

ANÁLISE E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS: NOVAS PERSPECTIVAS

Organizadores

Aluska do Nascimento Simões Braga

José Rosa de Souza Farias

Ketelly Estefane da Silva Alves

Valdeci Bosco dos Santos

VOLUME 4

ANÁLISE E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS: NOVAS PERSPECTIVAS

Organizadores

Aluska do Nascimento Simões Braga
José Rosa de Souza Farias
Ketelly Estefane da Silva Alves
Valdeci Bosco dos Santos

VOLUME 4

Editora Omnis Scientia

**ANÁLISE E DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS:
NOVAS PERSPECTIVAS**

Volume 4

1ª Edição

RECIFE - PE

2025

Editor-Chefe

Dr. Daniel Luís Viana Cruz

Organizadores

Aluska do Nascimento Simões Braga

José Rosa de Souza Farias

Ketelly Estefane da Silva Alves

Valdeci Bosco dos Santos

Conselho Editorial

Dr. Amâncio António de Sousa Carvalho – ESS-UTAD – Portugal

Dr. Cássio Brancalone – UFFS – Brasil

Dr. Marcelo Luiz Bezerra da Silva – UEPa – Brasil

Dra. Pauliana Valéria Machado Galvão – UPE – Brasil

Dr. Plínio Pereira Gomes Júnior – UFRPE – Brasil

Dr. Walter Santos Evangelista Júnior – UFRPE – Brasil

Dr. Wendel José Teles Pontes – UFPE – Brasil

Editores de Área - Engenharias

Dra. Elba Gomes dos Santos Leal

Dr. Mauro de Paula Moreira

Assistente Editorial

Thialla Larangeira Amorim

Imagem de Capa

Canva e Freepik

Edição de Arte

Vileide Vitória Larangeira Amorim

Revisão

Os autores



Este trabalho está licenciado com uma Licença Creative Commons – Atribuição-NãoComercial-SemDerivações 4.0 Internacional.

O conteúdo abordado nos artigos, seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Lumos Assessoria Editorial

A532

Análise e desenvolvimento de materiais cerâmicos : novas perspectivas : volume 4 [recurso eletrônico] / organizadores Aluska do Nascimento Simões Braga ... [et al.]. — 1. ed. — Recife : Omnis Scientia, 2025. Dados eletrônicos (pdf).

Inclui bibliografia.

ISBN 978-65-6036-991-7

DOI: 10.47094/978-65-6036-991-7

1. Material cerâmico. 2. Engenharia de materiais.
3. Cerâmica (Tecnologia). I. Braga, Aluska do Nascimento Simões.

CDD23: 620.11

I-040627

Bibliotecária: Priscila Pena Machado – CRB-7/6971

Editora Omnis Scientia

Av. República do Líbano, nº 251, Sala 2205, Torre A,
Bairro Pina, CEP 51.110-160, Recife-PE.

Telefone: +55 87 99914-6495

editoraomnisscientia.com.br

contato@editoraomnisscientia.com.br



PREFÁCIO

Materiais cerâmicos são amplamente utilizados desde as primeiras civilizações humanas. São compostos inorgânicos formados por elementos metálicos e não metálicos, unidos por interações iônicas e/ou covalentes. Apresentam alta dureza, elevada resistência ao calor, ampla capacidade calorífica, e são excelentes isolantes elétricos e térmicos. Além disso, apresentam notável resistência ao desgaste, à corrosão e à biocompatibilidade. Suas propriedades variam conforme o tipo de ligação atômica, estrutura cristalina, tratamentos térmicos e métodos de processamento.

Cerâmicas produzidas a partir de matérias-primas naturais, são denominadas cerâmicas tradicionais. Em contrapartida, as cerâmicas avançadas ou cerâmicas de Engenharia distinguem-se por serem formuladas a partir de matérias-primas sintéticas, como óxidos, nitretos, carbetos, boretos e carbonetos. Essas podem ser classificadas de acordo com o comportamento funcional que apresentam, ou seja, são cerâmicas criadas para cumprir funções específicas. Em razão dessas características, são amplamente empregadas em aplicações tecnológicas mais complexas, com destaque para as áreas biomédica (biocerâmicas), eletrônica (eletrocerâmicas, cerâmicas magnéticas e ópticas) e em sistemas de conversão e armazenamento de energia, entre diversas outras aplicações no setor industrial.

Dada a importância dos materiais cerâmicos e sua contribuição para o avanço tecnológico e o desenvolvimento socioeconômico, este livro aborda diferentes pesquisas relacionadas aos materiais cerâmicos, apresentando estudos originais, bem como revisões bibliográficas acerca dessa área da ciência e engenharia de materiais.

Os organizadores.

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1.....9

DIMENSIONAMENTO DE SEDIMENTADORES CONTÍNUOS COM BASE EM ENSAIOS DE PROVETA

Veruska do Nascimento Simões

José Rosa de Souza Farias

Valdeci Bosco dos Santos

Aluska do Nascimento Simões Braga

DOI: 10.47094/978-65-6036-991-7/9-18

CAPÍTULO 2.....19

AVALIAÇÃO DA TOXICIDADE DO BETA FOSFATO TRICÁLCICO (β -TCP) DOPADO COM ESTRÔNCIO (Sr^{2+}) VIA MÉTODO PECHINI

José Rosa de Souza Farias

Rodrigo Prado Feitosa

Erica Ianne da Silva Sousa

Edson Cavalcanti da Silva Filho

Valdeci Bosco dos Santos

Aluska do Nascimento Simões Braga

DOI: 10.47094/978-65-6036-991-7/19-27

CAPÍTULO 3.....28

NANOFERRITAS A PARTIR DE QUELANTE NATURAL: EFEITO DA VARIAÇÃO DE TEOR DE TAPIOCA

Ketelly Estefane da Silva Alves

Elaine Ferreira dos Santos Fernandes

Érica Karine Alves de Lima

Geovana Tayná Silva de Moraes

José Rosa de Souza Farias

João Gomes de Oliveira Neto

Aluska do Nascimento Simões Braga

Valdeci Bosco dos Santos

DOI: 10.47094/978-65-6036-991-7/28-37

CAPÍTULO 4.....38

TENDÊNCIAS E AVANÇOS NO MÉTODO SOL-GEL PROTEICO: UM MAPEAMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO

José Rosa de Souza Farias

José Elson Soares Filho

Maysa Memória Martins

Veruska do Nascimento Simões

Valdeci Bosco dos Santos

Aluska do Nascimento Simões Braga

DOI: 10.47094/978-65-6036-991-7/38-54

DIMENSIONAMENTO DE SEDIMENTADORES CONTÍNUOS COM BASE EM ENSAIOS DE PROVETA

Veruska do Nascimento Simões¹;

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Sumé, Paraíba.

<http://lattes.cnpq.br/1149592827133122>

José Rosa de Souza Farias²;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/9404467330103347>

Valdeci Bosco dos Santos³;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/0011700686113389>

Aluska do Nascimento Simões Braga⁴.

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, Paraíba.

<http://lattes.cnpq.br/2429557575387821>

RESUMO: O estudo da sedimentação em batelada é de grande importância para o estabelecimento de parâmetros fenomenológicos do processo e para a predição de valores de parâmetros necessários aos cálculos de projeto de sedimentadores. Neste trabalho, com base em ensaios de sedimentação em proveta, considerando as regiões de sedimentação livre, de transição e de compressão, ocupadas pela suspensão durante o processo, foram coletados dados de altura da interface superior da suspensão em função do tempo. Foram utilizados nessa pesquisa diferentes suspensões de carbonato de cálcio (10, 20 e 30 g/L) e provetas de diferentes capacidades volumétricas (100, 250, 500 e 1000 mL). Utilizando-se os métodos de Kynch simplificado e o de Talmadge e Fitch foram realizados cálculos de área de um sedimentador contínuo para uma vazão de alimentação pré-estabelecida. Os resultados obtidos a partir dos métodos de Kynch simplificado e Talmadge e Fitch se mostraram bastante semelhantes para as condições operacionais estudadas. A faixa de valores dos diâmetros dos sedimentadores obtidos nessa pesquisa, situa-se na faixa entre 14 e 24 metros aproximadamente.

PALAVRAS-CHAVE: Sedimentador. Método de Kynch simplificado. Método de Talmadge e Fitch.

SIZING OF CONTINUOUS SEDIMENTERS BASED ON GRADUATED CYLINDER TESTS

ABSTRACT: The study of batch sedimentation is crucial for establishing phenomenological parameters of the process and predicting values necessary for the design calculations of sedimentation tanks. In this work, based on sedimentation tests in graduated cylinders—considering the free settling, transition, and compression zones occupied by the suspension during the process—data on the height of the upper suspension interface as a function of time were collected. Various calcium carbonate suspensions (10, 20, and 30 g/L) and graduated cylinders of different volumetric capacities (100, 250, 500, and 1000 mL) were used. The simplified Kynch method and the Talmadge and Fitch method were applied to calculate the area of a continuous sedimentation tank for a pre-established feed flow rate. The results obtained using both methods were highly similar under the studied operating conditions. The calculated sedimentation tank diameters ranged approximately between 14 and 24 meters.

KEY-WORDS: Sedimentation tank. Simplified Kynch method. Talmadge and Fitch method.

INTRODUÇÃO

A sedimentação é uma técnica de segregação orientada por densidade na qual partículas com maior densidade fluem através de um fluido menos denso e são depositadas sob a influência da gravidade (Panda *et al.*, 2022).

Com base no manuseio das partículas depositadas, a sedimentação é caracterizada como processo contínuo ou descontínuo. Em um processo contínuo, é feito um fornecimento constante de suspensão ao equipamento de sedimentação e as partículas depositadas são continuamente removidas. De outra forma, na sedimentação em batelada, a suspensão é contida em um volume finito e é deixada evoluir até que a completa separação de fases seja alcançada (Hernando *et al.*, 2014).

A sedimentação contínua tem muitas aplicações em indústrias de processo, como a produção de alumínio, a fabricação de papel e a preparação de carvão, onde há reciclagem da água do processo, minimizando o volume de lama residual lançada no meio ambiente (Galvin e Walter, 1987).

Em um ensaio batelada de sedimentação com suspensões a partir da evolução da altura da descontinuidade sobrenadante-suspensão com o tempo, é possível obter os parâmetros de projeto para espessadores contínuos por gravidade.

O projeto de espessadores contínuos para concentração intermediária e alta de sólidos tem sido considerado por muitos autores também assumindo um modelo distribuído e considerando também os efeitos inerciais e efeitos de difusão como desprezíveis:

Talmadge e Fitch, Fitch, Font, Font e Laveda, Landman *et al*, Tiller e Chen e Bueno *et al* (Font e Caballero, 2001).

Kynch (1952) apresentou uma análise do teste em batelada de sólidos não compressivos, considerando que em qualquer camada os sólidos descem de acordo com a concentração de sólidos desta camada, ignorando os efeitos inerciais de aceleração ou desaceleração dos sólidos devido ao momento saldo aplicado a qualquer momento. Em seu modelo distribuído assumido, os efeitos inerciais e de difusão são considerados desprezíveis.

A publicação de Kynch motivou a indústria mineral a explorar essa teoria para o projeto de sedimentadores. Este método, apresentado inicialmente por Talmage e Fitch (1955) e que recebeu o nome de método de Kynch, consiste em realizar apenas um ensaio de sedimentação em batelada e, utilizando a teoria de Kynch, deduzir a área mínima necessária de um sedimentador para processar uma suspensão. A partir do trabalho de Kynch houve um avanço significativo no entendimento do processo de sedimentação e apesar de existirem teorias mais elaboradas, o método de Kynch é utilizado até hoje pela simplicidade de execução (NUNES, 2008). Uma simplificação matemática da metodologia de Kynch foi introduzida por Biscaia Jr. (1988), tornando mais fácil a determinação gráfica das variáveis de projeto.

