

ENGENHARIA DE MATERIAIS E NANOMATERIAIS: SÍNTESE, USOS E APLICAÇÕES

Organizadores:
Eduarda Medran Rangel
Cátia Liane Ucker
Fábio Calcagno Riemke



ENGENHARIA DE MATERIAIS E NANOMATERIAIS: SÍNTESE, USOS E APLICAÇÕES

Organizadores:
Eduarda Medran Rangel
Cátia Liane Ucker
Fábio Calcagno Riemke



EDUARDA MEDRAN RANGEL
CÁTIA LIANE UCKER
FÁBIO CALCAGNO RIEMKE

**ENGENHARIA DE MATERIAIS E NANOMATERIAIS:
SÍNTESE, USOS E APLICAÇÕES**

1ª Edição

Quipá Editora
2021

Copyright © dos autores e autoras. Todos os direitos reservados.

Esta obra é publicada em acesso aberto. O conteúdo dos capítulos, os dados apresentados, bem como a revisão ortográfica e gramatical são de responsabilidade de seus autores, detentores de todos os Direitos Autorais, que permitem o download e o compartilhamento, com a devida atribuição de crédito, mas sem que seja possível alterar a obra, de nenhuma forma, ou utilizá-la para fins comerciais.

Revisão e normalização: os autores e autoras

Preparação e diagramação: Quipá Editora

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

E57 Engenharia de materiais e nanomateriais : síntese, usos e aplicações /
Organizado por Eduarda Medran Rangel, Cátia Liane Ucker e Fábio Calcagno Riemke. — Iguatu, CE : Quipá Editora, 2021.

73 p. : il.

ISBN 978-65-89973-34-8

DOI 10.36599/qped-ed1.094

1. Engenharia de materiais. I. Rangel, Eduarda Medran. II. Ucker, Cátia Liane.
III. Riemke, Fábio Calcagno. IV. Título.

CDD 620.1

Elaborada por Rosana de Vasconcelos Sousa — CRB-3/1409

Obra publicada em setembro de 2021.

CONSELHO EDITORIAL

Me. Adriano Monteiro de Oliveira, Quipá Editora

Dra. Aida Figueiredo, Univeridade de Aveiro (UA)

Dra. Alana Maria Cerqueira de Oliveira, Instituto Federal do Acre

Me. Ana Paula Brandão Souto, HUWC / Universidade Federal do Ceará (UFC).

Me. Ana Nery de Castro Feitosa, DHUWC/ Universidade Federal do Ceará (UFC).

Dra. Anna Ariane Araújo de Lavor, Instituto Federal do Ceará (IFCE), Campus Iguatu.

Dra. Anny Kariny Feitosa, Instituto Federal do Ceará (IFCE)

Me. Antoniele Silvana de Melo Souza, Secretaria Estadual de Pernambuco

Dr. Carlos Wagner Oliveira, Universidade Federal do Cariri (UFCA)

Me. Cristiane Ferreira Lima Secretaria de Administração Penitenciária do Ceará , SAP/CE

Dra. Elaine Carvalho de Lima, Instituto Federal do Triângulo Mineiro (IFTM)

Dra. Érica P. C. de Lima Machado, Universidade Federal do Rio Grande do Norte (UFRN)

Dra. Fernanda Pereira Martins, Instituto Federal de Goiás (IFG), Campus Valparaíso

Dra. Francione Charapa Alves, Universidade Federal do Cariri (UFCA)

Me. Francisco Odécio Sales, Instituto Federal do Ceará (IFCE), Campus Crateús

Dra. Harine Matos Maciel, Instituto Federal do Ceará (IFCE), Campus Baturité

Dra. Hidelano Delanusse Theodoro, Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG)

Dr. Iarê Lucas Andrade, Universidade Regional do Cariri (URCA)

Dra. Jane Márcia Mazzarino, Universidade do Vale do Taquari (UNIVATES)

Dr. Jarles Lopes de Medeiros, Universidade Estadual do Ceará (UECE)

Dr. José Luiz Esteves, BSSP Escola de Negócios / MULTIVIX – Pós-Graduação

Me. Josete Malheiro Tavares, Secretaria Municipal de Saúde, Eusébio - CE

Dra. Júlia Elisabete Barden, Universidade do Vale do Taquari (UNIVATES)

Dra. Keyle Sâmara Ferreira de Souza, Secretaria de Educação (SEDUC/CE)

Dr. Marcelino Gevilbergue Viana, Universidade Regional do Cariri (URCA)

Dr. Marcos Pereira dos Santos, Faculdade Rachel de Queiroz (FAQ) - Ponta Grossa/PR

Me. Maria Antunízia Gomes, Instituto Federal do Ceará (IFCE)

Dra. Maria Eneida Feitosa, Universidade Regional do Cariri (URCA)

Dra. Maria Iracema Pinho de Souza, Universidade Federal do Cariri (UFCA)

Me. Marília Maia Moreira, Secretaria Municipal de Educação de Fortaleza, Ceará

Me. Mira Raya Paula de Lima, Instituto Federal do Ceará (IFCE)

Dra. Mônica Maria Siqueira Damasceno, Instituto Federal do Ceará (IFCE)

Dra. Patricia Verônica Nunes Carvalho Sobral de Souza, TCE-SE/ Universidade Tiradentes

Esp. Ricardo Damasceno de Oliveira, Universidade Regional do Cariri

Me. Sergio Ricardo Quiroga, Periodista, ICAES - Catedra Francesco Fattorello, Argentina

Dra. Sislândia Maria Ferreira Brito, Universidade Regional do Cariri (URCA)

Dr. Thiago Barbosa Soares, Universidade Federal do Tocantins (UFT)

APRESENTAÇÃO

Esta coletânea apresenta pesquisas científicas relacionados a materiais e nanomateriais cerâmicos, metálicos e poliméricos, bem como métodos de síntese desses materiais, propriedades, diferentes técnicas de análise e caracterização, usos e aplicações nas áreas de Engenharia e meio ambiente.

Ao longo de seus cinco capítulos, vislumbram-se estudos abordando: a utilização dos óxidos de nióbio dentro da engenharia de materiais; estudo da modificação química de fibras de celulose para uso como agente de reforço; das propriedades do ZnO sintetizado por síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas; a respeito da síntese de KNbO_3 pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas com aplicação em degradação fotocatalítica; bem como, acerca dos biomateriais utilizados na área da saúde.

Através dos capítulos o leitor terá uma aproximação desde a obtenção do material até sua aplicação final. Outrossim, este compilado de pesquisas poderá servir como subsidio para futuros estudos.

SUMÁRIO

APRESENTAÇÃO

CAPÍTULO 1 09

A VERSATILIDADE DA UTILIZAÇÃO DOS ÓXIDOS DE NIÓBIO DENTRO DA ENGENHARIA DE MATERIAIS

Eduarda Medran Rangel

Cátia Liane Ucker

Fábio Calcagno Riemke

CAPÍTULO 2 22

ESTUDO DA MODIFICAÇÃO QUÍMICA DE FIBRAS DE CELULOSE PARA USO COMO AGENTE DE REFORÇO

Gabriel Monteiro Cholant

Alexandra Augusta Reichert

Amanda Dantas de Oliveira

CAPÍTULO 3 34

ESTUDO DAS PROPRIEDADES DO ZnO SINTETIZADO POR SÍNTESE HIDROTÉRMICA ASSISTIDA POR MICROONDAS

Andriele Lange da Rosa

Cristiane Raubach Ratmann

Francielen San Martins Rodrigues

Sergio da Silva Cava

CAPÍTULO 4**46**

SÍNTESE DE KNbO_3 PELO MÉTODO HIDROTÉRMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS COM APLICAÇÃO EM DEGRADAÇÃO FOTOCATALÍTICA

Francielen San Martins Rodrigues

Andriele Lange da Rosa

Cristiane Raubach Ratmann

Sérgio da Silva Cava

CAPÍTULO 5**58**

BIOMATERIAIS UTILIZADOS NA ÁREA DA SAÚDE

Karine Laste Macagnan

Estela Fernandes e Silva

Daiana Kaster Garcez

Eduarda Medran Rangel

SOBRE OS ORGANIZADORES**72****ÍNDICE REMISSIVO****73**

CAPÍTULO 1

A VERSATILIDADE DA UTILIZAÇÃO DOS ÓXIDOS DE NIÓBIO DENTRO DA ENGENHARIA DE MATERIAIS

Eduarda Medran Rangel

Cátia Liane Ucker

Fábio Calcagno Riemke

RESUMO

Óxidos em estequiometrias como o elemento nióbio têm demonstrado importantes resultados em diversas áreas da química e engenharia. O Nióbio é um metal de transição capaz de se combinar com ligação iônica tanto com o oxigênio, tão somente, como formando arranjos com outros materiais. O íon Nb^{+5} , altamente positivo, tem sido bastante utilizado como importante dopante em processos de síntese de outros óxidos semicondutores, tal fato fundamenta-se no fato de que alterações de carga em um sistema atômico podem levar aos chamados defeitos na rede cristalina, como a formação de vacâncias que podem favorecer as propriedades desejadas. Em células solares, por exemplo, o Nióbio tem demonstrado um excelente potencial de conversão de energia luminosa em energia elétrica. Em áreas como armazenamento de energia, por exemplo, o nióbio têm se apresentado como um dos mais viáveis substitutos ao Lítio, material mais utilizado nas baterias atuais, além de poder resolver o problema de escassez de materiais de terras raras que são usados na manufatura, tanto de baterias como de sistemas para a produção de super ímãs e materiais para o seguimento de produção energética por via eólica. Outra área à qual o Nióbio tem potencial de utilização é a área de produção de energia elétrica através da conversão de ondas mecânicas como, por exemplo a conversão da força das marés em energia elétrica. Dessa maneira pode depreender-se que a evolução nas pesquisas desses óxidos cerâmicos a base de nióbio serão os grandes motores econômicos da indústria e são alvo desta revisão.

Palavras-chave: Cerâmicos. Partículas. Semicondutor.

INTRODUÇÃO

Em 1801, Charles Hatchett descobriu o elemento nióbio, sendo primeiramente nomeado como Columbium. Desde então, o nióbio vem sendo amplamente utilizado em diversas tecnologias que estão em crescente desenvolvimento, melhorando as propriedades, desempenho e qualidade dos produtos. A versatilidade, vantagens econômicas e a disponibilidade do material a longo prazo aumentam a aceitação e uso do nióbio. O Brasil é considerado o maior produtor e exportador de nióbio em todo o mundo, representando mais de 90%, sendo a principal e maior reserva localizada no município de Araxá/MG.

O nióbio juntamente com oxigênio dá origem aos óxidos de nióbio, como NbO, Nb₂O₃, NbO₂ e Nb₂O₅. De todas as estequiometrias de óxido de nióbio, o pentóxido de nióbio (Nb₂O₅) é considerado o mais termodinamicamente estável, além de apresentar interessantes propriedades químicas e físicas, não apresentar toxicidade e possuir alta resistência a corrosão. Também, o Nb₂O₅ apresenta diferentes formas polimórficas que são dependentes da temperatura aplicada, sendo as principais a pseudo-hexagonal (TT) próximo de 500°C, ortorrômbica (T) em 700°C e monoclinica (M) acima de 1000°C. Isso possibilita um

Por apresentar interessantes características, o uso do Nb₂O₅ é vastamente estudado, sendo encontrado em pesquisas que relacionam células solares, produção de hidrogênio, catálise e fotocatalise heterogênea, sensores, materiais eletrocromicos, biomateriais, entre outros.

Nesse sentido, esse capítulo objetiva demonstrar pesquisas relacionadas com a aplicabilidade do Nb₂O₅ em diferentes tecnologias inseridas na engenharia de materiais, identificando os principais resultados encontrados.

REFERENCIAL TEÓRICO

O uso do Nb₂O₅ em diferentes tecnologias está em crescimento, devido a inúmeras vantagens que o material apresenta quando comparados a outros óxidos cerâmicos similares. A seguir serão apresentadas pesquisas que utilizaram óxidos de nióbio em diferentes finalidades.

A fotocatalise heterogênea tem a capacidade de degradar inúmeros compostos orgânicos tóxicos, sendo que uma das maneiras de realizar isso é através da utilização da

energia solar como agente ativador do semicondutor. O Nb_2O_5 é um material que apresenta bons resultados de degradação fotocatalítica de corantes orgânicos.

De todas as diferentes formas de óxidos de nióbio, NbO , Nb_2O_3 , NbO_2 e Nb_2O_5 , esse último é a forma termodinamicamente mais estável (em condições normais de temperatura e pressão) e com menor formação de energia livre (energia total necessária para a execução de um trabalho) (USHA et al., 2015). O Nb_2O_5 pode se apresentar na forma amorfo ou em uma das diferentes formas polimorfos cristalinas (NICO; MONTEIRO; GRAÇA, 2016). Esse semicondutor é um sólido branco, estável ao ar e insolúvel em água, não exibe toxicidade e é considerado de baixo custo (MORAIS et al., 2017).

A área de biomateriais apresenta grande evolução. O uso de nanopartículas de óxidos metálicos vem sendo amplamente estudadas em biomedicina, devido a suas interessantes propriedades ópticas, magnéticas, elétricas e antibacterianas. O Nb_2O_5 é uma substância estudada para potencializar as propriedades biológicas de materiais e utilizada em ligas de titânio para implantes endo-ósseos, devido à sua biocompatibilidade, maior grau de resistência mecânica e resistência à corrosão e desintegração (CHALLA, MALI, MISRA, 2013).

O nióbio é um elemento muito importante na catálise, componente ativo de muitos sistemas catalíticos. Mas não é apenas um componente importante em muitos sistemas catalíticos, ele é geralmente utilizado como um promotor chave, porque tem uma química complexa rica e é capaz de reagir com muitos elementos formando uma ampla gama de compostos e fases de óxido com estruturas complexas (GUERRERO-PÉREZ, 2020).

O Nb_2O_5 é um material conveniente para aplicação em células solares sensibilizadas por corante, por apresentar grande estabilidade química e por apresentar características próximas ao TiO_2 , que é o óxido cerâmico mais utilizado como semicondutor em células solares sensibilizadas por corante (DSSC). Alguns trabalhos demonstraram a aplicação de Nb_2O_5 em DSSC.

MATERIAIS E MÉTODOS

Essa revisão ocorreu mediante uma pesquisa em diversas bases de dados científicos, como: Science Direct, Google Acadêmico, Scielo, Web of Science entre outros. Para a busca digitou-se palavras-chave como: “niobium catalysis”, “niobium materials”, “oxide niobium materials”, “niobium pentoxide particles”, “ Nb_2O_5 applications”, “ Nb_2O_5 photocatalysis”, “ Nb_2O_5 DSSC”, “ Nb_2O_5 biomaterials”, entre outros. Após a pesquisa, os

artigos foram selecionados, buscando trazer pesquisas atuais e a partir desses foi desenvolvida uma revisão narrativa.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Fotocatálise heterogênea

A fase cristalina do material pode facilmente influenciar o resultado de degradação fotocatalítica do material. Ücker et al (2020) estudaram a influência da fase cristalina do Nb_2O_5 na degradação fotocatalítica de Rodamina B (RhB), usando luz UV, mostrando que conforme a fase cristalina do Nb_2O_5 muda com o aumento da temperatura de tratamento térmico, o desempenho fotocatalítico diminui, indicando assim que a amostra com baixa cristalinidade e com desorganização estrutural foi melhor, conseguindo degradar 100% do corante RhB em 90 minutos. Isso pode ser explicado devido a maior quantidade de sítios ativos, auxiliando na melhoria da eficiência de degradação fotocatalítica.

Em outro trabalho, Ücker et al (2021) obtiveram resultados bem promissores ao usar Nb_2O_5 com baixa cristalinidade, obtendo em 60 minutos de análise aproximadamente 93% de descoloração do corante RhB para o precursor de oxalato de nióbio amoniacal e 99% para o precursor de cloreto de nióbio. Também, os autores provaram estatisticamente que não há grandes influências no processo quando se utiliza diferentes precursores em um mesmo parâmetro de síntese. A pequena mudança no desempenho fotocatalítico entre as duas amostras é explicado devido a diferença de tamanho e formato das partículas visualizadas no microscópio eletrônico por varredura, onde as menores partículas possuem uma maior área de contato, favorecendo a adsorção do corante e conseqüentemente o desempenho fotocatalítico.

Nb_2O_5 com baixa cristalinidade foi utilizado por Wolski et al (2019) para avaliar a descoloração de RhB. Os autores verificaram que a adição de H_2O_2 na solução a ser degradada auxilia o processo de descoloração do corante, onde em apenas 30 minutos de análise foi possível descolorir 51% de RhB, enquanto que a amostra que não continha o H_2O_2 em solução, apenas 27%. Esses resultados foram favoráveis devido a boa capacidade de interação entre o Nb_2O_5 e o H_2O_2 , o que favoreceu a formação de oxigênio altamente oxidante e conseqüentemente a melhora na descoloração fotocatalítica.

Heitmann et al (2016) relatam o uso de oxihidróxido de nióbio nanoestruturado disperso sobre o biopolímero poli (3-hidroxi butirato), para aplicação como fotocatalisador

usando luz visível e UV. O material mostrou excelente atividade catalítica (aproximadamente 100% de degradação) para a oxidação de corante azul de metileno. Além disso, os filmes do biopolímero foram facilmente removidos da solução após a reação e reutilizados várias vezes mantendo sua alta atividade.

Catálise

Os catalisadores de óxido de nióbio suportados em sílica com abundantes locais ativos de ácidos foram fabricados com sucesso e demonstraram atividade catalítica na acetalização do glicerol com acetona para produzir solketal na pesquisa de Kao et al. (2019). Esses verificaram que os parâmetros de síntese do material afetam a estrutura, o tipo de óxido de nióbio suportado no transportador e altera diretamente as quantidades de sítios catalíticos. O efeito da temperatura/tempo de calcinação e quantidade de carga de óxido de nióbio hidratado no desempenho catalítico também foi investigado.

Catalisadores de pentóxido de nióbio com suporte de zeólita Y para a reação de acetalização de glicerol foi o estudo desenvolvido por Ferreira, Araujo, Calvino-Casilda et al., (2018). Os catalisadores contendo Nb obtidos foram calcinados e completamente caracterizados por diferentes técnicas físico-químicas. Os resultados da caracterização revelaram que o óxido de nióbio foi carregado com sucesso na superfície dos suportes de zeólita sem nenhuma modificação significativa da estrutura da Faujasita. A presença de Nb mostrou aumentar a hidrofobicidade das zeólitas e para afetar a acidez superficial. A atividade catalítica das amostras contendo Nb foi avaliada na reação de acetalização do glicerol, e os catalisadores Nb-HUSY mostraram o melhor desempenho catalítico.

Batalha et al. (2020) estudou a reação de oxidação dos álcoois terpênicos com o uso de peróxido de hidrogênio frente ao catalisador de Nb_2O_5 . O Nb_2O_5 mostrou-se ser um catalisador promissor, sendo capaz de converter seletivamente os álcoois geraniol e nerol, juntamente com o uso do peróxido de hidrogênio. Os testes foram realizados utilizando três diferentes amostras de Nb_2O_5 , variando apenas o tempo de síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas em 2, 4 e 8h. A amostra de 2 h apresentou os melhores resultados, visto que o mesmo possui uma maior quantidade de sítios ativos em sua superfície quando comparado aos demais, favorecendo assim o desempenho catalítico. Além dos testes catalíticos, os autores conseguiram mostrar bons resultados de reuso do material, sem apresentar perdas de seletividade e com uma taxa de recuperação de 95%.

A capacidade dos sítios ácidos do óxido Nb_2O_5 apresentam importantes resultados para a área da catálise. Siddiki et al. (2019) demonstrou que reações nucleofílicas de substituição relacionadas à ácidos carboxílicos e seus derivados quando em processo de catálise heterogênea com o uso desse óxido apresentam uma performance diferenciada. Dessa maneira os cátions Nb^{5+} foram capazes de agir como sítios ativos de Lewis ativando o oxigênio dos grupos funcionais dos substratos mesmo na presença de inibidores básicos como, por exemplo, água ou aminas.

Eletrocromismo

Nanobastões eletrocromicos de óxido de nióbio foram desenvolvidos por Ong, Cabezas e Dominguez et al. (2019), os autores relatam um método de síntese coloidal de aquecimento que produz Nb_2O_5 ortorrômbico nanobastões de 1 nm de largura por 31 nm de comprimento que crescem preferencialmente ao longo da direção [001]. Eles investigaram o comportamento eletrocromico de filmes finos de nanobastões após intercalação de Li^+ e observaram uma coloração predominantemente próxima ao infravermelho, cinética de comutação rápida e durabilidade por pelo menos 500 ciclos de carga-descarga.

Mjejri, Grocassan e Rougier (2018) projetaram uma nova abordagem para fabricar e estabilizar o pentóxido de nano-nióbio hexagonal polimorfo metaestável usando química suave e em particular a síntese de poliol. As propriedades eletrocromicas de filmes finos de pentóxido de nióbio homogêneo depositados por revestimento por imersão, a partir de pó hexagonal como sintetizado, são estudadas em trifluorometanossulfonimida de lítio (LiTFSI) em 1-etil-3-metilimidazólio bis (trifluorometanossulfonil) imida (EMITFSI), eletrólito líquido iônico Pt como contra-eletrodo. Finalmente, novos dispositivos eletrocromicos baseados em filmes finos híbridos combinando poli (etileno-3,4-dioxitiofeno): poli (ácido estireno-sulfônico) (PEDOT: PSS) e óxidos são montados mostrando coloração aprimorada e mudança de cor simultânea devido à sua configuração de dupla face.

