:** المواد المسامية مثل السيليكا MCM-41 تحظى بتقدير كبير بسبب خصائصها الهيكلية وتطبيقاتها في الامتزاز والتحفيز. تهدف هذه الدراسة إلى تحسين قدرة MCM-41 على امتصاص أيونات الكوبلت والنحاس من خلال إدخال مجموعات الأمين وقاعدة شيف، مما يزيد من جاذبيتها لهذه الملوثات ويساعد في إزالتها من المحاليل المائية. **الأهداف:** تحضير MCM-41@NTPE و MCM-41@NTPE-BSAL واستخدامهما لامتصاص الملوثات الثقيلة مثل أيونات الكوبلت والنحاس ثنائية التكافؤ من المحاليل المائية. **الطرق:** تم استخدام مواد مسامية MCM-41@NTPE و MCM-41@NTPE-BSAL مشتقة من قشور الأرز كممتصات منخفضة التكلفة لامتصاص أيونات الكوبلت والنحاس من المحاليل المائية. أجريت تجارب الامتزاز لتحديد معايير مثل تركيز الأيونات، ودرجة الحموضة، ووقت التعرض، وكتلة الممتز. **النتائج:** تم تشخيص MCM-41@NTPE و MCM-41@NTPE-BSAL بواسطة FT-IR، وFESEM-EDX، وTEM، وN<sub>2</sub>-adsorption-desorption، وXRD، وAFM، وTGA/DTA. وجود مجموعات السيلانول والسيلوكسان. أشارت XRD و TEM إلى ترتيبات سداسية عالية التنظيم. كشفت تحاليل امتزاز-إزالة النيتروجين عن أقطار متوسطة للمسام بحجم 42.468 نانومتر و 40.417 نانومتر، وحجم إجمالي للمسام قدره 0.094 سم<sup>3</sup>/جم و 0.3384 سم<sup>3</sup>/جم، ومساحة سطحية محددة تبلغ 8.873 م<sup>2</sup>/جم و 37.802 م<sup>2</sup>/جم لـ MCM-41@NTPE و MCM-41@NTPE-BSAL على التوالي. أظهر تحليل TGA ثلاث مراحل من تخفيض الكتلة. أظهرت تقييمات الامتزاز أن درجة الحموضة 6 و 5 كانت مثالية لامتزاز أيونات الكوبلت والنحاس على التوالي، وأن الامتزاز ازداد مع زيادة التركيز الأولي ووقت التعرض. **المناقشة:** أكدت XRD على الهيكل السداسي، بينما أظهرت تحاليل BET طبيعة غير متبلورة. اقترحت TGA أن MCM-41@NTPE و MCM-41@NTPE-BSAL لديهما استقرار محتمل، على الرغم من تحللها بين 15-900 درجة مئوية. كشفت المجهر الإلكتروني عن ترتيبات سداسية منظمة. أظهرت المواد فعالية عالية في استخلاص أيونات النحاس والكوبالت من المحاليل المائية. **الاستنتاجات:** تم تحضير مادتين من السيليكا المسامية MCM-41@NTPE و MCM-41@NTPE-BSAL من قشور الأرز من خلال تحويل MCM-41. أظهرت تقييمات الامتزاز أن الامتزاز يعتمد على وقت التعرض، ودرجة الحموضة، والتركيز الأولي، وكتلة الممتز. أظهر MCM-41@NTPE-BSAL قدرة أفضل على امتزاز الأيونات مقارنة بـ MCM-41@NTPE.

**كلمات مفتاحية:** معالجة مياه الصرف الصحي، المركبات المسامية، MCM-41، مساحة السطح، سعة الاخذ

## 1. INTRODUCTION:

Progression in materials science has focused on synthesizing new adsorbents that can potentially be effective in water treatment. Combining two or more substances into a larger one in materials science has been demonstrated to be an exceeding effective approach to producing new materials with new effective properties. Mesoporous silica like SBA-15, HMS, MCM-41, and MCM-48 are considered excellent materials for these types of uses due to their large surface areas, limited pore size, and controlled pore dimension (Costa *et al.*, 2020) In addition,

desirable material properties can be achieved or enhanced by attaching appropriate functional groups to their surfaces. Various approaches have been applied to enhance mesoporous silica materials. Hybrid materials produced by combining organic and inorganic components have proven effective in obtaining valuable materials (Martinez-Carmona *et al.*, 2020; Verma *et al.*, 2020).

Considerable research has been undertaken on the performance of mesoporous materials concerning improving their application via functionalization with various groups.

Modifying the outer layers of mesoporous materials is very interesting because it can make the surface basic or acidic (Barczak *et al.*, 2020; Nie *et al.*, 2020). Two main methods are used to alter mesoporous materials: the direct method (also called the co-condensation method) and the post-synthesis method (also known as the grafting method) (Wang *et al.*, 2008). Functionalization procedures during synthesis involve incorporating a coating agent onto the surface groups of porous materials, producing a liquid medium free of water (Luan *et al.*, 2005). Various agents can be used to modify such surfaces, such as disilazanes (Yu & Zhai, 2009), trialkoxysilanes (Luan *et al.*, 2005) and chlorosilanes (Mirji *et al.*, 2006). The grafting method reduces the number and size of pores, where only a small number of functional groups can actually be attached (Chong *et al.*, 2004). The final material gain is a more ordered pore structure than the co-condensation method (Bernardoni & Fadeev, 2011). The post-synthesis method involves the use of trialkoxysilanes with reactive functional groups such as aminopropyl and chloropropyl, which can be further modified on the surface via the attachment of porphyrins (Mureseanu *et al.*, 2008), thio(Pérez-Quintanilla *et al.*, 2006), heterocyclic species (Li *et al.*, 2007), aldehydes (Mureseanu *et al.*, 2008), and polyethylenimine (Kim *et al.*, 2005). It is important to note that metal ions can be introduced into the mesoporous sieves using direct and post-synthesis methods (Dragoi *et al.*, 2009). In this work, mesoporous materials (MCM-41@NTPA and MCM-41@NTPA-BSAL) derived from rice husk ash, as low-cost adsorbents, were prepared and applied in the adsorption of cobalt(II) and copper(II) metal ions from their aqueous solutions. Dosage mass of adsorbent, concentration, exposure time and pH were studied as a factors effect on the uptake of the ions

## 2. MATERIALS AND METHODS:

### 2.1. Materials and instrumental

#### 2.1.1. Materials:

Rice husk (RH) was collected from nearby rice production manufacturers in AL-Najaf Governorate, Abbacy city. The substances used included cetyltrimethylammonium bromide (Merck, 95%), cobalt chloride hexahydrate (Merck, 98%), copper chloride dihydrate (Fluka, 99.8%), hydrochloric acid (Thomas Baker, Analar), toluene (Qrec, 99.5%), sodium hydroxide (Merck, 99%), ammonia (Qrec, 69%), acetic acid (BDH, 99.5%), nitric acid (BDH, 65%), absolute ethanol (Fluka, > 99%), acetone (Romal, 9.7%), *N*-[3-(trimethoxysilyl)propyl]ethylenediamine (Merck,

95%), and 5-bomosalicylaldehyde (Merck, 95%). All chemicals were of analytical grade and used without further purification.

#### 2.1.2. Instrumental

Infrared spectroscopy (8400s Shimadzu "Japan, spectral range from 4000 to 400  $\text{cm}^{-1}$ ),  $\text{N}_2$  adsorption-desorption analysis (Belsorp adsorption/desorption data analysis software BEL Japan, Inc.), powder X-ray diffraction ((Philips PW 1730/10) X-ray diffractometer using Cu K $\alpha$  radiation), and scanning electron microscopy (SEM)-(FESEM MIRA III (TESCAN)/(Czech Republic)), transmission electron microscope (TEM)- EM 208S, PHILIPS, NEDERLAND, atomic force microscopy (AFM)- (NT-MDT/NTEGRA (Netherlands) and thermogravimetric analyses (TA instruments SDT-Q600 simultaneous TGA / DSC (België), from 30 to 900 °C at a heating rate of 20 °C  $\text{min}^{-1}$  under nitrogen flow. Also, the researchers used a UV-Vis Spectrometer (Shimadzu double beam 1800 UV) to determine (Co(II) and Cu(II) ions from its aqueous solutions

### 2.2. Methods

#### 2.2.1 Preparation of sodium silicate and mesoporous silica (MCM-41) from rice husks.

First, the rice husk(RH) was washed with water to remove solid particles, mud and soil, then allowed to dry. A 30.0 gm of dried RH was added into a plastic container and treated with 500 mL, 1.0 M nitric acid for 24 h at room temperature. RH was then rinsed with distilled water to remove the acid until be neutral (pH=6-7) before drying in oven at 110 °C overnight. RH was stirred in 200 mL of 1.0 M NaOH for 24 h at room temperature. The mixture was filtered to obtain a dark filtrate (sodium silicate) which was kept in a covered plastic container. A sodium silicate solution was prepared from rice husks (Ali *et al.*, 2023). A surfactant solution was produced by mixing 2.0 g of CTAB (cetyltrimethylammonium bromide) with 25 mL of deionized water. Silica surfactant solution was prepared by adding the filterate sodium silicate solution to surfactant solution under vigorous stirring at room temperature and adjusting the solution to pH 10 using  $\text{CH}_3\text{COOH}$ , then stirring at ambient temperature for 6 hours, followed by aging at a temperature of 100 °C for 24 hours. The final mixture was filtered use Buchner funnel and rinsed with deionized water before drying at 50 °C for 24 hours, than calcinated at  $550 \pm 3^\circ\text{C}$  for 5 hours to eliminate the surfactant (Sutra & Brunel, 1996).

### 2.2.2 Synthesis of N-[3-(trimethoxysilyl) propyl] ethylenediamine functionalized mesoporous silica (MCM-41@NTPE)

1.0 g of MCM-41 was dried at 110°C in an oven for three hours to remove physisorbed moisture. 1.0 mL of N-[3-(trimethoxysilyl)propyl] ethylenediamine was added to the dried MCM-41 followed by addition of 30 mL toluene; this mixture was then refluxed for 24 hours at 110°C. The resulting solution contained a white solid filtered and washed with toluene, ethanol, and DMSO. Finally, the resultant powder was collected and labeled as MCM-41@NTPE.

### 2.2.3 Synthesis of 5-bromosalicylaldehyde-functionalized mesoporous silica (MCM-41@NTPE-BSAL)

To prepare MCM-41@NTPE-BSAL, a mixture of 2 g of 5-bromosalicylaldehyde and 1.0 g of MCM-41@NTPE was mixed with 30 mL of toluene. This mixture was refluxed at 110°C for 24 hours. The product was separated using a filter, rinsed with toluene followed by ethanol, and left to dry at 100°C for 24 hours. It was then crushed until it became a very fine powder labeled MCM-41@NTPE-BSAL. The steps to the overall preparation are shown in Scheme.

### 2.2.4. Analytical examinations

Fourier transform infrared technique (FTIR) was utilized to detect the functional groups within the structure of the compounds. Around one mg of the sample was grinded with KBr, then compress the sample with a piston. Wavelengths ranging from 400-4000  $\text{cm}^{-1}$  were utilized.

XRD analysis was utilized to detect the crystalline structure of the compound. A 1.0 mg sample was made as a compact disk and inserted into the device for analysis.

SEM (scanning electron microscopy), AFM (Atomic force microscopy), TEM (transmission electron microscopy), and EDX (energy dispersive x-ray spectroscopy) analysis were applied to study the morphology, topography, particle shape, size, and composition of the compound.

The Brunauer-Emmett-Teller (BET) technique calculates the pore size and surface area. (BET) The method was used to calculate the surface area and pore size by passing nitrogen gas on 1 gm of compounds at an equal temperature after emptying the oven from pressure.

TGA (Thermogravimetric analysis) and DTA (differential thermal analysis) were utilized to determine the quantity of organically

functionalized silica based on the weight change as a function of temperature.

### 2.2.5 Adsorption studies

MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL, 0.1 g in each instance, were shaken with 50 mL of solutions of each metal ion, Co(II) and Cu(II). The amount of metal ions was determined by allowing the insoluble complex to settle and removing a specific amount of supernatant using a micropipette. The calibration curve for both ions was then constructed by preparing a series of dilutions for each ion to determine their uptake.

#### 2.2.5.1 Effect of Exposure Time

The uptake capacity of 0.05 M Co(II) and 0.05 M Cu(II) solutions was determined by shaking 0.1 g each of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL with metal aqueous solutions for various times,

#### 2.2.5.2 Effect of pH

Solutions of Co(II) (0.05 M) and Cu(II) (0.05 M) ions at various acidic functions, adjusted using  $\text{NH}_4\text{OH}$  (0.1 M)/HCL (0.1 M), were each shaken with 0.1 g of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.

#### 2.2.5.3 Effect of Concentration of Co(II) and Cu(II) Ions

Different concentrations of cobalt and copper ions were used to investigate the uptake capacity at different concentrations (0.02– 0.1 M) at optimized pH for both ions.

#### 2.2.5.4 Effect of mass of the MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL

The experiment was performed by taking different amounts of adsorbent (0.1, 0.15, and 0.2 g per 50 mL) in the test solutions at optimized pH for both cobalt (0.05 M) and copper (0.05 M) ions.

## 3. RESULTS AND DISCUSSION:

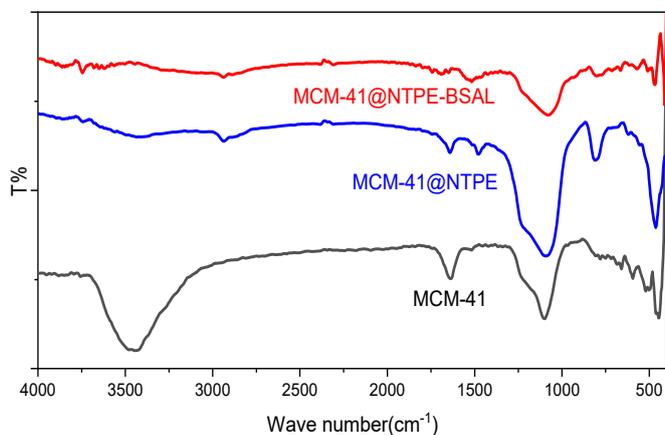
### 3.1. Results

#### 3.1.1. FTIR analysis

FT-IR spectra of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL are shown in Figure 1. Vibrations of the hydroxyl (-O-H) group of silanol (Si-OH) give rise to a characteristic band at approximately 3500  $\text{cm}^{-1}$  (Si-OH). Trapped molecules of water give rise to a peak associated with a bending vibration at 1640  $\text{cm}^{-1}$  (Adam & Batagarawa, 2013). The broad peak at 3000-3200  $\text{cm}^{-1}$  corresponds to the free  $\text{NH}_2$ . The peaks at 3500 and 3450  $\text{cm}^{-1}$  are attributed to the symmetric and asymmetric stretching vibrations of

the N-H bond of the primary amine. In contrast, the peaks at 3340 and 1655  $\text{cm}^{-1}$  are attributed to the stretching and bending vibrations of the N-H bond in the secondary amine.

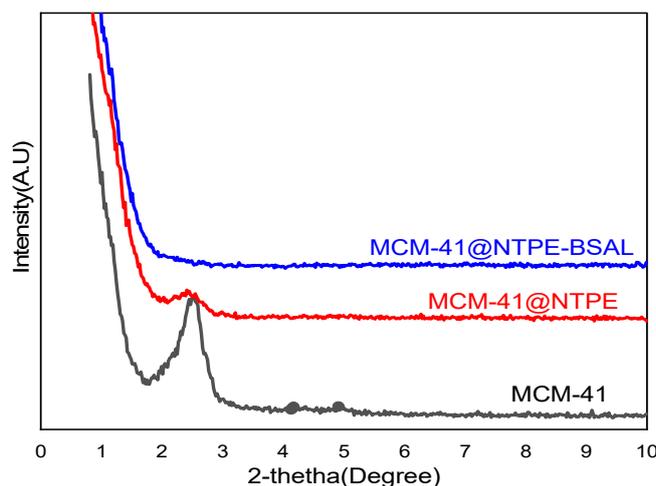
The FT-IR spectrum also exhibits bands at 445, 935, and 1090  $\text{cm}^{-1}$ , characteristic of symmetric and anti-symmetric stretching of Si-O-Si (Carmona *et al.*, 2013).



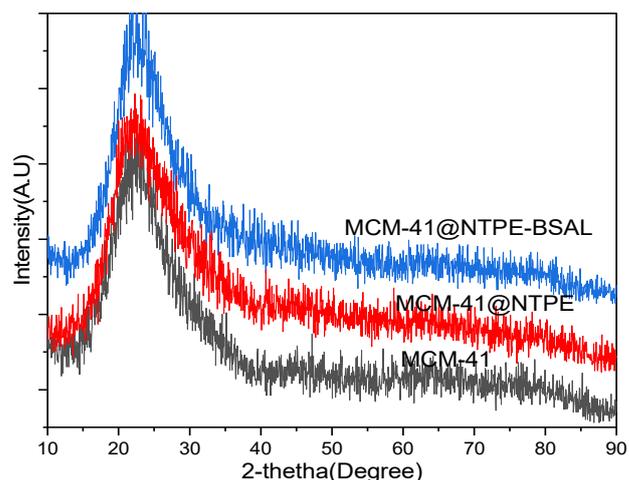
**Figure 1.** FTIR spectra of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.

### 3.1.2. XRD analysis

The X-ray diffraction (XRD) analysis was carried out for the synthesized MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL. The results of XRD analysis at low angle and high angle are presented in Figures 2 and 3, respectively.



**Figure 2.** XRD spectra (low angle) of MCM-41, MCM-41@NTPE, and MCM-41@NTPE-BSAL.



**Figure 3.** XRD spectra (high angle) of MCM-41, MCM-41@NTPE, and MCM-41@NTPE-BSAL

### 3.1.3. N<sub>2</sub> Adsorption-Desorption Analysis

The surface area and the pore size distribution can be determined via N<sub>2</sub> adsorption-desorption analysis. From the results shown in Figures 4 and 5, the average pore diameters of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL are 42.468 nm and 40.417 nm, whilst the specific surface areas are 8.873  $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$  and 37.802  $\text{m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ , and the total pore volumes are 0.094  $\text{cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$  and 0.3384  $\text{cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$ , respectively.

### 3.1.4. Analysis of SEM and EDX

SEM images of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL are shown in Figure 6.

Figure 7 also shows the EDX analysis of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.

### 3.1.5. TEM Microscopy

TEM analysis was conducted to acquire further information regarding the structural characteristics of the MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL (Figure 8).

### 3.1.6. AFM Analysis

The surface topographies of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL were demonstrated via the AFM analysis, as shown in Fig. 9.

### 3.1.7. Thermal Analysis

The thermal stabilities of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL were investigated via TGA analysis, as illustrated in Figure 10.

### 3.1.8. Adsorption studies

The effects of different variables on the metal ions, such as exposure time, pH, the concentration of metal ions, and the effect of the

mass of the MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL, were investigated.

#### 3.1.8.1 Effect of Exposure Time

The uptake capacity of Co(II) and Cu(II) solutions with MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL are shown in Figure 11.

#### 3.1.8.2 Effect of pH

It was observed that there was an increase in the uptake of metals with increasing pH. At pH 6, the highest uptake occurred for the Co(II) ion, while for Cu(II), this occurred at pH 5, as shown in Figures 12 and 13.

#### 3.1.8.3 Effect of Concentration of Co(II) and Cu(II) Ions

Figures 14 and 15 illustrated the effect of different concentration of ions on the uptake of ions by MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.

#### 3.1.8.4 Effect of mass of the MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL

Figures 16 and 17 shows how the uptake of Co(II) and Cu(II) ions varied as adsorbent doses were increased from 0.1 to 0.2 g.

### 3.2. Discussion

#### 3.2.1. FTIR analysis

The spectra show the changes occurring in MCM-41 upon functionalization with N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]ethylenediamine and, thereafter, with 5-bromosalicylaldehyde. The FT-IR spectrum of MCM-41, as shown in Figure 1, exhibits several bands typical of mesoporous silica. Figure 1 also shows the FTIR spectrum of MCM-41@NTPE-BSAL. The band associated with the O-H vibration is shifted to  $\sim 3400\text{ cm}^{-1}$ . The C-H aliphatic and aromatic group stretching vibrations were responsible for the clusters of low-intensity bands at  $\sim 3000$  and  $2500\text{ cm}^{-1}$  (Adam & Batagarawa, 2013). It was observed that the asymmetric vibration of the siloxane group gives a broad peak at  $1107\text{ cm}^{-1}$ , while the silanol group gives rise to an asymmetric stretching peak at  $965\text{ cm}^{-1}$  (Adam *et al.*, 2010a). Additionally, stretches and bends of the siloxane group give rise to distinct peaks at  $806$  and  $516\text{ cm}^{-1}$  (Adam & Iqbal, 2010). Three characteristic peaks at  $\sim 1000$ ,  $\sim 800$ , and  $\sim 500\text{ cm}^{-1}$  are present in all spectra, which can also be attributed to the siloxane group (Attol *et al.*, 2023). The FT-IR spectrum of MCM-41@NTPE showed that the number of absorption bands associated with silanol groups (Si-OH) at  $\sim 960\text{ cm}^{-1}$  were greatly reduced in intensity compared with those for MCM-41. This indicates successful anchoring of N-[3-

(trimethoxysilyl)propyl]ethylenediamine (Adam *et al.*, 2010). The presence of the azomethine C=N group was confirmed by a peak at  $1640\text{ cm}^{-1}$ , indicating successful Schiff base ligand formation (Pervaiz *et al.*, 2019). The peaks at  $3523$  and  $3446\text{ cm}^{-1}$  were attributed to the symmetric and asymmetric stretching of the N-H bond of the primary amine, while the peaks at  $3340$  and  $1655\text{ cm}^{-1}$  were attributed to the stretching and bending of N-H bond in the secondary amine of the same moiety. The bands due to C-O vibrations usually appear in the vicinity of  $1000\text{--}1300\text{ cm}^{-1}$  (Abbas *et al.*, 2020a). However, after functionalization with 5-bromosalicylaldehyde, these bands overlapped with those of the siloxane group (Si-O-Si), although relatively small bands still appeared, as exhibited from the FT-IR spectrum of MCM-41. The N-H bending vibration (primary amine) appears at  $1520\text{ cm}^{-1}$ , while the strong peak at  $1380\text{ cm}^{-1}$  signifies the combination of stretches for the C-N group in primary amides. These bands show that there are propyl and amino groups on the silica (Sutra & Brunel, 1996).

#### 3.2.2. XRD Analysis

The peak at approximately  $2.17^\circ$  ( $100$ ) is attributed to a hexagonal mesoporous structure, characteristic of both MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL (Figure 2). This can be seen in the TEM images shown in Figure 8. The intensity of the peaks recorded for MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL, however, was relatively low compared to MCM-41, which might be because of the filling of the MCM-41 mesoporous honeycomb structure (Abbas *et al.*, 2020b). The high angle XRD pattern, Fig. 3, showed a broad peak at  $22^\circ$ , which was observed due to the amorphous structures of the MCM-41, MCM-41@NTPE, and MCM-41@NTPE-BSAL (Mohsin & Mihsen, 2020).