Sendo assim esse trabalho tem como objetivo o dimensionamento de um sedimentador contínuo a partir de testes em batelada considerando dois parâmetros: a altura do sedimento e a concentração de sólidos, utilizando o método de Kynch simplificado e de Talmage e Fich.

MATERIAIS E MÉTODOS

Inicialmente, foram preparadas três suspensões analíticas de carbonato de cálcio (PA, VETEC) com concentrações de 10, 20 e 30 g/L. Os experimentos de sedimentação foram realizados em provetas com capacidades volumétricas de 100, 250, 500 e 1000 mL.

Escolhida a capacidade volumétrica e a concentração a ser utilizada agitou-se o balão objetivando a homogeneização, em seguida, despejou-se a suspensão na proveta e o experimento foi iniciado. Com o auxílio de uma régua mediu-se a altura inicial da suspensão na proveta.

Durante a sedimentação mediu-se as alturas em intervalos de tempo pré-determinado de 2 minutos. Ao observar que as alturas das interfaces sólido-líquido não apresentavam variação considerável, adotou-se que a sedimentação havia atingido o equilíbrio e o experimento foi finalizado.

Todos os ensaios foram realizados em triplicata para garantir a reprodutibilidade dos dados. Os valores médios foram usados para avaliar o projeto do sedimentador. O método de Kynch simplificado consiste no traçado de uma única reta tangente ao ponto de inflexão

da curva de sedimentação.

O processo descrito por Talmadge e Fitch sugere que seja traçada uma tangente a essas duas partes da curva de sedimentação, uma partindo do início do ensaio e a outra do final do ensaio. As duas tangentes são prolongadas até que se interceptem originando um ponto, a partir deste ponto, traça-se então a bissetriz do ângulo formado entre as duas retas tangentes indo em direção à curva de sedimentação.

A interseção dessa bissetriz com a curva de sedimentação fornece uma estimativa do ponto crítico. Em seguida, traça-se uma reta tangente a esse ponto, prolongando-a até a linha de 'underflow', onde o tempo (T_u) é determinado pela abscissa.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

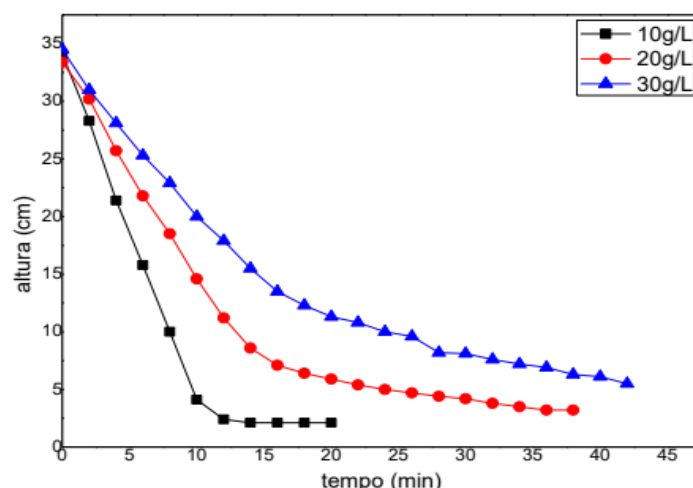
Influência da concentração

Para analisar a influência que a população de partículas exerce sobre o comportamento da taxa de sedimentação e a área do sedimentador foram realizados ensaios de proveta para suspensões de CaCO_3 nas concentrações de 10, 20 e 30 g/L.

Como esperado, a concentração de sólido disperso foi aumentada junto com a altura do sedimentador em batelada (Figura 1). Em concentrações mais altas, o arrasto oferecido entre a fase sólida de sedimentação (denominado como interação partícula-partícula) e entre as fases sólido-líquido é aumentado (Dodds e Naser, 2004). Portanto, devido ao aumento das interações de fase (arrasto), a taxa de sedimentação da fase sólida é reduzida e leva mais tempo para sedimentar. (Panda *et al.*, 2022).

Vale ressaltar ainda que, quando se utiliza uma suspensão mais concentrada, a obtenção dos dados de sedimentação em batelada são mais fácil de serem obtidos, uma vez que as regiões formadas durante o ensaio são mais facilmente visualizadas em função do tempo, conforme afirmado por Biscaia Jr. (1988). Suspensões mais diluídas apresentam maiores taxas de sedimentação, e em consequência, tempos mínimos de formação da região de compactação inferiores.

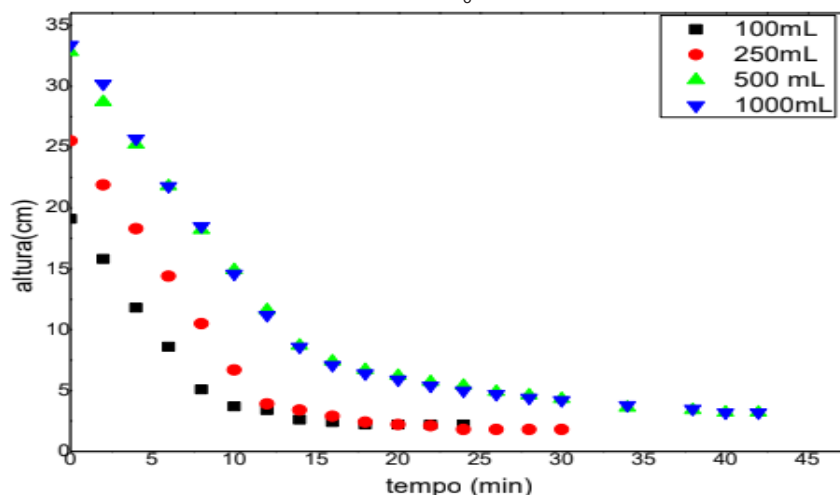
Figura 1. Curvas de sedimentação de suspensão de CaCO_3 utilizando proveta de 1000 mL e suspensões de 10, 20 e 30 g/L.



Influência da área da proveta

Com o objetivo de avaliar a influência da área da proveta sobre a taxa de sedimentação e os cálculos do projeto do sedimentador, fixou-se a concentração da suspensão em 20 g/L de CaCO_3 e provetas com capacidades 100, 250, 500, 1000mL. (Figura 2).

Figura 2. Curvas de sedimentação da suspensão de CaCO_3 , 20 g/L, em provetas de 100, 250, 500 e 1000 mL.



Observa-se que o comportamento das curvas de sedimentação é análogo para as suspensões da Figura 1. Pode-se perceber que a área da proveta exerce influência sobre a formação da região de compactação quando se compara as curvas para as diversas provetas, influenciando diretamente a taxa de sedimentação. Para o tempo de 10 minutos as taxas de sedimentação para as provetas de 100 mL e 1000 mL são 0,83 e 1,40 cm/min respectivamente. Uma provável justificativa para esse fato é que provetas com maiores diâmetros oferecem uma maior área disponível para a sedimentação dos sólidos e tendem

a eliminar ou diminuir o fenômeno da sedimentação obstada, relacionada à competição das partículas nas suas velocidades terminais que interferem diretamente na formação da zona de compactação.

Em termos de tempo mínimo para a formação da região de compactação dos sólidos e tempo de residência nesta mesma região, observa-se que provetas com maiores diâmetros tendem a apresentar valores menores dos tempos mínimos e de residência, uma vez que o fenômeno da sedimentação obstada é menos evidente.

Cálculos do projeto do sedimentador

Neste tópico utilizou-se os métodos de Kynch simplificado e Talmadge e Fitch em conjunto com os dados de ensaios de proveta para suspensões de concentrações 10 e 30 g/L e provetas de 250 e 1000 mL objetivando o cálculo da área necessária de um sedimentador utilizado para suspensão de carbonato de cálcio com vazão igual a 2,63.106 cm₃/min.

Método kynch simplificado por Biscaia J_R

Uma simplificação matemática da metodologia de Kynch foi introduzida por Biscaia Jr. (1988), tornando mais fácil a determinação gráfica das variáveis de projeto, que são determinadas pelas Equações:

$$C_s = \frac{C_0 \cdot Z_0}{Z_i} \quad C_s = \frac{C_0 \cdot Z_0}{Z_i} \quad (1)$$

$$v_s = \frac{Z_i - Z}{t_{min}} \quad v_s = \frac{Z_i - Z}{t_{min}} \quad (2)$$

$$\frac{Q}{A} = \frac{Z_0 \cdot Q}{t_{min} \cdot A} = \frac{Z_0}{t_{min}} \quad (3)$$

$$v_s = \frac{Q}{A} \quad v_s = \frac{Q}{A} \quad (4)$$

Onde Q é vazão de alimentação e A é área da seção transversal do espessador.

As Figuras 3 e 4 apresentam a aplicação do método gráfico de Kynch simplificado para o cálculo da área do sedimentador para duas condições de operações diferentes, suspensões de concentrações 10 e 30 g/L e provetas de 250 e 1000 mL. Nestas figuras observa-se o traçado na reta tangente ao ponto de inflexão da curva de sedimentação para a obtenção dos parâmetros necessários para o dimensionamento do espessador e através da Equação 3 foi possível calcular a área necessária para processar a vazão de suspensão alimentada.

Os resultados obtidos para a capacidade (área calculada) do sedimentador para as duas condições operacionais trabalhadas estão resumidos na Tabela 1. Vale ressaltar que para a área total foi aplicada um fator de segurança de 100% sobre o valor da área calculada conforme recomenda a literatura (Coelho e Massarani, 1996).

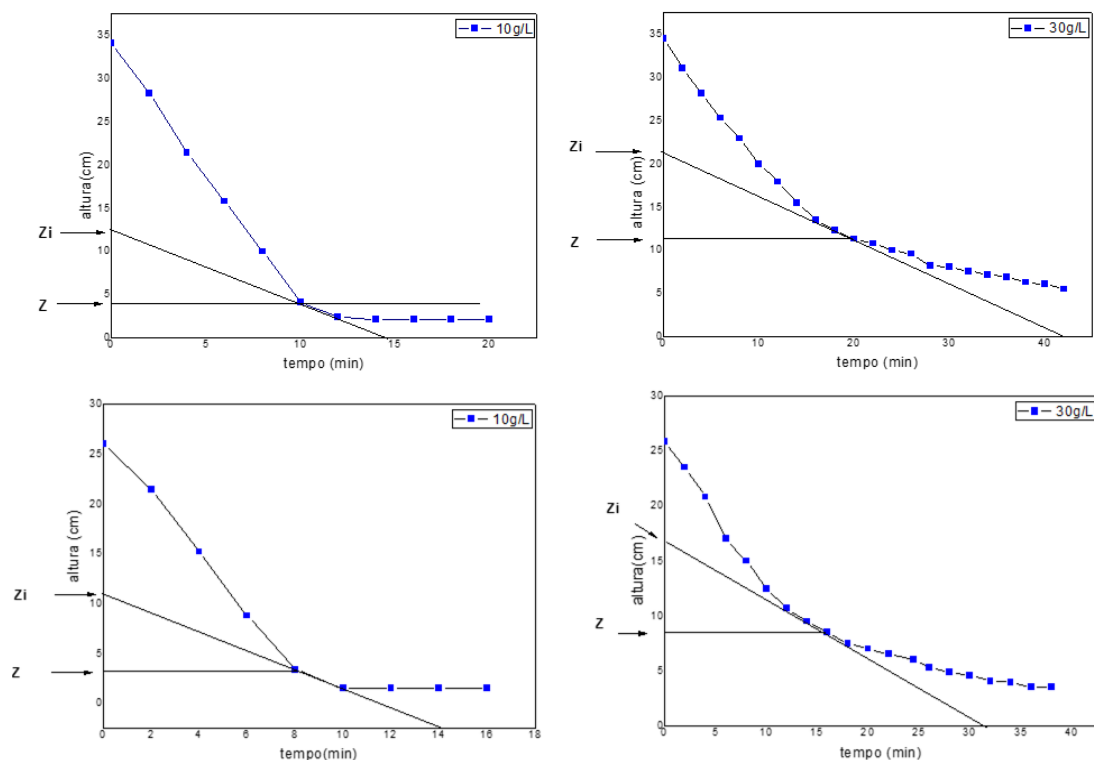
De acordo com os resultados da Tabela 1 que a concentração da suspensão exerce influência significativa sobre o dimensionamento do sedimentador (área e diâmetro). Percebe-se que a área necessária para o equipamento quando se processa uma suspensão com concentração 30 g/L é aproximadamente 1,4 vezes maior que para uma suspensão de 10 g/L para os dados com uma proveta de 1000 e 250 mL. Por outro lado, para uma mesma suspensão observa-se que a área dos sedimentadores para provetas de capacidades diferentes tem valores bem próximos.

