



Aplicação de Fibras de Carbono Reciclada por Processo de Pirólise Oriundas de Compósitos Estruturais com Recobrimento de Óxido de Nióbio não Estequiométrico como Materiais de Eletrodo em Supercapacitores

Valdinei Euzebio Rodrigues¹, Felipe Rocha Caliare², Felipe Miranda³, Jorge Tadao Matsushima⁴, Maurício Ribeiro Baldan⁵

¹Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, SP, Brasil

Aluno de Mestrado do curso de Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores - CMS.

² Center for Thermal Spray Research, Stony Brook University, Stony Brook, NY, USA

³Instituto Tecnológico da Aeronáutica, São José dos Campos, SP, Brasil

⁴ Faculdade de Tecnologia de São José dos Campos - Professor Jessen Vidal, FATEC, São José dos Campos, SP, Brasil - LABAS – Materiais.

⁵Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, SP, Brasil - LABAS – Materiais.

Valdinei.mestrado@gmail.com

Resumo. *Compósitos reforçados com fibras de carbono (FC) tem grande importância Industrial por sua elevada resistência mecânica, baixa massa específica, condutividade elétrica e propriedades capacitivas. O Brasil se destaca como um dos principais produtores de nióbio do mundo, para o óxido de nióbio não estequiométrico obtido por aspersão de plasma verificou-se boas propriedades condutivas de 3430 S/m. Este trabalho consiste em viabilizar o uso de FC recicladas recobertas com óxido de nióbio, como material de eletrodo de supercapacitores. Imagens FEG-MEV mostraram superfície das fibras. A área BET e as análises FTIR, Raman e de Voltametria Cíclica mostraram que os tratamentos realizados na FC recicladas não contribuíram para melhorar a capacidade de armazenamento de cargas na interface eletrodo/eletrolito. As curvas de carga/descarga evidenciam boa ciclabilidade e os valores de capacitância específica para a FC reciclada de 34 Fg-1, densidade de potência de 37,6 Wkg-1 e a densidade de energia de 4,7 Whkg-1.*

Palavras-chave: Fibra de carbono; Óxido de nióbio; Pirólise; Plasma; Supercapacitores.



1. Introdução

Os compósitos estruturais a base de epóxi e fibra de carbono vêm ganhando cada vez mais utilidade dentro da indústria aeronáutica e trata-se de um produto com alto valor agregado, do qual a sua utilização visa diminuir o peso e o custo operacional da aeronave. Porém, o seu uso gera resíduo, que são dispostos em aterros sanitários ou são incinerados, portanto a reciclagem é um processo viável para o material.

Estes materiais são muito utilizados, com excelentes propriedades como: baixa massa específica, resistência mecânica e a corrosão (CALLISTER, 2006), além de ter uma vida útil longa, mantendo durante o período a qualidade estrutural, entretanto, seu tempo útil, é finito. Todavia a forma menos nobre de se reaproveitar tem sido pela reciclagem mecânica que é feita através da trituração do material e utiliza-lo como reforço para processar novos compósitos (PARDINI, 2006), a economia desses recursos é necessária e o gerenciamento de energia, seja na conversão e armazenamento, é de suma importância para esse cenário (ZHANG, 2016).

Alguns poucos relatos evidenciam o uso de fibra de carbono reciclada em sistemas de armazenamento de energia, (ZHOU, 2019) propuseram a construção de um supercapacitor flexível a partir de fibras de carbono reciclada. A introdução de grupos oxigenados com a modificação das fibras de carbono reciclada determinou um potencial trabalho de 2,4 V em um eletrólito aquoso contendo 1,0 mol L⁻¹Na₂SO₄, além de expandir a janela de potencial negativa para -1,4 V (vs. potencial do eletrodo de calomelano). Os testes de carga e descarga mostraram uma retenção de capacitância de 90% e 93,6% após 10.000 ciclos.

As fibras receberam tratamentos de oxidação químico (FCP-Q) e termoquímico (FCP-TQ), pois a capacidade de armazenamento de energia é o que define a tecnologia desses dispositivos que tem recebido bastante atenção, em razão de suas características intrínsecas relacionadas a sua elevada densidade de potência e de energia (PICKERING, 2006).