#### 3.2.3. N<sub>2</sub> Adsorption-Desorption Analysis

The pore volume and surface area of (MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL) decreased significantly compared to MCM-41, which has a pore volume of  $126.12\text{ cm}^3\cdot\text{g}^{-1}$  and surface area of  $548.92\text{ m}^2\cdot\text{g}^{-1}$ . This means that the hexagonal pores in the surface are being blocked by large ligand molecules N-[3-(Trimethoxysilyl)propyl]ethylenediamine, causing the surface to be over crowded with the ligand network on the surface and thus blocking the pores. However, a hysteresis loop was detected for both MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL within the range from  $0.4 < P/P_0 < 1$ , associated with capillary condensation as per the

IUPAC classification. All samples exhibited type III isotherms with H3 hysteresis loops, characteristic of mesoporous solids with a pore width ranging from 4-15 nm (Adam & Iqbal, 2010; Attol *et al.*, 2023). Figure 5 shows the pore size distributions of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL. According to the BET plot (Figures 4 and 5), the samples' porosity changed, but they still had a narrow pore width distribution, which is typical for MCM-41 derivative materials (Muniandy *et al.*, 2019).

This means that large ligand molecules, namely N, are blocking the hexagonal pores in the surface-[3-(trimethoxysilyl)propyl]ethylenediamine, causing the surface to become 'overcrowded' with the ligand network, thus blocking the pores (Adam *et al.*, 2012).

### 3.2.4. Analysis of SEM and EDX

It is clear from these images shown in Figure 6 that the particles are smooth with a spherical agglomeration. The average diameter ranges between 20-100 nm, corresponding to mesoporous and macroporous materials (Barrett *et al.*, 1951; Lee *et al.*, 1995). According to EDX analysis, the presence of silicon, oxygen, and nitrogen was demonstrated in the solid ligand (MCM-41@NTPE), as shown in Figure 7. From this, it can be further concluded that the MCM-41 was incorporated into the N-[3-(trimethoxysilyl)propyl]ethylenediamine. The analysis of this spectrum (EDX analysis) revealed that the compounds contained carbon, nitrogen, and bromine, in addition to oxygen and silicon in the complex, from which it can be further concluded that the 5-bromosalicylaldehyde was incorporated onto the MCM-41@NTPE.

### 3.2.5. TEM Microscopy

From Figure 8, the TEM images of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL indicate hexagonal honeycomb structures (Abbas *et al.*, 2020b; Appaturi *et al.*, 2012; Kamari & Ghorbani, 2021). The honeycomb structure of the MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL was not preserved after the functionalization of MCM-41 with N-[3-(trimethoxysilyl)propyl] ethylenediamine and then with 5-bromosalicylaldehyde. This is because the immobilization of big organic compounds on the MCM-41 caused the surface to become too crowded with the ligand network, blocking the pores. Also, all species exhibited ordered porous structures, which is consistent with previous work on MCM-41 (Appaturi & Adam, 2013). The TEM images showed the multifarious layers of the accumulated ordered pores in the

structures of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.

### 3.2.6. AFM Analysis

It was found that the two-dimensional images of the MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL topographies were not clear (Figure 9), while three-dimensional images showed a high and a low topography responsible for the surface roughness of the silica. Table 1 shows the parameters obtained from AFM for the prepared MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL surfaces. It is clear from this table that the roughness factor is high for MCM-41@NTPE but decreased upon functionalization from 1.161 nm to 429.4 pm. This change may be attributed to the successful modification of the surface of the ligand between MCM-41 and MCM-41@NTPE; the roughness factor of MCM-41@NTPE-BSAL was low, so it can be inferred that its topography is smooth, which is clear in all its electron microscopy (SEM, TEM, and AFM).

### 3.2.7. Thermal Analysis

The TGA results (Figure 10) showed three mass production stages at approximately 15-900 °C. The initial step (10%) involved the elimination of physically/chemically adsorbed water on the surface of the silica, whilst the second (10%) was assigned to the decomposition of organic moiety for MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL. The third step (33%) and (38%) respectively for MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL involved the breakdown of Si-OH groups in the silica structure and their transformation into Si-O-Si siloxane groups (Rout *et al.*, 2020; Vaysipour *et al.*, 2020).

### 3.2.8. Adsorption studies

#### 3.2.8.1 Effect of Exposure Time

It was demonstrated that there was a nonlinear increase in the uptake of metal ions as a function of the exposure time due to the diffusion factors (Figure 11). This increase can be characterized as a fast initial uptake followed by a period of constant uptake due to blocking the pores, thus inhibiting further contact between metal ions and unreacted amine groups. This perspective aligns with the conclusions offered by other researchers (Yang *et al.*, 1997)

#### 3.2.8.2 Effect of pH

The pH influences the adsorbent and the adsorbent surface, where the hydroxide and hydrogen ions compete for the adsorbing surface. Thus, a change in the acidity of the solution can

affect the adsorption process negatively or positively (Ouyang *et al.*, 2019). It is usually assumed that when the pH is lower, more hydrogen will be concentrated on the surfaces of the MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL, leading to strong competition between the released proton and metal ions for the active site on the surface, causing more free metal ions to remain in solution (Witek-Krowiak *et al.*, 2011). After the highest value of uptake, there is no change due to the production of metal oxide (El-Nahhal *et al.*, 2000). The uptake of the divalent metal ions increases in the order Cu(II) > Co(II). The order of metal uptake capacities agrees with the stability constants established by Irving William and the acid-base concept developed by Pearson (El-Ashgar *et al.*, 2018)

### **3.2.8.3 Effect of Concentration of Co(II) and Cu(II) Ions**

Figures 14 and 15 demonstrated that the uptake increased with increasing concentrations of Co(II) and Cu(II) ions at various times (Yang *et al.*, 1997). The uptake increased with increasing concentration of each metal ion; this is possible because each ion forms a 1:1 complex with the ligand at high concentration, but when the concentration of ion is low, there is only a minimal amount of uptake due to the formation of a 1:2 complex (Al-Abbasy, 2019). Increasing metal ion concentration leads to better uptake efficiency because higher concentrations of metal occupy a larger number of binding sites, which results in increased uptake (Georgin *et al.*, 2016).

### **3.2.8.4 Effect of mass of the MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.**

Maximum uptake of Co(II) and Cu(II) ions was observed for 0.2 g of both MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL. This finding (Figures 16 and 17) demonstrated a progressive increase in the uptake of metal ions as the quantity of adsorbent was increased (Al-Abbasy, 2019). However, a subsequent increase in adsorbent will not affect the uptake of Co(II) ions from the solution. This may be due to the blocking of donor sites of the solid ligand by the same ligand (Al-Abbasy, 2019). The results also showed that MCM-41@NTPE-BSAL is more efficient concerning the uptake of Co(II) and Cu(II) ions in solution than APMCM uptake when the adsorbent dosage was increased.

The metal ion uptake capacity (Co<sup>2+</sup> and Cu<sup>2+</sup>) as mmol M<sup>2+</sup>/g ligand, was determined by shaking the functionalized ligand system with metal ion solutions. The results in mmol M<sup>2+</sup>/g

ligand are given in Table 2 comparison of various adsorbents for ions adsorption.

## **4. CONCLUSIONS**

In this research, two types of mesoporous silica (MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL) were prepared using silica extracted from rice husk by functionalization of MCM-41. These species were characterized via FT-IR, XRD, N<sub>2</sub> adsorption-desorption, FESEM, EDX, TEM, and TGA/DTA analysis.

The findings indicated that MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL had been synthesized with highly ordered hexagonal arrangements. BET analysis was conducted to determine specific surface area, average pore diameter, and total pore volume. XRD diffraction analysis revealed that MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL displayed certain amorphous natures. Thermogravimetric analysis suggested that MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL have the potential to remain stable, although they decompose within the temperature range of 15-900 °C. The solid materials demonstrated a high efficacy in uptake and extracting copper and cobalt ions from an aqueous solution. Different applications, such as acting as adsorbents for heavy metals, were found as potential applications for MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL, where it was also found that the uptake of ions by MCM-41@NTPE-BSAL was better than for MCM-41@NTPE.

## **5. DECLARATIONS**

### **5.1. Study Limitations**

No limitations were known at the time of the study.

### **5.2. Acknowledgements**

The authors of the current research paper would like to thank Kerbala University, College of Science, Department of Chemistry for financial support.

### **5.3. Funding source**

The authors funded this research.

### **5.4. Competing Interests**

The authors declare that they have no conflicts of interest.

### **5.5. Open Access**

This article is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 (CC BY 4.0)

International License, which permits use, sharing, adaptation, distribution, and reproduction in any medium or format, as long as you give appropriate credit to the original author(s) and the source, provide a link to the Creative Commons license, and indicate if changes were made. The images or other third-party material in this article are included in the article's Creative Commons license unless indicated otherwise in a credit line to the material. If material is not included in the article's Creative Commons license and your intended use is not permitted by statutory regulation or exceeds the permitted use, you will need to obtain permission directly from the copyright holder. To view a copy of this license, visit <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

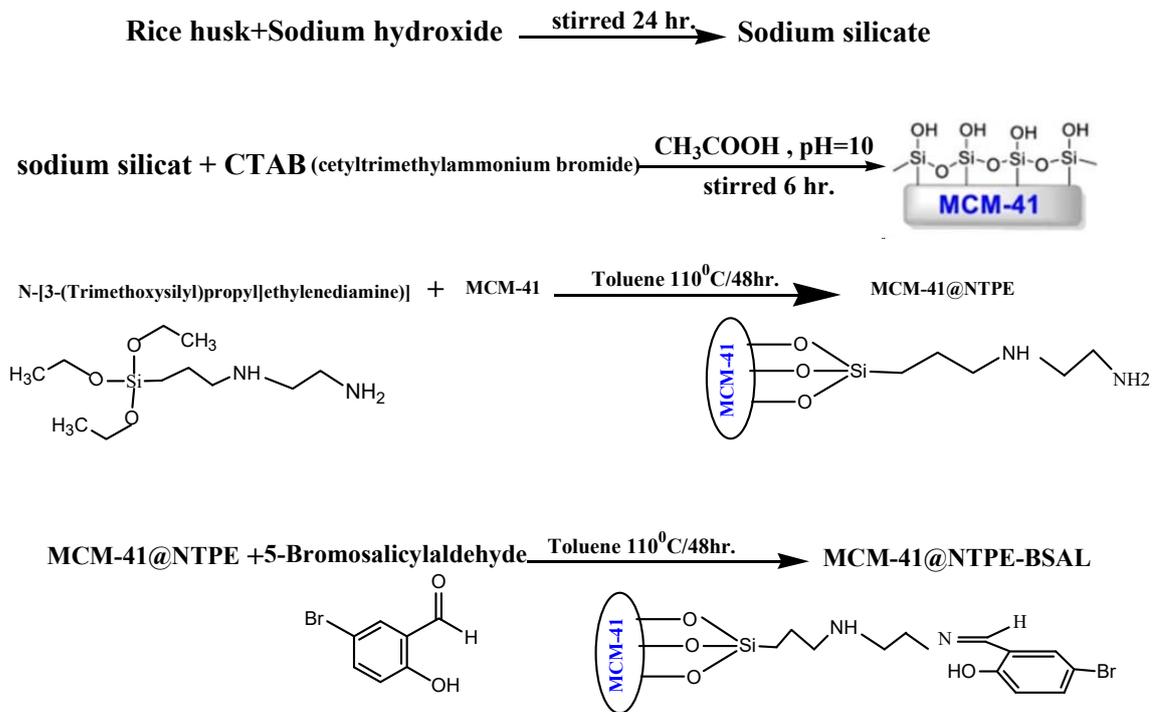
## 6. REFERENCES:

1. Abbas, S. H., Adam, F., & Muniandy, L. (2020a). Green synthesis of MCM-41 from rice husk and its functionalization with nickel(II) salen complex for the rapid catalytic oxidation of benzyl alcohol. *Microporous and Mesoporous Materials*, 305. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2020.110192>
2. Adam, F., Andas, J., & Rahman, I. A. (2010a). A study on the oxidation of phenol by heterogeneous iron silica catalyst. In *Chemical Engineering Journal* (Vol. 165, Issue2, pp.658–667). <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.09.054>
3. Adam, F., & Batagarawa, M. S. (2013). Tetramethylguanidine–silica nanoparticles as an efficient and reusable catalyst for the synthesis of cyclic propylene carbonate from carbon dioxide and propylene oxide. *Applied Catalysis A: General*, 454, 164–171. <https://doi.org/10.1016/j.apcata.2012.12.009>
4. Adam, F., Hello, K. M., & Chai, S.-J. (2012). The heterogenization of L-phenylalanine–Ru (III) complex and its application as catalyst in esterification of ethyl alcohol with acetic acid. *Chemical Engineering Research and Design*, 90(5), 633–642. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2011.09.009>
5. Adam, F., & Iqbal, A. (2010). The oxidation of styrene by chromium–silica heterogeneous catalyst prepared from rice husk. *Chemical Engineering Journal*, 160(2), 742–750. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2010.04.003>
6. Al-Abbasy, D. H. A. (2019). Synthesis and Characterization of Organosilicon Ligands and Used It in Removal of Some Divalent Metal Ions from Their Aqueous Solutions. *University of Kerbala*.
7. Ali, H. H., Hussein, K. A., & Mihsen, H. H. (2023). Antimicrobial Applications of Nanosilica Derived from Rice Grain Husks. *Silicon*, 0123456789. <https://doi.org/10.1007/s12633-023-02467-7>.
8. Appaturi, J. N., & Adam, F. (2013). A facile and efficient synthesis of styrene carbonate via cycloaddition of CO<sub>2</sub> to styrene oxide over ordered mesoporous MCM-41-Imi/Br catalyst. *Applied Catalysis B: Environmental*, 136–137, 150–159. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2013.01.049>
9. Appaturi, J. N., Adam, F., & Khanam, Z. (2012). A comparative study of the regioselective ring opening of styrene oxide with aniline over several types of mesoporous silica materials. *Microporous and Mesoporous Materials*, 156, 16–21. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2012.01.023>
10. Attol, D. H., Mihsen, H. H., Jaber, S. A., Alwazni, W. S., & Eesa, M. T. (2023). Synthesis of Organic Functionalized Silica from Rice Husk as an Antibacterial Agents. *Silicon*, 15(5), 2349–2357. <https://doi.org/10.1007/s12633-022-02194-5>
11. Barczak, M., Dobrowolski, R., Borowski, P., & Giannakoudakis, D. A. (2020). Pyridine-, thiol- and amine-functionalized mesoporous silicas for adsorptive removal of pharmaceuticals. *Microporous and Mesoporous Materials*, 299, 110132. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2020.110132>
12. Barrett, E. P., Joyner, L. G., & Halenda, P. P. (1951). The determination of pore volume and area distributions in porous substances. I. Computations from nitrogen isotherms. *Journal of the American Chemical Society*, 73(1), 373–380. <https://doi.org/10.1021/ja01145a126>

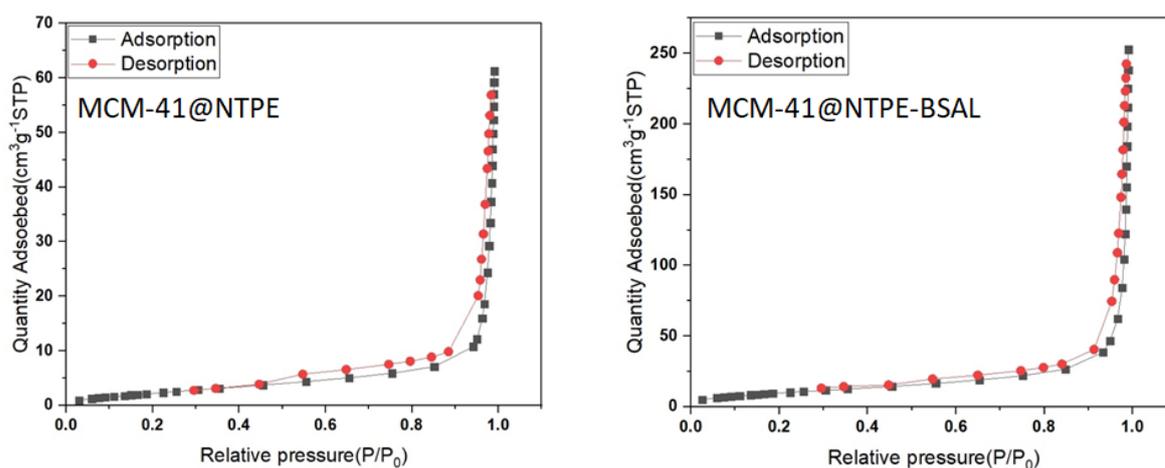
13. Bernardoni, F., & Fadeev, A. Y. (2011). Adsorption and wetting characterization of hydrophobic SBA-15 silicas. *Journal of Colloid and Interface Science*, 356(2), 690–698. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2011.01.033>
14. Carmona, V. B., Oliveira, R. M., Silva, W. T. L., Mattoso, L. H. C., & Marconcini, J. M. (2013). Nanosilica from rice husk: extraction and characterization. *Industrial Crops and Products*, 43, 291–296. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.06.050>
15. Chong, A. S. M., Zhao, X. S., Kustedjo, A. T., & Qiao, S. Z. (2004). Functionalization of large-pore mesoporous silicas with organosilanes by direct synthesis. *Microporous and Mesoporous Materials*, 72(1–3), 33–42. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2004.04.015>
16. Costa, J. A. S., Vedovello, P., & Paranhos, C. M. (2020). Use of Ionic Liquid as Template for Hydrothermal Synthesis of the MCM-41 Mesoporous Material. *Silicon*, 12(2), 289–294. <https://doi.org/10.1007/s12633-019-00121-9>
17. Dragoi, B., Dumitriu, E., Guimon, C., & Auroux, A. (2009). Acidic and adsorptive properties of SBA-15 modified by aluminum incorporation. *Microporous and Mesoporous Materials*, 121(1–3), 7–17. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2008.12.023>
18. El-Ashgar, N. M., El-Nahhal, I. M., Ahmed, M. A., Abu Shaweesh, A. A., & Chehimi, M. M. (2018). Synthesis, characterization, and metal uptake of multiple functionalized immobilized-polysiloxane diamine-thiol chelating ligand derivatives. *Journal of the Iranian Chemical Society*, 15(10), 2325–2338. <https://doi.org/10.1007/s13738-018-1421-0>
19. El-Ashgar, N. M., El-Nahhal, I. M., Chehimi, M. M., Babonneau, F., & Livage, J. (2007). A new route synthesis of immobilized-polysiloxane iminodiacetic acid ligand system, its characterization and applications. *Materials Letters*, 61(23–24), 4553–4558. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2007.02.050>
20. El-Kurd, H. M., El-Nahhal, I. M., & El-Ashgar, N. M. (2005). Synthesis of new polysiloxane-immobilized ligand system di (amidomethyl) aminetetraacetic acid. *Phosphorus, Sulfur, and Silicon*, 180(7), 1657–1671. <https://doi.org/10.1080/104265090885084>
21. El-Nahhal, I. M., El-Ashgar, N. M., Chehimi, M. M., Bargiela, P., Maquet, J., Babonneau, F., & Livage, J. (2003). Metal uptake by porous iminobis (N-2-aminoethylacetamide)-modified polysiloxane ligand system. *Microporous and Mesoporous Materials*, 65(2–3), 299–310. [https://doi.org/10.1016/S1387-1811\(03\)00503-1](https://doi.org/10.1016/S1387-1811(03)00503-1)
22. El-Nahhal, I. M., El-Shetary, B. A., Mustafa, A. E.-K. B., El-Ashgar, N. M., Livage, J., Chehimi, M. M., & Roberts, A. (2003). Structural characterization of immobilized-polysiloxane iminobis (N-diethylenediamineacetamide) ligand system. *Solid State Sciences*, 5(10), 1395–1406. [https://doi.org/10.1016/S1293-2558\(03\)00195-X](https://doi.org/10.1016/S1293-2558(03)00195-X)
23. El-Nahhal, I. M., Zaggout, F. R., & El-Ashgar, N. M. (2000). Uptake of divalent metal ions (Cu<sup>2+</sup>, Zn<sup>2+</sup> and Cd<sup>2+</sup>) by polysiloxane immobilized monoamine ligand system. In *Analytical Letters* (Vol. 33, Issue 10, pp. 2031–2053). <https://doi.org/10.1080/00032710008543173>
24. Georgin, J., Dotto, G. L., Mazutti, M. A., & Foletto, E. L. (2016). Preparation of activated carbon from peanut shell by conventional pyrolysis and microwave irradiation-pyrolysis to remove organic dyes from aqueous solutions. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 4(1), 266–275. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2015.11.018>
25. Kamari, S., & Ghorbani, F. (2021). Extraction of highly pure silica from rice husk as an agricultural by-product and its application in the production of magnetic mesoporous silica MCM-41. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 11, 3001–3009. <https://doi.org/10.1007/s13399-020-00637-w>
26. Kim, S., Ida, J., Gulians, V. V., & Lin, Y. S. (2005). Tailoring pore properties of MCM-48 silica for selective adsorption of CO<sub>2</sub>.