O crescimento solvotérmico de filmes de Nb_2O_5 em vidros revestidos com FTO e suas propriedades eletrocromicas foi investigado por Yu, Ma, Wang, Zhu et al., (2021). Os autores demonstraram que filmes de pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) podem ser cultivados diretamente em vidros revestidos com óxido de estanho dopado com flúor (FTO) por um processo solvotérmico simples. O efeito da concentração de etanol na solução precursora sobre a estrutura e propriedades eletrocromicas de filmes de Nb_2O_5 foi investigado. Os

resultados da pesquisa sobre as propriedades electrocrômicas revelam que o filme de Nb_2O_5 preparado com percentual de volume de etanol de 30% apresenta a maior modulação óptica de 69,0% no comprimento de onda de 800 nm. Para o filme, foi observada uma mudança rápida do estado incolor para o estado preto-azulado (tempo de coloração: 10,7 s) e depois para o estado incolor (tempo de branqueamento: 0,7 s). A eficiência da coloração chega a 85,9 cm. Os resultados dos testes de voltametria cíclica demonstram ainda que as propriedades electrocrômicas do filme preparado com uma porcentagem de volume de etanol de 30% permanecem estáveis em 400 ciclos.

Filme mesoporoso de óxido de tungstênio (WO_3) dopado com nióbio com propriedades aprimoradas de armazenamento de energia electrocrômica e electroquímica foram desenvolvidos por Wang, Yao, Wang et al., (2019). Os filmes mesoporosos WO_3 dopados com Nb como cátodo integrado de alta qualidade foram construídos com sucesso por meio de um método sol-gel fácil. O estado químico e a cristalinidade dos filmes baseados em WO_3 são significativamente influenciados pela concentração de dopagem. Em comparação com o WO_3 puro, o filme dopado com Nb mostra propriedades óptico-electroquímicas aprimoradas com alta capacidade específica ($74,4 \text{ mAh}\cdot\text{g}^{-1}$ a $2 \text{ A}\cdot\text{g}^{-1}$), excelente capacidade de alta taxa, grande contraste óptico (61,7% a 633 nm) e velocidade de comutação ultrarrápida (3,6 s e 2,1 s para o processo de coloração e branqueamento, respectivamente). Estas características positivas sugerem a aplicação potencial do cátodo mesoporoso WO_3 dopado com Nb.

Biomateriais

Barbosa, Delfino e Guerreiro-Tanomaru et al., (2021), avaliaram a resposta do periodonto ao silicato tricálcico (TCS) com óxido de zircônio (ZrO_2) ou óxido de nióbio (Nb_2O_5) utilizado no selamento de pisos de câmaras pulpares perfuradas em molares superiores de ratos. Os autores comprovaram que TCS + ZrO_2 e TCS + Nb_2O_5 foram associados ao reparo periodontal, uma vez que esses materiais permitiram o restabelecimento da largura do espaço periodontal e a formação de colágeno quando utilizados no preenchimento de perfurações não infectadas no assoalho da câmara pulpar de molares superiores de ratos. Além disso, a redução significativa no espaço periodontal dos espécimes TCS + ZrO_2 e TCS + Nb_2O_5 após 60 dias o que confirmou que os materiais experimentais foram associados a uma recuperação mais rápida dos tecidos lesados do que o MTA (usado como material padrão ouro).

No estudo de Katta e Nalliyar (2019) o estudo se concentrou em melhorar a biocompatibilidade e resistência à corrosão com propriedades autocurativas de 316L SS por revestimento com biocerâmica de óxido de nióbio (Nb_2O_5) incorporada a cério (Ce) sintetizada pela técnica de sol-gel. O efeito das concentrações de Ce em Nb_2O_5 na superfície, as propriedades do 316L SS e seu processo de autocura durante a corrosão eletroquímica em fluido corporal simulado (SBF) foram profundamente analisados. Os resultados mostram que o aumento da resistência à corrosão com redução na densidade de corrente, o potencial de corrosão, o potencial de ruptura, mudaram para potenciais mais positivos nos estudos de polarização potenciodinâmica. Estudos de cultura de células foram realizados em espécimes usando células de osteoblastos MG 63, entre as quais revestimentos de Nb_2O_5 incorporados por Ce mostraram biocompatibilidade aumentada para 316L SS com adesão celular melhorada, disseminação celular significativa, proliferação e diferenciação de células.

Pereira, Lepiński, Seba et al., (2020) produziram ligas de titânio-nióbio (Ti-xNb) com altas quantidades de Nb para aplicações em biomateriais. As ligas binárias de titânio-nióbio Ti-xNb com alto percentual de nióbio ($x = 50, 80$ e 90% em peso) teve como objetivo a aplicação do material como base em dispositivos de implante ósseo. As ligas de TiNb produzidas apresentaram fase cristalina cúbica, menor taxa de corrosão do que o titânio, menores valores de módulo de elasticidade e viabilidade celular superior ao titânio e nióbio. A liga Ti50Nb entre todos os substratos metálicos analisados apresentou os melhores valores de módulo de elasticidade, propriedades de corrosão, molhabilidade e viabilidade celular. Assim, esta pesquisa sugere que uma relação Ti/Nb próxima a 1 (Ti50Nb) apresenta características ótimas para aplicação em aparelhos ortopédicos.

A biocompatibilidade de implantes à base de titânio (por exemplo, liga de titânio Grau 2 (Ti-40) e liga de titânio-nióbio (Ti-Nb)) foi avaliada por Falanga, Laheurte, Vahabi et al., (2019), utilizando diferentes exames celulares e moleculares. Os experimentos de cultura de células foram realizados em três substratos: Ti-40, Ti-Nb e poliestireno de cultura de tecidos como controle. A avaliação do comportamento das células na superfície dos implantes abre caminho para o desenvolvimento de biomateriais adequados para aplicações ortopédicas e odontológicas. Este estudo permitiu melhorar a biocompatibilidade e citotoxicidade de implantes médicos na interface. As plotagens de titânio induziram um perfil não inflamatório, mas certo retardo no crescimento dos fibroblastos. A modificação fenotípica dos fibroblastos não foi induzida pelos implantes de titânio, uma vez que também foi observada em amostras controle durante o

desenvolvimento. Segundo os autores esses tratamentos podem ser utilizados para a atividade celular controlada com base nas aplicações finais.

Células solares

No estudo de Ücker et al 2019, foi demonstrado a síntese de Nb_2O_5 pela rota hidrotérmica assistida por micro-ondas, investigando as diferentes fases cristalinas do material conforme alterações na temperatura do tratamento térmico. Os materiais obtidos foram aplicados como semicondutor na montagem de células solares, mostrando que conforme houve o aumento da temperatura de tratamento térmico, a resposta fotovoltaica de cada DSSC diminuiu, sendo justificado pela grande quantidade de defeitos e recombinações com aumento da temperatura.

Em outro estudo de Ücker et al (2021), foi investigado o uso de Nb_2O_5 obtido por diferentes sínteses, como sol-gel, combustão, precursores poliméricos e hidrotérmica assistida por micro-ondas, em fotocatalisador de uma DSSC. Para isso, todas as amostras de Nb_2O_5 foram colocadas na mesma fase cristalina (ortorrômbica). Os autores verificaram que o método de síntese influenciou em todos os resultados da DSSC, usando tanto a platina como o grafite de catalisador, onde as amostras que apresentaram menores valores de área de superfície e menores tamanhos de partículas, como Nb_2O_5 obtido por sol-gel e combustão, tiveram resultados fotovoltaicos superiores aos demais.

Mohite et al (2020) investigou o uso de Nb_2O_5 como fotocatalisador em DSSC comparando com o TiO_2 , que é o material mais utilizado nesse tipo de tecnologia, mostrando que o Nb_2O_5 aumenta o valor de voltagem de circuito aberto (Voc), chegando a 0,63V, o que tende a suprimir a recombinação de elétrons, e conseqüentemente aumentar o desempenho fotovoltaico da DSSC. Mesmo que o TiO_2 apresentou uma eficiência fotovoltaica levemente melhor que o Nb_2O_5 , os resultados foram bem similares, indicando que a grande capacidade que o Nb_2O_5 possui para substituir o TiO_2 .

Valerio et al (2020) estudaram o efeito da adição de Nb_2O_5 (1, 5, 10 e 15%) em fotoanodos de ZnO com a finalidade de minimizar a recombinação de cargas, verificando que todas as quantidades em percentagem de Nb_2O_5 inseridas no ZnO apresentaram uma melhora no desempenho fotovoltaico da DSSC, onde a célula contendo 5% de Nb_2O_5 apresentou os melhores resultados, chegando a 2,39% de eficiência fotovoltaica, enquanto que a DSSC contendo apenas ZnO apresentou eficiência de 0,99%.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

O nióbio é um metal que possibilita o desenvolvimento de diversos materiais, que estão em constante crescimento, apresentando grande potencial de aplicabilidade. Pesquisas e trabalhos apresentados nesse capítulo indicam que o material é extremamente versátil, podendo ser aplicado em vários campos da engenharia de materiais, seja em materiais tecnológicos ou até mesmo na área da saúde. Devemos ressaltar que o Brasil possui a maior reserva mundial de nióbio e que é necessário cada vez mais pesquisadores incluírem este material em suas pesquisas devido a suas mais variadas vantagens.

REFERÊNCIAS

BARBOSA, D. D.; DELFINO, M. M.; GUERREIRO-TANOMARU, J. M.; TANOMARU-FILHO, M.; SASSO-CERRI, E.; SILVA, G. F.; CERRI, P. S. Histomorphometric and immunohistochemical study shows that tricalcium silicate cement associated with zirconium oxide or niobium oxide is a promising material in the periodontal tissue repair of rat molars with perforated pulp chamber floors. **International Endodontic Journal**, v. 54, n. 5, p. 736-752, 9 jan. 2021. <http://dx.doi.org/10.1111/iej.13459>.

BATALHA, D.C.; MARINS, N.H.; SILVA, R.M.; CARRENO, N.L.V.; FAJARDO, H. V.; SILVA, M.J.; Oxidation of terpenic alcohols with hydrogen peroxide promoted by Nb₂O₅ obtained by microwave-assisted hydrothermal method. **Molecular Catalysis**, v. 489, p. 110941, jun. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.mcat.2020.110941>.

CHALLA, V.S.A.; MALI, S.; MISRA, R.D.K. Reduced toxicity and superior cellular response of preosteoblasts to Ti-6Al-7Nb alloy and comparison with Ti-6Al-4V. **J Biomed Mater Res Parte A**, v. 101A, p. 2083–2089, jan. 2013 <https://doi.org/10.1002/jbm.a.34492>.

FALANGA, A.; LAHEURTE, P.; VAHABI, H.; TRAN, N.; KHAMSEH, S.; SAEIDI, H.; KHODADADI, M.; ZARRINTAJ, P.; SAEB, M. R.; MOZAFARI, M. Niobium-Treated Titanium Implants with Improved Cellular and Molecular Activities at the Tissue–Implant Interface. **Materials**, v. 12, n. 23, p. 3861, 22 nov. 2019. <http://dx.doi.org/10.3390/ma12233861>.

FERREIRA, C.; ARAUJO, A.; CALVINO-CASILDA, V.; CUTRUFELLO, M.G.; ROMBI, E.; FONSECA, A.M.; BAÑARES, M.A.; NEVES, I.C. Y zeolite-supported niobium pentoxide catalysts for the glycerol acetalization reaction. **Microporous and Mesoporous Materials**, v. 271, p. 243-251, nov. 2018. <http://dx.doi.org/10.1016/j.micromeso.2018.06.010>.

HEITMANN, A.; PATRÍCIO, P.; COURA, I.; PEDROSO, E.; SOUZA, P.; MANSUR, H.; MANSUR, A.; OLIVEIRA, L. Nanostructured niobium oxyhydroxide dispersed Poly (3-hydroxybutyrate) (PHB) films: Highly efficient photocatalysts for degradation methylene blue dye. **Applied Catalysis B: Environmental**, v. 189, p. 141-150, jul. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2016.02.031>.

GUERRERO-PÉREZ, M. O. The fascinating effect of niobium as catalytic promoting agent. **Catalysis Today**, v. 354, p. 19-25, set. 2020. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cattod.2019.04.008>.

KAO, L. C.; KAN, W. C.; MAARTIN-ARANDA, M. R. et al. SiO₂ supported niobium oxides with active acid sites for the catalytic acetalization of glycerol. **Catalysis Today**, p. 1-10, ago. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2019.08.007>.

KATTA, P. P.; NALLIYAN, R. Corrosion resistance with self-healing behavior and biocompatibility of Ce incorporated niobium oxide coated 316L SS for orthopedic applications. **Surface and Coatings Technology**, v. 375, p. 715-726, out. 2019. <http://dx.doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.07.042>.

MJEJRI, I.; GROCCASSAN, R.; ROUGIER, A. Enhanced Coloration for Hybrid Niobium-Based Electrochromic Devices. **Acs Applied Energy Materials**, v. 1, n. 8, p. 4359-4366, ago. 2018. <http://dx.doi.org/10.1021/acsaem.8b00967>.

MORAIS, L. A.; ADÁN, C.; ARAÚJO, A. S.; GUEDES, A. P. M. A.; MARUGÁN, J. Synthesis, Characterization, and Photonic Efficiency of Novel Photocatalytic Niobium Oxide Materials. **Global Challenges**, v. 1, n. 9, p.1700066-1700067, nov. 2017. <https://doi.org/10.1002/gch2.201700066>.

MOHITE, N.; SHINDE, M.; GUPTA, A.K.; WAGHADKAR, Y.; GOSAVI, S.W.; MOHITE, K.C.; CHAUHAN, R.; RANE, R. Facile synthesis of hollow urchin-like Nb₂O₅ nanostructures and their performance in dye-sensitized solar cells. **J Solid State Electrochem.**, v. 24, p. 6346, dez 2019. <https://doi.org/10.1007/s10008-019-04481-5>.

NICO, C.; MONTEIRO, T.; GRAÇA, M.P.F. Niobium oxides and niobates physical properties: Review and prospects. **Progress in Materials Science**, v. 80, p. 1-37, jul. 2016. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2016.02.001>.

ONG, G. K.; CABEZAS, C. A. S.; DOMINGUEZ, M. N.; SKJÆRVØ, S. L.; HEO, S.; MILLIRON, D. J. Electrochromic Niobium Oxide Nanorods. **Chemistry Of Materials**, v. 32, n. 1, p. 468-475, dez. 2019. <http://dx.doi.org/10.1021/acs.chemmater.9b04061>.

PEREIRA, B. L.; LEPIENSKI, C. M.; SEBA, V.; HOBOLD, G.; SOARES, P.; CHEE, Bor S.; KURODA, P. A. B.; SZAMEITAT, E. S.; SANTOS, L. L.; GRANDINI, C. R. Titanium-Niobium

(Ti-xNb) Alloys with High Nb Amounts for Applications in Biomaterials. **Materials Research**, v. 23, n. 6, p. 1-10, jan. 2020. <http://dx.doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2020-0405>.

SIDDIKI, S.M.A.H.; RASHED, N.; ALI, A.; TOYAO, T.; HIRUNSIT, P.; EHARA, M.; SHIMIZU, K.; Lewis Acid Catalysis of Nb₂O₅ for Reactions of Carboxylic Acid Derivatives in the Presence of Basic Inhibitors. **ChemCatChem**, v. 11, p. 383-396, jan. 2019. <https://doi.org/10.1002/cctc.201801239>.

ÜCKER, C.L.; GULARTE, L.T.; FERNANDES, C.D.; GOETZKE, V.; MOREIRA, E.C.; RAUBACH, C.W.; MOREIRA, M.L.; CAVA, S.S. Investigation of the properties of niobium pentoxide for use in dye-sensitized solar cells. **J Am Ceram Soc**, v. 102, p. 1884-1892, fev. 2019. <https://doi.org/10.1111/jace.16080>.

ÜCKER, C.L.; GOETZKE, V.; RIEMKE, F.C.; VITALE, M.L.; ANDRADE, L.R.Q.; ÜCKER, M.D.; MOREIRA, E.C.; MOREIRA, M.L.; RAUBACH, C.W.; CAVA, S.S. Multi-Photonic behavior of Nb₂O₅ and its correlation with synthetic methods. **Journal of Materials Science**, v. 56, p. 7889-7905, jan. 2021. <https://doi.org/10.1007/s10853-021-05770-z>.

ÜCKER, C.L.; RIEMKE, F.C.; ANDRADE NETO, N.F.; SANTIAGO, A.A.G.; SIEBENEICHLER, T.J.; CARRENO, N.L.V.; MOREIRA, M.L.; RAUBACH, C.W.; CAVA, S.S. Influence of Nb₂O₅ crystal structure on photocatalytic efficiency. **Chemical Physics Letters**, v. 764, p. 138271, fev. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.cplett.2020.138271>.

ÜCKER, C.L.; GOETZKE, V.; ALMEIDA, S.R.; MOREIRA, E.C.; FERRER, M.M.; JARDIM, P.L.G.; MOREIRA, M.L.; RAUBACH, C.W.; CAVA, S.S. Photocatalytic degradation of rhodamine B using Nb₂O₅ synthesized with different niobium precursors: Factorial design of experiments. **Ceramics International**, v. 47, p. 20570-20578, jul. 2021. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2021.04.066>.

USHA, N.; SIVAKUMAR, R.; SANJEEVIRAJA, C.; ARIVANANDHAN, M. Niobium pentoxide (Nb₂O₅) thin films: rf Power and substrate temperature induced changes in physical properties. **Optik - International Journal for Light and Electron Optics**, v. 126(19), p. 1945-1950, out. 2015. <https://doi.org/10.1016/j.ijleo.2015.05.036>.

VALERIO, T.L.; TRACTZ, G.; MAIA, G.A.R.; BANCZEK, E.P.; RODRIGUES, P.R.P., Minimizing of charge recombination by Nb₂O₅ addition in dye-sensitized solar cells. **Optical materials**, v. 109, p. 110310, nov. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.optmat.2020.110310>

WANG, W.Q.; YAO, Z.J.; WANG, X.L.; XIA, X.H.; GU, C.D.; TU, J.P. Niobium doped tungsten oxide mesoporous film with enhanced electrochromic and electrochemical energy storage properties. **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 535, p. 300-307, fev. 2019. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jcis.2018.10.006>.

WOLSKI, L.; WALKOWIAK, A.; ZIOLEK, M.; Photo-assisted activation of H₂O₂ over Nb₂O₅ – the role of active oxygen species on niobia surface in photocatalytic discoloration of Rhodamine B, **Mater. Res. Bull.**, v. 118, p. 110530, out. 2019. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2019.110530>.

YU, C.; MA, D.; WANG, Z.; ZHU, L.; GUO, H.; ZHU, X.; WANG, J.. Solvothermal growth of Nb₂O₅ films on FTO coated glasses and their electrochromic properties. **Ceramics International**, v. 47, n. 7, p. 9651-9658, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2020.12.104>.

SOBRE OS AUTORES

Eduarda Medran Rangel - Professora de Ciências na Prefeitura Municipal de Rio Grande e no Instituto Federal Sul-rio-grandense campus Visconde da Graça, com graduação em Gestão Ambiental pelo Instituto Federal Sul-Rio-Grandense, Saneamento Ambiental pelo Instituto Federal Sul-Rio-Grandense, Licenciatura em Química pela Universidade de Franca, Especialização em Educação Ambiental Urbana pela Universidade Aberta do Brasil, Especialização em Química Ambiental pelo Instituto Federal Sul-Rio-Grandense , mestrado e doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas.

Cátia Liane Ucker – Doutoranda em Ciência e Engenharia de Materiais na Universidade Federal de Pelotas - UFPEL. Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas - UFPEL. Possui graduação em Engenharia Química pela Universidade Federal do Rio Grande - FURG. Possui curso técnico profissionalizante em Química pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Sul-Rio-Grandense. Integrante do grupo de pesquisa CCAF - Crescimento de Cristais Avançados e Fotônica.

Fábio Calcagno Riemke - Técnico em eletrônica pelo Instituto federal de educação, ciência e tecnologia Sul-riograndense, Engenheiro de materiais pela Universidade Federal de Pelotas. Doutorando em Ciência e Engenharia de Materiais na Universidade Federal de Pelotas - UFPEL. Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas - UFPEL. Integrante do grupo de pesquisas CCAF.

CAPÍTULO 2

ESTUDO DA MODIFICAÇÃO QUÍMICA DE FIBRAS DE CELULOSE PARA USO COMO AGENTE DE REFORÇO

Gabriel Monteiro Cholant

Alexandra Augusta Reichert

Amanda Dantas de Oliveira

RESUMO

Ao desenvolver materiais compósitos ainda existem diversas barreiras quando utilizadas fases de diferentes naturezas. Com o objetivo de alcançar melhora na adesão interfacial entre o reforço e o polímero, foi realizada a modificação superficial da celulose. A fibra de celulose foi submetida ao tratamento com o ácido carboxílico dodecanóico. As amostras de celulose e celulose modificada foram caracterizadas por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), difração de raios-X (DRX) e análise termogravimétrica (TGA) para fins de comparação. Foi possível constatar por meio das análises de FTIR, DRX e TGA a influência da modificação química na celulose, uma vez que houve o aparecimento de novas bandas nos espectros de FTIR, um acréscimo no índice de cristalinidade e ainda o aumento da estabilidade térmica. Conclui-se que a fibra tratada superficialmente poderá desempenhar melhores funções quando utilizada como reforço.

Palavras chave: Adesão Interfacial. Compósitos. Esterificação.

INTRODUÇÃO

Através da crescente conscientização ambiental e mediante a corrida por alternativas sustentáveis, a incorporação de fibras vegetais em polímeros vem se ampliando cada vez mais. Esta utilização apresenta inúmeras vantagens como, por exemplo, a diminuição no uso de material polimérico, ganho de propriedades, contenção no consumo energético, além de dar a oportunidade de destinação a resíduos vegetais de

forma que os mesmos sejam utilizados na confecção de produtos, além da possibilidade de criar novos empregos (LIGOWSKI; SANTOS; FUGIWARA, 2015).