O óxido de nióbio possui vários polimorfos cristalinos e diversas fases não estequiométricas com diferentes propriedades relacionadas (NICO, 2016; ROSENFELD, 1994; ZILLGEN, 2002; FISCHER, 2003). Além do uso de ácido sulfúrico como eletrólito, afim de entender a interação do hidrônio com a superfície do óxido não estequiométrico, buscou-se investigar outros eletrólitos como o sódio (KUSH, 2013), e o lítio (MURUNGAN, 2016).

2. Metodologia

2.1 Recuperação do tecido de fibra de carbono por processo de pirólise

Descartes de pré-impregnados de fibra de carbono/epóxi foram submetidos ao processo de pirólise, o qual foi realizado em um forno tubular da marca EDG Equipamentos, modelo EDG10P-S a temperatura de 500°C ± 10°C e uma taxa de aquecimento de 10oC min⁻¹por 4



h em atmosfera de argônio. Após o processo, o tecido de fibra de carbono pirolisada (FCP) foi limpo em acetona por 1 h em banho de ultrassom.

2.2. Tratamentos oxidativos no tecido de fibra de carbono pirolisada

A partir deste tecido de FCP, foram realizados dois tratamentos: termoquímico e químico. Os tratamentos foram realizados a fim de modificar a morfologia e a química de superfície da FCP. O tratamento termoquímico foi feito em um forno tubular da marca EDG Equipamentos, modelo EDG10P-S, numa atmosfera de argônio com rampa de aquecimento de $5^{\circ}\text{Cmin}^{-1}$ até atingir o patamar de 600°C por 30 min seguido de um resfriamento até alcançar a temperatura ambiente. O tratamento químico da FCP foi feito em ácido nítrico 65 % marca Neon em ebulição por 1 h seguida de uma lavagem exaustiva com água deionizada e seca em estufa à vácuo a 100°C por 24 h. Após os tratamentos realizados, o tecido de FCP foi mergulhada em acetona e mantida em banho ultrassom por 1 h para finalização do preparo da amostra.

A amostra de FCP termoquimicamente tratada foi designada como FCP-TQ e aquela tratada quimicamente como FCP-Q.

2.3. Caracterização física e eletroquímica

O aspecto morfológico das amostras FCP, FCP-TQ e FCP-Q foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (FEG-MEV) utilizando um equipamento modelo VEGA3 TESCAN, auxiliado pelo software VegaTCx64. A área de superfície foi determinada usando o método de cálculo Brunauer, Emmet e Teeler (BET). As amostras FCP, FCP-TQ e FCP-Q foram previamente desgaseificada por 24 h a 200°C e caracterizada por um equipamento automático ASAP 2020 PLUS usando gás nitrogênio (N_2) a 77 K.

Informações qualitativas sobre as funcionalidades químicas de superfície foram obtidas por análise de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) usando a técnica de refletância total. Os espectros de FTIR foram registrados em uma faixa de 4.000 a 400 cm^{-1} utilizando um espectrômetro Spectrum One Perkin Elmer com aquisição de 16 varreduras/min e resolução de 4 cm^{-1} . A caracterização estrutural foi realizada por Espectroscopia de Espalhamento Raman utilizando um laser ($\lambda = 514,6\text{ cm}^{-1}$). Os espectros Raman foram registrados por um instrumento de alta resolução da marca Horiba Scientific e modelo LabRAM HR Evolution.

As medidas eletroquímicas foram feitas usando um potenciostato AUTO-LAB, modelo AUT84095 e tipo PGSTAT302N acoplada a uma célula de 3 eletrodos. FCP, FCP-TQ e FCP-Q para as fibras, já o óxido de nióbio T1, T2 e T3 também foram utilizadas como eletrodos de trabalho. Um eletrodo Ag/AgCl saturado em KCl foi utilizado como referência e duas placas de platina serviram como contra-eletrodo. As medidas eletroquímicas foram realizadas em uma solução aquosa contendo $2,0\text{ mols L}^{-1}$ H_2SO_4 em diferentes velocidades de varreduras para as fibras, já para o óxido foram utilizadas também as soluções de Na_2SO_4 e Li_2SO_4 $2,0\text{ mols L}^{-1}$.