Tabela 1. Dimensionamento do sedimentador através de Kynch simplificado.

Proveta 1000 mL			
	área _{calculada} (m ²)	área _{total} (m ²)	Diâmetro (m)
10 g/L	77,1	154,2	14,01
30 g/L	152,46	304,92	19,70
Proveta de 250 mL			
	área _{calculada} (m ²)	área _{total} (m ²)	Diâmetro (m)
10 g/L	80,92	161,84	14,35
30 g/L	163,1	326,2	20,37

Observa-se ainda que, quanto maior a concentração será necessária uma maior área mínima para que a sedimentação ocorra isso porque a velocidade de sedimentação diminui com o aumento da concentração. (da Silva *et al.*, 2018).

Figura 3. Determinação das variáveis de projeto pelo método de Kynch simplificado para proveta de 1000 mL e concentração de 10, 30 g/L.



Método Talmadge e Fitch

O método de Talmadge e Fitch exibe um procedimento gráfico para a determinação dos parâmetros necessários para o dimensionamento do sedimentador

A capacidade do sedimentador pelo método de Talmadge e Fitch foi obtida pela Equação 5.

$$C_s = \frac{Q \cdot t_u}{z_0} C_s = \frac{Q \cdot t_u}{z_0} \quad (5)$$

Onde é o t_u é o tempo de *underflow*.

As Figuras 5 e 6 apresentam a aplicação do método gráfico de Talmadge e Fitch para o cálculo da área do sedimentador para duas condições de operações diferentes, suspensões de concentrações 10 e 30 g/L e provetas de 250 e 1000 mL. Os resultados obtidos estão resumidos na Tabela 2.

Tabela 2. Dimensionamento do sedimentador através do método de Talmadge e Fitch.

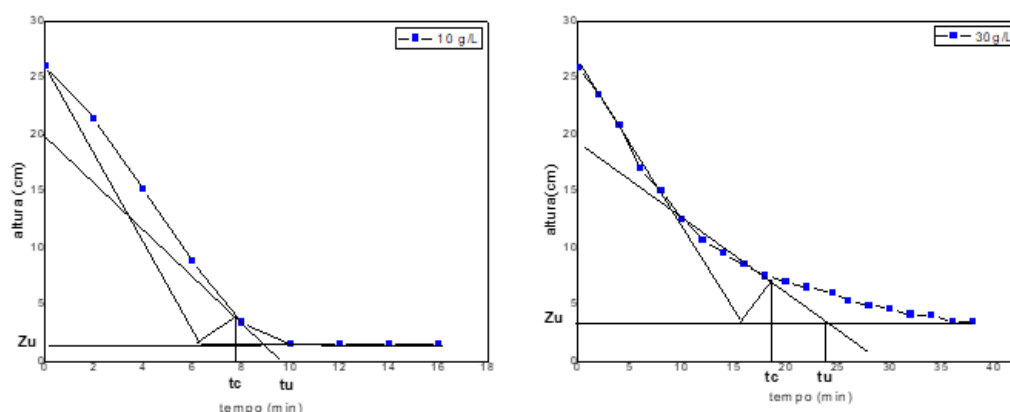
Proveta 1000 mL			
	área _{calculada} (m ²)	área _{total} (m ²)	Diâmetro (m)
10 g/L	77,00	154,0	14,0
30 g/L	152,49	304,48	19,69
Proveta de 250 mL			
	área _{calculada} (m ²)	área _{total} (m ²)	Diâmetro (m)
10 g/L	96	192	15,63
30 g/L	241,86	483,72	24,81

De maneira análoga ao método de Kynch simplificado de acordo com os resultados da Tabela 3.2 a concentração da suspensão influência significativa sobre o dimensionamento do sedimentador (área e diâmetro). Percebe-se ainda que a área necessária para o equipamento quando se processa uma suspensão com concentração 30 g/L foi de aproximadamente 2 vezes maior que para uma suspensão de 10 g /L para os dados obtidos com uma proveta de 1000 mL e de aproximadamente 2,5 vezes maior para proveta de 250 mL.

Considerando a análise anterior, pode-se deduzir que o maior valor de área de do espessador contínuo corresponde à característica com maior concentração de sólidos.

Comparando os resultados apresentados nas Tabelas 1 e 2, observa-se grande semelhança entre os valores das capacidades (área e diâmetro) dos sedimentadores, produzidas pelos dois métodos utilizados, tanto em termos do efeito da concentração da suspensão, quanto ao efeito das dimensões da proveta usada no efeito de bancada.

Figura 6. Determinação das variáveis de projeto pelo método de Talmadge e Fitch para proveta de 250 mL e concentração de 10, 30 g/L.



CONCLUSÃO

Em função dos resultados apresentados e discutidos neste trabalho, pode-se concluir, dentro das condições experimentais trabalhadas que suspensões menos concentradas apresentam maiores taxas de sedimentação, e por isso necessitam de sedimentadores de menores dimensões; conforme ocorre a sedimentação, a velocidade de sedimentação diminui, como consequência direta da formação da zona de compactação; a área da proveta exerce influência sobre a zona de compactação, uma vez que o tempo mínimo para sua formação em provetas de áreas maiores são maiores; os resultados apresentados demonstram que os dois métodos utilizados produzem resultados semelhantes e dentro da faixa industrial, mostrando confiabilidade nos métodos; o uso de dois os mais métodos garante a confiabilidade dos resultados produzidos na pesquisa.

DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Os autores do artigo declaram que não possuem conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, política, acadêmica e pessoal.

REFERÊNCIAS

- Coelho, R. M. L.; Massarani, G. **Fluidodinâmica da partícula Sólida Isolada**. Anais do XXIV Congresso Brasileiro de Sistemas Particulados, Uberlândia, MG, Brasil, p. 19-23, 1996.
- da Silva, V. Q., Carvalho, R. S., Dias, L. L., Veloso, S. F. **Dimensionamento de sedimentadores contínuos com base na modelagem matemática da sedimentação em proveta**. Revista Mundi Engenharia, Tecnologia e Gestão, v. 3, n. 2. 2018.
- Dodds D. S., Naser, J. **The Effect of Particle Concentration on the Coefficient of Drag of a Spherical Particle**. 15th Australasian Fluid Mechanics Conference, The University of

Sydney, Sydney, Australia, 2004.

Font, R.; Caballero, J. A. **Particulate character, inertial effects and diffusion effects in concentrated suspensions**. Powder technology, v. 120, n. 3, p. 264-272, 2001.

Galvin, K. P.; Waters, A. G. **The effect of sedimentation feed flux on the solids flux curve**. Powder technology, v. 53, n. 2, p.113-120, 1987.

Hernando, L; Omari, A; Reungoat, D. **Experimental study of sedimentation of concentrated mono-disperse suspensions: Determination of sedimentation modes**. Powder technology, v. 258, p. 265-271, 2014.

Kynch, George J. **A theory of sedimentation**. Transactions of the Faraday society, v. 48, p. 166- 176, 1952.

Nunes, J. F. **Estudo da sedimentação gravitacional de suspensões floculentas**. Programa de pós graduação em Engenharia Química (dissertação de mestrado). Universidade Federal de Uberlândia. Minas gerais, 2008.

Panda, S. K., Mishra, V. K., Anand, P. V., Rajeev, R., Venkatesan, K. A., Ananthasivan, K. **Investigating sedimentation process in the plutonium reconversion using Eulerian Two-Fluid simulations and experimental verification**. Nuclear Engineering and Design, v. 398, 2022.

CAPÍTULO 2

AVALIAÇÃO DA TOXICIDADE DO BETA FOSFATO TRICÁLCICO (β -TCP) DOPADO COM ESTRÔNCIO (Sr^{2+}) VIA MÉTODO PECHINI

José Rosa de Souza Farias¹;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/9404467330103347>

Rodrigo Prado Feitosa²;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/5079332648563704>

Erica Ianne da Silva Sousa³;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/4888137102478661>

Edson Cavalcanti da Silva Filho⁴;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/7892423373858047>

Valdeci Bosco dos Santos⁵;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/0011700686113389>

Aluska do Nascimento Simões Braga⁶.

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, Paraíba.

<http://lattes.cnpq.br/2429557575387821>

RESUMO: A busca por materiais adequados para reparação de enxertos ósseos requer extensa pesquisa. O β -TCP é um biomaterial utilizado para essa finalidade. O desenvolvimento do β -TCP através de dopagens têm sido o foco de pesquisas, onde íons estrôncio (Sr^{2+}) usado como elemento dopante têm gerado resultados positivos. Diversas técnicas têm sido reportadas para a produção do β -TCP, onde destaca-se o método Pechini, que é um método de síntese que permite produzir pós nanométricos, com controle do tamanho de partícula e de morfologia. Neste sentido, este estudo teve como objetivo sintetizar β -TCP dopado com Sr^{2+} , pelo método Pechini. Foram realizadas as caracterizações por difração de raios X, análise termogravimétrica, microscopia eletrônica de varredura, e ensaio de toxicidade. Os resultados demonstraram que o método Pechini foi eficiente na síntese do β -TCP dopado

com Sr^{2+} , evidenciando a incorporação dos íons na rede cristalina. A amostra apresentou morfologia em placas e não indicou sinais de toxicidade, sugerindo seu potencial para aplicações biomédicas.

PALAVRAS-CHAVE: Beta Fosfato Tricálcico. Estrôncio. Toxicidade.

EVALUATION OF THE TOXICITY OF STRONTIUM DOPED BETA TRICALCIUM PHOSPHATE (B-TCP) SYNTHESIZED VIA THE PECHINI METHOD

ABSTRACT: The search for suitable materials for bone graft repair requires extensive research. The β -TCP is a biomaterial used for this purpose. The development of β -TCP through doping elements has been the focus of research, where Sr^{2+} used as a doping element has shown positive results. Various techniques have been reported for the production of β -TCP, with the Pechini method standing out. This synthesis method allows the production of nanometric powders with controlled particle size and morphology. In this study, the objective was to synthesize Sr^{2+} doped β -TCP by the Pechini method. Characterizations were performed by X-ray diffraction, thermogravimetric analysis, Scanning Electron Microscopy and toxicity. The results showed that the method is efficient in synthesizing β -TCP, and the incorporation of Sr^{2+} ions network occurred. The sample has a plate shaped morphology revealed plate and the did not exhibit toxicity.

KEY-WORDS: Beta-Tricalcium Phosphate. Strontium. Toxicity.

INTRODUÇÃO

A busca por materiais e métodos inovadores a fim de restaurar fragmentos do corpo humano, exige uma maior demanda de pesquisas, uma vez que esses materiais devem ser biocompatíveis, biodegradáveis e osteocondutivos. Neste sentido, a ciência dos materiais, aliada às ciências biomédicas (medicina e biologia), tem contribuído para o desenvolvimento de biomateriais para reconstruir ou substituir tecidos danificados, onde tais materiais devem possuir propriedades mecânicas, bioquímicas e físicas específicas (Schatkoski *et al.*, 2021; Jodati *et al.*, 2020). Uma importante classe dos biomateriais são as biocerâmicas, onde as compostas à base de fosfato de cálcio se sobressaem entre as demais, principalmente devido a sua semelhança química e cristalográfica com o osso humano (Punj *et al.*, 2021; Dorozhkin, 2018; Farias *et al.*, 2020; Canillas *et al.*, 2021).