A celulose é um grande exemplo de fibra utilizada como reforço de materiais poliméricos. É um polímero natural, apontada como composto orgânico mais abundante que é encontrado na natureza, em diferentes fontes como palha da soja, coroa do abacaxi, casca do coco, casca de arroz, entre outros (SPADETTI *et al.*, 2017). A celulose em sua aplicação original tem como objetivo fornecer a estruturação de plantas, resultando na estabilidade da mesma. É composta por unidades de β -D-glicopiranosose conectadas através de ligações químicas β 1-4 glicosídicas (KÉRI *et al.*, 2015).

A adição de reforços como a celulose no preparo de compósitos vem demonstrando algumas limitações em relação à correlação carga/matriz. Na maioria dos casos, a matriz polimérica possui a característica de hidrofobicidade, em contrapartida a fibra natural possui característica hidrofílica. Esta incompatibilidade resulta em materiais compósitos com má adesão interfacial e má distribuição das partículas, ocasionando a obtenção de materiais com baixo desempenho mecânico (WANG *et al.*, 2019).

Contudo, é preciso garantir que entre o reforço, no caso a celulose, e a matriz ocorra uma boa adesão e compatibilidade para que no momento da interação entre as duas fases, a carga seja distribuída de forma homogênea na matriz, sem resultar em falhas no material. Existem diversos tratamentos para modificação superficial de fibras de celulose com o intuito de alcançar as melhores propriedades possíveis quando usadas em materiais compósitos. Sendo assim, pode-se citar tratamentos químicos que alteram o caráter hidrofílico da fibra para hidrofóbico, dentre eles processos de acetilação, sililação, esterificação, entre outros (NANDI *et al.*, 2017).

A reação de esterificação para modificação da superfície da celulose consiste na introdução de grupos éster do ácido carboxílico dodecanóico. Dessa forma, a reação de esterificação ocorre por toda a cadeia da celulose tanto na parte externa quanto na parte interna, formando ésteres para substituição dos grupos de hidroxilas presentes em sua estrutura. Nesse sentido, este tipo de modificação ocasiona o aumento do caráter hidrofóbico da celulose e melhora as características de interação com a matriz (WANG *et al.*, 2018).

Portanto, o presente trabalho pretende investigar a modificação superficial de fibras de celulose obtidas da casca de arroz, tornando-a mais compatível com matrizes hidrofóbicas, proporcionando maior adesão interfacial e conseqüentemente melhores propriedades mecânicas.

REFERENCIAL TEÓRICO

Lee *et al.* (2009) estudaram a modificação de celulose bacteriana com diferentes ácidos orgânicos, dentre eles ácido acético, láurico e hexanóico e então testada a molhabilidade das fibras, tratadas e não tratadas. Os autores observaram que a celulose modificada com ácido láurico apresentou menor ângulo de contato, tornando a superfície da fibra mais hidrofóbica, o que indica que houve melhor adesão entre o polímero e a carga.

Trinh; Mekonnen (2018) estudaram nanocompósitos de epóxi incorporados com nanocelulose nativa e nanocelulose modificada. A modificação foi feita através do uso de ácido láurico (dodecanóico) com intuito de atingir maior hidrofobicidade no reforço e garantir um aumento na adesão com a matriz de epóxi. A partir dos ensaios mecânicos foi verificado que a nanocelulose modificada causou um aumento de 77% na resistência à tração e 44% de aumento na rigidez do material, quando comparada à nanocelulose nativa. Ainda foi observado o decréscimo na absorção de umidade, melhorias na dispersão das fibras e na adesão com a matriz polimérica.

Shojaeiarani; Bajwa; Hartman (2019) produziram nanocompósitos biodegradáveis de Ácido Polilático (PLA) com cristais de nanocelulose modificados. Estes cristais passaram por processo de esterificação utilizando o ácido valérico, com o propósito de aumentar a interação com a matriz de PLA. Dessa forma, os resultados demonstraram um aumento na estabilidade térmica de 15% para os nanocompositos com cristais modificados, enquanto que não houveram alterações significativas para os cristais não tratados. Além disso, houve um aumento na cristalinidade dos nanocompósitos com reforço modificado, sugerindo a remoção dos grupos hidroxilas. A resistência à tração dos nanocompósitos incorporados com os nanocristais de celulose modificados foi superior em relação aos não modificados.

Zhang *et al.* (2019), analisou o uso de ácido dodecanóico, ácido palmítico e ácido esteárico como estabilizantes para nanocelulose por meio de uma reação de esterificação para preparo de emulsão de estireno e acrilato de butila. A partir do FTIR foi possível verificar o aparecimento de grupos éster na estrutura da nanocelulose referente ao uso dos ácidos, conseqüentemente substituindo os grupos de hidroxilas. Os difratogramas de DRX apontaram uma ligeira diminuição na cristalinidade da nanocelulose modificada comparada a nanocelulose não modificada. Através da microscopia óptica observou-se que o reforço

tratado provocou estabilidade para a emulsão. Sendo assim, o processo de esterificação para modificar a nanocelulose é uma alternativa viável para substituir a aplicação dos surfactantes tradicionais na estabilização da emulsão.

Liu *et al.* (2021), investigou o processo de esterificação da celulose a partir de distintos solventes a base de ácidos carboxílicos para posterior aplicação em biocompósitos de PLA. A partir da modificação superficial foi possível verificar a presença do ácido carboxílico na estrutura da celulose e ainda a contenção de grupos hidroxilas. Por fim a introdução do reforço modificado promoveu boa dispersão e compatibilidade na matriz, resultando em melhoramento das propriedades mecânicas dos compósitos.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

- Celulose do tipo II previamente obtida da casca do arroz, através da metodologia de Bosenbecker *et al.* (2020), sendo o método já consolidado pelo grupo de pesquisa do Laboratório de materiais compósitos, UFPel.
- Ácido dodecanóico, dimetilformamida (DMF), 4–dimetilaminopiridina (DMAP), dicitcloexilcarbodiimina (DCC) para modificação da celulose.

Métodos

Modificação da celulose

A modificação de superfície da celulose foi baseada no método de Neises e Steglich de esterificação. Primeiramente preparou-se uma solução de 0,5g de ácido dodecanóico em 50 ml dimetilformamida (DMF), em seguida foi acrescentada a celulose (5g). Após a dissolução dos componentes anteriores, foi incorporado 5 mg de 4–dimetilaminopiridina (DMAP) e 6 mg de dicitcloexilcarbodiimina (DCC). A solução final permaneceu em agitação por um intervalo de cinco dias em temperatura ambiente.

Após este intervalo de tempo, a celulose foi neutralizada em membrana de diálise (*Spectra/Por*® 6, MWCO = 3500 g/mol⁻¹), logo após centrifugadas, coletadas e secas a 30 °C por 24 h em uma estufa a vácuo (NEISES; STEGLICH, 1978).

Caracterizações

A celulose e a celulose modificada foram caracterizadas por espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), difração de raios-X (DRX) e análise termogravimétrica (TGA). As análises de FTIR foram efetuadas através da prensagem em discos de KBr (brometo de potássio) e varridas a 64 scans em um intervalo de 600 à 4000 cm^{-1} .

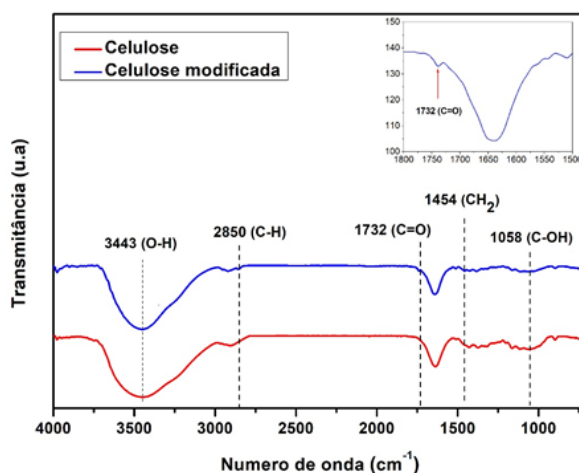
A análise de difração de raios-x foi realizada em um difratômetro da marca Bruker (modelo D8 Advance) com uma fonte de radiação de $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1,541 \text{ \AA}$), geração de tensão de 40 kV e uma corrente de 40 mA. O ângulo de varredura (2θ) foi de 10 a 90°, com velocidade de varredura de 1°/min. O ensaio de termogravimetria foi realizado em equipamento SDT Q600 da TA Instruments, com aquecimento de 30 a 550 °C com fluxo de Nitrogênio (100 mL/min).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

O espectro de FTIR foi empregado para identificação da natureza química das fibras celulósicas, sendo possível analisar as modificações que ocorreram após o tratamento. O resultado obtido para a celulose e celulose quimicamente modificada está ilustrado na Figura 1.

Figura 1 - Espectros de FTIR para celulose e celulose modificada.



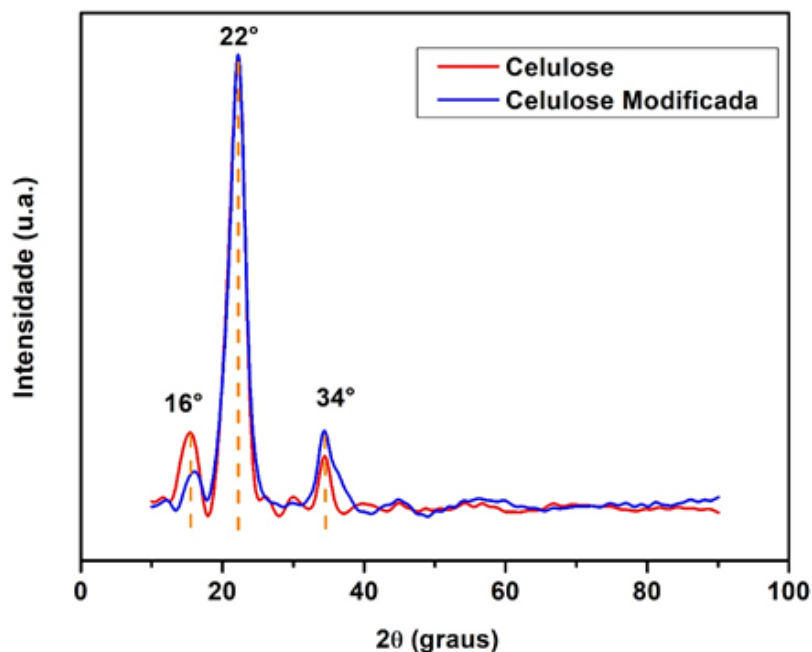
Pode-se observar uma banda na região de 3443 cm^{-1} , referente ao estiramento axial dos grupos hidroxila (-OH). A banda verificada em 2850 cm^{-1} em ambas as fibras está ligada ao estiramento assimétrico da ligação C-H alifático dos grupos metila e metileno. O espectro da celulose modificada salientou o aparecimento da banda em 1732 cm^{-1} correspondente à ligação C=O do éster, evidenciando a presença de grupos carbonilas, expressando assim a introdução do ácido carboxílico dodecanóico na celulose, o que evidencia a ocorrência de modificação química da fibra (CORTI *et al.*, 2004).

Em 1454 cm^{-1} está relacionado com a deformação angular simétrica do grupo CH_2 . Por fim, a banda em 1058 cm^{-1} é associada à deformação angular de hidroxilas de álcoois primários. A caracterização por FTIR destes materiais é característico de fibras lignocelulósicas, encontradas na literatura (LIM *et al.*, 2019).

Difração de Raios-X (DRX)

Através dos difratogramas de raios-X pode-se analisar e legitimar a estrutura semicristalina das amostras de celulose e celulose modificada quimicamente. Os resultados estão indicados na Figura 2. Sendo assim, nota-se os três picos característicos de materiais celulósicos, com sinais de difração mais relevantes em 2θ de 16° (plano 101), 22° (002) e 34° (040). Foi verificado um aumento na intensidade dos picos na região cristalina (20°), como também uma redução na intensidade dos picos da região amorfa encontrados em 16° , da celulose modificada em relação à celulose não modificada (MARIÑO; REZENDE; TASIC, 2018).

Figura 2- Difratomogramas obtidos para celulose e celulose modificada



Com base na intensidade dos picos de difração, foi calculado o índice de cristalinidade (I_c) de ambas as amostras, através da Equação 1 (SEGAL *et al.* 1959).

$$I_c = \frac{I(002) - I(am)}{I(002)} \times 100 \quad (1)$$

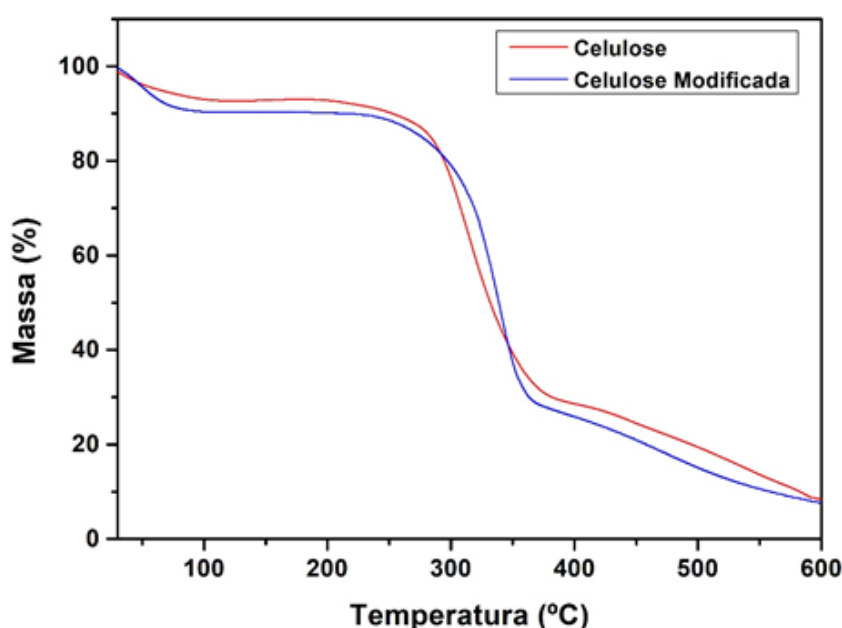
Onde: I_{am} é a intensidade mínima do pico, referente à região amorfa ($2\theta = 16^\circ$); e I_{002} é a intensidade máxima do pico de difração, pertencente a região cristalina, em torno de $2\theta = 22^\circ$.

A partir do tratamento superficial na celulose, pode-se aferir que houve a elevação do índice de cristalinidade de 83% da celulose para 86% da celulose modificada, ou seja, ocorreu um aumento de 3%, indicando o aumento da porção cristalina, referente a uma pequena remoção de regiões amorfas da celulose (BETTAIEB *et al.*, 2015).

Análise Termogravimétrica

A termogravimetria foi realizada para avaliar a influência do tratamento químico com ácido dodecanóico nas propriedades térmicas das fibras. As curvas de perda de massa em função da temperatura e da derivada da variação de massa (DTG) podem ser observadas nas Figuras 3 e 4, respectivamente.

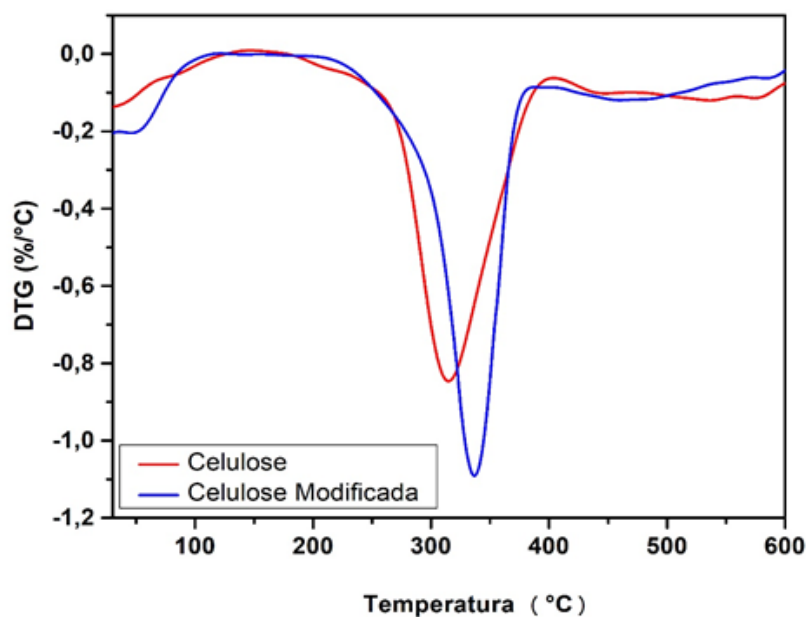
Figura 3 - Curvas de TGA obtidas para celulose e celulose modificada.



Nota-se nas curvas de TGA que ambas as fibras apresentam dois estágios de perda de massa, característicos da celulose. O estágio inicial de perda de massa em torno de 80°C está associado à eliminação de umidade e um segundo estágio principal, em torno de 350°C, em que ocorre a decomposição da celulose, único componente (SENTHAMARAIKANNAN; KATHIRESAN, 2018).

Através das curvas de DTG (Figura 4) é possível observar que a temperatura onde ocorre a maior decomposição térmica acaba aumentando de 310°C da celulose para 335°C da celulose modificada. O que indica que o tratamento superficial realizado na celulose aumentou a estabilidade térmica do material modificado, sendo uma característica favorável para futuro processamento de materiais compósitos.

Figura 4 - Curvas de DTG obtidas para celulose e celulose modificada.



CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com base nos resultados de FTIR constatou-se a modificação da celulose referente ao surgimento da ligação C=O do éster. Também foi observado o aumento da cristalinidade da celulose modificada quimicamente em relação à celulose natural. Quanto às propriedades térmicas, pode-se concluir que houve um aumento na estabilidade térmica após tratamento superficial da celulose.

Portanto, a metodologia empregada para a modificação da celulose com ácido carboxílico dodecanóico se mostrou efetiva. Por conseguinte, este reforço apresenta grande potencial para ser aplicado em materiais compósitos, possivelmente resultando em melhor adesão interfacial da matriz termoplástica com a fibra.

AGRADECIMENTOS

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001. Agradecer ao Laboratório de Tecnologia e Desenvolvimento de Compósitos e Materiais Poliméricos (LaCoPoL/UFPEL), ao Centro de Microscopia Eletrônica da Zona Sul (CEME-SUL/FURG)

e ao Centro de Ciências Farmacêuticas e de Alimentos (CCQFA/UFPel) pelas caracterizações realizadas possibilitando a realização deste trabalho.

REFERÊNCIAS

BETTAIEB, F., KHIARI, R., HASSAN, M. L., BELGACEM, M. N., BRAS, J., DUFRESNE, A., MHENNI, M. F. Preparation and characterization of new cellulose nanocrystals from marine biomass *Posidonia oceanica*. **Industrial Crops and Products**, v. 72, n.5, p. 175-182, 2015.

BOSENBECKER, M. W., CHOLANT, G. M., SILVA, G. E. H. D., PANIZ, O. G., CARREÑO, N. L. V., MARINI, J., OLIVEIRA, A. D. D. Mechanical characterization of HDPE reinforced with cellulose from rice husk biomass. **Polímeros**, v. 29, 2020.

CORTI, G. S., BOTARO, V. R., GIL, L. F., GIL, R. P. Estudo da Capacidade de Complexação de Íons Cu^{2+} em Solução Aquosa Usando Celulose Modificada com Anidrido Succínico e com Poliaminas. **Ciência e Tecnologia**, v. 14, n.5, p. 313-317, 2004.

KÉRI, M., PALCSU, L., TÚRI, M., HEIM, E., CZÉBELY, A., NOVÁK, L., BÁNYAI, I. ^{13}C NMR analysis of cellulose samples from different preparation methods. **Cellulose**, v.22, n.4, p. 2211-2220, 2015.

LEE, K. Y., BLAKER, J. J., BISMARCK, A. Surface functionalisation of bacterial cellulose as the route to produce green polylactide nanocomposites with improved properties. **Composites Science and Technology**, v. 69, n. 6, p. 2724–2733, 2009.

LIGOWSKI, E.; SANTOS, B.C; FUGIWARA, S.T. Materiais compósitos a base de fibras da cana-de-açúcar e polímeros reciclados obtidos através da técnica de extrusão. **Polímeros**, v. 25, n.8, p. 70-75, 2015.

LIM, W.L., GUNNY, A.A.N., KASIN, F.H., ALNASHEF, I.M., Arbain, D., Alkaline deep eutectic solvent: a novel green solvent for lignocellulose pulping. **Cellulose**, v. 26, n. 6, p. 4085-4098, 2019.

LIU, S.; ZHANG, Q.; GOU, S.; ZHANG, L.; WANG, Z. Esterification of cellulose using carboxylic acid-based deep eutectic solvents to produce high-yield cellulose nanofibers. **Carbohydrate Polymers**, 251, 117018, 2021.

MARIÑO, M. A.; REZENDE, C. A.; TASIC, L. A multistep mild process for preparation of nanocellulose from orange bagasse. **Cellulose**, v.25, n.10, p.5739–5750, 2018.

NANDI, L. G.; NICOLETI, C. R.; MARINI, V. G.; BELLETTINI, I. C.; VALANDRO, S. R.; CAVALHEIRO, C. C. S.; MACHADO, V. G. Optical devices for the detection of cyanide in water based on ethyl (hydroxyethyl) cellulose functionalized with perchromic dyes. **Carbohydrate polymers**, v.157, p. 1548-1556, 2017.