- The Journal of Physical Chemistry B*, 109(13), 6287–6293.  
<https://doi.org/10.1021/jp045634x>
27. Lee, C. K., Chiang, A. S. T., & Tsay, C. S. (1995). The Characterization of Porous Solids from Gas Adsorption Measurements. *Key Engineering Materials*, 115, 21–44.  
<https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.115.21>
  28. Li, J., Qi, T., Wang, L., Liu, C., & Zhang, Y. (2007). Synthesis and characterization of imidazole-functionalized SBA-15 as an adsorbent of hexavalent chromium. *Materials Letters*, 61(14–15), 3197–3200.  
<https://doi.org/10.1016/j.matlet.2006.11.079>
  29. Luan, Z., Fournier, J. A., Wooten, J. B., & Miser, D. E. (2005). Preparation and characterization of (3-aminopropyl) triethoxysilane-modified mesoporous SBA-15 silica molecular sieves. *Microporous and Mesoporous Materials*, 83(1–3), 150–158.  
<https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2005.04.006>
  30. Martínez-Carmona, M., Ho, Q. P., Morand, J., García, A., Ortega, E., Erthal, L. C. S., Ruiz-Hernandez, E., Santana, M. D., Ruiz, J., Vallet-Regí, M., & Gun'ko, Y. K. (2020). Amino-Functionalized Mesoporous Silica Nanoparticle-Encapsulated Octahedral Organoruthenium Complex as an Efficient Platform for Combatting Cancer. *Inorganic Chemistry*, 59(14), 10275–10284.  
<https://doi.org/10.1021/acs.inorgchem.0c01436>
  31. Mirji, S. A., Halligudi, S. B., Sawant, D. P., Jacob, N. E., Patil, K. R., Gaikwad, A. B., & Pradhan, S. D. (2006). Adsorption of octadecyltrichlorosilane on mesoporous SBA-15. *Applied Surface Science*, 252(12), 4097–4103.  
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2005.06.009>
  32. Mohsin, A. D., & Mihsen, H. H. (2020). Uptake of metal ions (Co (II) and Ni (II)) by silica-salicylaldehyde derived from rice husks. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 30, 2172–2181.  
<https://doi.org/10.1007/s10904-019-01379-7>
  33. Muniandy, L., Adam, F., Rahman, N. R. A., & Ng, E. P. (2019). Highly selective synthesis of cyclic carbonates via solvent free cycloaddition of CO<sub>2</sub> and epoxides using ionic liquid grafted on rice husk derived MCM-41. *Inorganic Chemistry Communications*, 104, 1–7.  
<https://doi.org/10.1016/j.inoche.2019.03.012>
  34. Muresanu, M., Reiss, A., Stefanescu, I., David, E., Parvulescu, V., Renard, G., & Hulea, V. (2008). Modified SBA-15 mesoporous silica for heavy metal ions remediation. *Chemosphere*, 73(9), 1499–1504.  
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2008.07.039>
  35. Nie, W., Luo, Y., Yang, Q., Feng, G., Yao, Q., & Lu, Z.-H. (2020). An amine-functionalized mesoporous silica-supported PdIr catalyst: boosting room-temperature hydrogen generation from formic acid. *Inorganic Chemistry Frontiers*, 7(3), 709–717.  
<https://doi.org/10.1039/C9QI01375J>
  36. Ouyang, D., Zhuo, Y., Hu, L., Zeng, Q., Hu, Y., & He, Z. (2019). Research on the Adsorption Behavior of Heavy Metal Ions by Porous Material Prepared with Silicate Tailings. *Minerals*, 9(5), 291.  
<https://doi.org/10.3390/min9050291>
  37. Pérez-Quintanilla, D., Del Hierro, I., Fajardo, M., & Sierra, I. (2006). Mesoporous silica functionalized with 2-mercaptopyridine: Synthesis, characterization and employment for Hg (II) adsorption. *Microporous and Mesoporous Materials*, 89(1–3), 58–68.  
<https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2005.10.012>
  38. Pervaiz, M., Ahmad, I., Yousaf, M., Kirn, S., Munawar, A., Saeed, Z., Adnan, A., Gulzar, T., Kamal, T., Ahmad, A., & Rashid, A. (2019). Synthesis, spectral and antimicrobial studies of amino acid derivative Schiff base metal (Co, Mn, Cu, and Cd) complexes. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 206, 642–649.  
<https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2020.110192>
  39. Rout, L., Mohan, A., Thomas, A. M., & Ha, C.-S. (2020). Rational design of thermoresponsive functionalized MCM-41

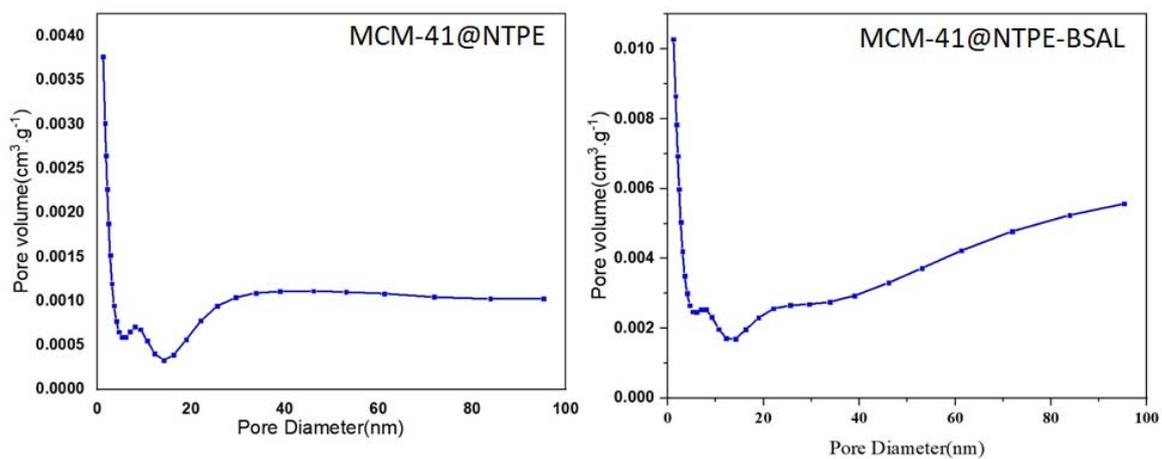
- and their decoration with bimetallic Ag–Pd nanoparticles for catalytic application. *Microporous and Mesoporous Materials*, 291, 109711. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2019.109711>
40. Sutra, P., & Brunel, D. (1996). Preparation of MCM-41 type silica-bound manganese(III) Schiff-base complexes. *Chemical Communications*, 21, 2485. <https://doi.org/10.1039/CC9960002485>
41. Vaysipour, S., Rafiee, Z., & Nasr-Esfahani, M. (2020). Synthesis and characterization of copper (II)-poly (acrylic acid)/M-MCM-41 nanocomposite as a novel mesoporous solid acid catalyst for the one-pot synthesis of polyhydroquinoline derivatives. *Polyhedron*, 176, 114294. <https://doi.org/10.1016/j.poly.2019.114294>
42. Verma, P., Kuwahara, Y., Mori, K., Raja, R., & Yamashita, H. (2020). Functionalized mesoporous SBA-15 silica: recent trends and catalytic applications. *Nanoscale*, 12(21), 11333–11363. <https://doi.org/10.1039/D0NR00732C>
43. Wang, X., Du, X., Li, C., & Cao, X. (2008). Direct synthesis and characterization of phenyl-functionalized SBA-15. *Applied Surface Science*, 254(13), 3753–3757. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.11.031>
44. Witek-Krowiak, A., Szafran, R. G., & Modelski, S. (2011). Biosorption of heavy metals from aqueous solutions onto peanut shell as a low-cost biosorbent. *Desalination*, 265(1–3), 126–134.
45. Yang, J. J., El-Nahhal, I. M., Chuang, I.-S., & Maciel, G. E. (1997). Synthesis and solid-state NMR structural characterization of polysiloxane-immobilized amine ligands and their metal complexes. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 209(1–2), 19–39. [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(96\)00534-0](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(96)00534-0)
46. Yu, H., & Zhai, Q.-Z. (2009). Mesoporous SBA-15 molecular sieve as a carrier for controlled release of nimodipine. *Microporous and Mesoporous Materials*, 123(1–3), 298–305. <https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2009.04.013>



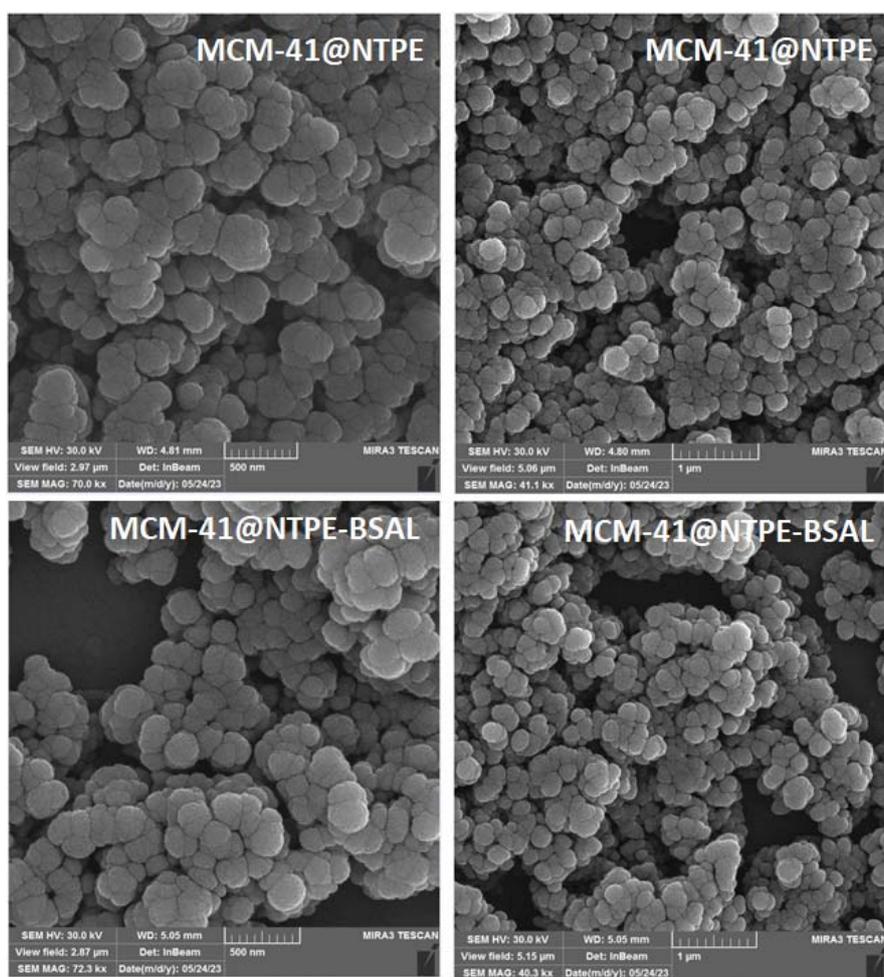
**Scheme 1.** The synthesis of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL



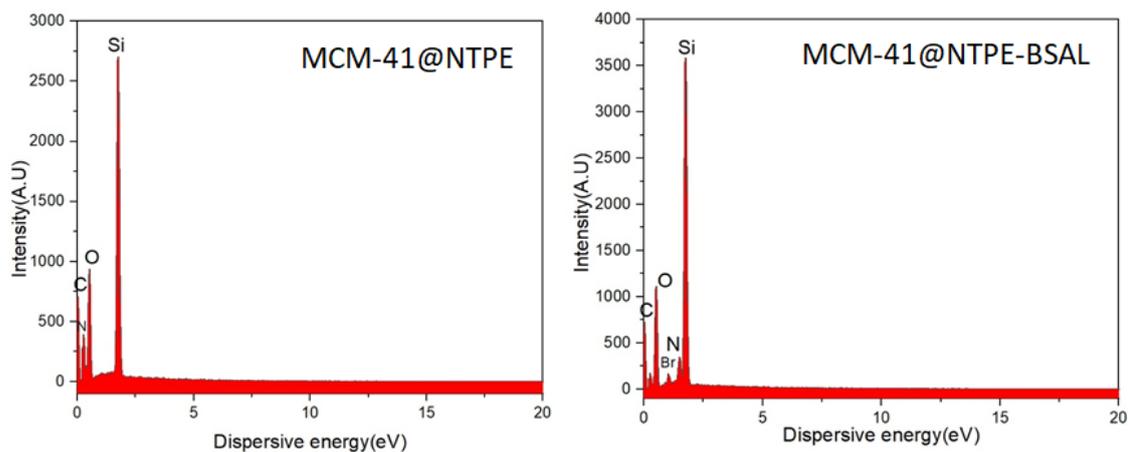
**Figure 4:** N<sub>2</sub> adsorption–desorption isotherms of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL



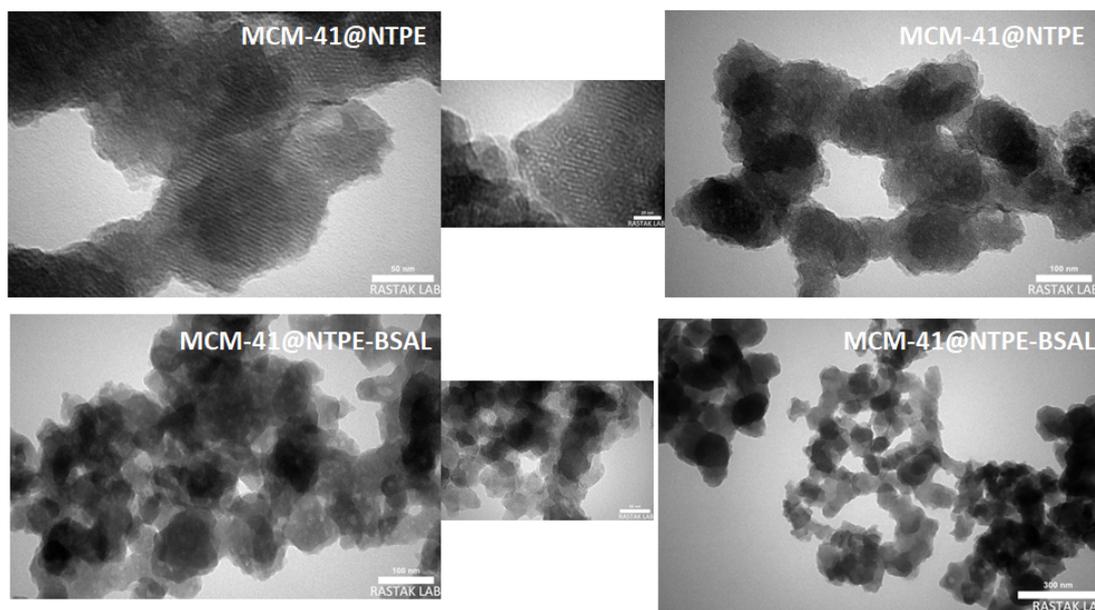
**Figure 5:** N<sub>2</sub> adsorption–desorption isotherms of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL



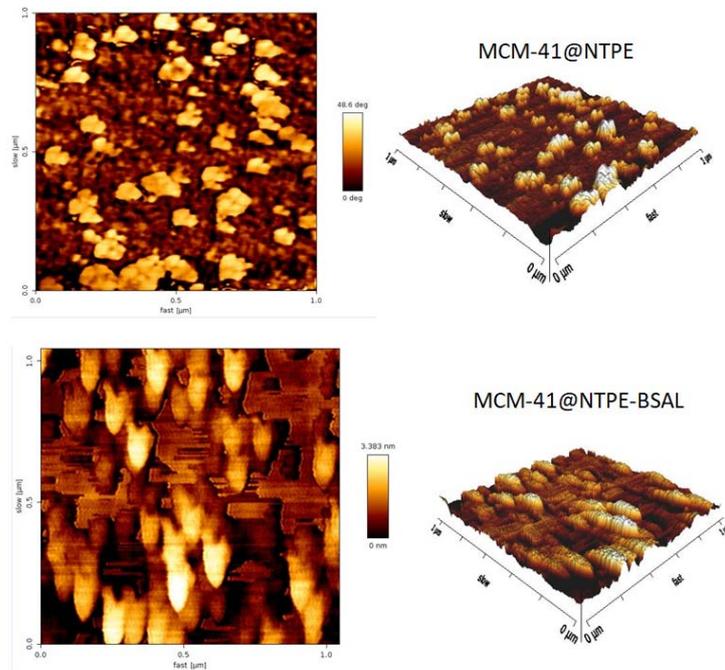
**Figure 6:** SEM analysis of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL at scales of 500 nm and 1000 nm.



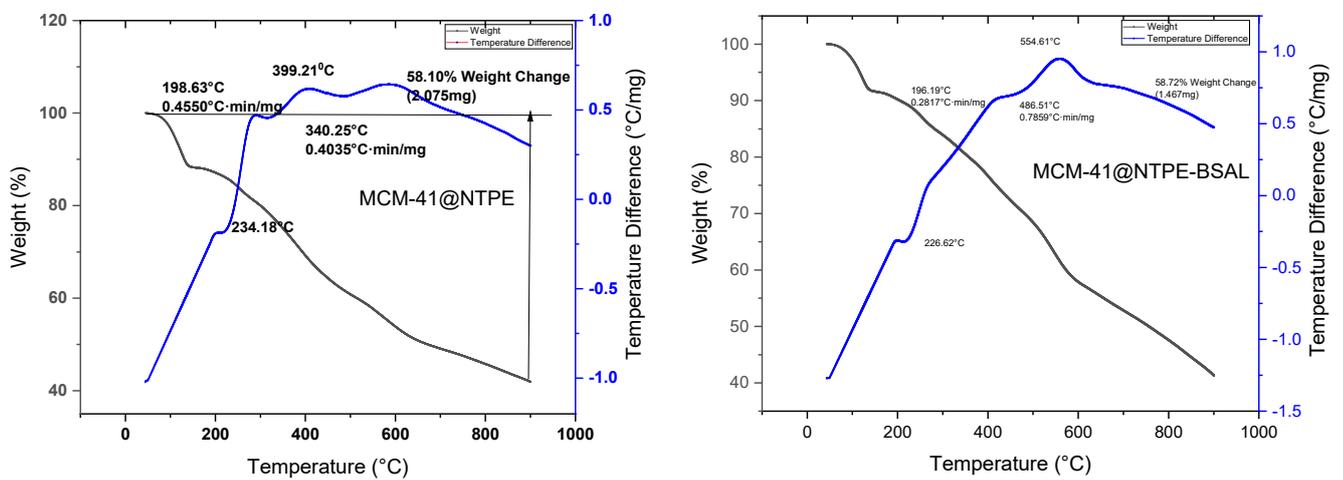
**Figure 7:** EDX analysis of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.



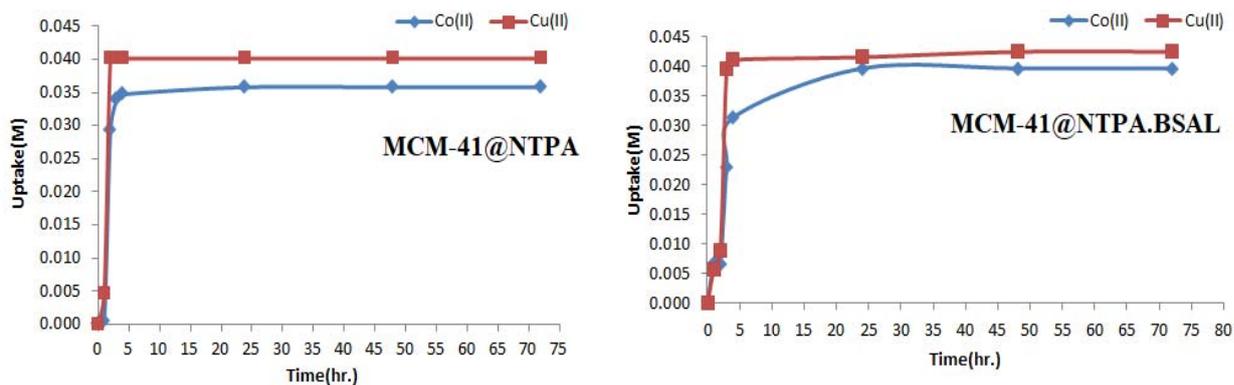
**Figure 8:** TEM images of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL at different scales.



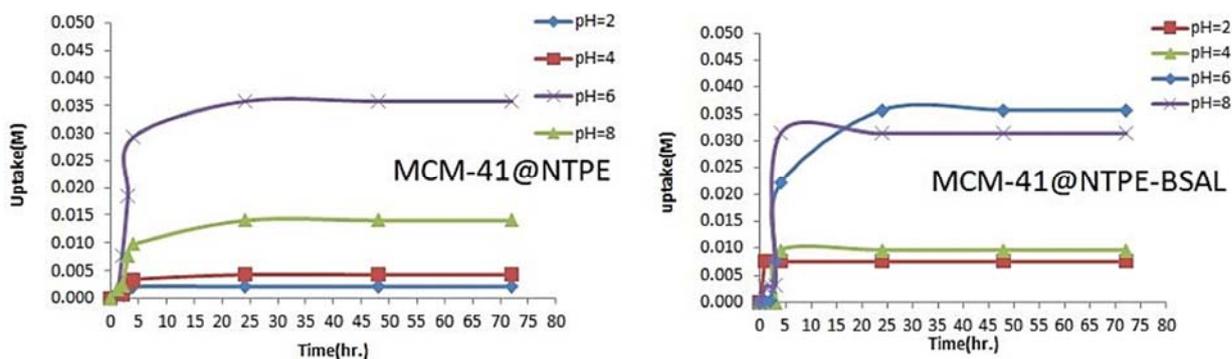
**Figure 9:** AFM 2D (on the left) and 3D (on the right) micrographs of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.



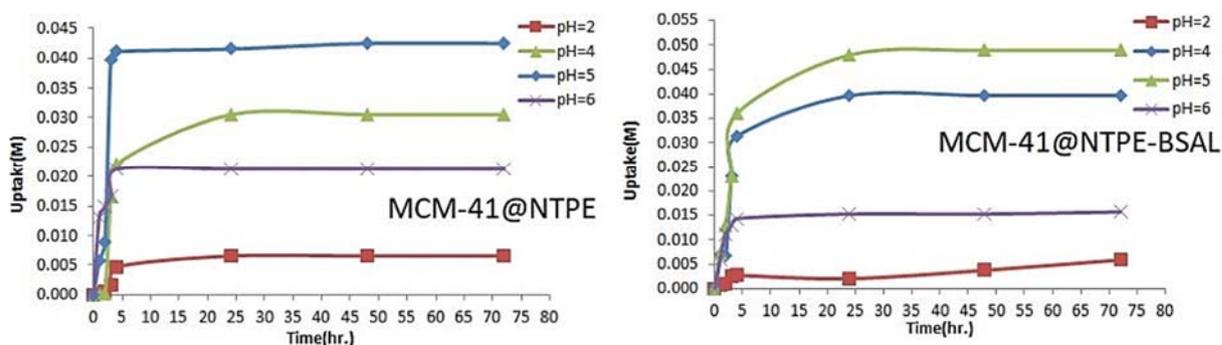
**Figure 10:** TGA-DTA plots of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.



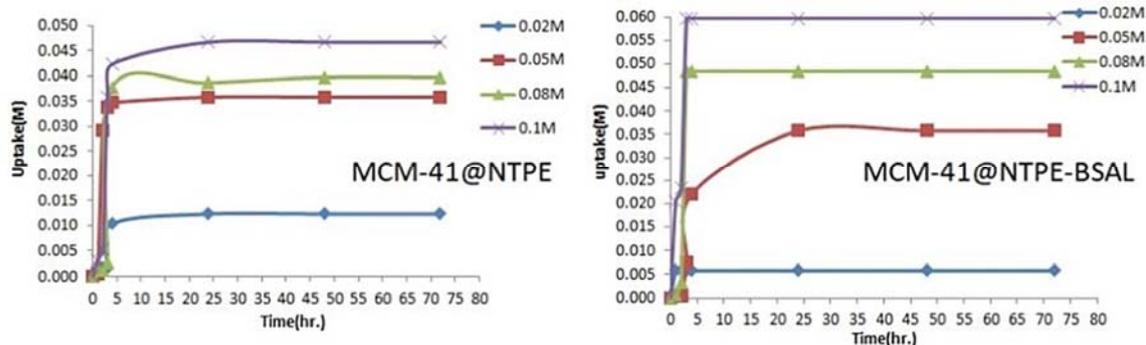
**Figure 11:** The Co(II) and Cu(II) ions uptake by MCM-41@NTPA and MCM-41@NTPA-BSAL ligand systems versus time.



