



Livro de resumos do X Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais



Sorocaba - SP, 25 a 27 de março de 2024
ISSN2764-5231

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

W926l Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais (10.:
2024 : Sorocaba, SP)
Livro de resumos [recurso eletrônico] do 10º Workshop de
Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais da UFSCar Campus
Sorocaba, de 25 a 27 de março de 2024 ; organizadores: Aparecido
Junior de Menezes...[et al.]. – Sorocaba, SP, 2024.
63 p.
ISSN 2764-5231
Disponível em: <https://www.ppgcm.ufscar.br/>
1. Ciências dos Materiais – Congressos. I. Menezes, Aparecido
Junior de. III. Universidade Federal de São Carlos. Centro de
Ciências e Tecnologia para a Sustentabilidade; Programa de Pós-
Graduação em Ciência dos Materiais. IV. Título.
CDD (23 ed.) – 620.11

Ficha catalográfica elaborada pela Biblioteca *Campus* Sorocaba
Maria Aparecida de Lourdes Mariano – Bibliotecária CRB8/6979

Comissão científica

Profa. Dra. Adriana de Oliveira Delgado Silva - UFSCar/Sorocaba

Prof. Dr. Adriano Lopes de Souza - UFSCar/Araras

Prof. Dr. Airton Natanael Coelho Dias - UFSCar/Sorocaba

Profa. Dra. Andrea Madeira Kliauga - UFSCar/São Carlos

Prof. Dr. Aparecido Júnior de Menezes - UFSCar/Sorocaba

Prof. Dr. Bruno Campos Janegitz - UFSCar/Araras

Profa. Dra. Eliana Ap. de Rezende Duek - PUC-São Paulo

Prof. Dr. Francisco Trivinho Strixino - UFSCar/Sorocaba

Prof. Dr. Giovanni Pimenta Mambrini - UFSCar/Sorocaba

Profa. Dra. Jane Maria Faulstich de Paiva - UFSCar/Sorocaba

Profa. Dra. Kelly R. F. M. de Paula - UFSCar/Sorocaba

Profa. Dra. Luciana Sgarbi Rossino - FATEC/Sorocaba

Profa. Dra. Maira de Lourdes Rezende - FATEC/Sorocaba

Profa. Dra. Marystela Ferreira - UFSCar/Sorocaba

Profa. Dra. Odila Florêncio - UFSCar/Sorocaba

Prof. Dr. Vagner Romito de Mendonça - UFSCar/Sorocaba

Prof. Dr. Walter Ruggeri Waldman - UFSCar/Sorocaba

Comissão organizadora

Prof. Dr. Aparecido Junior de Menezes – UFSCar/Sorocaba

Profa. Dra. Luciana R. Sgarbi – FATEC/Sorocaba

Prof. Dr. Giovanni Pimenta Mambrini - UFSCar/Sorocaba

Profa. Dra. Odila Florêncio – UFSCar/Sorocaba

Doutoranda Me. Bianca S. L. Antunes - UFSCar/Sorocaba

Doutoranda Me. Bruna V. Q. Miranda - UFSCar/Sorocaba

Doutorando Me. Giovanni Miraveti Carriello - UFSCar/Sorocaba

Doutorando Me. Guilherme Manassés Pegoraro - UFSCar/Sorocaba

Doutorando Me. Henrique S. Medeiros Lopes – UFSCar/Sorocaba

Doutoranda Me. Jéssica Cristina de Almeida - UFSCar/Sorocaba

Me. Jonata Rodrigues Dias Batista – UFSCar/Sorocaba

Doutorando Me. Jorge Fernandes Filho - UFSCar/Sorocaba

Mestranda Juliana R. de Moraes - UFSCar/Sorocaba

Doutorando Me. Lucas Repecka Alves - UFSCar/Sorocaba

Doutorando Me. Marcus F. de Jesus Barros - UFSCar/Sorocaba

Doutoranda Me. Romualdo - UFSCar/Sorocaba

Doutorando Me. Samir L. Mathias - UFSCar/Sorocaba

Doutoranda Me. Thaís Soares de Góes - UFSCar/Sorocaba

Doutoranda Me. Thaís Aparecida Rodrigues - UFSCar/Sorocaba

Mestrando Wilson da Silva Fernandes Junior – UFSCar/Sorocaba

Doutoranda Me. Yasmin Bastos Pissolitto - UFSCar/Sorocaba

Prefácio

O Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais tem sido organizado desde a sua primeira edição pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais (PPGCM-So). O evento tem como objetivos divulgar a ciência produzida pelos docentes credenciados do PPGCM-So, proporcionar aos pós-graduandos uma oportunidade para discutir seus trabalhos em fase final e promover a interação com a comunidade científica da área de materiais.

Desde a primeira edição do Workshop, a comunidade regional tem sido convidada a participar como ouvinte ou apresentador de trabalho na forma oral ou pôster, assim como os estudantes de graduação envolvidos em atividades de iniciação científica. Nos últimos anos, o evento contou com o apoio financeiro das agências de fomento FAPESP, CAPES e CNPq, permitindo a participação de palestrantes internacionais e fortalecendo o processo de internacionalização do PPGCM-So.

Nesta edição de 2023, o evento foi financiado pela FAPESP ocorrendo no formato presencial, na qual houve a realização de palestras nacionais e internacionais, bem como a apresentação de trabalhos em formato pôster e apresentações *Flash communication* em inglês com duração de 5 minutos. Houve premiações para os trabalhos destaques apresentados na sessão pôster e livros e-book da EdUFSCar para os melhores trabalhos apresentados em formato oral.

A comissão agradece a todos os participantes e leitores, e divulga os resumos aprovados neste Livro de Resumos do X Workshop de Pesquisa e Tecnologia em Ciência dos Materiais.

A Comissão.

Cronograma do evento

Início	Fim	Segunda 25/03	Terça 26/03	Quarta 27/03
9:00	9:50	Abertura	Internacional 1 Dr. Rafael N. Libonati (ETH Zurich) <i>"3D-printed architectural silicones with autonomous self-healing and creep-resistant behavior"</i>	Flash communication
9:50	10:40	Palestrante 1 Prof. Dr. Rodrigo C. Martins (ProPG/UFSCar) <i>"Pós-Graduação na UFSCar"</i>	Apresentação de Trabalhos - Pôsteres	
10:40	11:10	Café (Coffee break)		
11:10	12:00	Palestrante 2 Prof. Dr. Antonio J. Félix de Carvalho (EESC/USP) <i>"Histórico da criação do Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais – PPGCM-So/UFSCar"</i>	Palestrante 5 Prof. Dr. Antonio Riol Jr. (IFGW/Unicamp) <i>"Multifunctional assemblies"</i>	Internacional 2 Dr. Marcos Mariano (SETU) <i>"O papel da ciência de materiais como ferramenta pré-formulação na indústria farmacêutica"</i>
12:00	14:00	Almoço (Lunch)		
14:00	14:50	Palestrante 3 Prof. Dr. Luiz A. Pessan (DEMa/UFSCar) <i>"Multifunctional Polymeric Materials for Gas Barrier Packaging, Hydrogen Energy Storage, Additive Manufacturing and EMI Shielding"</i>	Palestrante 6 Prof. Dr. Hamilton Varela (IQSC/USP) <i>"The importance of basic research in electrocatalysis"</i>	Palestrante 10 Profa. Dra. Ivana Zanella da Silva (UFN) <i>"Nanoestruturas de carbono: propriedades e aplicações"</i>
14:50	15:40	Mesa Redonda Egressos do PPGCM-So <i>"Homenagem e debate"</i>	Palestrante 7 Prof. Dr. Antonio J. Félix de Carvalho (EESC/USP) <i>"A celulose nanofibrada é um material avançado? A extração como alternativa à síntese na produção de nanomateriais de elevado desempenho"</i>	Palestrante 11 Dr. Caue Ribeiro (Embrapa Instrumentação) <i>"Uma reflexão sobre a confiabilidade dos nossos dados científicos e o quanto estamos preocupados com isso"</i>
15:40	16:10	Café (Coffee break)		
16:10	17:00	Patrocinadores	Palestrante 8 Profa. Cíntia A. Rezende (IQ/Unicamp) <i>"Da natureza aos materiais: Nanoestruturas extraídas de plantas aplicadas à produção de filmes, géis e materiais leves"</i>	Palestrante 12 Prof. Dr. Vinícius Del Colle (ITA/DCITA) <i>"Efeito de superfícies de platina com defeitos eletrogeradas sobre a eletro-oxidação de pequenas moléculas orgânicas"</i>
17:00	17:50	Palestrante 4 Prof. Dr. Edson C. da Silva Filho (Coord. Adjunto Materiais/CAPES) <i>"Área de Materiais: Perspectivas para o quadriênio 2025-2028"</i>	Palestrante 9 Prof. Dr. Edson C. da Silva Filho (DQ/UEFI) <i>"Polissacarídeos: plataforma versátil para o desenvolvimento de novos materiais"</i>	Premiação/ Encerramento

Sumário

Sessão I – Sensores eletroquímicos:

PORTABLE ELETROCHEMICAL DETECTION OF SARS-COV-2 SPIKE S1 PROTEIN USING 3D-PRINTED IMMUNOSENSORS WITH COVALENT IMMOBILIZATION ON CARBON BLACK	12
MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL DE UM SENSOR ELETROQUÍMICO FLEXÍVEL COM POLIPIRROL E NANOTUBOS DE CARBONO PELA TÉCNICA LBL PARA DETECÇÃO DE PARAQUAT	13
PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE TINTA CONDUTIVA À BASE DE COLA COMERCIAL E PÓ DE GRAFITE PARA FABRICAÇÃO DE SENSORES ELETROQUÍMICOS SERIGRAFADOS	14
DEVELOPING GREEN ELECTROCHEMICAL SENSORS FOR GUAIACOL DETECTION THROUGH CO ₂ LASER PYROLYSIS ON DEHYDRATED GREEN LEAF SUBSTRATES	15

Sessão II – Polímeros:

FORMAÇÃO DE HIDROGEL A PARTIR DE AUTOAGREGADOS DE SAIS DE BILE E NANOFIBRILAS DE CELULOSE	17
OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CELULOSE BACTERIANA DE KOMBUCHA: APLICAÇÕES BIOMÉDICAS	18
FILMES DE AMIDO TERMOPLÁSTICO PARA A LIBERAÇÃO CONTROLADA DE NANOPARTÍCULAS DE QUITOSANA CARREADORAS DE NUTRIENTES NPK.....	19
ESTUDO DA ABSORÇÃO DE ÁGUA EM COMPÓSITOS HÍBRIDOS DE ABS RECICLADO/TECIDO DE FIBRAS DE JUTA E CARBONO RECICLADO	20
INFLUÊNCIA DO TEMPO DE PIROLÍSE DE FIBRAS DE BAGAÇO DE CEVADA NAS PROPRIEDADES DE TRAÇÃO DE FILMES COMPÓSITOS A BASE DE AMIDO DE MILHO	21
AVALIAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS UTILIZANDO AMIDO DE FEIJÃO-CAUPI E POLI (ÁLCOOL VINÍLICO)	22
NANOFIBRILAS DE CELULOSE FUNCIONALIZADAS VIA REAÇÃO DE OXIPROPILAÇÃO DE FIBRAS DE CELULOSE PARA OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS	23
PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF BICOMPONENT CASTOR OIL-BASED POLYURETHANE PAINT.....	24
EXTRAÇÃO ÁCIDA DO COLÁGENO TIPO I DE RESÍDUOS DA INDÚSTRIA PESQUEIRA.....	25

NANOCOMPÓSITOS DE GELATINA/HPC: INFLUÊNCIA DA RETICULAÇÃO E DE NANOPARTÍCULAS DE ARGILA NA ADSORÇÃO DE CORANTES	26
APLICAÇÃO DE HIDROGEL DE POLI (ÁLCOOL VINÍLICO) ENTRECruzADO COM EDTAD PARA LIBERAÇÃO DE ÁGUA E NPK EM SOLO.....	27
AVALIAÇÃO DA CITOTOXICIDADE DO LÁTEX APÓS PROCESSOS DE CENTRIFUGAÇÃO E PURIFICAÇÃO PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS.....	28
ESTRUTURA E PROPRIEDADE MECÂNICA DE FILMES DE AMIDO HIDROXIPROPILADO	29
MEMBRANA ROTOFIADA À BASE DE POLI (E-CAPROLACTONA), HIDROXIAPATITA E NANOPARTÍCULAS DE PRATA	30
ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DA PRÓPOLIS EM MEMBRANA DE CELULOSE BACTERIANA DA KOMBUCHA E SUA CINÉTICA DE LIBERAÇÃO	31
NANOMATERIAIS BASEADOS EM QUITOSANA PARA ENCAPSULAMENTO DE AZUL DE METILENO	32
ESTUDO REOLÓGICO E ESTRUTURAL DE AGREGADOS DE SAL DE BILE/NANOCELULOSE	33
INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DE CLORETO DE CÁLCIO E TEMPO NA FORMAÇÃO DE CÁPSULAS DE ALGINATO EM SEMENTES DE SOLANUM LYCOPERSICUM L	34
AVANÇOS EM NANOCOMPÓSITOS: NANOFIBRILA DE CELULOSE COM GRAFENO FUNCIONALIZADO.....	35
DESEMPENHO APRIMORADO: O BENEFÍCIO DA ADIÇÃO DE CaCO ₃ NAS PROPRIEDADES TÉRMICAS DA ESPUMA FLEXÍVEIS DE POLIURETANO	36
DEVELOPMENT OF CO-ELECTROSPUN MEMBRANE COMPOSED POLY(L-CO-D,L-LACTIC ACID) AND NATURAL RUBBER WITH POTENTIAL APPLICATION IN DERMAL DRESSING	37
ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE ARCABOUÇO 3D À BASE DE FIBROÍNA DA SEDA/PLDLA/SINVASTATINA VISANDO REPARO ÓSSEO.....	38
DESENVOLVIMENTO DE MICROPARTÍCULAS DE QUITOSANA: PRODUÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E PERSPECTIVAS DE APLICAÇÃO	39

Sessão III – Nanomateriais:

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE TiO ₂ COM SUPERFÍCIE MODIFICADA COM COMPOSTOS DE Fe E AVALIAÇÃO DA SUA PERFORMANCE FOTOCATALÍTICA	41
EFFECT OF ECOTOXICITY OF CARBON NANOTUBES OBTAINED BY	

PECVD	42
INFLUÊNCIA DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA NA ELETROATIVIDADE PARA BROMATO DE UM FILME DE SÍLICATO HÍBRIDO E FOSFOMOLIBDATO	43
SÍNTESE DE NANOCRISTAIS DE $Zn_3(PO_4)_2$ POR BACILLUS SUBTILIS.....	44

Sessão IV – Compostos orgânicos:

ADSORÇÃO DE TIAMETOXAM EM LEITO FIXO UTILIZANDO BIONANOCOMPÓSITO DE CARVÃO ATIVADO PRODUZIDO A PARTIR DE RESÍDUOS DE LEVEDURA	46
MÉTODO GOLDFISH COMO ALTERNATIVA PARA OBTENÇÃO DE PIPERINA	47
ELABORAÇÃO DE SISTEMAS AUTO-AGREGADOS FORMADOS POR LECITINA, SAIS DE BILE E PROPILENOGLICOL.....	48
SISTEMAS MICELARES DE SAL DE BILE, LECITINA E POLIETILENOGLICOL.....	49
APLICAÇÃO DO TESTE CINÉTICO EM AMOSTRAS DE MOLIBDÊNIO CALCINADO EM DIFERENTES TEMPOS EM ATMOSFERA OXIDANTE PARA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO	50

Sessão V – Cerâmicas:

CARACTERIZAÇÃO FOTOELETROQUÍMICA DE FILMES DE PENTÓXIDO DE NÍOBIO OBTIDOS A PARTIR DA OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA À PLASMA (PEO)	52
ESTUDO DA DA FOTOCATÁLISE DE RODAMINA B, SOB EFEITO DE SEMICONDUTORES DE ÓXIDO DE TITÂNIO DOPADO COM MO/FE OBTIDOS POR OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA DE PLASMA (PEO), PARA FOTOCATÁLISE DE RODAMINA B	53
SÍNTESE DE HETEROJUNÇÕES V_2O_5/Nb_2O_5 APLICADAS NA ADSORÇÃO DE CORANTES CATIONICOS.....	54
CRIAÇÃO DE UM SISTEMA PARA INVESTIGAR O PROCESSO DE GELIFICAÇÃO DO ALGINATO EM AMBIENTE DE ESCALA REDUZIDA.....	55
SÍNTESE DE NANOTUBOS DE TiO_2 SOBRE SUBSTRATOS DE TI PARA APLICAÇÃO EM IMPLANTES: ASPECTOS DA SÍNTESE E SISTEMAS DE LIBERAÇÃO CONTROLADA DE SUBSTÂNCIAS	56
ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE OSCILAÇÕES NATURAIS NA TENSÃO RELACIONADO À MORFOLOGIA DE FILMES DE Nb_2O_5 EM OXIDAÇÃO	

ELETROLÍTICA À PLASMA (PEO)	57
SÍNTESE DE CATALISADORES DE CUO POR PRECIPITAÇÃO QUÍMICA PARA ELETORREDUÇÃO DE CO ₂	58
ESTERIFICAÇÃO DO ÁCIDO OLEICO COM ETANOL CATALISADA POR Fe/ZrO ₂ NANOCRISTALINO	59
ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E HÁFNIO DOPADOS COM PRATA E PRASEODÍMIO PARA FOTODEGRADAÇÃO DO VIOLETA DE CRISTAL: UM ESTUDO DAS ESTRUTURAS CRISTALINAS E ATIVIDADES FOTOCATALÍTICAS.....	60
DIÓXIDO DE CARBONO SUPERCRÍTICO PARA PRODUÇÃO DE ARCABOUÇO LAMINADO PARA REGENERAÇÃO TECIDUAL	61

Sessão VI – Metais:

TI-40TA ALLOY OBTAINED BY LASER DEPOSITION FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS.....	63
--	----

Sessão I – Sensores eletroquímicos:



PORTABLE ELEKTROCHEMICAL DETECTION OF SARS-CoV-2 SPIKE S1 PROTEIN USING 3D-PRINTED IMMUNOSENSORS WITH COVALENT IMMOBILIZATION ON CARBON BLACK

Wilson S. Fernandes-Junior^{1,2*}, Luiz R. G. Silva^{1,2}, Jéssica S. Stefano¹, Robert D. Crapnell³, Craig E. Banks³, Bruno C. Janegitz^{1,2}

¹ Laboratory of Sensors, Nanomedicine, and Nanostructured Materials (LSNano), Federal University of São Carlos, Araras, São Paulo

² Graduate Program in Materials Science, Federal University of São Carlos, Sorocaba, São Paulo

³ Faculty of Science and Engineering, Manchester Metropolitan University, United Kingdom

3D printing technology has emerged as a versatile tool with broad applicability, gaining traction for its role in combatting the global COVID-19 pandemic through decentralized and on-demand manufacturing of personal protective equipment and medical devices [1, 2]. Despite being considered a recent innovation, 3D printing holds vast untapped potential across diverse applications, including the production of analytical devices [3]. The development of novel conductive filaments has proven instrumental in advancing electrochemical devices, particularly in the creation of 3D-printed electrochemical (bio)sensors an underexplored and intriguing field. This study introduces a newly developed 3D-printed electrochemical immunosensor, employing the covalent immobilization of antibodies on electrodes crafted from custom-made conductive filaments, comprising carbon black and polylactic acid. Notably, the absence of metallic particles is achieved by utilizing readily available carboxylic groups on the additively built sensor surface. Optimized parameters showcase the immunosensor's linear detection range from 0.01 to 4.5 nmol L⁻¹, with a limit of detection of 2.7 pmol L⁻¹ for the spike S1 protein of the SARS-CoV-2 virus, positioning it as a highly viable point-of-care device designed for on-site application, with all results obtained using portable equipment.

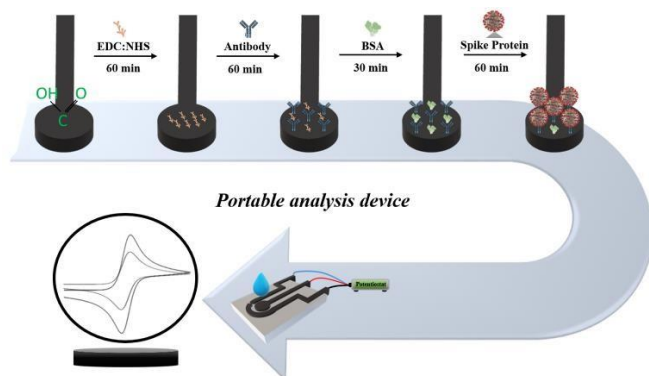


Figure 1. Scheme of all steps involved in the construction of the electrochemical immunosensor and conception of the real design of the electrochemical sensor. The steps taken were immobilization of EDC:NHS on the surface for 60 minutes; antibody anchoring for 60 minutes; blocking of non-binding sites for 30 minutes; and finally, detection of spike S1 protein in the proposed samples after 60 minutes.

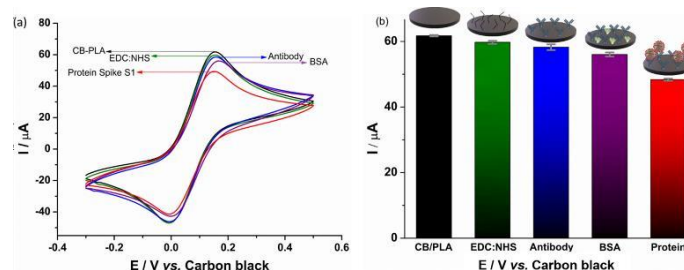


Figure 2. (a) Cyclic voltammetric recordings in the presence of 1.0 mol L⁻¹ KCl after each immobilization step (black line) CB-PLA, (green line) EDC:NHS, (blue line) antibody, (purple line) BSA, and (red line) detection of 1.0 nmol L⁻¹ antigen. Scan rate: 50 mV s⁻¹, and (b) Respective peak current values.

Referências

- [1] Cardoso, R.M., et al. Anal. Chim. Acta, 2020, 1118, p. 73-91;
- [2] Choong, Y.Y.C. et al. Nat. Rev. Mater., 2020, 5, p. 637-639;
- [3] Muñoz J., Pumera M. Chem. Eng. J., 2021, 425, 131433.

Agradecimentos

The authors are grateful to the Brazilian agencies CAPES (001 and 88887.504861/2020-00), FAPESP (2017/21097-3, 2022/06145-0, 2023/06793-4, and 2023/00317-6), and CNPq (301796/2022-0 and 380632/2023-3) for the financial support.

MODIFICAÇÃO SUPERFICIAL DE UM SENSOR ELETROQUÍMICO FLEXÍVEL COM POLIPIRROL E NANOTUBOS DE CARBONO PELA TÉCNICA LBL PARA DETECÇÃO DE PARAQUAT

Stefanny Franco Amaro ^{1*}, Cristiane C. Maciel ², Jéssica S. Rodrigues ¹, Amanda de S. M. de Freitas ³, Lucas V. B. V. Fré ¹, Anerise de Barros ⁴ e Marystela Ferreira ¹

¹ Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Sorocaba, São Paulo

² Universidade do Estado de São Paulo Júlio de Mesquita Filho (UNESP), Sorocaba, São Paulo

³ Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP), São José do Campos, São Paulo

⁴ Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, São Paulo

Introdução

Devido às suas diversas características como baixo custo, flexibilidade e resistência mecânica, os polímeros têm cada vez mais fomentado interesse como plataforma para sensores. Essas características são ideais para aplicação em sensores do tipo wearable, point of care e outros tipos de dispositivos eletroquímicos. O uso de diversos materiais poliméricos com adição de grafite — composto de fácil obtenção e baixo custo — permite que o substrato seja empregado como um sensor eletroquímico. O objetivo do trabalho foi fabricar sensores flexíveis a base de polímero biodegradável (poli(adipato co teraftalato de butileno)) e grafite (g-PBAT) (AMARO, 2023).

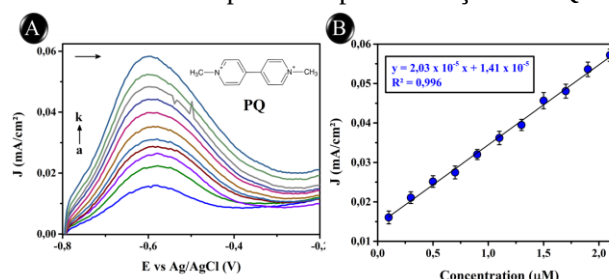
Materiais e Métodos

A modificação deste sensor foi realizada a partir da técnica de filmes automontados ou Layer-by-Layer (LbL), em que por meio de camadas alternadas de materiais aniônicos e catiônicos se produz os filmes automontados, e assim, materiais como nanotubos de carbono (NTC's) e polipirrol (PPy) foram utilizados para a produção das bicamadas automontadas com a finalidade de melhorar as propriedades eletroquímicas do sensor que foi utilizado na detecção de paraquat (PQ) — um herbicida extremamente tóxico para animais e humanos.

Resultados e Discussão

A caracterização físico-química dos eletrodos modificados confirmou a modificação nanoestruturada no gPBAT, que apresentou uma diminuição de cerca de 16° no ângulo de contato em relação ao gPBAT puro, indicando que o filme LbL tornou o eletrodo mais hidrofílico. A análise FTIR identificou a presença de uma banda na região de 3360 cm⁻¹ atribuída ao estiramento O-H do grupo hidroxila do pirrol. O eletrodo foi usado para a detecção de PQ usando a técnica eletroquímica de pulso diferencial (DPV). A faixa de concentração para detecção foi de 0,1–2,1 µM, com limite de detecção de 0,073 µM e R² igual a 0,996 (figura 1). A modificação de gPBAT com filme LbL na arquitetura (PPY/NTC)₇ resultou em um sensor com excelente sensibilidade, seletividade e estabilidade. Além disso, o eletrodo é simples, fácil de ser construído, necessitando de pequenas quantidades de materiais para modificação da superfície e promissor para aplicação na detecção de poluentes na área ambiental (AMARO, 2023).

Fig. 1. (A) Resposta eletroquímica para detecção de PQ obtida por curvas DPV em PBS 0,1 mM (pH = 6,0) usando sensor eletroquímico gPBAT(PPY/NTC)₇ com uma concentração variando de 0,1 a 2,1 µM (B) Curva analítica obtida por DPV para detecção de PQ.



Fonte: AMARO, 2023.

Referência

AMARO, S. F.; MACIEL, C. C.; RODRIGUES, J. S.; FREITAS, A. S. M.; FRÉ, L. V. B. V.; BARROS, A.; FERREIRA, M. Investigation of the Synergistic Effect of Layer-by-Layer Films of Carbon Nanotubes and Polypyrrole on a Flexible Electrochemical Device for Paraquat Sensing. **Chemosensors** 2023, 11, 420. <https://doi.org/10.3390/chemosensors11080420>.

Agradecimentos

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPQ (144323/2022-2).

Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo - FAPESP (2020/12659-0)

*Autor correspondente: stefanny.amaro@estudante.ufscar.br



PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE TINTA CONDUTIVA À BASE DE COLA COMERCIAL E PÓ DE GRAFITE PARA FABRICAÇÃO DE SENSORES ELETROQUÍMICOS SERIGRAFADOS.

Rafaela C. de Freitas^{1*}, Wilson T. Fonseca², Déborah C. Azzi², Paulo A. Raymundo-Pereira³, Osvaldo N. Oliveira Jr.³,
Bruno C. Janegitz¹

¹ Department of Nature Science, Mathematics and Education, Federal University of São Carlos (UFSCar), ² ADB Pesquisa e Desenvolvimento, ³ São Carlos of Institute of Physics, University of São Paulo.

*e-mail: rafaelafreitas@estudante.ufscar.br

1. Introdução

A produção de sensores eletroquímicos serigrafados (SPCEs) descartáveis tem destaque na Eletroquímica, devido aos seus avanços como baixo custo, redução de volume de amostra, miniaturização, produção em massa e portabilidade. Além disso, os eletrodos impressos descartáveis superam o problema de envenenamento da superfície do eletrodo de trabalho devido à sua possibilidade de uso único [1-2]. Neste trabalho foi desenvolvida uma nova tinta condutora de fabricação própria a partir de pó de grafite como material condutor, e uma cola comercial à base de acetato de polivinila (PVA), originalmente utilizada para fins artesanais, como veículo polimérico, com adição de solventes, acetona, acetato de etila e glicerina como aditivos. Para obtenção de um dispositivo flexível, o substrato escolhido para esse fim para a produção do sensor foi o copoliéster alifático aromático Ecoflex™ [1-2].

2. Materiais e Métodos

A produção da tinta condutora e do sensor eletroquímico foi realizada conforme a Figura 1. Neste trabalho também foram realizadas caracterizações morfológicas, como, MEV, FTIR, ângulo de contato, espectroscopia de impedância eletroquímica e voltametria.

3. Resultados e Discussão

O sensor eletroquímico desenvolvido foi aplicado para detecção de paracetamol, utilizando voltametria de onda quadrada na faixa de 7,0 a 100 $\mu\text{mol L}^{-1}$ e com limites de detecção de 1,4 $\mu\text{mol L}^{-1}$. O sensor foi adequado para detecção rápida de paracetamol em amostras artificiais de suor e xarope com recuperação entre 90 e 108%. Portanto, foi possível desenvolver um sensor eletroquímico serigrafado de baixo custo e com resposta analítica satisfatória.