2.4. Análise do processo de carga/descarga



O processo de carga/descarga foi analisado por cronopotenciometria em diferentes valores de corrente numa faixa de potencial entre 0,0 e 1,0 V e foi usada a mesma solução eletrolítica, equipamento e configuração de célula empregada para as medidas de voltametria cíclica. As curvas de carga e descarga forneceram dados utilizados para o cálculo da capacitância específica (C_{esp}), da eficiência coulômbica (α), da energia específica (W) e da potência específica (P) de acordo com as Eqs. 1, 2, 3 e 4, respectivamente.

$$C_{esp} = \frac{i\Delta t}{\Delta V m} \quad (1)$$

$$\alpha = \frac{t_D}{t_C} 100\% \quad (2)$$

$$W = \frac{1}{2} C_{esp} (E_D)^2 \quad (3)$$

$$P = \frac{W}{t_D} \quad (4)$$

Onde i é a corrente aplicada (A), Δt é a variação do tempo (s), ΔV é a variação de potencial, m é a massa dos eletrodos, t_D é o tempo de descarga, t_C é o tempo de carga e E_D é o potencial de descarga.

3. Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta as imagens FEG-MEV da FCP, FCP-TQ e FCP-Q. Como mostrado na Figura 1(A), os filamentos da fibra de carbono foram praticamente limpos com as condições de pirólise empregadas na reciclagem, permanecendo somente traços de carbono residual resultantes da degradação da resina epóxi. Com o tratamento termoquímico realizado, à princípio, verifica-se que não houve qualquer alteração no aspecto morfológico bem como no diâmetro dos filamentos da FCP, conforme pode ser visualizado nas Figuras 1(B). Entretanto, com o tratamento químico, a FCP teve uma alteração morfológica mais acentuada com a formação de sulcos mais profundos no sentido longitudinal dos filamentos, porém sem a redução aparente do diâmetro do filamento, conforme pode ser visualizado na Figura 1(C).

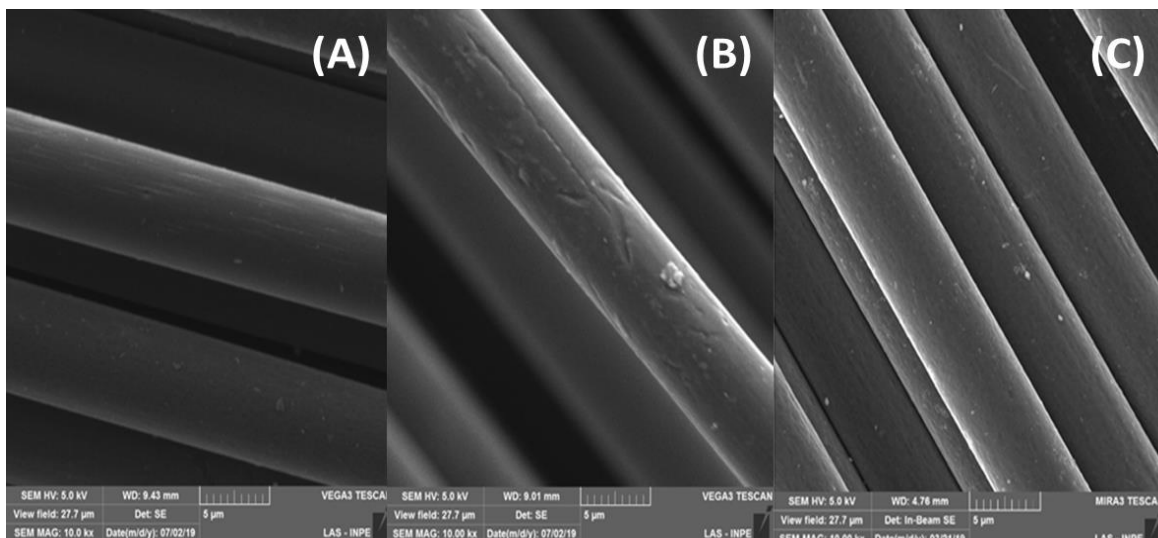




Figura 1. Imagens FEG-MEV (A) FCP, (B) FCP-TQ e (C) FCP-Q. Ampliação de 10.000 x.