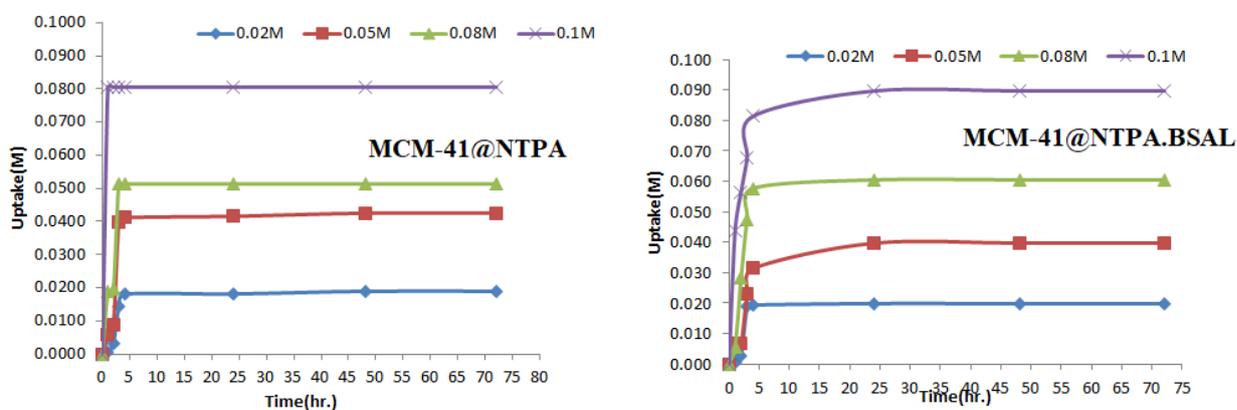
**Figure 12:** The Co(II) ions uptake by MCM-41@NTPA and MCM-41@NTPA-BSAL at various pHs.



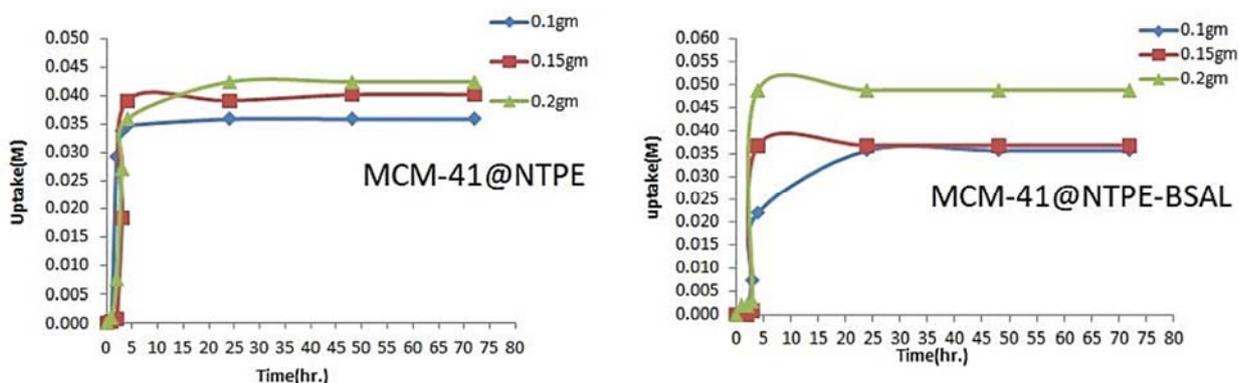
**Figure 13:** Cu(II) ions uptake by MCM-41@NTPA and MCM-41@NTPA-BSAL at various pHs.



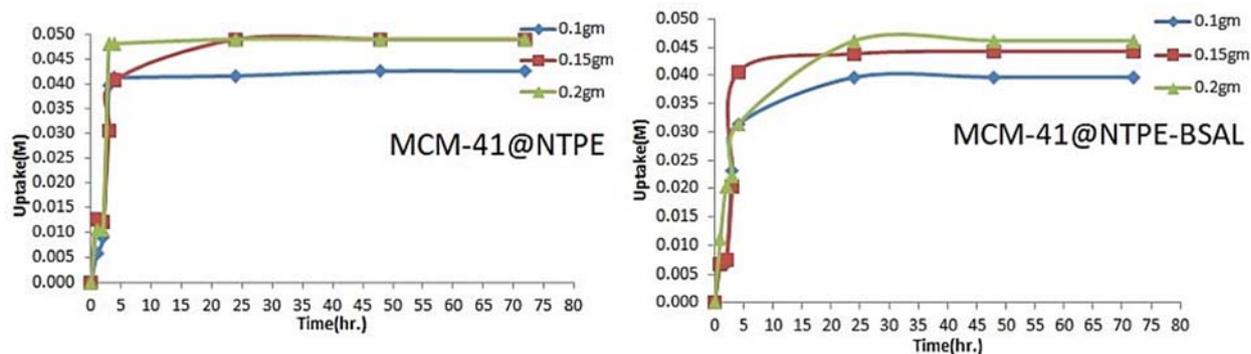
**Figure 14:** The uptake of Co(II) ions by MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL at various initial concentrations



**Figure 15:** Cu(II) ions uptake by MCM-41@NTPA and MCM-41@NTPA.BSAL at various initial concentrations.



**Figure 16:** The uptake of Co(II) ions for various masses of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.



**Figure 17:** The uptake of Cu(II) ions for various masses of MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.

**Table 1.** AFM parameters for MCM-41@NTPE and MCM-41@NTPE-BSAL.

Sample	Average roughness(Ra)	Root square roughness (Rrms)	Average height (SZ)
MCM-41@NTPE	1.161 nm	1.585 nm	12.09 nm
MCM-41@NTPE-BSAL	429.4 pm	760.8 pm	9.201 nm

**Table 2.** Comparison of various adsorbents for ions adsorption.

Maximum uptake (mmol M <sup>2+</sup> /g ligand)	Metals ions		Ref.
	Cu(II)	Co(II)	
	2.31	1.73	(El-Ashgar <i>et al.</i> , 2007)
	2.4	2	(El-Kurd <i>et al.</i> , 2005)
	1.6	0.9	(El-Nahhal, El-Ashgar, <i>et al.</i> , 2003)
	1.65	1.52	(El-Nahhal, El-Shetary, <i>et al.</i> , 2003)
	21	17.5	Present work (MCM-41@NTPE)
	23	18	Present work (MCM-41@NTPE-BSAL)

ANÁLISE DA INCERTEZA NA DETERMINAÇÃO DO RAIOS CRÍTICO DE GUINADA  
UTILIZANDO SIMULAÇÃO DE MONTE CARLOANALYSIS OF UNCERTAINTY IN THE DETERMINATION OF THE CRITICAL YAW  
RADIUS USING MONTE CARLO SIMULATION**Isaac Newton Lima da Silva\****Seção de Engenharia Legal. Instituto Geral de Perícias do Rio Grande do Sul, Brasil.**Escola Politécnica da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, Brasil.***Éder Fernandes***Universidade do Vale do Rio dos Sinos, Brasil.***Henrique Gonzaga***Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial – SENAI, Brasil.**\* Autor correspondente**e-mail: inls.perito@gmail.com*

Received 03 March 2024; received in revised form 06 April 2024; accepted 24 April 2024

**RESUMO**

**Introdução:** A velocidade de um veículo em curva pode ser estimada pela análise das marcas de guinada, que indicam sua orientação em torno do eixo vertical. Quando ultrapassa a "velocidade crítica", o veículo escorrega lateralmente, evidenciado pela oscilação dos pneus traseiros em relação aos dianteiros. **Objetivo:** Apresentar uma metodologia de reconstrução de acidentes de guinada, com análise das incertezas. **Métodos:** Utiliza-se um software de simulação de Monte Carlo para abordar as incertezas na determinação da velocidade crítica de guinada em veículos. O raio de curvatura é calculado considerando a corda, flecha média e bitola do veículo, enquanto a via é caracterizada pela superelevação negativa e coeficiente de atrito específico. A simulação modela variáveis de entrada com distribuições probabilísticas, analisando incertezas relacionadas a características da via, do veículo, condições ambientais e erros de medição. **Resultados:** Os resultados fornecem uma avaliação detalhada das incertezas envolvidas na determinação da velocidade crítica de guinada, destacando a importância de uma abordagem probabilística para garantir uma avaliação mais realista e confiável da segurança veicular. **Discussão:** Avaliar as incertezas de medição exige considerar o coeficiente de sensibilidade para garantir uma análise precisa e abrangente das fontes de incerteza. **Conclusões:** O estudo destaca a importância de analisar e controlar variáveis críticas, como raio de curvatura e coeficiente de atrito, para determinar com precisão a velocidade crítica de guinada e garantir medidas confiáveis de segurança veicular.

**Palavras-chave:** *Marca de guinada; Velocidade crítica; Guinada; Reconstrução de acidentes.*

**ABSTRACT**

**Background:** The speed of a vehicle in a curve can be estimated by analysing yaw marks, which indicate its orientation around the vertical axis. When it exceeds the "critical speed," the vehicle slides laterally, evidenced by the oscillation of the rear tires relative to the front ones. **Aim:** To present a methodology for reconstructing yaw accidents, with an analysis of uncertainties. **Methods:** This article uses Monte Carlo simulation software to address uncertainties in determining the critical yaw speed of vehicles. The radius of curvature is calculated considering the chord, average arrow, and vehicle gauge, while the road is characterized by negative superelevation and specific friction coefficient. The simulation models input variables with probabilistic distributions, analysing uncertainties related to road characteristics, vehicle properties, environmental conditions, and measurement errors. **Results:** The simulation results provide a detailed assessment of the uncertainties involved in determining the critical yaw speed, highlighting the importance of a probabilistic approach to ensure a more realistic and reliable assessment of vehicular safety. **Discussion:** When evaluating measurement uncertainties, it is essential to consider the sensitivity coefficient to ensure a precise and comprehensive analysis of uncertainty sources. **Conclusions:** This study highlights the importance of analysing and controlling critical variables, such as the radius of curvature and friction coefficient, to accurately determine the critical yaw speed and ensure reliable vehicular safety measures.

**Keywords:** *Yaw mark; Critical speed; Yaw; Accident reconstruction.*

## 1. INTRODUÇÃO:

Este artigo apresenta uma metodologia utilizada na reconstrução de acidentes envolvendo guinada, além de uma análise sobre as incertezas envolvidas. Um método comumente empregado para estimar a velocidade de um veículo em curva é a análise das marcas de guinada. A guinada refere-se à orientação de um veículo, indicando que mesmo está girando em torno de seu eixo vertical, enquanto se desloca ao longo de sua trajetória (Kwasnoski, 2003). Quando um veículo ultrapassa a "velocidade crítica", ele começa a escorregar lateralmente (Glennon, 2006). Nessa circunstância, os pneus traseiros oscilam até se afastarem mais do que os pneus dianteiros ao fazerem a curva para dentro (Johnson e Imwinkelried, 2019).

Usando um software específico baseado em simulação de Monte Carlo, o presente artigo aborda as incertezas relacionadas à determinação da velocidade crítica de guinada em veículos automotivos. O raio de curvatura da trajetória é calculado considerando a corda e a flecha média, com ajuste pela bitola do veículo, enquanto a via é caracterizada pela presença de superelevação negativa e um coeficiente de atrito específico para asfalto seco.

A simulação de Monte Carlo é empregada para modelar as variáveis de entrada com distribuições probabilísticas, permitindo uma análise abrangente das incertezas associadas ao processo de determinação da velocidade crítica de guinada. Diversos parâmetros são considerados, incluindo as características da via, as propriedades do veículo, as condições ambientais e os possíveis erros de medição.

Os resultados da simulação fornecem uma avaliação detalhada das incertezas envolvidas na determinação da velocidade crítica de guinada, destacando a importância de uma abordagem probabilística para garantir uma avaliação mais realista e confiável da segurança veicular. Essa análise aprofundada pode ser crucial para o desenvolvimento de estratégias de controle de estabilidade mais robustas e para a tomada de decisões mais informadas em relação à segurança automotiva.

A velocidade crítica de guinada, também conhecida como velocidade de derrapagem lateral crítica ou velocidade limite de curva, é um conceito importante na dinâmica veicular que representa a velocidade máxima em que um veículo pode curvar sem perder o controle e

derrapar. Em outras palavras, é a velocidade na qual a força centrífuga gerada pela curva se equilibra com a capacidade de aderência dos pneus ao pavimento.

Quando um veículo se desloca em uma curva, a força centrífuga tende a empurrá-lo para fora da trajetória curva, enquanto a força de aderência dos pneus ao solo (determinada pelo coeficiente de atrito entre os pneus e o pavimento) tenta manter o veículo na curva. A velocidade crítica de guinada é alcançada quando essas duas forças se equilibram, e o veículo começa a derrapar lateralmente (Struble e Struble, 2020).

O raio de curvatura da trajetória, a inclinação da pista (superelevação), as características dos pneus (coeficiente de atrito) e a distribuição de peso do veículo são alguns dos principais fatores que influenciam a velocidade crítica de guinada. É importante notar que a velocidade crítica de guinada pode variar de acordo com as condições do pavimento (seco, molhado, gelado), tornando-se um parâmetro essencial para a segurança veicular, especialmente em situações de condução em curvas ou manobras evasivas. Portanto, seu cálculo e compreensão são fundamentais para o desenvolvimento de sistemas de controle de estabilidade e para a condução segura de veículos.

Na expressão da velocidade crítica de guinada,  $\mu$  representa a demanda de atrito entre os pneus e a estrada (fator de arrasto),  $g$  a aceleração da gravidade ( $m/s^2$ ) e  $R$  o raio da trajetória de guinada (m).

$$V = \sqrt{\mu * g * R} \quad (\text{Eq. 1})$$

Ao considerarmos a superelevação das curvas da estrada, a equação se transforma em:

$$V = \sqrt{(\mu \pm e) * g * R} \quad (\text{Eq. 2})$$

Em que "e" seria a tangente do ângulo de superelevação. Além disso, o trecho pode ser de aclive ou declive, que pode ser considerado na expressão, da mesma forma anterior.

## 2. MATERIAIS E MÉTODOS:

### 2.1. Materiais

- Software: Niewtun® Crash Reconstruction Companion
- Veículo simulado: Pickup genérica de médio porte
- Superfície da estrada: Asfalto seco, livre de contaminação

### 2.2. Métodos

#### 2.2.1. Obtenção do raio crítico de guinada

Medir o raio crítico a partir da corda e da flecha pode apresentar alguns problemas e limitações (Žuraulis, Levulytė e Sokolovskij, 2016) que são importantes considerar.

A precisão da medição da corda e da flecha pode não ser suficiente para determinar com exatidão o raio crítico, especialmente em curvas muito fechadas ou em situações com variações na superfície da pista, o que pode resultar em resultados inconsistentes na determinação do raio crítico devido à variação da flecha média ao longo da curva, especialmente em curvas não ideais ou em superfícies irregulares. Além disso, o tamanho do veículo pode influenciar a precisão da medição, levando a estimativas incorretas do raio crítico. Em curvas muito complexas ou com múltiplos pontos de referência na pista, as limitações na medição da corda e da flecha podem tornar o processo impraticável ou impreciso.

Portanto, é importante considerar esses problemas ao utilizar a medição da corda e da flecha para determinar o raio crítico, e pode ser necessário recorrer a métodos mais precisos e confiáveis, como o uso de equipamentos de medição apropriados ou a análise de dados de sensores embarcados no veículo.

Assim, neste trabalho nos propomos a analisar as incertezas nas diversas medidas presentes em eventos envolvendo derrapagem ou guinda, desde o processo de medição de "R", como na aplicação da Equação 2.

#### 2.2.2. Determinação do "R" na fórmula da velocidade de guinada

A fim de aplicar a fórmula da velocidade crítica, é necessário que um especialista determine o raio (R) da marca de guinada. Para encontrar esse raio, o especialista deve medir a corda e a flecha média da marca.

O raio da marca de guinada é determinado medindo a corda "C" e a flecha

média "M" na marca de guinada. O raio de uma marca de guinada é encontrado pela seguinte equação:

$$R = \frac{C^2}{8*M} + \frac{M}{2} \quad (\text{Eq. 3})$$

Onde:

- R representa o raio da curva;
- C representa a corda;
- M representa a flecha média.

A equação para encontrar o raio de uma marca de guinada pode ser ajustada para levar em conta o tamanho do veículo:

$$R = R - \frac{B}{2} \quad (\text{Eq. 4})$$

Onde B é a bitola do veículo em questão.

#### 2.2.3. Determinação do coeficiente de atrito

Na fórmula da velocidade crítica, o  $\mu$  representa o coeficiente de atrito do veículo em relação à estrada. Para aplicar essa fórmula, é essencial que o especialista também determine o coeficiente específico para o veículo. O coeficiente de atrito representa a desaceleração dos pneus de um veículo ao deslizar sobre uma superfície.

Ao deslizar de uma superfície para outra, como do asfalto para a sujeira ou grama, as forças de arrasto podem sofrer alterações substanciais. Portanto, é necessário determinar o fator de arrasto para cada superfície envolvida na ação de guinada. No caso em estudo, considerou-se uma pickup média (genérica). A superfície asfáltica estava seca e livre de contaminações, em geral. Dessa forma, adotou-se um coeficiente de atrito próprio para os tipos de veículo e superfície da via como de 0,70 +/- 0,05 (Irueta, 1996; Fricke, 2010).

#### 2.2.4. A incerteza nas medições

A incerteza nos valores das medidas produz incerteza no resultado final do cálculo através de um processo complicado de propagação. O método de Monte Carlo gera valores aleatórios, dentro da faixa de desvio para cada medida parcial envolvida, utilizando uma distribuição Gaussiana, de modo a trabalhar com as incertezas dos respectivos valores.

Quando as incertezas das fontes de

entrada do mensurando são correlacionadas, a incerteza-padrão combinada  $uc(y)$  é estimada a partir da equação:

$$uc(y)^2 = \left(\frac{\partial y}{\partial x_i}\right)^2 * u(x_i)^2 \quad (\text{Eq. 5})$$

Onde o primeiro termo da direita é conhecido por coeficientes de sensibilidade do mensurando (ao quadrado), e  $u(x_i)$  é a incerteza da medição correspondente. Essa expressão é utilizada para o caso de entradas não correlacionadas (Bolton, 1996; GUM, 2008).

## 2.5. Estudo de caso

O estudo de caso em pauta foi adaptado de Daily *et al* (2006), na seção 13.7. Trata-se de uma derrapagem de uma pickup, ocorrida em 2003, em condição de curva severa à esquerda, em uma via cuja velocidade máxima era de 56 km/h. O acidente atendia às condições de velocidade crítica de guinada e, portanto, os modelos físicos aqui apresentados puderam ser utilizados. As medições obtidas no local dos fatos:

Na medição do raio crítico:

- Corda = 9,14 +/- 0,05 m;
- Flecha = 0,08 +/- 0,01 m;
- Bitola = 1,65 m.

Na velocidade:

- Atrito = 0,70 +/- 0,05;
- Inclinação = 10% ou 6° +/- 0,5°;
- Superelevação = 7% ou 4° +/- 0,5°.

Para realizar as análises aqui apresentadas, utilizamos o software Niewtun ® Crash Reconstruction Companion. O software realiza uma simulação de Monte Carlo com 10.000 iterações, o qual considera distribuição Gaussiana para as incertezas de entrada, buscando a incerteza combinada resultante, a partir das incertezas de cada medição indireta. A análise no cálculo do raio crítico é apresentada na Figura 1.

O procedimento de cálculo com o objetivo de determinar a faixa de velocidade de tráfego da pickup do caso em estudo, na iminência da saída da pista, utilizou a metodologia da velocidade crítica em derrapagem, conforme Equação 2. A análise no cálculo da velocidade de guinada é apresentada na Figura 2.

Resumo dos materiais utilizados:

1. Software: Niewtun ® Crash Reconstruction Companion;
2. Veículo: Pickup genérica de médio porte;
3. Superfície: asfalto seco, livre de contaminação;
4. Demais condições: conforme Daily *et al* (2006).

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO:

### 3.1 Resultados

A análise no cálculo do raio crítico é apresentada na Figura 1. O procedimento de cálculo com o objetivo de determinar a faixa de velocidade de tráfego da pickup do caso em estudo, na iminência da saída da pista, utilizou a metodologia da velocidade crítica em derrapagem, conforme a Equação 2.

O Raio Crítico foi calculado em:  $130.4 \pm 18.6$ (m) para 95% de confiabilidade.

A análise no cálculo da velocidade de guinada é apresentada na Figura 2.

### 3.2. Discussões

Observa-se nas Tabelas 1 e 2 que, para melhorarmos o resultado no cálculo do raio crítico, antes teremos que melhorar a medição da flecha. Para a velocidade de guinada, a incerteza no raio crítico mostrou-se o termo mais significativo.

Embora o presente trabalho discuta um evento real, não há uma validação da velocidade exata do veículo, no momento da saída de pista, para confronto com a metodologia proposta. Em pesquisas futuras, é necessário abordar situações em que a velocidade real do veículo seja conhecida, permitindo a comparação dos resultados usando múltiplas metodologias. Esse enfoque visa proporcionar uma compreensão mais profunda dos fenômenos envolvidos em eventos de derrapagem e melhorar a precisão e a confiabilidade das técnicas de reconstrução de acidentes.

Essa análise aprofundada pode ser crucial para o desenvolvimento de estratégias de controle de estabilidade mais robustas e para a tomada de decisões mais informadas em relação à

segurança automotiva.

### 3.2.1. Trabalhos futuros

Embora o presente trabalho discuta um evento real, não há uma validação da velocidade exata do veículo, no momento da saída de pista, para confronto com a metodologia proposta. Em pesquisas futuras, é necessário abordar situações em que a velocidade real do veículo seja conhecida, permitindo a comparação dos resultados usando múltiplas metodologias. Esse enfoque visa proporcionar uma compreensão mais profunda dos fenômenos envolvidos em eventos de derrapagem e melhorar a precisão e a confiabilidade das técnicas de reconstrução de acidentes.

A inclusão no futuro de outras variáveis como condições climáticas, condições de manutenção do veículo e rodovia, comportamento do motorista também poderão ser computadas elevando a precisão do método.

## 4. CONCLUSÕES:

A determinação da incerteza e sensibilidade no cálculo da velocidade crítica de guinada é crucial para uma análise abrangente e precisa da segurança veicular em curvas e manobras críticas. Durante este estudo, foi possível identificar e quantificar as principais fontes de incerteza que influenciam a determinação da velocidade crítica, como o raio de curvatura da trajetória, a superelevação da pista, o coeficiente de atrito dos pneus e a superelevação.

Ao analisar a sensibilidade das variáveis envolvidas no cálculo da velocidade crítica, foi observado que certos parâmetros têm um impacto significativo na incerteza da medição, enquanto outros têm uma influência mais limitada. Isso destaca a importância de identificar e controlar adequadamente as variáveis mais sensíveis para garantir resultados de medição mais confiáveis e precisos.