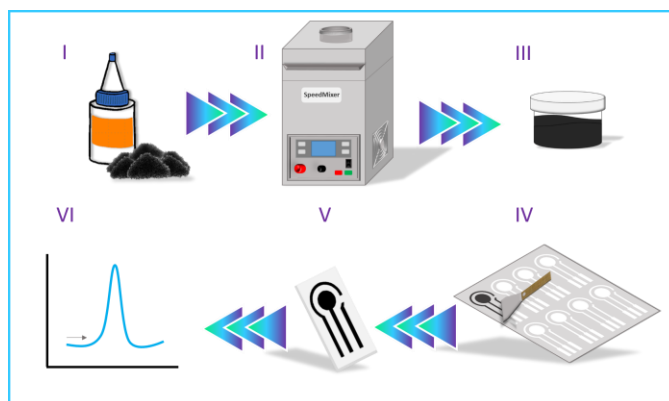


Fig. 1. Procedimento de produção da tinta condutora e fabricação do eletrodo vestível. (I) Preparo da tinta; (II) Homogeneização no SpeedMixer; (III) Tinta pronta; (IV) Processo de serigrafia da tinta sobre o Ecoflex™; (V) Eletrodos finalizados e com delimitador de gota e (VI) Realização das análises eletroquímicas

4. Referências

- [1] R.M. Silva, A.D. da Silva, et al., Biosensors., 13, 453(2023)
[2] J.S. Stefano, L.O. Orzari, et al., Current Opinion in Electrochemistry, 32, 100893(2022)

Agradecimentos

Os autores agradecem o apoio financeiro fornecido pelas agências brasileiras FAPESP (2017/21097-3, 2019/24428-6, 2016/01919-6 e 2018/22214-6), CAPES (88887.504861/2020-00 e 001), CNPq (164569/2020-0, 151200/2022-0, 307070/2022-0, 301796/2022-0 e 350641/2022-6), e INEO



DEVELOPING GREEN ELECTROCHEMICAL SENSORS FOR GUAIACOL DETECTION THROUGH CO₂ LASER PYROLYSIS ON DEHYDRATED GREEN LEAF SUBSTRATES

Beatriz Fernandes Germinare¹, Jéssica Rocha Camargo^{1,2}, Bruno Campos Janegitz¹

¹Department of Nature Sciences, Mathematics and Education, Federal University of São Carlos

²Faculty of Science and Engineering, Manchester Metropolitan University, Chester Street, M1 5GD, United Kingdom

Utilizing dehydrated green leaves as a substrate for electrochemical sensor fabrication offers an innovative and environmentally conscious alternative to traditional sensor materials. The utilization of CO₂ laser technology presents an intriguing avenue for research with the potential to transform sensor production. CO₂ laser pyrolysis facilitates the creation of electrodes on diverse substrates, fostering the development of high-performing, eco-friendly, and cost-effective sensors. In this study, leaves from *S. macrophylla* and *P. americana*, commonly found tree species in Brazil, were employed for sensor construction [1,2]. Through laser pyrolysis, the leaf surface undergoes structural changes, transforming into conductive carbon-based materials like graphite, graphene, or carbon nanotubes. The fabrication of electrochemical sensors using dehydrated green leaf substrates yields a functional, straightforward, and biodegradable system with excellent guaiacol detection capabilities.

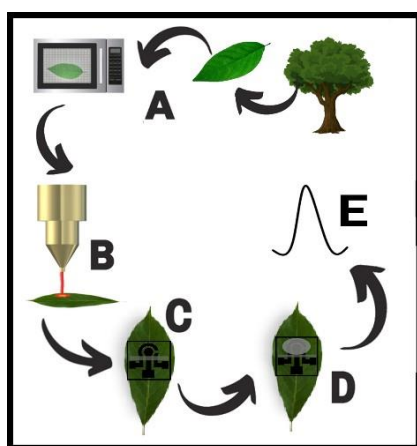


Fig. 1. (A) The leaves are collected and dehydrated using a microwave oven; (B) the electrodes are manufactured using CO₂ laser pyrolysis. (C) After pyrolysis, the sensor is delimited using a thin layer of colorless nail polish; (D) 100 mL of analyte are added to perform the analysis (E) The electrochemical system is ready for the use;

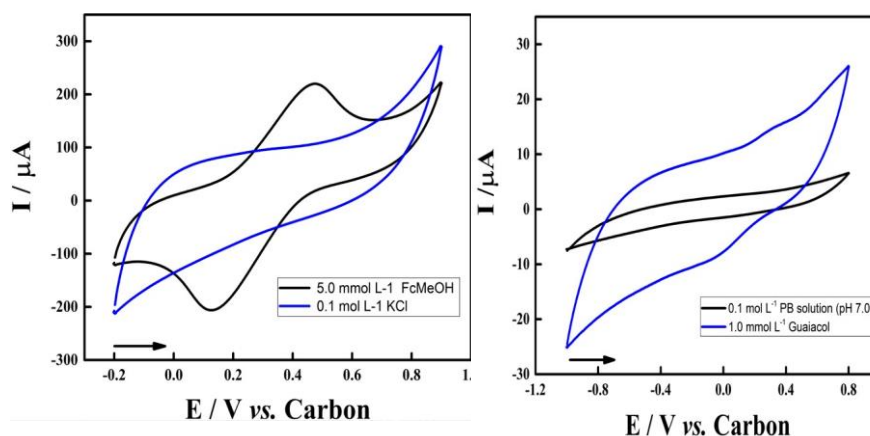


Fig. 2. (A) Cyclic voltammograms obtained by CO₂ laser pyrolysed green leaf electrode in presence of 5.0 mmol L⁻¹ FcMeOH, in 0.1 mol L⁻¹ KCl, scan rate in 20 mV s⁻¹; (B) Cyclic voltammograms obtained by CO₂ laser pyrolysed green leaf electrode in 0.1 mol L⁻¹ PB (pH 7.0) without and in the presence of guaiacol 1.0 mmol L⁻¹.

Referências

- [1] NParks Flora & Fauna Web; 06 April 2023.
[2] *Persea americana*. Teton NewMedia, 2007. p. 209–211.

Agradecimentos

The authors are grateful to the Brazilian agencies CAPES (001 and 88887.504861/2020-00), FAPESP (2023/00321-3 and 2019/23177-0), CNPq and Finep (01.22.0179.00) for the financial support.

*autor correspondente: beatrizgerminare@estudante.ufscar.br

Sessão II – Polímeros:



FORMAÇÃO DE HIDROGEL A PARTIR DE AUTOAGREGADOS DE SAIS DE BILE E NANOFIBRILAS DE CELULOSE

Vinícius Augusto Peixoto Tartare ^{1*}, Davi Siqueira da Silva de Souza ¹, Brenda da Silva Bega ¹, Giovana Cristina Zambuzi ¹, Kelly Roberta Francisco ¹

¹ Laboratório de Estruturas Supramoleculares e Superfícies (LabES²), Universidade Federal de São Carlos - UFSCar, Araras, SP

1. Introdução

Os sais de bile deoxicolato de sódio (NaDC) e taurodeoxicolato de sódio (NaTDC) são biossurfactantes que formam autoagregados espontaneamente, quando acima da concentração micelar crítica (cmc), devido às interações hidrofóbicas em meio aquoso ^[1]. Sistemas binários de sais de bile podem modular a formação das micelas em diferentes morfologias, podendo levar a comportamentos reológicos distintos ^[2]. Estas estruturas autoagregadas podem ser alteradas em função da adição de outras moléculas no meio ^[3], como as nanofibrilas de celulose (CNFs), tendo em vista a influência das interações intermoleculares estabelecidas entre as espécies químicas ^[3]. Essas modificações estruturais acarretam em variações nas propriedades viscoelásticas destes sistemas ^[4]. Agregados de sistemas binários de sais de bile e CNF são potenciais modificadores reológicos a serem aplicados na indústria de cosméticos e de tintas e promissores na utilização como carreadores de fármacos.

2. Materiais e Métodos

Foram preparados sistemas binários equimolares (50 mM) de NaDC/NaTDC na presença de CNF a 0,96 ; 2,40 e 4,80 g.L⁻¹. Ensaios reológicos avaliaram a estruturação e viscoelasticidade dos sistemas por meio de curvas de fluxo e ensaio dinâmico de frequência, respectivamente.

3. Resultados e Discussão

Os sistemas se apresentaram como fluidos não-Newtonianos, uma vez que observaram-se os fenômenos de *shear thinning* e/ou *shear thickening* nas curvas de fluxo dos sistemas (Fig. 1). A estruturação dos sistemas aumentou conforme o incremento da concentração de CNF, sendo que o sistema com a maior concentração de nanocelulose apresentou valor de viscosidade de repouso (η_0) igual a 3207 Pas, o qual é aproximadamente 1014 e 121 vezes maior do que os sistemas contendo 0,96 e 2,40 g.L⁻¹ de CNF, respectivamente. Os ensaios dinâmicos de frequência (Fig. 2) mostraram a formação de um gel físico em concentração de 4,80 g.L⁻¹ de CNF, tendo em vista que os módulos G' (elasticidade ou armazenamento) e G'' (viscosidade ou perda) se mostraram independentes da frequência (ω) em ampla faixa com $G' > G''$. Assim, o aumento da concentração de CNF em sistemas binários de sais de bile favoreceu a formação de agregados alongados e mais entrelaçados, possibilitando a formação de hidrogéis com aplicações promissoras em diversos setores.

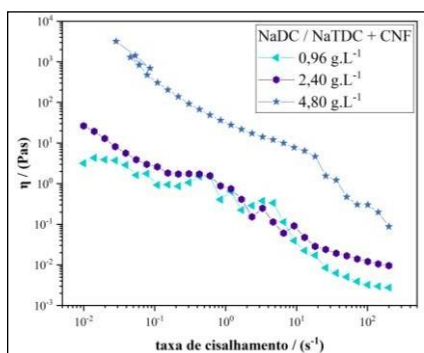


Fig. 1. Curvas de fluxo de NaDC/NaTDC/CNF em diferentes concentrações de nanofibrilas.

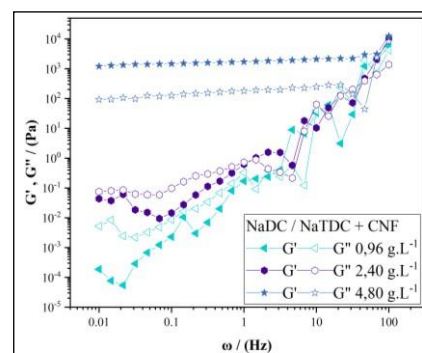


Fig. 2. Ensaio dinâmico de frequência de NaDC/NaTDC/CNF. Os símbolos cheios representam G'' e os vazados, G' .

4. Referências

- [1] MOLDES, A. *et al.* **New and Future Developments in Microbial Bio-technology and Bioengineering**. Elsevier, p. 163-185, 2020.
- [2] AZUM, N.; RUB, M. A.; ASIRI, A. M. **Journal of Physical Organic Chemistry**, v. 33, p. e4015, 2020.
- [3] SOUZA, D. S. S. *et al.* **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, v. 682, p. 132953, 2024.
- [4] BARNES, H. A.; HUTTON J. F.; WALTERS K. F. R. S. **An Introduction to Rheology**. Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam, 1993.

Agradecimentos

À FAPESP pelo financiamento e aos Professores Edvaldo Sabadini e Camila Rezende (UNICAMP) pela colaboração.

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE CELULOSE BACTERIANA DE KOMBUCHA: APLICAÇÕES BIOMÉDICAS

GÓES, T. S.^{1*}; DA SILVA, M. AP.²; KOMATSU, D.³;
DE MENEZES, A. J.¹

¹Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Sorocaba – SP, Brazil

²Universidade de São Paulo, Instituto de Física de São Carlos, São Carlos - SP, Brazil

³Faculdade de Tecnologia de Sorocaba, Sorocaba, Brazil
e-mail: thaisgoes_ufscar@hotmail.com

1. Introdução

A Kombucha (KC), conhecida como uma bebida milenar, de origem asiática, é um fonte promissora de celulose bacteriana (CB), que pode ser obtida por meio de processos fermentativos, como chá verde e sacarose [1]. A celulose bacteriana tem-se destacado mundialmente e no Brasil, devido suas propriedades exclusivas, como pureza, cristalinidade, biocompatibilidade e resistência à tração, corroborando para aplicações comerciais em diferentes áreas. Este trabalho tem como objetivo produzir as membranas de celulose bacteriana do Kombuchá (MCBK's) através de um consórcio simbiótico de leveduras e bactérias (SCOBY) cultivado pela fermentação de chá verde e sacarose, mantido em ambiente livre de luz, variando o tempo de crescimento para determinação das melhores condições de obtenção, bem como o melhor tempo de fermentação para posterior modificação química. Por fim os MCBK foram caracterizados por MEV, AFM, XRD e FTIR, para possível aplicação e desenvolvimento de produtos para a área biomédica, como curativos cutâneos para tratamento de lesões e queimaduras [2,3].

2. Materiais e Métodos

A metodologia para obtenção dos MCBK's é representada pela figura 1, e as técnicas de caracterização utilizadas para análise estruturais, químicas e morfológicas das MCBK'S foram FTIR, XRD, MEV e AFM.

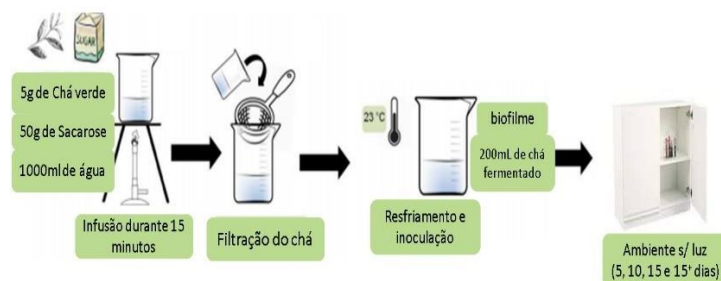


Fig 1- Etapas de síntese de MCBK.

3. Resultados e Discussão

Os resultados obtidos por FTIR confirmaram bandas específicas para celulose bacteriana, onde a banda característica da ligação glicosídica em 922cm^{-1} apresentou pico mais pronunciado para MCBK de 21 dias comparado aos demais espectros. Pelo difratogramas identificaram estruturas de conformação tipo I para MCBK's e a MCBK de 21 dias apresentou maior intensidade nos picos e revelou maior grau de cristalinidade. As MCBK's apresentaram morfologias características da celulose, principalmente as de fermentação prologanda (15 e 21 dias) com longas cadeias fibrosas, entrelaçadas e com diâmetro expresso na ordem de nanômetros.

4. Conclusão

Com base nos resultados obtidos foi possível avaliar as melhores condições para a síntese de MCBK's, a partir de KC e o melhor tempo de fermentação foi de 21 dias. Portanto, as etapas em andamento, consiste na modificação química da superfície da MCBK's com 3-Aminopropil)triethoxysilano e grupofármacos para aplicações futuras como curativos biológicos em tecidos lesionados.

5. Referências

- [1] Jaybalan, R; Malbala, R.V; Sathishkumar, M. Kombucha. Reference Module In Food Science, Elsevier, (2016), 1-8.
- [2] Marestoni, L. D., Barud, H. S., Gomes, R. J., Catarino, R. P. F., Hata, N. N. Y., Ressutte, J. B., & Spinosa, W. A Commercial and potential applications of bacterial cellulose in Brazil: ten years review. Polímeros, 30(4) (2020) 1-19.
- [3] Dufresne, A. Preparation and Properties of Cellulose Nanomaterials, Paper and Biomaterials, 5 (3), (2020) 1-13.

Agradecimentos

À CAPES pelo apoio financeiro e suporte do PPGCM/So/UFScar.



FILMES DE AMIDO TERMOPLÁSTICO PARA A LIBERAÇÃO CONTROLADA DE NANOPARTÍCULAS DE QUITOSANA CARREADORAS DE NUTRIENTES NPK

Rafael Augusto Franco^{1*}, Eliane Merklein¹, Amanda de S M de Freitas¹, Marystela Ferreira¹

¹ Universidade Federal de São Carlos/UFSCar, Sorocaba, SP

1. Introdução

Em termos de disponibilidade, a quitina, que é um polissacarídeo natural encontrada na casca dos crustáceos e também de alguns fungos do gênero mucorales, é um dos biopolímeros mais abundantes na natureza, junto da celulose e do amido (AZEVEDO et al., 2007). Se o grau de N-desacetilação da quitina for acima de 40%, então o composto passa a ser chamado de quitosana. Atualmente, tem aumentado o número de pesquisas acerca da quitosana, principalmente tentando buscar novas fontes para o tratamento de doenças e enfermidades, em função de suas propriedades carregadoras.

O amido é outro biopolímero muito abundante na natureza. Para melhorar a processabilidade do amido, geralmente são empregados um ou mais plastificantes combinados, usados com o amido nativo. Sendo o plastificante mais comum a água, que atua como um plastificante volátil, combinada a um plastificante não volátil, como por exemplo: glicerol, sorbitol, ureia, ácido cítrico, entre outros (LIU et al., 2009). Com isso é possível obter o amido termoplástico (TPS) que possui propriedades mecânicas aprimoradas.

A liberação controlada de fertilizantes por filmes pode possibilitar a redução da quantidade destes utilizados nas plantações, além disso, pode minimizar ou até mesmo solucionar problemas como contaminação do solo e proliferação de plantas aquáticas em represas devido à lixiviação dos fertilizantes. Para assegurar que as doses destes elementos estejam adequadas, são realizadas análises químicas. O presente trabalho tem como intuito sintetizar e analisar a eficácia de filmes de amido TPS utilizados como substrato para a liberação de nanopartículas de quitosana carregadoras de fertilizante em um determinado meio (LIU et al., 2009).

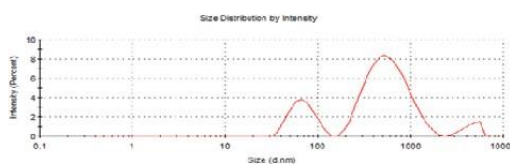
2. Materiais e Métodos

Uma das formas mais comuns e eficientes de síntese destes materiais nanoparticulados se dá por meio da polimerização radicalar (alguns artigos chamam esta de polimerização emulsificante). Na metodologia descrita pela primeira vez por (HU et al., 2002), acontece a polimerização do ácido metacrílico, responsável pela protonação da quitosana, em sua dissolução. O tamanho médio das partículas de quitosana nanométrica foi medido com o instrumento de Espalhamento Dinâmico de Luz (DLS) ZetaSizer da MalvernPanalytical.

3. Resultados e Discussão

O tamanho médio das partículas sintetizadas foi medido pelo aparelho de DLS, juntamente com seu potencial Zeta, e ambos podem ser observados abaixo.

Resultado do Tamanho Médio das partículas, obtido por meio do DLS (espalhamento dinâmico de luz) no aparelho ZetaSizer.



O resultado do software ZetaSizer, após análise das partículas foi de que o tamanho médio das mesmas se encontra em torno de 245 nm. A polidispersão, por sua vez, um parâmetro importante que nos diz qual a homogeneidade acerca destes tamanhos, se encontrou próxima de 0,6. É sabido da literatura que quanto menor a polidispersão, mais homogêneo é essa distribuição de tamanhos. 0,6 é um valor alto e que pode ser entendido melhor quando analisamos o fato de que uma população dessa amostra se encontra próxima e, inclusive abaixo, de 100 nm, porém, há uma população um pouco maior com tamanhos médios próximas de 750 nm.

4. Referências

AZEVEDO, V. V. C. et al. Quitina e Quitosana: aplicações como biomateriais. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v. 2.3, p. 27–34, 2007.

HU, Y. et al. Synthesis and characterization of Chitosan-poly(acrylic acid) nanoparticles. *Biomaterials*, v. 23, n. 15, p. 3193–3201, 2002.

ILLUM, L. Chitosan and its use as a pharmaceutical excipient. *Pharmaceutical Research*, v. 15, n. 9, p. 1326–1331, 1998.



ESTUDO DA ABSORÇÃO DE ÁGUA EM COMPÓSITOS HÍBRIDOS DE ABS RECICLADO/ TECIDO DE FIBRAS DE JUTA E CARBONO RECICLADO

Meire Noriko Hosokawa ^{1*}, Jane Maria Faulstich de Paiva ¹

¹ Universidade Federal de São Carlos Campus Sorocaba, Sorocaba, SP

1. Introdução

Ao longo dos anos, tem aumentado o interesse no desenvolvimento de compósitos híbridos, pois oferecem melhores propriedades gerais devido ao efeito sinérgico. Assim, as fibras vegetais que apresentam boa relação rigidez/peso, biodegradabilidade, baixo custo, porém, propriedades mecânicas modestas podem ser combinadas com fibras sintéticas, que geralmente possuem melhor desempenho mecânico. Entretanto, devido a natureza hidrofílica das fibras vegetais, elas tendem a absorver umidade, podendo ocasionar diminuição nas propriedades mecânicas e na durabilidade dos compósitos[1]. Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi analisar a influência da hibridização de fibras de juta e carbono em relação à absorção de água dos compósitos.

2. Materiais e Métodos

Neste trabalho foi utilizada como matriz um copolímero reciclado, o acrilonitrila butadieno estireno (rABS). Tecidos de fibras de carbono reciclado (rFC) foram obtidos a partir de resíduos de compósitos reforçados com tecidos de fibras de carbono submetidos a tratamento térmico a 500°C por 2 horas para degradar a resina e recuperar os tecidos de fibras de carbono bidirecionais. Três tipos de tecidos (bidirecionais) de fibras de juta também foram utilizados como fase dispersa. O tecido T1 (Juta, gramatura 365 g.m⁻²); o tecido T2 (Juta, gramatura 445 g.m⁻²); e o tecido T3 (Juta/Algodão, gramatura 360 g.m⁻²). Os compósitos foram moldados por compressão a quente. Para o ensaio de absorção de água (ASTM D570), os corpos de prova (25 x 76,2 x 3mm) foram inicialmente secos em estufa a 105°C por 24 horas. Após a secagem, os corpos de prova foram pesados em balança analítica e, em seguida, imersos em água destilada a temperatura ambiente. Em tempos pré-determinados os corpos de prova foram retirados da água, secos com papel toalha e pesados na balança analítica. Esse processo foi repetido por 70 dias.

3. Resultados e Discussão

A Fig. 1 representa os resultados da absorção de água dos compósitos rABS/1rFC, rABS/2rFC e dos compósitos híbridos rABS/1rFC/T1, rABS/1rFC/T2 e rABS/1rFC/T3. A partir dos resultados (Fig. 1) observou-se que a absorção de água foi significativa nos primeiros sete dias, tendendo a se estabilizar após 40 dias. A quantidade de camadas (uma e duas) de tecido de fibras de carbono reciclado não influenciou no aumento da absorção de água no compósito, pois foi em torno de 2,6% e 2,4% para o compósito rABS/1rFC e rABS/2rFC, respectivamente. Os compósitos híbridos foram os materiais que apresentaram maior absorção de água em comparação com os compósitos contendo somente fibras de carbono reciclada. Esse comportamento está associado às características mais hidrofílicas das fibras de juta dos tecidos utilizados como reforços nos compósitos híbridos.

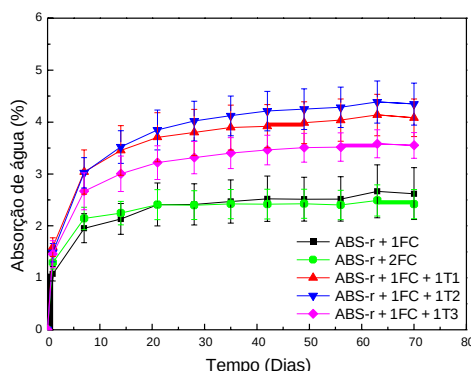


Fig. 1. Absorção de água (%) em função do tempo (dias) do compósitos rABS/1rFC, rABS/2rFC e dos compósitos híbridos rABS/1rFC/T1, rABS/1rFC/T2 e rABS/1rFC/T3.

4. Referências

[1] RAVIKUMAR, P. et al. Evaluation of Mechanical and Water Absorption Behaviors of Jute/Carbon Fiber Reinforced Polyester Hybrid Composites. *Journal of Natural Fibers*, v. 19, n.13, India, 2022.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES - Código de Financiamento 001) e da empresa Sinctronics.



INFLUÊNCIA DO TEMPO DE PIRÓLISE DE FIBRAS DE BAGAÇO DE CEVADA NAS PROPRIEDADES DE TRAÇÃO DE FILMES COMPÓSITOS A BASE DE AMIDO DE MILHO

Maria Natália Castanho^{1*}, Jane M. F. de Paiva^{1,2}

¹ Programa de Ciência dos Materiais (PPGCM-So), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar),
Sorocaba, SP, Brasil

² Departamento de Engenharia de Produção (DEP-So), Universidade Federal de São Carlos (UFSCar),
Sorocaba, SP, Brasil

*nataliacastanho92@gmail.com

1. Introdução

A crescente busca por matérias-primas provenientes de fontes renováveis para produção de materiais biodegradáveis, vem destacando o uso do amido como um polímero natural substituindo os polímeros sintéticos, porém os filmes de amido apresentam, geralmente, baixos valores de propriedades mecânicas [1].

Uma opção para a melhoria das propriedades do amido termoplástico é o uso de cargas de reforço, como o denominado biochar. O biochar é um material sólido carbonáceo e renovável, que pode ser obtido através da pirólise de biomassa, como fibras vegetais e resíduos agroindustriais [2-3].

2. Materiais e Métodos

Os filmes foram preparados utilizando o amido de milho, fibras de bagaço de cevada, glicerol como plastificante e água deionizada. O biochar foi produzido pela pirólise das fibras moídas, utilizando equipamento mufla, durante tempos de 1, 2 e 3 horas, em temperaturas de 400°C.

Os filmes foram preparados com 10% em massa de amido, 5% de glicerol e 1% de reforço, utilizando um aparelho micro-ondas para aquecimento, até a gelificação do amido. Na sequência, os filmes foram moldados por *tape-casting*, e secos em estufa a 30°C.

Os ensaios de tração foram realizados em uma máquina universal de ensaios mecânicos, da marca Emic, modelo DL 10000, utilizando célula de carga de 20 Kgf. Foram ensaiados 10 corpos de prova para cada tipo de filme obtido, com dimensões aproximadas de 10 mm de largura e 100 mm de comprimento, utilizando separação entre garras de 50 mm e velocidade de 5 mm/min, conforme a norma ASTM D882.

3. Resultados e Discussão

Entre os filmes ensaiados, o filme TPS/B-400/3, contendo o biochar pirolisado por 3 horas, foi o que apresentou maior valor de resistência a tração (2,07 MPa $\pm$ 0,09), com valor de deformação até a ruptura de 25,92%, enquanto que os filmes contendo o biochar pirolisado por 1 e 2 horas apresentaram valores de resistência de 1,57 MPa $\pm$ 0,04 e 1,71 MPa $\pm$ 0,04, respectivamente, com deformação de 42,8 e 43,4%.

As fibras de origem vegetal quando carbonizadas, apresentam poros rudimentares resultantes da queima de voláteis, e quanto maior o tempo de pirólise maior será a quantidade de poros. A presença de desses vazios pode fornecer acesso à matriz polimérica, devido a maior relação de superfície-volume, promovendo dispersão uniforme, o que resulta em melhora significativa nas propriedades mecânicas (FENI et al., 2022).

4. Referências

- [1] Fazeli, M., et al. *Preparation and characterization of starch-based composite films reinforced by cellulose nanofibers*. International Journal of Biological Macromolecules, vol. 116, 2018.
- [2] Ali, A. *Preparation and characterization of starch-based composite films reinforced by corn and wheat hulls*. Applied Polymer, vol. 134, 2017.
- [3] Wang, S. *Preparation, modification and environmental application of biochar: A review*. Journal of Cleaner Production, v. 227, 2019.
- [4] Feni, F. et al. *Enhancing the mechanical performance of carbon fiber reinforced polymer using carbonized coconut shell particles*. Materials Today Communications, v. 33, 2022.

*Autor correspondente: nataliacastanho92@gmail.com



AVALIAÇÃO DE FILMES BIODEGRADÁVEIS UTILIZANDO AMIDO DE FEIJÃO-CAUPI E POLI (ÁLCOOL VINÍLICO)

Maria Fernanda Ferreira^{1*}, Emmanuele C. de Oliveira¹, Maria A. Mauro¹

¹ Universidade Estadual Paulista, São José do Rio Preto, São Paulo

*mff.jesus@unesp.br

1. Introdução

A crescente demanda por embalagens plásticas, principalmente no setor alimentício, é um fator impactante na geração de resíduos ambientais. Em contrapartida, embalagens formuladas à base de polímeros como quitosana, pectina e amido podem ser alternativas mais sustentáveis, visto que são provenientes de fontes renováveis e biodegradáveis. O feijão-caupi (*Vigna unguiculata* (L.) Walp) é uma fonte não-convencional de amido que pode contribuir para elaboração de filmes biodegradáveis. No entanto, as propriedades mecânicas e de permeabilidade de filmes de amido são baixas, e incorporar outros polímeros como o poli (álcool vinílico)(PVA) podem melhorar consideravelmente tais propriedades. Este trabalho, portanto, teve como intuito elaborar filmes de amido de feijão-caupi incorporados com PVA e avaliar suas propriedades, buscando contribuir com possíveis aplicações no setor de embalagens.