Informações sobre a condição superficial da FCP, FCP-TQ e FCP-Q foram obtidas a partir da determinação da área de superfície através do método de cálculo BET em atmosfera de N₂ a 77K e pelas análises de FTIR para obter informações qualitativas sobre os grupos funcionais de superfície.

A Tabela 1 traz os valores de área BET determinadas para as amostras FCP, FCP-TQ e FCP-Q. Comparando estes valores, verifica-se uma grande diminuição da área de superfície para a FCP-Q, porém, o valor correspondente a área de superfície da FCP-TQ (36 m² g⁻¹) é muito próxima do da FCP (32 m² g⁻¹), evidenciando uma mínima influência do tratamento realizado. Isso também pode ser conferido a partir das imagens FEG-MEV, onde pode ser observado nenhuma alteração morfológica das FCP e FCP-TQ. Com relação a FCP-Q a diminuição da área de superfície (2 m²g⁻¹) pode ser atribuída a uma possível dissolução química com o tratamento realizado. O valor de área superficial BET da FCP de 32 m²g⁻¹ também corresponde àquele determinado por (NAHIL, 2011), ao recuperar as fibras de carbono a partir da reciclagem de um compósito de resina polibenzoxazina.

Tabela 1: Área de superfície BET das amostras de FCP, FCP-TQ e FCP-Q.

AMOSTRA	ÁREA DE SUPERFÍCIE BET / m ² g ⁻¹
FCP	32
FCP-TQ	36
FCP-Q	2

Os possíveis grupos funcionais presentes na FCP e aqueles introduzidos com os tratamentos termoquímico e químico foram caracterizados por análise FTIR. A Figura 2 apresenta os espectros FTIR das FCP, FCP-TQ e FCP-Q. Nos espectros estão delimitadas apenas as regiões e os picos correspondentes aos modos vibracionais dos grupos funcionais mais relevantes que evidenciaram modificações superficiais com os tratamentos realizados. Comparando os espectros FTIR, observa-se que a FCP-TQ e FCP-Q apresentaram alterações de alguns modos vibracionais comparada com a FCP, destacando a atenuação do sinal observada na região de 3.630 a 2.984 cm⁻¹ resultante dos modos de estiramento dos grupos OH e de 1.720 a 1.540 cm⁻¹ atrelado as vibrações de estiramento de C=O de ésteres e ácidos carboxílicos para a FCP-TQ (BINIAK, 1997; SEREDYCHA, 2008; LEE, 2015). Por outro lado, um aumento do sinal no espectro correspondente a esses modos vibracionais foi observado para a FCP, cujo aumento se atribui à oxidação química devido a uma maior quantidade de grupos OH e C=O formados, com a incorporação de uma quantidade maior de grupos carboxílicos a superfície da FCP (LIMA, 2019; THUE, 2020; MACNALLY, 2007).

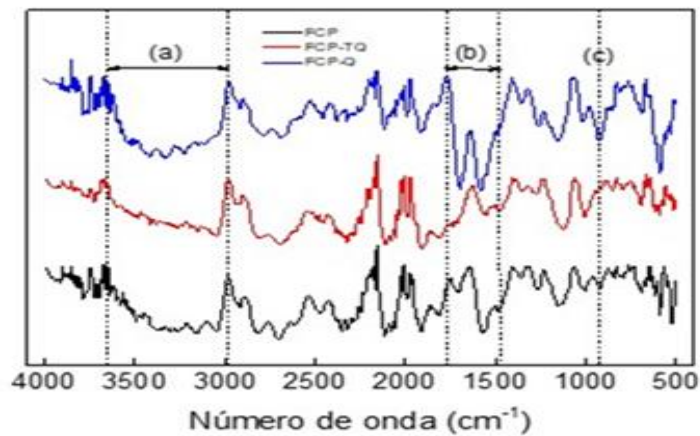


Figura 2. Espectros FTIR das FCP, FCP-TQ e FCP-Q.

A alteração estrutural da FCP com os tratamentos termoquímico e químico pode ser mais bem acompanhada por análise de Espectroscopia Raman, com a qual permite analisar os defeitos estruturais em materiais carbonosos, particularmente, em fibra de carbono.