Além disso, a abordagem probabilística adotada neste estudo, utilizando técnicas como a simulação de Monte Carlo, permitiu uma avaliação mais realista das incertezas associadas ao processo de determinação da velocidade crítica. Isso proporcionou percepções valiosas para uma correta interpretação do evento, em investigações forenses de acidentes automobilísticos envolvendo guinada.

Em conclusão, a análise da incerteza e sensibilidade no cálculo da velocidade crítica de guinada é essencial para a investigação de acidentes de trânsito envolvendo eventos com derrapagem. Este estudo destaca a importância de uma abordagem abrangente e rigorosa na avaliação das incertezas de medição, visando melhorar continuamente os padrões de relatórios técnicos de ocorrências de trânsito. Ademais, o software e a metodologia aqui adotados possibilitaram a apresentação cientificamente correta e rigorosa dos dados.

## 5. DECLARAÇÕES

### 5.1. Limitações do Estudo

Os autores reconhecem algumas limitações deste estudo, especialmente variáveis que não foram levadas em consideração na modelagem matemática, de tal forma que ressaltamos:

- O estudo de caso é baseado em um único acidente envolvendo uma pickup, o que aponta a necessidade de ajustes para outros casos envolvendo outros tipos de veículos ou cenários de acidentes.
- As variáveis de entrada para a simulação de Monte Carlo, como o coeficiente de atrito e os ângulos de inclinação e superelevação, possuem limites e podem não representar todas as condições possíveis encontradas em acidentes reais.
- A precisão das medições da corda e da flecha utilizadas para calcular o raio crítico não é discutida em detalhes, o que pode afetar a incerteza dos resultados.
- O estudo se concentra principalmente na análise de incerteza e sensibilidade, mas não aborda extensivamente a validação do modelo ou a comparação com dados experimentais.
- O estudo não considera a influência de fatores ambientais, como vento, chuva ou visibilidade reduzida, que podem afetar a dinâmica do veículo e a ocorrência de acidentes.
- A aplicabilidade da metodologia proposta para a reconstrução de acidentes pode ser limitada em casos onde as marcas de derrapagem não estão claramente visíveis ou são difíceis de medir com precisão.
- O estudo não aborda as implicações legais ou as considerações práticas relacionadas

ao uso da análise de incerteza na reconstrução de acidentes para fins forenses ou de segurança viária.

- A metodologia apresentada requer conhecimentos especializados e software específico, o que pode limitar sua adoção generalizada por profissionais da área de reconstrução de acidentes.

## 5.2. Fonte de financiamento

Esta pesquisa foi financiada pelos autores.

## 5.3. Conflitos de Interesse

Não há conflito de interesse a declarar.

## 5.4. Open Access

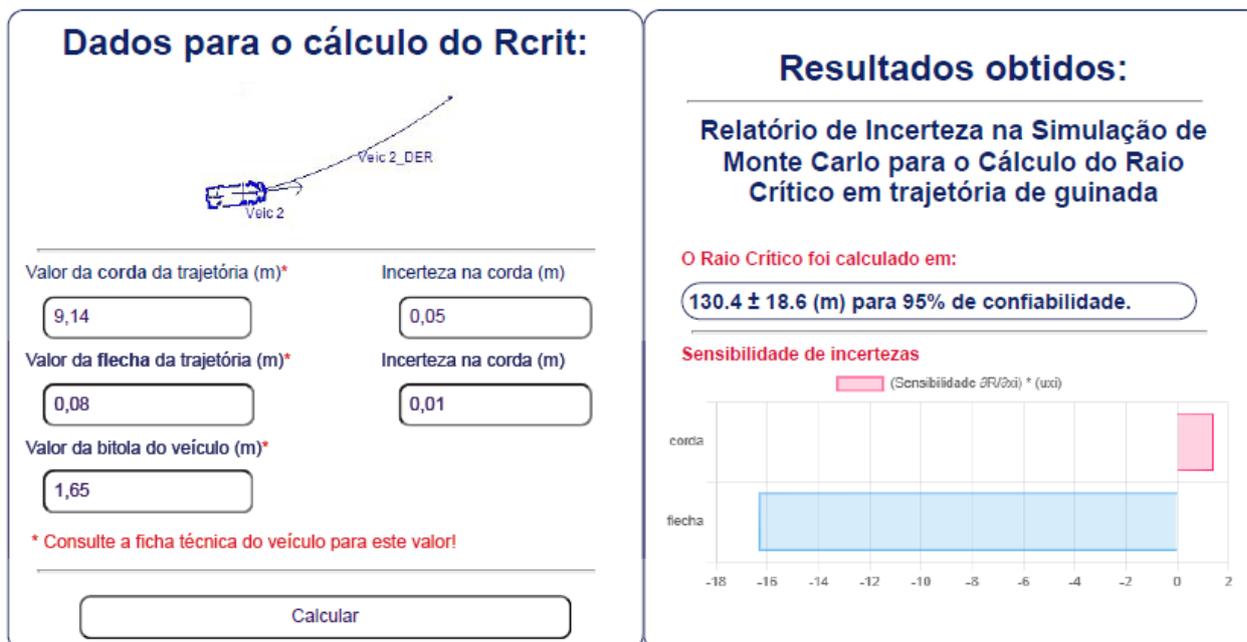
Este artigo está licenciado sob uma Licença Internacional Creative Commons Atribuição 4.0 (CC BY 4.0), que permite o uso, compartilhamento, adaptação, distribuição e reprodução em qualquer meio ou formato, desde que você dê o devido crédito ao (s) autor (es) original (is) e a fonte, forneça um link para a licença Creative Commons e indique se foram feitas alterações. As imagens ou outro material de terceiros neste artigo estão incluídos na licença Creative Commons do artigo, a menos que indicado de outra forma em uma linha de crédito para o material. Se o material não estiver incluído na licença Creative Commons do artigo e seu uso pretendido não for permitido por regulamentação legal ou exceder o uso permitido, você precisará obter permissão diretamente do detentor dos direitos autorais. Para ver uma cópia desta licença, visite <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

## 6. REFERÊNCIAS:

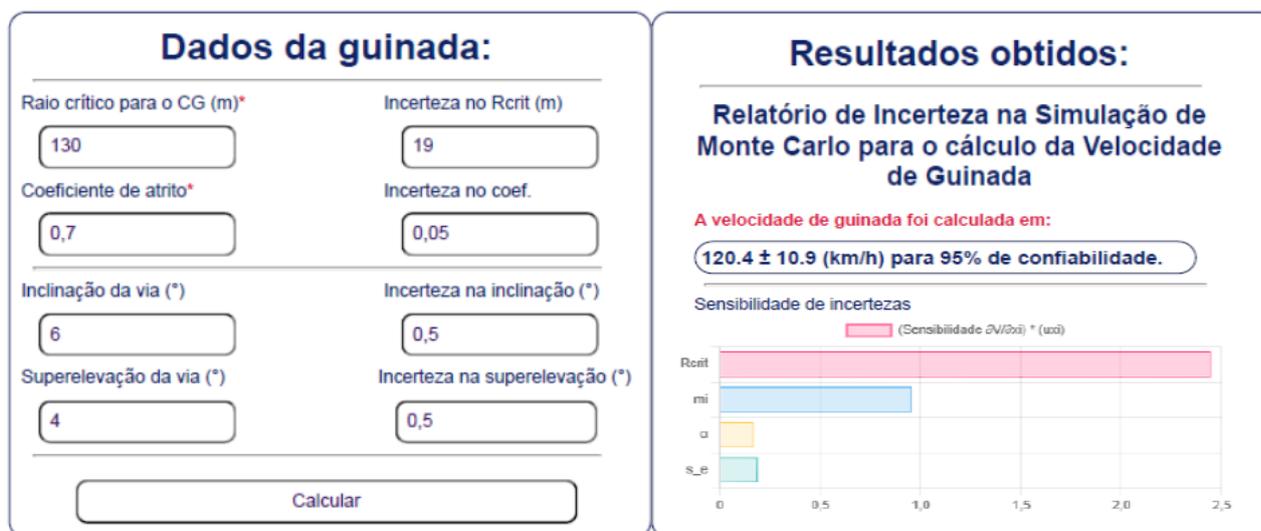
1. Kwasnoski, John (2003). Crash reconstruction basics for prosecutors:

targeting hardcore impaired drivers. *National District Attorneys Association*, 1(21).

2. Glennon, C. J. (2006). Calculating Critical Speed - A Motor-vehicle crash Reconstruction Method Fraught with Error. Retrieved from <http://crashforensics.com>.
3. Johnson, Elliot, Imwinkelried, E. J. (2019). Forensics Commentary Accident Reconstruction: The Estimation of Speed Based on Yaw Mark Analysis. *Criminal Law Bulletin*, 55(3).
4. Struble, D. E., Struble, J. D. (2020). Automotive Accident Reconstruction. CRC Press.
5. Žuraulis, V., Levulytė, L., Sokolovskij, E. (2016). Vehicle Speed Prediction from Yaw Marks Using Photogrammetry of Image of Traffic Accident Scene. *In Procedia Engineering* (Vol. 134, pp. 89–94). Elsevier BV.
6. Fricke, B. L. (2010). B. Traffic Crash Reconstruction. *Northwestern University Center for Public Safety*.
7. Irureta, A. V. (1996). Accidentologia Vial y Pericia. *Ediciones La Rocca*.
8. Bolton, W. (1996). Instrumentação e Controle. Ed. Hemus.
9. Avaliação de dados de medição: Guia para a expressão de incerteza de medição – GUM 2008. INMETRO/CICMA/SEPIN.
10. Daily, J., Shigemura N., Daily, J. (2006). Fundamentals of Traffic Crash Reconstruction. *Institute of Police Technology*.



**Figura 1.** Resultado da incerteza no raio crítico de guinada calculado, para as incertezas parciais utilizadas. Fonte: o autor



**Figura 2.** Resultado da incerteza na velocidade de guinada calculada, para as incertezas parciais utilizadas. Fonte: o autor

**Tabela 1:** No cálculo do raio crítico.

<b>Grandeza</b>	<b>Coefficiente de sensibilidade <math>\partial R / \partial x_i</math></b>	<b>Incerteza <math>u(x_i)</math></b>	<b>Produto</b>
<b>Corda</b>	28.56	0.05	1.428
<b>Flecha</b>	-1631.10	0.01	-16.311

**Tabela 2:** No cálculo da velocidade de guinada.

<b>Grandeza</b>	<b>Coefficiente de sensibilidade <math>\partial V / \partial x_i</math></b>	<b>Incerteza <math>u(x_i)</math></b>	<b>Produto</b>
<b>Rcritico</b>	0.13	19	2.446
<b>Coef. Atrito</b>	19.12	0.05	0.956
<b>Inclinação</b>	0.34	0.5	0.169
<b>Superelevação</b>	0.38	0.5	0.188

EXPLORANDO A CARREIRA E CONTRIBUIÇÕES DE JOSÉ RIBAMAR: UMA ENTREVISTA COM O PRESIDENTE DO CFQ

EXPLORING THE CAREER AND CONTRIBUTIONS OF JOSÉ RIBAMAR: AN INTERVIEW WITH THE PRESIDENT OF CFQ

Dr. José de Ribamar Oliveira Filho<sup>1</sup>

*Federal Chemistry Council. Brazil.*

Luis Alcides Brandini De Boni<sup>2\*</sup>

*Araucária Scientific Association. Brazil*

*\* Corresponding author  
e-mail: labdeboni@gmail.com*

Recebido em 23 de maio de 2024 – A versão 1.0 da tradução foi concluída em junho de 2024.



**NOTA:** Versão da transcrição e da tradução. 1.0.

Prezados amigos, a transcrição da entrevista foi feita por máquina e posteriormente revisada. Temos consciência de que existem imperfeições. Se você deseja colaborar com melhorias, entre em contato conosco pelo e-mail [journal.tq@gmail.com](mailto:journal.tq@gmail.com).

## RESUMO:

**Antecedentes:** A entrevista com o professor José de Ribamar, conduzida por Luís de Boni, aborda diversos aspectos de sua carreira e contribuições para a química no Brasil. A conversa inclui suas experiências em ensino, pesquisa e administração universitária, além de sua atuação como Presidente do Conselho Federal de Química (CFQ). **Objetivos:** O objetivo principal da entrevista é destacar as conquistas e desafios do Professor Ribamar ao longo de sua carreira e explorar seus pontos de vista sobre a química e seu impacto no desenvolvimento científico e educacional no Brasil. **Métodos:** A entrevista foi realizada no formato de perguntas e respostas, permitindo ao Professor Ribamar compartilhar suas experiências e insights de maneira detalhada e pessoal. A entrevista foi gravada, transcrita e está disponível em formato de texto e vídeo. **Resultados:** O professor Ribamar detalhou sua trajetória acadêmica e profissional, incluindo sua graduação e pós-graduação em química, suas contribuições como professor da Universidade Federal do Maranhão (UFMA) e suas iniciativas como coordenador de curso e chefe de departamento. Ele também discutiu o impacto de sua pesquisa e sua visão para o futuro da química, enfatizando a importância da inteligência artificial e dos algoritmos na previsão de modelos químicos. **Discussão:** A entrevista forneceu uma visão abrangente das contribuições do Professor Ribamar para a química no Brasil. Ele enfatizou a importância da educação e da pesquisa contínua para o avanço científico, bem como a necessidade de adaptação às novas tecnologias. A discussão também abordou os desafios que a comunidade científica enfrenta e a importância da colaboração interdisciplinar. **Conclusão:** O professor José Ribamar promoveu e desenvolveu significativamente a química no Brasil na academia e na administração pública. A sua carreira ilustra a importância da dedicação à educação e à investigação, e as suas reflexões oferecem lições valiosas para as futuras gerações de cientistas e educadores. A entrevista serve como uma prova de seu impacto duradouro na comunidade científica.

**Palavras-chave:** *José de Ribamar Oliveira Filho, Ensino de Química, Conselho Federal de Química (CFQ), Colaboração Interdisciplinar, Sustentabilidade.*

## ABSTRACT

**Background:** The interview with Professor José de Ribamar, conducted by Luís de Boni, addresses various aspects of his career and contributions to chemistry in Brazil. The conversation includes his experiences in

teaching, research, and university administration, as well as his role as President of the Federal Council of Chemistry (CFQ). **Aims:** The primary aim of the interview is to highlight Professor Ribamar's achievements and challenges throughout his career, and to explore his views on chemistry and its impact on scientific and educational development in Brazil. **Methods:** The interview was conducted in a question-and-answer format, allowing Professor Ribamar to share his experiences and insights in a detailed and personal manner. The interview was recorded, transcribed, and is available in both text and video formats. **Results:** Professor Ribamar detailed his academic and professional journey, including his undergraduate and graduate studies in chemistry, his contributions as a professor at the Federal University of Maranhão (UFMA), and his initiatives as a course coordinator and department head. He also discussed the impact of his research and his vision for the future of chemistry, emphasizing the importance of artificial intelligence and algorithms in predicting chemical models. **Discussion:** The interview provided a comprehensive overview of Professor Ribamar's contributions to chemistry in Brazil. He emphasized the importance of education and ongoing research for scientific advancement, as well as the need to adapt to new technologies. The discussion also addressed the challenges the scientific community faces and the importance of interdisciplinary collaboration. **Conclusion:** Professor José Ribamar has significantly promoted and developed chemistry in Brazil in academia and public administration. His career illustrates the importance of dedication to education and research, and his reflections offer valuable lessons for future generations of scientists and educators. The interview serves as a testament to his lasting impact on the scientific community.

**Keywords:** José de Ribamar Oliveira Filho, Chemistry Education, Federal Chemistry Council (CFQ), Interdisciplinary Collaboration, Sustainability.

**Luís:** Boa tarde, professor Ribamar. Como vai o senhor?

**Dr. Ribamar:** Muito bem, ainda mais agora, na sua presença, compartilhando com vocês tudo de bom. Antes de começar quero manifestar minha solidariedade aos irmãos gaúchos e que o sistema, CFQ, CRQ, temos capilaridade nas 27 unidades da federação brasileira. Somos representados por 21 Conselhos Regionais localizados em cada estado, abrangendo todas as nossas unidades da federação. Existe um conselho, por exemplo, que representa quatro estados, como é o caso do Amazonas. Então, temos representação em todas as unidades da federação brasileira, reiterando.



**Foto:** José de Ribamar Oliveira Filho. 2024.

**Luís:** Agradeço e, como gaúcho, agradeço todo o apoio que estamos recebendo dos nossos

irmãos. Na nossa perspectiva, como moramos no extremo Sul, chamamos eles de irmãos do Norte, mas para nós é Norte de Santa Catarina em diante. E toda ajuda é muito bem vinda. Nosso estado foi duramente atingido. Mas vamos voltar...

**Dr. Ribamar:** Luís, só quero complementar se você permitir.

**Luís:** Claro, por favor.

**Dr. Ribamar:** Em relação à nossa preocupação, estamos mobilizados. Os 21 conselhos que representam as 27 unidades da nossa federação estão juntos, emanando em tudo. Estamos todos mobilizados para fazer o máximo possível pelos nossos irmãos e já começamos a doar, fazendo tudo o que está ao nosso alcance.

Dentro de alguns dias teremos nossa plenária, e eles trarão novidades de cada um de seus estados. São 22 assessores que vão trazer novidades e dar algumas ideias novas para que possamos ser mais eficazes nessa assistência e avançar para coisas mais práticas e visíveis.

É isso que quero esclarecer aos nossos irmãos lá no Rio Grande do Sul. Estive lá recentemente inaugurando a sede da quinta região, sede do Conselho Regional de Química, através do Dr. Fallavena (Paulo Roberto Bello Fallavena).

E nós, através deste Conselho e dos bancos, iremos prestar-vos a máxima

solidariedade. Isso é o que digo de coração.

**Luís:** Muito obrigado, professor. Espero que nossos irmãos de Porto Alegre estejam bem. Porto Alegre é uma cidade enorme, afetada por chuvas e enchentes. A cidade onde estou, graças a Deus, foi minimamente afetada, mas outras foram no sentido contrário.

E se o senhor me permitir...

Vamos voltar à nossa entrevista?

**Dr. Ribamar:** Vamos.

**Luís:** Porque não consigo falar muito sobre isso. Pelo menos não agora. Daqui a um ou dois anos...

**Dr. Ribamar:** Porto Alegre voltará a ser Porto Alegre e muito mais Alegre do que antes.

**Luís:** Definitivamente. Será uma cidade melhor depois disso. Já era uma cidade muito boa.

Hoje temos a excelente oportunidade de entrevistar o Professor José Ribamar. Muito obrigado por nos receber.

Deixe-me concentrar aqui. Eu te disse que não sou repórter, mas vamos fazer o nosso melhor. Inicialmente, vou apenas ler uma declaração sobre nossa entrevista.

Nossa entrevista será publicada em Português pelo Periódico Tchê Química e em Inglês pelo Southern Journal of Sciences. Compartilharemos a entrevista com uma televisão local, Conecta Mais TV. O conteúdo da entrevista será distribuído sob uma licença Creative Commons. Então, é pública.

Hoje temos o prazer de entrevistar o professor Ribamar, presidente do Conselho Federal de Química. E se você me permitir, começarei fazendo perguntas.

**Dr. Ribamar:** Ok.

**Luís:** Professor, o senhor possui Graduação pela UFPA. Licenciatura Plena em Química pela UFMA. Especialização em Química pela UPE. Mestre em Química Analítica pela UFMA e doutor em Química Analítica pela USP. Como essa diversidade de formação influenciou sua carreira?

**Dr. Ribamar:** Olha... a química foi um avanço maravilhoso na minha vida porque até então eu não gostava muito de estudar, mas minha mãe, graças a Deus, com aquele pulso muito forte, mãe de 8 filhos, 6 homens.. Eu estudava para passar de ano porque tinha medo dela. Afinal, ela batia muito forte quem não estudava (risos). Era a partir das 6 horas da manhã que a coisa começava. E eu estudava para passar de ano por causa dela, pois era um horror não passar de ano com a minha mãe.

Graças a Deus nunca falhei em nada na minha vida. Quero dizer 'nada' em relação aos estudos na área de química. Aí entrei na química, o que foi uma coisa interessante. No passado, era primeiro grau, segundo grau, ensino fundamental e científico.

Quando fui para o primeiro ano científico, aprendi química através do professor, e nunca esquecerei esse professor, o Reis do Maranhão. Ele foi meu professor de química no primeiro ano científico e estávamos estreando. Eu e aqueles jovens chegamos embagados na primeira aula (risos).

Tomamos umas doses de cachaça — digo isso de coração aberto —, uma dose de cachaça (risos), e chegamos lá, na aula, cheios de cachaça. Aí chegou o Professor José Reis e percebeu que estávamos bêbados; ele era professor de química - farmacêutico e professor de química. Aí ele chegou e disse... ele olhou para a nossa turma, olhou para a nossa cara e colocou a fórmula  $C_2H_5OH$ . Eu disse: "Que diabos é isso?" Ele botou a estrutura e disse: "Vocês sabem o que é isso?"

Então, as pessoas se entreolharam e ninguém respondeu. O professor disse: "Estou perguntando justamente para o grupo que está lá atrás". Estávamos atrás. "Você sabe o que é isso?"

"Não", todos disseram. Ele disse: "Essa é a fórmula química do álcool, do álcool etílico. Vocês estão todos utilizados" (risos). Ele disse esta palavra, 'utilizados'. Quer a palavra esteja certa ou errada, álcool etílico... "Vocês estão cheios de álcool etílico e nem sabem que faz muito mal. Faz muito mal. Eu sou seu professor de química." Na nossa primeira aula, essa foi a pergunta que ele fez. "Não faça mais isso na minha aula. Sou o Sr. José Reis; de agora em diante, sou seu professor de química."

Depois daquela primeira aula cheguei em casa e pela primeira vez falei para minha mãe: “Mãe, dona Carmem”... “Mãe”, digo, “olha... descobri hoje uma coisa interessante chamada química. E eu gostei disso. Ela estava animada, mas ao mesmo tempo disse: “Meu Deus!”, “O que foi minha mãe?” “Você puxou seu avô. Ele era técnico em química.” Ele veio de outro lugar... Fazia tantos experimentos na fazenda que as garrafas explodiam... “Meu filho, eu tinha pavor disso. E você está seguindo o caminho dele... mas estava tudo bem. Isso foi de manhã.

Quando ela chegou no final da tarde, ela havia comprado uma coleção de livros de química, Victor A. Nehmi — Química Geral, que nunca esqueci. A partir daí comecei a estudar química por conta própria e, evidentemente, me tornei o melhor aluno da turma de química.

E eu já estava ganhando dinheiro, dando aulas particulares de química. Quem me pagava eram os mais ricos, de classe média, ou um pouco abaixo. Aí comecei a ganhar dinheiro com química no primeiro ano do curso, depois fui para a química e cheguei no vestibular. Essa coisa toda. Passei logo na primeira vez.