2. Materiais e Métodos

Neste trabalho, utilizou-se feijão-caupi adquirido em loja cerealista e a extração do amido foi realizada via moagem úmida. O PVA possuía massa molecular 146.000-186.000 g/mol e grau de hidrólise +99% (Sigma-Aldrich). Os filmes foram elaborados pela técnica de *casting*, nas seguintes formulações: 100% amido (F1), 78,3% amido e 21,7% PVA (F2), 54,5% amido e 45,5% PVA (F3), 28,6% amido e 71,4% PVA (F4) e 100% PVA (F5), sendo que as soluções estoques de amido continham 20% de glicerol em relação à massa de amido. Todos os filmes foram secos em condições controladas de temperatura (35 °C) e umidade relativa (40%), em câmara climática (*Ethik Technology, Brasil*) por 12 h. Posteriormente, foram armazenados em ambiente com umidade relativa controlada de 53% e procedeu-se às análises de caracterização. A determinação da permeabilidade ao vapor de água (PH₂O) e ao oxigênio (PO₂) seguiu procedimentos da ASTM E96-95 (1995) [2] e ASTM F 1927-20 (2020) [3], respectivamente. A solubilidade em água foi avaliada pela metodologia de Cuq et al. (1996) [4] com adaptações, e as propriedades mecânicas seguiu as normas da ASTM D882-12 (2012) [1].

3. Resultados e Discussão

Pode-se observar que a resistência e a deformação dos filmes aumentaram consideravelmente nas formulações com maiores concentrações de PVA. Em relação à solubilidade, as formulações F2, F3 e F4 apresentaram os menores valores, sugerindo uma boa compatibilidade entre os polímeros. Além disso, todos os filmes mostraram valores baixos de permeabilidade, especialmente quando comparados a filmes compostos de polissacarídeos.

Tabela 1. Solubilidade, propriedades mecânicas e de permeabilidade dos filmes de amido de feijão-caupi e PVA

Formulação	Resistência (MPa)	Deformação (%)	PH ₂ O × 10 ⁻¹³ (g.m ⁻¹ .s ⁻¹ .Pa ⁻¹)	PO ₂ × 10 ⁻¹⁸ (g.m ⁻¹ .s ⁻¹ .Pa ⁻¹)	Solubilidade (%)
F1	11,72 ± 5,39	6,26 ± 3,81	12,32 ± 1,04	2,94 ± 0,40	19,16 ± 1,79
F2	15,98 ± 1,79	10,30 ± 2,45	11,55 ± 0,43	22,19 ± 0,09	17,65 ± 1,94
F3	15,73 ± 0,42	54,10 ± 1,46	9,06 ± 2,00	11,42 ± 0,82	15,76 ± 4,06
F4	23,68 ± 1,51	88,54 ± 17,62	6,51 ± 2,77	4,40 ± 0,26	18,46 ± 1,68
F5	29,84 ± 0,09	139,13 ± 13,51	4,63 ± 1,07	1,14 ± 0,30	25,90 ± 3,28

4. Considerações Finais

Em geral, as propriedades dos filmes apresentaram boa resistência e baixa permeabilidade ao O₂ e ao vapor de água. Filmes somente de amido são frágeis e somente de PVA são muito dúcteis e solúveis. No entanto, filmes de amido de feijão-caupi combinados com PVA mostraram elevado potencial para elaboração de filmes biodegradáveis.

5. Referências

- [1] ASTM D882-12. In Annual Book of ASTM Standards (2012).
- [2] ASTM E96-95. In: Annual Book of ASTM Standards (1995).
- [3] ASTM F 1927-20. In: Annual Book of ASTM Standards (2020).
- [4] CUQ B. et al. Cereal Chem. 75, 1–9 (1998).

Agradecimentos

CNPq (Processo nº161923/2021-6), PROPE-UNESP (Processo nº 6271) e FAPESP (Processo nº 2020/05254-4).



NANOFIBRILAS DE CELULOSE FUNCIONALIZADAS VIA REAÇÃO DE OXIPROPILAÇÃO DE FIBRAS DE CELULOSE PARA OBTENÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS

Marcus Felipe de Jesus Barros^{1*}, Gabriely Bezerra Rodrigues de Melo², Marcos Mariano³, Aparecido Junior de Menezes¹

¹Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, São Paulo

²Universidade Federal de Santa Catarina, Blumenau, Santa Catarina

³South East Technological University, Waterford, Irlanda

1. Introdução

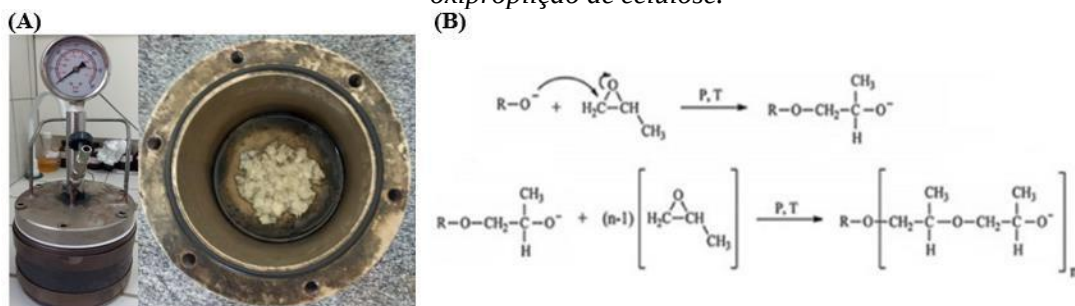
A inclusão de materiais sustentáveis e biodegradáveis na indústria de embalagens tem sido o foco de diversas ações visando a redução da utilização de polímeros não-recicláveis e derivados de petróleo. Os impactos causados por esta medida podem diminuir significativamente o volume de resíduos plásticos descartados. Materiais provenientes de fontes vegetais, biosintetizados por microorganismos e alguns polímeros sintéticos com alto potencial de biodegradação são os principais candidatos para impulsionar a substituição de polímeros usais derivados do petróleo por materiais mais sustentáveis. Entretanto, a implementação industrial desta substituição ainda está longe de ser realizada. Os custos para substituição dos polímeros amplamente utilizados na indústria por versões mais ecológicas ainda são um obstáculo [1]. Neste contexto, os materiais a serem desenvolvidos neste projeto pretendem ser uma alternativa às embalagens tradicionais devido a sua potencial biodegradabilidade e propriedades mecânicas adequadas. Os potenciais benefícios seriam significativos para o aumento da vida útil de materiais reciclados.

Em suma, o objetivo principal do projeto é a modificação química de fibras de celulose (FCs) com reagente óxido de propileno (OP) para posterior obtenção de nanofibrilas de celulose (CNFs) visando aplicação como nanocargas de reforço em compósitos. O estudo da caracterização química para avaliar o êxito da reação de modificação, será por Espectroscopia na Região do Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raio-X (DRX), Ganho de Massa (GM) e medidas de ângulo de contato (ÂC). A morfologia das fibras antes e após a modificação química será avaliada pela Microscopia de Eletrônica de Varredura (MEV). A avaliação da estabilidade térmica será através da técnica de Termogravimetria (TG) e Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC); e a avaliação das propriedades mecânicas em termos de resistência à tração através de ensaio universal (EMIC) e Análise Térmico Dinâmico Mecânica (DMTA).

2. Materiais e Métodos

As amostras serão preparadas utilizando o reator autoclave (Fig. 1A) e o mecanismo da reação de oxipropilação ocorre via mecanismo bimolecular (SN₂), de modo que o alcóxido formado durante a ativação da celulose reage como um nucleófilo com o OP sobre o átomo de carbono com menor impedimento estérico, facilitando a abertura do anel oxirano, formando assim um oxianion que permanecerá reativo no meio. Sendo assim, o comprimento da cadeia irá crescer até que todo o OP seja consumido ou interrompa a reação. Por fim, obtém-se a celulose oxipropilada (Fig. 1B) com o crescimento de cadeias de poliálcool enxertadas na molécula de celulose [2, 3].

Fig. 1. (A) Reator autoclave e celulose com OP dentro do reator antes de iniciar a reação; **(B)** Reação de oxipropilação de celulose.



3. Referências

- [1] TARDY, B. L. et al. Advancing bio-based materials for sustainable solutions to food packaging. *Nature Sustainability*, 6, 360–367 2023.
- [2] LIMA, M. H. A. et al. Functionalized Cellulose Nanofibrils Obtained from Cellulose Oxypolyated. *Chemistry Africa*, n. 0123456789, 2023.
- [3] DE MENEZES, A. J. Preparação e caracterização de sistema bifásico monocomponente (SBM) a partir da reação de oxipropilação de fibras celulósicas e amido. 2007. 144 f. (Tese de Doutorado em Ciências (Físico-Química)) – Universidade de São Paulo, Campus São Carlos, São Carlos/SP.



PREPARATION AND CHARACTERIZATION OF BICOMPONENT CASTOR OIL-BASED POLYURETHANE PAINT

Lucas Repecka Alves^{1*}, Giovanni Miraveti Carriello¹, Guilherme Manassés Pegoraro¹,
David Rodrigues Gomes², Maira de Lourdes Rezende² and Aparecido Junior de Menezes¹

¹ Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, Universidade
Federal de São Carlos, Sorocaba, São Paulo

² Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales, Sorocaba, São Paulo

1. Introduction

Polyurethane paints (PUP) can be single-component or two-component systems consisting of resin (composed of polyol and isocyanate), pigments, solvents, and additives, whose main function is to form a film on the applied surface for protection and enhancement of the substrate. The present work aims to substitute petrochemical polyol with castor oil in the paint formulation, as it is a sustainable, renewable raw material with low environmental impacts. This can contribute to reducing global warming and mitigating the negative environmental impacts associated with petroleum-derived paints [1].

2. Materials and Methods

The paint preparation was adapted from [1] Alves (2024), which involves stirring commercial reagents, such as castor oil, isocyanate, toluene, titanium dioxide, calcium carbonate, cobalt drier, renex, and polysorbate 20 for approximately 10 minutes in a beaker for homogenization purposes, referred to as castor oil-based PU paint (COPUP). In order to evaluate the properties of the paint, the material was compared with Sumatane 355 commercial paint, industrial PU paint (IPUP), and the samples were characterized by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Thermogravimetry (TG), Differential Scanning Calorimetry (DSC), rheology test, ultraviolet degradation (UV) test, adhesion test, and corrosion resistance test (salt spray).

3. Results and Discussion

Through FTIR spectra, it is possible to notice the main characteristic bands of PUP, such as the N-H stretching of the urethane bond at 3335 cm^{-1} , in addition to the presence of carbonyl around 1730 cm^{-1} [2]. The DSC results demonstrated that the paints presented only Tg, due to the amorphous structure of the material. Through rheology testing, a decrease in apparent viscosity was noted with increasing shear rate, a characteristic property of non-Newtonian fluids, that is, a common pseudoplastic behavior for paints. In the TG tests, it is observed that COPUP showed superior thermal stability to IPUP, with a 5% mass loss around 300°C , while IPUP showed a 5% mass loss at around 185°C . During the 300-hour UV degradation test, it was observed that COPUP exhibited the yellowing phenomenon on the surface of the paint film. This result can be explained by the presence of aromatic rings in the paint, which upon absorbing electrons, the polymer is isomerized to an enol form, as well as by the oxidation of urethane groups and photooxidation of CH_2 groups, which can end up generating chromophores responsible for yellowing. IPUP, on the other hand, showed clear signs of degradation, such as stains on its surface and a pronounced loss of gloss. For the adhesion test of the samples not degraded in UV, both COPUP and IPUP showed excellent adhesion to the substrate, but when the test was repeated with 300 hours of UV exposure, only one sample of COPUP showed displacement just below the intersection, probably due to poor uniformity during tape removal. Finally, in the corrosion resistance test carried out for 1000 hours, it is noticed that both paints showed corrosion on the substrate; however, the COPUP film did not show substrate displacement, unlike IPUP. This superior result of COPUP can be explained by the presence of aromatic rings in the polymer, which ultimately enhance its resistance property.

4. References

- [1] Alves, L. R. (2024). *Preparação, caracterização e aplicação de tinta bicomponente de poliuretano à base de óleo de mamona*. <https://repositorio.ufscar.br/handle/ufscar/19250>.
[2] Alves, L. R., Carriello, G. M., Pegoraro, G. M., Lopes, H. S. M., Janolla, T. de A., Dias, A. N. C., Mambrini, G. P., Rezende, M. de L., & Menezes, A. J. de. (2024). Synthesis and characterization of polyurethane and samarium(III) oxide and holmium(III) oxide composites. *Polímeros*, 33, e20230039. <https://doi.org/10.1590/0104-1428.20230023>.

Acknowledgments

This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Finance Code 001.

*Corresponding author: lucasrepecka@estudante.ufscar.br



EXTRAÇÃO ÁCIDA DO COLÁGENO TIPO I DE RESÍDUOS DA INDÚSTRIA PESQUEIRA

Juliana Rafael de Moraes ^{1*}, Daniel Komatsu ², Moema Hausen², Eliana Aparecida de Rezende Duek^{1,2,3}

¹ Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Sorocaba, SP

² Pontifícia Católica Universidade de São Paulo (PUC), Sorocaba, SP

³ Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP

1. Introdução

O colágeno é a principal proteína estrutural, está presente na matriz extracelular de organismos vertebrados, sua estrutura é composta por três fitas polipeptídicas helicoidais que oferece resistência, estabilidade e promove crescimento celular. Sua aplicação em biomateriais abrange diferentes setores industriais. Embora tradicionalmente isolado de bovinos e suínos, preocupações sanitárias e religiosas impulsionam a busca por fontes alternativas, como animais marinhos. A indústria pesqueira, geradora de resíduos ricos em matéria-prima oferece oportunidade para produção nacional de colágeno, um produto de alto valor agregado. O projeto de pesquisa visa extrair e caracterizar o colágeno tipo I da pele de tilápia, por meio da técnica de extração por solução ácida [1].

2. Materiais e Métodos

O método de extração empregado foi baseado na metodologia de Liu et al 2012 [1] com algumas modificações. A pele do peixe foi previamente tratada em solução de NaOH 0,1 mol L⁻¹ para em seguida ser feita a extração ácida do colágeno em ácido acético 0,5 mol L⁻¹ à uma razão 1:15 sob agitação magnética por 72h. O colágeno foi precipitado pela técnica de *salting out* e dialisado contra água deionizada por 7 dias sob refrigeração. Em seguida o produto foi liofilizado e foram realizadas as caracterizações por (SDS-PAGE) e espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (ATR-FTIR).

3. Resultados e Discussão

A extração do colágeno é realizada considerando principalmente aspectos de solubilidade, uma vez que sua estrutura é complexa e sua origem pode ser bastante variada. O tratamento alcalino é realizado para remover as proteínas não colagênicas superficiais. A eletroforese foi utilizada para determinar a composição das subunidades de colágeno. Foi possível observar que o extraído apresentou pelo menos duas cadeias α distintas ($\alpha 1$ e $\alpha 2$) 110 kDa e 120 kDa e dímero β 220 kDa, características de colágeno(I), o que sugere que o colágeno extraído da pele de tilápia é majoritariamente colágeno(I) [2]. O espectro de FTIR mostrou posições da banda amida A (associada ao estiramento NH) em 3300 cm⁻¹. A banda amida B foi observada em 2.920 cm⁻¹. A vibração de alongamento C – O da estrutura polipeptídica foi encontrada na faixa de 1600–1700 cm⁻¹. Os sinais de amida II e III estão relacionados a torção NH acoplados a estiramento C-N em 1444 cm⁻¹ e 1236 cm⁻¹, respectivamente o que corrobora com os resultados de SDS-PAGE, indicando que o produto obtido é colágeno tipo I [2]. Posteriormente será realizada a reticulação do colágeno obtido para aplicação em engenharia tecidual.

4. Referências

- [1] Von der Mark, K. Localization of Collagen Types in Tissues. *International Review of Connective Tissue Research*. 1981, 265–324. doi:10.1016/b978-0-12-363709-3.50012-7.
- [2] Liu, D., Liang, L., Regenstein, J. M., Zhou, P. Extraction and characterisation of pepsin-solubilised collagen from fins, scales, skins, bones and swim bladders of bighead carp (*Hypophthalmichthys nobilis*). *Food Chemistry*. 2012, Volume 133 (4), Pages 1441-1448.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES e ao CNPQ pelo suporte financeiro.

*Autor correspondente: julianamoraes@estudante.ufscar.br



NANOCOMPÓSITOS DE GELATINA/HPC: INFLUÊNCIA DA RETICULAÇÃO E DE NANOPARTÍCULAS DE ARGILA NA ADSORÇÃO DE CORANTES

Júlia S. Forster ^{1*}, Giovana C. Zambuzzi ¹, Davi S. S. Souza ¹, Kelly Roberta Francisco ².

¹ UFSCar - CCTS, Sorocaba, SP.

² UFSCar - DCNME, Araras, SP.

1. Introdução

A obtenção de nanocompósitos de alto valor agregado a partir de fontes renováveis, como biopolímeros e argilas, é estratégico tanto do ponto de vista econômico quanto ambiental para serem utilizados em diversas tecnologias, a saber, membranas de filtração, embalagens, formulações de tintas e etc.^[1] Assim, este estudo desenvolveu biomateriais formados por resíduos gelatinosos, hidroxipropil celulose (HPC) e diferentes concentrações de argila montmorilonita para serem aplicados na adsorção do corante azul de metileno.

2. Materiais e Métodos

Soluções de gelatina (6% (m/m)) e o HPC (6% (m/m)) foram misturados com propilenoglicol a 400 rpm. A argila montmorilonita foi adicionada em concentrações de 2,5% e 5,0% (m/m) para formar os nanocompósitos. Os filmes foram produzidos e reticulados com glutaraldeído (GA). A solubilidade dos filmes foi testada em solução aquosa (pH 6,8), demonstrando a eficácia da reticulação dos filmes. As técnicas de Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), Difração de raios-X (DRX), Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Termogravimetria (TGA) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foram utilizadas para caracterizar os filmes. A adsorção com azul de metileno foi estudada para avaliar as propriedades de adsorção dos filmes.

3. Resultados e Discussão

A Fig. 1 *a* mostra o perfil de adsorção do corante azul de metileno pelos filmes reticulados e não reticulados de gelatina/HPC com e sem argila. O incremento de argila nos filmes de gelatina/HPC levou ao aumento da adsorção de azul de metileno. Ademais, os filmes reticulados e com adição de argila apresentaram maior capacidade de adsorção de azul de metileno, principalmente o filme reticulado contendo 5% (m/m) de argila. As imagens de MEV (dado não mostrado) mostraram que os filmes reticulados exibiram superfícies mais compactas, lisas e homogêneas em comparação com os filmes não reticulados. Os dados de FTIR (Fig. 1 *b*) mostrou que os filmes com a maior razão entre as intensidades das bandas 1040 cm⁻¹ e 1640 cm⁻¹ (razão 1040 cm⁻¹ /1640 cm⁻¹), que são devidas às ligações Si-O e C=O, respectivamente, removeram o azul de metileno do meio aquoso mais eficientemente (filme reticulado formado por gelatina/HPC com 5% (m/m) argila). Esses resultados destacam o papel significativo das partículas de argila na adsorção de azul de metileno nos filmes de gelatina/HPC e a complexidade das interações entre o corante, polímeros e argila, que são influenciados pela reticulação.^[2,3]

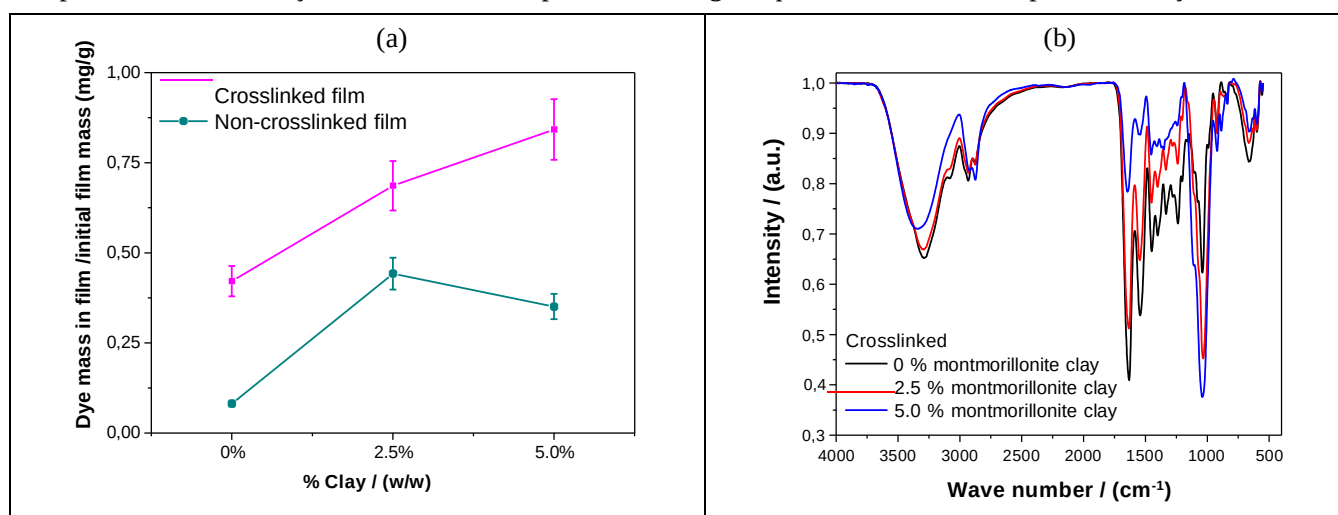


Fig. 1. Filmes de gelatina/HPC/argila: (a) adsorção de azul de metileno e (b) FTIR.

4. Referências

- [1] Griffin, A. et al., Polymer Composites. 2022, 5747-5766.
- [2] Roufegari-Nejhad, E., et al, J. Polym Environ. 2019, 2239–2249.
- [3] Bujdák, J. et al., Clay Minerals. 2003, 561–572.

Agradecimentos

Os autores agradecem FAPESP e a CAPES.

*Autor correspondente: forsterju@gmail.com

APLICAÇÃO DE HIDROGEL DE POLI (ÁLCOOL VINÍLICO) ENTRECruzADO COM EDTAD PARA LIBERAÇÃO DE ÁGUA E NPK EM SOLO

Joelen O. Silva^{1*}, Karina C. Palmezani², Roberta R. M. Freitas², André M. Senna³, Vagner R. Botaro^{1,2}

¹Universidade Federal de São Carlos - UFSCar – Sorocaba - SP

²Universidade Federal de Ouro Preto - UFOP – Ouro Preto – MG

³Universidade de Sorocaba – UNISO – Sorocaba - SP

1. Introdução

Cerca de 35% da água do mundo é perdida devido a evaporação ou percolação em plantações decorrente do uso de tecnologias ineficientes e da falta de consciência ambiental. Paralelo à essa situação, o aumento populacional implica na necessidade de maior produção de alimentos, aumentando também o consumo de água e o esgotamento do solo e para contornar a necessidade nutricional do solo e aumentar a produção, são utilizados fertilizantes como NPK, que são essenciais, mas se utilizados de maneira indiscriminada tornam-se um risco à saúde humana e resultam em problemas ambientais como a eutrofização de rios e lagos devido à sua lixiviação.

A possibilidade de escassez de água, juntamente com a necessidade de conservação ambiental e aumento na produtividade alimentícia, implicam na necessidade de novas tecnologias para irrigação e liberação de fertilizantes em solo, dentre elas, uma das mais promissoras é a utilização de hidrogéis pois possuem capacidade de absorção e liberação gradativa de água e potencial para ligarem-se à diversas substâncias inclusive o NPK, possibilitando sua liberação de forma controlada, reduzindo drasticamente os custos de produção, contaminação alimentar e ambiental. Desta forma, foram sintetizados hidrogéis de poli (álcool vinílico) entrecruzados com EDTAD para aplicação futura em agricultura.

2. Materiais e Métodos

Para a avaliação da eficiência do hidrogel para absorção e liberação de água e NPK foram utilizadas mudas de feijoeiro. O hidrogel foi colocado para absorver NPK em soluções nas concentrações 1, 100 e 1000 mL/L. A análise de biodegradação ocorreu de acordo com a norma NBR 14283 de 1999 e a fitotoxicidade foi avaliada de acordo com Campagna-Fernandes et al., 2016; Priac et al., 2017 e Sobrero & Ronco, 2004, com adaptações.

3. Resultados e Discussão

O grupo contendo hidrogel previamente intumescido com água apresentou maior crescimento e densidade foliar do que as mudas sem irrigação e com irrigação a cada 48 horas. As raízes desenvolveram-se emaranhadas no hidrogel, o que sugere que não há atividade tóxica por parte do mesmo. Foram testadas diferentes concentrações de NPK em solução para avaliação da liberação, sendo o grupo controle (apenas solo) e os grupos contendo solo e hidrogel com solução de NPK nas concentrações 1, 100 e 1000 mL/L, que por sua vez, quando aplicados nas mudas obtiveram tempo de vida de 15, 16, 18 e 22 dias, demonstrando, portanto, a eficiência na liberação do NPK e a possibilidade de controle da mesma. Foi avaliado também a fitotoxicidade e a biodegradação do hidrogel, que demonstrou não ser fitotóxico, além de ser biodegradável, apresentando-se como uma excelente alternativa às atuais tecnologias para liberação de fertilizantes e uso racional de água.

4. Referências

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR 14283: In Resíduos em solos - Determinação da biodegradação pelo método respirométrico. Rio de Janeiro, p. 8. 1999.

CAMPAGNA-FERNANDES, A. F.; MARIN, E. B.; PENHA, T. H. F. L. Application of root growth endpoint in toxicity tests with lettuce (*Lactuca sativa*). **Ecotoxicology and Environmental Contamination**, v. 11, n.º 1, p. 27-32, 2016. <http://dx.doi.org/10.5132/eec.2016.01.05>.

PRIAC, A.; PIERRE-MARIE, B.; CRINI, G. Treated wastewater phytotoxicity assessment using *Lactuca sativa*: focus on germination and root elongation test parameters. **Comptes Rendus Biologies**, Paris, v. 340, n. 3, p. 188-194, 2017.

SOBRERO, M. C.; RONCO, A. Ensayo de toxicidad aguda con semillas de lechuga (*Lactuca sativa* L.). In: G. C. Morales (ed.), **Ensayos Toxicológicos y Metodos de Evaluacion de Calidad de Agua: estandarizacion, intercalibracion, resultados y aplicaciones**. Mexico: IMTA, 2004. pp. 71-79.

*Autor correspondente: joelenosmari@gmail.com



AVALIAÇÃO DA CITOTOXICIDADE DO LÁTEX APÓS PROCESSOS DE CENTRIFUGAÇÃO E PURIFICAÇÃO PARA APLICAÇÕES BIOMÉDICAS

Jessica Asami ^{1*}, Bruna V. Quevedo ², Arnaldo R. Santos Jr³, Luciana Pastena Giorno³,
Daniel Komatsu⁴, Eliana Aparecida de Rezende ^{Duek1,2,4}

¹ UNICAMP, Campinas, São Paulo.

² UFSCar, Sorocaba, São Paulo.

³ UFABC, São Bernardo do Campo, São Paulo.

⁴ PUC-SP, Sorocaba. São Paulo.

1. Introdução

O látex da árvore *Hevea brasiliensis* é usado na indústria e pesquisado para aplicações biomédicas devido a suas características favoráveis [1]. Suas proteínas alergênicas requerem centrifugação e purificação para separação dos constituintes. Por outro lado, as proteínas do látex promovem a angiogênese, essencial para cicatrização [2]. O estudo avaliou como a desproteinização afeta a citotoxicidade do látex em aplicações biomédicas.

2. Materiais e Métodos

Para o FTIR, foi utilizada o espectrofotômetro em modo ATR, número de onda de 4000 a 600 cm^{-1} com resolução de 4 cm^{-1} e 64 varreduras. As células Vero foram então cultivadas por 24 h a 37 °C com 5 % de CO_2 . As imagens foram capturadas usando um microscópio de luz invertida. As células também foram coradas com Cristal Violeta (CV) e utilizadas para a leitura de absorbância utilizando o leitor de microplacas em um comprimento de onda de 540 nm.

3. Resultados e Discussão

Os resultados de FTIR mostraram que a banda em 3300 cm^{-1} referente ao grupo amina das proteínas do látex foi diminuída conforme a centrifugação e purificação do látex [3]. A remoção das proteínas a partir da centrifugação mostraram uma viabilidade menor, em aproximadamente 45 % (figura 1) quando comparado com o látex que não foi submetido a centrifugação, além disso, as purificações realizadas no látex centrifugado afetam significativamente a proliferação e adesão das células, independentemente da quantidade de purificações, chegando a uma viabilidade de 42 %. Já o látex que não sofreu centrifugação anteriormente (figura 2), obteve um maior percentual de viabilidade, cerca de 100 %, comparado aos grupos que foram submetidos ao processo de purificação, o qual se mostraram com uma viabilidade em aproximadamente 45 %. Asami et al (2023) [3] mostrou que o látex sem centrifugação e sem purificações obtiveram uma viabilidade celular cerca de 110% enquanto que o látex centrifugado e o látex purificado 6 vezes obtiveram uma viabilidade de 43-45 %. Estudos de Mendonça et al (2009) [4] mostraram que a fração sérica o qual contém as proteínas do látex apresentam efeito angiogênicos, assim como aumentam o metabolismo celular indicando uma maior atividade biológica[5].

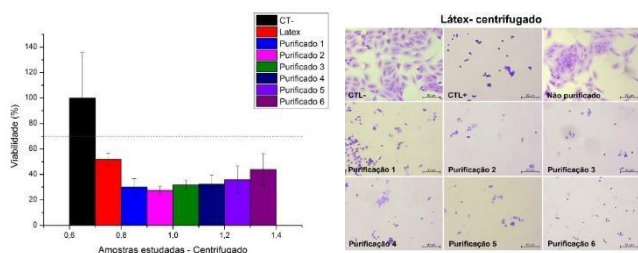


Figura 1. Gráfico e imagem (por CV) da citotoxicidade do látex centrifugado.