A Figura 3 mostra os espectros Raman obtidos da FCP, FCP-TQ e FCP-Q. Os espectros foram deconvoluídos por funções gaussianas para a separação de efeitos Raman devido a sobreposição das bandas características de materiais carbonosos. Três bandas denominadas como D, D' e G foram definidas com a análise gráfica. As duas bandas de maior intensidade (D e G) definem o grau de organização estrutural de materiais carbonosos. A banda D centrada em 1.330-1.350 cm^{-1} é atribuída ao defeito e a desorganização estrutural de material carbonoso e a banda G localizada em 1.580-1.600 cm^{-1} está relacionada a estrutura ordenada grafítica (DRESSSELHAUS, 2005; PIMENTA, 2007). Além disso, um ombro que se define na faixa do espectro em 1.500-1.550 cm^{-1} (banda D') está associado com as formas amorfas ou defeitos intersticiais (SADEZKY, 2005; JAWHARI, 1995).

Os valores da área (A) as bandas D, D' e G extraídos a partir da deconvolução dos espectros Raman e da razão da intensidade de pico das bandas D e G (ID/IG) e das bandas D' e G (ID'/IG) apresentados na Tabela 2, são indicadores que permitem obter maiores informações a respeito do grau de desorganização estrutural, cujos valores de ID/IG e ID'/IG indicam a quantidade de cristalitos grafíticos estruturalmente ordenados e a proporção de estruturas de carbono amorfo e de grupos funcionais contendo oxigênio na superfície dos filamentos da fibra de carbono, respectivamente (LI, 2016).

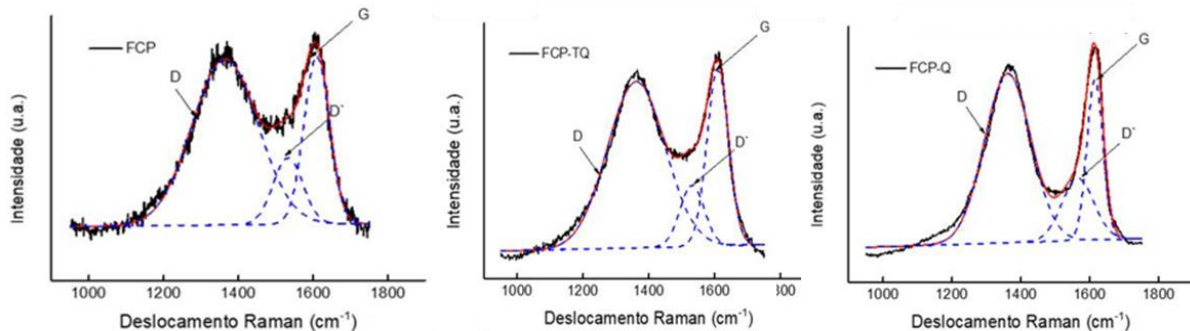




Figura 3. Espectros Raman das amostras FCP, FCP-TQ e FCP-Q.

Tabela 2: Valores da área das bandas D, D' e G extraídas a partir da deconvolução dos espectros Raman e da razão das intensidades de pico das bandas D e G (I_D/I_G) e das bandas D' e G ($I_{D'}/I_G$).

AMOSTRA	ÁREA			I_D/I_G	$I_{D'}/I_G$
	D	D'	G		
FCP	63,6	11,5	24,8	0,98	0,39
FCP-TQ	64,2	10	25,6	0,93	0,34
FCP-Q	63,2	16,2	20,7	1,05	0,38

Os processos capacitivos e redox das FCP, FCP-TQ e FCP-Q foram caracterizadas por voltametria cíclica e estudadas utilizando uma solução eletrolítica em 2,0 mol L⁻¹ H₂SO₄ em diferentes velocidades de varredura. Os voltamogramas cíclicos registrados em uma faixa de potencial de trabalho de 0,0 V a 1,0 V a 5 mV s⁻¹ são mostrados na Figura 4.