Só havia química em Belém do Pará. No Maranhão não tinha. Viajei para Belém do Pará, e fiz química, graças a Deus... passei, e fiz essa... essa carreira, graças a Deus, sem nenhuma falha na minha vida, na parte acadêmica.

**Luis:** Permita-me fazer uma pergunta. Eu estava olhando seu currículo e acho que você acabou de responder. O que o levou a se formar em duas universidades diferentes, a formação industrial em uma e a licenciatura em outra? Não havia os dois cursos na mesma universidade?

**Dr. Ribamar:** Exatamente. Não havia química na Universidade Federal do Maranhão. O mais próximo ficava em Belém do Pará, que fica a uns 40, mais ou menos 45 minutos de avião.

**Luis:** Ah, de avião!

**Dr. Ribamar:** E eu fui lá de ônibus. Fui de ônibus para fazer química. Depois, o índice de reprovação foi tão alto que houve dois vestibulares. Passei imediatamente no primeiro exame. Na segunda ficou ainda mais lotado porque todo mundo que não passou em outras áreas queria fazer química, mas não deu certo por causa das vagas restantes. Mas foi isso.

Morei em uma república por quatro anos. Morei em Belém do Pará, numa república, com 16 colegas que faziam vários cursos.

A maioria dos ex-alunos maranhenses cursavam química e agronomia, já que lá não havia nenhum deles (no Maranhão). Alguns estudaram química e agronomia, e outros estudaram medicina.

O Professor Zé Reis foi quem esclareceu minhas ideias e me fez amar a química. Quando o filho dele foi para lá estudar medicina, o Reis me pediu para ajudá-lo com química.

Meu primeiro emprego foi justamente no Colégio São Luís, onde era professor. Recomendado por quem? Pelo Sr. José Reis. Ele me indicou. Foi meu primeiro emprego, em abril de 1974, na Escola São Luís. Me formei em 1974, mas minha graduação foi concluída no final de 1973. Foi oficializada em 1974. Em abril de 1974, já era professor de química no Colégio São Luís.

E um detalhe: sou o único professor gago que conheci na vida. Em química, era só eu. Eu gaguejava muito.

E fui dar aula para uma turma especial, que não tinha ensino médio. Tinham os estudantes, e só pessoas de idade madura, e algumas até mais...menos jovens. Só para evitar chamá-los de velhos, nós os chamamos de menos jovens. E eles me ajudaram muito quando tive dificuldades. E tinha um locutor de rádio, Herbert Fontinelli, e os alunos diziam: “Professor, se você falar mais devagar, você consegue”. E eu estava ‘desemburrando’, como dizem no interior, nunca fiz tratamento para gagueira. Foi um tratamento de choque (risos). Porque eu precisava ganhar alguma coisa e meu primeiro emprego foi como professor. Eu gostava de ser professor... porque estava preparado para ser químico industrial e trabalhar numa fábrica fechada, me achava muito tímido — ainda sou, muito tímido — e com isso tive que encontrar uma solução. Tudo o que eu tinha medo na minha vida, fui obrigado a fazer. É isso.

**Luis:** É um caminho muito legal.

**Dr. Ribamar:** Estou quase curado da minha gagueira.

**Luis:** Professor, minha próxima pergunta. Desde 1977 você é professor assistente da

UFMA, correto?

**Dr. Ribamar:** Já sou associado. Eu já pulei de grau.

**Luís:** Exatamente.

**Dr. Ribamar:** Mas eu sou associado. Associado é um grau superior.

**Luís:** Sim.

**Dr. Ribamar:** Talvez você queira fazer outra coisa porque senão eu vou em frente e falo e conto umas histórias enormes (risos)...

**Luís:** Mas fica, isso é ótimo, isso é ótimo porque é bom poder conversar.

**Dr. Ribamar:** Me sinto confortável com você. Você é um bom jornalista. Eu adoro comunicação. Graças à comunicação ascendemos a um nível superior e falaremos mais sobre isso mais tarde.

**Luís:** Sim, obrigado, professor.

Voltando à pergunta anterior. Desde 1977, o senhor é professor associado da UFMA. Quais as principais contribuições que você acredita ter dado ao ensino de química ao longo dessas décadas, que já faz muito tempo?

**Dr. Ribamar:** Muito.

Fui coordenador do curso de graduação em química. Sou químico industrial e também me formei em química licenciatura.

E a pedido dos alunos eu fui professor... e gosto de ser professor. Eu adoro. Eu amo química. Basta mencionar a química e passo o dia inteiro nisso. Eu adoro isso e adoro química.

Mas tudo bem. Como legado eu deixei principalmente... Quando eu era professor coordenador de licenciatura em química, eu já era professor de química geral, e lecionava quase toda a química básica do departamento. Também substituí vários colegas que na época iriam concluir o mestrado e o doutorado. Eu não estava interessado em nada disso. Mestrado, doutorado... Queria dar aula. Você entende? O que eu gostei.

Iniciei no segundo grau, no colégio São Luís, depois no Liceu Maranhense e então na

universidade. O Liceu Maranhense era referência.



**Imagem:** Liceu Maranhense.

Source: [https://pt.wikipedia.org/wiki/Liceu\\_Maranhense#/media/Ficheiro:Liceu\\_Maranhense.jpg](https://pt.wikipedia.org/wiki/Liceu_Maranhense#/media/Ficheiro:Liceu_Maranhense.jpg)

Alguns antigos — fazendo uma digressão para informar —, hoje políticos, e até governadores de estado, eram estudantes do ensino médio. Eles realmente falam muito sobre terem estudado em escola pública. Apenas um detalhe. A escola pública, na época o Liceu, era a melhor escola estadual, era a melhor escola que existia no Maranhão. Chamava-se Liceu Maranhense.

Somente aqueles que tinham QI foram aceitos. Mas não um QI de inteligência, o QI de “quem indica” (trocadilho em português). Foi assim que funcionou, entendeu? Eu faço isso para corrigir as coisas porque, “ah, porque hoje a escola particular”... Antigamente a escola particular era muito inferior ao Liceu. E estudei em escola particular, que era São Luís. Muito inferior ao Liceu. “Mas por que você não foi para o Liceu?” Porque eu sabia que você tinha que ser filho de um senador ou de um político para subir na hierarquia. Poucas pessoas entraram lá e não houve nem seleção. Agora, para o professor, havia.

E graças a Deus nunca entrei pela janela em lugar nenhum. Entrei por concurso e faço provas desde criança. Fiz provas na seccional para minha mãe não pagar o Ensino Médio de São Luís. Faço exames desde criança. Fiz meu primeiro concurso público ainda menino. E foi sempre através de concursos públicos que consegui tudo. No Liceu, para professores... O governador na época era Victorino Freire. Ele estipulou uma seleção para ser professor do

Liceu, e eu passei na seleção, graças a Deus. Gostei tanto do Liceu que recusei quando fui convidado para a UEMA, a Universidade Estadual do Maranhão. Prefiri ficar no Liceu. Ensino médio. Por que? Porque havia todas as condições. Tinha laboratórios de química. Eu era um dos chefes desses laboratórios. Eu adorava lecionar no ensino médio e só saí do Liceu porque fiz concurso federal e fui para a federal no Maranhão. Não para o nível estadual, para o nível federal. Aí saí porque passava muito tempo ensinando. Dei aulas de manhã, de tarde, na UFMA, e à noite, no Liceu. Então eu não aguentei. Mesmo sendo jovem e tendo muita resistência, não aguentava dar aula daquele jeito. Depois, pedi dedicação exclusiva na UFMA e larguei o ensino médio. Você sabe, o estado passou dois anos... eu pedi demissão, e o estado levou dois anos para me demitir.

Sempre procurei criar meus filhos assim, com ética e respeito. Encontrado não é roubado? Não aceito isso, e o achado tem dono. Procure o dono. Foi assim que minha mãe nos criou. Se você não encontrar o dono, coloque-o no lugar e deixe que outra pessoa o leve. Foi assim que ensinei meus filhos.

**Luis:** Professor, passando para a próxima pergunta.

Além de lecionar, você também atuou em diversos cargos administrativos na UFMA, como coordenador de curso, chefe de departamento e membro do Conselho do Centro. Como essa experiência na gestão universitária contribuiu para sua preparação para assumir a presidência do CFQ?

**Dr. Ribamar:** Então faltou uma atividade. Fui diretor do Departamento de Extensão.

E eu adorei. Olha, adorei trabalhar na extensão. Porque extensão é conhecimento levado às populações.

No interior do Maranhão, havia um nível muito elevado de mortalidade infantil. Por que? Por causa da água. Tudo por causa da água contaminada que as pessoas bebiam. E eu fui dar o curso de extensão e deixei eles fazendo... Fazendo. Odeio quando as coisas permanecem apenas na teoria. E eu fiz isso lá e funcionou. Coisas simples: você pode tratar a água e fazer o teste, você pode ver o nível de tratamento em pequenos testes, como, por exemplo, cloro residual livre. Mas se formos para lá, nunca

terminaremos. Por favor, repita sua pergunta.

**Luis:** Claro, professor. Como essa experiência de gestão contribuiu para prepará-lo para a presidência do CFQ?

**Dr. Ribamar:** Primeiro, quando eu era coordenador do curso de química, tinha um aluno, um técnico em química, que prestou vestibular para química para se formar para poder aumentar suas responsabilidades em um nível superior. Fê-lo porque as atribuições do curso secundário eram limitadas por lei.

Ou seja, um técnico em química pode até ser responsável técnico por uma fábrica. No entanto, deve ser de tamanho pequeno. Para fábricas de médio e grande porte, ele deve ter ensino superior. Chegou para aumentar as suas responsabilidades profissionais, aumentar o seu alcance profissional através do ensino superior e ser responsável técnico por fábricas de médio e grande porte. Então ouvi sua história. Até então eu estava inscrito no Conselho do Pará porque éramos uma delegação, o estado do Maranhão era uma delegacia. Fui inscrito no Conselho da sexta região, que é o Pará, porque me formei na universidade federal do Pará.

Aí fui descobrir. Descobri que um licenciado em química não poderia exercer a profissão química. Ele estava limitado ao ensino médio, no máximo. Ele não poderia ser um praticante. Achei isso incongruente. Por que? Como um técnico em química pode exercer a profissão de químico e um graduado com ensino superior não pode? Ele só poderia ensinar. Olha gente, quem ensina química conhece química. Então, por que os professores de química foram subestimados e colocados apenas no ensino médio? A coisa era tão grave que, naquela época, as escolas particulares — que hoje são as melhores — preferiam que estudantes de medicina ou farmácia ensinassem química a um graduado em química.

Então eu digo: “Gente, por que isso?”

Isso me acordou, e enviei, na época, uma carta à presidente do Conselho Federal, que, na época, era a Dra. Hebe Martelli, perguntando por que os licenciados eram proibidos de exercer a profissão de químico pelo Conselho Federal. Nós estabelecemos os padrões, estabelecemos esses parâmetros e examinamos o currículo.

Em seguida, ela respondeu, por carta, que

os licenciados em química não preenchiam o mínimo exigido pelo Conselho Federal de Química para ser químico. Ela me enviou esta resolução ordinária, 1.511, que ainda hoje vigora. E descobri que nosso currículo de química era muito fraco. Ministramos três aulas de química na metade, e o restante eram apenas disciplinas da área pedagógica. Então eu digo: “Meu Deus, ah, não!” Foi então que me comuniquei com o presidente. Já não era Hebe Martelli. Era o professor Adade, Jesus Adade.

Também me comuniquei com ele por carta e ele respondeu o que eu tinha que fazer. Eu digo: “Professor, por que um químico licenciado no Brasil não pode trabalhar como químico?”

Ele respondeu: “Porque o currículo é muito fraco”. “E o que podemos fazer para subir na hierarquia e afirmar que um graduado em química também é um profissional de química?” Ele respondeu: “É preciso reformar o currículo e estabelecer o mínimo contido na resolução 1.511”.

Aí ele me mandou a resolução e eu comecei a briga. Depois de dois anos — porque as pessoas da área de educação já tinham outro interesse, que era muito conhecido —, comecei a diminuir a carga horária de pedagogia e até a eliminar disciplinas da área pedagógica para introduzir química. Aí teve uma série de debates, o pessoal da área de educação dizia: “É difícil. Ah, você está mudando o perfil profissional”, entre outras coisas. Eu chegava e dizia qual era o meu entendimento na época.

Eu digo: “Olha, prestem atenção, quem está na área de educação”. Eles estavam usando esses termos difíceis. “Confesso que não entendi 50% do que você disse.” Eu disse isso imediatamente. “Desconheço a vossa terminologia, mas digo-vos, professores de educação. Não importa quantos cursos de oratória alguém faça, ninguém no mundo faz um discurso sem conhecer o conteúdo. O que o licenciados em química ensinará? Ele vai ensinar química! Como vou ensinar química sem conhecer o assunto?”

Portanto, o mercado está repleto de profissionais e estudantes farmacêuticos e médicos. Tornei-me professor na Escola São Luís apenas com formação de químico industrial. Passei na seleção do ensino médio, só com essa formação. E se passei na seleção é porque mostrei que tenho conhecimento de docência.

Eu ministrei um curso pré-vestibular no 24º Batalhão de Caçadores do exército aqui para as pessoas fazerem um curso de oficial. As pessoas gostaram e eu não tinha nenhuma disciplina na área de vocês.

Aí vou dar uma olhada no meu currículo para ver se tem química inorgânica — 60 horas —, não tem química experimental... Química física 1, e orgânica. Que diabo é isso?

Gente, isso não pode acontecer!

Nossa... O coordenador do curso de química na parte prática experimental era professor de matemática. Pelo amor de Deus, certo?

Aí eu falo: “Olha professor, vou te substituir porque vou contratar alguém da área”. Ele respondeu: “Não, sou Doutor...” Eu argumentei: “Escute, você não conhece a fundo a química. Você sabe algumas noções básicas, sabe nomenclatura, aquela coisa de decoração... Tem que estudar mecanismos de reação e mecanismos de reação química orgânica mais avançados.”

“As propriedades... Você nem sabe preparar uma solução, professor. Imagine padronizar uma solução química... Você não sabe! Você não tem nenhuma base em química.” É difícil. Ele começou a lutar e eu o substituí. Meu amigo, foi uma luta.

Aí consegui aprovar o currículo. Então falei para o novo reitor: “Estou com um problema na área de educação. Não posso aprovar este currículo ou esta reforma porque eles não querem. É uma questão de mercado. Eles vão perder o emprego, não sei o que está acontecendo.” Aí o professor, que estava conosco na época da reitoria, chegou e disse: “Quem sabe o mais sabe o menos. Concordo com você.”

É isso. Depois foi para o Conselho. Na época, a reforma curricular teve que passar pelo Departamento, pelo Conselho de Centro e pelo Conselho de Estado.

Passou nos três, eu aprovei, e esse foi o primeiro curso a aprovar isso no Brasil.

Cheguei e mandei para o professor Adade. Fui convidado, pela primeira vez, pisei no Conselho Federal, que era lá no Rio de Janeiro.

Fui convidado porque ele montou uma comissão para aprovar esse curso e queria que eu estivesse presente. Eles pagaram por tudo, então eu fui.

Aí conheci o professor Jesus Adade, vi essa coisa de sistema e me emocionei.

Foi aprovado. Eu vim trazendo a aprovação, cheguei e dei a notícia para os alunos, e para aquele aluno. “Agora sim, um licenciado em química é um profissional de química!”

“A nova resolução está aí: ela muda aquela que tem a proibição, e mais, pode até aumentar suas competências através do currículo complementar.”

“Se você quiser ter trabalhos de 1 em 12, que é química industrial, você só faz as disciplinas tecnológicas. Se você deseja ter as competências de um engenheiro químico, basta fazer a parte pertinente à área de engenharia química. Seu título permanecerá o mesmo, com graduação em química, mas com competências de 1 a 16.”

Consegui tudo isso e o resto do Brasil me copiou. Copiou o Maranhão, mas sobre isso não muda nada.

**Luís:** Permita-me acrescentar uma coisa, professor. Colhi os frutos do seu trabalho. Já me formei com esse conceito. Eu fiz PUCRS.

**Dr. Ribamar:** Que ótimo, rapaz.

**Luís:** Muito obrigado.

Você sabe, nós ouvimos sobre isso... O Conselho fez isso... Mas você sabe, eu nunca imaginei que falaria com a pessoa que fez isso. Muito obrigado, professor.

**Dr. Ribamar:** Não fale nisso, fiz o que era minha obrigação.

A partir daí me empolguei com o Conselho e comecei uma briga com o Pará porque éramos uma delegacia, e criei o Conselho de Química do Maranhão. “Vou criar o Conselho porque não concordo que o estado do Maranhão seja uma delegacia do Pará.”

Eu me formei lá, certo? Eu amo o Pará. O estado do Pará foi minha segunda casa, na minha juventude. Passei quatro anos lá. Quatro anos na república lá. E muitas amigas. Adoro a Federal do Pará. Meus professores e meus colegas.

Graças a Deus isso acabou e hoje somos uma irmandade muito grande. Estamos muito unidos. Amo a Universidade Federal do Pará porque é a minha história, a página mais brilhante da minha vida foi escrita na Universidade Federal do Pará e na república lá em Belém do Pará. E estaremos lá, se Deus quiser, neste novo encontro, que será sobre meio ambiente. Será global, e estaremos lá porque fomos praticamente convidados pelo pessoal, pelas entidades que lá estão responsáveis, para participar desse encontro em Belém do Pará, que será o COP número 30.

A 29 será no Azerbaijão, certo?

A 30 será no Pará, quando o mundo inteiro conhecerá o estado do Pará e saberá disso. Eles conhecerão indígenas, que não conhecem mais. Eles verão florestas no local e destruíram as deles. E também verão a importância da Amazônia para o meio ambiente e a sustentabilidade do planeta.

**Luís:** Obrigado, professor.

Aproveitando a sua sugestão sobre a COP 30, estamos organizando uma pequena conferência em Novembro. Eu sei que você tem uma agenda lotada... Enfim, te convido, se você estiver disponível. É virtual e presencial, então você pode conversar um pouco com a gente. Guarde o convite em seu coração.



**Imagem:** Logotipo da SSSON 2024.

**Dr. Ribamar:** Ok, eu nunca poderia rejeitar isso, principalmente vindo de você. Você é o segundo jornalista de quem gosto. O primeiro está aqui.

**Luís:** Obrigado, obrigado.

**Dr. Ribamar:** Olha gente, eu amo vocês. Sem vocês essa divulgação não existe. O

Chacrinha já disse que quem não se comunica se mete em confusão, e é verdade (risos).

Não adianta fazer algo sem comunicar o que você está fazendo. Ser condenado ao ostracismo, o que é isso? Você tem que aparecer e as pessoas têm que mostrar a cara. E você tem que se dar bem com a imprensa. A imprensa é uma coisa ótima porque divulga as coisas para nós. Sem a imprensa você não sabe de nada.

**Luís:** É verdade.

**Dr. Ribamar:** A imprensa é essencial.

**Luís:** É verdade. Vou enviar uma carta-convite para Jordana mais tarde para oficializar o convite.

Passando para o nosso próximo. Agora é um conjunto de perguntas sobre o papel do químico na sociedade. Qual a importância do profissional químico para o desenvolvimento científico, tecnológico e econômico do Brasil?

**Dr. Ribamar:** É tão importante, mas tão importante... Temos uma série de coisas fantásticas que a química pode – a química quer, pode e irá realizar.

Porque Deus, o grande arquiteto do universo, criou a química. Sem a química, não estaríamos vivos porque a química precedeu a biologia.

Tanto que o conceito de vida mais aceito mundialmente, da NASA, a definiu como um sistema químico alto sustentado, capaz de sofrer uma evolução darwiniana.

Então, se a química não existisse, a vida não existiria. Porque a química precedeu a vida. Deus nos criou para sermos capazes de criar vida.

A vida, até cientificamente, como eu disse, sofreu uma evolução porque, na explosão (Big Bang), os elementos se formaram, se uniram formando compostos orgânicos, e se uniram formando DNA e RNA.

E então a vida pulsou através da evolução química. Então, biologia é química viva. A química viva é biologia e somos um sistema químico perfeito. Qualquer gesto que você faça desencadeia centenas de reações em você.

Então, vejam, a importância do químico é

essencial, a nível global, ao nível da soberania nacional de qualquer país. Porque sem química não há nada. Tudo o que você está usando agora contém produtos químicos. Você usa produtos químicos na boca e seu corpo produz produtos químicos. O que constitui ossos e dentes? O que são dentes? É hidroxapatita.

A fórmula dos dentes é dihidroxifosfato de cálcio  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ . Esta é a fórmula dos dentes. As cáries são uma reação química.

Por que o flúor é usado na pasta de dente? O flúor substitui o hidróxido do dente, formando uma película mais resistente às cáries, que nada mais é do que a acidez causada pelo ácido láctico que estamos utilizando no organismo. Basta uma acidez de pH abaixo de 5,5 o que favorece o ataque aos dentes.



**Imagem:** Representação do flúor usado em creme dental.

Fonte da imagem: Gerada por IA · Maio de 2024. Ideograma.

Então, veja, a química está em tudo. Está presente em tudo; vivemos isso agora mesmo quando respiramos  $\text{O}_2$ . E água. Quando respiramos, pensamos apenas em oxigênio, mas não. Tem que haver água. No espaço tem que haver água, e se não houvesse água você secaria. Você implodiria.

Se a água, se a umidade relativa do ar fosse zero, você implodiria. O pulmão esvazia e você implodiria.

A água é uma coisa divina, mas tem efeitos colaterais. Você tem a prova disso, que é o afogamento e o excesso. Tudo o que é excesso é excedente. E Paracelso já dizia, não sei há quantos anos, que “*o que mata não é o veneno, é a dosagem, é a concentração*”. Temos mais de 50% dos elementos químicos do corpo. Você tem rádio, você tem um elemento radioativo dentro do seu corpo. Mercúrio. Basta olhar a água que bebemos, a quantidade de coisas que existe. A

água mineral. Então, também teremos mais informações para dizer que, abaixo de certos limites, nada é tóxico. O que é tóxico é algo que está fora dos limites, pois temos mais de 50 elementos e produtos químicos. Temos elementos organogênicos: oxigênio, carbono, nitrogênio e hidrogênio. Os elementos mais presentes em toda a vida, em toda a vida existem esses elementos.



**Imagem:** A representação dos elementos químicos está sendo estudada.

Fonte da imagem: Gerada por IA · Maio de 2024. Ideograma.

Então, é falta de informação. Temos que desmistificar a química e conseguiremos isso.

Bem, o que o químico faz? O produto químico é importante no desenvolvimento industrial. Temos a indústria química menos poluente do mundo. O Brasil está na vanguarda nessa área. Estamos na vanguarda da sustentabilidade.

Temos a indústria química menos poluente do mundo. Temos tudo o que é preciso para estar na vanguarda da sustentabilidade global. Temos que ensinar e não estar sujeitos a críticas infundadas, especialmente por parte dos países mais desenvolvidos.

Acho que poderia até haver um imposto sobre a poluição. Alguns políticos até sugeriram isso.