De formulação química $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, o beta fosfato tricálcico (β -TCP), se destaca por conta de suas excelentes propriedades de biocompatibilidade, bioatividade in vivo, biorreabsorbilidade e osteocondutividade, liberando íons de cálcio e fosfato promovendo a osteogênese. Além disso, pode ser parcialmente reabsorvido entre 6 a 15 semanas após ser implantado no organismo, possuindo melhor osteocondutividade e degradabilidade do

que a hidroxiapatita (HAp), bem conhecida e amplamente utilizada em várias aplicações médicas (Chaairet al., 2017; Wu et al., 2023).

Quando um íon é incorporado à estrutura de uma biocerâmica como o β -TCP, uma nova categoria de material é criada, onde inúmeras propriedades únicas que superam as desvantagens do material primitivo favorecem seu uso em diferentes aplicações biológicas. Neste sentido, o processo de dopagem pode melhorar as propriedades de manuseio, desempenho angiogênico e osteogênico, atividade antimicrobiana, entre outras propriedades. Dentre os íons mais utilizados como dopantes na estrutura cristalina do β -TCP, o estrôncio (Sr^{2+}) desempenha um papel importante na formação e remodelação óssea, onde é utilizado para o tratamento de osteoporose, acelerando o processo de osteogênese e de mineralização óssea (Schatkoski et al., 2021; Almeida et al., 2021).

O método Pechini, também chamado de método dos precursores poliméricos, destaca-se uma vez que permite produzir amostras de alta qualidade devido ao alto potencial para obtenção de materiais a baixa temperatura de processamento, curto tempo de recozimento, alta pureza dos materiais produzidos e melhores propriedades. Além disso, é um método que facilita a mistura dos precursores a nível molecular, permitindo assim uma maior homogeneidade química e um maior controle estequiométrico. Todavia, são pouquíssimos os trabalhos presentes na literatura acerca da síntese do β -TCP pelo método Pechini, sendo relatado apenas em pesquisas que estudaram a síntese de outros fosfatos de cálcio e obteve-se o β -TCP como fase secundária (Omori et al., 2014; Carvalho et al., 2022).

Neste sentido, este trabalho tem por objetivo a síntese de β -TCP nanométrico pelo método Pechini, com dopagem com íons de Sr^{2+} , no intuito de se obter o β -TCP com melhores propriedades visando aplicações biomédicas.

METODOLOGIA

A síntese do β -TCP foi realizada da seguinte maneira: 100 ml de água deionizada foi aquecida à uma faixa de temperatura de 70 °C, com agitação constante. O ácido cítrico (AC) foi então adicionado na solução, e em seguida, os precursores, nitrato de cálcio e fosfato de amônio. Após total dissolução, foi adicionado o nitrato de estrôncio, em uma proporção de 20% em massa. A relação de ácido cítrico/cátions metálicos usada foi de 3:1. Após total homogeneização da solução, o etileno glicol (EG) foi adicionado de acordo com a razão 60/40 de AC/EG. A temperatura foi, então, aumentada e mantida entre 100-120°C, para a realização das reações de poliesterificação e, conseqüente, formação do gel. Foi realizada uma pirólise no gel a 400 °C/1h, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, para a eliminação de matéria orgânica. O material obtido foi desaglomerado e passado em peneira ABNT n°200 (0,074mm). Em seguida, o *puff* obtido da pirólise foi calcinado a 800 °C durante 1 hora, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, com o intuito de obter a fase desejada. A amostra obtida foi nomeada de β -TCP 20%Sr.

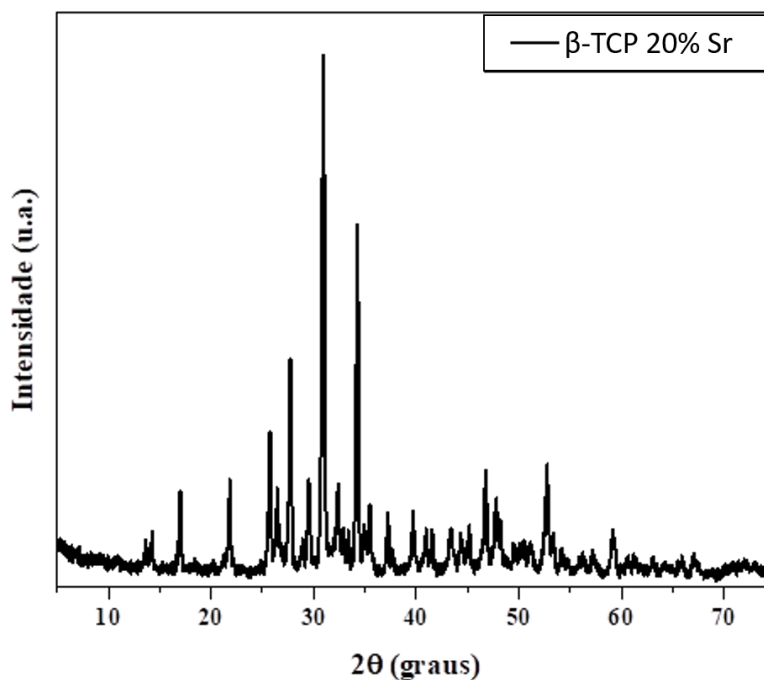
A amostra sintetizada foi caracterizada por difração de raios X (DRX), para identificação das fases formadas, quantificação das fases, cristalinidade e tamanho de cristalito. O equipamento utilizado para essa análise foi o difratômetro de raios X modelo XRD-6000 da *Shimadzu* com radiação $\text{K}\alpha$ do cobre e varredura de 20 a 60°. A quantificação das fases foi realizada por meio do programa *HighScore Plus*. O tamanho de cristalito foi calculado a partir da equação de Scherrer (Scherrer, 1918). A cristalinidade foi determinada a partir da razão entre a área integrada do pico referente à fase cristalina e a área referente à fração amorfa. A análise termogravimétrica (TG/DTG) foi realizada na amostra pirolisada em um analisador térmico, modelo TGA-51H Shimadzu e o DSC 60 Plus com taxa de aquecimento de 5°C/min, em atmosfera de nitrogênio, usando um cadinho de alumina e faixa de temperatura ambiente até a temperatura máxima de 1000°C para avaliação das perdas de massa ocorridas durante o aquecimento do material. A morfologia das amostras foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando um microscópio eletrônico de varredura FEI/Thermo Fisher, modelo Quanta FEG 250.

Para determinação da toxicidade das amostras, realizou-se o ensaio de toxicidade com *artêmias salinas* (*A. salinas*) de acordo com a metodologia proposta por (Meyer *et al.*, 1982), com modificações. O método consiste em preparar água do mar artificial utilizando NaCl (15,153 g), MgCl (1,398 g), MgSO_4 (1,888 g), CaCl_2 (0,652 g), KCl (0,414 g), NaHCO_3 (0,116 g), dissolvidos em 1L de água destilada, de forma a mimetizar a constituição salina da água do mar. Em seguida, os ovos de *artemia salina* foram colocados em pequena quantidade na solução preparada, na presença constante de luz e oxigênio por 48 horas. Após esse período de tempo, as larvas atingiram o estágio de metanáuplio do microcrustáceo, que é mais sensível ao tratamento. Após esse período, coletou-se 10 larvas de *artêmias salinas* para cada tubo de ensaio. Em seguida, foi preparado soluções mãe a partir de 10 mg de pó da amostra, a uma concentração de 10 mg/ml, obtendo-se diluições nas concentrações de 5, 1, 0,50 e 0,10 mg/ml. Posteriormente, adicionou-se 0,5mL das amostras diluídas em tubos de ensaio e o volume dos tubos foi completado com solução salina até 5mL. O ensaio foi realizado em triplicata, onde o resultado foi obtido contando-se após 24 e 48h o número de metanáuplios do microcrustáceo mortos e vivos em cada tubo de ensaio, por meio de visualização macroscópica com lupa e análise estatística descritiva que foi feita com a contagem do número de sobreviventes calculando-se a porcentagem de mortos. Os microcrustáceos foram considerados mortos quando não exibiam nenhum movimento após 10 segundos de observação. Neste sentido, o material é considerado tóxico quando causa a mortalidade de 50% dos organismos expostos no período de 24 ou 48 horas.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 1 ilustra o difratograma da amostra β -TCP 20%Sr, dopado com 20% de estrôncio e calcinada à 800 °C.

Figura 1. Difratograma de raios X da amostra β -TCP 20% Sr.

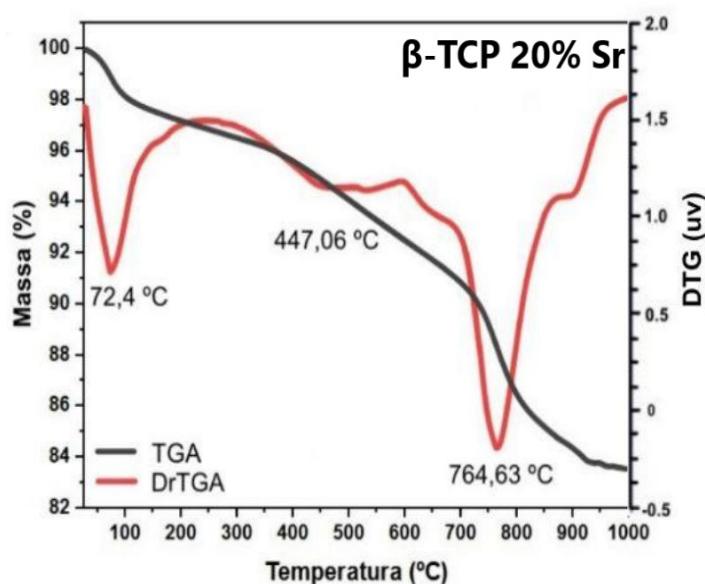


Observando o difratograma da Figura 1 é possível observar picos bem definidos da fase beta fosfato tricálcico, de acordo com a ficha JCPDS-96-151-7239. Não houve a formação de fases secundárias indesejadas de fosfatos de cálcio, como hidroxiapatita (HAp) ou fosfato de cálcio amorfo (ACP), o que comprova a eficácia do método Pechini.

Comparando o difratograma da Figura 1 com dados da literatura para o β -TCP puro (Chaair *et al.*, 2017; Bohner *et al.*, 2020), percebe-se que nesta pesquisa ocorreu um pequeno deslocamento dos principais picos em direção a ângulos menores. Isso ocorreu devido a adição do estrôncio, uma vez que os íons Sr^{2+} (0,113 nm) possuem raio iônico maior quando comparados ao íons Ca^{2+} (0,099 nm) o que provoca distorções na rede cristalina (Wang *et al.*, 2021; He *et al.*, 2016; Wu *et al.*, 2023; Koc, 2019; Liu *et al.*, 2020; Boanini *et al.*, 2021). Assim, tal fato é um indicativo da incorporação bem sucedida de íons Sr^{2+} na estrutura cristalina do β -TCP.

Além disso, a amostra apresentou valor de tamanho de cristalito em nível nanométrico, igual à 36,45 nm e com um grau de cristalinidade de 58,74 %. A Figura 2 ilustra as curvas de TG/DTG da amostra β -TCP 20%Sr que foi dopada com 20% de estrôncio e pirolisada na temperatura de 400 °C.