NEISES, B.; STEGLICH, W. Simple method for the esterification of carboxylic acids. **Angewandte Chemie International Edition in English**, v.17, n.7, p. 522-524, 1978.

SEGAL, L. G. J. M. A., CREELY, J. J., MARTIN JR, A. E., CONRAD, C. M. An empirical method for estimating the degree of crystallinity of native cellulose using the X-ray diffractometer. **Textile research journal**, v.29, n.10, p. 786-794, 1959.

SENTHAMARAIKANNAN, P.; KATHIRESAN, M. Characterization of raw and alkali treated new natural cellulosic fiber from *Coccinia grandis*. L. **Carbohydrate Polymers**, v. 186, p. 332-343, 2018.

SHOJAEIARANI, J., BAJWA, D. S., HARTMAN, K. Esterified cellulose nanocrystals as reinforcement in poly (lactic acid) nanocomposites. **Cellulose**, v. 26, n. 4, p. 2349-2362, 2019.

SPADETTI, C., SILVA FILHO, E. A. D., SENA, G. L. D., MELO, C. V. P. D. Propriedades térmicas e mecânicas dos compósitos de Polipropileno pós-consumo reforçados com fibras de celulose. **Polímeros**, v. 27, n. SPE, p. 84-90, 2017.

TRINH, B. M.; MEKONNEN, T. Hydrophobic esterification of cellulose nanocrystals for epoxy reinforcement. **Polymer**, v. 155, pág. 64-74, 2018.

WANG, Y., WANG, X., XIE, Y., ZHANG, K. Functional nanomaterials through esterification of cellulose: a review of chemistry and application. **Cellulose**, v. 25, n. 7, p. 3703-3731, 2018.

WANG, C., SMITH, L. M., WANG, G., SHI, S. Q., CHENG, H., HANG, S. Characterization of interfacial interactions in bamboo pulp fiber/high-density polyethylene composites treated by nano CaCO₃ impregnation modification using fractal theory and dynamic mechanical analysis. **Industrial Crops and Products**, v. 141, p. 111- 712, 2019.

ZHANG, H., YANG, H., LU, J., LANG, J., GAO, H. Study on Stability and Stability Mechanism of Styrene-Acrylic Emulsion Prepared Using Nanocellulose Modified with Long-Chain Fatty Acids. **Polymers**, v. 11, n. 7, p. 1131, 2019.

SOBRE OS AUTORES

Gabriel Monteiro Cholant. Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas. Mestrando no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas.

Alexandra Augusta Reichert. Bacharel em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas. Mestranda no Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas.

Amanda Dantas de Oliveira. Doutora em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de São Carlos. Docente do curso de Engenharia de Materiais na Universidade Federal de Pelotas.

CAPÍTULO 3

ESTUDO DAS PROPRIEDADES DO ZnO SINTETIZADO POR SÍNTESE HIDROTÉRMICA ASSISTIDA POR MICROONDAS

Andriele Lange da Rosa

Cristiane Raubach Ratmann

Francielen San Martins Rodrigues

Sergio da Silva Cava

RESUMO

Na atualidade, existe uma busca significativamente grande por fontes renováveis de energia, e as células solares são consideradas uma tecnologia bem desenvolvida no mercado. As células solares sensibilizadas por corante (DSSCs) vem sendo bastante estudadas, por apresentarem simplicidade em sua construção e com uso de materiais de baixo custo. Dentre os materiais que vem sendo testados para aplicação nas DSSCs, o óxido de zinco (ZnO) vem se mostrando bastante promissor, pois apresenta interessantes propriedades ópticas e elétricas. Tais propriedades equivalem as apresentadas pelo dióxido de titânio (TiO₂), que é um semicondutor cujas propriedades já foram bem estabelecidas. Diferentes rotas de síntese podem ser utilizadas para obter-se o ZnO, dentre as quais, a síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas se destaca por apresentar baixo tempo de execução, boa reprodutibilidade, além do uso de uma menor faixa de temperatura. Diante disso, neste trabalho foi sintetizado o ZnO pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas com a finalidade de produzir nano partículas para aplicação em células solares. Para isso utilizou-se o precursor de nitrato de zinco e os parâmetros de síntese foram a temperatura de 140°C e tempo de 30 minutos. O material obtido foi submetido as caracterizações de difração de raio X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia RAMAN, espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e absorção de luz UV Visível para a obtenção do band gap do ZnO. O material será aplicado posteriormente em células solares sensibilizadas por corante, sendo avaliados os seus parâmetros fotovoltaicos.

Palavras chave: Caracterização. Óxido de zinco. Síntese.

INTRODUÇÃO

No mundo atual, são inúmeros os problemas relacionados a energia, incluindo o fato de que os métodos convencionais de geração costumam ser nocivos ao meio ambiente (GRÄTZEL, 2010). A busca de novas alternativas, preferencialmente oriunda de fontes limpas e que não originam problemas ambientais, está cada vez sendo mais explorada, visto que o consumo mundial de energia está aumentando (GRÄTZEL, 2010; VITTAL *et al.*, 2017). Diante dessa questão, surgem as células solares sensibilizadas por corante (DSSCs) que visam fornecer energia solar com um baixo custo de mercado. Sabe-se que as DSSCs são constituídas por três camadas, sendo elas o eletrólito líquido, o corante que é absorvido pelo filme mesoporoso e o filme (fotoanodo). Tipicamente, o filme usado como fotoanodo de uma DSSC é constituído por dióxido de titânio (TiO_2), um material amplamente utilizado no desenvolvimento dessa tecnologia (VITTAL *et al.*, 2017). Porém, muitos outros materiais semicondutores são estudados com a finalidade de substituir o TiO_2 .

O óxido de zinco (ZnO) é um material semicondutor bastante conhecido por causa de seu amplo band-gap, cerca de 3,37 eV (AGARWAL *et al.*, 2019). O ZnO destaca-se pelas excepcionais características elétricas, magnéticas, químicas e ópticas (PONNAMMA *et al.*, 2019), além da não toxicidade, a adequação do material para a dopagem, a estabilidade química, a elevada relação superfície-volume, alta sensibilidade inclusive em temperaturas baixas, baixo custo, biocompatibilidade, entre outras tantas (AGARWAL *et al.*, 2019; HOSEINPOUR *et al.*, 2017).

O ZnO vem atraindo cada vez mais interesse pois pode ser destinado a inúmeras aplicações. As diversas propriedades óticas, luminescentes, entre outras, que esse material possui, também podem ser usadas como justificativa para os muitos estudos que vem sendo realizados a seu respeito. (OCAKOGLU *et al.*, 2015)

Diferentes métodos de síntese são utilizados para a obtenção do ZnO, como solvotérmico (MAO *et al.*, 2019), combustão (CHANDEKAR *et al.*, 2020), hidrotérmico assistido por micro-ondas, (OCAKOGLU *et al.*, 2015; TSENG *et al.*, 2012; VITTAL *et al.*, 2017), fotoquímico (VISHNUKUMAR *et al.*, 2018), aspersão de solução em chama (TROMMER, 2011), síntese verde (HOSEINPOUR *et al.*, 2017), decomposição térmica (KUMAR *et al.*, 2020), entre outros. O que apresenta melhores resultados para a obtenção do óxido de zinco é a síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas. (OCAKOGLU *et al.*, 2015) A síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas é comprovadamente um processo

que envolve menos etapas que os demais, além de ser ecologicamente correto, de fácil e rápida execução, bem como, econômico. Através da utilização desse método de síntese pode-se controlar morfologia, crescimento de cristal e tamanho de partículas (BASNET *et al.*, 2020). Nesse método obtém-se também melhores rendimentos quando comparado a algumas outras técnicas, bem como, baixo tempo de síntese, entre outros. (RIENKE, 2018)

Nesse sentido, esse capítulo objetiva demonstrar a obtenção de nanopartículas de ZnO através do método hidrotérmico assistido por micro-ondas, mostrando as principais caracterizações das propriedades desse material, com o intuito de uma utilização futura do material como uma camada semicondutora em DSSC.

MATERIAIS E MÉTODOS

Síntese do ZnO

Neste trabalho, 0,585g de hidróxido de Potássio(KOH) foram adicionados a 80 ml de água destilada sob agitação constante a 50°C. Manteve-se a mistura nessas condições até que obteve-se a total solubilização do KOH. Após esse processo, ainda sob agitação e temperatura de 50°C, foram adicionados 2,975g de nitrato de zinco($Zn(NO_3)_2$), mantendo-se essas condições até formar uma solução homogênea.

Essa solução foi transferida para um recipiente de teflon, o qual foi inserido no reator que é utilizado para sintetizar materiais no micro-ondas. Essa síntese ocorreu a 160°C, por um período de 30 minutos a uma pressão de aproximadamente 5 bar, com uma taxa de aquecimento de 10°C/minuto. Após esse processo, o material resultante foi lavado e centrifugado até obter-se pH um neutro, sendo posteriormente levado a estufa onde permaneceu por 24h a 80°C para sua secagem.

Caracterizações

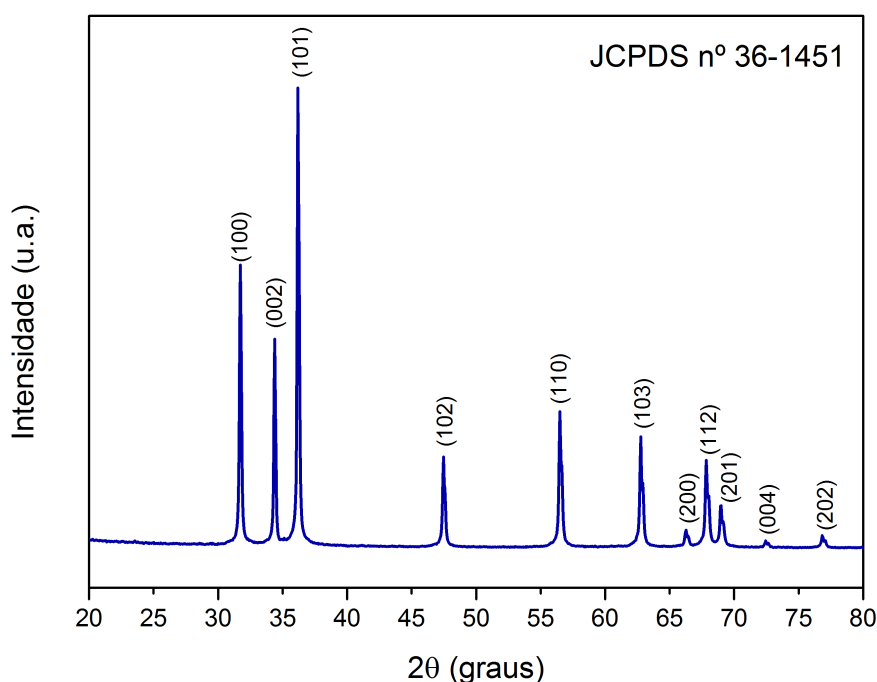
Para identificar a fase cristalina do material sintetizado utilizou-se a difração de raio-X (DRX). O equipamento utilizado para essa análise foi um difratômetro de raios X modelo 6000 da Shimadzu com radiação Cu-K α ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$) e varredura de 20 a 80°. A análise de espectroscopia Raman foi realizada usando um espectrômetro Confocal Raman, modelo BWTEK da marca Voyage, com comprimento de excitação de 785 nm. A microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi utilizada para avaliar a morfologia das partículas. Para isso, foi utilizado um microscópio JSM-6610LV a marca JEOL. O espectro

de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) foi realizada usando um espectrômetro IR-Prestige, modelo 21 da Shimadzu, utilizando uma região entre 4000 e 600 cm^{-1} . A espectroscopia UV-Vis foi realizada em um espectrofotômetro Varian Cary modelo 5000 em um comprimento de onda de 200 a 800 nm. Através dessa análise foi possível descobrir o band gap da amostra, usando o modelo de Wood e Tauc, para um semicondutor indireto.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

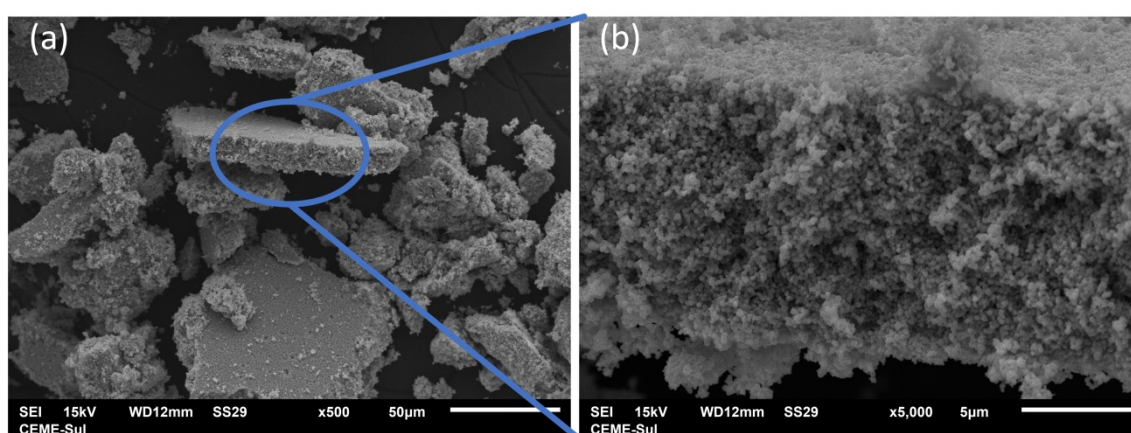
Foram analisados os padrões de difração de raio-X das partículas de óxido de zinco(ZnO), conforme exposto na figura 1. O ZnO foi obtido através de síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas, a fim de obter informações sobre a natureza dessas partículas. Ao analisar os picos apresentados pelo material, notou-se que eles correspondem a ficha cristalográfica JCPDS nº 36-1451, a qual corresponde a fase hexagonal do óxido de zinco. Também pôde-se notar que foi obtido ZnO puro e cristalizado a baixas temperaturas, sem que houvesse a necessidade de calcinação e de forma rápida, o que é uma grande vantagem que a síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas apresenta.

Figura 1. Difração de raio-X da amostra de ZnO.



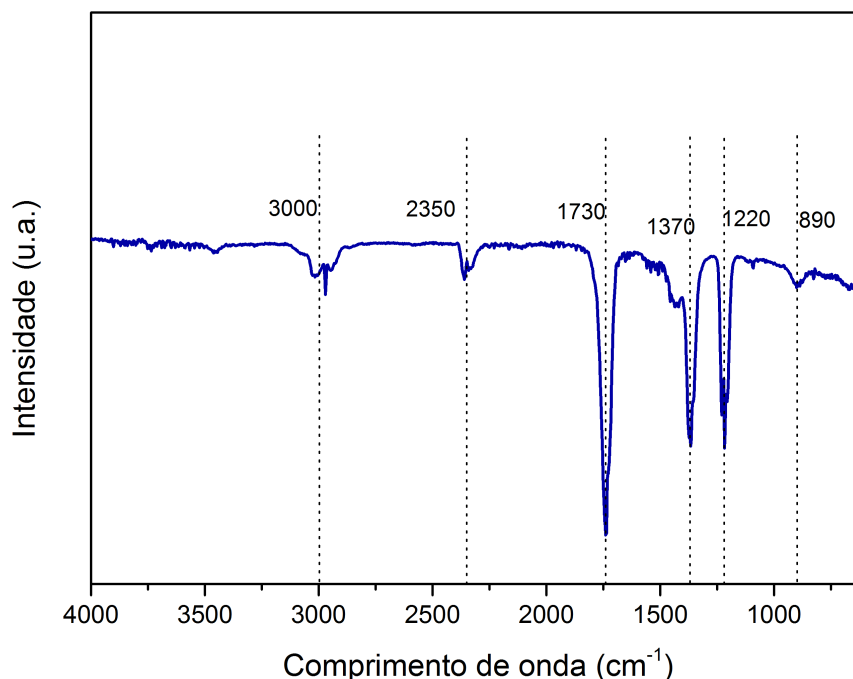
A morfologia das amostras está disposta na figura 2 a) e b). Ao analisar a figura a) e b), é possível ver que tem uma grande aglomeração de material em a), também nota-se claramente em b) que essas partículas estão agregadas, o que é característico do ZnO (SUN *et al.*, 2017). Sabe-se que podem ser produzidas com facilidade diversas morfologias do ZnO por síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas alterando alguns dos parâmetros de síntese como tempo e temperatura, por exemplo, ou mesmo os precursores utilizados (ZHU *et al.*, 2018), mas no caso deste trabalho, obteve-se partículas de óxido de zinco que possuem formato esférico, como pode ser visto claramente em b).

Figura 2. Imagens do MEV de ZnO, a) X500 e b)X5000



O infravermelho das amostras está disposto na figura 3. É observada uma banda em 890 cm^{-1} a qual pode ser atribuída a um alongamento da banda de ZnO (VALÉRIO *et al.*, 2019); Em 1220 cm^{-1} , há uma banda devido ao alongamento do oxigênio, bem como, a uma frequência de flexão do material (VIJAYAKUMAR, 2013) Em 1370 cm^{-1} existe uma banda que indica a presença de NO_3 (WEINZIERL *et al.*, 2008), o que se justifica pelo fato de o $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$ ter sido usado como precursor na obtenção do ZnO; Observa-se uma banda em 1730 cm^{-1} , a qual pode ser atribuída a água presente nas nanopartículas de ZnO (ASHOKKUMAR *et al.*, 2014), em 2350 cm^{-1} , observa-se mais um pico, o qual é atribuído a água de cristalização (HOSEINPOUR *et al.*, 2017); em 3000 cm^{-1} existe uma banda que é referente ao grupo hidroxila(O-H) (MAHALAKSHMI *et al.*, 2019). A presença desse grupo O-H é justificável devido a utilização de água na síntese.

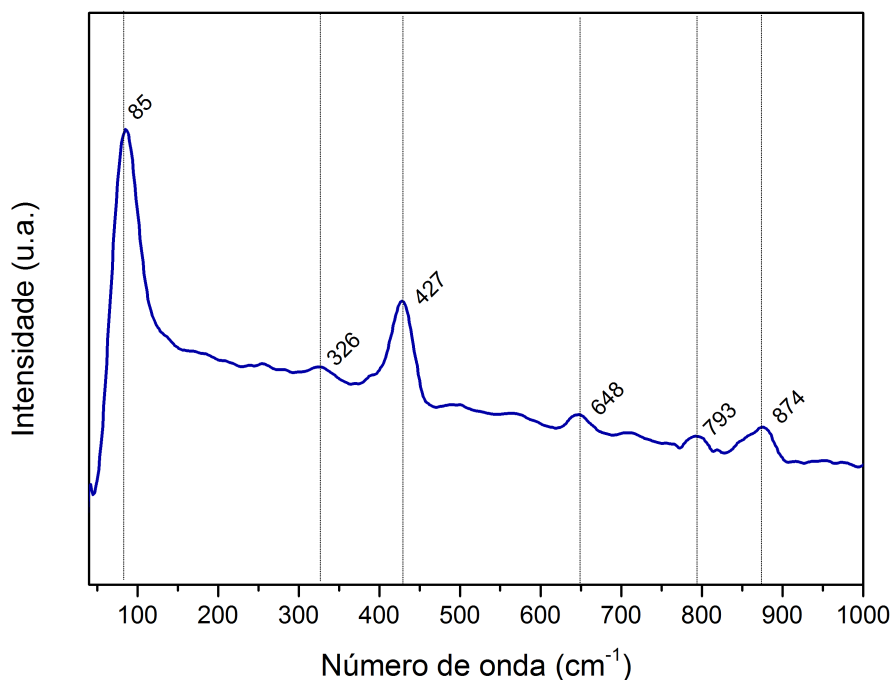
Figura 3. Espectro FTIR do ZnO



O espectro Raman das amostras é visualizado na figura 4. As nanopartículas de ZnO com estrutura hexagonal wurzita apresentam o grupo espacial $P63mc$, tendo como característica os fônons ópticos $\Gamma_{opt} = 1A_1 + 2B_2 + 1E_1 + 2E_2$ (MUSA *et al.*, 2017; MONTENEGRO *et al.*, 2017). Os fônons A_1 e E_1 são polares e estão divididos em modo óptico transversal e longitudinal, TO e LO respectivamente, enquanto o modo vibracional E_2 é não polar e é dividido em modo E_2 de baixa frequência (E_2^{baixa}) e modo E_2 de alta frequência (E_2^{alta}), onde o primeiro está relacionado a vibração dos átomos de oxigênio e o segundo a vibração da sub-rede pesada de Zn (MUSA *et al.*, 2017; MONTENEGRO *et al.*, 2017; ZHANG *et al.*, 2009). Os modos B_1 de baixa frequência e B_1 de alta frequência são considerados silenciosos, sendo geralmente inativos no espectro Raman (DAS *et al.*, 2010; YAHIA *et al.*, 2008). Com isso, a análise de espectrometria Raman mostrou a presença de 6 modos vibracionais, conforme apresentando na Figura x. O modo em 85 cm^{-1} é associado a E_2^{baixa} , enquanto que o modo em 427 cm^{-1} é E_2^{alta} (ZHANG *et al.*, 2009). O modo encontrado em 326 cm^{-1} está relacionado a dispersão de multifônons, surgindo no limite da zona entre E_2^{alto} e E_2^{baixo} (MUSA *et al.*, 2017). Em 648 cm^{-1} , o modo vibracional pode estar relacionado a defeitos (MONTENEGRO *et al.*, 2013; KERR *et al.*, 2007). Os modos vibracionais encontrados em 793 cm^{-1} e 874 cm^{-1} , não são modos característicos do

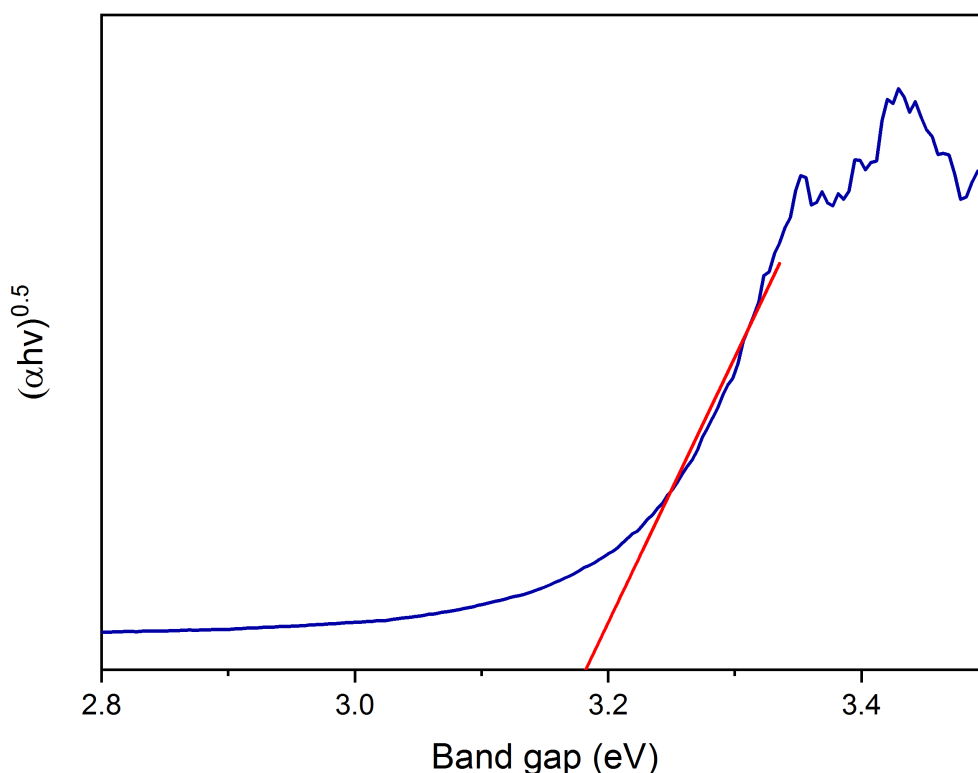
ZnO. A síntese utilizada foi a hidrotérmica assistida por micro-ondas, podendo esta fornecer propriedades específicas ao material, além de apresentar distorções na estrutura cristalina. Isso pode ter ocasionado a presença de modos vibracionais encontrados.