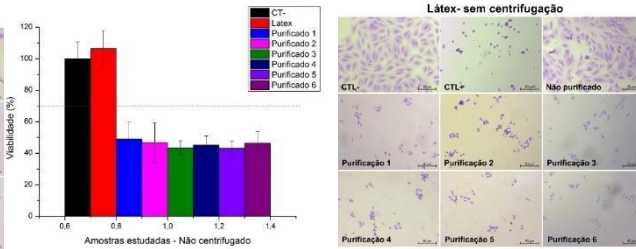


Figura 2. Gráfico e imagem (por CV) da citotoxicidade do látex não centrifugado.

4. Referências

- [1] Guerra, N. B., et al. Materials Science and Engineering: C, 126, 1-18, 2021.
- [2] Ferreira, M., et al. Brazilian Journal of Physics, 39,3, 565-569, 2009.
- [3] Asami, J., et al. International Journal of Biological Macromolecules, 253, 126782, 2023.
- [4] Mendonça R.J., et al. Braz. J. Phys. 39 (3), 564-569, 2009.
- [5] Kerche-Silva, L.E., et al. Regen. Biomater. 303-317, 2018.

*Autor correspondente: jessicaasami@gmail.com



**ESTRUTURA E PROPRIEDADE MECÂNICA DE FILMES DE
AMIDO HIDROXIPROPILADO**

Henrique S. M. LOPES¹², Daniel KOMATSU²³, Alain DUFRESNE⁴, Aparecido Junior
de MENEZES¹

¹ Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Sorocaba, SP

² Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales (Fatec), Sorocaba,
SP

³ Pontifícia Universidade Católica (PUC), Sorocaba, SP

⁴ Institut Polytechnique de Grenoble, Grenoble, FR

1. Introdução

A hidroxipropilação tem sido amplamente estudada como uma forma de modificação química de carboidratos e para obtenção de polióis a base de biomassa lignocelulósica. Neste trabalho, estuda-se a formação de filmes de amido hidroxipropilado com intuito de diminuir a absorção de umidade e retardar sua retrogradação, devido a presença dos grupamentos hidroxipropílicos volumosos na cadeia de amido [1,2].

2. Materiais e Métodos

Amido de mandioca gelatinizado foi obtido através da reação de hidroxipropilação realizada em reator autoclave com temperaturas variáveis de 115 e 135 °C e razões molares de 0,4 e 0,8 [OP/OH_{amido}]. As análises de difração de raios-X (DRX) foram realizadas em um X'Pert Pro MPD da PANalytical, de 5 a 50°, com comprimento de onda de 1,5418 angströms pelo laboratório CTMC – CERMAV-CNRS. Os ensaios de tração de filmes foram realizados em um equipamento Instron modelo 5165, sob velocidade de 5 mm/min no laboratório LGP2 – PAGORA.

3. Resultados e Discussão

Resultados anteriores demonstraram que o amido foi gelatinizado durante a reação relacionada ao aquecimento e à presença de óxido de propileno, que agiu como plastificante para as cadeias do amido. Os resultados de DRX mostram que os filmes de amido hidroxipropilados apresentaram início de retrogradação antes que a amostra controle de amido nativo. Entretanto, as propriedades mecânicas obtidas demonstram que a modificação realizada promoveu maior plastificação do material, através de valores de alongação na ruptura significativamente maiores.

4. Referencias

- (1) H.S.M. Lopes, G.H.M. Oliveira, S.I. Talabi, A.A. Lucas. Production of thermoplastic starch and poly (butylene adipate-co- terephthalate) films assisted by solid-state shear pulverization. Carbohydrate Polymers, Volume 258, 2021, 117732, ISSN 0144-8617, <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2021.117732>.
- (2) A. J. de Menezes; D. Pasquini; A. A. S. Curvelo; A. Gandini. Biomacromolecules 2007, 8, 7. 10. <https://doi.org/10.21/bm070389j>

Agradecimentos

Os autores gostariam de agradecer à CAPES (001) e à FAPESP (11062-6) pelo financiamento concedido e ao Grenoble-INP pela utilização de sua estrutura.



MEMBRANA ROTOFIADA À BASE DE POLI (E-CAPROLACTONA), HIDROXIAPATITA E NANOPARTÍCULAS DE PRATA

Gabriella M. Alves^{1*}, Daniel Komatsu², Cecília A. C. Zavaglia³, Felipe Zavaglia³, Cleudmar Amaral de Araújo⁴, Stella Aparecida de Andrade Pinto^{5,6}, Marco V. Chaud⁷, Eliana A. R. Duek^{1,2,3}

¹Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos, SP

²Pontifícia Católica Universidade de São Paulo (PUC), Sorocaba, SP

³Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP

⁴Universidade Federal de Uberlândia, Centro de Ciências Exatas e Tecnologia, Centro de Projetos e Sistemas Mecânicos, Uberlândia, MG

⁵Faculdade São Leopoldo Mandic, Campinas, SP

⁶Fundação Herminio Ometto (FHO), Araras, SP,

⁷Laboratório de Biomateriais e Nanotecnologia - UNISO. Sorocaba, SP

1. Introdução

Os polímeros são excelentes candidatos para o desenvolvimento de uma membrana com características bactericidas/viricidas. A poli(e-caprolactona) (PCL) possui propriedades que favorecem a utilização da técnica física (*Rotary jet spinning*) para obtenção de fibras poliméricas [1]. A fiação a jato rotativo é uma técnica física de obtenção de fibras poliméricas em escalas micrométricas e nanométricas. Esta técnica destaca-se como alternativa à eletrofiação, por obter fibras sem depender da condutividade da solução. Portanto, é uma técnica versátil onde são utilizadas emulsões ou suspensões poliméricas. Além disso, a técnica de fiação a jato rotativo apresenta uma taxa de produção superior em relação à eletrofiação [2]. A hidroxiapatita (HAp) tem sido amplamente utilizada como cerâmica biocompatível em diversas áreas da medicina, mas principalmente para contato com tecido ósseo, devido à sua semelhança com o mineral ósseo. Finalmente, para adicionar características bactericidas à membrana rotativa a jato, nanopartículas de prata (AgNP) foram pulverizadas na superfície da membrana rotativa a jato.

2. Materiais e Métodos

A solução de PCL foi preparada adicionando 3g de PCL em 16 ml de clorofórmio. Após a solubilização do PCL foram adicionados 1%, 2%, 4% e 8% de HAp (peso de HAp/peso de PCL) e as membranas de PCL foram obtidas por rotação a jato rotativo. As soluções foram despejadas no reservatório e mantidas girando a 3.500 rpm. Após a obtenção das membranas rotativas a jato, o AgNP foi pulverizado em sua superfície usando o método de pulverização. Posteriormente, as amostras foram submetidas às análises de FTIR e MEV. Na análise foi realizada na superfície da fibra. As imagens foram obtidas em microscópio eletrônico JEOL, modelo JSM – IT 200. Foi utilizada tensão de 3,0 kV. Na análise FTIR, as amostras de PCL rotospun, hidroxiapatita pura e prata nanopartículas foram analisadas em espectrofotômetro modelo Spectrum 65 (Perkin Elmer), em ATR módulo, cada amostra foi escaneada 64 vezes no espectro de absorção de 4500 - 500 cm⁻¹. Microscopia eletrônica de varredura (MEV) foi realizada na superfície da fibra. As imagens foram tiradas utilizando microscópio eletrônico JEOL, modelo JSM – IT 200. Foi utilizada tensão de 3,0 kV.

3. Resultados e Discussão

Nos espectros de FTIR da membrana giratória a jato rotativo com diferentes concentrações de HAp e AgNP. A amostra de membrana PCL pura apresenta banda de absorção em 2.940 cm⁻¹ e 2.860 cm⁻¹ correspondentes às vibrações de estiramento assimétrico e simétrico de o grupo CH₂, respectivamente. A banda de absorção em 1720 cm⁻¹ corresponde ao estiramento vibração da ligação carboxílica (–C = O). A banda de absorção em 1240 cm⁻¹ corresponde a alongamento assimétrico da ligação C – O – C, a banda de absorção em 1170 cm⁻¹ corresponde a alongamento simétrico da ligação C – O – C. Além disso, as bandas em 1460 cm⁻¹ e 1370 cm⁻¹ são devido à flexão –CH de –CH₃ (simétrica) e vibrações de flexão no OH, respectivamente. Após impregnar AgNP na superfície das membranas PCL+HAp, os espectros mostraram alterações nas intensidades da banda de absorção. Neste caso observou-se que a banda de absorção em 2946 cm⁻¹ (alongamento assimétrico do grupo CH₂) e 2863 cm⁻¹ (no alongamento simétrico do grupo CH₂ grupo) apresentou redução na intensidade. Além destes, a banda de absorção em 1726 cm⁻¹ (alongamento da ligação carboxílica (–C = O)) e 1167 cm⁻¹ (alongamento simétrico da ligação C – O – C) também mostrou uma redução na intensidade. Assim, a redução na intensidade da banda de absorção pode ser relacionada à mudança no perfil de vibração dessas ligações, devido à presença de AgNP. No MEV mostra imagem de membranas giratórias a jato. Num aumento de 43x, foi possível observar um alargamento ao longo do fio, no formato oval, é observado para todas as amostras. Com o aumento e concentração de HAp, a quantidade desta forma oval nas membranas rotativas a jato aumenta. Isto pode acontecer devido à dificuldade das cadeias poliméricas fluírem durante a rotação do jato rotativo. No aumento de 250x, é possível observar que o aumento na concentração de HAp torna a superfície da fibra mais áspera e com maior presença de buracos. Neste caso, durante a saída da solução PCL do orifício capilar o HAp partículas podem perfurar a superfície do polímero e alojar-se dentro do fio formado. Depois de pulverizar a AgNP na superfície da membrana, a presença de AgNP não altera a morfologia das membranas (PCL + HAp).

4. Referências

- [1] ANDRADE, P. F. Preparação e caracterização de nanopartículas de prata e de nanocompósitos poliméricos antimicrobianos. 2013. 182 f. Tese (Doutorado em ciências) – Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2013.
- [2] BADROSSAMAY, a,b,1, Engineering hybrid polymer-protein super-aligned nanofibers via rotary jet Biomaterials, v. 35, <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2013.12.072> .

Agradecimentos

Ao CNPq pela concessão da bolsa de iniciação científica.



ESTUDO DA INCORPORAÇÃO DA PRÓPOLIS EM MEMBRANA DE CELULOSE BACTERIANA DA KOMBUCHA E SUA CINÉTICA DE LIBERAÇÃO

Evelin T. B. Serpa^{1*}, Maíra de Lourdes Rezende¹

¹Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales – Fatec Sorocaba, Sorocaba – SP

1. Introdução

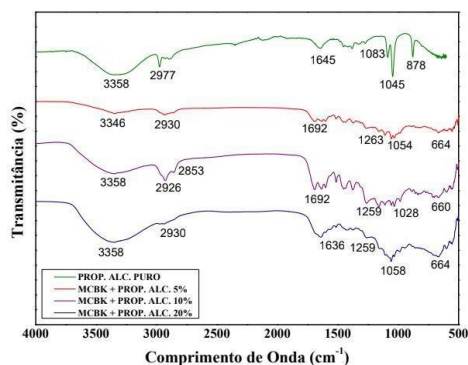
O chá de Kombucha é uma bebida obtida a partir de uma cultura simbiótica de bactérias do gênero *Gluconacetobacter*, as quais durante o período de fermentação são capazes de produzir a chamada celulose bacteriana (CB), um biopolímero isento de lignina e hemicelulose que além de ser biodegradável, atóxica e biocompatível, tem sido pouco explorado na literatura^[1]. O objetivo desse trabalho consiste em determinar uma metodologia de incorporação de diferentes concentrações de extrato de própolis alcoólico para fins terapêuticos, considerando que a literatura demonstra que a própolis apresenta ação bactericida, anti-inflamatória. Por meio das análises de Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) e pela cinética de liberação (Uv-Vis), foi possível observar que as membranas de celulose bacteriana (MCBK) tiveram uma boa interação física com a incorporação do extrato de própolis alcoólico, conclui-se que as membranas obtidas podem ser utilizadas para fins terapêuticos, embora tenham apresentado uma taxa de liberação do fármaco reduzida.

2. Materiais e Métodos

Utilizou-se a MCBK, a qual foi obtida a partir de um meio composto de folhas de chá preto, sacarose, água destilada e o SCOBY, fermentando a temperatura ambiente por 14 dias. As membranas obtidas foram purificadas com NaOH e em seguida, imersas nas soluções de própolis alcoólico por 72h em temperatura ambiente. As membranas foram caracterizadas por FTIR e a cinética de liberação da própolis foi determinada por meio do Uv-Vis.

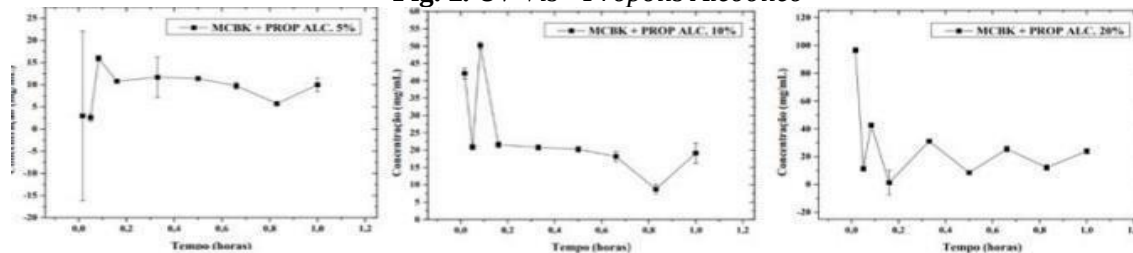
3. Resultados e Discussão

Fig. 1. FTIR da MCBK com diferentes concentrações de própolis



É possível verificar que a PROP ALC. apresentou bandas características em torno de 3358 cm⁻¹, as quais se referem a estiramento característico de hidrogênio ligado ao grupo hidroxila (O-H), típicos de compostos fenólicos. Observou-se também em 2977, 2930, 2926 e 2853 cm⁻¹ bandas correspondentes a estiramento simétrico de CH₃ e a estiramento assimétrico de CH₂. Tais picos estão associados a remanescentes de ceras. As bandas em 1645 e 1692 cm⁻¹ correspondem aos alongamentos C=C do anel aromático, enquanto as bandas 1083 e 1054 cm⁻¹ foram atribuídas a estiramento da ligação C-O-C de éter aromático e a presença das bandas em 878 cm⁻¹ foram relacionadas aos grupos funcionais pertencentes aos álcoois primários e secundário.^[2]

Fig. 2. Uv-Vis - Própolis Alcoólico



Observou-se que a liberação do fármaco na MCBK ocorreu entre 1 e 2 horas. A membrana contendo 5% de própolis alcoólico, em comparação com as outras amostras, apresenta certa estabilidade, a qual se deve ao meio alcoólico. Além disso os elevados picos de liberação que ocorrem nas membranas de diferentes concentrações, podem ser valiosos em um sistema de distribuição, já que proporcionam uma liberação rápida. Na literatura é relatado que a MCBK tem uma organização tridimensional complexa, o que provavelmente tornará o percurso de difusão do fármaco tortuoso, o que pode justificar a redução da taxa de liberação, como observado nos gráficos.^[3]

4. Referências

- [1] SAMPAIO, W. C. et al. *Revista de Ciências Sociais*, (25), 35-35. 2018.
- [2] CAMPOS, J.V. *Mestrado em Biotecnologia*. UFSCAR. 2017.
- [3] ZANOTI, M. D. Membranas de Celulose Bacteriana com anti-inflamatório Ibuprofeno para o tratamento de feridas. 2017



NANOMATERIAIS BASEADOS EM QUITOSANA PARA ENCAPSULAMENTO DE AZUL DE METILENO

Eliane Merklein^{1*}, Rafael Augusto Franco¹, Amanda de S M de Freitas¹, Marystela Ferreira¹

¹ Universidade Federal de São Carlos/UFSCar, Sorocaba, SP

Introdução

Nanomateriais à base de quitosana para a remoção de corantes são uma alternativa sustentável e eficaz. Diante às propriedades da quitosana, utilizar a adsorção como método de remoção de corantes em meio hídrico, tem sido bastante vantajoso, pois além de ser economicamente viável, apresenta eficiência de remoção e não produz resíduos tóxicos[1]. Estudos sobre adsorção de corantes a partir da quitosana em sua maioria tem se destacado na área de fármacos [2], o que torna este estudo diferenciado ao trabalhar com nanomateriais a partir da quitosana para aplicação ambiental. O presente estudo está em desenvolvimento e objetiva investigar a possibilidade de encapsular o corante azul de metileno (BM) em nanoquitosana (NCS) para submetê-lo à fotodegradação e espera poder contribuir como uma alternativa mais sustentáveis para a remoção e descarte de corantes em água.

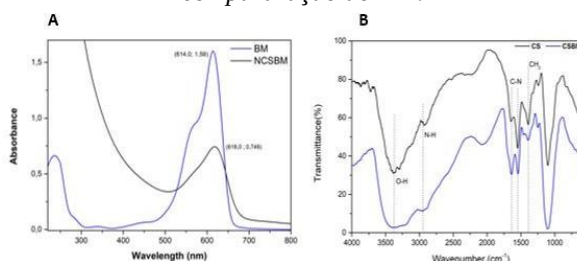
Materiais e Métodos

Reagentes: Quitosana P.A, 90% (Êxodo Científica); Ácido Metacrílico (NEON); Persulfato de Potássio P.A (Êxodo Científica) e Methylene blue (Sigma-Aldrich). A síntese de NCS e nanoquitosanas com azul de metileno (NCSBM) ocorreu através do método top-down, utilizando a técnica de polimerização radicalar [3] e [4] com adaptações. A quitosana (0,3%) foi protonada em solução de ácido metacrílico (0,9%) sob agitação por 16 horas. Seguida da adição de solução estoque de BM (0,1%) resultando em uma concentração final de 0,001%, sob agitação e aquecimento até 70°C, onde foi adicionado persulfato de potássio (0,05%) para iniciar a polimerização das NCSBM. A solução foi mantida sob agitação (700 rpm) e temperatura entre 70°C por aproximadamente 20 a 30 minutos, seguida de banho de gelo entre 30 a 60 minutos. A caracterização foi por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR); espectrometria UV-vis; espalhamento de luz dinâmico (DLS).

Resultados e Discussão

A análise DLS, confirmou a síntese das NCS e NCSBM em 71,86 nm e 84,42 nm, polidispersividade 0,1 e potencial zeta 20 mV. Tais resultados indicam homogeneidade das amostras e boa estabilidade coloidal das partículas, evidenciando que o corante não afetou significativamente a homogeneidade nem a estabilidade coloidal das NCS. A análise UV-vis de NCSBM comparado a BM (figura 1A) evidencia um deslocamento da banda de absorção do BM em comprimentos de onda diferentes, indicando interação entre o BM e NCS, resultado de mudança nas propriedades ópticas do composto, onde tal mudança pode corresponder ao encapsulamento da molécula BM pela NCS. Com a análise de FTIR de NCSBM (figura 1B) observa-se alterações nas bandas de absorção correspondentes aos grupos funcionais da NCS e do BM, indicando interação entre os dois compostos, que podem estar relacionadas à encapsulação da molécula do corante (BM) pela NCS.

Fig. 1 . (A) Resultado UV-vis da NCSBM em comparação ao BM. (B) Resultado FTIR da NCSBM em comparação ao BM.



Referências

- [1] Budnyak, T. M. et al. Methylene Blue dye sorption by hybrid materials from technical lignins, Journal of Environmental Chemical Engineering, Volume 6, Issue 4, 2018, Pages 4997-5007, ISSN 2213-3437, <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.07.041>
- [2] Zhang Y, Shi D, Wang W, Li W, Li W, Zhao L, Ma L, Peng Z, Sun X, Yang C. Injectable hydrogels embedded with chitosan nanoparticles coated with hyaluronic acid for sequential release of dual drugs. Int J Biol Macromol. 2024 Jan;256(Pt 2):128527. doi: 10.1016/j.ijbiomac.2023.128527
- [3] HU, Y. et al. Synthesis and characterization of Chitosan-poly(acrylic acid) nanoparticles. Biomaterials, v. 23, n. 15, p. 3193–3201, 2002.
- [4] Moura, M. R.; Aquada, F. A.; Mattoso, L. H. C. Preparation of chitosan nanoparticles using methacrylic acid. Journal of Colloid and Interface Science, v. 321, n. 2, p. 477–483, 2008.

Agradecimentos

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPQ (141225/2023-8).
Fundação de Amparo a Pesquisa do Estado de São Paulo – FAPESP (2023/06505-9).



ESTUDO REOLÓGICO E ESTRUTURAL DE AGREGADOS DE SAL DE BILE/NANOCELULOSE

Davi Siqueira da Silva de Souza ^{1*}, Vinícius Augusto Peixoto Tartare ¹, Giovana Cristina Zambuzi ¹, Brenda da Silva Bega ¹, Kelly Roberta Francisco ¹

¹ Laboratório de Estruturas Supramoleculares e Superfícies (LabES²), Universidade Federal de São Carlos - UFSCar, Araras, SP

1. Introdução

Sais de bile, como o deoxicolato de sódio (NaDC), são biossurfactantes que, em concentrações acima da concentração micelar crítica (cmc), formam autoagregados espontaneamente em meio aquoso, dirigidos por interações hidrofóbicas ^[1,2]. Esses sistemas geralmente exibem pronunciada viscoelasticidade a qual pode ser modulada conforme a adição de outras moléculas ^[1,2], como nanocristais de celulose (CNC) ou nanofibrilas de celulose (CNF), levadas por alterações na morfologia dos agregados devido às interações intermoleculares entre as micelas do sal de bile e as partículas de nanocelulose. Diferentes estruturas entre sal de bile e diferentes nanoceluloses são promissoras para a formação e modulação de modificadores reológicos a serem aplicados na indústria de cosméticos e de tintas, por exemplo.

2. Materiais e Métodos

Solução de 50 mM de NaDC foi misturada com 4,8 g L⁻¹ de CNC ou CNF em meio aquoso e os sistemas formados, NaDC/CNC e NaDC/CNF, foram investigados utilizando as técnicas de reologia e espalhamento de raios-X à baixo ângulo (SAXS) para estudo da influência da nanocelulose sobre a viscoelasticidade e morfologia dos agregados formados.

3. Resultados e Discussão

Os agregados de NaDC/nanocelulose são mais estruturados do que as dispersões de nanocelulose puras e solução de NaDC, tendo em vista que os valores de η_0 (viscosidade de repouso) são superiores no primeiro caso. O sistema NaDC/CNF é cerca de 468 vezes mais estruturado do que o NaDC/CNC, tendo em vista os valores de η_0 iguais a 1993 Pas e 4,255 Pas, respectivamente, sugerindo maior entrelaçamento entre os agregados em NaDC/CNF (regime de concentração semidiluído). A relação dos parâmetros reológicos G' (módulo de armazenamento) e G'' (módulo de perda) conforme oscilação de frequência confirmaram maior viscoelasticidade dos agregados de NaDC/CNF, em comparação aos de NaDC/CNC (Fig. 1) e a curvas de G' e G'' em NaDC/CNF se assemelham a de géis, uma vez que os módulos são independentes da frequência numa ampla faixa ($10^{-2} < \text{Hz} < 10^1$) ^[3]. As curvas de SAXS (Fig. 2) elucidaram a formação de agregados alongados e cilíndricos em NaDC/CNF ($\alpha = -1,91$), conferindo alta viscoelasticidade e curvas reológicas semelhantes a géis, em comparação a estruturas mais esféricas em NaDC/CNC ($\alpha = -2,20$).

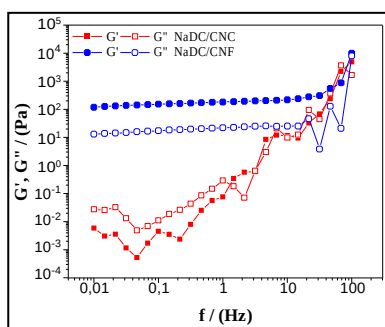


Fig. 1 - Ensaio dinâmico das dispersões. Símbolos cheios representam G' e os vazados G'' .

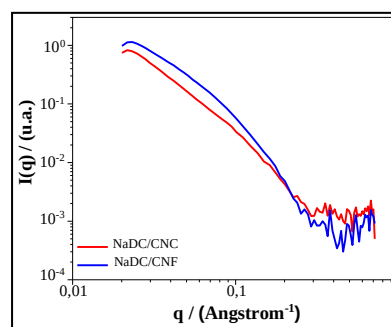


Fig. 2 – Curva SAXS para os sistemas de NaDC/CNC e NaDC/CNF.

4. Referências

- [1] CHEN, Y. *et al.* **Journal of Colloid and Interface Science**, v. 608, p. 405-415, 2022;
- [2] MUKHERJEE, B. *et al.* **RSC Advances**, v. 6, n. 3, p. 1769-1781, 2016;
- [3] GOODWIN J. W., HUGHES R. W. **Rheology for chemists: An introduction**. The Royal Society of Chemistry, London, 2000.

Agradecimentos

À CAPES e FAPESP pelo auxílio financeiro e aos Professores Edvaldo Sabadini, Camila Rezende e Cristiano Oliveira pela colaboração.

**INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DE CLORETO DE CÁLCIO E TEMPO NA
FORMAÇÃO DE CÁPSULAS DE ALGINATO EM SEMENTES DE SOLANUM LYCOPERSICUM L.**

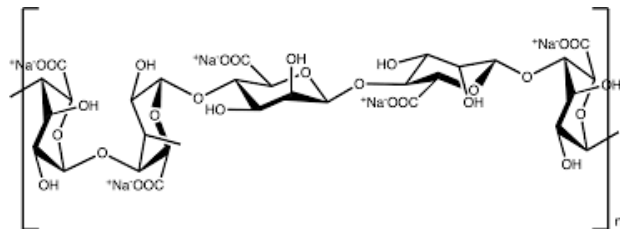
Danieli Bianca Justo Dona¹, Felipe B. Dutra²

¹ Programa de Pós Graduação em Ciências dos Materiais- UFSCar , Sorocaba SP
² Programa de Pós-graduação em Planejamento e Uso de Recursos Renováveis - UFSCar , Sorocaba SP

1. Introdução

O revestimento de sementes com biopolímeros é uma técnica que propicia o aumento da durabilidade das sementes, bem como facilita o manejo e plantio de sementes muito pequenas, uma vez que ocasiona no aumento de massa e diâmetro destas. O objetivo do presente trabalho consistiu no revestimento de sementes agrícolas de tomate (*Solanum lycopersicum*) com hidrogel de Alginato de Sódio por mecanismo de reticulação ionotrópica com íons Ca⁺², através da técnica de gotejamento.

Figura 1: Fórmula estrutural do alginato de sódio



2. Materiais e Métodos

Para a formação das cápsulas de alginato, foram definidas três concentrações de Cloreto de Calcio (10%, 15% e 20%) e três tempos de reticulação (30 minutos; 1 hora; 1h e 30 minutos) totalizando 9 tratamentos mais o controle. Após a formação das cápsulas de alginato, foram coletadas o diâmetro (mm) e peso (g) e calculadas as médias e desvio padrão. Os dados referentes ao diâmetro e peso foram avaliados estatisticamente pelo teste de Shapiro-Wilk e comparados pelo teste ANOVA de uma via e pelo pós teste Tukey (p < 0,05), pelo programa R (R Core Team, 2021).

3. Resultados e Discussão

A menor concentração de CaCl₂ e maior tempo de reticulação (T4) apresentou valor médio superior no diâmetro e no peso (Tabela 1) das cápsulas de alginato, com diferenças significativas entre os tratamentos com maior concentração de CaCl₂ (F=20,9, df=36,55, p=7,236 E-12) independente do tempo de reticulação.

Tabela 1. Média, desvio padrão e coeficiente de variação (CV) na formação das cápsulas de alginato nas diferentes concentrações e tempo na concentração de CaCl₂

	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T7	T8	T9	T10
Diâmetro (mm)										
Média	2,52	2,51	1,49	3,15	3,13	2,48	1,79	2,41	2,66	2,48
Desvio	0,12	0,09	0,08	0,13	0,11	0,17	0,16	0,14	0,20	0,09
CV	14,6	11,7	17,7	12,8	11,3	21,6	28,6	18,0	23,9	11,8
Peso (g)										
Média	0,004	0,018	0,009	0,036	0,037	0,026	0,025	0,016	0,031	0,014
Desvio	0,0001	0,0012	0,0002	0,0047	0,0017	0,0058	0,0035	0,0015	0,0066	0,0012
CV	12,1	20,9	7,5	41,1	14,9	70,5	43,2	28,8	67,2	25,5

T1:Controle T2:10%CaCl₂ e 30 min. T3:10%CaCl₂ e 1hora. T4:10%CaCl₂ e 1hora/30 min. T5:15%CaCl₂ e 30 min. T6:15%CaCl₂ e 1hora. T7:15%CaCl₂ e 1hora/30 min. T8:20%CaCl₂ e 30 min. T9:20%CaCl₂ e 1hora. T10:20%CaCl₂ e 1hora/30 min.

Agradecimentos

Ao Laboratório de Sementes e Mudaz (LASEM) da UFSCar por possibilitar a realização do trabalho.