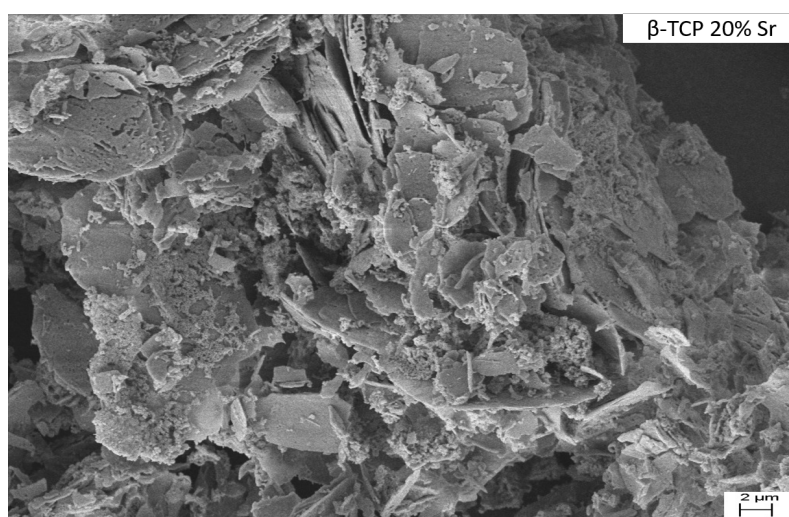
Figura 2. Curvas TG/DTG da amostra β -TCP 20%Sr pirolisada à 400 °C.



Observando as curvas TG/DTG da Figura 2, percebe-se que o processo de decomposição térmica apresentou três eventos de perda de massa. O primeiro evento ocorreu a aproximadamente 72, 4 °C, relacionado com a saída de água adsorvida. O segundo evento ocorreu a aproximadamente 447 °C, relacionado com a combustão da matéria orgânica advinda do ácido cítrico, do etileno glicol e dos precursores metálicos. E o terceiro evento ocorreu a aproximadamente 764, 63 °C, relacionado com a formação da fase β -TCP inicial.

A Figura 3 exibe a morfologia obtida por microscopia eletrônica de varredura da amostra β -TCP 20%Sr, com ampliação de 2000 vezes.

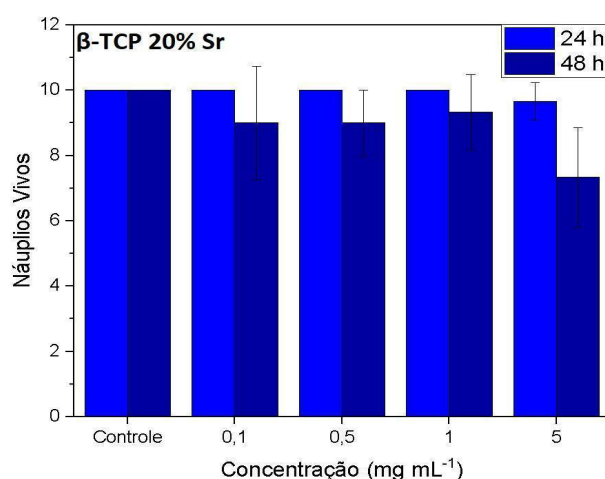
Figura 3. Microscopia eletrônica de varredura da amostra β -TCP 20% Sr.



Observando a microscopia observa-se que as características morfológicas do material obtido estão de acordo com as características relatadas na literatura, uma vez que o material é formado por aglomerados no formato de placas finas (Barbeck *et al.*, 2019). Além disso, observou-se também a presença de certo grau de porosidade no material, que é bastante benéfico para aplicações biológicas (Panda *et al.*, 2021).

A Figura 4 apresenta os resultados dos testes de toxicidade com a espécie *Artemia salina* relacionando a porcentagem de mortalidade com a concentração de microcrustáceos.

Figura 4. Índice de Mortalidade das Artêmias salinas da amostra β -TCP 20% Sr.



Analisando a Figura 4 percebe-se que a amostra apresentou baixo índice de letalidade, onde a concentração de 5 mg/ ml após 48 horas apresentou o maior índice de letalidade, com 3 artêmias mortas, uma vez que apresenta maior quantidade de material e exposição à luz. Neste sentido, o teste realizado coincide com os relatos da literatura, comprovando que o material é de caráter não tóxico, podendo facilmente ser utilizado em sistemas biológicos interagindo com tecidos vivos (Kim *et al.*, 2013).

CONCLUSÃO

O método Pechini foi eficiente na síntese de nanopartículas de β -TCP dopadas com íons Sr^{2+} . A partir dos resultados de DRX, percebeu-se que os íons de Sr^{2+} foram inseridos com sucesso na rede do β -TCP, apresentando um tamanho de cristalito em escala nanométrica. Na análise térmica foi visto que o processo de decomposição térmica ocorreu em três processos distintos, referentes a saída de água adsorvida, combustão da matéria orgânica e formação da fase β -TCP. A análise microscópica revelou que a morfologia das partículas é no formato de placas, onde é possível observar também a presença de poros, contribuindo para aplicações em biomateriais. Além disso, o teste de toxicidade comprovou que a amostra não é tóxica, tornando-a segura para uso em aplicações biomédicas.

DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Os autores do artigo declaram que não possuem conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, política, acadêmica e pessoal.

REFERÊNCIAS

- Almeida, C. M.; Ribeiro, J. S.; Meereis, C. T. W.; Ogliari, A. O.; Noremberg, B. S.; Ogliari, F. A.; Michelon, D.; Lund, R. G. **β -TCP nanoparticles doped with antimicrobial agents as an orthodontic adhesive component**. International Journal of Adhesion and Adhesives, v. 110, p.102896, 2021.
- Barbeck M, Jung O, Smeets R, Koržinskas T, Editors. **Biomaterial-supported Tissue Reconstruction or Regeneration [Internet]**. INTECHOPEN; 2019.
- Boanini, E.; Gazzano, M.; Rubini, K.; Mazzeo, P. P.; Bigi, A. **Structural interplay between strontium and calcium in α -CaHPO₄ and β -SrHPO₄**. Ceramics International, v. 47, n. 17, p. 24412-24420, 2021.
- Bohner, M.; Santoni, B. L. G.; Dobelin, N. **β -tricalcium phosphate for bone substitution: Synthesis and properties**. Acta Biomaterialia, v. 113, p. 23-41, 2020.
- Canillas, M.; Aza, A. H.; Rodríguez, M. A. **Calcium Phosphates in Biomedical Engineering**. Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses, v. 3, p. 595-600, 2021.
- Carvalho, G. K.; Farias, J. R. S.; Lima, I. S.; Nascimento, A. M.; Neves, G. A.; Menezes, R.; Osajima, J. A.; Braga, A.; Silva-Filho, E. C. **HAp/ β -TCP Biphasic Ceramics Obtained by the Pechini Method: An Antibacterial Approach**. Minerals, v. 12, 2022.
- Chaaïr, H.; Labjar, H.; Britel, O. **Synthesis of β -tricalcium phosphate**. Morphologie, v. 101, n. 334, p.120-124, 2017.
- Dorozhkin, S. V. **Calcium Orthophosphate (CaPO₄) Scaffolds for Bone Tissue Engineering Applications**. Journal of Biotechnology and Biomedical Science, v. 1, n. 3, p. 25-93, 2018.
- Farias, J. R. S.; Carvalho, G. K. G.; Braga, A. N. S. **Cerâmicas de fosfatos de cálcio bifásicas: uma revisão**. Revista Eletrônica de Materiais e Processos, v.15, n. 2, p. 54-70, 2020.
- He, L.; Dong, G.; Deng, C. **Effects of strontium substitution on the phase transformation and crystal structure of calcium phosphate derived by chemical precipitation**. Ceramics International, v. 42, n. 10, p. 11918 - 11923, 2016.
- Jodati, H.; Yilmaz, B.; Evis, Z. **A review of bioceramic porous scaffolds for hard tissue applications: Effects of structural features**. Ceramics International, v. 46, n. 10, parte B, p. 15725-15739, 2020.
- Kim, E.; Yoo, S.; Ho, H. Y.; Han, H. J.; Baek, Y. W.; Eom, I. C.; Kim, H. M.; Kim, P.; Choi,

K. **Aquatic Toxicity Assessment of Phosphate Compounds**. Environmental Health and Toxicology, v. 28, 2013.

Koc, S. G. **Synthesis and characterization of strontium and chlorine co-doped tricalcium phosphate**. Materials Letters, v. 248, p. 69-72, 2019.

Kolar, D. **Chemical research needed to improve high-temperature processing of advanced ceramic materials (Technical report)**. Pure and Applied Chemistry, v. 72, n. 8, p. 1425-1448, 2000.

Liu, W. C.; Hu, C. C.; Tseng, Y. Y.; Sakthivel, R.; Fan, K. S.; Wang, A. N.; Chung, R. J. **Study on strontium doped tricalcium silicate synthesized through sol-gel process**. Materials Science and Engineering: C, v. 108, 2020.

Meyer, B. N.; Ferrigni, N. R.; Putnam, J. E.; Jacobsen, L. B.; Nichols, D. E.; McLaughlin, J. L. **Brine Shrimp: A Convenient General Bioassay for Active Plant Constituents**. Planta Medica, v. 45, n. 5, p. 31 -34, 1982.

Omori, Y.; Okada, M.; Takeda, S.; Matsumoto, N. **Fabrication of dispersible calcium phosphate nanocrystals via a modified Pechini method under non-stoichiometric conditions**. Materials Science and Engineering: C, v.42, p.562-568, 2014.

Panda, S.; Biswas, C. K.; Paul, S. **A comprehensive review on the preparation and application of calcium hydroxyapatite: A special focus on atomic doping methods for bone tissue engineering**. Ceramics International, v. 47, n. 20, p. 28122-28144, 2021.

Punj, S.; Singh, J.; Singh, K. **Ceramic biomaterials: Properties, state of the art and future prospectives**. Ceramics International, v.47, p.28059-28074, 2021.

Schatkoski, V. M.; Montanheiro, T. L. A.; Menezes, B. R. C.; Pereira, R. M.; Rodrigues, K. F.; Ribas, R. G.; Silva, D. M.; Thim, G. P. **Current advances concerning the most cited metal ions doped bioceramics and silicate-based bioactive glasses for bone tissue engineering**. Ceramics International, v.47, p.2999-3012, 2021.

Scherrer, P. **Nachrichten von der gesellschaft der wissenschaften zu gottingen**. Math.-Phys. Kl, v.2, p.98-100, 1918.

Wang, M.; Ge, X.; Cui, Z.; Wu, S.; Zhu, S.; Liang, Y.; Li, Z.; Lu, W. W. **Influences of strontium on the phase composition and lattice structure of biphasic calcium phosphate**. Ceramics International, v. 47, p. 16248 - 16255, 2021.

Wu, Y.; Zhang, S.; Sun, L.; Lu, Y.; Jiang, Y.; Xiao, G. **Strontium doping stimulates the phase composition and evolution of β -tricalcium phosphate prepared by wet chemical method**. Journal of Solid State Chemistry, v.318, 2023.

NANOFERRITAS A PARTIR DE QUELANTE NATURAL: EFEITO DA VARIAÇÃO DE TEOR DE TAPIOCA

Ketelly Estefane da Silva Alves¹;

Universidade Federal do Maranhão (UFMA), Imperatriz, Maranhão.

<http://lattes.cnpq.br/0511638279355579>

Elaine Ferreira dos Santos Fernandes²;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/3325233130338911>

Érica Karine Alves de Lima³;

Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), Recife, Pernambuco.

<http://lattes.cnpq.br/8186490901865658>

Geovana Tayná Silva de Moraes⁴;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/2530512747294418>

José Rosa de Souza Farias⁵;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/9404467330103347>

João Gomes de Oliveira Neto⁶;

Universidade Federal do Maranhão (UFMA), Imperatriz, Maranhão.

<http://lattes.cnpq.br/9450274310734267>

Aluska do Nascimento Simões Braga⁷;

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, Paraíba.

<http://lattes.cnpq.br/2429557575387821>

Valdeci Bosco dos Santos⁸.