Figura 4. Espectro Raman da amostra de ZnO.



O band gap das amostras foi calculado conforme mostrado na figura 5. Utilizou-se o modelo de Wood e Tauc (TAUC, 1970) para semicondutor indireto, no qual $(\alpha h\nu)^{0,5}$ vs $h\nu$, onde α é o coeficiente de absorção e $h\nu$ é a energia do fóton em eV. Foi calculado um band gap de aproximadamente 3,2 eV para o óxido de zinco produzido, e isso está bem definido na literatura. Valor que está previsto para o ZnO, segundo (GRÄTZEL, 2010; KUMAR *et al.*, 2012).

Figura 5. Band gap do ZnO



CONSIDERAÇÕES FINAIS

Foi realizada síntese hidrotérmica assistida por microondas utilizando baixa temperatura e curto tempo de síntese para obter óxido de zinco, o qual mostrou por difração de raio-X fase cristalina hexagonal, bem como partículas bem aglomeradas e esféricas na microscopia eletrônica de varredura. O band gap de aproximadamente 3,2 eV, também pôde ser verificado como característica desse material. Além disso, os modos vibracionais verificados por espectroscopia Raman e as bandas verificadas no FTIR nos levam a concluir que o ZnO foi obtido com sucesso através de uma técnica de síntese bastante vantajosa devido aos parâmetros que ela permite que sejam utilizados. Esse trabalho seguirá sendo desenvolvido, com o intuito da aplicação do material, que já provou que apresenta resultados significativamente promissores, para células solares. São esperados bons resultados para essa aplicação devido aos resultados obtidos devido a fatos como o valor encontrado para o band gap, que é o mesmo do titânio que é o material

mais utilizado para esse tipo de tecnologia, bem como ao tamanho das partículas produzidas, pois as mesmas são pequenas, visto que esses fatos podem favorecer ao fazer o fotoânodo de uma célula solar sensibilizada por corante.

REFERÊNCIAS

AGARWAL, S.; RAI, P.; GATELL, E. N.; LLOBET, E.; GUËLL, F.; KUMAR, M.; AWASTHI, K. Gas sensing properties of ZnO nanostructures (flowers/rods) synthesized by hydrothermal method. Elsevier, v.292, p.24-31, agosto, 2019.

ASHOKKUMAR, M.; MUTHUKUMARAN, S. Microstructure, optical and FTIR studies of Ni, Cu co-doped ZnO nanoparticles by co-precipitation method. Elsevier, v.37, p.671-678, setembro, 2014.

BASNET, P.; CHATTERJEE, S. Structure-directing property and growth mechanism induced by capping agents in nanostructured ZnO during hydrothermal synthesis-A systematic review. Elsevier, v.22, 100426, abril, 2020.

CHANDEKAR, K. V.; SHKIR, M.; KHAN, A.; AL-SHEHRI, B.; HAMDY, M. S.; ALFAIFY, S.; EL-TONI, M. A.; ALDALBAHI, A.; ANSARI, A. A.; GHAITHAN, H. A facile one-pot flash combustion synthesis of La@ZnO nanoparticles and their characterizations for optoelectronic and photocatalysis applications. Elsevier, v. 395, p.112465, maio, 2020.

DAS, J.; PRADHAN S. K.; SAHU, D. R.; MISHRA, D. K.; SARANGI, S. N.; NAYAK, B. B.; VERMA, S.; ROUL, B. K. Micro-Raman and XPS studies of pure ZnO ceramics, Elsevier, v.405, p.2492-2497, maio, 2010.

GRÄTZEL, M. Photoelectrochemical cells. Nature, v.414, p.26-32, 2010.

HOSEINPOUR, V.;SOURI, M.;GHAEMI, N.; SHAKERI, A. Optimization of green synthesis of ZnO nanoparticles by *Dittrichia graveolens* (L.) aqueous extract. Health Biotechnology and Biopharma, v.1(2), p.39-49, agosto, 2017.

KERR, L.L.; LI, X.; CANEPA, M.; SOMMER, A. J. Raman analysis of nitrogen doped ZnO. Elsevier, v.515, p.5282-5286, maio, 2007.

KUMAR, D.; JAT, S. K.; KHANNA, P. K.; VIJAYAN, N.; BANERJEE, S. Synthesis, Characterization, and Studies of PVA/Co-Doped ZnO Nanocomposite Films. International Journal of Green Nanotechnology, v.4, p.408–416, fevereiro, 2013.

KUMAR, Y.; SINGH, V.; PANDEY, A.; GENWA, M.; MEENA, P. L. Synthesis, characterization and antibacterial activity of ZnO nanoparticles. Aip Conference Proceedings. v.2265, p. 030119, novembro, 2020.

MAHALAKSHMI, S.; HEMA, N.; VIJAYA, P. P. In Vitro Biocompatibility and Antimicrobial activities of Zinc Oxide Nanoparticles (ZnO NPs) Prepared by Chemical and Green Synthetic Route— A Comparative Study. Springer, V.10, p.112-121, novembro, 2019.

MAO, Y.; LI, Y.; ZOU, Y.; SHEN, X.; ZHU, L.; LIAO, G. Solvothermal synthesis and photocatalytic properties of ZnO micro/nanostructures. Elsevier, v.45, p.1724-1729, fevereiro, 2019.

MONTENEGRO, D. N.; HORTELANO, V.; MARTÍNEZ, O.; MARTÍNEZ-TOMAS, M. C.; SALLET, V.; MUNOZ-SANJOS V.; JEMENEZ, J. Non-radiative recombination centres in catalyst-free ZnO nanorods grown by atmospheric-metal organic chemical vapour deposition. Journal of Physics D, v.46, p.235302, maio, 2013.

MUSA, I.; QAMHIEH, N.; MAHMOUD, S. T. Synthesis and length dependent photoluminescence property of zinc oxide nanorods. Elsevier, v.7, p.3552-3556, setembro, 2017.

OCAKOGLU, K.; MANSOUR, S. A.; YILDIRIMCAN, S.; AL-GHAMDI, A. A.; EL-TANTAWY, F. YAKUPHANOGLU, F. Microwave-assisted hydrothermal synthesis and characterization of ZnO nanorods. Elsevier, v.148, p.362-368, setembro, 2015.

PONNAMMA, D.; CABIBIHAN, J.; RAJAN, M.; PETHAIAH, S. S.; DESHMUKHE, K.; GOGOI, J. P.; PASHA, S. K.; AHAMED, M. B.; KRISHNEGOWDA, J.; CHANDRASHEKARI, B. N.; POLU, A. R.; CHENG, C. Synthesis, optimization and applications of ZnO/polymer nanocomposites. Elsevier, v.98, p.1210-1240, maio, 2019.

RIEMKE, Fábio Calcagno. Implementação de controle no processo de síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas. 2018. Trabalho de conclusão de curso- Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2018.

SUN, H.; SUN, L.; SUGIURA, T.; WHITE, M. S.; STADLER, P.; SARICIFTCI, N. S.; MASUHARA, A.; YOSHIDA, T. Microwave-assisted Hydrothermal Synthesis of Structure-controlled ZnO Nanocrystals and Their Properties in Dye-sensitized Solar Cells. Electrochemistry, v.85(5), p.253-261, maio, 2017.

TAUC, J. Absorption edge and internal electric fields in amorphous semiconductors. Elsevier, v.5, p.721-729, agosto, 1970.

TROMMER, Rafael Mello. Obtenção de óxido de zinco nanoestruturado pelo método de aspersão de solução em chama. 2011. Tese(Doutorado em Engenharia)- Escola de Engenharia, Programa de pós graduação de engenharia de minas, metalúrgica e de materiais, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

TSENG, C.; CHOU, Y.; LIU, C.; LIU, Y.; GER, M.; SHU, Y. Microwave-assisted hydrothermal synthesis of zinc oxide particles starting from chloride precursor. Elsevier, v.47, p.96-100, janeiro, 2012.

VALÉRIO, T. L.; MAIA, G. A.; GONÇALVES, L. F.; VIOMAR, A.; BANCZEK, E. P.; RODRIGUES, P. R. Study of the Nb₂O₅ Insertion in ZnO to Dye-sensitized Solar Cells. Scielo, v.22, p.1-5, julho, 2019.

VISHNUKUMAR, P.; VIVEKANANDHAN, S.; MISRA, M.; MOHANTY, A. K.; Recent advances and emerging opportunities in phytochemical synthesis of ZnO nanostructures. Elsevier, v.80, p.143-161, junho, 2018.

VITTAL, R.; HO, K. Zinc oxide based dye-sensitized solar cells: A review. Elsevier, v.70, p.920-935, abril, 2017.

WEINZIERL, D.;TOURAUD, D.;LECKER A.; PFITZNER, A.;KUNZ, W. Controlled preparation of hollow zinc oxide microspheres from aqueous solution using hexamethylenetetramine and cysteine. Elsevier, v.43, p.62-67, janeiro, 2008.

YAHIA, S. B.; ZNAIDI, L.; KANAIEVA, A.; PETITE, J. P. Raman study of oriented ZnO thin films deposited by sol-gel method. Elsevier, v.71, p.1234-1238, dezembro, 2008.

ZHANG, R.; YIN, P.; WANG, N.; GUO, L. Photoluminescence and Raman scattering of ZnO nanorods. Elsevier, v.11, p.865-869, abril, 2009.

ZHU, L.; LI, Y.; ZENG, W. Hidrotermal synthesis of hierarchical flower-like ZnO nanostructure and its enhanced ethanol gas-sensing properties. Elsevier, v.427, p.281-287, janeiro, 2018.

SOBRE OS AUTORES

Andriele Lange da Rosa, graduanda em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel).

Cristiane Raubach Ratmann, Professora do Centro de Desenvolvimento Tecnológico (CDTec) da Universidade Federal de Pelotas (UFPel). Doutora em Ciência (área de concentração química) pela Universidade Federal de São Carlos(UFSCar). Mestre em química pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel). Graduada em licenciatura em química pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel).

Francielen San Martins Rodrigues, graduanda em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel).

Sérgio da Silva Cava, Professor Adjunto do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e do curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro

de Desenvolvimento Tecnológico (CDTec) da Universidade Federal de Pelotas (UFPel). Doutor em Química pela Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade de São Paulo (USP/SC). Graduado em Engenharia de Materiais pela Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG).

CAPÍTULO 4

SÍNTESE DE KNbO_3 PELO MÉTODO HIDROTÉRMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS COM APLICAÇÃO EM DEGRADAÇÃO FOTOCATALÍTICA

Francielen San Martins Rodrigues

Andriele Lange da Rosa

Cristiane Raubach Ratmann

Sérgio da Silva Cava

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo a obtenção do KNbO_3 para aplicação na fotocatalise, no intuito da investigação das propriedades fotocatalíticas heterogênea das estruturas perovskitas desses materiais ferroelétricos. Essas estruturas têm chamado atenção dentro desse ramo de estudos por ser versátil e permitir obtenções de semicondutores atuando como catalisadores eficientes na degradação de diversos corantes, de forma sustentável e a baixo custo (PRAXEDES, 2019). Para uma obtenção deste material, utilizou-se a rota de síntese hidrotermal assistida por micro-ondas, da qual sob uma forte interação molecular dos reagentes ali depositados em uma célula reacional, forma-se o composto desejado. De acordo com Wermuth (2019), a primeira realização de uma síntese que unisse ondas eletromagnéticas, as micro-ondas, com uma técnica hidrotermal, foi descrita pelo grupo de Komarneni em 1992, onde foram sintetizados diferentes compostos através dessa metodologia, como TiO_2 , ZrO_2 , Fe_2O_3 , BaTiO_3 e o KNbO_3 . Após a obtenção do material desejado, realizou-se algumas caracterizações para determinação de fase cristalinas pela Difração de Raios X (DRX), morfologia pela técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e características de modos vibracionais e band gap através dos difratograma gerado pelas técnicas de Espectrografia Raman (RAMAN) e Espectroscopia no ultravioleta visível (UV-VIS). A fotocatalise do material foi realizada utilizando Rodamina B como corante, mostrando resultados próximos a 100%.

Palavras-chave: Fotocatalise Heterogênea. Perovskitas. Rodamina B.

INTRODUÇÃO

Um dos maiores problemas enfrentados neste século é a poluição ambiental que tem acarretado em grandes desastres ao redor do mundo. Assim, a ciência tem se sentido cada vez mais na obrigação de desenvolver e resolver ao máximo as catástrofes com a finalidade de ao menos minimizar maiores danos ao planeta quanto a sociedade.

Um dos recursos mais importantes para a vida na Terra é a popularmente chamada água, da qual está presente em tudo que nos cerca e sendo está a maior parte constituinte do planeta. A água é uma das fontes mais utilizadas para diversas funções. Nos setores industriais diferentes maneiras desse recurso são aplicados, desde a incorporação em produtos, lavagens de máquinas e similares, resfriamento de equipamentos e nos sistemas de esgotos sanitários. Ao eliminar as possibilidades de incorporação em produtos e evaporação pela utilização em maquinários e outras espécies de equipamentos ou formas do mesmo evento, a contaminação por efluentes líquidos dá-se por uma perda de energia térmica ou resíduos utilizados nos processos industriais (GIORDANO, 2004).

Dessa maneira, pela contextualização dos fatos, cientistas tem buscados alternativas para essas questões, onde dentro de algumas áreas específicas de pesquisas, a fotocatalise heterogênea vêm chamando atenção com a utilização de semicondutores, em função da boa eficiência e o baixo custo, com propriedades capazes de degradarem parcial ou completamente a ação de efluentes nos meios aquáticos, ao passo em que tem sido considerada uma técnica ambientalmente amigável para a aplicação (PRAXEDES, 2019).

De acordo com Marques et.al. (2017), trabalhos envolvendo a fotocatalise tem origem na década de setenta, por meados de 1972 quando Fujishima e Honda descrevem sobre a irradiação em uma célula fotoeletroquímica, que seria responsável pela geração de átomos de hidrogênio e oxigênio, utilizando-se da oxidação da água com suspensões de TiO_2 .

A primeira utilização da técnica de degradação com fotocatalise teve exploração pela primeira vez em 1983, quando os autores Pruden e Ollis realizaram experimentos de descontaminação de clorofórmicos e tricloroetileno, utilizando de suspensões de TiO_2 como semicondutor atuante de catalisador. A escolha desses dois contaminantes, de acordo com os autores, haviam dados se pela alta taxa de toxicidade e por serem compostos orgânicos altamente cancerígenos, onde ambos eram poluentes que se encontravam presente nas

águas, e que estavam classificados como sendo “prioritários poluentes” pela U.S. Environmental Protection Agency (PRUDEN e OLLIS, 1983).

Os princípios da técnica de fotocatalise heterogênea, é a ativação de um material semicondutor que ao ser atingido por uma luz solar ou uma incidência de luz artificial que simula a luz solar (NOGUEIRA e JARDIM, 1997), provoca uma movimentação dos elétrons pela irradiação de fótons, com energia maior ou igual a do bandgap, provocando uma excitação dos elétrons que vão migrar entre as bandas de valências (BV) e bandas de condução (BC) (CHIAVENATO, 2017).

Essas movimentações entre bandas vão ser responsável pela geração de pares elétron/lacuna, onde os elétrons vão ser gerados na banda de condução e as lacunas na banda valência. Os elétrons fotogerados na BC, vão ter as características de reagirem tanto com os corantes quanto as moléculas de oxigênio que estarão adsorvidas na superfície dos semicondutores ou então dissolvidas na água, para a geração de dióxido. Já as lacunas fotogeradas, estas podem provocar a oxidação das moléculas orgânicas formando cátions livres, reagir com moléculas de OH^- , ou então reagir com as moléculas de H_2O reduzindo-as à OH^- (CERVANTES et.al, 2009).

Os óxidos do tipo perovskitas são considerados fortes candidatos em aplicações envolvendo energias solares e fotocatalise por apresentarem em sua estrutura grandes variedades de propriedades elétricas, óticas, ferroelétricas, piezoelétricas e eletromagnéticas (MOUYANE et.al, 2014).

O composto niobato de potássio (KNbO_3), pertencente a classe cerâmica apresenta essa característica do tipo perovskita em sua estrutura, sendo um semicondutor classificado como ferroelétrico, e que vêm sendo exposto na literatura com diversas aplicações de interesse, ao mesmo tempo em que é explorada as propriedades para novas utilizações (KOMATSU et.al, 2014 e SHOMRAT et.al, 2015).

As rotas de obtenção do KNbO_3 , assim como de outros óxidos que também fazem parte do tipo perovskitas, são diversas contendo os métodos de estado sólido, sol-gel, hidrotermal convencional e hidrotermal assistido por micro-ondas (MAH), sendo este último o aplicado neste estudo (SILVA, 2014). Na MAH a formação do composto ocorre pela incidência das ondas eletromagnéticas em um meio aquoso, no qual é provocada uma forte movimentação das moléculas presentes na solução, juntamente de um aquecimento decorrente da radiação (as micro-ondas) geradas pelo equipamento e dessa movimentação dos átomos no interior da célula reacional.

De acordo com Wermuth (2019), a frequência dessas ondas eletromagnéticas está entre 0,3 a 300 GHz, e o aquecimento interno está interligado a uma interação de energias com os dipolos. Ainda de acordo com Wermuth (2019), dois são os mecanismos envolvidos no aquecimento, a polarização dipolar, onde ocorre o alinhamento dos dipolos ou íons no campo elétrico e o campo oscilante produzido pela radiação eletromagnética, tentam se alinhar também ao campo elétrico. E o segundo mecanismo descrito pelo autor é a condução iônica, da qual é a colisão entre moléculas gerando dissipação de energia, convertendo-se em calor.

Em suma, pelo interesse nas investigações das propriedades do KNbO_3 , o presente capítulo se dispõe a investigar determinadas propriedades do KNbO_3 através das técnicas de difração de raios x, microscopia eletrônica de varredura, espectrometria Raman, espectrometria UV-Vis e por fim avaliar a influência desse material na aplicação de degradação do corante RhB.

MATERIAIS E MÉTODOS

Síntese de KNbO_3 pelo método Hidrotérmico Assistido por Micro-ondas

Da execução e os materiais utilizados para a síntese do KNbO_3 , foi-se utilizado os seguintes reagentes na proporção de 1:6, de pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) e hidróxido de potássio (KOH), respectivamente. Os reagentes foram pesados e adicionados em um béquer. Inicialmente foi-se pesado 24,783g de KOH e dissolveu-se em 50mL de água destilada sob agitação. Logo após, pesou-se 0,695g de Nb_2O_5 e adicionou-se a solução de $\text{KOH} + \text{H}_2\text{O}$. Esta dissolução permaneceu em agitação por aproximadamente dez minutos.

Após esse tempo de espera em agitação, a solução foi colocada no copo reacional de Politetrafluoroetileno (TEFLON) que posteriormente foi acondicionado a célula reacional, que foi selada para que ocorresse uma vedação mais segura. A colocação da célula reacional contendo os reagentes dissolvidos em solução, foi posta no micro-ondas convencional, onde apenas ocorre a acomodação da célula na abertura de deposição localizada na parte superior do equipamento, seguido da definição dos parâmetros definidos e iniciando assim a síntese do material.