Ou invista mais em países que produzem produtos mais limpos. Por que eles não investem na Amazônia? A Amazônia é responsável pela água, inclusive pelo combate à poluição. Absorve excessos. Quem destrói a Amazônia destrói o Planeta Terra. As pessoas ainda não colocaram na cabeça que moramos na mesma casa. O mal que se faz aqui repercute ali e vice-versa. E os deles estão tendo mais impacto aqui. Ah, às vezes é local. Sim, mas veja o alerta do Rio Grande do

Sul. Está lá. Essa tragédia que está acontecendo. Esta é uma resposta climática. É uma resposta às alterações climáticas. Diante da excessiva poluição humana, somos os agentes mais poluentes. Somos nós. Poluímos o ar. Poluímos em líquidos, em resíduos, todas essas coisas. Somos os mais poluentes. Se você calcular a quantidade de coisas que produzimos, você verá. Droga! Ninguém ainda percebeu que o que produzimos quando respiramos é dióxido de carbono. Contribuímos para o efeito estufa. O que a população mundial respira?

Então, a química está em tudo. O importante é transformar o CO<sub>2</sub> — além de reduzir... Temos solução para tudo. Para tudo. Aí vem a inteligência artificial. Hoje temos algoritmos. Não vou falar sobre isso porque é um tema extremamente complexo.



**Imagem:** Representação da IA sendo usada em química.

Fonte da imagem: Gerada por IA · Maio de 2024. Ideograma.

**Luís:** Abrangente.

**Dr. Ribamar:** São várias coisas. Mas hoje temos algoritmos que fazem previsões. Através do estudo das pegadas físicas, biológicas e químicas dos produtos químicos, os produtos podem ser sintetizados, antes das experiências laboratoriais, através da inteligência artificial e de algoritmos aplicados à inteligência artificial. Este modelo de previsão, sem a realização de testes laboratoriais, é fantástico. Direi mais, a futura linguagem da química é a inteligência artificial. Já está fazendo muito sucesso. E para nós é essencial.

Claro, estudaremos os efeitos colaterais nas empresas, no que diz respeito aos estatutos. Mas temos que nos preparar, inclusive com mudanças curriculares. É por isso que pretendo realizar uma reunião assim que tiver mais informações.

Temos cientistas de alto nível em química que não estão aparecendo. Vou criar aqui um Banco de Notáveis para ajudar as pessoas que estão estudando essa área e já estão fazendo coisas nessa área. Vamos entender todas as coisas boas que a química faz. Isso desmistificará a química. Com isso, o ensino de química mudará no nível do celular. A pessoa que está no celular poderá prever coisas que de outra forma custariam muito dinheiro nos ensaios, o que abrirá caminho para muitas conquistas. Fantástico. O potencial é algo tremendo e inimaginável. Estamos apenas no começo.

**Luís:** Verdade.

Professor, eu sei que tenho que fazer as perguntas. Peço desculpas.

**Dr. Ribamar:** É por isso que eu te conto.

**Luís:** Está ótimo. Quero aproveitar ao máximo nosso primeiro encontro. E que muitos outros apareçam pelo caminho.

Então, professor, permita-me passar para o próximo bloco de perguntas sobre as atividades do CFQ.

Quais são as principais ações e projetos que a CFQ implementou para fazer cumprir a legislação que regulamenta a profissão química no Brasil?

**Dr. Ribamar:** Fizemos muito. Realmente muito. Mas o ponto principal, o mais importante para o que está acontecendo, e para que aconteça ainda mais — e que eu queira mais, me preocupo muito —, é que o amanhã seja uma lição para hoje, e para o futuro.

Então, eu queria implementar o processo digital para todo o sistema, já em 2018.

Eu sou ansioso. Você deve ter notado. Sou realmente ansioso. Digo isso em público, não há problema nenhum.

Ainda não consegui, mas estamos desenvolvendo muita coisa nesse setor. Você mencionou padronização?

**Luís:** Sim. Ações para fazer cumprir a legislação que regulamenta a profissão.

**Dr. Ribamar:** A primeira palavra-chave é

integração. Quando assumi em 2018, a primeira coisa que fiz... E pela primeira vez na vida eu fiz isso — nossa lei é a **Lei nº 2.800, de 1956**. A primeira vez que ouvi falar disso foi agora em 2018. Você vai até achar engraçado. Pela primeira vez na história do sistema consegui reunir todos os presidentes regionais.

**Luís:** Que seja a primeira vez de muitas.

**Dr. Ribamar:** Sim. Consegui reuni-los e criar um plano, um plano estratégico de 10 anos, com todos os presidentes e conselheiros. Passamos uma semana juntos, focando apenas nisso, e surgiu um plano de 10 anos, então fiz um plano plurianual.

Que tiro certo foi esse. Você acredita que ninguém se conhecia? Nem os presidentes regionais. Um dos presidentes nunca havia pisado no Conselho Federal de Química. Então, eles começaram a confiar. As propostas partiram deles. O COPRESI (Colégio de Presidentes, Portaria nº 168, de 13 de setembro de 2022) é um exemplo. Nós fortalecemos, fortalecemos a base. Eles ganharam confiança no sistema. Hoje as coisas são diferentes e temos reuniões mensais. Estamos integrados.

Falo numa linguagem química — ***lutamos pela concentração das convergências e pela diluição das divergências.***

**Luís:** Linguagem perfeita.

**Dr. Ribamar:** Então é isso.

Estamos criando padrões e a equipe está cumprindo, mas esses padrões são feitos com ampla consulta. Alguns colegas consideram um defeito o facto de eu ser excessivamente democrático. Minha resposta é: “Prefiro pecar por excesso do que por falta”.

Bem então.

E essa democracia, e essa diluição de poderes, que cabia inteiramente ao presidente - criei 12, 6 comissões e 6 comitês. Criei a ouvidoria, que não existia; Criei uma controladoria interna e externa, que não existia; um chefe de gabinete, que não tínhamos; e um plano de cargos e salários, que não existia. Eu criei tudo. Tudo isso. Não tenho nenhuma ação trabalhista contra o Conselho Federal de Química. Graças a Deus, graças a Deus conseguimos.

Eu nunca digo “eu”. Eu digo “nós”. Sempre falo no plural. Conseguimos estar unidos e integrados e contar com a confiança de todos os colaboradores. Todos têm seus direitos garantidos aqui. Bons salários. É isso que fazemos e todos têm motivação. Não adianta querer fazer algo se a sua base e os que estão sob seu comando não estão satisfeitos. Nunca fiz curso de nada. A única coisa que estudei na vida e que gosto é química.

Estou falando em termos de - não fiz curso de MBA, nada parecido. Eu apenas faço o que penso. Felizmente, está funcionando. Estou no terceiro mandato. E olha, tendo o voto dos 22 delegados do Brasil, por unanimidade, no terceiro mandato...

Porque se sentem representados e sentem que esta administração é nossa, está diluída neles. Eles fazem parte desta administração. Então, quando chegam críticas, eu as levo em consideração. Mas eles sabem que é para eles também.

Temos tudo aqui hoje, tudo em termos de infraestrutura. E a infraestrutura está melhorando. E quero melhorar cada vez mais. Nesse sentido, os funcionários cumprem a legislação. Contamos com o apoio de associações de química como ABQ, SBQ e ABQUIM, Associação Brasileira da Indústria Química. Aqui as pessoas estavam em desacordo com a ABQUIM. Eles nos viam como inimigos. “Eles são inspetores.” Não, não somos inspetores. Queremos trabalhar juntos. Luto pelo desenvolvimento da indústria química porque é o nosso mercado de trabalho. Hoje trabalhamos juntos. Você entende?

**Luís:** Sim.

**Dr. Ribamar:** Um apoia o outro e o inverso é verdadeiro. Temos uma frente parlamentar em defesa da química. Lá no Congresso Nacional. O Dia do Químico será comemorado na Câmara. Olha, existe uma comissão chamada CRIG (Comitê de Relações Institucionais). Eu criei. Assim como criei o COPRESI (Colégio de Presidentes). Temos essa interligação com todos eles, tudo que fazemos é aberto. Você entra no portal da transparência, fica tudo claro. Até o meu imposto de renda é feito aqui no CFQ pelo auditor. Ele é funcionário aqui. Ele sempre foi e sempre preparou minha declaração de imposto de renda. Quando me tornei presidente, perguntei: “Isso é legal?” Consultei um advogado. Eles disseram: “É, e é ainda melhor porque sua demonstração de

resultados está aberta aqui”.

Qualquer coisa que eu faça de errado, quero ser punido por isso. Pessoas que cometem erros, intencionalmente ou mesmo inocentemente, devem ser punidas.

É por isso que tenho muitos auditores, internos e externos. Se alguma coisa der errado aqui, passa por todos os setores. Sou o último a ver o documento. Outros setores já aprovaram. Tenho um setor jurídico, com seis ou sete advogados.

Porque aqui há muita procura, e nós prestamos assistência às autoridades regionais — que antes nada faziam —, com tudo o que elas querem. Nós os ajudamos.

A política partidária é proibida aqui. Sei que as pessoas têm as suas preferências, mas, pelo amor de Deus, a política partidária não tem lugar nem na minha casa. Então, por favor, não vamos confundir as coisas. Nosso partido é o partido do sistema CFQ, CRQ. Está convergindo cada vez mais. Com um único objetivo, que é o crescimento da química no Brasil, com visibilidade no Brasil e no exterior. Não penso apenas no nível local. Penso que a nível exterior, e estamos a conseguir isso. Claro, sou inconformado. Eu critico tudo. “Essa coisa toda é lenta!” Mas assuntos públicos, cara – temos que seguir as regras e as leis. Então, fazemos e tentamos fazer tudo que é legal. Dentro da legalidade. Obedecendo às regras. As regras atuais. As leis e regulamentos em vigor em nosso país.

**Luís:** Perfeito.

**Dr. Ribamar:** Eu respeito e amo este país.

**Luís:** Permita-me passar para a próxima pergunta. Nas drogarias — que é outro ramo, outra atividade —, é necessário ter farmacêutico enquanto a loja estiver funcionando.

Não é um único farmacêutico atendendo uma rede de drogarias. Cada loja tem seu próprio farmacêutico. Se estiver aberta 24 horas, são três farmacêuticos. De forma semelhante, com base no **Decreto nº 85.877, de 1981** — o artigo segundo descreve as atividades exclusivas dos químicos. Como seria uma empresa, hipoteticamente falando, se atuasse em 300 municípios? Poderá ter apenas um químico ou meia dúzia de químicos para servir os 300? Ou deveria ter pelo menos um profissional por local

de trabalho?

Esta é a primeira parte da pergunta. O que seria? Basta um para tudo ou é necessário pelo menos um profissional por local de trabalho?

**Dr. Ribamar:** Isso está regularizado pelas nossas resoluções que estabelecem que a responsabilidade técnica é uma função do tempo, é uma função da distância. Por exemplo, se você é presidente de um conselho que tem três lojas pequenas — não é uma empresa grande, né —, e o químico consegue provar que há compatibilidade de tempo, e que a distância é viável — ou seja, é uma distância pequena — ter a responsabilidade sobre esses três, é responsabilidade do presidente regional. Cada caso é diferente. Neste caso, é impossível. Por quê? Aí você está até tomando... Isso não é ético.

A responsabilidade técnica considera o tempo, a distância e, principalmente, o aspecto ético. Isso não é ético porque você está prejudicando os profissionais, entendeu?

Então, isso tem que ser... Agora, isso é feito individualmente pelos presidentes dos Conselhos Regionais. Se você souber de algum caso, por favor denuncie à ouvidoria.

Olha, não você (Luis), mas qualquer químico que esteja me ouvindo. Caso você tenha conhecimento de casos dessa natureza, informe a ouvidoria do Conselho Federal de Química, e tomaremos providências.

**Luis:** Continuando com a mesma pergunta. Isso diz respeito à nossa formação química, à formação técnica, aos nossos colegas engenheiros, a quaisquer profissionais da área da química. A legislação fala em testes físico-químicos e dosagem de produtos químicos. Ou seja, essas são responsabilidades do profissional de química.

**Dr. Ribamar:** Isso mesmo.

**Luis:** Numa fábrica — pode ser qualquer um —, a parte analítica pode ser delegada a outra pessoa sem a formação necessária, ou o químico tem que estar lá para o fazer?

**Dr. Ribamar:** Pode até ser supervisionado por um químico ou técnico de nível médio ou superior, dependendo do nível de complexidade da fábrica. Se for pequeno, pode ser supervisionado por um técnico. Um técnico pode

ser o responsável químico.

**Luis:** Sim.

**Dr. Ribamar:** Então ele pode dizer: “Está sob minha supervisão”. Agora, existem tipos de coisas que são realmente complexas. Isso depende do grau de complexidade e de cada Conselho. Eles têm independência para isso. Para coisas mais complexas.

Por exemplo, fazendo solução tampão. Não é uma coisa simples, principalmente quando não tem força iônica. Quando é tabulado, no Tokio Morita, aquele manual de preparação de reagentes e soluções... está tudo bem. E quando não está lá? Eu fiz meu doutorado, e tinha gente lá fazendo doutorado, e qualquer coisa além de Tokio Morita eles não sabiam fazer. E eu tive que ensinar. Mas todo mundo precisa de todo mundo. O conhecimento é complementar. Estou aprendendo com meus vizinhos, você pode aprender com qualquer um, e aí você diz: “Cara, nunca pensei nisso”. Ninguém pode fazer mais do que ninguém. Saber é complementar. Todos podem ajudar uns aos outros. Conversando e aprendendo uns com os outros.

Quando fui para lá, não sabia usar o Orange, aquele programa matemático. Então, caramba, eu tive que aprender. Mas... passei quase um dia aprendendo. Mas... passei quase um dia aprendendo, devagar pra caramba. E tinha lá um menino que parecia uma cobra (muito ágil no uso do Orange). Foi esse menino que me ajudou, ele já estava fazendo doutorado. Ele passou no concurso da Petrobras, foi o único que passou lá, dos que participaram.

Eu disse a ele que queria aprender. Logo fiquei tão bom que comecei a ensinar quem chegava a usar o Orange. Fiz gráficos e tal, interpolações, coloquei gráficos um em cima do outro e assim por diante. Você poderia até fazer isso com um programa aí para ver a parte do espectro, certo? Fiz tudo lá para saber se havia apenas uma ou duas espécies, através desse programa. Então, foi uma coisa fantástica.

Foi isso. Não fiz mais nada depois do doutorado (risos). O Conselho não me deixou fazer mais nada.

E então fui promovido aqui para primeiro secretário e meu orientador sabia. Eu falei: “tudo bem, farei doutorado desde que vocês aceitem que não vou sair da universidade federal”. Na

verdade, perdi a oportunidade de fazer pós-doutorado por causa do Conselho Federal de Química.

Aí eu disse: “Não vou”. Preferi o cargo federal porque já estava muito comprometido. Eu queria o Conselho do Maranhão. Mesmo presidente. Aí eu vim aqui como substituto. Passei muito tempo como substituto.

Levei muito tempo para me tornar um membro permanente da equipe e foi uma luta. Ganhar na sala de reuniões. Fui subindo – substituto, secretário permanente, segundo secretário, primeiro secretário. Depois, por doença, passei a ser segundo vice. E então eu fui.

**Luís:** Muito legal.

Professor, devido ao tempo, farei mais uma ou duas perguntas.

**Dr. Ribamar:** Vou ser mais objetivo (risos).

**Luís:** Não, de jeito nenhum.

É ótimo conversar com você, senhor. É ótimo conversar com pessoas que falam. Uma entrevista difícil é quando você faz uma pergunta e a pessoa responde “sim” ou “não”. Então, é ótimo.

Professor, sobre o futuro da indústria química no Brasil, quais tendências e oportunidades você vê para o desenvolvimento da indústria química brasileira nas próximas décadas?

**Dr. Ribamar:** Nossa, é fantástico. Porque já somos uma referência, já somos uma vanguarda. Somos a sexta maior indústria química do mundo. Para quem perdemos?

China, Estados Unidos, Alemanha, Japão e Coreia do Sul.

Eu falei isso para um colega de outra área, né? E ele disse: “Uau, então você está reclamando com a barriga cheia”. Eu disse: “Não, não estamos”.

Ele disse: “O que é esse fenômeno em que você é o sexto, mas continua chorando e tal?”

E vamos melhorar porque agora o rei voltou, não como queríamos, mas voltou com o apoio do vice-presidente, Dr. Alckmin.

Vou expor um segredo. Professor Alckmin, o vice-presidente da República, professor Dr. Alckmin, dizia ser professor de química orgânica.

Fui perguntar a ele porque ele era médico, mas na época, como contei para vocês, preferiam que o professor desses cursos fosse formado em medicina ou farmácia porque o licenciado em química não tinha nada de química.

Ele disse isso e lembra que coisas como C1, C2, até C4 são gases. E a partir daí... (risos). Achei isso legal sobre nosso vice-presidente.

**Luís:** Sim, o que você vê no futuro? Quais áreas serão prioritárias?

**Dr. Ribamar:** O Brasil como potência mundial na indústria química. Somos as indústrias menos poluentes; já estamos na vanguarda disso e vamos crescer com a reabilitação do rei. Vamos crescer e ganhar mais espaço. E nós podemos e temos potencial para isso.

Quando contei essa história e meu colega criticou, eu disse: “Nosso grande problema é que importamos mais de 40% de matéria-prima”. Por que?

Porque alguns países, principalmente... não vou nomeá-los porque...

**Luís:** Isso não vem ao caso.

**Dr. Ribamar:** Isso não vem ao caso.

Eles praticam o seguinte, vendem matéria-prima mais barata do que a que têm lá.

**Luís:** Dumping!

**Dr. Ribamar:** Sim! É tão barato que eles vendem abaixo do preço pedido lá.

**Luís:** Para matar a nossa indústria?

**Dr. Ribamar:** Exatamente.

Para que não...

Por exemplo, temos um potencial enorme nestas matérias-primas, mas investir nelas é tão caro que preferimos importar, que é muito mais barato. E eles praticam isso lá. Subsídios elevados. É algo altamente prejudicial ao nosso desenvolvimento.

Tanto é que importamos 40-45% de matérias-primas, tanto na área química como na química farmacêutica. Por que?

Temos tudo isso aqui, e temos bastante, mas não queremos investir e produzir. Isso é ruim no futuro. Poderíamos reduzir bastante o preço desses produtos. Não temos condições de investir aqui, o que criaria mais empregos. Temos um déficit de importações de quase 35 bilhões de dólares. Se investíssemos esse dinheiro aqui, criaríamos mais empregos para os nossos químicos, sabe? E deixaríamos de ser dependentes. Isto afeta a nossa soberania porque se um país cortar repentinamente o fornecimento, o que faremos? Vamos extrair isso do solo imediatamente? Não! Está tudo lá. Acho que isso deveria ser visto, e está sendo visto...

**Luis:** Prioridade, com atenção.

**Dr. Ribamar:** Essa proteção é prioritária porque realmente é muito prejudicial. Agora temos um enorme potencial. Já somos o sexto, o que menos polui, e no futuro estaremos entre os primeiros. Alcançando o terceiro lugar e muito mais. Temos potencial para ser até os primeiros. Agora, acho que essa visão política tem sido bem vista pelo governo. Esta visão é que tem de haver alguma solução para que possamos explorar as nossas riquezas.

**Luis:** Concordo, perfeito.

Professor, foram várias perguntas. Vou escolher a última, mas não será a nossa última entrevista, se Deus quiser (risos).

**Dr. Ribamar:** Acho que não deixei você falar porque falo demais.

**Luis:** Mas não preciso falar (risos).

Professor, quais são os principais desafios ambientais e de sustentabilidade que a indústria química deve enfrentar e como o CFQ pode contribuir para esta agenda?

Temos um guia? Vamos por ali, faça assim, faça diferente. Como podemos integrar?

**Dr. Ribamar:** Olha, vamos integrar bastante com a química verde. Estamos integrados com a química verde. A solução energética, por exemplo, a transição energética, nada mais é do que o hidrogênio sustentável, que

provém de uma fonte limpa. Então o hidrogênio está aí e temos todo este potencial. E podemos avançar nisso também. Mas a Amazônia e, por exemplo, a química verde, a inteligência artificial na química verde, para que isso contribui? Alguns países já utilizam catalisadores químicos e transformam CO<sub>2</sub> em metano, matéria-prima utilizada em quase tudo. E vendemos metano. Nosso metano é cinco vezes mais caro quando vendido do que o metano importado. E temos muito metano. Agora, já o produzimos através de catalisadores químicos, onde entra a inteligência artificial. Então há algo fantástico aí. O excesso de CO<sub>2</sub> causa o efeito estufa e às vezes as pessoas o criminalizam. Pelo amor de Deus, a estufa tem que estar lá, não pode ser agravada como está. Porque se não houver efeito estufa, não há regulação de temperatura. No entanto, o CO<sub>2</sub> pode ser extremamente reduzido através destes catalisadores, e temos de nos preocupar com isso também. Às vezes, as pessoas pensam na transição energética como se fosse um truque de mágica, mas não é bem assim. Temos riqueza e o petróleo tem produtos petroquímicos.



**Imagem:** Representação transição energética.

Fonte da imagem: Gerada por IA · Maio de 2024. Ideograma.

**Luis:** Exatamente.

**Dr. Ribamar:** Essa transição tem que ser lenta e ocorrer de uma forma que não prejudique a exploração das nossas riquezas. Ou seja, temos tentado encontrar formas mais eficientes de capturar CO<sub>2</sub> e transformá-lo em coisas úteis, como o CO<sub>2</sub> transformado em metano.

Porque é uma matéria-prima muito cara de explorar na importação, que vem com um preço seis vezes menor, um preço fora do preço praticado aqui no Brasil. Então isso não é mágica. O CH<sub>4</sub> é altamente estratégico para a indústria química. Além do mais, considerando uma forma

de capturar mais CO<sub>2</sub>. Para que possamos compatibilizá-lo com a extração das nossas riquezas. Porque você vê que os países que mais fazem isso já exploraram quase tudo e não podemos deixar essa riqueza enterrada. Aqueles colegas que estão mais exacerbados: “Você tem que fazer isso logo” – isso não é mágica. Esta tem que ser uma transição energética. Certo, ótimo. Porque senão o planeta morre. Mas podemos e conciliar. É possível. E até mesmo substituí-lo completamente no futuro. Mas não é mágica. Isso deve ser feito de forma gradual e lenta.

Estou mostrando minha visão pessoal. Nem todos os conselheiros pensam assim.