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/0011700686113389>

RESUMO: Nanoferritas de cobre (CuFe_2O_4) são cerâmicas magnéticas cruciais, cujas propriedades são influenciadas pelo método de síntese. A síntese verde de nanomateriais ganhou destaque, utilizando precursores naturais e acessíveis para minimizar tempo, custo e impacto ambiental, com recentemente a tapioca emergindo como agente quelante eficaz. Este estudo investigou a variação do teor de tapioca na síntese de nanopartículas de CuFe_2O_4 pelo método sol-gel. Amostras com proporções de 2:1 e 3:1 de quelante para cátions metálicos foram calcinadas a $900^\circ\text{C}/4\text{h}$ e caracterizadas por DRX e MEV/EDS. Confirmou-se a formação majoritária da fase estrutural tetragonal pelo DRX. A amostra C2:1_900 revelou cristallitos menores ($\sim 42\text{ nm}$) e maior cristalinidade ($\sim 95\%$), atribuídos à complexação eficiente dos cátions metálicos. O MEV/EDS mostrou partículas cúbicas em escala nanométrica na amostra C2:1_900, com distribuição adequada dos elementos Fe, Cu e O. Esses resultados preliminares indicam o potencial uso sustentável da tapioca na síntese de nanoferritas de cobre.

PALAVRAS-CHAVE: Nanoferrita de Cobre. Síntese verde. Teor de Tapioca.

NANOFERRITES FROM NATURAL CHELATING AGENT: EFFECT OF TAPIOCA CONTENT VARIATION

ABSTRACT: Copper nanoferrites (CuFe_2O_4) are crucial magnetic ceramics whose properties are influenced by the synthesis method. Green synthesis of nanomaterials has gained prominence by using natural and accessible precursors to minimize time, cost, and environmental impact, with tapioca recently emerging as an effective chelating agent. This study investigated the effect of tapioca content variation on the synthesis of CuFe_2O_4 nanoparticles via the sol-gel method. Samples with chelating agent-to-metal cation ratios of 2:1 and 3:1 were calcined at 900°C for 4 hours and characterized by XRD and SEM/EDS. XRD confirmed the predominant formation of the tetragonal structural phase. The C2:1_900 sample exhibited smaller crystallites ($\sim 42\text{ nm}$) and higher crystallinity ($\sim 95\%$), attributed to the efficient complexation of metal cations. SEM/EDS revealed nanometric cubic particles in the C2:1_900 sample, with an adequate distribution of Fe, Cu, and O elements. These preliminary results indicate the potential for sustainable use of tapioca in the synthesis of copper nanoferrites.

KEY-WORDS: Copper Nanoferrite. Green Synthesis. Tapioca Concentration.

INTRODUÇÃO

Atualmente, há uma propensão dos pesquisadores ao estudo de nanomateriais à base de ferritas devido às suas excelentes propriedades magnéticas, elétricas e biomédicas. Uma das nanoferritas mais relevantes é a ferrita de cobre (CuFe_2O_4), devido às suas notáveis propriedades físicas e químicas, que englobam a comutação elétrica, semicondutividade e

estabilidade química, demonstrando versatilidade e potencial como um material funcional em inúmeras indústrias e setores tecnológicos (Priyadharsini *et al.*, 2022; Talaei *et al.*, 2021).

Dentre os métodos para a síntese de nanopartículas de ferrita de cobre, o método sol-gel é preferível devido suas vantagens como, preparação de forma prática, baixa temperatura de síntese, além de, uma maior facilidade de acesso à precursores uniformemente misturados no nível molecular. Outrossim, por esse método é possível o controle do tamanho (escala nanométrica) e da morfologia das partículas através dos parâmetros sistemáticos da reação. Essa metodologia permite alterações, que incluem o uso de diferentes agentes complexantes, para os mais diversos propósitos, como por exemplo, a diminuição de custo de produção (Zhang *et al.*, 2020; Jamkhande *et al.*, 2019; Al-Rawas *et al.*, 2005).

Os agentes quelantes exercem uma função importante no processo de termólise do método sol-gel, que normalmente tem como resultado uma solução sol uniforme, favorecendo assim a formação de partículas cristalinas homogêneas que interferem diretamente nas propriedades físico-químicas do material sintetizado. A composição da estrutura cristalina, o tamanho de partícula, a taxa de cristalinidade e consequentemente as propriedades (mecânicas, elétricas, magnéticas, ópticas, dentre outras) dos materiais sintetizado pelo processo sol-gel são fortemente influenciados pelo tipo e proporção do agente quelante introduzido durante a síntese (Owens *et al.*, 2016; Priyadharsini *et al.*, 2018).

Muito recentemente, o amido de tapioca vem sendo utilizado como possibilidade de reagentes em sínteses sol-gel devido ao seu alto potencial quelante, ser uma biomassa abundante na natureza de fácil armazenamento, atóxico e de baixo custo, apresentar uma composição química padronizada com uma estrutura cristalina de baixa ordem onde as ligações incompletas entre duas moléculas de glicose têm afinidade com os íons metálicos (Almeida *et al.*, 2020; Araújo, 2016).

Até este presente momento, com base em plataformas de periódicos e de patentes, não foram encontrados resultados sobre nanopartículas de ferritas de cobre (CuFe_2O_4) sintetizadas pelo método sol-gel modificado por tapioca. Neste contexto, este trabalho tem por objetivo a produção de nanopartículas de CuFe_2O_4 pelo método sol-gel modificado, usando a tapioca como reagente quelante, e estudando a influência de diferentes concentrações deste quelante.

MATERIAIS E MÉTODOS

• MATERIAIS

Neste trabalho, foram utilizados os precursores Nitrato de Ferro III Nonahidratado e Nitrato de Cobre II Trihidratado, ambos com pureza $\geq 98\%$ e da marca NEON®. Como agente quelante natural utilizou-se o Amido de mandioca (tapioca) de origem comercial.

- MÉTODOS

Para a síntese de nanopós de ferrita de cobre, as matérias primas precursoras foram pesadas com base nos cálculos estequiométricos da composição química da ferrita proposta. A fim de explorar diferentes relações poliméricas, duas proporções distintas de tapioca foram empregadas, estabelecendo-se as razões de 2:1 e 3:1, de tapioca/cátions metálicos.

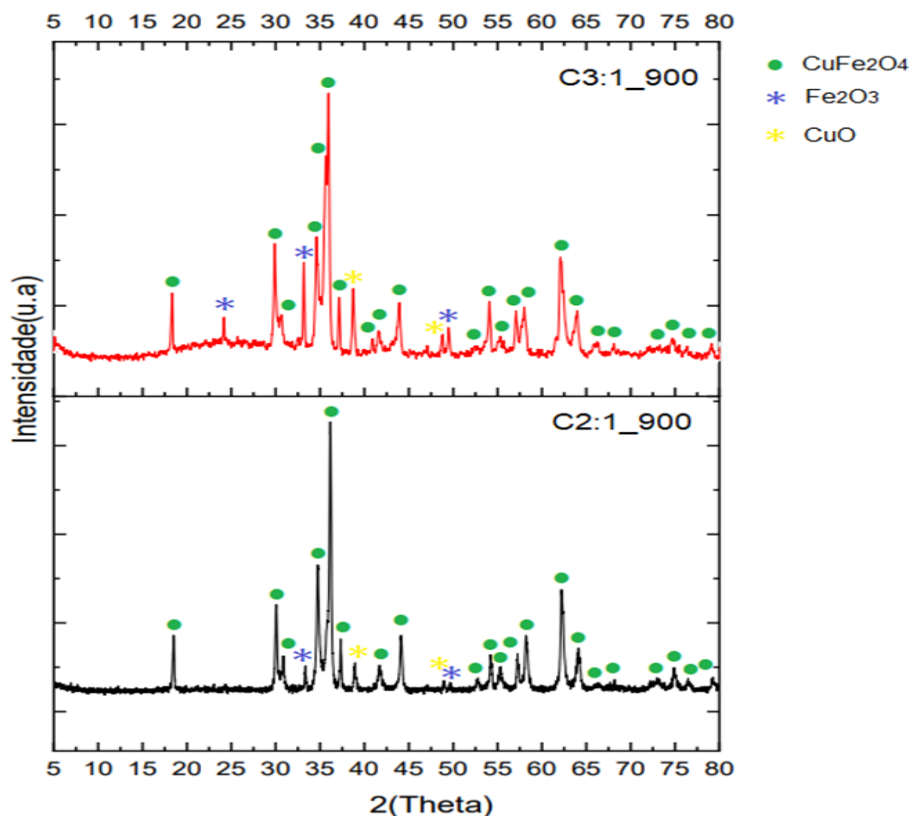
Em um Becker foi dissolvido em partes a tapioca utilizando como solvente a água destilada. Esta solução foi aquecida sob agitação em 70°C até que esta atingisse a fase de gel, e então foram misturados os reagentes previamente dissolvidos mantendo os parâmetros de agitação e temperatura por 1 hora. O gel obtido foi colocado em estufa a 100°C até que este se tornasse totalmente seco (xerogel).

Após a obtenção do xerogel este foi triturado em almofariz com pistilo e submetido à calcinação a 900°C/4 h, sob taxa de aquecimento 10°C/min. As amostras obtidas pela proporção 2:1 e 3:1 receberam denominações de C2:1_900 e C3:1_900, respectivamente. A escolha destes parâmetros de calcinação foi obtida em artigos sobre a síntese das nanopartículas de ferrita de cobre (Dippong *et al.*, 2020; Ismael, 2022; Cui *et al.*, 2022). Por fim, os pós obtidos foram desaglomerados através de uma peneira (200 mesh: 0,075mm) e caracterizados por Difração de Raio -X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Dispersão de Energia (EDS). A avaliação das fases estruturais da CuFe_2O_4 foi realizada utilizando o *software HighScore* e usando o banco de dados cristalográficos do JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*). Através do padrão de DRX obtido para as amostras em estudo, foram calculados os tamanhos médios de cristalitos assim como as taxas de cristalinidade (Cullity, 1978).

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 1 ilustra os difratogramas de raios X das amostras de ferrita de cobre (CuFe_2O_4), juntamente com a identificação de suas respectivas fases cristalinas.

Figura 1. Difratomogramas de raios X das amostras 2:1 e 3:1.



Fonte: O autor (2025).

Percebe-se que o padrão cristalográfico é semelhante para ambas as amostras, com formação majoritária de um pó cerâmico formado por ferrita de cobre com picos correspondentes a planos cristalográficos localizados em posições semelhantes aos resultados encontrados na literatura para o CuFe_2O_4 tetragonal (Sumangala *et al.*, 2016; Hegazy *et al.*, 2018; López-Ramón *et al.*, 2018), assim como com a ficha cristalográfica (JCPDS:34 -0425) tetragonal. Pequenas quantidades de fases secundárias como óxido de ferro (Fe_2O_3 , JCPDS:72 - 0629) e óxido de cobre (CuO , JCPDS: 01 - 1053), também estão presentes.

Nota-se que houve uma diferença significativa dos difratogramas entre as diferentes proporções de agente quelante/cátions metálicos. A amostra com proporção 2:1 (C2:1_900) apresentou picos mais definidos de ferrita de cobre e uma redução na magnitude das amplitudes dos picos associados às segundas fases, simultaneamente à ausência do pico ($2\theta \sim 25^\circ$) correspondente à fase de Fe_2O_3 , a qual foi observada para a razão 3:1 (C3:1_900). Isso sugere que a proporção 2:1 aumentou a eficiência da complexação dos íons metálicos, favorecendo a formação de complexos estáveis e diminuindo a incorporação de segundas fases durante o processo de síntese.

Em contrapartida, ao adotar uma relação estequiométrica de 3:1 (agente quelante/cátions metálicos), uma sobreabundância do agente quelante se evidenciou. Tal circunstância acarretou um impacto adverso na síntese da ferrita de cobre, uma vez que o agente quelante se ligou aos íons metálicos e reduziu a quantidade total de íons disponíveis para a reação de formação da ferrita.

A análise dos resultados apresentados na Tabela 1 permite uma compreensão mais aprofundada das influências das proporções entre o agente quelante e os cátions metálicos na cristalinidade e tamanho de cristalito da ferrita de cobre sintetizada.