Esses parâmetros após alguns testes de laboratório na tentativa de obtenção do KNbO_3 , foram definidos como sendo, uma rampa de aquecimento de 30°C por minutos, à

uma temperatura de 200° C, e tempo de síntese de 60 minutos para que ocorresse total reação de interação entre as moléculas e formasse o composto e a fase desejada.

Caracterizações

Foram realizadas caracterizações realizadas para a geração dos resultados a fim de comprovar a eficiência do método na obtenção do KNbO_3 e revelar algumas das propriedades como perovskita ferroelétrica. Para isso foram realizadas as seguintes técnicas: Difração de Raios X (DRX) para revelar a composição e a fase cristalina obtida, utilizando um difratômetro Shimadzu modelo 6000 com radiação $\text{Cu-K}\alpha$ ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$) e varredura de 10 a 90°; Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para identificação da morfologia do material de estudo, utilizando um microscópio JSM-6610LV da marca JEOL; Espectroscopia Raman (RAMAN) para a obtenção dos modos vibracionais, usando um espectrômetro Confocal Raman Voyage (modelo BWTEK) em 785 nm; e análise de Espectroscopia no Ultravioleta Vísivel (UV-VIS) para geração da medida de corrente do material através do bandgap, utilizando espectrofotômetro Varian Cary modelo 5000, com comprimento de onda entre 200 a 800 nm.

A degradação fotocatalítica foi realizada utilizando o corante de Rodamina B (RhB) na concentração de 1×10^{-5} M. Para isso, 50 mg do KNbO_3 foi adicionado em um béquer juntamente com 50 mL de corante RhB. A solução foi submetida para a caixa de fotocatalise, contendo 6 lâmpadas UVC. Primeiramente, deixou-se a solução sob agitação no escuro durante 15 minutos. Após, as lâmpadas foram acessas e a agitação permaneceu durante mais 180 minutos, sendo retiradas alíquotas a cada 30 minutos de análise. Posteriormente, as amostras foram centrifugadas com a finalidade de separar o pó em suspensão e as amostras foram submetidas a análise UV-Vis.

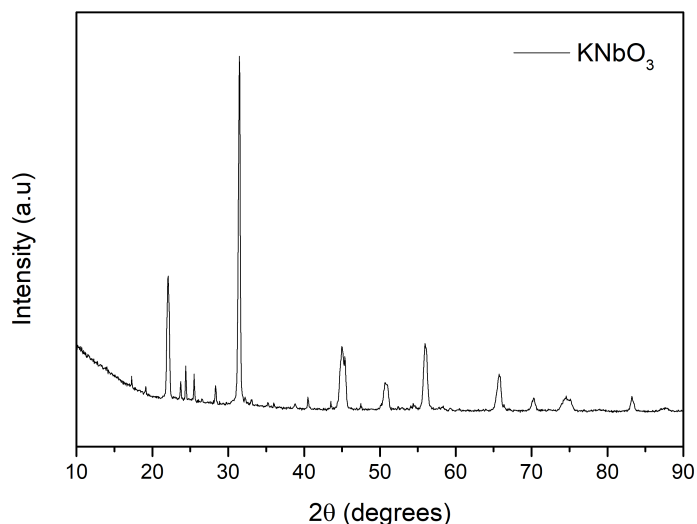
RESULTADOS E DISCUSSÃO

Difração de Raios X (DRX): O difratograma obtido na análise de DRX, conforme Figura 1, mostrou que o material obtido pelo método de MAH seguindo os parâmetros definidos acima, apresentou a fase cristalina ortorrômbica, de acordo com a ficha cristalográfica JCPDS nº 32-0822, onde teve seus picos característicos identificados igualmente a uma amostra padrão, que confirma o material como o KNbO_3 . No sistema para amostras

ortorrômbicas, os parâmetros de rede de comprimentos axiais e ângulos seguidos são de $a \neq b \neq c$ e $2 = \beta = \gamma = 90^\circ$.

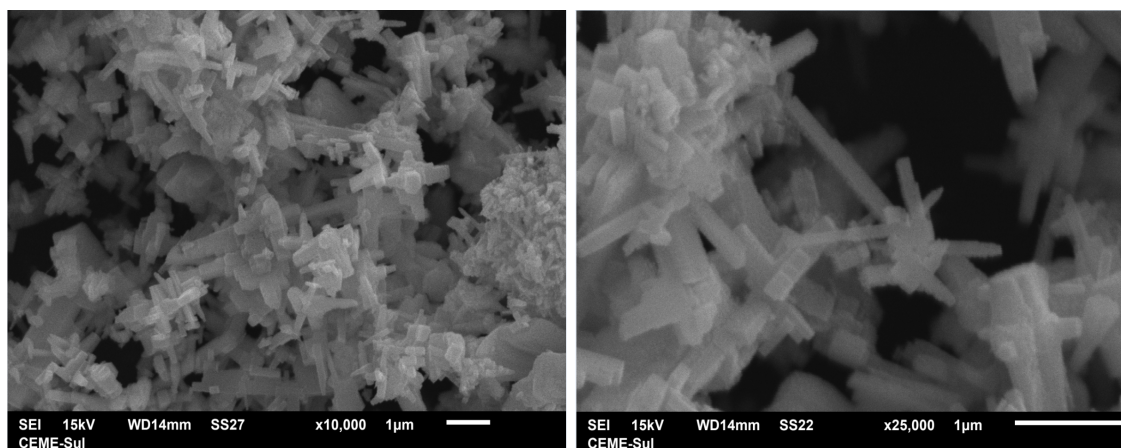
Abaixo é possível ver o difratograma do qual mostra seus picos característicos confirmados pela ficha cristalográfica.

Figura 1: DRX dos pós de KNbO_3 .



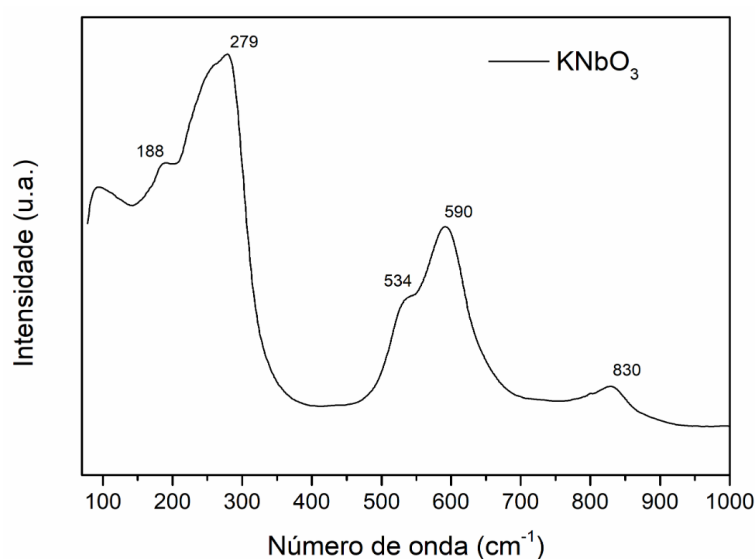
Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV): Na análise de MEV da amostra de KNbO_3 , conforme Figura 2 (a) e (b) identificou-se a morfologia do material avaliada em diferentes escalas. É possível verificar que as amostras apresentam aglomerados de nano-fingers, algo bem característico para as amostras de KNbO_3 , como exposto por Paula (2008).

Figura 2: MEV dos pós de KNbO_3 , sendo (a) x10000 e (b) x25000.

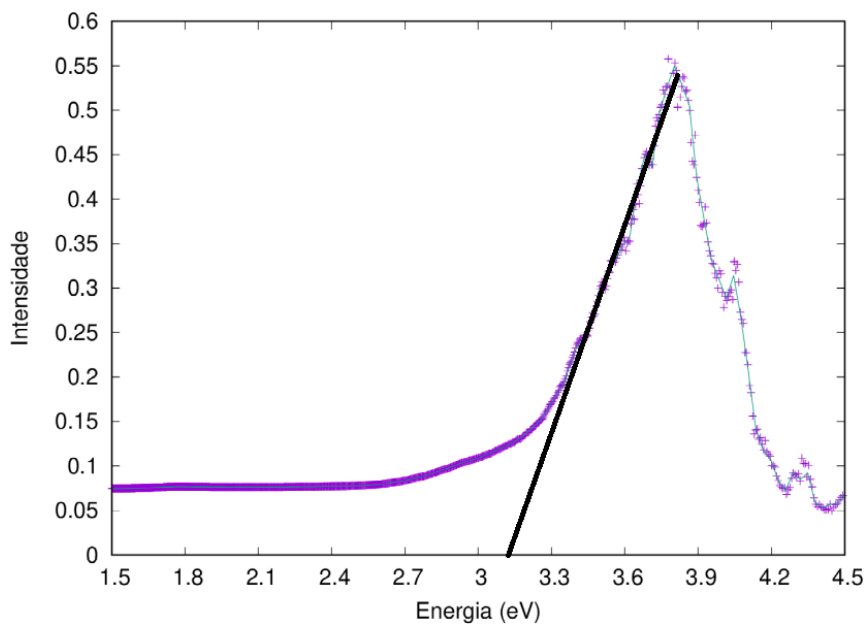


Espectroscopia Raman (RAMAN): Nesta análise o objetivo foi a identificação dos modos vibracionais. De acordo com Duarte et.al (2015), notou-se grandes semelhanças das bandas quando observado e comparado os pontos marcados em ambos resultados de espectroscopia RAMAN. Na Figura 3 é identificado os modos vibracionais mais internos em 188 cm^{-1} , dos quais ocorrem pela movimentação dos octaedros de NbO_6 ou por uma movimentação dos cátions K^+ . Uma outra ampla banda identificada como modo de flexão em 279 cm^{-1} , e duas bandas formando modos de alongamentos em 534 e 590 cm^{-1} , e por fim, uma banda fraca, onde apresenta uma banda combinacional em 830 cm^{-1} .

Figura 3 - RAMAN da amostra de KNbO_3 .



Espectroscopia no Ultravioleta Visível (UV-Vis): Esta técnica é muito empregada para a obtenção das curvas de absorção de luz e medidas de band gap. O band gap foi realizado utilizando o método de Tauc para semicondutor indireto, através da interceptação da linha tangente no gráfico. Dessa forma, analisando a reta traçada sob a curva, conforme Figura 4, vemos um band gap de aproximadamente $3,16\text{ eV}$. Esse band gap, encontra-se dentro do esperado para materiais do tipo perovskitas, que de acordo com Chigueru (2000), para o KNbO_3 , está demonstrado na faixa de $3,2\text{ eV}$ quando isento de dopantes, como é o caso da amostra ensaiada abaixo.

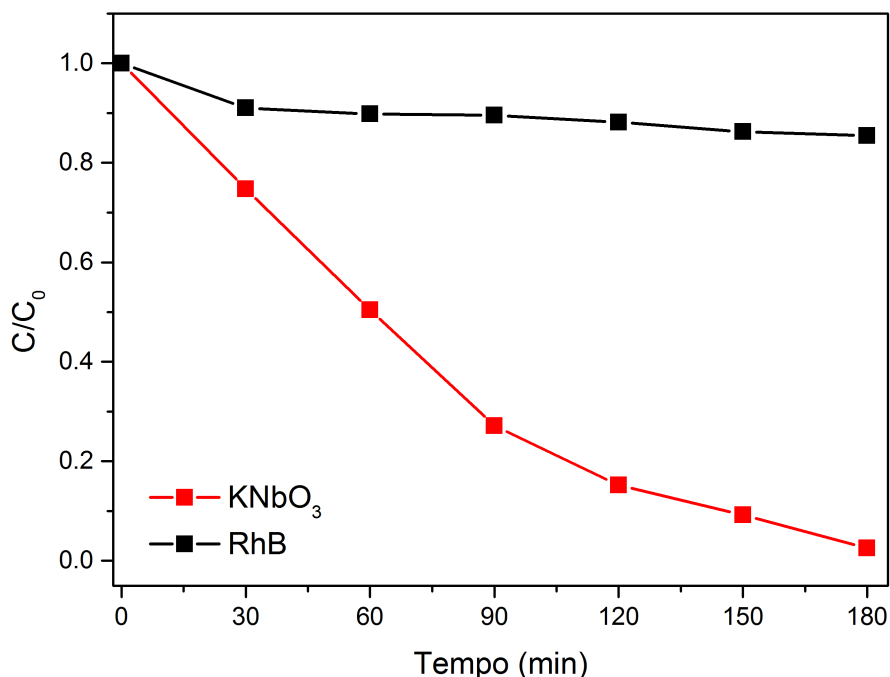
Figura 4 – Band gap da amostra KNbO₃

Fotocatálise heterogênea: A Figura 5 apresenta os resultados da degradação fotocatalítica da RhB frente ao KNbO₃ e os resultados da curva contendo apenas o corante RhB, sem a presença de catalisador. A Figura mostra a variação da concentração (C) de RhB a cada específico tempo pela concentração inicial (C₀) da RhB. A curva contendo apenas RhB (curva preta) é importante para demonstrar o efeito que o semiconductor tem no sistema, indicando que quando não contém a presença do KNbO₃, a amostra perde a sua cor apenas em 18%. Quando foi realizado o teste contendo a amostra KNbO₃ (curva vermelha), é possível verificar que ao longo de 180 minutos degradou-se cerca de 97,5% da RhB, mostrando assim a capacidade do material em descolorir o corante. Essa alta remoção do corante pode ser explicada pelo formato da partícula encontrada nas imagens MEV, onde os pequenos nano-fingers podem auxiliar em um aumento da superfície de contato, o que facilita melhores resultados fotocatalíticos.

Esses fatos são levantados também na literatura e por Wermut et.al (2019), em um de seus trabalhos investigando a utilização de um semiconductor de KNbO₃, para a degradação do mesmo corante (RhB). Além disso, o autor levanta questões que relacionam a morfologia do material com a taxa de descontaminação, mostrando que as diferentes formas afetam a degradação. Também é expresso pelo autor, que o método de síntese hidrotérmicos relatam um melhor direcionamento para fotocatalise, e vale salientar que o método de síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas apresenta além desta

vantagem na aplicação, um reduzido tempo de síntese, formando o composto na fase desejada em menos tempo, quando comparado a outros métodos e baixo custo.

Figura 5 – Degradação fotocatalítica do KNbO_3 .



CONSIDERAÇÕES FINAIS

De acordo com os objetivos deste trabalho, seu desenvolvimento deu-se por meio da obtenção dos pós cerâmicos de KNbO_3 , seguido das avaliações de propriedades, com foco em aplicação na fotocatalise heterogênea.

Das etapas concluídas até agora, obter o material foi uma experiência interessante, da qual temperaturas abaixo de 200°C não formavam as fases por completo, o que deixou evidente a necessidade da temperatura mínima. Ao sintetizar sob a temperatura de 200°C , assim como a literatura sugeriu, pelo método de síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas (MAH), obteve-se e comprovou-se pelos ensaios de difração de raios-X (DRX) a fase ortorrômbica e a composição da amostra ensaiada com a ficha cristalográfica JCPDS nº 32-0822. Já a morfologia formada na síntese a temperatura de 200°C é avaliada pela microscopia eletrônica de varredura (MEV), que mostrou a forma do material como sendo nano-fingers. Os modos vibracionais das bandas de valência do material foram ensaiados

pela espectroscopia Raman (RAMAN), sendo estas semelhantes com a descrita por Duarte et.al (2015), o que possibilitou a comparação na literatura. As medidas de bandgap, que são interessantes para aplicação, se manteve dentro dos padrões encontrados por outros autores para o material, deixando assim uma determinada confirmação de possibilidade para a aplicação desejada do material.

O KNbO_3 apresentou-se como um material com bom potencial para a fotocatalise heterogênea, sendo capaz de degradar próximo a 100% em um intervalo de tempo de 180 minutos.

REFERÊNCIAS

PRAXADES, F.R. **Niobatos de Sódio e Potássio obtidos pelo Método de Spray Pirólise: Caracterização e atividade fotocatalítica para a descoloração de soluções aquosas de corantes**. 2019. 53f. Dissertação (Mestrado em Química) – Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas da Universidade Estadual Paulista, UNESP, São José do Rio Preto, 2019. Disponível em: < <http://hdl.handle.net/11449/181471> >. Acesso em: 24 de julho de 2021.

WERMUTH, T.B. **Síntese hidrotermal assistida por microondas do KNbO_3 e sua caracterização microestrutural e de propriedades ópticas, elétricas e fotocatalíticas**. 2019. 116f. Tese (Doutorado em Engenharia de Minas, Metalúrgica e Materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, UFRGS, Porto Alegre, 2019. <http://hdl.handle.net/10183/204088>.

GIORDANO, Gandhi et al. Tratamento e controle de efluentes industriais. **Revista ABES**, v. 4, n. 76, p. 1-84, 2004.

MARQUES, F. C.; STUMBO, A. M.; CANELA, M. C. Estratégias e materiais utilizados em fotocatalise heterogênea para geração de hidrogênio através da fotólise da água. **Química Nova**, v. 40, p. 561-571, 10 de fevereiro de 2017. <https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170015>.

PRUDEN, A, L; OLLIS, D.F. Degradation of chloroform by photoassisted heterogeneous catalysis in dilute aqueous suspensions of titanium dioxide. **Environmental science & technology**, v. 17, n. 10, p. 628-631, 1 de outubro de 1983. <https://doi.org/10.1021/es00116a013>.

PRUDEN, A. L; OLLIS, D. F. Photoassisted heterogeneous catalysis: the degradation of trichloroethylene in water. **Journal of catalysis**, v. 82, n. 2, p. 404-417, Agosto de 1983. [https://doi.org/10.1016/0021-9517\(83\)90207-5](https://doi.org/10.1016/0021-9517(83)90207-5).

NOGUEIRA, R. FP; JARDIM, W. F. A fotocatalise heterogênea e sua aplicação ambiental. **Química nova**, v. 21, n. 1, p. 69-72, 1998. Fevereiro de 1998. <https://doi.org/10.1590/S0100-40421998000100011>.

CHIAVENATO, F. F. **Aplicação do processo de fotocatalise heterogênea para degradação do triclosan**. 2017. 55f. Trabalho de Conclusão de Curso. Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa, 2017. Disponível em: < <http://repositorio.roca.utfpr.edu.br/jspui/handle/1/8678> >. Acesso em: 29 de julho de 2021.

MOUYANE, M; ITAALIT, B; BERNARD. J; HOUIVET, D; NOUDEM, J.G. **Powder Technology** 264 (2014) 71. Setembro de 2014. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2014.05.022>.

KOMATSU, R; MASUDA, N; UEDA, M; ITOH, H. **Journal of Crystal Growth** 401 (2014) 772. Setembro de 2014. <https://doi.org/10.1016/j.jcrysgro.2013.12.071>.

SHOMRAT, N; BALTIANSKI, S; RANDALL, C.A; TSUR, Y. **Journal of the European Ceramic Society** 35 (2015) 2209. Julho de 2015. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2015.01.017>.

SILVA, A.S.B. **Síntese e caracterização de KNbO₃ aplicado na fotodegradação de remazol amarelo ouro em solução aquosa**. 2014. 69f. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal da Paraíba, Centro de Ciências Exatas e da Natureza, UFPB/BC, João Pessoa, 2014. Disponível em: < <https://repositorio.ufpb.br/jspui/handle/tede/7134> >. Acesso em: 24 de julho de 2021.

CERVANTES, T. NM; ZAIA, D. AM; SANTANA, H. de. Estudo da fotocatalise heterogênea sobre Ti/TiO₂ na descoloração de corantes sintéticos. **Química Nova**, v. 32, n. 9, p. 2423-2428, 2009. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422009000900035>.

PAULA, A. J. de. **Síntese de templates para aplicações em piezocerâmicas livre de chumbo**. 2008. 115f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Instituto de Química, 2008. Disponível em: < <http://hdl.handle.net/11449/92080> >. Acesso em: 27 de julho de 2021.

DUARTE, T. M; HONORIO. L. M; BRITO. A.S; SOUZA.J. K.D; LONGO. E; TRANQUILIN. R. L; SOUZA. A. G; SANTOS. I. M. G; MAIA. A. S. Synthesis of potassium niobates by the microwave-assisted solvothermal method. In: **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**. IOP Publishing, 2015. p. 012001. 11 de março de 2021. Disponível em: < <http://hdl.handle.net/11449/177926> >. Acesso em: 27 de julho de 2021.

CHIGUERU, T. **Atlas Solarimétrico do Brasil - banco de dados terrestres**, Editora Universitária da UFPE, Recife, 2000.

WERMUTH, T. B; ARCARO. S; VENTURINI. J; RIBEIRO. MH; RODRIGUEZ. A. A. L; MACHADO. E. L; OLIVEIRA. T. F. de; OLIVEIRA. S. EF. de; BAIBICH. M. N; BERGMANN. C. P. Microwave-synthesized KNbO₃ perovskites: photocatalytic pathway on the degradation of rhodamine B. **Ceramics International**, v. 45, n. 18, p. 24137-24145, 2019. 15 de dezembro de 2019. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.08.122>

SOBRE OS AUTORES

Francielen San Martins Rodrigues, graduanda em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel).

Andriele Lange da Rosa, graduanda em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel).

Cristiane Raubach Ratmann, Professora do Centro de Desenvolvimento Tecnológico (CDTec) da Universidade Federal de Pelotas (UFPel). Doutora em Ciência (área de concentração química) pela Universidade Federal de São Carlos(UFSCar). Mestre em química pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel). Graduada em licenciatura em química pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel).

Sérgio da Silva Cava, Professor Adjunto do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais e do curso de Graduação em Engenharia de Materiais do Centro de Desenvolvimento Tecnológico (CDTec) da Universidade Federal de Pelotas (UFPel). Doutor em Química pela Universidade Federal de São Carlos (UFSCar). Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade de São Paulo (USP/SC). Graduado em Engenharia de Materiais pela Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG).