¹ danielidona@estudante.ufscar.br



**AVANÇOS EM NANOCOMPÓSITOS:
NANOFIBRILA DE CELULOSE COM GRAFENO
FUNCIONALIZADO**

David Rodrigues Gomes^{1*}, Lucas Repecka Alves², Giovanni Miraveti Carriello²,
Guilherme Manassés Pegoraro², e Marcus Felipe de Jesus Barros²

¹ Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales, Sorocaba, São Paulo

² Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, Universidade
Federal de São Carlos, Sorocaba, São Paulo

1. Introdução

As pesquisas dos materiais nanocompósitos crescem em pesquisas para materiais mais duráveis, fortes e multifuncionais [1]. As nanofibrilas de celulose (NFCs) são encontradas facilmente em fungos, vegetais, algas e urocordados. As quais possuem muitas boas propriedades, dentro elas a biodegradabilidade, seu baixo custo, biocompatibilidade, térmicas, mecânicas, óticas, reológicas, dentre outras propriedades. Além de ser um material renovável, outras aplicações são as baterias, sensores, adesivos, curativos e membranas filtrantes [1]. O grafeno vem de uma forma alotrópica do carbono e tem sido de grande interesse das pesquisas dos cientistas, por conta de suas boas propriedades físico-químicas. O grafeno funcionalizado (GF), é processado por solventes com montagem camada por camada, com ação mecânica por rotação e filtração, e é uma excelente carga para mudanças de propriedades térmicas e elétricas [2].

2. Materiais e Métodos

Para síntese das celulosas compostas, foi realizado um planejamento fatorial de 2², onde a base está relacionada aos níveis superior e inferiores e as duas variáveis trata-se da quantidade de GF e o tempo de reação, sendo a temperatura de 50°C uma constante na reação. Com o exposto, o presente estudo, tem como objetivo, adicionar GF à matriz celulósica, e posteriormente analisar as suas propriedades físico-químicas, visando o aumento de condutividade elétrica. Os métodos utilizados para caracterizar as amostras e propriedades das NFCs controle e compostas com GF foram: Espectroscopia de Infravermelho Transformada de Fourier (FTIR), Termogravimetria (TG), Difração de Raio-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

3. Resultados e Discussões

Com a análise de Difração de Raio-X (DRX), foi possível avaliar a formação de um material bifásico, caracterizando-o como um compósito. Por meio da técnica de Espectroscopia Transformada de Fourier (FTIR) foi possível notar as bandas típicas para a NFCs, e também os picos pertinentes do GF, grupos éteres (-O-), carbonilas (C=O) e hidroxilas (OH). Visando compreender as propriedades térmicas, foi utilizada a técnica de Termogravimetria (TG), a qual apontou um comportamento térmico distinto para as amostras 2 e 4, com maiores quantidades de grafeno em sua composição. Através do MEV, notou-se que a adição do GF à matriz das NFCs foi bem sucedida, dado que o material conseguiu com sucesso penetrar na morfologia da NFC.

4. Referências

- [1] Barros, M. F. J. (2022). *Funcionalização química de nanofibrilas de celulose com haleto orgânico e hidrogenossulfato*. <https://repositorio.ufscar.br/handle/ufscar/17286>
- [2] Ramanathan, T., et al. (2008). Functionalized graphene sheets for polymer nanocomposites. *Nature nanotechnology* 3(6): 327-331. <https://doi.org/10.1038/nnano.2008.96>.

Agradecimentos:

Aos docentes da FATEC Sorocaba, pela difusão do conhecimento.

*Autor correspondente: gomes.davidrog@gmail.com



DESEMPENHO APRIMORADO: O BENEFÍCIO DA ADIÇÃO DE CaCO_3 NAS PROPRIEDADES TÉRMICAS DA ESPUMA FLEXÍVEIS DE POLIURETANO

David Rodrigues Gomes^{1*}, Lucas Repecka Alves², Giovanni Miraveti Carriello²,
Guilherme Manassés Pegoraro², Marcus Felipe de Jesus Barros² and Daniel Komatsu¹

¹ Faculdade de Tecnologia José Crespo Gonzales, Sorocaba, São Paulo

² Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, Universidade
Federal de São Carlos, Sorocaba, São Paulo

1. Introdução

O CaCO_3 , que compreende 4% da crosta terrestre e é um dos materiais inorgânicos mais comuns, é extraído de rochas como calcários e é amplamente utilizado na indústria de polímeros para aprimorar as propriedades dos materiais [1]. Por ser um aditivo mineral, o CaCO_3 não apresenta problemas para a saúde dos trabalhadores envolvidos em sua manipulação durante a fabricação, nem para os consumidores finais que o utilizam, mantendo a estabilidade desde a produção até o uso final [2].

O principal ramo na indústria do poliuretano (PU) é o das espumas, tanto flexíveis na indústria moveleira, quanto a rígida em estruturas e isolamentos térmicos. Esse polímero tem uma ampla variedade de aplicações, incluindo adesivos, revestimentos, vernizes e elastômeros. O poliuretano, um composto polimérico formado por isocianato ($-\text{N}=\text{C}=\text{O}$) e poliálcool ($-\text{OH}$), é um material versátil e a adição de cargas durante a síntese pode conferir características específicas [3].

2. Materiais e Métodos

Com o intuito de melhorar as propriedades térmicas da espuma, foram incorporadas cargas de CaCO_3 em concentrações de 0%, 12,5%, 25%, 37,5% e 50% durante a síntese do poliuretano. As amostras de PU foram sintetizadas utilizando o método "one shot", no qual o isocianato e o poliálcool foram reagidos [4]. Os métodos utilizados para caracterizar as amostras e propriedades das espumas controle e compostas foram Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC), Espectroscopia de Infravermelho Transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raios-X (DRX) e Microscopia Óptica (MO).

3. Resultados e Discussões

Os resultados alcançados revelaram um deslocamento das temperaturas de transição vítrea do material (T_g) para valores superiores, indicando uma maior mobilidade das cadeias poliméricas. Além disso, observou-se um aumento na temperatura de decomposição, conforme determinado pela técnica de calorimetria exploratória diferencial (DSC). A análise por espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) confirmou a eficácia da síntese do material, evidenciada pela presença das características bandas das espumas de PU.

A adição de CaCO_3 resultou na identificação de duas fases, sugerindo alterações na cristalinidade do material, conforme evidenciado pela análise de difração de raios-X (DRX). Além disso, a análise por microscopia óptica (MO) revelou alterações significativas na morfologia das espumas devido à incorporação de CaCO_3 .

4. Referências

- [1] Gonçalves, A. S., Gerardo, C. F., França, S. C. A., Bastos, D. C., Santos, S. F. (2020). Compósitos de madeira plástica/carga inorgânica: influência do tipo de carga. *Revista Univap*, 26(51), 108–119. <https://doi.org/10.18066/revistaunivap.v26i51.2430>.
- [2] Hu, N., Tang, E., Chang, D., Liu, S., Chu, X., Xing, X., Liu, X. (2021). Modification of CaCO_3 nanoparticle by styrene-acrylic polymer emulsion spraying and its application in polypropylene material. *Powder Technology*, 394, 83–91. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2021.08.046>.
- [3] Alves, L. R., Carriello, G. M., Pegoraro, G. M., Fernandes Filho, J. (2021). A utilização de óleos vegetais como fonte de polióis para a síntese de poliuretano: uma revisão. *Disciplinarum Scientia | Naturais e Tecnológicas*, 22(1), 99-118. <https://doi.org/10.37779/nt.v22i1.3711>.
- [4] – Santin, C. K., Petró, F. (2022). Desenvolvimento e caracterização de espuma poliuretânica à base de Difenilmetano diisocianato (MDI) e óleo de linhaça (*Linum usitatissimum* L.). *Revista Liberato*, 23 (39), 77-88. <https://doi.org/10.31514/rliberato.2022v23n39.p77>

Agradecimentos:

Aos docentes da FATEC Sorocaba, pela difusão do conhecimento.

DEVELOPMENT OF CO-ELECTROSPUN MEMBRANE COMPOSED POLY(L-CO-D,L-LACTIC ACID) AND NATURAL RUBBER WITH POTENTIAL APPLICATION IN DERMAL DRESSING

Bruna V. Quevedo^{1*}, Marcelo Formigoni Pinto², Daniel Komatsu³, Eliana Aparecida de Rezende Duek^{1,2,3}

¹Post-Graduation Program in Materials Science (PPGCM), Federal University of São Carlos (UFSCar), Sorocaba, SP

²Mechanical Engineering Faculty (FEM), State University of Campinas (UNICAMP), Campinas, SP

³Laboratory of Biomaterials, Faculty of Medical Science and Health (FCMS), Pontifical Catholic University of São Paulo (PUC-SP), Sorocaba, SP

1. Introduction

Wound healing poses a global challenge for the healthcare system. Given this, there is a growing demand for innovative alternatives to treat this condition. The co-electrospinning technique emerges as a promising solution, enabling the production of porous membranes composed natural and synthetic polymers. These membranes possess unique functions and adjustable mechanical properties that aid in the tissue healing process. In this context, this study aims to investigate the physicochemical properties of membranes composed of poly(L-co-D,L-lactic acid) (PLDLA) co-electrospun with different concentrations of natural rubber (NR).

2. Materials e Methods

Solutions containing 10% PLDLA (w/v) and 1.5%, 2.0%, and 2.5% NR (w/v) were prepared separately in chloroform. The solutions were transferred to syringes and attached to infusion pumps. Next, the solutions were subjected to the co-electrospinning process (simultaneous electrospinning) under fixed parameters of an electrical voltage of 15.31 kV and a flow rate of 0.1 mL/minute. The co-electrospun fibers were deposited onto a rotating aluminum collector at a speed of 99 rpm. The obtained samples were analyzed using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), Scanning Electron Microscopy (SEM), and Contact Angle Analysis.

3. Resultados e Discussão

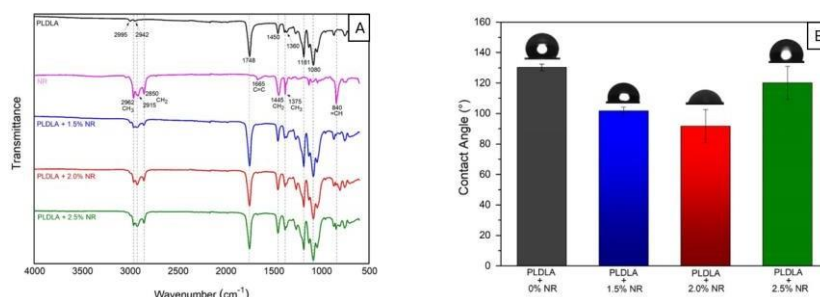


Fig.1- A. FTIR spectra and B. contact angle of PLDLA, NR, and PLDLA co-electrospun with different concentrations of NR (1.5, 2.0, and 2.5 %).

The FTIR spectrum of the co-electrospun membrane exhibited the main bands of PLDLA and NR. The sum of these main bands indicates only a physical interaction between both polymers at all investigated concentrations. SEM analysis revealed that all morphologically analyzed samples exhibited a predominance of porosity on the fiber surface, with no presence of defects associated with the beds. The presence of pores provides a larger surface area for the fibers, which is beneficial for biomedical applications as it can aid in cell adhesion, migration, and proliferation [2]. Co-electrospinning of different concentrations of NR with PLDLA resulted in a decrease in the contact angle. This may be associated with the presence of NR in the membrane, as well as its morphology. However, the samples composed of PLDLA and NR exhibited moderate hydrophobicity. The interaction of hydrophobic fibrous surfaces in contact with blood can promote the formation of fibrin [1]. These characteristics help control excessive bleeding, in addition to preventing bacterial attachment. Taken together, these findings highlight the potential of PLDLA and NR co-electrospun membranes as promising candidates for formulating biomaterials for applications such as dermal dressings.

4. References

- [1] Y. Yang, Y. Du, J. Zhang, H. Zhang, B. Guo, *Adv. Fiber Mater.*, 2022, 4, 1027-1057.
- [2] P. Muniyandi, V. Palaninathan, S. Veerananarayanan, M. X. Mohamed, *Polymers*, 2020, 12, 451.



ESTUDO E CARACTERIZAÇÃO DE ARCABOUÇO 3D À BASE DE FIBROÍNA DA SEDA/PLDLA/SIN VASTATINA VISANDO REPARO ÓSSEO

Bianca S. L. Antunes^{1*}, Jéssica Asami³, Moema Hausen², Daniel Komatsu², Eliana A. R. Duek^{1,2,3}

¹Universidade Federal de São Carlos (UFSCar)– Sorocaba, Brasil

²Pontifícia Universidade Católica (PUC-SP)– Sorocaba, Brasil

³Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP), Campinas, SP

1. Introdução

A fibroína da seda (FS) tem sido um biomaterial promissor devido às suas propriedades mecânicas e biológicas [1]. A adição de outros polímeros junto à FS tem sido amplamente estudada, agregando propriedades específicas e permitindo a elaboração de novos biomateriais. Aliado à isso, técnicas de processamento como a impressão 3D vieram para revolucionar a área da Engenharia Tecidual Óssea, junto à incorporação de moléculas osteogênicas como a Sinvastatina (SIN), mimetizando o tecido ósseo. O objetivo deste trabalho é obter as características do arcabouço à base de FS/L-co-D, L Ácido Láctico (PLDLA) obtido pelo método de impressão 3D e estudar a ação da SIN através de ensaios químicos/biológicos em diversas concentrações.

2. Materiais e Métodos

As amostras dos arcabouços de FS/PLDLA, foram caracterizadas por Espectroscopia no Infravermelho (FTIR), DRX, e Microscopia de Varredura (MEV) para analisar as interações físicas da FS com o PLDLA. Além disso foi realizado o ensaio de liberação de SIN em determinadas concentrações (μM). E por fim os arcabouços com e sem sinvastatina foram submetidos a Microscopia Confocal de Varredura a Laser (MCVL) para detecção de diferenciação celular.

3. Resultados e Discussão

As imagens de MEV demonstraram um aspecto rígido e estrutura porosa dos arcabouços de FS/PLDLA (fig 2), assim como apresentou picos mais intensos e cristalinos se comparados à FS liofilizada, sugerindo a formação de folhas beta antiparalelas. Para os arcabouços FS/PLDLA/SIN a sinvastatina ($12,5 \mu\text{M}$, $25 \mu\text{M}$ e $50 \mu\text{M}$) foi liberada gradativamente, atingindo um platô a partir de aproximadamente 4 dias. Já nas imagens de MCVL, os arcabouços contendo SIN $25 \mu\text{M}$ e $50 \mu\text{M}$ expressaram mais osteopontina, comparado com o controle positivo, sugerindo capacidade de diferenciação óssea.



Fig. 1. Arcabouços FS/PLDLA impressos

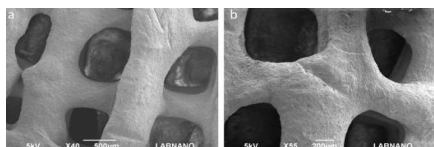


Fig. 2. Arcabouços analisados por MEV

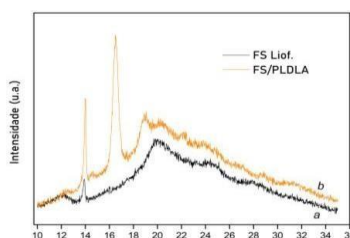


Fig. 3. Difratomogramas FS liofilizada e arcabouço FS/PLDLA

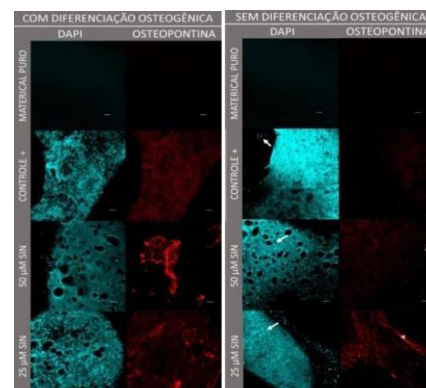


Fig. 4. Imagens obtidas por MCVL dos arcabouços dos arcabouços FS/PLDLA; FS/PLDLA/SIN com sinvastatina nas concentrações de $25 \mu\text{M}$ e $50 \mu\text{M}$.; Controle positivo (+).

[1] Ali, M, et al. Clinical and Experimental Pharmacology and Physiology 43, 659–684, (2016).

[2] Colby, Ralph H. Rheologica Acta, vol. 49, no. 5, p. 425–442, 29, (2010).

[3] Qiusheng, W, et al. Materials, 12, 1-19, (2019).

Agradecimentos

FAPESP (2020/09917-8), CAPES, PPGCM-UFSCAR, Laboratório de Biomateriais (Labiomat-PUC/SP).

*Autor correspondente: biasblanche@outlook.com



DESENVOLVIMENTO DE MICROPARTÍCULAS DE QUITOSANA: PRODUÇÃO, CARACTERIZAÇÃO E PERSPECTIVAS DE APLICAÇÃO

Aniele Beatriz Dias ^{1*}, Bianca Pereira da Silva ², Bruna Casagrande Amorin da Silva ³, Ian Raffaello Gallo Godoi ¹, Sandra Regina Ceccato Antonini ², Tatiana Santana Ribeiro ²
¹ Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, SP; ² Universidade Federal de São Carlos, Araras, SP; ³ Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Rio Claro, SP.

1. Introdução

A quitosana, um polissacarídeo derivado da quitina presente no exoesqueleto de crustáceos, destaca-se por suas diversas aplicações sustentáveis em setores como medicina, agricultura e indústria alimentícia ^[1]. Suas propriedades únicas, como biodegradabilidade e capacidade de formar filmes biocompatíveis, a tornam atrativa para uso em curativos, liberação controlada de fármacos e conservação de alimentos ^[2]. Além disso, sua utilização como agente de encapsulamento em processos de liberação controlada de substâncias ativas amplia seu potencial em diversas áreas, promovendo práticas mais sustentáveis e eficientes ^[1,2].

2. Materiais e Métodos

A quitosana foi obtida a partir de resíduos de camarão por fermentação láctica com *Lactobacillus plantarum*. Após preparação dos resíduos, incluindo lavagem, secagem e liofilização, foram utilizados como substrato para as fermentações. A fermentação ocorreu em meio de Man, Rogosa e Sharpe (MRS) líquido com adição de melaço diluído, conduzida a 35 °C por 3 dias. Após a fermentação, a fase sólida foi separada, lavada e submetida ao método da autoclave para desacetilação. Micropartículas de quitosana foram obtidas por gelificação iônica. As amostras foram analisadas pela técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) para caracterização morfológica.

3. Resultados e Discussão

As micrografias revelaram a formação de micropartículas de quitosana com tamanho médio entre 230 e 400 µm, exibindo uma estrutura lamelar com uma superfície rugosa porosa. Essas características são favoráveis para o armazenamento e liberação controlada de moléculas de interesse, embora a variação no tamanho das partículas possa requerer análises complementares para determinação precisa. A presença de porosidade, possivelmente decorrente da reação com a solução de NaOH durante a desacetilação, é crucial para a aplicabilidade das micropartículas em processos de adsorção e interação com adsorbatos, conforme sugerido por estudos anteriores ^[3,4]. O próximo passo envolve a utilização das micropartículas de quitosana para encapsular piperina e óleos essenciais de pimenta, explorando suas propriedades terapêuticas. Além disso, pretende-se otimizar a produção de nanopartículas de quitosana para incorporar compostos de interesse em escala nanométrica. Essa abordagem visa utilizar as propriedades das nanopartículas, como maior área de superfície específica, biodisponibilidade aprimorada e capacidade de entrega direcionada, para ampliar o potencial de aplicação em diversos campos biomédicos e industriais, promovendo uma entrega mais eficaz e controlada de medicamentos e agentes terapêuticos.

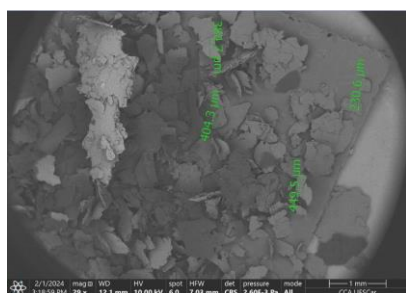


Fig. 1. Micrografia das micropartículas de quitosana.

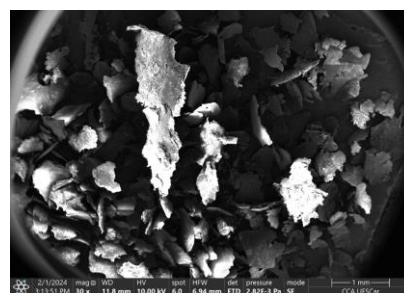


Fig. 2. Micrografia das micropartículas de quitosana.

4. Referências

- [1] SÁNCHEZ-MACHADO D. I. et al. Nonvitamin and Nonmineral Nutritional Supplements. *Academic Press*, p. 485-493, 2019.
- [2] PIEKARSKA, K. et al. Chitin and Chitosan as Polymers of the Future—Obtaining, Modification, Life Cycle Assessment and Main Directions of Application. *Polymers*, 15, 793. 2023
- [3] OLIVEIRA, M. Z. F. D. S.; FERNANDES, T. S. M.; CARVALHO, T. V.. “Síntese E Caracterização de Beads de Quitosana Comercial Reticulados Com Glutaraldeído.” *Matéria (Rio de Janeiro)*, vol. 26, no. 2, 2021.
- [4] SOUZA, D. S. S. et al. The pH role in casein/carboxymethylcellulose nano/microparticles for-mation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*. v. 682, p. 132953, 2024.

Agradecimentos

CAPES, CNPq, LABCOMAM, PPGCM. Este trabalho foi financiado pelo Centro de Ciências Agrárias da UFSCar (CCA) - projeto FAI RTI-CCA.

Sessão III – Nanomateriais



SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE TiO₂ COM SUPERFÍCIE MODIFICADA COM COMPOSTOS DE FE E AVALIAÇÃO DA SUA PERFORMANCE FOTOCATALÍTICA

Paulo Henrique Eleuterio Falsetti ^{1,2*}, Gelson Tiago dos Santos Tavares da Silva ³, Caue Ribeiro³, Vagner Romito de Mendonça ^{1,2}, Waldir Avansi Junior⁴

¹ UFSCar - Sorocaba, Sorocaba, São Paulo

² IFSP - Itapetininga, Itapetininga, São Paulo

³ Embrapa - Instrumentação, São Carlos, São Paulo

⁴ UFSCar – São Carlos, Sorocaba, São Paulo

1. Introdução

Nas últimas décadas, o crescimento populacional contínuo e o rápido desenvolvimento do setor industrial tem aumentado a demanda energética bem como impactado o meio ambiente devido a emissão de resíduos tóxicos. Desta forma, a fotocatalise heterogênea se apresenta como um método para solucionar os dois problemas de maneira eficaz e limpa, através do seu potencial nos processos de degradação dos poluentes orgânicos e da fotorredução de CO₂ para formação de produtos de maior valor agregado, como o CO e CH₄ [1,2] Assim, o presente trabalho teve como objetivo a síntese e caracterização de nanopartículas de TiO₂ com a superfície modificada pela presença de espécies de Fe para aplicação em degradação de compostos orgânicos e fotorredução de CO₂.

2. Materiais e Métodos

O método hidrotérmico foi empregado para obter nanoestruturas de TiO₂ a partir da decomposição do peróxido titanato de amônio (PTA) em pH 8. [3] Posteriormente, amostras obtidas e amostras comerciais de TiO₂ foram decoradas com Fe por um método de impregnação [4] em proporções variadas (0,2, 0,8 e 1,6 % de massa de Fe com relação a massa do TiO₂) e submetidas a tratamento térmico a 400°C por 4 horas. As amostras foram caracterizadas por difração de raios X (DRX), espectroscopia de reflectância difusa UV-Vis (DRS), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e transmissão de alta resolução (HRTEM), espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDX), espectroscopia Raman e espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS). O potencial fotocatalítico foi avaliado para a degradação de azul de metileno e rodamina B, bem como para a fotorredução de CO₂. Os testes foram realizados conforme metodologias estabelecidas. [5, 6]

3. Resultados e Discussão

As medidas de DRX indicaram a presença fase cristalina de TiO₂ anatase em todas as amostras. As análises de DRS revelaram que a presença de Fe amplia a faixa de absorção para a região visível e modifica a energia do band-gap em comparação com as amostras puras. As observações por MEV e MET revelaram a formação de nanopartículas com morfologias distintas em relação às condições de síntese utilizadas e à amostra comercial. Especificamente, as amostras sintetizadas em pH 8 exibiram morfologias anisotrópicas, com um viés de crescimento em determinados planos cristalinos. As análises EDX confirmaram a distribuição homogênea de Fe na superfície das nanoestruturas de TiO₂. As medidas de espectroscopia Raman sugeriram que o aumento da concentração de Fe resulta na formação de defeitos superficiais na estrutura, atribuídos ao processo de interdifusão do Fe nas nanoestruturas de TiO₂. As análises por XPS corroboraram a presença de diferentes espécies de Fe na superfície das amostras, bem como alterações no ambiente químico do Ti associadas a essas espécies. O estudo do potencial fotocatalítico revelou uma relação inversa entre a eficiência na degradação de corantes e a concentração de Fe nas amostras, sugerindo que as alterações superficiais induzidas pela presença de Fe afetam a capacidade no processo de degradação. No entanto, todas as amostras demonstraram uma boa capacidade de fotorredução do CO₂ em produtos de maior valor agregado, como CO e CH₄, com a amostra sintetizada em pH 8 e com maior teor de Fe exibindo o melhor desempenho fotocatalítico. Estes resultados indicam que tanto a morfologia do material quanto a concentração de Fe desempenham um papel crucial na aplicabilidade das amostras, seja na oxidação (degradação de compostos orgânicos) ou na redução (fotorredução de CO₂).

4. Referências

- [1] – PEIRIS, Sasanka et al. Recent development and future prospects of TiO₂ photocatalysis, v. 68, n. 5, Journal of the Chinese Chemical Society, 2021.
- [2] – LI, Kai et al. Recent advances in TiO₂-based heterojunctions for photocatalytic CO₂ reduction with water oxidation: A review, v. 9, Frontiers in Chemistry, 2021.
- [3] – MENDONÇA, V. R. D.; RIBEIRO, C. Influence of TiO₂ morphological parameters in dye photodegradation: A comparative study in peroxo-based synthesis, v. 105, n. 3-4 Applied Catalysis B: Environmental, 2011.
- [4] – XIE, J. et al. Highly selective oxidation of methane to methanol at ambient conditions by titanium dioxide-supported iron species, v. 1, n. 11, Nature Catalysis, 2018.
- [5] – CATTO, Ariadne C. et al. The role of counter-ions in crystal morphology, surface structure and photocatalytic activity of ZnO crystals grown onto a substrate, v. 529, Applied Surface Science, 2020.
- [6] – TORRES, Juliana A. et al. Role of CuO-TiO₂ interaction in catalyst stability in CO₂ photoreduction process, v. 10, n. 2, Journal of Environmental Chemical Engineering, 2022.

Agradecimentos

DF / UFSCar – São Carlos – Suporte e infraestrutura; CAPES – Bolsa e fomento; FAPESP e CNPq – Fomento e insumos; LM₂N da UFSCar – DRS e ensaios de fotodegradação; EMBRAPA – Instrumentação de São Carlos – MEV e ensaios de fotorredução; Prof. Dr. V. R. Mastelaro – NaCA / USP – XPS; LIEC – DQ / UFSCar – Espectroscopia Raman; LCE / UFSCar – HRTEM.



EFFECT OF ECOTOXICITY OF CARBON NANOTUBES OBTAINED BY PECVD.

Larissa Solano de Almeida^{1*}, Rhaysla Thaiane Rodrigues Nunes², Silvia Pierre Irazusta², Renan Matos Monção³, Francisco das Chagas Silva Santos³, Conrado Ramos Moreira Afonso⁴, Rômulo Ribeiro Magalhães de Sousa³, Marcos Dorigão Manfrinato², Bartolomeu Cruz Viana Neto³, Luciana Sgarbi Rossino^{1,2}

¹ Universidade Federal de São Carlos - UFSCar Campus Sorocaba, ² Faculdade de Tecnologia do Estado de São Paulo - Fatec Sorocaba, ³ Universidade Federal do Piauí – UFPI,

⁴ Universidade Federal de São Carlos - UFSCar Campus São Carlos.

1. Introduction

Carbon nanotube (CNTs) is one of the most promising carbon nanostructures as they have electrical, thermal, and mechanical properties, which are attractive for various applications. However, the techniques for obtaining CNTs require improvement, seeking large-scale production combined with quality. Conventional CNT synthesis methods, such as Chemical Vapor Deposition (CVD) technique, require temperatures above 1000° C. To minimize this limitation, the combination of plasma and CVD technique shows promise [1]. On the other hand, with these CNTs applied in different areas and products, at the end of the use cycle they can interact with biological systems and generate toxicological effects. Therefore, it is important to study the ecotoxicity of these carbon nanostructures [2]. The objective of this work is to obtain carbon nanotubes using the Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition (PECVD) technique with optimized parameters aiming for quality and quantity. In addition to studying the effect of CNTs obtained by PECVD on ecotoxicity using *R. subcapitata* as a bioindicator.

2. Experimental

The CNTs obtained by PECVD used the precursor gases of methane (CH₄), H₂ and Ar at a total gas pressure of 1.50 torr, with 800 V for 30 minutes. CNTs were characterized by Raman spectrometry, SEM, and TEM. For toxicity test it was carried out a Chronic Toxicity Test according to ENVIRONMENT CANADA, EPS 1/RM/27 (1992) using green algae of the species *R. subcapitata* exposed to concentrations of 0.1 to 100 mg/L of CNTs.