Como pode ser visto na Figura 4, os voltamogramas cíclicos das fibras, a FCP-TQ apresentou maior área comparada às das FCP com um perfil quase retangular, indicando um bom dispositivo capacitivo, evidenciando que os processos de carregamento e descarregamento da dupla camada ocorrem com a mesma taxa, ou seja, a quantidade de espécies iônicas que se difundem e formam a dupla camada elétrica com a polarização eletrônica, é a mesma que deixam a interface no processo de descarregamento. A perda da forma retangular dos perfis voltamétricos em FCP-Q, é uma consequência da combinação de fatores como, características morfológicas, estruturais e elétricas dos materiais, atreladas as diferenças quanto as terminações superficiais, a porosidade e a resistividade elétrica.

Esses resultados evidenciam que o tratamento termoquímico realizado na FCP foi efetivo para o aumento de área superficial, bem como para a remoção de possível material permanente sobre os filamentos e desta maneira, aumentando-se efetivamente a área específica para o processo de carregamento e descarregamento da dupla camada elétrica

Já para os óxidos a amostra T3 tem seu perfil voltamétrico apresentado em diferentes eletrólitos, o sulfato de lítio apresentou a menor janela de corrente, evidenciando uma dificuldade muito grande dos íons em realizar o processo de carregamento da dupla camada, com uma janela um pouco maior em relação ao sulfato de lítio está o eletrólito de sulfato de sódio, entretanto a melhor resposta de carregamento se deu no eletrólito de ácido sulfúrico, onde pode se observar a presença de pseudo-capacitância inerente ao óxido de nióbio.

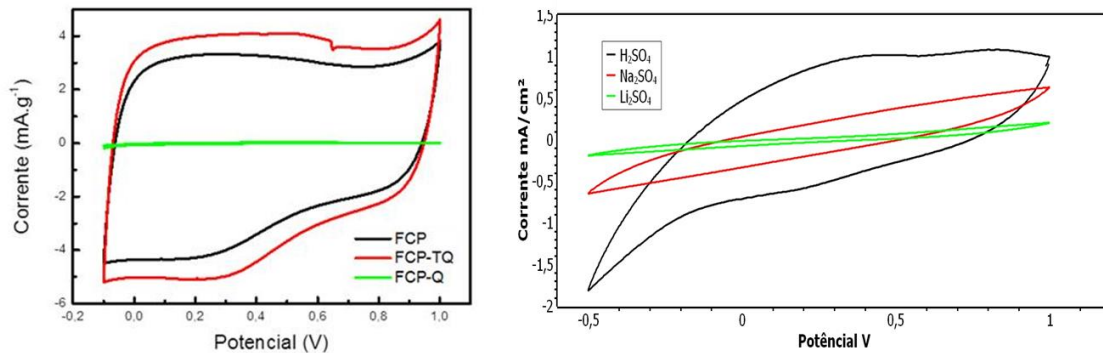


Figura 4. Voltamogramas cíclicos da FCP, FCP-TQ e FCP-Q em $2,0 \text{ mol L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$ a 5 mV s^{-1} e T3 em H_2SO_4 , Na_2SO_4 e Li_2SO_4 estes em $2,0 \text{ mol L}^{-1}$.

Analisando-se as curvas galvanostáticas registradas para o 3º ciclo, as curvas de carga e descarga para as amostras FCP, FCP-TQ e FCP-Q, verifica-se que o processo de carregamento e descarregamento ocorre de forma quase linear para as FCP e FCP-TQ, estão apresentadas na Figura 5. A linearidade da curva de carga/descarga é resultado de processos que ocorre na interface eletrodo/eletrólito puramente capacitivos. Outra verificação é o tempo em que ocorre o processo, tempos maiores para uma determinada corrente envolvida significa maior capacidade de armazenamento e entrega de energia em uma determinada faixa de potencial, verificado para as FCP e FCP-TQ quando comparado às FCP-Q.

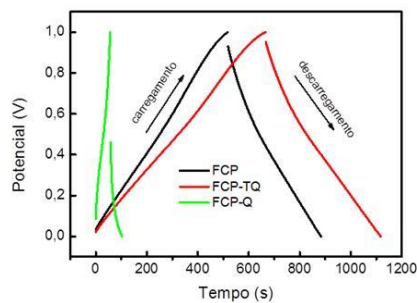


Figura 5. Curvas de carga e descarga obtidas em solução $2,0 \text{ mol L}^{-1} \text{ H}_2\text{SO}_4$ estabelecidas em uma corrente de 1 mA .