CAPÍTULO 5

BIOMATERIAIS UTILIZADOS NA ÁREA DA SAÚDE

Karine Laste Macagnan

Estela Fernandes e Silva

Daiana Kaster Garcez

Eduarda Medran Rangel

RESUMO

Os biomateriais são utilizados na área da saúde e com os avanços tecnológicos, suas aplicações aumentaram, revolucionando áreas como a bioengenharia. Os biomateriais são usados para o tratamento de diferentes doenças como insuficiência cardíaca, fraturas, lesões cutâneas profundas, entrega de fármacos, etc. Assim, o objetivo do presente estudo foi verificar a importância de diferentes tipos de biomateriais e suas aplicações na área da saúde, especialmente para sistemas de entrega de fármacos e para a engenharia tecidual ou medicina regenerativa. Para isso, foi realizada uma revisão narrativa utilizando artigos selecionados em bases de dados científicos. Com os resultados encontrados, verificou-se a importância da aplicação dos biomateriais na engenharia tecidual por meio da utilização de hidrogéis, nanofibras, alginato, ligas de titânio-nióbio e espumas de poliuretano, de grafeno e à base de biovidro para fins cosméticos, regenerativos e estruturais em tratamentos de saúde. Foi evidenciada também a ação dos biomateriais na entrega controlada de fármacos através de nanopartículas, matriz de fibras, matriz de hidrogel, micro e nanopartículas, micropartículas de silício, à base de gliadano, curativos, bionanocompósito e filmes no transporte de antibacterianos, agentes terapêuticos cardíacos, cicatrizadores, minimizadores de efeitos colaterais gastrointestinais de fármacos e liberação controlada de diversos fármacos, inclusive os anticâncer. Assim, este trabalho apresenta resultados importantes no âmbito da aplicação de diferentes tipos de biomateriais na área da saúde. Certamente, é uma ferramenta poderosa para utilização no meio terapêutico para tratar muitas condições médicas desafiadoras e como alternativa para a obtenção de uma resposta farmacológica constante.

Palavras-chave: Biopolímeros. Engenharia tecidual. Fármacos.

INTRODUÇÃO

Segundo Catoira *et al.* (2019), os biomateriais podem ser conceituados como: "qualquer substância ou combinação de substâncias, de origem natural ou sintética, que pode ser usado em um período de tempo claramente definido como parte de um sistema que trata, acelera a cura ou substitui tecidos, órgãos ou uma função do corpo humano" ou "qualquer substância que foi projetada para interagir com sistemas biológicos para fins médicos". As aplicações dos biomateriais são diversificadas, especificamente os biopolímeros e biocompósitos surgiram como alternativas promissoras para o desenvolvimento de novos materiais e substratos para aplicações biomédicas. Vantagens como a disponibilidade, a processabilidade e a baixa toxicidade dos biopolímeros possibilitam seu uso para sistemas de entrega de drogas e para a medicina regenerativa (STARBIRD-PEREZ *et al.*, 2021).

A utilização desses materiais para a entrega de drogas é fundamental, pois a eficiência limitada dos medicamentos convencionais tem instigado o desenvolvimento de novos e mais eficazes sistemas de liberação de medicamentos (SANTOS *et al.*, 2018). Limitações de alguns medicamentos, incluem a baixa estabilidade, baixa solubilidade em água, baixa biodisponibilidade e toxicidade sistêmica grave, vários nanotransportadores, incluindo materiais nanoestruturados orgânicos e inorgânicos, são aplicados para entregar medicamentos de maneira controlada a tecidos e órgãos patológicos (SHI *et al.*, 2016).

A engenharia de tecidos é um campo relativamente novo que usa células, materiais biocompatíveis e fatores bioquímicos e físicos adequados para criar estruturas semelhantes a um tecido. O termo medicina regenerativa é frequentemente utilizado como sinônimo de engenharia de tecidos, embora a medicina regenerativa frequentemente utilize células-tronco como fonte de células (BERTHIAUME *et al.*, 2011). Novas tecnologias para a medicina regenerativa estão evoluindo rapidamente, a fim de obter estruturas adequadas que podem mimetizar de forma competente a anatomia e a fisiologia humana. Os biomateriais ocupam posição importante nesse contexto, pois o tipo de material a ser empregado é fundamental para o sucesso do procedimento. Um exemplo útil são os hidrogéis derivados de tecido descelularizado, pois tratam-se de "biomateriais inteligentes" por serem capazes de interagir e se adaptar ao microambiente circundante e às funções do tecido (CATOIRA *et al.*, 2019).

Logo, o objetivo do presente estudo foi verificar a importância de diferentes tipos de biomateriais e suas aplicações na área da saúde, especialmente para sistemas de entrega de fármacos e para a engenharia tecidual ou medicina regenerativa.

REFERENCIAL TEÓRICO

Os elastômeros biodegradáveis têm uma série de aplicações potenciais na área biomédica, especialmente no campo emergente da engenharia de tecidos moles, na qual as propriedades mecânicas do polímero devem corresponder às do tecido a ser cultivado (AMSDEN, 2007).

Um novo conceito denominado "engenharia de tecidos" surgiu há quase 30 anos, cujo foco principal era a regeneração de "novo tecido". Com a ajuda de ferramentas biológicas na forma de biomateriais e fatores de crescimento, a técnica de engenharia de tecidos surgiu como um meio terapêutico para tratar muitas das condições médicas desafiadoras. Porém, com uma abrangência limitada dos tecidos, gerados a partir desse processo, há muito a ser feito na área para expandir suas aplicações clínicas a serviço da humanidade. O crescimento e o desenvolvimento das células ocorrem em uma matriz extracelular tridimensional (ECM) bem organizada rodeada por outras células, e as interações célula-célula e célula-ECM definem o destino da célula para sua proliferação ou diferenciação, apoptose ou invasão (VACANTI; LANGER, 1999). Assim, na engenharia de tecidos, os biomateriais atuam como *scaffolds*, estruturas que agem como um suporte para o crescimento celular a fim de auxiliar na regeneração ou construção de um novo tecido (SHARMA *et al.*, 2019).

Outra área da saúde em que os biomateriais podem ser aplicados é em sistemas de liberação controlada de fármacos. A velocidade e a extensão em que um fármaco é absorvido podem ser alteradas por diversos fatores fisiológicos e físico-químicos relacionados ao próprio fármaco. A biodisponibilidade também pode ser influenciada devido a fatores ligados à formulação e à forma farmacêutica. Assim, estão sendo estudadas formas farmacêuticas associadas à biomateriais para modular a liberação e absorção de fármacos (COLLETT; MORETON, 2005). As formas farmacêuticas de liberação convencional (cápsulas e comprimidos) estão sendo substituídas por sistemas de liberação controlada, a fim de se obter uma resposta farmacológica constante e evitar ocorrências de picos e vales no perfil da curva de concentração do fármaco na corrente sanguínea (RODRIGUES; SILVA, 2005).

A quitina é um dos polímeros naturais mais abundantes no mundo e é utilizada para a produção de quitosana por desacetilação, sendo a quitosana atóxica e biodegradável, portanto, podendo ser utilizada como biomaterial e na construção de sistemas de liberação de fármacos (FONSECA-SANTOS; CHORILLI, 2017).

Polímeros derivados do reino vegetal (polissacarídeos) têm sido amplamente utilizados para uma variedade de aplicações biomédicas, incluindo administração de drogas e regeneração de tecidos. Os polímeros naturais possuem inúmeras vantagens, incluindo abundância natural, relativa facilidade de isolamento e espaço para modificação química para atender às diversas necessidades tecnológicas, além de sofrerem degradação enzimática e/ou hidrolítica em ambientes biológicos, formando subprodutos de degradação não tóxicos (SHELKE *et al.*, 2014).

MATERIAIS E MÉTODOS

Esse estudo ocorreu através de uma pesquisa em diversas bases de dados científicos, como: PubMed (MEDLINE), Science Direct, Google Acadêmico, Scielo, entre outros. Para a busca digitou-se palavras-chave como: “biomaterials and medicine”, “biopolymers and medicine”, “biomaterials and pharmacology”, “biopolymers and pharmacology”, “biomaterials and regenerative medicine”, “biopolymers and regenerative medicine”, “biomaterials and drug delivery”, “biopolymers and drug delivery”. Após a pesquisa, os artigos foram selecionados e a partir desses foi desenvolvida uma revisão narrativa.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Biomateriais em engenharia tecidual ou medicina regenerativa

A utilização de biomateriais na área da saúde não é um assunto recente. Nos anos 60, Voldřich *et al.* (1975) fizeram o uso de hidrogéis à base de poli(2-hidroxietilmetacrilato) reticulado em rinoplastia. Os autores implantaram o gel Hydron em 62 pacientes com malformações nasais, o que produziu biocompatibilidade de longo prazo e excelentes resultados cosméticos.

Cerrone *et al.* (2020) avaliaram as características físico-químicas da matriz extracelular (MEC) quanto a taxa de sobrevivência das células neuronais corticais em

polihidroxifenilvalerato (PHPV) misturado 50:50 com policaprolactona (PCL). Foi alcançada melhoria da taxa de sobrevivência crítica de células neuronais corticais na mistura PHPV/PCL em relação ao controle (PCL). Mostrando-se uma promessa no uso dessas nanofibras biocompatíveis como materiais implantáveis para fins regenerativos de uma população neuronal cortical *in vitro*.

Resultados positivos foram encontrados também por Wang *et al.* (2013). Os autores realizaram um estudo do mecanismo sobre o comportamento das células influenciadas pelas propriedades da superfície do biomaterial, fornecendo orientações profundas para o projeto de *scaffolds* de engenharia de tecidos funcionais. Neste estudo, osteoblastos de rato foram incubados em filmes poli-3-hidroxibutirato e copolímeros de 3-hidroxibutirato, 3-hidroxivalerato, 3-hidroxihexanoato.

Wang *et al.* (2014) utilizaram o alginato degradável como biomaterial para o desenvolvimento de *scaffold* em modelo de lesão muscular esquelética grave de camundongo. O reparo do músculo esquelético lesado por terapias celulares tem sido limitado pela baixa sobrevivência das células injetadas. O uso de um suporte de transporte que entrega células localmente pode aumentar a sobrevivência celular *in vivo* e promover a regeneração do músculo esquelético. Os *scaffolds* implantados reduziram significativamente a formação de cicatrizes, aumentaram o enxerto celular e melhoraram a função contrátil do músculo. Concluíram que o reparo de mioblastos a partir de suportes degradáveis promoveu efetivamente a regeneração funcional do músculo esquelético lesado.

Espumas de poliuretano (PU) foram sintetizadas por Giannitelli *et al.* (2015) para desenvolver um material graduado poroso - caracterizado por uma concha densa e um núcleo poroso - para o tratamento de defeitos ósseos oro-maxilares. O PU obtido foi caracterizado quanto às propriedades morfológicas e mecânicas. A avaliação da biocompatibilidade foi realizada em combinação com células estromais mesenquimais humanas derivadas da medula óssea (hBMSCs). Os resultados confirmam que o material é potencialmente adequado para aplicações de regeneração óssea guiada.

Espumas à base de biovidro desenvolvidas através da replicação de esponjas marinhas naturais foram desenvolvidas por Boccardi *et al.* (2015). Os autores buscaram obter *scaffolds* à base de biovidro com porosidade total reduzida e, conseqüentemente, propriedades mecânicas aumentadas, sem a perda da interconectividade dos poros essenciais para o crescimento ósseo bem-sucedido. A obtenção de um melhor comportamento mecânico, combinado com a alta interconectividade dos poros e ampla

distribuição do tamanho dos poros, confirmou as possibilidades de uso de esponjas marinhas naturais da família da orelha de elefante como precursores porosos para a produção de andaimes de tecido ósseo. Desta forma, os autores afirmam ser possível combinar as principais propriedades (estruturais, mecânicas e biológicas) que um *scaffolds* 3D deve ter para a regeneração óssea.

Os autores Bahrami *et al.* (2019) desenvolveram espumas de grafeno nanoestruturadas como *scaffold* de engenharia de tecidos cardíacos porosos e biocompatíveis. A toxicidade das amostras preparadas foi avaliada em células endoteliais da veia umbilical humana em 48 h e 72 h, não mostrando efeitos tóxicos na viabilidade das células. Além disso, ambas as amostras apoiaram a adesão e o crescimento de cardiomiócitos neonatais com a espuma de grafeno tridimensional mostrando um efeito mais extenso na expressão dos genes cardíacos envolvidos na contração e relaxamento muscular (troponina-T) e junções comunicantes (Connexina 43). Portanto, a espuma de grafeno tridimensional condutora com sua grande área de superfície e propriedades de superfície específicas, segundo os autores, pode fornecer uma plataforma promissora para a engenharia de tecidos cardíacos.

Pereira *et al.* (2020) produziram ligas de titânio-nióbio (Ti-xNb) com altas quantidades de Nb para aplicações em biomateriais. As ligas binárias de titânio-nióbio Ti-xNb com alto percentual de nióbio ($x = 50, 80$ e 90% em peso) teve como objetivo a aplicação do material como base em dispositivos de implante ósseo. As ligas de TiNb produzidas apresentaram fase cristalina cúbica, menor taxa de corrosão do que o titânio, menores valores de módulo de elasticidade e viabilidade celular superior ao titânio e nióbio. A liga Ti50Nb entre todos os substratos metálicos analisados apresentou os melhores valores de módulo de elasticidade, propriedades de corrosão, molhabilidade e viabilidade celular. Assim, esta pesquisa sugere que uma relação Ti/Nb próxima a 1 (Ti50Nb) apresenta características ótimas para aplicação em aparelhos ortopédicos.

Biomateriais em sistemas de entrega de fármacos

A produção de nanopartículas direcionadas baseadas em terapia tripla para o tratamento de *Helicobacter pylori* foi feita por Ramteke *et al.* (2008). Os autores produziram as nanopartículas gliadina (PNB) vis-a-vis lectina-conjugados nanopartículas gliadina (LGNP) de terapia tripla por um método de dessolvatação e avaliaram a eficiência de aprisionamento, porcentagem de rendimento, *in vitro*, o estudo de liberação de fármacos e

propriedades de mucoadesão de formulações. *In vitro* o estudo antibacteriano, o LGNP com terapia tripla mostrou uma taxa de erradicação de 94,83%, que é 7,4% a mais do que a do PNB com terapia tripla (88,28%) e cerca de 16% a mais do que a terapia tripla simples ($P < 0,001$). As formulações conjugadas com lectina direcionada exibiram uma eficácia de depuração *in vivo* superior quando comparadas às formulações não conjugadas e drogas simples.

O objetivo do estudo de Sato (2019) foi a síntese e caracterização de diferentes matrizes (fibras e hidrogel) à base de quitosana, visando obter materiais biomiméticos. Os resultados biológicos exibiram que esses materiais são aceitáveis no ambiente biológico e a autora concluiu que a matriz de fibras de quitosana com nanohidroxiapatita (nHAp) é capaz de promover diferenciação celular e a matriz de hidrogel de quitosana com Pectina ou DNA possui potencial para a liberação controlada de fármacos.

A biocompatibilidade *in vivo* de biomateriais de silício poroso para entrega de fármacos ao coração foi investigada por Töllli *et al.* (2014). Os autores junto com a ideia de desenvolver nanocarregadores que entreguem com eficiência agentes terapêuticos para atingir o coração, objetivaram testar a biocompatibilidade *in vivo* de diferentes tamanhos de micropartículas de silício poroso termicamente hidrocarbonizado (THCPSi) e micropartículas de silício poroso termicamente oxidado (TOPSi) e nanopartículas no tecido cardíaco. Apesar da ausência ou baixa citotoxicidade, ambos os tipos de partículas mostraram ser bons na biocompatibilidade *in vivo*, sem influência nos parâmetros hematológicos e sem alterações consideráveis na função cardíaca antes e após o infarto do miocárdio. Os resultados sugeriram que as micro e nanopartículas THCPSi e TOPSi podem ser aplicadas para a entrega cardíaca de agentes terapêuticos no futuro, e os biomateriais, micropartículas de silício poroso (PSi), podem servir como uma plataforma promissora para o tratamento específico de doenças cardíacas.

Gulfam *et al.* (2012) usaram o sistema de deposição de electrospray para sintetizar gliadina e nanopartículas de compósito gliadina-gelatina para entrega e liberação controlada de um medicamento anticâncer (por exemplo, ciclofosfamida). A ciclofosfamida foi gradualmente liberada das nanopartículas de gliadina por 48 h. Em contraste, as nanopartículas do compósito gliadina-gelatina liberaram ciclofosfamida de maneira rápida. Além disso, foi possível observar que as células de câncer de mama cultivadas com nanopartículas de gliadina 7% carregadas com ciclofosfamida por 24 h tornaram-se apoptóticas, confirmadas por análise de Western blotting. Portanto, a nanopartícula à base

de gliadina pode ser uma ferramenta poderosa para a entrega e liberação controlada de drogas anticâncer.

O carregamento e a caracterização do fármaco carboplatina na microestrutura microporosa do biomaterial granulado bifásico micro e nanoestruturado de fosfato de cálcio foi alvo da pesquisa de Savicki *et al.* (2019). O trabalho teve como objetivo a incorporação do fármaco carboplatina no biomaterial granulado bifásico microporoso 60%HA/40%TCP- β pelo método de alto vácuo e caracterização do biomaterial carregado, nas concentrações de 1, 5, 10 e 20 mg/g de carboplatina no biomaterial. Os resultados obtidos demonstraram que a microporosidade da biocerâmica e o método de alto vácuo possibilitaram o carregamento da carboplatina na microestrutura do biomaterial granulado.

Oliveira, Alcântara e Pergher (2017) desenvolveram um sistema de liberação do fármaco olanzapina (OLZ), que é utilizado no tratamento da esquizofrenia e outras psicoses, e possui baixa solubilidade diminuindo a biodisponibilidade, mas tem alta permeabilidade na membrana biológica. Assim, esses autores propuseram um sistema que incorpora o fármaco à montmorilonita (MMT) dispersa em uma mistura de biopolímeros de alginato (ALG) e goma xantana (XG). O teste de liberação, conduzido em várias condições de pH, mostrou que o sistema proposto exibiu uma liberação de fármaco mais controlada do que os comprimidos comerciais, indicando que o bionanocompósito desenvolvido pode atuar como um sistema de liberação controlada de OLZ.

A celulose bacteriana (BC) é um polissacarídeo promissor que teve seu uso direcionado em grande parte dentro área de materiais permeáveis e cicatrização de feridas. Os ensaios clínicos trataram pacientes que apresentam úlceras de extremidades inferiores (LE) que não cicatrizam com curativos para feridas conhecido como Dermafill, seguindo o que os autores denotaram como um procedimento de cuidado padrão. Foi relatado a aplicação de curativos BC reduziu o tempo de epitelização de 75% para 81 dias em média, contra uma média de 315 dias (PORTAL; CLARK; LEVINSON, 2009). Além disso, outro ensaio clínico comparou a cicatrização de úlceras de pé diabético ao utilizar um curativo BC ou gaze XeroformTM Petrolatum. A aplicação do curativo BC em 15 úlceras resultou em uma taxa mais rápida de cicatrização de feridas, bem como em um tempo mais curto para epitelização (SOLWAY; CLARK; LEVINSON, 2011; FU; ZHANG; YANG, 2013).

Xu *et al.* (2019) descreveram um sistema de liberação controlada com nanocápsulas de sílica em camadas entre filmes de multicamadas de alginato/quitosana/alginato usando interações eletrostáticas. Os filmes foram carregados

com fulvestrant, um agente regulador negativo do receptor de estrogênio seletivo, e estudos confirmaram a alta capacidade de carregamento do filme para a droga anticâncer. Além disso, os filmes exibiram estabilidade física adequada, boa estrutura e um perfil de liberação de medicamento de longo prazo no local examinado.

O uso do polímero extracelular, pululana, produzido pelo fungo *Aureobasidium pullulans*, foi descrito por Lima, Pomin, Cavalcanti (2017). Os autores produziram um filme à base de pululana e concluíram que o mesmo é resistente à liberação de drogas em um ambiente simulado do trato gastrointestinal.

Jana e Sen (2017) desenvolveram nanocompósitos carregados com aceclofenaco com base em polissacarídeos naturais, quitosana e goma locusta usando glutaraldeído como reticulador. Os autores confirmaram a compatibilidade química entre fármaco e polímeros e no geral, este novo sistema de nanocompósitos, poderia minimizar os efeitos colaterais gastrointestinais da droga, fornecendo medicação de forma lenta e sustentada.

Ameeduzzafar *et al.* (2018) avaliaram nanopartículas de quitosana para encapsular o agente antibacteriano levofloxacina para o tratamento de infecção ocular. As nanopartículas de quitosana foram preparadas pelo método de gelificação iônica utilizando quitosana e tripolifosfato de sódio. O estudo antimicrobiano revelou que a formulação desenvolvida possui maior atividade antibacteriana contra *Pseudomonas aeruginosa* e *Staphylococcus aureus*. Os autores concluíram que nanopartículas de quitosana carregadas com levofloxacina no sistema de gel *in situ* mostraram ser um transportador eficiente para a entrega ocular de levofloxacina.

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os biomateriais possuem grande importância como sistemas mais eficazes na área da saúde para a entrega de medicamentos de maneira controlada a tecidos e órgãos patológicos. Além disso, também possuem grande destaque na engenharia de tecidos ou medicina regenerativa, que usa células, materiais biocompatíveis e fatores bioquímicos e físicos adequados para criar estruturas semelhantes a um tecido. Os biomateriais são utilizados na medicina regenerativa mostrando-se capazes de interagir e se adaptar ao microambiente circundante e às funções do tecido.