3. Results and Discussions

The material obtained by the PECVD technique presented a Raman spectrum with D, G, D+D' and 2D bands, characteristic of Multi-Walled Carbon Nanotubes (MWCNTs) as shown in Fig 1(a). In Fig 1 (b and c) CNTs are shown, corroborating that they are multi-walled. In Fig 2, the E₅₀ concentrations obtained by exposing algae to commercial CNTs obtained by CVD technology and CNTs obtained by plasma are shown, respectively black and blue lines. It is observed that in both materials the inhibition rate increases with increasing concentrations. However, CNTs obtained by plasma have an E₅₀ of 161.209 mg/L and commercial CNTs have an E₅₀ of 86.017 mg/L. This indicates that the CNTs obtained by PECVD were almost twice less toxic than the CNTs obtained by CVD (conventional technique) in this experimental contamination.

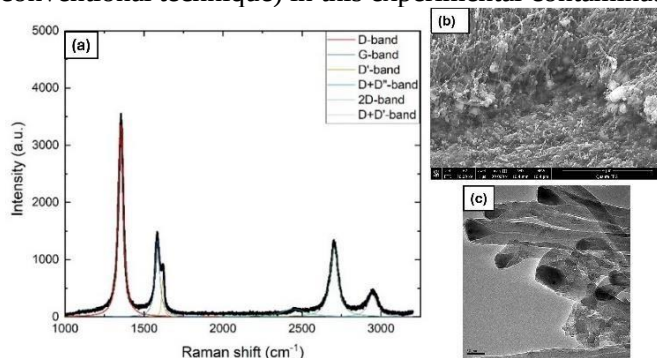


Fig. 1. (a) MWCNTs obtained by PECVD Raman spectrum, (b) SEM, and (c) TEM.

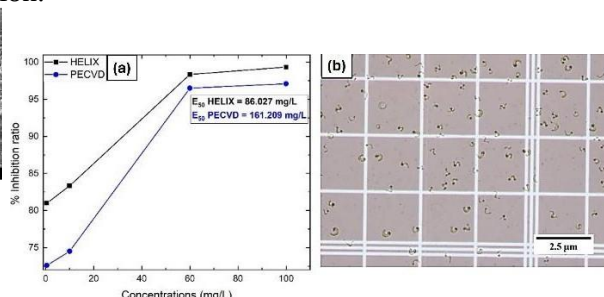


Fig. 2. (a) Inhibition ratio of CVD-CNT and PECVD-CNT, and (b) green algae of the species *R. subcapitata* image.

4. References

- [1] TAILLEUR, A. et al. **Surface and Coatings Technology**, v. 211, p. 18–23, (2012).
- [2] BONCEL, S. et al. **Chemosphere**, v. 136, p. 211–221, (2015).

Acknowledgments

The authors thank Prof. Leonilda Maria B. dos Santos for CNTs Helix®, UNICAMP, and UFPI for Raman and SEM analyses, and CAPES (001) for financial support.



INFLUÊNCIA DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA NA ELETROATIVIDADE
PARA BROMATO DE UM FILME DE SÍLICATO HÍBRIDO E
FOSFOMOLIBDATO

Gabriel Vinicius Buzato^{1*} e Adriano Lopes de Souza,
¹Universidade Federal de São Carlos, Araras, SP

1. Introdução

Filmes híbridos contendo polioxometalatos (POMs) tem atraído interesse devido a uma gama de aplicações como na eletroredução de compostos triazínicos [1]. O estudo da influência de nanopartículas (NPs) metálicas sobre a reatividade de POMs imobilizados em matrizes do tipo “ormosil” (organically modified silicate”) é praticamente inexplorado na literatura. Bromato de sódio (NaBrO_3) é um aditivo utilizado na indústria alimentícia, e foi classificado pela OMS no grupo 2B como “possível carcinógeno humano”, além de já ter causado tumores de rim, peritoneal e tireóide em ratos [2]. No presente trabalho, foi investigada a reatividade para bromato de filmes híbridos do tipo “ormosil”, contendo ácido fosfomolibdico (HPMo), parafenilenodiamina (PFD) e AgNPs.

2. Materiais e Métodos

O preparo do “ormosil” híbrido consistiu na adição de etanol, tetraetilortossilicato e água deionizada, PFD e HPMo em um béquer sob aquecimento a 50°C e agitação por 30 minutos. Para amostras contendo AgNPs, a suspensão era adicionada após esse tempo. Com esta mistura, foi feita a deposição do filme em uma lâmina de ouro utilizando um elevador “dip coater” da *Nadetech Innovations*. Filmes foram preparados na ausência e na presença de AgNPs, para comparação das reatividades. A eletroatividade dos filmes foi avaliada através de análises de voltametria cíclica utilizando um potenciostato Autolab PGSTAT 101 com uma célula eletroquímica composta de um contra-eletródo de platina, a lâmina de ouro como eletródo de trabalho e um eletródo de referência Ag/AgCl. O eletrólito suporte utilizado foi uma solução de ácido sulfúrico pH 1,0.

3. Resultados e Discussão

As Figs. 1A e 1B mostram os voltamogramas cíclicos para o filme híbrido na ausência e na presença de AgNPs, respectivamente. Observa-se que o bromato foi eletroreduzido pelos filmes no potencial de $-0,1\text{ V}$ vs. Ag/AgCl na faixa de concentração de 20 a $117\text{ }\mu\text{mol L}^{-1}$. O filme contendo AgNPs apresentou maior sensibilidade frente ao bromato em comparação ao filme sem AgNPs com valores de, respectivamente, $14,56\text{ }\mu\text{A mM}^{-1}\text{ cm}^2$ e $6,51\text{ }\mu\text{A mM}^{-1}\text{ cm}^2$, os quais foram extraídos das curvas da Fig. 2. O limite de detecção também foi menor para o filme que continha AgNPs em comparação ao filme sem AgNPs com valores de, respectivamente, $29\text{ }\mu\text{mol L}^{-1}$ e $85\text{ }\mu\text{mol L}^{-1}$. Os resultados indicam que estes filmes podem ser empregados em sistemas de identificação de bromato.

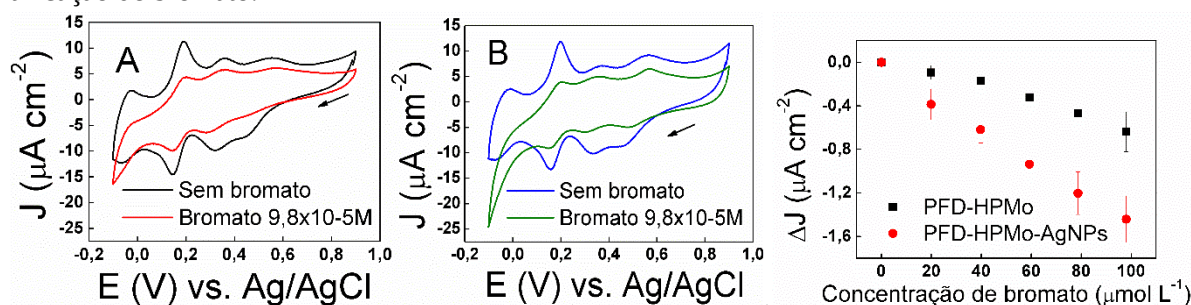


Fig. 1. Voltamogramas cíclicos para os filmes híbridos na ausência e na presença de bromato de sódio $9,8 \times 10^{-5}\text{ mol L}^{-1}$. A): filme híbrido sem AgNPs, “B”) filme híbrido contendo AgNPs.

Fig. 2. Valores de ΔJ em função da concentração de bromato para ambos os filmes.

4. Referências

- [1] P.H.P. Olívio, L.A. Correia, J.H. Paula, O.N. Oliveira Jr., A.L. Souza, Materials Science and Engineering B, vol. 229, page 13-19 (2018).
- [2] Environmental Health Criteria 216. Disinfectants and disinfectant by-products. World Health Organization. 2004.

Agradecimentos

GVB agrade à CAPES (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela bolsa de doutorado concedida. Os autores agradecem ao LNNano (Laboratório Nacional de Nanotecnologia) do CNPEM (Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais) pela preparação dos eletrodos de ouro.

*Autor correspondente: buzatogabriel@estudante.ufscar.br



SÍNTESE DE NANOCRISTAIS DE $Zn_3(PO_4)_2$ POR *BACILLUS SUBTILIS*

Amanda Stefanie Jabur de Assis^{1*}, Guilherme Manassés Pegoraro¹, Giovanni Miraveti Carriello¹, Lucas Repecka Alves¹, Juliana Cristina Ramos de Oliveira¹, Gabriela Santos¹, Aparecido Junior de Menezes¹, Giovanni Pimenta Mambrini¹, Iolanda Cristina Silveira Duarte¹

¹ Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, SP

1. Introdução

O método biológico de síntese de nanocristais de $Zn_3(PO_4)_2$ é destacado por seu baixo custo e ausência de materiais prejudiciais. *Bacillus subtilis* é escolhido devido à sua rápida reprodução e manipulação celular facilitada. Este estudo visa ampliar o conhecimento na área, especialmente devido à escassez de pesquisas sobre a síntese bacteriana de nanocristais de $Zn_3(PO_4)_2$. *Bacillus subtilis*, conhecido por sua relevância na indústria, é utilizado para complementar pesquisas, especialmente para aplicações agrícolas.

2. Materiais e Métodos

Uma porção de *Bacillus subtilis* foi reativada em caldo BHI a 37 °C por 24 h. Após fermentação e centrifugação, o sobrenadante foi aquecido e misturado com $ZnSO_4$. Após centrifugação e adição de água, obteve-se um pó, parte secado a 80 °C por 8 h e outra calcinada a 400 °C por 2 h, ambas analisadas por DRX, MEV e DLS.

3. Resultados e Discussão

A biossíntese de nanopartículas de $Zn_3(PO_4)_2$ envolve possíveis participações de enzimas, proteínas e peptídeos, embora o mecanismo completo permaneça incerto. A caracterização por MEV e EDS (Fig.1) revelou a formação de nanocristais aglomerados contendo Zn, O e P. Resultados de DLS corroboraram com as micrografias, com aglomerados entre 1,0 e 2,0 μm . Difratogramas de raios-X (Fig.2) mostram a formação da fase hopeíta do $Zn_3(PO_4)_2$ após a síntese pelas bactérias. A calcinação levou à formação de fase alfa-fosfato de zinco, conforme a Fig. 2. O tamanho médio de cristalito, usando a equação de Scherrer para os difratogramas, foi de 23 nm para a hopeíta e 160 nm após calcinação para a fase alfa-fosfato de zinco. Mais testes com diferentes fontes nutritivas para *B. subtilis* são necessários para aprimorar os resultados.

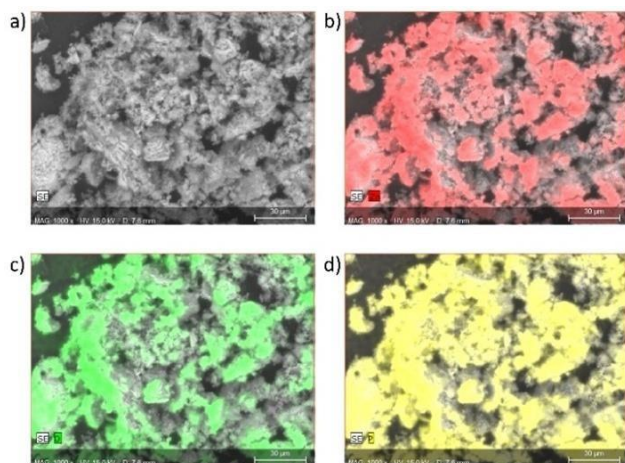


Fig. 1. a) Imagem de MEV de nanocristais aglomerados de $Zn_3(PO_4)_2$ produzidos por *Bacillus subtilis*; EDS mostrando a distribuição dos elementos b) Zn; c) O; d) P.

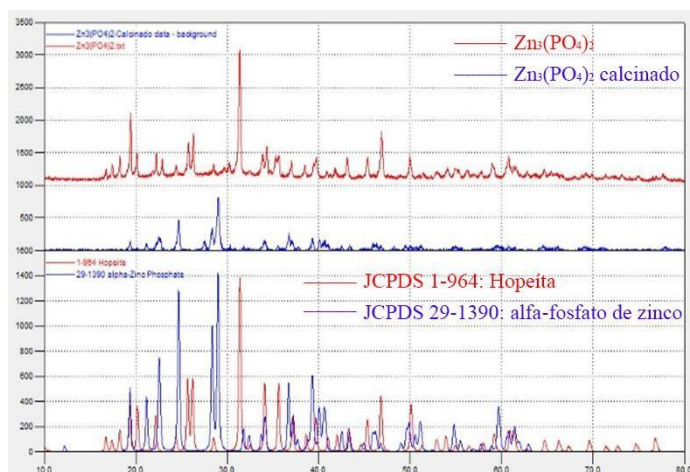


Fig. 2. Difratogramas de raios-X comparando as amostras produzidas de hopeíta de $Zn_3(PO_4)_2$ e alfa-fosfato de zinco após calcinação (ambas acima) e as fichas JCPDS (abaixo).

4. Referências

[1] SADEGHI-AGHBASH, M.; RAHIMNEJAD, M.; POURALI, S. M. Bio-Mediated Synthesis and Characterization of Zinc Phosphate Nanoparticles Using *Enterobacter aerogenes* Cells for Antibacterial and Anti-corrosion Applications. **Current Pharmaceutical Biotechnology**, v. 21, pp. 1232-1241, 2020.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

Sessão IV – Compostos orgânicos



ADSORÇÃO DE TIAMETOXAM EM LEITO FIXO UTILIZANDO BIONANOCOMPÓSITO DE CARVÃO ATIVADO PRODUZIDO A PARTIR DE RESÍDUOS DE LEVEDURA

Jonatas Luiz Ramos^{1*}, Elma N. V. M. Carrilho^{1,2}

¹ *Laboratório de Materiais Poliméricos e Biossorventes, UFSCar, Araras, São Paulo.*

² *Departamento de Ciências da Natureza, Matemática e Educação, UFSCar, Araras, São Paulo.*

1. Introdução

O uso de grandes quantidades de pesticidas nas plantações, com a finalidade de prevenir ou combater pragas, é motivado pelo aumento da população mundial e a demanda crescente de alimentos de forma a assegurar maior produtividade. Para eliminar formas de vida vegetal ou animal indesejáveis nas culturas agrícolas, são utilizados vários compostos químicos, os quais se sobressaem os inseticidas, herbicidas e fungicidas. Dentre os diversos insumos agrícolas empregados, destaca-se o tiametoxam (TMX), um inseticida com elevada solubilidade em água e baixa sorção ao solo e por isso, apresenta alto potencial de contaminação ambiental [1].

Em consequência de toda a poluição causada por agrotóxicos, novos meios são explorados com a finalidade de reduzir os impactos ambientais, conseguindo assim remover as substâncias contaminantes do meio em que se encontram, sendo proposto o uso de adsorventes como alternativa para remoção do pesticida e recuperação do meio ambiente. A partir disso, este trabalho propôs a remoção de TMX em meio aquoso pelo uso de cartuchos preparados por preenchimento dos tubos com carvão ativado nanomodificado com magnetita (Fe₃O₄). A impregnação de nanopartículas magnéticas foi comprovada através de diferentes técnicas de caracterização.

2. Materiais e Métodos

Os experimentos de adsorção em coluna de leito fixo foram realizados em coluna de vidro com diâmetro interno de 5 mm e altura total de 15 mm. A solução de TMX foi bombeada em um modo de fluxo ascendente através da coluna a uma taxa de fluxo controlada usando uma bomba peristáltica. A cada 10 mL, o efluente era coletado ao final da coluna, durante 10 ciclos, e sua concentração determinada por UV-Vis (Genesys, 10S, Thermo Fisher Scientific, EUA), no comprimento de onda de 250 nm ($r^2 = 0,9999$). Antes de cada experimento, a água destilada fluía pela coluna para umedecer a porosidade do adsorvente e remover o ar aprisionado.

3. Resultados e Discussão

O ponto de saturação é estabelecido quando a concentração na saída da coluna é igual ou superior a 90-95% da concentração inicial [2]. Nesse caso, observa-se que a concentração final após 10 ciclos é inferior a 50% da concentração inicial, o que indica que não houve saturação do biossorvente, demonstrando a eficiência no reaproveitamento por vários ciclos.

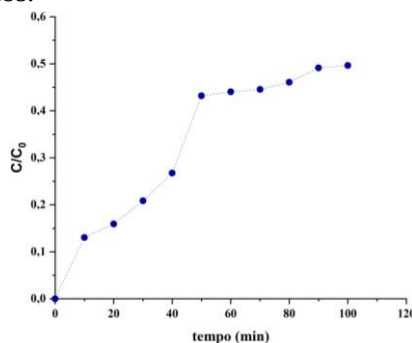


Fig 1. Curva de avanço para adsorção de TMX utilizando carvão de levedura nanomodificado.

Em fluxos mais altos a curva se assemelha a um degrau e a curva tende a se suavizar conforme a taxa de vazão diminui. Consequentemente, a eficiência de adsorção é maior em um fluxo menor, porque o tempo de contato do adsorvato dentro do leito é mais longo e, portanto, o adsorvente ganha mais tempo para se ligar ao contaminante de forma eficaz. Ou seja, se o tempo de residência do soluto na coluna não for suficiente para que o equilíbrio de adsorção seja alcançado no fluxo determinado, o adsorbato sai da coluna antes que ocorra o equilíbrio [3].

Os resultados encontrados demonstram a eficiência da utilização de um material de baixo custo produzido a partir de resíduos da indústria sucroalcooleira. Além disso, houve eficiência no reaproveitamento do biossorvente, conferindo viabilidade ecológica ao material, sendo um biossorvente promissor para remoção do pesticida analisado, apresentando baixo custo e características adequadas para a biossorção de TMX em meio aquoso.

4. Referências

- [1] Mattos, M. L. T.; Martins, J. F. S. Pelotas: EMBRAPA, dez. 2016. 6 p. (Circular técnica, 173).
- [2] Canteli, A. M. D. *et al.*, LWT - Food Sci. Technol. 59(2), Part 1: 1025-1032, 2014.
- [3] El-Kamash, A. M. J. Hazard. Mater. 151(2-3): 432-445, 2008.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq, Bolsa#116034/2020-3) pelo suporte financeiro.



MÉTODO GOLDFISH COMO ALTERNATIVA PARA OBTENÇÃO DE PIPERINA

Ian Raffaello Gallo Godoi^{1*}, Aniele Beatriz Dias¹, Gabriela Zutin Beretta², Tatiana Santana Ribeiro²

¹ Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, SP; ² Universidade Federal de São Carlos, Araras, SP

1. Introdução

A piperina, substância presente nas frutas das plantas da família *Piperaceae*, como a pimenta do reino (*Piper nigrum*) e a pimenta-longa (*Piper longum*), é responsável pela pungência das pimentas [1]. Suas propriedades terapêuticas, tais como ação anti-inflamatória, antimicrobiana, analgésica, antioxidante e anticancerígena, têm sido objeto de diversos estudos. Além disso, sua ocorrência natural torna-a adequada para o desenvolvimento de medicamentos biodegradáveis e biocompatíveis, minimizando os riscos de contaminação ambiental [2].

2. Materiais e Métodos

Para a extração, foi utilizada a técnica de Goldfish, inédita para a extração de piperina, com álcool etílico como solvente, em refluxo por cerca de 5 horas. A separação dos taninos foi feita por complexação com KOH alcoólico (10%) e filtração. A piperina foi precipitada com água destilada, conforme o método de Ribeiro (2004).

3. Resultados e Discussão

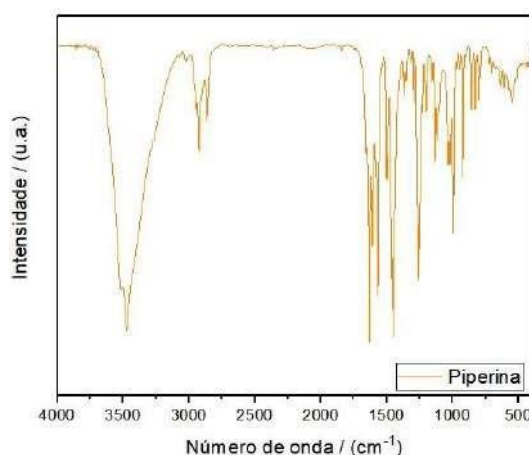


Fig. 1. Espectro de FT-IR da amostra de piperina extraída.



Fig. 2. Piperina extraída.

O espectro de FT-IR (Fig. 1) revelou características distintivas da piperina, incluindo a presença de uma banda de estiramento em 1580 cm⁻¹, associada às vibrações C=C do anel aromático, bem como bandas de estiramento em 2937 e 2850 cm⁻¹, relacionadas às ligações C-H alifáticas. Além disso, foram identificadas bandas acima de 3000 cm⁻¹, correspondentes às ligações C-H aromáticas, e uma banda em 1630 cm⁻¹ atribuída ao grupo C=O conjugado, apresentando intensidade reduzida devido à conjugação com as duplas ligações da cadeia lateral da piperina. Esses resultados, em consonância com a literatura, confirmam a obtenção de piperina de alta pureza por meio dos procedimentos de extração e purificação descritos. Essa metodologia demonstra-se eficiente, oferecendo uma abordagem viável para a obtenção de piperina a partir de pimenta-do-reino comercial, com aplicabilidade tanto em processos industriais quanto em pesquisas científicas [3, 4].

4. Referências

- [1] SCHNABEL, A. et al. Identification and characterization of piperine synthase from black pepper, *Piper nigrum* L. *Communications Biology*, 2021.
- [2] GUPTA, S. C. et al. *Advances in Experimental Medicine and Biology. Anti-inflammatory Nutraceuticals and Chronic Diseases*. Volume 928. Piperine and Its Role in Chronic Diseases. (Chapter 8), 173–184, 2016.
- [3] RIBEIRO, T. S. *Transformações Químicas no Alcalóide Natural Piperina e Avaliação da Atividade Tóxica sobre Trypanosoma Cruzi*. 2004. 168 f. Dissertação (Mestrado em Ciências, Área de Concentração em Química Orgânica) - Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, Brasil, 2004.
- [4] REYES SOLÍS, L. M. et al. Encapsulamento da Piperina Presente na Espécie de *Piper tuberculatum* Utilizando Vesículas Multilamelares e Determinação de seu Poder Antioxidante. *rev. ciência. [on-line]*. vol.21, n.2, p.11-28, 2017.

Agradecimentos

Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior, Universidade Federal de São Carlos, Laboratório de Compostos e Materiais Aplicados à Agricultura, Meio Ambiente e Medicina e Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais



ELABORAÇÃO DE SISTEMAS AUTO-AGREGADOS FORMADOS POR LECITINA, SAIS DE BILE E PROPILENOGLICOL

Giovana Cristina Zambuzi^{1*}, Brenda da Silva Bega¹, Davi Siqueira da Silva de Souza¹, Vinicius Augusto Peixoto Tartare¹, Júlia S. Forster¹, Kelly Roberta Francisco^{1,2}

¹PPGCM, Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, São Paulo – SP

²DCNME, Universidade Federal de São Carlos, Araras, São Paulo – SP

1. Introdução

O estudo acerca do processo de auto-agregação é importante devido a sua presença em diversos processos biológicos, industriais e tecnológicos. Surfactantes são moléculas anfifílicas que formam agregados e que possuem ampla aplicação. A lecitina é um surfactante zwitteriônico natural, constituída por uma mistura de fosfolipídeos. É encontrada principalmente em grãos de soja e gema de ovo. É amplamente utilizada na indústria alimentícia^[1]. Os sais de bile (tais como de sódio e colato de sódio) são biosurfactante, possuem uma face polar e outra face apolar. São produzidos pelo fígado, armazenados na vesícula biliar e secretados no intestino delgado. Sua principal é a solubilização de gorduras e vitaminas lipossolúveis^[2]. O propilenoglicol (PG) é um diol alifático amplamente utilizado nas indústrias alimentícia, cosmética e farmacêutica^[3]. Assim, o presente trabalho desenvolveu sistemas auto-agregados formados por lecitina e deoxicolato de sódio (NaDC) ou colato de sódio (NaC) e na presença de propilenoglicol para encapsulamento e liberação de fármacos.

2. Materiais e Métodos

Os sistemas foram elaborados a partir de soluções estoque de Lecitina 200 mM e Sais de bile (NaDC ou NaC) 100 mM em metanol. A partir disso, foram elaborados sistemas com três proporções diferentes, sendo elas 0,2; 0,4 e 0,8 Sal/Lecitina. As soluções permaneceram em agitação por 1 h. Em seguida, os sistemas foram colocados em estufa a 35 °C por aproximadamente 48 h para evaporação do metanol. Foi então adicionado 10 ml de cicloexano e 0,001g de propilenoglicol, seguido de agitação por 24 h a 100 rpm. Os sistemas permaneceram em repouso por aproximadamente 24 h antes das análises reológicas. Foram realizadas medidas de curva de fluxo e varredura de frequência, assim foram determinadas as propriedades de viscosidade e viscoelasticidade dos sistemas.

3. Resultados e Discussão

O sistema 0,8 NaDC/Lecitina/PG apresentou o maior valor de viscosidade aparente (Fig 1 (a)), indicando a formação de agregados mais estruturados. Para os sistemas NaDC/Lecitina/PG, a amostra com a proporção 0,4 é a menos viscoelástica (Fig. 1 (b)) (o módulo de perda, G'' , é maior que o módulo de armazenamento, G' , em ampla faixa de frequência), enquanto os sistemas com as proporções 0,2 e 0,8 apresentaram pronunciada viscoelasticidade, sendo os módulos no platô de 171,19 e 30818,50 Pa e o tempo de relaxação 5,12 e 3,63 s, respectivamente. Para os sistemas formados por NaC/Lecitina/PG, a proporção de 0,4 apresentou o maior valor de viscosidade aparente (Fig 2 (a)), apontando que nesta proporção houve uma maior estruturação dos agregados. As proporções de 0,2 e 0,4 NaC/Lecitina/PG apresentaram comportamento mais viscoelástico (Fig. 2 (b)) do que o sistema na proporção 0,8. Para ambos os sais houve a formação de micelas gigantes, explicando a viscoelasticidade dos sistemas obtidos.

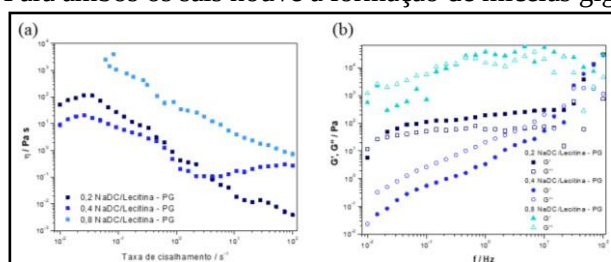


Fig. 1: Ensaios obtidos para NaDC/Lecitina (a) CF; (b) Varredura de frequência

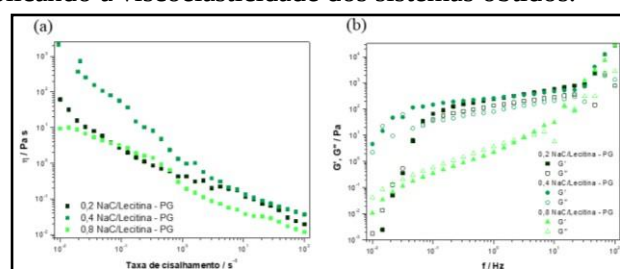


Fig. 2: Ensaios obtidos para NaC/Lecitina (a) CF; (b) Varredura de frequência

4. Referências

- [1] ZÁRATE, M. A.; RODRIGUEZ, B. A. M.; VAZQUEZ, J. F. T.; MARANGONI, A. G. Engineering rheological properties of edible oleogels with ethylcellulose and lecithin. **Carbohydrate Polymers**. v. 205, p. 98 – 105, 2019.
- [2] TUNG, S. H.; HUANG, Y. E.; RAGHAVAN, S. R. A New Reverse Wormlike Micellar System: Mixtures of Bile Salt and Lecithin in Organic Liquids. **J. AM. CHEM. SOC.** v. 128, p. 5751 – 5756, 2006.
- [3] PEMBERTON, M. A.; KIMBER, I. Propylene glycol, skin sensitisation and allergic contact dermatitis: A scientific and regulatory conundrum. **Regulatory Toxicology and Pharmacology**. v. 138, 2023.

Agradecimentos

CAPES, FAPESP e CNPq.

SISTEMAS MICELARES DE SAL DE BILE, LECITINA E POLIETILENOGLICOL

Brenda da Silva Bega^{1*}, Giovana Cristina Zambuzi¹, Vinicius Augusto Peixoto Tartare¹,
Davi Siqueira da Silva de Souza¹, Kelly Roberta Francisco¹

¹PPGCM, Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, São Paulo – SP

1. Introdução

Os sistemas autoagregados têm sido amplamente investigados devido apresentarem inúmeras possibilidades de aplicação na indústria farmacêutica, cosmética e alimentícia. Nessa perspectiva, as moléculas anfifílicas (surfactantes) podem formar diferentes agregados, tais como micelas esféricas, micelas gigantes e lamelas. Os sais de bile, como o colato de sódio (NaC) e o deoxicolato de sódio (NaDC), são biossurfactantes aniônicos produzidos pelo fígado e armazenados na vesícula biliar, os quais possuem como função a solubilização e emulsificação de moléculas no organismo^[1]. A lecitina é um biossurfactante zwitteriônico encontrada na soja e na gema de ovo, a qual é amplamente utilizada na indústria alimentícia por conter propriedades emulsificantes e estabilizantes^[2]. A adição de polietilenoglicol (PEG), um soluto polimérico vastamente empregado na área farmacológica, pode modificar significativamente a dinâmica dos agregados em solução^[3]. O objetivo do trabalho foi desenvolver sistemas micelares de sal de bile, lecitina e PEG para serem aplicados como sistemas de liberação controlada de fármacos.