A Tabela 3 traz os valores de capacidade específica (C_{esp}), densidade de potência (P) e de energia (W) para as FCP, FCP-TQ e FCP-Q. Com base nos valores de C_{esp} , verifica-se que as FCP-TQ apresentou a capacidade específica mais elevada e já discutida a partir da análise morfológica, voltametria cíclica e curva carga/descarga.

Tabela 3. Valores de C_{esp} , P e W .

AMOSTRA	$C_{esp} / \text{F g}^{-1}$	$P / \text{W kg}^{-1}$	$W / \text{W h kg}^{-1}$
FCP	34,0	37,6	4,70
FCP-TQ	28,0	37,4	3,80
FCP-Q	4,3	48,2	0,59
Supercapacitores	-	$\sim 10,0 \text{ a } 10^5$	$\sim 0,06 \text{ a } 10^1$



4. Conclusão

Conclui-se que fibras de carbono recuperadas a partir do processo de pirólise de descartes de CERFC apresentaram potencial como eletrodos em supercapacitores. Os tratamentos termoquímico e químico realizados na FCP não contribuíram para melhorar a capacidade de armazenamento de cargas na interface eletrodo/eletrólito, pelo contrário, o tratamento químico levou a uma grande redução da capacidade da FCP no armazenamento. Isso provou que a FCP pode ser utilizada como material de eletrodo em supercapacitores sem a necessidade de passar por tratamentos posteriores.

As amostras de óxido não estequiométricos estão em fase inicial de estudos e caracterização eletroquímica, contudo pode-se concluir que o melhor eletrólito é o meio ácido pois o íon hidrônio tem uma melhor resposta apresentando a maior janela de corrente e evidenciando a pseudo-capacitância que é uma propriedade de interesse pois ela é responsável por carregamentos e descarregamentos rápidos.

***Agradecimentos:** Os autores agradecem ao projeto CNPq juntamente com Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), os quais permitiram o desenvolvimento do projeto, este com a estrutura física, laboratórios e equipamentos, já aquele com fornecimento da bolsa de iniciação científica a qual custeia o projeto (88887.608457/2021-00). Agradecemos ao Laboratório de Materiais do Laboratório de Plasmas e Processos do ITA (LABMAT/LPP/ITA) pela realização das análises FTIR.*

Referências

- BINIAK, S., SZYMA, G., SIEDLEWSKI, J., SWITKOWSKI, A., “The characterization of activated carbons with oxygen and nitrogen surface groups”, Carbon, v. 35, n. 12, pp. 1799-1810, Apr. 1997.
- CALLISTER, W.D. Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais – Uma Abordagem Integrada, Rio de Janeiro, 2ª. ed., LTC, 2006.
- DRESSELHAUS, M.S., DRESSELHAUS, G., SAITO, R. et al. “Raman spectroscopy of carbon nanotubes”, Physical Reports, v. 409, pp. 47-99, Mar. 2005.
- FISCHER, V., STÖRMER, H., GERTHSEN, D., STENZEL, M., ZILLGEN, H., IVERS-TIFFÉE, E., Niobium as new material for electrolyte capacitors with nanoscale dielectric oxide layers, in: Proceedings of the 7th International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM 2003), Nagoya, Japan, 2003, pp. 1134–1137.
- JAWHARI, T., ROID, A., CASADO, J. “Raman spectroscopic characterization of some commercially available carbon black materials”, Carbon, v. 33, n. 11, pp. 1561-1565, Jul. 1995.
- KUSH, U., GIHOON, C., HELGA, H., PATRIK, S., SILVA, T., MONTEMOR, A., ALTOMARE, M., Capacitance Response in an Aqueous Electrolyte of Nb₂O₅ Nanochannel Layers Anodically Grown in Pure Molten o-H₃PO₄. Electrochimica Acta. ISSN 0013-4686. Vol. 281 (2018), pp. 725-737
- LEE, J.H, AHN, H.J., CHO, D. et al., “Effect of surface modification of carbon felts on capacitive de-ionization for desalination”, Carbon Letters, v.16, n. 2, pp. 93-100, Jan. 2015.
- LEE, J.H, AHN, H.J., CHO, D. et al., “Effect of surface modification of carbon felts on capacitive deionization for desalination”, Carbon Letters, v.16, n. 2, pp. 93-100, Jan. 2015.
- LI, N., WU, Z., HUO, L., et al. “One step functionalization of carbon fiber using in situ generated aromatic diazonium salts to enhance adhesion with PPBES resins”, RSC Advances, v. 6, pp. 70704-70714, Jul. 2016.