Nosso estudo mostrou através dos resultados obtidos na literatura a importância de diferentes tipos de biomateriais com aplicações na engenharia tecidual ou medicina regenerativa, dentre os quais destacam-se os efeitos positivos do: hidrogel utilizado em

malformações nasais, trazendo excelentes resultados cosméticos; nanofibras biocompatíveis para fins regenerativos; o alginato para reparo do músculo esquelético; espumas de poliuretano na regeneração óssea; espumas à base de biovidro como precursores de andaimes de tecido ósseo; espumas de grafeno nanoestruturadas promissoras para a engenharia de tecidos cardíacos; e ligas de titânio-nióbio aplicadas em aparelhos ortopédicos.

Também foi verificada a importância da utilização de diferentes tipos de biomateriais para a entrega de fármacos através da: produção de nanopartículas antibacterianas; matriz de fibras capazes de promover a diferenciação celular; matriz de hidrogel com potencial para a liberação controlada de fármacos; micro e nanopartículas futuramente aplicadas para a entrega de agentes terapêuticos cardíacos; micropartículas de silício como plataforma para o tratamento de doenças cardíacas; nanopartícula a base de gliadino como ferramenta para a liberação controlada de drogas anticâncer; bionanocompósito para a liberação de fármaco mais controlada do que comprimidos comerciais para o tratamento da esquizofrenia; curativo à base de celulose bacteriana para uma cicatrização mais rápida; alta capacidade de carregamento de droga anticâncer de filmes; resistência de filme em ambientes simulados do trato gastrointestinal; nanocompósitos à base de polissacarídeos naturais que minimizam os efeitos colaterais gastrointestinais de fármacos; e nanopartículas de quitosana como transportador de antibacteriano para a entrega ocular.

Esses resultados certamente contribuem com o conjunto de evidências que indicam a importância da aplicação de diferentes tipos de biomateriais na área da saúde. Certamente, é uma ferramenta poderosa a ser utilizada no meio terapêutico para tratar muitas condições médicas desafiadoras e como alternativa para a obtenção de uma resposta farmacológica constante.

REFERÊNCIAS

AMEEDUZZAFAR, I. S. S.; ABBAS, B. S. N.; AHMAD, J.; ALI, A. Formulation and optimization of levofloxacin loaded chitosan nanoparticle for ocular delivery: In-vitro characterization, ocular tolerance and antibacterial activity. **Int J Biol Macromol**, v. 108, p. 650-659, mar. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.11.170>

AMSDEN, B. Curable, biodegradable elastomers: emerging biomaterials for drug delivery and tissue engineering. **Soft Matter**, v. 3, n. 11, p. 1335-1348, ago. 2007. <https://doi.org/10.1039/B707472G>

BAHRAMI, S.; BAHEIRAEI, N.; MOHSENI, M.; RAZAVI, M.; GHADERI, A.; AZIZI, B.; RABIEE, N.; KARIMI, M. Three-dimensional graphene foam as a conductive scaffold for cardiac tissue engineering. **J. Biomater. Appl.**, v. 34, n. 1, p. 74-85, abr. 2019. <https://doi.org/10.1177/0885328219839037>

BERTHIAUME, F.; MAGUIRE, T. J.; YARMUSH, M. L. Tissue engineering and regenerative medicine: history, progress, and challenges. **Annu Rev Chem Biomol Eng.**, v. 2, p. 403-430, 2011. <https://doi.org/10.1146/annurev-chembioeng-061010-114257>

BOCCARDI, E.; PHILIPPART, A.; JUHASZ-BORTUZZO, J. A.; NOVAJRA, G.; VITALE-BROVARONE, C.; BOCCACCINI, A. R. Characterisation of Bioglass based foams developed via replication of natural marine sponges. **Adv. Appl. Ceram.**, v. 114, n. 1, p. 56-62, jul. 2015. <https://doi.org/10.1179/1743676115y.0000000036>

CATOIRA, M. C.; FUSARO, L.; DI FRANCESCO, D.; RAMELLA, M.; BOCCAFOSCHI, F. Overview of natural hydrogels for regenerative medicine applications. **J Mater Sci Mater Med.**, v. 30, n. 10, p. 115, out. 2019. <https://doi.org/10.1007/s10856-019-6318-7>

CERRONE, F.; POZNER, T.; SIDDIQUI, A.; CEPPI, P.; WINNER, B.; RAJENDIRAN, M.; BABU, R.; IBRAHIM, H. S.; RODRIGUEZ, B. J.; WINKLER, J.; MURPHY, K. J.; O'CONNOR, K. E. Polyhydroxyphenylvalerate/polycaprolactone nanofibers improve the lifespan and mechanoresponse of human iPSC-derived cortical neuronal cells. **Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.**, v. 111, 110832, jun. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2020.110832>

COLLETT, J.; MORETON, C. Formas farmacêuticas perorais de liberação modificada. In: AULTON, M. E. (org.). **Delineamento de formas farmacêuticas**. São Paulo: Artmed, 2005. cap. 20, p. 298-313.

FONSECA-SANTOS, B.; CHORILLI, M. An overview of carboxymethyl derivatives of chitosan: their use as biomaterials and drug delivery systems. **Mater. Sci. Eng. C**, v. 77, p. 1349-1362, ago. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.03.198>

FU, L.; ZHANG, J.; YANG, G. Present status and applications of bacterial cellulose-based materials for skin tissue repair. **Carbohydr. Polym.**, v. 92, n. 2, p. 1432-1442, fev. 2013. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.10.071>

GIANNITELLI, S. M.; BASOLI, F.; MOZETIC, P.; PIVA, P.; BARTULI, F. N.; LUCIANI, F.; ARCURI, C.; TROMBETTA, M.; RAINER, A.; LICOCCHIA, S. Graded porous polyurethane foam: a potential scaffold for oro-maxillary bone regeneration. **Mater. Sci. Eng. C**, v. 51, p. 329-335, jun. 2015. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.03.002>

GULFAM, M.; KIM, J.; LEE, J. M.; KU, B.; CHUNG, B. H.; CHUNG, B. G. Anticancer Drug-Loaded Gliadin Nanoparticles Induce Apoptosis in Breast Cancer Cells. **Langmuir**, v. 28, n. 21, p. 8216-8223, mai. 2012. <https://doi.org/10.1021/la300691n>

JANA, S.; SEN, K. K. Chitosan - Locust bean gum interpenetrating polymeric network nanocomposites for delivery of aceclofenac. **Int J Biol Macromol.**, v. 102, p. 878-884, set. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.04.097>

LIMA, I. A.; POMIN, S. P.; CAVALCANTI, O. A. Development and characterization of pullulan-polymethacrylate free films as potential material for enteric drug release. **Braz. J. Pharm. Sci.**, v. 53, n. 3, 2017. <https://doi.org/10.1590/s2175-97902017000300002>

OLIVEIRA, A. S.; ALCÂNTARA, A. C. S.; PERGHER, S. B. C. Bionanocomposite systems based on montmorillonite and biopolymers for the controlled release of olanzapine. **Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.**, v. 75, p. 1250-1258, jun. 2017. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.03.044>

PEREIRA, B. L.; LEPIENSKI, C. M.; SEBA, V.; HOBOLD, G.; SOARES, P.; CHEE, Bor S.; KURODA, P. A. B.; SZAMEITAT, E. S.; SANTOS, L. L.; GRANDINI, C. R. Titanium-Niobium (Ti-xNb) Alloys with High Nb Amounts for Applications in Biomaterials. **Mater. Res.**, v. 23, n. 6, p. 1-10, jan. 2020. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2020-0405>

PORTAL, O.; CLARK, W. A.; LEVINSON, D. J. Microbial cellulose wound dressing in the treatment of nonhealing lower extremity ulcers. **Wounds**, v. 21, n. 1, p. 1-3, jan. 2009.

RAMTEKE, S.; GANESH, N.; BHATTACHARYA, S.; JAIN, N. K. Triple therapy-based targeted nanoparticles for the treatment of Helicobacter pylori. **J. Drug Target.**, v. 16, n. 9, p. 694-705, jan. 2008. <https://doi.org/10.1080/10611860802295839>

RODRIGUES, P. O.; SILVA, M. A. S. Avaliação "in vitro" de medicamentos de liberação prolongada: aplicação de métodos estatísticos, modelos dependentes e independentes de análise. **Rev. Col. Cienc. Quím. Farm. Santa Catarina.** v. 34, n. 1, p. 13-23, 2005.

SANTOS, L. F.; CORREIA, I. J.; SILVA, A. S.; MANO, J. F. Biomaterials for drug delivery patches. **Eur. J. Pharm. Sci.**, v. 118, p. 49-66, jun. 2018. <https://doi.org/10.1016/j.ejps.2018.03.020>

SATO, T. P. **Desenvolvimento de biomateriais à base de quitosana**: matriz de fibras eletrofiadas para regeneração tecidual e de hidrogel coacervado para entrega controlada de fármaco. 2019. 87 p. Tese (Doutorado) - Curso de Programa de Pós-Graduação em Odontologia Restauradora, Universidade Estadual Paulista (Unesp), São José dos Campos, 2019.

SAVICKI, C.; CAMARGO, N. H. A.; GEMELLI, E.; COPATTI, C.; CAMARGO, N. A.; SILVA, D. F. Carregamento e caracterização do fármaco carboplatina na microestrutura microporosa do biomaterial granulado bifásico micro e nanoestruturado de fosfato de cálcio. **Matéria**, v. 24, n. 1, 2019. <https://doi.org/10.1590/s1517-707620190001.0652>

SHARMA, P.; KUMAR, P.; SHARMA, R.; BHATT, V. D.; DHOT, P. S. Tissue Engineering; Current Status & Futuristic Scope. **J Med Life.**, v. 12, n. 3, p. 225–229, jul./set. 2019. <https://doi.org/10.25122/jml-2019-0032>

SHELKE, N. B.; JAMES, R.; LAURENCIN, C. T.; KUMBAR, S. G. Polysaccharide biomaterials for drug delivery and regenerative engineering. **Polym. Adv. Technol.**, v. 25, n. 5, p. 448-460, mar. 2014. <https://doi.org/10.1002/pat.3266>

SHI, J.; KANTOFF, P. W.; WOOSTER, R.; FAROKHZAD, O. C. Cancer nanomedicine: progress, challenges and opportunities. **Nat. Rev. Cancer.**, v. 17, n. 1, p. 20-37, nov. 2016. <https://doi.org/10.1038/nrc.2016.108>

SOLWAY, D. R.; CLARK, W. A.; LEVINSON, D. J. A parallel open-label trial to evaluate microbial cellulose wound dressing in the treatment of diabetic foot ulcers. **Int Wound J.**, v. 8, n. 1, p. 69-73, fev. 2011. <https://doi.org/10.1111/j.1742-481X.2010.00750.x>

STARBIRD-PEREZ, R.; DEL GAUDIO, P.; GARCÍA-GONZÁLEZ, C. A. Special Issue: Biopolymers in Drug Delivery and Regenerative Medicine. **Molecules**, v. 26, n. 3, p. 568, jan. 2021. <https://doi.org/10.3390/molecules26030568>

TÖLLI, M. A.; FERREIRA, M. P.A.; KINNUNEN, S. M.; RYSÄ, J.; MÄKILÄ, E. M.; SZABÓ, Z.; SERPI, R. E.; OHUKAINEN, P. J.; VÄLIMÄKI, M. J.; CORREIA, A. M. R. In vivo biocompatibility of porous silicon biomaterials for drug delivery to the heart. **Biomaterials**, v. 35, n. 29, p. 8394-8405, set. 2014. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2014.05.078>

VACANTI, J. P.; LANGER, R. Tissue engineering: the design and fabrication of living replacement devices for surgical reconstruction and transplantation. **Lancet**, v. 354, n. 1, p. 32-4, jul. 1999. [https://doi.org/10.1016/s0140-6736\(99\)90247-7](https://doi.org/10.1016/s0140-6736(99)90247-7)

VOLDŘICH, Z.; TOMÁNEK, Z.; VACÍK, J.; KOPEČEK, J. Long-term experience with poly(glycol monomethacrylate) gel in plastic operations of the nose. **J. Biomed. Mater. Res.**, v. 9, n. 6, p. 675-685, nov. 1975. <https://doi.org/10.1002/jbm.820090612>

XU, L.; CHU, Z.; WANG, H.; CAI, L.; TU, Z.; LIU, H.; ZHU, C.; SHI, H.; PAN, D.; PAN, J.; FEI, X. Electrostatically Assembled Multilayered Films of Biopolymer Enhanced Nanocapsules for on-Demand Drug Release. **ACS Appl. Bio Mater.**, v. 2, n. 8, p. 3429-3438, jul. 2019. <https://doi.org/10.1021/acsabm.9b00381>

WANG, Y.; JIANG, X. L.; PENG, S. W.; GUO, X. Y.; SHANG, G. G.; CHEN, J. C.; WU, Q.; CHEN, G. Q. Induced apoptosis of osteoblasts proliferating on polyhydroxyalkanoates. **Biomaterials**, v. 34, n. 15, p. 3737-46, mai. 2013. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2013.01.088>

WANG, L.; CAO, L.; SHANSKY, J.; WANG, Z.; MOONEY, D.; VANDENBURGH, H. Minimally Invasive Approach to the Repair of Injured Skeletal Muscle With a Shape-memory Scaffold. **Mol Ther.**, v. 22, n. 8, p. 1441-1449, ago. 2014. <https://doi.org/10.1038/mt.2014.78>

SOBRE OS AUTORES

Karine Laste Macagnan – Doutora em Ciências pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel). Mestra em Ciências pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel). Graduada em Biotecnologia pela Universidade Federal de Pelotas (UFPel) e Formação Pedagógica em Biologia pela Universidade de Franca (UNIFRAN). Docente na Prefeitura Municipal de Rio Grande.

Estela Fernandes e Silva – Mestrado, doutorado e pós-doutorado em Ciências Fisiológicas pela Universidade Federal do Rio Grande (FURG). Bacharelado em Biotecnologia (UFPeI), licenciatura em Biologia (UNIFRAN). Atualmente, atua como professora de Ciências dos anos finais nas cidades de Pelotas e Rio Grande e realiza curso de especialização em ensino de Ciências.

Eduarda Medran Rangel – Professora de Ciências na Prefeitura Municipal de Rio Grande e professora do ensino básico e tecnológico no Instituto Federal Sul-rio-grandense campus Visconde da Graça, com graduação em Gestão Ambiental pelo Instituto Federal Sul-Rio-Grandense, Saneamento Ambiental pelo Instituto Federal Sul-Rio-Grandense, Licenciatura em Química pela Universidade de Franca, Especialização em Educação Ambiental Urbana pela Universidade Aberta do Brasil, Especialização em Química Ambiental pelo Instituto Federal Sul-Rio-Grandense, mestrado e doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas.

Daiana Kaster Garcez – Doutora e Mestre em Biologia de Ambientes Aquáticos Continentais pela Universidade Federal do Rio Grande (FURG). Graduada em Ciências Biológicas pela Universidade Federal de Pelotas (UFPeI) e Formação Pedagógica pelo Instituto Federal Sul-rio-grandense (IFSul). Docente na Prefeitura Municipal de Rio Grande.

SOBRE OS ORGANIZADORES

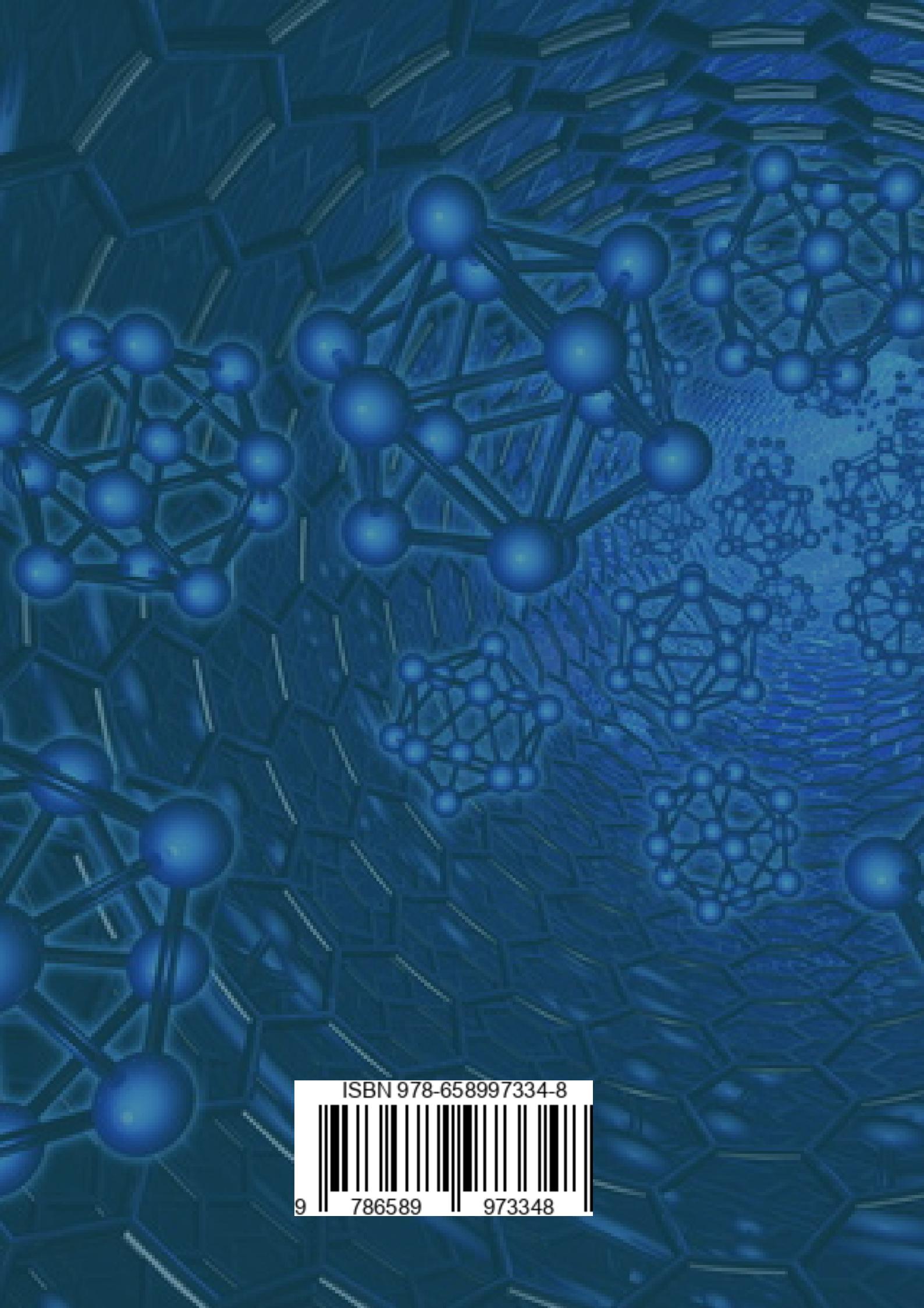
Eduarda Medran Rangel - Professora de Ciências na Prefeitura Municipal de Rio Grande, com graduação em Gestão Ambiental pelo Instituto Federal Sul-Rio-Grandense, Saneamento Ambiental pelo Instituto Federal Sul-Rio-Grandense, Licenciatura em Química pela Universidade de Franca, Especialização em Educação Ambiental Urbana pela Universidade Aberta do Brasil, Especialização em Química Ambiental pelo Instituto Federal Sul-Rio-Grandense , mestrado e doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Pelotas. Têm experiência na área de análise de metais pesados, monitoramento ambiental, química ambiental, gerenciamento de resíduos sólidos, tratamento de efluentes, materiais cerâmicos, síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas, nanomateriais e semicondutores.

Cátia Liane Ucker – Doutoranda em Ciência e Engenharia de Materiais na Universidade Federal de Pelotas - UFPEL. Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas - UFPEL. Possui graduação em Engenharia Química pela Universidade Federal do Rio Grande - FURG. Possui curso técnico profissionalizante em Química pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Sul-Rio-Grandense. Integrante do grupo de pesquisa CCAF - Crescimento de Cristais Avançados e Fotônica. Tem experiência em diferentes sínteses de materiais, síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas, crescimento de cristais, células solares sensibilizadas por corante e fotocatalise. Atua também com produção fotoeletrolítica de hidrogênio.

Fábio Calcagno Riemke - Técnico em eletrônica pelo Instituto federal de educação, ciência e tecnologia Sul-riograndense, Engenheiro de materiais pela Universidade Federal de Pelotas. Doutorando em Ciência e Engenharia de Materiais na Universidade Federal de Pelotas - UFPEL. Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Pelotas - UFPEL. Integrante do grupo de pesquisas CCAF. Desempenha atualmente atividades nos campos de química do estado sólido, em especial relacionada a materiais cristalinos com estrutura de Perovskita, síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas e semicondutores.

ÍNDICE REMISSIVO

Biomateriais.....	6, 8, 10, 11, 15, 16, 17, 59, 60, 61, 62, 64, 65, 68, 69, 71
Degradação fotocatalítica.....	6, 8, 11, 12, 47, 51, 54, 55
Engenharia de Materiais.....	1, 2, 3, 6, 7, 9, 10, 18, 22, 33, 34, 44, 45, 46, 58, 73, 74
Fibras de celulose.....	6, 7, 23, 24, 33
KNbO ₃	6, 8, 47, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57
Microondas.....	7, 35, 42, 56
Modificação química.....	6, 7, 23, 28, 62
Óxidos de nióbio.....	6, 7, 9, 10, 11
Saúde.....	4, 6, 8, 18, 59, 61, 62, 68, 69
Síntese hidrotérmica.....	6, 7, 14, 35, 37, 38, 39, 44, 55, 74
ZnO.....	6, 7, 18, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45



ISBN 978-658997334-8



9

786589

973348