**Luís:** Não, de jeito nenhum.

**Dr. Ribamar:** Eu tenho essa visão. Vamos fazer um grande show na COP 30. Vi comentários de colegas aqui dizendo “Porque cara, não teremos a estrutura que tínhamos em Dubai...” Eu digo: “Cara, melhor que isso? Eles nunca viram isso em suas vidas.” Eles conhecerão os índios e sentirão falta dos índios. Eles verão floresta, excesso de floresta, e verão no local. Haverá navios, pelo que ouvi do próprio ministro da cidade, haverá navios atracados ali para as pessoas chegarem e voltarem para dar garantias. Para dar mais garantias a essas pessoas de fora que vão chegar. Eles ficarão surpresos, virão e dirão: “Meu Deus”. Eles terão uma consciência que talvez nunca tenham tido. Os olhos do mundo estarão aqui. E nos sairemos muito bem, se Deus quiser. É o que digo aos colegas que criticam que não temos estrutura. Estrutura melhor do que presencial? E sabe que isso existe? Então isso é uma coisa fantástica. E, se Deus quiser, estarei lá.



**Imagem:** Representação dos povos indígenas.

Fonte da imagem: Gerada por IA · Maio de 2024. Ideograma.

**Luís:** Espero que sim e que estejamos bem representados lá. Muito obrigado.

**Dr. Ribamar:** Farei o meu melhor. Esta posição é uma posição de honra, de muita honra para mim. Olha, pela terceira vez tenho a honra de presidir o Conselho Federal. É uma coisa fantástica. Porque não é o Conselho Federal, é o sistema – Conselho Federal, Conselhos Regionais. São os químicos que nos apoiam e que nos apoiam cada vez mais. No passado, lamentamos muito o que aconteceu, que foi uma coisa isolada. O diagnóstico que tive no início foi uma coisa muito ruim. Fiz um diagnóstico em 2018 e fiquei tipo: “Meu Deus, cadê os nossos investimentos?” Zero. “Onde está a comunicação?” Nem estava lá. Por quê? Então foi isso que eu fiz. Espero ter acertado mais do que errado. Graças a Deus. E isso demonstra o apoio que tenho da COPRESI, dos presidentes, dos nossos diretores, dos nossos conselheiros efetivos e dos nossos conselheiros suplentes. Estas são pessoas dos mais altos níveis aqui. Então olha, a gente tem tudo e um monte de cientistas que estão escondidos, mas vou trazer eles e mostrar, porque são fantásticos. Vi uma entrevista com um professor da Unicamp da área de inteligência artificial e fiquei impressionado. Ele já está fazendo isso na Unicamp. Esqueci o nome dele. Não gravei o nome dele. Mas fiquei surpreso ao ver que ele já está trabalhando nisso e entende muito disso. Ele deu entrevista ao CFQ sobre inteligência artificial em química.

**Luís:** Professor, em nome dos jornais que hoje represento, Periódico Tchê Química, Southern Journal of Sciences, gostaria de agradecer a disponibilidade em nos receber. Obrigado pela oportunidade de conversar com você, de apresentar um pouco mais o Conselho de Química aos demais colegas e de dizer que foi um prazer conversar com você. Espero que você possa nos receber novamente.

Muito obrigado.

**Dr. Ribamar:** Garanto que estou muito feliz em conhecê-lo e ter a oportunidade de mostrar um pouco do sistema do Conselho Federal de Química e dos Conselhos Regionais de Química.

Tenho orgulho e honra de representá-los.

**Luís:** Muito obrigado, professor. Tenha uma boa semana e até a próxima.

**Dr. Ribamar:** Tudo de bom.

## DECLARAÇÕES

**1. Limitações:** A entrevista limita-se ao seu conteúdo.

**2. Fonte de financiamento:** O anfitrião financiou esta entrevista.

**3. Conflitos de interesses:** O anfitrião trabalha para a revista há muitos anos e isso pode ter influenciado a entrevista.

**4. Acesso aberto:** Este artigo está licenciado sob uma Licença Internacional Creative Commons Atribuição 4.0 (CC BY 4.0), que permite o uso, compartilhamento, adaptação, distribuição e reprodução em qualquer meio ou formato, desde que você dê o devido crédito ao autor(es) original(ais) e a fonte, fornecer um link para a licença Creative Commons e indicar se alterações foram feitas. As imagens ou outros materiais de terceiros neste artigo estão incluídos na licença

Creative Commons do artigo, a menos que indicado de outra forma em uma linha de crédito ao material. Se o material não estiver incluído na licença Creative Commons do artigo e o uso pretendido não for permitido por regulamentação legal ou exceder o uso permitido, você precisará obter permissão diretamente do detentor dos direitos autorais. Para visualizar uma cópia desta licença, visite <http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>.

### Para saber mais:

- CFQ. <https://cfq.org.br/>
- Por aclamação, conselheiros escolhem José de Ribamar Oliveira Filho para comandar CFQ no triênio 2024/2027. <https://cfq.org.br/noticia/por-aclamacao-conselheiros-escolhem-jose-de-ribamar-oliveira-filho-para-comandar-cfq-no-trienio-2024-2027/>



**Conference invitation.** (now related to the interview)

Visite o site da *Second Southern Science Conference* que será realizada nas belas cidades de Mendoza, na Argentina, e Vassouras no Brasil, de **7 a 9 de novembro de 2024**. <https://www.sskon.org/>

## THE ROLE OF EDUCATION IN FOSTERING ENTREPRENEURSHIP AND INNOVATION: INSIGHTS FROM DR. BHAVNA AMBUDKAR

Dr. Bhavna A.<sup>1</sup>; Luis Alcides Brandini De Boni <sup>2\*</sup>

<sup>1</sup> Symbiosis Institute of Technology | SIT Pune. India.

<sup>2</sup> Araucária Scientific Association. Brazil

\* *Corresponding author*  
*e-mail: labdeboni@gmail.com*

Received 22 April 2024 – Version 0.0 of the translation was completed on 29 April 2024.



**NOTE:** Version of the translation transcription. 0.9.

Dear friends, the interview transcription was done by machine and later reviewed. We are aware that it is imperfect. If you wish to collaborate with improvements, you are welcome to contact us southbchem@gmail.com

### ABSTRACT

**Background:** Dr. Bhavna, an experienced leader in education and innovation, has held various leadership positions, including head of department, dean of alumni relations, and president of the institutions innovation council. She has been instrumental in initiating the alumni cell at her previous organization and establishing world-class state-of-the-art laboratories in collaboration with the automotive sector. **Aims:** Dr. Bhavna's efforts aim to create an ecosystem for innovation and entrepreneurship within the institute and beyond, encouraging learners to consider entrepreneurship as a career option and fostering innovation in the electronics manufacturing domain. **Methods:** Dr. Bhavna's approach involves raising awareness about innovation and entrepreneurship among learners, fostering collaborations between academia and industry, and establishing world-class state-of-the-art laboratories to bridge the gap between academia and industry. **Results:** Dr. Bhavna's efforts have resulted in a strong alumni network, with graduates across the globe contributing to various domains and positions. She has also established world-class laboratories in collaboration with the automotive sector, fostering innovation and startups in the electronics manufacturing domain. **Discussions:** The Ministry of Electronics and Information Technology plays a significant role in initiating innovations and startups in the electronics manufacturing domain. They have generated a separate vertical for startups, which poses challenges to innovators. If a solution is validated, the ministry handholds the innovators, incubates their ideas, funds them, and helps them reach the market at the national and international levels. **Conclusions:** Dr. Bhavna's vision and efforts toward fostering an ecosystem for innovation and entrepreneurship within the institute and beyond are commendable. Her experience and achievements in various leadership roles, including as the head of the department and president of the institutions innovation council, have added significant value to her professional and personal life.

**Keywords:** *Bhavna Ambudkar, innovation, Entrepreneurship, Electronics, Healthcare and Agriculture*

## INSIGHTS FROM DR. ÉLCIO GERÔNIMO DE OLIVEIRA: A JOURNEY THROUGH AEROSPACE ENGINEERING AND ACADEMIA

Dr. Élcio Gerônimo de Oliveira<sup>1</sup>; Luis Alcides Brandini De Boni <sup>2\*</sup>

<sup>1</sup> KVANTUM Technology & Innovation . Brazil.

<sup>2</sup> Araucária Scientific Association. Brazil

\* *Corresponding author*  
*e-mail: labdeboni@gmail.com*

Received 25 May 2024 – Version 0.0 of the translation was completed on 29 May 2024.



**NOTE:** Version of the translation transcription. 0.0.

Dear friends, the interview transcription was done by machine and later reviewed. We are aware that it is imperfect. If you wish to collaborate with improvements, you are welcome to contact us at southbchem@gmail.com

### ABSTRACT

**Introduction:** The interview with Élcio Gerônimo de Oliveira, conducted by Luís de Boni, explores various aspects of Élcio's career and contributions to aerospace engineering and research. The discussion spans his time in the Brazilian Air Force, his transition to academia, and his involvement in significant projects such as the 14-X hypersonic vehicle and the SARA re-entry satellite. **Aims:** The primary aim of the interview is to highlight Élcio's achievements, challenges, and insights gained from his extensive career in aerospace engineering and research. It also seeks to understand the impact of his work on both military and academic fields. **Methods:** The interview was conducted in a conversational format, allowing Élcio to elaborate on his experiences and provide detailed responses to the questions posed by Luís de Boni. The interview was recorded and later transcribed for publication in multiple formats. **Results:** Élcio detailed his career progression in the Brazilian Air Force, highlighting key roles such as researcher, head of the space systems division, and deputy director of the space directorate. He described significant projects, including the development of the VLS and VLM launch vehicles and the SARA re-entry satellite. His transition to academia included a professorship in Sweden, where he contributed to rocket science research. Élcio also discussed the successful test flight of the 14-X hypersonic vehicle. **Discussion:** The interview provided insights into the complexities and interdisciplinary nature of aerospace projects. Élcio emphasized the importance of continuous learning and adaptation and the need for international collaboration in research and development. The discussion also touched on the challenges of integrating military and academic environments and the potential applications of hypersonic technology beyond military uses. **Conclusion:** Élcio Gerônimo de Oliveira's career reflects a significant contribution to aerospace engineering and research, marked by notable projects and successful transitions between military and academic roles. His experiences underscore the importance of innovation, collaboration, and adaptability in advancing aerospace technologies. The interview serves as a valuable testament to the impact of dedicated professionals in this field.

**Keywords:** *Élcio Jerônimo de Oliveira, SARA re-entry satellite, Aerospace Engineering, Hypersonic Technology, Career Transition*

# SOUTHERN SCIENCE CONFERENCE

## Conference Scope

Food Production  
Energy Production  
Environmental Sciences  
Valuation of Resources  
Drug Production  
Production Without Waste  
One Health  
Science Education



**MENDOZA**

November, 2024

07 - 09

**HYBRID  
MODE**

**REGISTRATIONS OPEN**

**DEADLINE: OCTOBER 12**



ORGANIZING INSTITUTIONS:



PARTNER INSTITUTIONS:



INFIQC



## Invitation to the Second South Sciences Conference (SSCON)

The Organizing Committee is pleased to invite you to participate in the Second South Sciences Conference (SSCON - <https://www.sskon.org>) to be held in the **Universidad de Mendoza**, Argentina, from November 7th to 9th, 2024. The Conference will focus on important advances in various scientific and technological fields, offering another opportunity for high-level discussions, as occurred in the successful inaugural edition in 2022.

Please note that **the conference will not charge any fees for participation, including the submission of presentations and publications of papers.** The organizers aim to provide an inclusive platform for researchers and professionals to share their work and engage in fruitful discussions without financial barriers.

The Conference will feature keynote speeches, parallel sessions, poster presentations, and networking opportunities, allowing participants to exchange ideas, establish collaborations, and stay updated on the latest developments in their respective fields. We encourage researchers, academics, industry professionals, and students to submit their abstracts and contribute to the diverse range of topics covered during the event.

The official website announces further details regarding the conference program, submission guidelines, and registration process (<https://www.sskon.org>). We look forward to your participation and contributions, which will undoubtedly enrich the scientific discourse and foster progress in the South Sciences region.

### Main Theme: Working on the Global Crisis

Aligned with its main theme, "Working on the Global Crisis", SSCON 2024 will bring together experts, researchers, students, and professionals from different areas to explore innovative solutions to our current urgent global challenges. The main topics to be addressed include:

- Food Production
- Energy Production
- Environmental Sciences
- Valuation of Endogenous Resources
- Drug Production
- Production Without Waste
- One health
- Science Education

## Call for Papers

We invite the submission of abstracts for original research papers, case studies, and oral/poster presentations related to the conference topics. Submission guidelines will be available soon on the website. Join us at this important scientific event and contribute to shaping a more sustainable future for all. Register today!

<https://www.sscon.org/instructions.php>

## Scientific Program

The Conference will include plenary lectures, invited lectures, and contributed paper presentations. The meeting will be multidisciplinary in nature. A virtual session for poster presentations will be organized, similar to the first edition.

## General Information

### Conference Venue

Mendoza is the enchanting city at the heart of Argentina's famed wine country, serving as the setting for the Second South Sciences Conference. This event is scheduled for November 7-9, 2024, and promises to be a memorable gathering. Surrounded by the breathtaking Andes Mountains, Mendoza's beauty is amplified by its vast vineyards and vibrant cultural scene. The city is accessible via the Governor Francisco Gabrielli International Airport, ensuring convenience for international attendees.

The conference will take place at the prestigious **Universidad de Mendoza**, celebrating over 64 years of academic excellence. This venue offers state-of-the-art facilities and a rich historical backdrop that enhances the academic environment. In collaboration with Brazil's **University of Vassouras**, this conference is set to foster a cross-cultural exchange of knowledge and ideas, further enriching the experience for all participants.

To accommodate Brazilian students who cannot travel to Mendoza, the University of Vassouras will provide a unique classroom. In this virtual environment, students can attend the event's lectures and sessions remotely. At the end, they will receive a certificate of participation for the presentations they follow online, provided by the University of Vassouras. This initiative ensures that even those who cannot be present in person will have the opportunity to benefit from the valuable content and enriching discussions that will take place during the Second South Sciences Conference.

**Since it is a free event, there will be no payment per diem, with each student being responsible for covering their own costs and expenses.**

## Conference committees.

### Organizing Committee

- Dr. Cristián Andrés Quintero, Ph.D., Argentina, Universidad de Mendoza/Universidad Juan Agustín Maza. Chair of the conference.
- Dr. Cristiane de Souza Siqueira Pereira, PhD. Brazil, University of Vassouras. Chair of the conference.
- Dr. Walter José Peláez, PhD, Argentina, INFIQC-CONICET-FCQ-UNC | Southern Journal of Sciences Editor-in-Chief. Co-chair of the conference.
- Dr. Ketevan Kupatadze, Ph.D., Georgia, ISU | Editor-in-Chief of the Periódico Tchê Química.
- M. Sc. Shaima R. Banoon, MSc., Iraq, University of Misan | Editor-in-Chief of the Periódico Tchê Química.
- Dr. Paulo Roberto Barros Gomes, Ph.D. Brazil, Federal Institute of Technical Education of Pará.
- Dr. Olubunmi Atolani, Ph.D., Nigeria, University of Ilorin. Facilitator.
- Dr. Joan Josep Solaz-Portolés, Spain, University of Valencia. Science Education.
- Dra. Yolanda Echegoyen-Sanz, University of Valencia, Spain. Science Education.
- Dr. Luis Alcides Brandini De Boni, Ph.D., Brazil, A.S.A. General Secretary. Event Treasurer.

### Scientific Committee

- Dr. Marco Antonio Soares de Souza, Rector, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Roseli Fernandes Gennari. Institute of Physics, University of São Paulo, Brazil.
- Dr. Aswan Al-Abboodi. Department of Biology, College of Science, University of Misan, Misan, Iraq.
- Dr. Rene Francisco Boschi Gonçalves, Technological Institute of Aeronautics - ITA, Brazil.
- Dr. Eduardo Goldani, UK., Springer.
- Dr. Élcio J. de Oliveira, Kvantum Technology & Innovation, São Paulo, Brazil.
- Dr. Intisar Razzaq Sharba, Faculty of Sciences - Dept. of Biology, University of Kufa, Kufa, Iraq.
- Dr. Tamari Edisherashvili, Ilia State University, Tbilisi, Georgia.
- Dr. Anton Timoshin, I. M. Sechenov First Moscow State Medical University, Russian Federation.
- Dr. Andrey Sevbitov, I. M. Sechenov First Moscow State Medical University, Russian Federation.
- Dr. Aleksei E. Dorofeev, I. M. Sechenov First Moscow State Medical University, Russian Federation.
- Dr. Maria Kuznetsova, I. M. Sechenov First Moscow State Medical University, Russian Federation.
- Dr. Bhavna Ambudkar, Symbiosis Institute of Technology, Pune, India.
- Dr. Giorgi Dalakishvili, School Of Natural Sciences And Medicine, Ilia State University, Georgia.
- Dr. Joan Josep Solaz-Portolés, Department of Didactics of Experimental and Social Sciences, University of Valencia, Spain.

- Dr. Roberto Fernández-Maestre, Chemistry Program, Zaragocilla Campus, University of Cartagena, Cartagena, Colombia.
- Dr. Greiciane França Bronzato de Almeida, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Irenilda Reinalda Barreto de Rangel Moreira Cavalcanti, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Carlos Vitor de Alencar Carvalho, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras and State University of Rio de Janeiro, Brazil.
- Dr. Erica Cristina Rocha Roier, Professional Master's in Veterinary Medicine Diagnosis, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Carlos Eduardo Cardoso, Provost for Research and Graduate Studies, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Elizabeth Laura Moyano, Department of Organic Chemistry, Faculty of Chemical Sciences, National University of Córdoba, Argentina.
- Dr. Denise Alves Fungaro, Center of Environmental Chemistry, Nuclear and Energy Research Institute, Brazil.
- Dr. Marcos Antonio Pereira Araújo, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Cristiane Borborema Chaché, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Paloma Martins Mendonça, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Tássio Ferenzini Martins Sirqueira, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Paulo Wilton da Luz Camara, General Coordinator of Lato Sensu Postgraduate Programs, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Edjane Rocha Dos Santos, Institute of Natural, Human, and Social Sciences. Federal University Of Mato Grosso, Brazil.
- Dr. Sandro Pereira Ribeiro, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.
- Dr. Sergio Bontti, Faculty of Medical Sciences, University of Mendoza, Argentina.
- Dr. Juan Pablo Mackern-Oberti, [IMBECU] Institute of Experimental Medicine and Biology of Cuyo | [CCT MENDOZA] Scientific and Technological Center, CONICET - Mendoza | [CONICET] National Council for Scientific and Technical Research, Argentina.
- Dr. Ahmed Al-Yasari, Faculty of Sciences - Dept. of Chemistry, University of Kerbala, Kerbala, Iraq.
- Dr. Hugo Chirinos, Faculty of Environmental Engineering, Director of the Research Institute. National University of Engineering, Peru.
- Dr. Aline Maria dos Santos Teixeira, Federal Institute of São Paulo, Cubatão Campus, São Paulo, Brazil.
- Dr. Felipe da Costa Brasil, Agronomist Engineer, DSc., Undersecretary of Agriculture for the State of Rio de Janeiro, Visiting Researcher at Pesagro-RJ, Brazil.
- M. Sc. Hamilton Moss de Souza, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.
- M. Sc. Enilson Salino Braga, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.
- M. Sc. Luiz Felipe Carames Berteges, Professional Master's Degree in Environmental Sciences, University of Vassouras, Brazil.

## Language

The official language of the Second South Sciences Conference (SSCON) will be **English**.

## Important Dates

- Early Bird Registration Deadline: July 1st, 2024 (gone)
- Abstract Submission Deadline: October 12st, 2024
- Second Circular and Final Program Publication: July 2024
- Abstract Acceptance Notification: October 2024

Participants are encouraged to frequently check the conference website at <https://www.sskon.org> for the most up-to-date information and any updates regarding deadlines or other important details.

## Questions about Mendoza



**Conference Main Location**

**Mendoza University**

Address: Boulogne Sur Mer 683. CP 5500. Mendoza, Argentina

### **Conference main room:**

Facultad de Ciencias Médicas-Aula Magna Dr. René Favalaro

---

### **Parking your car:**

- University parking: free, depending on availability. Huarpes 688
- Nearby parking: \$0.3-0.4/hour. Paso de Los Andes 935

## Arriving in Mendoza



**By plane:**

Aeropuerto Internacional Gabrielli, also known as El Plumerillo  
Map



**By bus:**

Terminal de Mendoza Map

**By car:**

National routes No. 40 and 7 connect Mendoza with the entire country and Chile

---

## Staying in Mendoza

**Staying in Mendoza:**

- 718 Rufino Petit Hotel, <https://www.rufinohotelpetitmendoza.com/index.html>
- Bohemia Hotel Boutique, <https://www.bohemiahotelboutique.com/>
- Soltigua Apart Hotel Mendoza, <https://www.apartsoltigua.com.ar/>
- Diplomatic Hotel, <https://www.diplomatichotel.com.ar/>
- Park Hyatt Mendoza Hotel, Casino & Spa, <https://www.hyatt.com/es-ES/hotel/argentina/park-hyatt-mendoza-hotel-casino-and-spa/menph>

### **Eating during the conference:**

The University is located at the well-known Arístides Villanueva Avenue, an important gastronomic pole in the city, with coffee shops and restaurants. The closest to the University are:

- Churrico Arístides Villanueva 744
- Essenza Arístides Villanueva 707
- Paloma Bakery Arístides Villanueva 641
- Cofi Arístides Villanueva 757
- Café 730 Arístides Villanueva 601

### **Dinner in Mendoza:**

For fast food, several places are around the University. For gastronomic experiences, try these places on Arístides Villanueva and Sarmiento avenues:

- El Mercadito Arístides Villanueva 521 Instagram @elmercaditoar
- Chachingo Arístides Arístides Villanueva 383 Instagram @chachingo.bares
- República bistró Arístides Arístides Villanueva 373 Instagram @republica.restaurant
- El Patio de Jesús María Av. Boulogne Sur Mer 788 Instagram @elpatiodejesusmaria
- Almacén de Pizzas Arístides Villanueva 175 Instagram @almacendepizzas
- Carolino Cocina de Estación Av. Perú 775 Instagram @carolinococina

### **Where to go in your free time, local activities:**

#### **Museums:**

- Museo de Ciencias Naturales y Antropológicas Juan Cornelio Moyano. Av. Las Tipas y Prado Español s/n. Parque General San Martín
- Museo del Área Fundacional. Beltrán and Videla Castillo square, Mendoza city
- Museo del Pasado Cuyano. Montevideo 544, Mendoza city
- Museo Nacional de Malvinas. Ituzaingó and 9 de Julio, Maipú, Mendoza
- Campo Histórico El Plumerillo. Villa Nueva, Guaymallén, Mendoza
- Cuartel general de San Martín. Remains of the House used by General San Martín during the organization of the Ejército de los Andes. Centro Cívico

- Museo Nacional del Vino y la Vendimia. Hipólito Yrigoyen 501, Maipú, Mendoza
- Museo Casa de Fader. San Martín 3651, Mayor Drummond, Luján de Cuyo, Mendoza

**Activities:**

- Wine tours: different vineyards around the city offer visits and wine tastings.
- Outdoor activities: trekking, hiking, and sightseeing tours are available.
- Cultural events: theater plays, music concerts, and art exhibitions can be enjoyed.