2. Materiais e Métodos

As amostras foram preparadas a partir de soluções estoques de 0,2 mol/L lecitina e 0,1 mol/L sais de bile (NaC e NaDC), ambas dissolvidas em metanol. Os sistemas foram elaborados com três proporções diferentes, Sal de bile/Lecitina 0,2, 0,4 e 0,8. Em seguida, as amostras foram colocadas na estufa a 35 °C por aproximadamente 48 h para evaporação do metanol. Após, adicionou-se aos sistemas 0,004 g de polietilenoglicol (PEG) 400 g/mol e 10 mL de cicloexano, deixando-os em agitador magnético por 24 h. Por fim, os sistemas ficaram em repouso para posterior caracterização (reologia e SAXS).

3. Resultados e Discussão

A amostra de proporção 0,4 NaC/Lecitina – PEG apresentou maior valor de viscosidade de repouso, módulo no platô e tempo de relaxação, 470,44 Pa.s, 179,74 Pa e 5,20 s, respectivamente, indicando que os agregados são mais estruturados e alongados que os formados pelas demais proporções. Em relação aos sistemas compostos por NaDC, as estruturas automontadas formadas pela proporção 0,8 NaDC/Lecitina – PEG apresentou maior valor de viscosidade de repouso, módulo no platô e tempo de relaxação, 207.113,34 Pa.s, 15.423,08 Pa e 2,19 s, respectivamente, ou seja, os agregados estão mais entrelaçados e estruturados. Dentre todas as amostras, o sistema 0,8 NaDC/Lecitina – PEG é o que apresentou maior viscosidade de repouso e viscoelasticidade, 0,2 NaC/Lecitina – PEG o de menor viscosidade de repouso e 0,8 NaC/Lecitina – PEG o menos viscoelástico. Os resultados de SAXS mostraram que, para ambos os sais, houve a formação de micelas gigantes e lamelas.

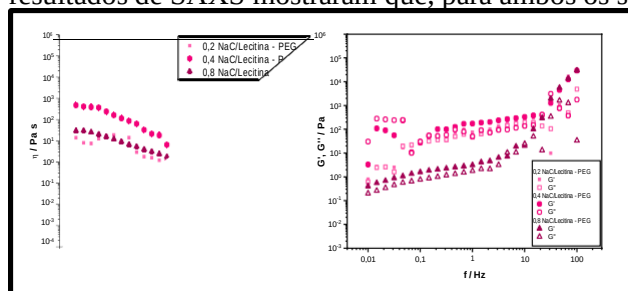


Fig. 1. Curva de fluxo e ensaio dinâmico dos sistemas formados por NaC/Lecitina – PEG

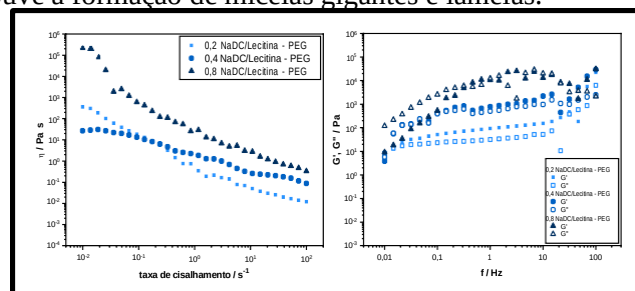


Fig. 2. Curva de fluxo e ensaio dinâmico dos sistemas formados por NaDC/Lecitina – PEG

4. Referências

- [1] MACIERZANKA, A.; TORCELLO-GÓMEZ, A.; JUNGnickel, C.; MALDONADO-VALDERRAMA, J. Bile salts in digestion and transport of lipids. *Advances in Colloid and Interface Science*, v. 274, p. 102045, 2019.
- [2] WANG, M.; YAN, W.; ZHOU, Y.; FAN, L.; LIU, Y.; LI, J. Progress in the application of lecithins in water-in-oil emulsions. *Trends in Food Science & Technology*, v. 118, p. 388-398, 2021.
- [3] KAUR, K.; JUGLAN, K. C.; KUMAR, H. Acoustical and volumetric investigation of polyethylene glycol 400 and polyethylene glycol 4000 in aqueous solutions of glycerol at different temperatures. *The Journal of Chemical Thermodynamics*, v. 127, p. 8-16, 2018.

Agradecimentos

CAPES e FAPESP

*Autor correspondente: brendabega3@gmail.com



APLICAÇÃO DO TESTE CINÉTICO EM AMOSTRAS DE MOLIBDÊNIO CALCINADO EM DIFERENTES TEMPOS EM ATMOSFERA OXIDANTE PARA ADSORÇÃO DE AZUL DE METILENO

Jorge Fernandes Filho ^{1*}, Marcus F. J. Barros ¹, Samir L. Mathias ¹, Vagner R. de Mendonça ², Aparecido J. de Menezes ¹,

¹ Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, São Paulo

² Instituto Federal de São Paulo, Itapetininga, São

1. Introdução

O crescente processo de industrialização e o consequente despejo de poluentes nos meios aquáticos, tem sido objeto de reflexão desde o início da industrialização. Metodologias para a purificação da água aliada a regulamentações governamentais mais rígidas, desafiam às sociedades científicas à busca por métodos que visam a descontaminação da água para garantir o acesso seguro deste recurso às populações atuais e futuras [1,2]. Nessa direção, este trabalho visa a retirada do corante azul de metileno em correntes aquosas utilizando o intermediário do processo de oxidação do dissulfeto de molibdênio em forno mufla a 300°C em atmosfera oxidante e em diferentes tempos de calcinação. A variação do tempo é importante na questão da economia energética que deve ser aliada à eficiência do processo de adsorção do corante na estrutura lamelar do molibdênio. O teste cinético é uma técnica utilizada nesses tipo de pesquisa e que contempla a coleta e medida da concentração de um analito em função da variação do tempo em uma mesma temperatura.

2. Materiais e Métodos

As amostras foram preparadas seguindo o esquema presente na Figura 1a, e a nomenclatura das amostras na Figura 1b

3. Resultados e Discussão

Os resultados do teste cinético mostraram que a amostra calcinada por 300 min foi mais efetiva na retirada do corante com uma capacidade de adsorção de 53,3mg de corante por grama de adsorvente (Figura 1c). Uma possível explicação é a presença de baixo teor de enxofre em comparação com a amostra calcinada por menos tempo. A insolubilidade do enxofre contribui para menor dispersão do composto em meio aquoso e consequente perda na capacidade de adsorção do corante. A insolubilidade das amostras com 0 min e 30 min de calcinação a 300 °C é visivelmente observável e a quantificação do teor dos elementos presente na amostra foi possível pela utilização da microscopia eletrônica de varredura acoplada com o detector de EDS que identificou e mensurou o teor dos elementos nas amostras analisadas.

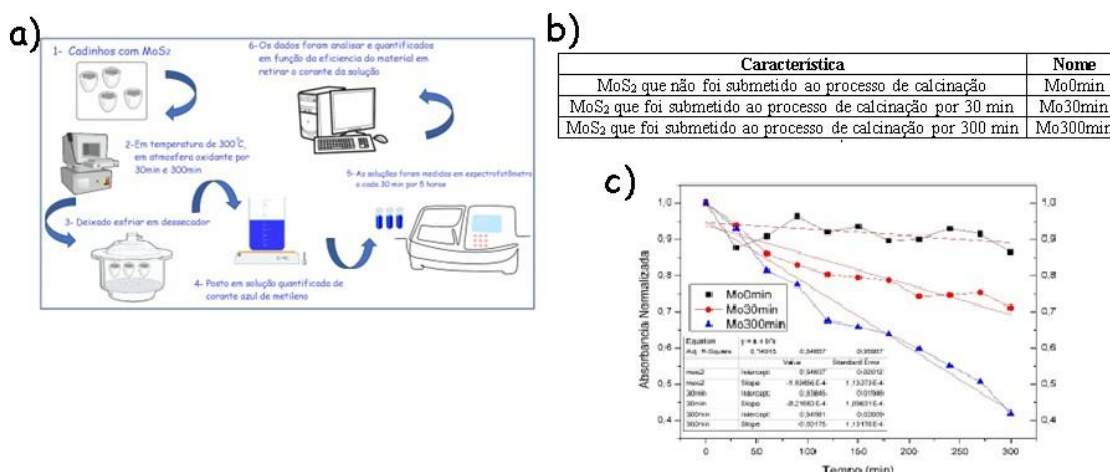


Fig. 1. Teste cinético das amostras.

4. Referências

- [1] PÉREZ-GONZÁLEZ, M. et al. Improved adsorption and photocatalytic removal of methylene blue by MoO₃ thin films: Role of the sputtering power, film thickness, and sputtering working pressure. *Catalysis Today*, v. 360, p. 138–146, 2021.
- [2] RAKASS, S. et al. Molybdenum trioxide: Efficient nanosorbent for removal of methylene blue dye from aqueous solutions. *Molecules*, v. 23, n. 9, p. 16–21, 2018.

*Jorge Fernandes Filho: jorgeferfilho@gmail.com

Sessão V – Cerâmica:



CARACTERIZAÇÃO FOTOELETROQUÍMICA DE FILMES DE PENTÓXIDO DE NÍOBIO OBTIDOS A PARTIR DA OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA À PLASMA (PEO)

Yasmin B. Pissolitto ^{1*}, Jonata R. D. Batista ¹, Francisco Trivinho Strixino ¹, Patrícia dos
S. Araújo ²,

¹ Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, SP.

² Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR.

1. Introdução

O descarte de poluentes orgânicos não biodegradáveis em afluentes representa um risco ambiental, tanto a vida aquática quanto ao fornecimento de água potável. Métodos oxidativos avançados, como a fotocatalise heterogênea, são uma das diversas vias para solução deste problema atual, através da fotodegradação de tais compostos orgânicos [1]. Semicondutores como o Nb_2O_5 apresentam baixo custo, estabilidade química e um valor de band gap entre 3 e 3,4 eV, apropriado para aplicação em reações de oxirredução na fotocatalise [2-3]. Um dos métodos de obtenção de semicondutores como o Nb_2O_5 é através da oxidação eletrolítica à plasma (PEO), um método de tratamento de superfície no qual o metal válvula é submetido a uma tensão acima do valor de ruptura dielétrica do metal, causando descargas de plasma na superfície [4].

2. Materiais e Métodos

Para a obtenção das amostras do semicondutor, amostras do metal Nb foram lixadas e polidas mecanicamente, para remoção do óxido formado naturalmente. Em seguida as amostras foram anodizadas em temperatura inicial de 15 °C, imersas em solução eletrolítica de 0,1 mol/L de $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ sob agitação constante. A densidade de corrente aplicada foi de 10 mA/cm² por 3500 s. Após a anodização a amostra foi caracterizada através de voltametria cíclica e da voltametria de varredura linear utilizando o potenciostato, uma lâmpada UV (365 nm e 3 mW de potência) e o shutter para aplicação de luz pulsada durante as medidas. As soluções eletrolíticas utilizadas para diferentes medidas foram KOH (1 mol/L), Na_2SO_4 (0,5 mol/L) e H_2SO_4 (0,5 mol/L), para variação do pH, e todas as medidas foram realizadas com velocidade de varredura de 5 mV/s e sob temperatura ambiente.

3. Resultados e Discussão

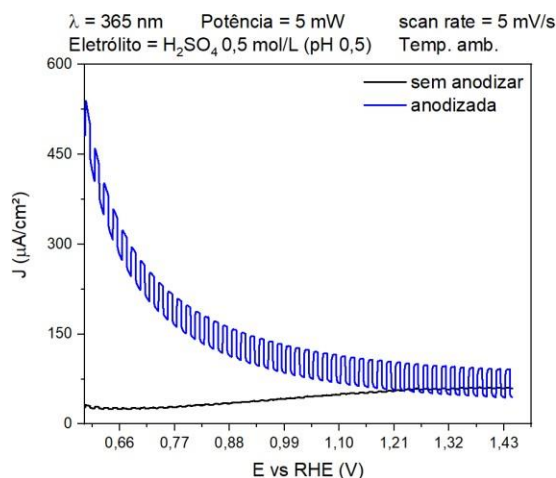


Fig. 1. Voltametria de varredura linear com luz pulsada (365 nm, potência de 5 mW) para as amostras de pentóxido de nióbio anodizada e não anodizada.

Todas as medidas de voltametria cíclica e linear foram realizadas em duplicata e para comparação da fotocorrente entre as amostras foram estimadas as respostas de variação da corrente sob luz pulsada à 1,23 V vs eletrodo reversível de hidrogênio. Na solução eletrolítica básica, de KOH, a fotocorrente para a amostra anodizada foi de $4,2 \pm 2,1$ uA/cm² e $1,0 \pm 0,2$ uA/cm² para a não anodizada. Já na solução neutra, Na_2SO_4 , as respostas foram de $2,4 \pm 0,1$ uA/cm² para a anodizada e $0,7 \pm 0,1$ uA para a não anodizada. Em meio ácido, H_2SO_4 , a amostra anodizada apresentou fotocorrente de $34,8 \pm 12,3$ uA/cm² e a não anodizada de $1,7 \pm 0,1$ uA/cm². Na Fig. 1 podemos observar a voltametria de varredura linear para o meio ácido, onde a diferença de fotocorrente é visível entre a amostra não anodizada e a anodizada durante a varredura. Estes resultados são importantes para investigar a possível aplicação do Nb_2O_5 obtido por PEO como dispositivos fotoeletrocatalíticos.

4. Referências

- [1] ZARE, Ehsan Nazarzadeh et al. An overview on non-spherical semiconductors for heterogeneous photocatalytic degradation of organic water contaminants. *Chemosphere*, v. 280, p. 130907, 2021.
- [2] ÜCKER, Cátia Liane et al. Facile preparation of $\text{Nb}_2\text{O}_5/\text{TiO}_2$ heterostructures for photocatalytic application. *Chemical Physics Impact*, v. 4, p. 100079, 2022.
- [3] SU, Kaiyi et al. Nb_2O_5 -Based Photocatalysts. *Advanced Science*, v. 8, n. 8, p. 2003156, 2021.
- [4] LU, Xiaopeng et al. Plasma electrolytic oxidation coatings with particle additions—A review. *Surface and Coatings Technology*, v. 307, p. 1165-1182, 2016.

Agradecimentos

Agradecimento a CAPES pela bolsa concedida, e a FAPESP e CNPq.

*Autor correspondente: yasminbp@estudante.ufscar.br



ESTUDO DA DA FOTOCATÁLISE DE RODAMINA B, SOB EFEITO DE SEMICONDUTORES DE ÓXIDO DE TITÂNIO DOPADO COM MO/FE OBTIDOS POR OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA DE PLASMA (PEO). PARA FOTOCATÁLISE DE RODAMINA B.

Uanderson Mezavila-Garcia(PG)¹, Francisco Trivinho-Strixino (O)²

fstrixino@ufscar.br; uanderson.mezavila@gmail.com

1 DFQM-So-CCTS - Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, campus Sorocaba,
Sorocaba – SP

1. Introdução

A Mitigação da contaminação por corantes industriais é essencial para preservar a saúde ambiental e promover práticas industriais mais sustentáveis e socialmente responsáveis. As propriedades fotocatalíticas dos semicondutores têm sido cada vez mais investigadas para a degradação de poluentes devido ao seu custo relativamente baixo, resultante principalmente da reutilização dos dispositivos. A dopagem de TiO_2 pode reduzir a perda de energia e minimizar o fenômeno de recombinação elétron-buraco, permitindo a descoberta de materiais sustentáveis capazes de degradar poluentes presentes na água.

2. Materiais e Métodos

Substratos de titânio puro foram polidos mecânicamente com lixa e desengordurados, sendo posteriormente tratados por Oxidação Eletrolítica Assistida por Plasma (PEO) utilizando eletrólitos ácidos e básicos, ($0,1 \text{ Mol. L}^{-1}$ de H_3PO_4) e ($0,23664 \text{ Mol. L}^{-1}$ de NH_4OH), respectivamente. As demais condições foram: tempo: 1200 s. Densidade de corrente: 10 mA.cm^{-2} e temperatura (controlada) do eletrólito: 25°C . Além disso, o óxido foi dopado com sais de ferro e complexos de molibdênio. Elementos complexados contendo Mo foram adicionados ao eletrólito para dopagem in situ da camada de óxido durante o tratamento de superfície. Após a síntese, as moléculas de rodamin b em solução foram submetidas à radiação UVA sob a influência do semiconductor dopado para avaliar o desempenho fotocatalítico.

3. Resultados e Discussão

Após o tratamento, as amostras foram caracterizadas por MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura) e EDS (Espectroscopia de Energia Dispersiva), revelando uma arquitetura microestruturada com alta porosidade e grande área superficial, conforme mostrado na FIG. 1. As amostras obtidas com um eletrólito básico (NH_4OH) dopado com Mo atingiram um valor médio de cerca de 53% Fotodegradação, enquanto com o mesmo dopante em eletrólito ácido (H_3PO_4) atingiu um valor de 6,7%. Ao adicionar o dopante Fe foram obtidos 20,4% e 46,7% respectivamente, conforme mostrado na FIG. 2.

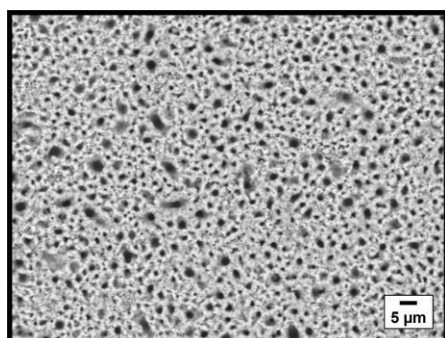


Fig. 1. Vista superior da micrografia MEV de amostras obtidas pelo processo PEO.

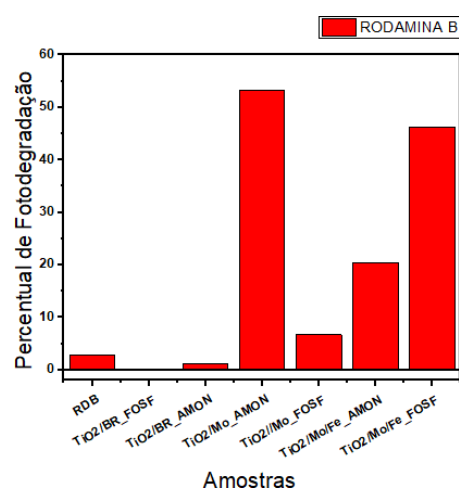


Fig. 2. - Gráfico do percentual de fotodegradação da rodamin b, sob influência de semicondutores.

4. Referências

- [1] P. Favia and R. D'Agostino, Surf. & Coat. Tech., 98, 1102-1106, (1998).
- [2] F. Parrino, et al. . Catalysis Reviews, 61:2, 163-213, (2019).

5. Agradecimentos

Capes, Fapesp, Cnpq, UFSCar, PPGCM, LIEC-SÃO CARLOS.

*



SÍNTESE DE HETEROJUNÇÕES V_2O_5/Nb_2O_5 APLICADAS NA ADSORÇÃO DE CORANTES CATIÔNICOS

Thaís A. Rodrigues^{1*}, Douglas M. S. Del Duque², Vagner R. de Mendonça^{1,2}

¹ Universidade Federal de São Carlos, UFSCar, Sorocaba, SP

² Instituto Federal de São Paulo, IFSP, Itapetininga, SP

1. Introdução

Entre as atuais preocupações ambientais, a poluição da água emerge como uma das mais alarmantes, dada a importância da água para vida humana. A problemática dos corantes quando descartados de maneira acidental ou irresponsável em rios, impacta adversamente a flora e fauna local. Diante desse cenário, diversas abordagens são exploradas para mitigar esse problema, sendo a adsorção um dos mecanismos mais estudados. Essa técnica envolve a transferência do adsorvato de um meio para outro, denominado adsorvente [1]. No âmbito dessas investigações, os óxidos despontam como materiais promissores e dentre eles, o V_2O_5 e o Nb_2O_5 demonstram propriedades adsorptivas notáveis [1 – 2]. Assim, a formação de uma heterojunção entre esses dois materiais emerge como uma abordagem promissora para a obtenção de um novo material com desempenho adsorptivo superior quando comparado aos materiais isolados.

2. Materiais e Métodos

Para obter uma heterojunção, os óxidos Nb_2O_5 e V_2O_5 foram cristalizados simultaneamente, seguindo o protocolo [3 – 4] previamente descrito para esses materiais. Inicialmente, 3 g de oxalato amoniacal de nióbio (OAN – $NH_4[NbO(C_2O_4)_2] \cdot nH_2O$, fornecido pela CBMM) foram dissolvidos em água destilada, seguido da adição de H_2O_2 (Dinâmica – 30 %) na proporção molar de 1:10 de OAN: H_2O_2 . Paralelamente, 0,120 g de V_2O_5 (Synth – 98 %) foram dissolvidos em H_2O_2 , com a proporção molar de 1:60 entre V_2O_5 : H_2O_2 . A solução resultante foi completada com água destilada até 130 mL e tratada em reator hidrotérmico a 150 °C por 24 h. Os materiais isolados foram sintetizados nessas condições, a fim de comparação com a heterojunção. A solução obtida foi levada à estufa a 80 °C e o sólido resultante macerado. Os testes adsorptivos foram conduzidos em uma caixa fechada com temperatura controlada. Para avaliar a capacidade adsorptiva da amostra, foram realizados testes de cinética e isoterma de adsorção, utilizando o corante azul de metileno (AM) com concentração de 10 mg L⁻¹. No estudo cinético foram empregados 40 mL de volume e 6 mg de adsorvente, com dados aplicados a três modelos matemáticos (pseudo-primeira ordem, pseudo-segunda ordem e difusão intra-partícula) para estimar o mecanismo de adsorção. Quanto ao isoterma, o volume foi mantido o mesmo, variando a concentração do corante entre 25, 50, 100, 250 e 500 mg L⁻¹, utilizando 10 mg de adsorvente. Dois modelos matemáticos (Langmuir e Freundlich) foram empregados para estimar a capacidade máxima de adsorção das amostras. O decaimento da concentração dos corantes foi medido por espectrofotometria no UV-vís, aplicando-se o espectrofotômetro FEMTON600 S.

3. Resultados e Discussão

A heterojunção foi caracterizada por meio de técnicas como DRX, Raman, FTIR e MEV-EDS. As análises de DRX, Raman e FTIR não revelaram a presença do V_2O_5 , evidenciando a predominância da morfologia de Nb_2O_5 . Entretanto, as micrografias de MEV indicaram a presença do vanádio, além disso ambos os óxidos aparecem sobre toda a amostra, sugerindo a formação da heterojunção. Estudos de cinética de adsorção revelaram que, durante a adsorção do corante AM, a heterojunção demonstrou uma capacidade de adsorção 39 % superior em comparação ao Nb_2O_5 isolado. Além disso, a isoterma de adsorção indicou que a heterojunção adsorveu 18 % a mais em relação à amostra isolada. Essas duas abordagens complementares sugerem que a formação da heterojunção entre esses dois óxidos melhorou significativamente a capacidade de adsorção do Nb_2O_5 .

4. Referências

- [1] HOSNY, N. M.; GOMAA, I.; ELMAHGARY, M. G. Adsorption of polluted dyes from water by transition metal oxides: A review. **Applied Surface Science Advances**, v. 15, p. 100395, 2023.
- [2] SANTOS, A. L. et al. Niobium pentoxide as an adsorbent for methylene blue removal: Synthesis, characterization and thermal stability. **Materials Chemistry and Physics**, v. 301, p. 127659, 2023.
- [3] LEITE, E. R. et al. Synthesis of Niobia Nanocrystals with Controlled Morphology. **The Journal of Physical Chemistry B**, v. 110, n. 37, p. 18088–18090, 2006.
- [4] AVANSI, W. et al. Vanadium pentoxide 1-D nanostructures applied to dye removal from aqueous systems by coupling adsorption and visible-light photodegradation. **RSC Advances**, v. 5, n. 16, p. 12000–12006, 2015.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES (código 001) pela bolsa concedida, a CBMM por ter cedido reagentes e a Embrapa Instrumentação, por ceder os laboratórios para caracterizar as amostras sintetizadas.

*Autor correspondente: thaiaaprodigues3@gmail.com



CRIAÇÃO DE UM SISTEMA PARA INVESTIGAR O PROCESSO DE GELIFICAÇÃO DO ALGINATO EM AMBIENTE DE ESCALA REDUZIDA

Francisco Strixino Trivinho ¹, Pedro de Carvalho Aleixo Costa ²

¹ UFSCar, Sorocaba, SP

² UFSCar, Sorocaba, SP

1. Introdução

Os estudos referentes à fabricação do óxido de alumínio nanoporoso (AAO) possuem uma gama de aplicações, tal como proteção contra corrosão, modificação das propriedades abrasivas, de molhabilidade e de adsorção, preparação de biossensores e seu uso como *templates* para modificar matérias moles. Na aplicação como *template* de materiais moles como a síntese polimérica no interior dos nano canais ainda existem grandes desafios e as aplicações podem ser interessantes. O alginato de Cálcio pode ser um candidato para esse estudo já que este biopolímero pode ser obtido em condições de sub gelificação empregando-se o processo chamado *freeze-casting* que consiste no congelamento da solução visando alcançar condições onde a formação do gel é favorecida (aumento na concentração de alginato e cálcio).

2. Materiais e Métodos

Para esse fim, foram realizados polimento mecânico (com as lixas de número 400, 600, 1200 e 2000) e eletropolimento (por 3 minutos em mistura de ácido perclórico e etanol à 0°C e 15 V) nas placas de alumínio para realizar a anodização e será desenvolvido um sistema composto por uma placa Peltier conectada a um dissipador de calor e um banho termostaticado, chamado *Freezing System*, capaz de resfriar as amostras (temperatura próximas a -20 °C) que servirá de base para que o sistema AAO + alginato de Cálcio possa ser estudado. Após descongelamento e secagem, o sistema será caracterizado por microscopia eletrônica de varredura ou outras técnicas que se julgar necessária dada o desafio de se caracterizar estes materiais em escala nanométrica.

3. Resultados e Discussão

Embora as amostras ainda não tenham sido anodizadas, houve sucesso no eletropolimento tendo evidências visuais que a camada superficial do metal foi removida (Fig. 2.), obtendo uma superfície mais homogênea em relação à anterior (Fig. 1). com as amostras prontas a próximas etapas serão a anodização, o *Freezing System* e a caracterização em escala nanométrica.



Fig. 1. Placa de Alumínio após polimento mecânico.
Autor: Pedro Costa, 2024



Fig. 2. Placa de Alumínio durante eletropolimento.
Autor: Pedro Costa, 2024

4. Referências

- [1] FERRO, L. FABRICAÇÃO DE BIOSSENSOR ÓPTICO DE GLICOSE EM ALUMINA ANÓDICA POROSA. Dissertação Ufscar 2016.
- [2] LOSIC, D. Electrochemically Engineered Nanoporous Materials. 2015

Agradecimentos

Capes, ao CNPq, e a FAPESP

*Autor correspondente: fstrixino@ufscar.br



Síntese de Nanotubos de TiO₂ sobre substratos de Ti para aplicação em implantes: aspectos da síntese e sistemas de liberação controlada de substâncias

Miguel Felder Pelentir

Orientador: Francisco Trivinho Strixino

Universidade Federal de São Carlos, Campus Sorocaba

1. Introdução

A presente pesquisa em andamento, aborda a síntese de nanotubos de TiO₂ sobre um substrato de titânio, enfatizando principalmente sua aplicação dentro de implantes biomédicos. A síntese dessas nanoestruturas é feita principalmente por meio de um processo de oxidação anódica, em um regime potencioestático, utilizando-se de uma solução eletrolítica contendo íons fluoreto e também o composto Simulated Body Fluid (SBF). Esse processo além de auxiliar a aprimorar as características físicas e químicas das nanoestruturas formadas, visa também o aumento da biocompatibilidade para a aplicação biomédica.

Outrossim, o processo de imobilização de fármacos no interior dessas nanoestruturas pode-se apresentar como uma opção viável para diminuir a rejeição de próteses, atuando no processo de liberação controlada de substâncias. Essa abordagem pode contribuir para o avanço da tecnologia de implantes biomédicos, devido ao aumento de sua biocompatibilidade.

2. Materiais e Métodos

- Célula de anodização; - Amostras de Titânio Comercial puro; - Fármaco para imobilização.
- Fonte de tensão; - Eletrólito contendo SBF e Fluoreto de Amônio;

O processo consiste em uma anodização em regime potencioestático, de amostras de titânio comercial puro, sendo realizada em solução contendo íons fluoreto e Simulated Body Fluid. Assim as etapas se iniciam com o polimento das amostras, preparo do eletrólito, anodização por 1200 segundos em uma solução a 50°C, aplicando 20 volts, sem agitação. Por fim, ocorre o processo de caracterização das nanoestruturas utilizando-se de Microscopia eletrônica de Varredura (MEV).

Após a constatação da formação de nanotubos, as amostras passam pelo processo de carregamento do fármaco, onde com o auxílio de um aparato os medicamentos serão inseridos no interior dos nanotubos. Com as amostras prontas segue a etapa de liberação controlada das substâncias.

3. Resultados e Discussão

Até o presente momento, por se tratar de uma pesquisa em andamento, o processo encontra-se ainda no aprimoramento da síntese dos nanotubos, de modo a garantir a formação dessas nanoestruturas na metodologia. Dessa forma será possível desenvolver com eficácia os objetivos propostos pela pesquisa.