LIMA, D.R., HOSSEINI-BANDAGHARAEIB, A., THUES, P.S. et al., “Efficient acetaminophen removal from water and hospital effluents treatment by activated carbons derived from Brazil nutshells”, *Colloids and Surfaces A*, v. 583, pp. 1-12, Sep. 2019.

MACNALLY, T., BOYD, P., MACCLORY, C., et al., “Recycled Carbon Fiber Filled Polyethylene Composites”, v. 107, pp. 2015-2021, Oct. 2007.

morphological characterization of Nb₂O₅ thin film deposited by reactive sputtering, *J. Vac. Sci. Technol. A* 12 (1994) 135–139.

MURUGAN, M., MOHAN, R., Facile hydrothermal preparation of niobium pentaoxide decorated reduced graphene oxide nanocomposites for supercapacitor applications. *Chem. Phys. Lett.* Vol. 650(2016), pp 35-40

NAHIL, M.A., WILLIAMS, P.T., “Recycling of carbon fibre reinforced polymeric waste for the production of activated carbon fibres”, *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, v. 91, pp. 67-75, 2011.

NETO, F.L. e PARDINI, L.C. *Compósitos Estruturais – Ciência e Tecnologia*. São Paulo, 1ª ed. Editora Edgard Blucher, 2006.

NICO, C., Monteiro, T., M.P.F. Graça, Niobium oxides and niobates physical properties: review and prospects, *Prog. Mater. Sci.* 80 (2016) 1–37.

PICKERING, S.J. “Recycling technologies for thermoset composites materials – current status”, *Composites Part A*, vol. 37, pp. 1206-1215, 2006.

PIMENTA, M.A., DRESSELHAUS, M.A., DRESSELHAUS, G. et al. “Studying disorder in graphite-based systems by Raman spectroscopy”. *Physical Chemistry Chemical Physics*, v. 9, n. 11, pp. 1276-1290, Jan. 2007.

ROSENFELD, D., SAJINES, R., LEVY, F., BUFFAT, B.A., DEMARNE, V., GRISEL, A., Structural and SADEZKY, A., MUCKENHUBER, H., GROTHE, H. et al. “Raman microspectroscopy of soot and related carbonaceous materials: Spectral analysis and structural information”, *Carbon*, v. 43, n. 8, pp. 1731-1742, Jul. 2005.

SEREDYCHA, M., HULICOVA-JURCAKOVA, LUB, G.Q., BANDOSZA, T., “Surface functional groups of carbons and the effects of their chemical character, density and accessibility to ions on electrochemical performance” *Carbon*, v. 46, n. 11, pp. 1475-1488, Sep. 2008.

THUE, J.S., UMPIERRES, C.S., LIMA, E.C. et al., “Single-step pyrolysis for producing magnetic activated carbon from tucumã (*Astrocaryum maculeatum*) seed and nickel(II) chloride and zinc(II) chloride. Application for removal of nicotinamide and propranolol”, *Journal of Hazardous Materials*, v. 398, n. 5, pp. 122903, Nov. 2020.

ZHANG, X., HOU, L., CIESIELSKI, A. SAMORI, P. “2D Materials beyond graphene for high-performance energy storage applications, *Advanced Energy Materials*, v. 6, n. 1600671, pp. 1-21, Jul. 2016.

ZHOU, Y., ZHU, Z., ZHAO, C., ZHANG, K., WANG, B., ZHAO, C., CHEN, G., “Reclaimed Carbon FiberBased 2.4 V Aqueous Symmetric Supercapacitors”, *ACS Sustainable Chem. Eng.*, v. 7, pp. 5095-5102, 2019.

ZILLGEN, H., STENZEL, M., LOHWASSER, W., New niobium capacitors with stable electrical parameters, *Active Passive Electron Comp.* 25 (2002) 147–153.