Tabela 1. Taxa de cristalinidade e tamanho de cristalito das amostras 2:1 e 3:1 (quelante/cátions metálicos).

Amostra	Taxa de cristalinidade (%)	Tamanho de cristalito (nm)
C2:1_900	95,19	42,37
C3:1_900	78,18	57,35

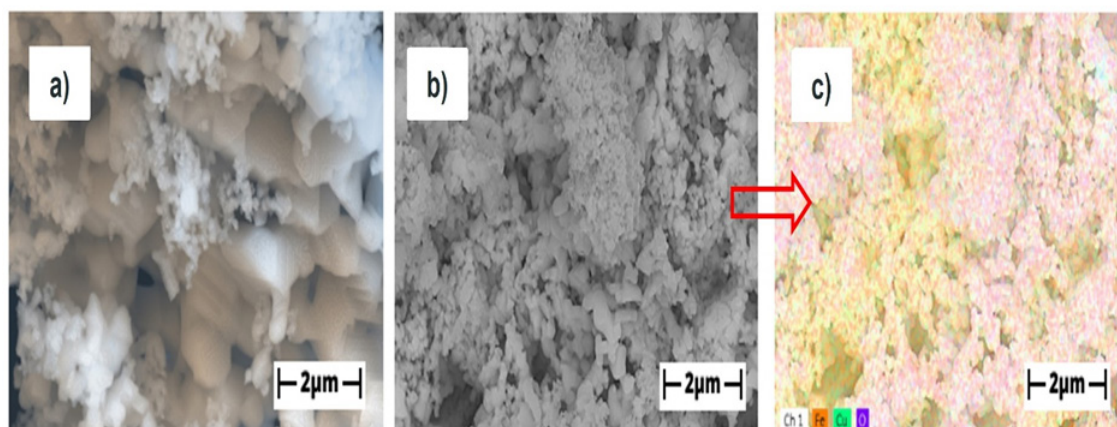
Fonte: O autor (2025).

Comparativamente a amostra C3:1_900, o nanopó C2:1_900 exibiu uma taxa de cristalinidade significativamente superior (cerca de 95%), indicando que a proporção 2:1 do agente quelante promoveu uma complexação mais eficaz e estável dos íons metálicos, resultando em uma ordenação cristalina mais acentuada.

Os tamanhos médios dos cristalitos encontrados confirmaram o caráter nanométrico das amostras, variando de 42 a 57 nm conforme a proporção de quelante. A proporção 2:1 de agente quelante para íons metálicos resultou em tamanhos médios de cristalitos menores em comparação com a proporção 3:1. Portanto, 2:1 foi a proporção adequada de tapioca, que além de favorecer a formação de complexos estáveis atuou como núcleos de crescimento que permitem a deposição ordenada dos íons metálicos e, conseqüentemente, o crescimento controlado dos cristalitos (Osman *et al.*, 2022; Zahid *et al.*, 2023; Benrezgua *et al.*, 2021). Esse padrão uniforme de nucleação resulta em uma distribuição mais homogênea do tamanho dos grãos de ferrita de cobre.

A Figura 2 (a,b) apresenta as microscopias eletrônicas de varredura (MEV) da amostra C2:1_900 na qual exibiu melhores propriedades estruturais e análise de mapeamento elementar (Figura 2c) obtido por MEV--EDS sobre a imagem da Figura 2b.

Figura 2. Imagens MEV (a) 20000x, (b) 50000x e (c) mapa de distribuição elementar da amostra C2:1_900.



Fonte: O autor (2025).

São evidenciados aglomerados de partículas, o que é atribuído a alta área superficial e possivelmente a característica magnética entre as partículas de ferrita juntamente com a presença de pequenos poros, provavelmente devido a liberação de grande quantidade de gases durante o processo de combustão durante a calcinação. Também é visível, principalmente na Figura 2a e Figura 2b, respectivamente, que a amostra é composta por partículas de formato cúbico, com a presença adicional de algumas partículas esféricas alongadas, que corroboram com a literatura (Nagasree *et al.*, 2023). A análise de mapeamento elementar (Figura 2c) indicou a presença dos elementos Fe, Cu e O, com uma boa distribuição dos mesmos na amostra.

CONCLUSÃO

A abordagem sustentável para a síntese de ferrita de cobre utilizando tapioca como agente quelante adiciona inovação ao processo. Independentemente da concentração de tapioca, a fase estrutural tetragonal de CuFe_2O_4 foi predominantemente obtida. A proporção otimizada de 2:1 entre o agente quelante e os cátions metálicos reduziu acentuadamente as fases secundárias (Fe_2O_3 e CuO), resultando em alta cristalinidade e tamanhos menores de cristalitos em comparação a amostra 3:1. Essas descobertas reforçam a importância da otimização dos parâmetros de síntese para obter propriedades desejadas nos nanomateriais produzidos, com implicações potenciais em aplicações tecnológicas diversas.

As análises morfológicas da amostra 2:1 revelaram partículas cúbicas de ferrita de cobre, com configuração aglomerada e porosa. Este estudo amplia o entendimento sobre nanomateriais à base de ferritas e suas propriedades, enfatizando a relevância da síntese sustentável e o uso de recursos naturais como um caminho promissor para o desenvolvimento de materiais avançados, refletindo a crescente conscientização sobre a importância de preservar o meio ambiente enquanto avançamos na ciência e tecnologia.

AGRADECIMENTOS

Ao PIBIT (Programa Institucional de Bolsas de Iniciação em Desenvolvimento Tecnológico e Inovação)/UFPI, ao LaDeC (Laboratório de Desenvolvimento de Materiais Cerâmicos)/UFPI, e ao LIMAV (Laboratório Interdisciplinar de Materiais Avançados)/UFPI.

DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Os autores do artigo declaram que não possuem conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, político, acadêmico e pessoal.

REFERÊNCIAS

- Almeida, W. L.; Rodembusch, F. S.; Ferreira, N. S.; Sousa, V. C. **Eco-friendly and cost-effective synthesis of ZnO nanopowders by Tapioca-assisted sol-gel Route**. *Ceramics International*, v. 46, n. 8, p. 10835-10842, 2020.
- Al-Rawas, A. D.; Widatallah, H. M.; Al-Omari, I.A.; Johnson, C.; Elzain, M. E.; Gismelseed, A. M.; Al-Taie, S.; Yousif, A. A. **The influence of mechanical milling and subsequent calcination on the formation of nanocrystalline CuFe_2O_4** . *Aip Conference Proceedings*, v. 765, p. 277-281, 2005.
- Araújo, F. E. **As coisas e os homens: casas de farinha, cultura material e experiências do cotidiano das farinhadas**. *Revista de História*, Edição 22, v. 8, n. 3, p. 337-360, 2016.
- Benrezgua, E.; Deghfel, B.; Zoukel, A.; Basirun, W. J.; Amari, R.; Bhaskaran, S.; Al-Omari, I. A.; Gopalan, E. V. **On the enhanced coercive field and anisotropy observed in cobalt substituted copper ferrite nanoparticles prepared by a modified sol-gel method**. *Journal Of Alloys And Compounds*, v. 884, p. 161095, 2021.
- Cui, K.; Sun, M.; Zhang, J.; Xu, J.; Zhai, Z.; Gong, T.; Hou, L.; Yuan, C. **Facile solid-state synthesis of tetragonal CuFe_2O_4 spinels with improved infrared radiation performance**. *Ceramics International*, v. 48, n. 8, p. 10555-10561, 2022.
- Cullity, B.D. **Elements of X-Ray Diffraction**, Addison-Wesley, Reading, MA, 2nd edition, 555p., 1978.
- Dippong, T.; Deac, I. G.; Cadar, O.; Levei, E. A.; Petean, I. **Impact of Cu^{2+} substitution by Co^{2+} on the structural and magnetic properties of CuFe_2O_4 synthesized by sol-gel route**. *Materials Characterization*, v. 163, p. 110248, 2020.
- Hegazy, E. Z.; El-Maksod, I. H. A.; Ibrahim, A. L M; El-Shafay, S. E-S. **New insights about the formation of copper ferrite: in situ X-ray diffraction study**. *Bulletin of the National Research Center*, v. 42, n. 1, p. 1-5, 2018.
- Ismael, M. **Photo-Fenton reaction enhanced visible-light activity of p- Photo-Fenton reaction enhanced visible-light activity of p- $\text{CuFe}_2\text{O}_4/\text{n-g-C}_3\text{N}_4$ heterojunction**

composites synthesized by a simple ultrasonic-assisted route for organic pollutants degradation. Materials Research Bulletin, v. 151, p. 111803, 2022.

Jamkhande, P. G.; Ghule, N. W.; Bamer, A. H.; Kalaskar, G. **Metal nanoparticles synthesis: An overview on methods of preparation, advantages and disadvantages, and applications.** Journal of Drug Delivery Science and Technology, v. 53, p. 101174, 2019.

López-Ramón, M. V.; Álvarez, M. A.; Moreno-Castilla, C.; Fontecha-Cámara, M. A.; Yebra-Rodríguez, Á.; Bailón-García, E. **Effect of calcination temperature of a copper ferrite synthesized by a sol-gel method on its structural characteristics and performance as Fenton catalyst to remove gallic acid from water.** Journal Of Colloid And Interface Science, v. 511, p. 193-202, 2018.

Nagasree, K.L.V.; Suryanarayana, B.; Raghavendra, Vemuri; Penta, Apparao; N, Murali; S, Yonatan Mulushoa; Samatha, K. **Cu–Ce substituted cobalt nano ferrite - Structural, morphological, and magnetic behavior prepared by sol-gel auto-combustion.** Journal Of The Indian Chemical Society, v. 100, n. 7, p. 101025, 2023.

Osman, N.; Samat, A. A.; Mat, A. N. C.; Malek, N. I. A.; Andas, J. **Chelating agent size effect on thermal decomposition, phase formation and morphology characteristics of Y³⁺ doped Ba (Ce,Zr)O₃ ceramics powder prepared by a sol-gel process.** Ceramics International, v. 48, n. 2, p. 2289-2297, 2022.

Owens, G. J.; Singh, R. K.; Foroutan, F.; Alqaysi, M.; Han, C-M.; Mahapatra, C.; Kim, H-W.; Knowles, J. C. **Sol–gel based materials for biomedical applications.** Progress In Materials Science, v. 77, p. 1-79, 2016.

Priyadharsini, R.; Shyamal, D.; Venkateshwarlu, M.; Deenadayalan, K.; Manoharan, C. **The influence of reaction and annealing temperature on physical and magnetic properties of CuFe₂O₄ nanoparticles: Hydrothermal method.** Inorganic Chemistry Communications, v. 140, p. 109406, 2022.

Priyadharsini, N.; Kasturi, P. Rupa; Shanmugavani, A.; Surendran, S.; Shanmugapriya, S.; Selvan, R. Kalai. **Effect of chelating agent on the sol-gel thermolysis synthesis of LiNiPO₄ and its electrochemical properties for hybrid capacitors.** Journal Of Physics And Chemistry Of Solids, v. 119, p. 183-192, 2018.

Sumangala, T.; Mahender, C.; Barnabe, A.; Venkataramani, N.; Prasad, Shiva. **Structural, magnetic and gas sensing properties of nanosized copper ferrite powder synthesized by sol gel combustion technique.** Journal Of Magnetism And Magnetic Materials, v. 418, p. 48-53, 2016.

Talaei, M.; Hassanzadeh-Tabrizi, S. A.; Saffar-Teluri, A. **Synthesis of mesoporous CuFe₂O₄-SiO₂ core-shell nanocomposite for simultaneous drug release and hyperthermia applications.** Ceramics International, v. 47, n. 21, p. 30287-30297, 2021.