Fig. 1. Célula de anodização

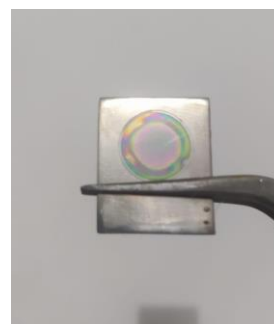


Fig. 2. amostra de titânio anodizado

4. Referências

- KOKUBO, T.; TAKADAMA, H. **How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity ?** Biomaterials, v. 27, p. 2907–2915, 2006.
- LOPES, Paula Prenholatto. **Sistema de liberação de substâncias a partir de filmes nanotexturizados de TiO₂**. 2021. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, 2021.

Filiação completa:

Projeto desenvolvido pelo PIBIC/CNPq/UFSCar (Programa Institucional de Bolsas de Iniciação Científica), tendo como orientador o professor Dr. Francisco Trivinho Strixino. Com duração de Setembro de 2023 a Setembro de 2024.

Agradecimentos:

Agradecimentos ao orientador Francisco Trivinho Strixino e a Pró-Reitoria de Pesquisa - Ufscar Pela bolsa oferecida.



ESTUDO DA INFLUÊNCIA DE OSCILAÇÕES NATURAIS NA TENSÃO RELACIONADO À MORFOLOGIA DE FILMES DE Nb2O5 EM OXIDAÇÃO ELETROLÍTICA À PLASMA (PEO)

Jonata R. D. Batista ^{1*}, Yasmin B. Pissolitto ¹, Francisco Trivinho Strixino ¹, Patrícia dos S. Araújo ²,

¹ Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, SP.

² Universidade Federal do Paraná, Curitiba, PR.

1. Introdução

A oxidação eletrolítica a plasma (PEO) é uma técnica amplamente estudada para obter revestimentos espessos de óxido anódico com base em alumínio, titânio, nióbio e outros metais válvula. No caso dos óxidos de nióbio, é de interesse o uso devido às suas propriedades como semicondutores, biocompatibilidade e alta resistência à corrosão [1]. O comportamento eletroquímico durante esse processo pode variar de acordo com os parâmetros do processo anódico e influenciar características como espessura do revestimento, aderência, morfologia e estrutura cristalina do filme de óxido [2]. Neste estudo, são observadas oscilações transitórias de voltagem durante a anodização de nióbio sob um regime galvanostático de PEO. Esse evento oscilatório não possui descrição na literatura para condições de anodização PEO.

2. Materiais e Métodos

Seis placas diferentes de nióbio foram anodizadas em ácido oxálico 0,1 mol L⁻¹ a 15 °C, com solução agitada, aplicando 10 mA·cm⁻² em diferentes pontos de encerramento do processo ao longo de duas oscilações subsequentes. Cada amostra produzida neste conjunto experimental foi realizada em triplicata, e a morfologia foi analisada usando o software ImageJ. As amostras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (Hitachi TM3000) sob 5kV e 15kV. O processamento de imagem foi aplicado usando o software ImageJ para determinar a área dos poros.

3. Resultados e Discussão

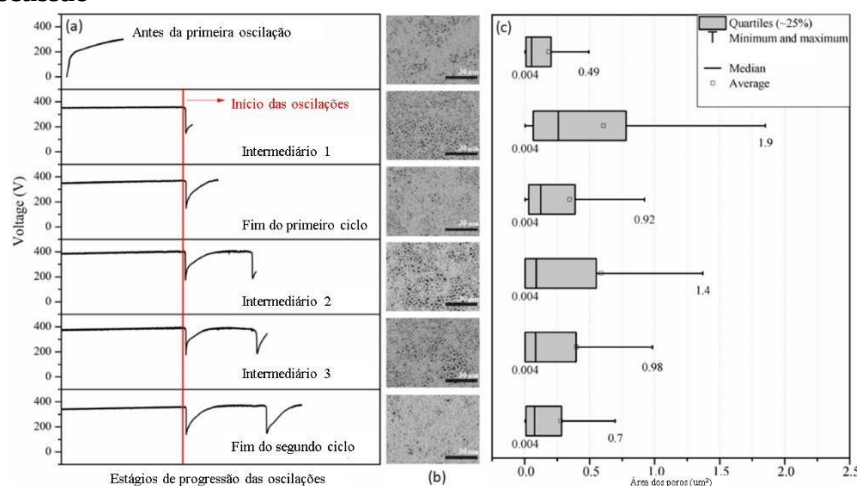


Fig. 1. (a) Curvas de anodização galvanostática com o processo terminado em diferentes estágios de anodização, (b) Micrografias de superfície SEM obtidas para cada condição e (c) Bocplot para visualizar a distribuição da área de poros na superfície de cada amostra.

Os resultados apresentam uma modificação na estrutura porosa superficial indicando uma relação entre a área de exposição superficial e a morfologia do filme durante o crescimento da camada de óxido durante o regime oscilatório. Com os dados obtidos propõe-se um processo simultâneo de dissolução do óxido/enchimento dos poros e as microdescargas observadas durante o processo de PEO.

4. Referências

- [1] A. Robin, Comparative study of Nb, Nb–10W, and Nb–16Ta–12W corrosion behavior in sodium hydroxide solutions, *Electrochimica Acta*. 49, 2004.
- [2] M. Kaseem, S. Fatimah, N. Nashrah, Y.G. Ko, Recent progress in surface modification of metals coated by plasma electrolytic oxidation: Principle, structure, and performance. *Progress in Materials Science*, v. 117, 2021.

Agradecimentos

Agradecimento a CAPES pela bolsa concedida, e a FAPESP e CNPq.



SÍNTESE DE CATALISADORES DE CuO POR PRECIPITAÇÃO QUÍMICA PARA ELETRORREDUÇÃO DE CO₂

Jéssica Cristina de Almeida ^{1*}, Osmando F. Lopes², Cauê Ribeiro ³, Gelson T.S. Tavares ³, Vagner Romito de Mendonça ^{1,4}

¹ Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), Sorocaba, SP, Brasil

² Universidade Federal de Uberlândia (UFU), Uberlândia, SP

³ EMBRAPA Instrumentation, São Carlos, SP

³ Instituto Federal de São Paulo (IFSP) – Itapetininga, SP, Brasil

Introdução

A crescente concentração de CO₂ na atmosfera impulsiona a busca por soluções que comercialmente atrativas, como a sua conversão em produtos de valor agregado. Neste contexto, a redução eletroquímica do CO₂ surge como uma alternativa promissora, utilizando energia renovável para transformar o poluente em combustíveis e produtos químicos. Para viabilizar a tecnologia comercialmente, catalisadores eficientes e estáveis são cruciais. Eles devem ser ativos e seletivos, além de estáveis por longos períodos. O presente trabalho investiga o uso de catalisadores à base de óxido de cobre (CuO), sintetizados por um método simples e de baixo custo, para a redução eletroquímica de CO₂ em ácido fórmico e CO.

Materiais e Métodos

A síntese do catalisador foi realizada através da metodologia de precipitação química, adaptando o trabalho de Nogueira et al. (2016). [1] As caracterizações composicionais do material sintetizado envolveram técnicas como Espectroscopia no Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), Difração de Raios X (DRX) e Espectroscopia de Fotoelétrons de Raios X (XPS). A fim de verificar a morfologia e a área superficial específica do catalisador, foram realizadas medidas de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Análise de Área Superficial Específica pelo método BET (Brunauer-Emmett-Teller), respectivamente. As medidas de eletrorredução do CO₂ foram realizadas em diferentes potenciais: -0,8 V, -1,0 V e -1,2 V versus Eletrodo de Hidrogênio Reversível (RHE). Os produtos da reação foram coletados e analisados por Cromatografia Gasosa (CG) e Ressonância Magnética Nuclear (RMN), permitindo a identificação e quantificação dos compostos formados.

Resultados e Discussão

Medidas de caracterização comprovaram a composição do material como óxido de cobre (JCPDF: 48-1548) e morfologia com partículas ovais de aproximadamente 163 nm de comprimento por 103 nm. A partir dos testes efetuados, foi possível determinar as melhores condições de preparo do eletrodo para manter a estabilidade do processo. Durante os testes finais, o eletrodo principal foi capaz de manter a corrente constante por 100 horas consecutivas, como mostra na figura 1.

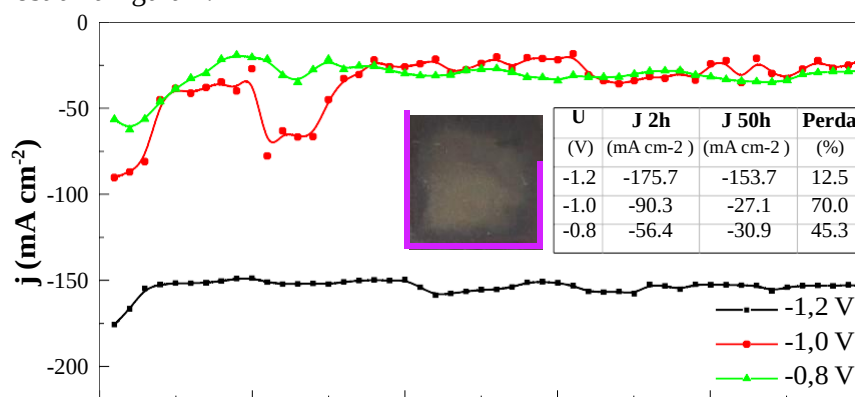


Fig. 1. Densidade de corrente durante teste de estabilidade do eletrodo de difusão gasosa com o catalisador sintetizado.

Conclusão

Este trabalho demonstra o potencial de catalisadores de óxido de cobre (CuO) simples e de baixo custo para a redução eletroquímica de CO₂, resultando em partículas ovais com boa atividade catalítica. A otimização das condições de preparo do eletrodo garantiu a estabilidade do processo por 100 horas consecutivas, com corrente constante.

Referências

[1] Nogueira, A. E. et al. CuO synthesized by solvothermal method as a high-capacity adsorbent for hexavalent chromium, volume 498, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects (2016).

Agradecimentos

Forschungszentrum Jülich GmbH, Institute of Energy and Climate Research: Electrochemical e Dra. Meital Shviro pela utilização das instalações e coorientação no projeto.



ESTERIFICAÇÃO DO ÁCIDO OLEICO COM ETANOL CATALISADA POR Fe/ZrO₂ NANOCRISTALINO

Guilherme Manassés Pegoraro^{1*}, Giovanni Miraveti Carriello¹, Lucas Repecka Alves¹, Henrique Solowej Medeiros Lopes^{1,2}, Amanda Stefanie Jabur de Assis¹, Giovanni Pimenta Mambrini¹

¹ Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, SP

² Faculdade de Tecnologia José Creso Gonzales, Sorocaba, SP

1. Introdução

O biodiesel é um combustível constituído por misturas de ésteres e obtido a partir de fontes renováveis, sendo importantes as reações para sua produção, como a esterificação, em que catalisadores são comumente empregados [1]. Dentre eles, óxidos metálicos como o ZrO₂ atuam na catálise heterogênea, podendo ter suas propriedades catalíticas aprimoradas quando aplicado como nanomaterial ou modificado por meio da dopagem [2]. Esse trabalho visou produzir nanocristais de Fe/ZrO₂, caracterizá-los e aplicá-los como catalisadores da esterificação do ácido oleico com etanol.

2. Materiais e Métodos

A síntese das amostras de Fe/ZrO₂ foi realizada em 20 mL de álcool benzílico, adicionando 2 mL de propóxido de zircônio, 230 µL de HCl e 0,02500 g de FeCl₃·6H₂O a 170 °C [2]. O tempo foi de 72 h em chapa de aquecimento (FC1-3), sendo reduzido a 10, 20 e 30 min com incidência de micro-ondas (FM1-2, FM2 e FM3). As amostras foram calcinadas em mufla a 500 °C por 30 min e caracterizadas por difratometria de raios-X (DRX), espectroscopia na região do infravermelho (FTIR), microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de raios-X por dispersão em energia (EDS) e espalhamento dinâmico de luz (DLS). Conforme a literatura, as amostras de Fe/ZrO₂ foram aplicadas na esterificação do ácido oleico com etanol a 60 °C por 1 h, calculando a taxa de conversão a partir de espectros FTIR e curva de calibração, comparando-as com os testes não catalisados [1].

3. Resultados e Discussão

Apenas a amostra FC1-3 formou a fase tetragonal na síntese (JCPDS 79-1771). Após calcinação, todas as amostras formaram a fase tetragonal (Fig. 1), com tamanhos de cristalito entre 10 e 12 nm. Os resultados de MEV e DLS demonstraram aglomeração de partículas na ordem de alguns micrômetros. A técnica de EDS confirmou a presença de Fe em todas as amostras. A curva de calibração elaborada a partir do FTIR com base nas misturas de ácido oleico e oleato de etila (Fig. 2) teve r² de 0,97. As taxas de conversão das reações de esterificação foram de 55 e 57% para os testes sem catalisador, enquanto os testes catalisados por Fe/ZrO₂ calcinado atingiram taxas de 80 e 86%, mostrando que a esterificação foi favorecida com a adição dos nanocristais de Fe/ZrO₂.

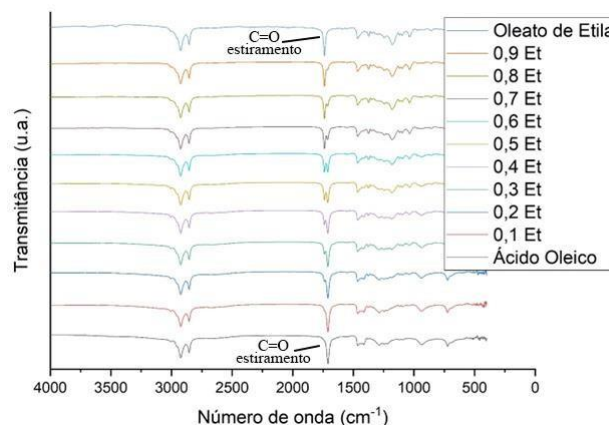
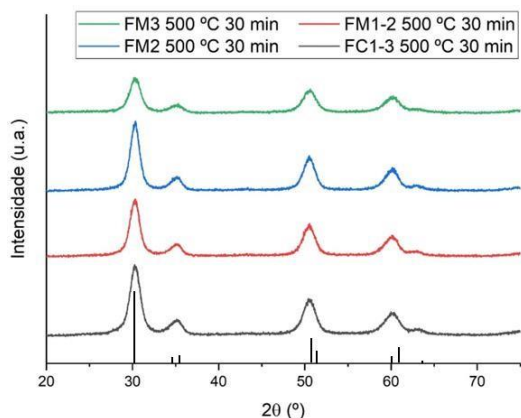


Fig. 1. Difratogramas das amostras de Fe/ZrO₂ calcinadas.

Fig. 2. Espectros FTIR para a curva de calibração.

4. Referências

- [1] Pegoraro *et al.* (2022) *Disciplinarum Scientia* 23(2), 85-97. <https://doi.org/10.37779/nt.v23i2.4209>
[2] Garnweitner *et al.* (2007) *Small* 3(9), 1626-1632. <https://doi.org/10.1002/sml.200700075>

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001. À FATEC Sorocaba por disponibilizar seu equipamento de FTIR.

*Autor correspondente: guilherme.ms.pegoraro@gmail.com



ÓXIDOS DE ZIRCÔNIO E HÁFNIO DOPADOS COM PRATA E PRASEODÍMIO PARA FOTODEGRADAÇÃO DO VIOLETA DE CRISTAL: UM ESTUDO DAS ESTRUTURAS CRISTALINAS E ATIVIDADES FOTOCATALÍTICAS

Giovanni Miraveti Carriello ^{1*}, Guilherme Manassés Pegoraro ¹, Lucas Repecka Alves ¹,
Amanda Stefanie Jabur de Assis ¹, Juliana Cristina Ramos de Oliveira ¹, Gabriela Santos ¹,
Giovanni Pimenta Mambrini ¹

¹ Universidade Federal de São Carlos, Sorocaba, SP.

1. Introdução

A busca por fotocatalisadores visando à degradação de corantes está ganhando destaque nas pesquisas acadêmicas devido aos malefícios que os corantes causam na natureza. Portanto, desenvolvem-se pesquisas buscando identificar novos materiais que podem ser utilizados para esse fim [1].

Nesse contexto, o presente trabalho investigou a fotodegradação do corante violeta de cristal com óxidos de zircônio(IV) (ZrO₂) e háfnio(IV) (HfO₂) em diferentes estruturas cristalinas, estabilizadas com prata (Ag) e praseodímio (Pr), visando compreender como as estruturas cristalinas desses materiais interferem na degradação do corante violeta de cristal.

2. Materiais e Métodos

As amostras foram preparadas seguindo a metodologia descrita por Ramos-González (2010)[2], com calcinação das amostras de ZrO₂ a 500°C e de HfO₂ a 600°C. As amostras dopadas em 10% ± 1 receberam AgNO₃ e PrCl₃ na solução inicial. Os ensaios de degradação de corante, realizados em duplicata, ocorreram em uma câmara UV, conforme descrito por Vaz (2008)[3], utilizando lâmpadas UVC com pico de emissão em 254 nm. A metodologia foi adaptada de Liang (2009)[1], utilizando 1% da suspensão do catalisador em uma solução de 0,001% de violeta de cristal preparada por reagente comercial. As amostras foram deixadas na câmara UV por 1 hora e quantificadas utilizando um espectrofotômetro na região do ultravioleta-visível.

3. Resultados e Discussão

Os difratogramas das amostras estão dispostos na Figura 1, e os resultados estão apresentados no Quadro 1. Após a denominação de cada amostra, é indicada a estrutura cristalina do material, obtida pela comparação dos difratogramas com fichas padrão. As fases são denominadas como tetragonal (t), cúbica (c), monoclinica (m) ou uma mistura de monoclinica com tetragonal (m/t).

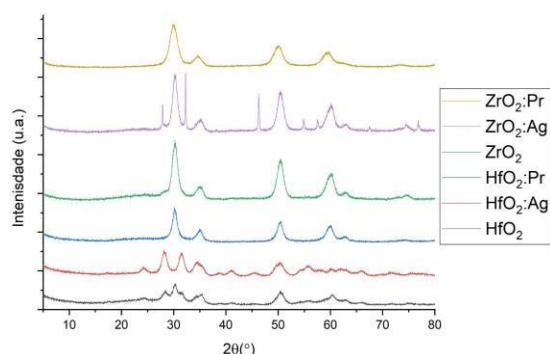


Fig. 1. Difratograma das amostras utilizados como catalisador.

Amostra	Degradação (%)
Branco	15 ± 3
ZrO ₂ (t)	24 ± 4
ZrO ₂ :Ag (m/t)	66 ± 3
ZrO ₂ :Pr (c)	19 ± 4
HfO ₂ (m/t)	71 ± 5
HfO ₂ :Ag (m)	37 ± 11
HfO ₂ :Pr (c)	37 ± 5

Qua. 1. Resultados obtidos.

Com base no Quadro 1, percebeu-se que as amostras que possuíam uma mistura de fases, HfO₂ e ZrO₂:Ag, apresentaram atividade fotocatalítica significativamente maior do que as amostras que possuíam apenas uma única fase. Isso pode ser explicado tanto pelo fato de que o band gap dos materiais é alterado em sistemas polifásicos, quanto pelo fato de que esses sistemas apresentam altos sítios catalíticos em suas atividades [4].

4. Referências

- [1] Liang, C., Liu, C., Li, F., & Wu, F. (2009). *Chemical Engineering Journal*, 147(2-3), 219-225.
- [2] Ramos-González, R., Garcia-Cerda, L. A., Alshareef, H. N., Gnade, B. E., & Quevedo-Lopez, M. A. (2010, June). In *Materials Science Forum* (Vol. 644, pp. 75-78). Trans Tech Publications Ltd.
- [3] Vaz, F. A. S., Oliveira, M. A. L. D., Queiroz, M. P. G. D., & Ribeiro, S. J. L. (2008). *Química Nova*, 31, 2156-2158.
- [4] Bakardjieva, S., Šubrt, J., Štengl, V., Dianez, M. J., & Sayagues, M. J. (2005). *Applied Catalysis B: Environmental*, 58(3-4), 193-202.

Agradecimentos

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de Financiamento 001.

**DIÓXIDO DE CARBONO SUPERCRÍTICO PARA PRODUÇÃO DE
ARCABOUÇO LAMINADO PARA REGENERAÇÃO TECIDUAL**

Cecilia Torqueti de Barros^{1*}, Marco Vinicius Chaud²

¹Laboratório de Biomateriais da Faculdade de Ciências Médicas e da Saúde (FCMS) da Pontifícia Universidade Católica de São Paulo (PUC-SP), Sorocaba, SP, Brasil.

²Laboratório de Biomateriais e Nanotecnologia, Universidade de Sorocaba, Sorocaba, SP, Brasil.

1. Introdução

Arcabouços tridimensionais desempenham um papel estrutural na regeneração tecidual, oferecendo um suporte para o crescimento e multiplicação celular. Uma abordagem inovadora é empregar o dióxido de carbono supercrítico (CO₂SC) como antisolvente no processo de produção. Essa técnica permite um controle das características em um processo unitário, permitindo que as propriedades desejadas sejam ajustadas durante a formação dos arcabouços [1,2].

2. Materiais e Métodos

Para a fabricação dos arcabouços, as dispersões foram colocadas em recipientes de alumínio com 3,5 cm de diâmetro, que foram posteriormente posicionados no vaso reator. A injeção de dióxido de carbono supercrítico (CO₂SC) foi constante, com uma vazão de 15 g/min durante todo o processo. Após a estabilização da temperatura e pressão interna do vaso reator, o sistema permaneceu em estado constante. As concentrações poliméricas de PLLA e colágeno foram avaliadas em 10 experimentos distintos.

3. Resultados e Discussão

Condições: 5% de concentração polimérica; proporção PLLA:colágeno (1:2); 200 bar; 50°C e depressurização lenta de 3 bar/min foram selecionadas (Fig. 1).

O colágeno é mais solúvel em meio aquoso do que o PLLA, resultando em maior porosidade gradual da estrutura em meio fisiológico devido à dissolução do colágeno, apresentando comportamento porogênico.

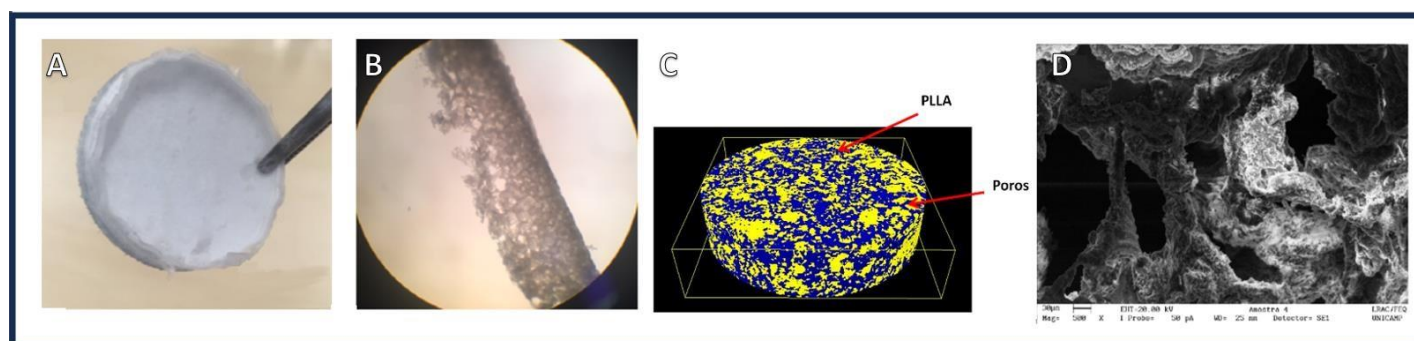


Fig. 1. (A) Formação do arcabouço; (B) Imagem obtida por microscopia óptica; (C) Imagem obtida por Microtomografia Computadorizada (μ CT); (D) Imagem obtida por Microscopia Eletrônica de varredura (MEV).

O emprego de CO₂SC viabilizou a produção de arcabouços, empregando PLLA e colágeno. A depressurização foi crucial para a formação das estruturas porosas [3]. A proporção 1:2 de PLLA:colágeno aprimorou a mucoadesão e hidrofiliabilidade. Proporções de colágeno acima de 1:4 tornaram a estrutura frágil, impossibilitando a formação do arcabouço devido à redução na reticulação do PLLA-colágeno.

Este estudo enfatiza a relevância do ajuste da variável de depressurização no processo de formação da estrutura porosa, destacando a importância de considerar as propriedades desejadas do arcabouço para sua aplicação na regeneração tecidual.

Referências

- [1] DE WIT, R. J.J. et al. Scaffold-based tissue engineering: Supercritical carbon dioxide as an alternative method for decellularization and sterilization of dense materials. **Acta Biomaterialia**, v. 155, p. 323–332, 2023.
- [2] GONÇALVES, Flávia et al. Hybrid Membranes of PLLA/Collagen for Bone Tissue Engineering: A Comparative Study of Scaffold Production Techniques for Optimal Mechanical Properties and Osteoinduction. **Materials (Basel)**, v. 8, n. 2, p. 408–423, 2015.
- [3] SEO, B. R. et al, (2020). Collagen microarchitecture mechanically controls myofibroblast differentiation. **Proc Natl Acad Sci EUA**, v. 117, n. 21, p11387–11398, 2020.

Agradecimento

À Uniso pelos apoios financeiros fundamentais para este projeto.

Sessão VI – Metais:



TI-40TA ALLOY OBTAINED BY LASER DEPOSITION FOR BIOMEDICAL APPLICATIONS

Romualdo Emilio^{1,2*}, Amélia Almeida³ and Odila Florêncio¹

¹Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, Universidade Federal de São Carlos,
18052-780, Sorocaba/SP

²Centro Paula Souza – Etec Fernando Prestes, 18040-810, Sorocaba/SP, Br

³Instituto Superior Técnico, Universidade de Lisboa, 1049-001, Lisboa, Pt

1. Introduction

Metallic materials for biomedical applications should have good biocompatibility, wear and corrosion resistance, suitable levels of stiffness, strength, fracture toughness, fatigue resistance and low elastic modulus [1]. Ti alloys are among the most used metallic biomaterials and can be found in the α , β or dual $\alpha+\beta$ phases. As the concentration of β -stabilizing is increased the β phase becomes dominant, and the martensitic structure α' (acicular martensite) tends to be replaced by α'' (orthorhombic martensite), the α'' phase being considered a transition from the α' to the β phase [2].

2. Materials and Methods

Ti-Ta alloys with variable composition were synthesized by laser-assisted deposition. Laser treatment was done by feeding CP Ti and Ta powders with variable feed rates through a coaxial nozzle into a laser beam directed to the substrate. The compositions of Ti and Ta varied almost linearly along the distance, with compositions ranging from 3 Ta to 86 wt% Ta. The composition and microstructure of the alloys were characterized by XRD and SEM, while the mechanical properties were assessed using depth-sensing ultramicroindentation tests.

3. Results and Discussion

Fig. 1 shows the dependence of ultramicrohardness, for Ti-Ta alloys, as a function of Ta composition and the corresponding microstructure. As Fig. 2, the Young's modulus decreases from 120 GPa to about 45 GPa with increasing the Ta content to 35 wt.%, corresponding to the region where the α'' (orthorhombic) phase is predominant. The lowest value of Young's modulus (45 GPa) was obtained for the Ti-36wt.%Ta alloy, that has a ultramicrohardness of 2.3 GPa. Based on these results, samples of the Ti-40Ta alloy was produced by laser deposition, 8 layers high and 30 mm long, which will be characterized by continuing the survey of alloys with potential use as an orthopedic biomaterial.

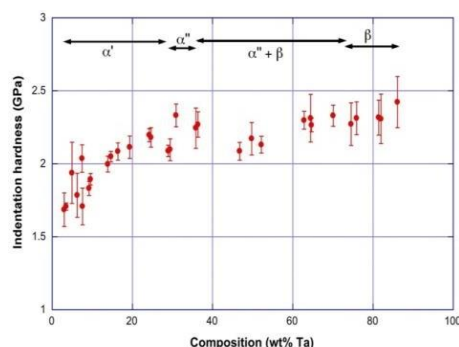


Fig. 1. Dependence of ultramicrohardness, for Ti-Ta alloys, as a function of Ta composition and corresponding phases.

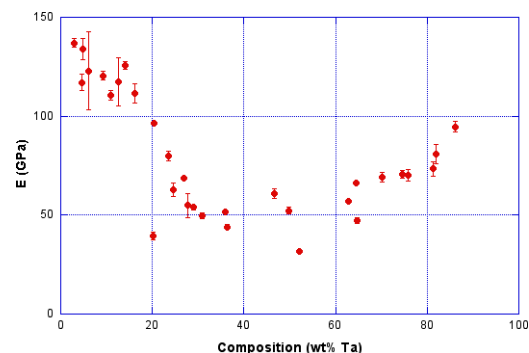


Fig. 2. Dependence of Young's modulus for Ti-Ta alloys, as a function of Ta composition

4. References

- [1] M. Niinomi, Mater. Sci. Eng. A. **483-484**, 153 (2008).
- [2] G. Lütjering and J. C. Williams "Titanium", 1st edition, Springer, USA, (2003).

Acknowledgments

FAPESP (2011/20151-8 and 2022/04825-3)/Br, FCT (PTDC/CTM09811/2008)/Pt.

*Corresponding author: romualdoemilio@estudante.ufscar.br

Apoio



NETZSCH