Zahid, M.; Khan, H. M.; Manzoor, M. Z.; Ahmed, H. E.; Akhter, T.; Alshahrani, T.; Imran,

M.; Assiri, M. A. **Optimization of structural, dielectric, and magnetic properties of nanocrystalline copper doped spinel ferrites**. Materials Science And Engineering: B, v. 297, p. 116739, 2023.

Zhang, J. R.; Zhou, J.; Huang, X. G.; Wang, L.; Liu, G. Z.; Cheng, J. P. **In situ preparation of hierarchically porous beta-tricalcium phosphate bioceramic scaffolds by the sol-gel method combined with F127**. Ceramics International. v. 46, n.5, p. 6396-6405, 2020.

TENDÊNCIAS E AVANÇOS NO MÉTODO SOL-GEL PROTEICO: UM MAPEAMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO

José Rosa de Souza Farias¹;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/9404467330103347>

José Elson Soares Filho²;

Universidade Federal da Paraíba (UFPB), João Pessoa, Paraíba.

<http://lattes.cnpq.br/3481136664342964>

Maysa Memória Martins³;

Christus Faculdade do Piauí (CHRISFAPI), Piripiri, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/6769980781249691>

Veruska do Nascimento Simões⁴;

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Sumé, Paraíba.

<http://lattes.cnpq.br/1149592827133122>

Valdeci Bosco dos Santos⁵;

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

<http://lattes.cnpq.br/0011700686113389>

Aluska do Nascimento Simões Braga⁶.

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, Paraíba.

<http://lattes.cnpq.br/2429557575387821>

RESUMO: Este estudo de revisão abrange os últimos cinco anos de pesquisas sobre o método sol-gel proteico, de 2020 a maio de 2024. A análise incluiu o número de publicações por ano, os países envolvidos, os agentes polimerizantes utilizados, os materiais produzidos por essa rota de síntese e suas principais aplicações. O objetivo é fornecer uma visão abrangente da literatura atual relacionada a essa metodologia, destacando as pesquisas mais recentes e as tendências emergentes nesse campo crucial da biocerâmica.

PALAVRAS-CHAVE: Revisão. Síntese. Sol-Gel.

TRENDS AND ADVANCES IN THE PROTEIN SOL-GEL METHOD: A SCIENTIFIC AND TECHNOLOGICAL MAPPING

ABSTRACT: This review study covers the last five years of research on the protein sol-gel method, from 2020 to May 2024. The analysis included the number of publications per year, the countries involved, the polymerizing agents used, the materials produced through this synthesis route, and their main applications. The objective is to provide a comprehensive overview of the current literature related to this methodology, highlighting the most recent research and emerging trends in this crucial field of bioceramics.

KEY-WORDS: Review. Synthesis. Sol-Gel.

INTRODUÇÃO

A nanotecnologia tem aberto novas perspectivas para avanços tecnológicos em diversas áreas do conhecimento. Partículas conhecidas agora exibem características notavelmente diferentes, impulsionadas pela maior reatividade dos nanomateriais (Harinisri *et al.*, 2023; Pang *et al.*, 2024). Partículas com essas pequenas dimensões são empregadas na fabricação de sensores (Xia *et al.*, 2024), polímeros biodegradáveis (Sharma e Pathania *et al.*, 2022), administração de fármacos (Pearce *et al.*, 2023), aplicações biomédicas (Guan *et al.*, 2024), catalisadores para redução da poluição ambiental (Sharma *et al.*, 2023), aprimoramento genético de plantas e animais (Saritha *et al.*, 2022), além do uso em cosméticos e vestuários (Dubey *et al.*, 2022).

Com o aumento da aplicabilidade das nanopartículas, surge a necessidade crucial de controlar, medir, manipular e organizar essas nanoestruturas. Essa tarefa só é viável por meio da aplicação das técnicas de síntese e caracterização que evoluíram em conjunto com o entendimento dessa nova escala dimensional. Uma variedade de métodos de síntese é empregada para a produção de nanopartículas, incluindo técnicas como mecanoquímica (Paulraj *et al.*, 2021), processo sol-gel (Faustini e Grosso, 2016), co-precipitação (Mahmood *et al.*, 2022), combustão (Harini *et al.*, 2023), sol-gel protéico (Santos *et al.*, 2024) entre outras.

Sol-gel é uma denominação aplicada a qualquer rota de síntese onde em um determinado momento ocorre a transição do sistema sol para o sistema gel (Alfaya e Kubota, 2002). O termo sol é empregado para definir uma dispersão de partículas coloidais (dimensão entre 1 e 100 nm) estável em um fluido, enquanto o termo gel pode ser visto como sendo um sistema formado pela estrutura rígida de partículas coloidais (gel coloidal) ou de cadeias poliméricas (gel polimérico) que imobiliza a fase líquida nos seus interstícios (Hiratsuka *et al.*, 1995). Estas reações se baseiam em um precursor organometálico hidrolisável, denominado alcóxido metálico do tipo M (OR), onde OR é um grupo alcóxido. Neste caso, a reação de transição do estado sol para o gel é feita entre um haleto metálico

que pode ser o ácido cítrico e um álcool como por exemplo o etilenoglicol (Airoidi e Farias, 2004).

O método Pechini também conhecido como método dos precursores poliméricos, é uma variação do processo sol-gel que envolve a introdução de sais de metais ou alcóxidos numa solução de ácido cítrico com etileno glicol (Pechini, 1967). O método consiste em preparar complexos de metais quelatos estáveis, tais como complexos de metal em ácido cítrico, onde o ácido cítrico possui a função de coordenar os íons metálicos. Após a síntese da solução de citrato, é adicionado um poliálcool, como o etilenoglicol utilizado como solvente para o processo de polimerização entre o ácido cítrico e os cátions metálicos para formar uma resina do tipo poliéster uma vez que a maioria dos complexos de metal em ácido cítrico é solúvel e estável em uma mistura de etileno glicol e água. Em seguida, um aquecimento prolongado, com evaporação concomitante do excesso de etileno glicol inicia a reação de poliesterificação, criando um precursor de resina polimérica. O aquecimento dessa resina acima de 300 °C causa a quebra do polímero e a expansão da resina formando o que se denomina *puff*. O *puff* ou resina expandida constitui-se de um material semi-carbonizado que mostra um reticulado macroscópico frágil, que por tratamento térmico adequado, possibilita a obtenção de partículas finas de óxidos (Worayingyong *et al.*, 2008; Barbosa *et al.*, 2005;).

Precusores tóxicos e de elevado custo que possuem taxa de hidrólise rápida dificultando o controle da homogeneidade composicional necessária durante o processo de produção do material são alguns dos fatores que dificultam a síntese pelo método Pechini. Neste sentido, faz-se necessário o uso de algumas variações ou rotas alternativas (Teixeira *et al.*, 2021). O método sol gel proteico é uma variante do método Pechini em que os alcóxidos são substituídos por precursores orgânicos chamados de agentes polimerizantes que têm a função de substituir o ácido cítrico e o etilenoglicol. Além disso, esses agentes possuem grupos hidroxila e carboxila que auxiliam na promoção da quelação de íons metálicos durante o processo de síntese. Outra característica é que os agentes polimerizantes podem ser de origem animal, como gelatina comercial (Araújo *et al.*, 2024) ou de origem vegetal, como Ágar-Ágar (Azevedo *et al.*, 2020), água de coco (Santos *et al.*, 2003) e psyllium (Raimundo *et al.*, 2023). Assim, o método Pechini foi adaptado para que o tempo e a energia de síntese pudessem ser reduzidos. Geralmente, o processo de síntese consiste em quatro etapas que seguem a solubilização, a formação de quelatos metálicos, a secagem e a calcinação. A principal diferença e vantagem deste método em relação ao método Pechini é a ausência da etapa de polimerização. Assim, neste caso, a etapa de polimerização é substituída pela própria cadeia formada a partir dos aminoácidos presentes na estrutura dos precursores orgânicos. Com isso, o método torna-se uma proposta mais simples, econômica e ambientalmente segura (da Silva *et al.*, 2021).

Os primeiros estudos utilizando a metodologia proteica foram desenvolvidos no Laboratório de Produção e Caracterização de Materiais do Departamento de Física da Universidade Federal de Sergipe (LPCM-DFI-UFS) utilizando uma mistura de sais com água de coco. Nessa rota desenvolvida em 1998 o processo de produção dos géis pode

ser dividido em duas etapas: hidrólise e condensação. A primeira conduz à transformação de precursores aos óxidos, levando à formação de ligações M-OH, onde M representa o precursor metálico (reagente de partida). Na rota sol gel proteico essas etapas ocorrem quando alguns dos constituintes da água de coco se ligam ao metal (reagente de partida) (Santos *et al.*, 2003). Para a formação do produto final é necessário remover o solvente e componentes orgânicos do gel, cuja secagem por evaporação normal da suspensão, provoca uma pressão capilar, levando ao encolhimento da rede e formação do xerogel, que são caracterizados por grande área superficial e pequenos tamanhos de poros. (Macedo, *et al.*, 1998).

Neste sentido, esta pesquisa propõe um estudo de prospecção dos cinco últimos anos a respeito do método sol-gel proteico, isto é, de 2020 até 01 maio de 2024. Foram analisados o número de publicações por ano, os países que publicaram, os agentes polimerizantes, os materiais produzidos com a rota de síntese e as principais aplicações, visando explorar a literatura acerca das pesquisas desenvolvidas até agora com essa importante biocerâmica.

MATERIAIS E MÉTODOS

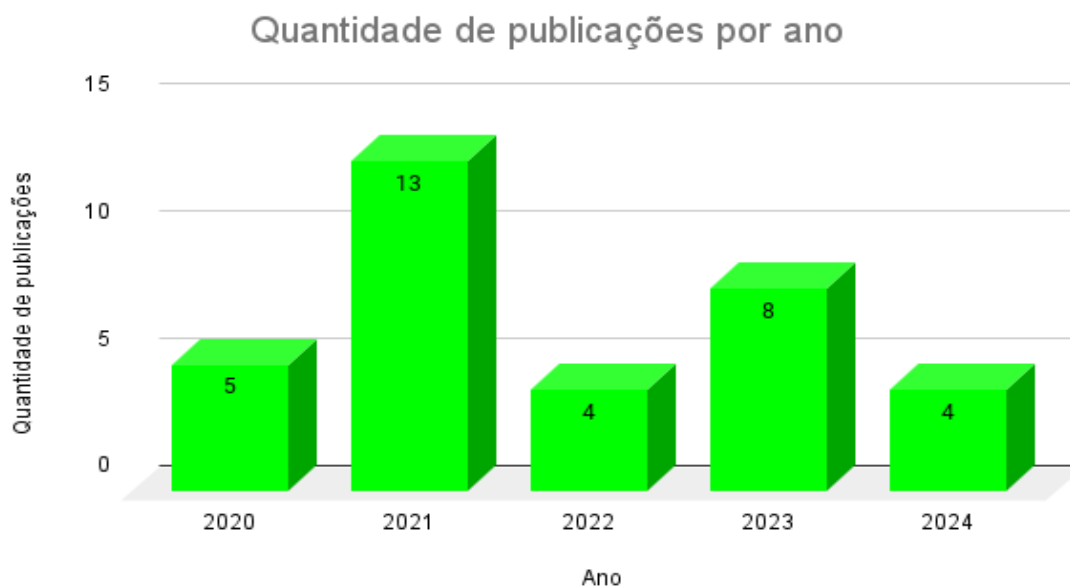
Esta pesquisa consistiu de um estudo prospectivo tecnológico e científico buscando artigos científicos por meio do portal de periódicos da CAPES via acesso CAFE (Comunidade Acadêmica Federada), onde foram utilizadas as bases de periódicos *Web of Science*, *Scopus*, *Science Direct*, MDPI e *Springer Link* para a busca dos artigos.

Foi utilizado como palavras-chave no campo de busca, o termo “*proteic sol-gel method*”. Neste sentido, o levantamento dos artigos científicos limitou-se apenas aos artigos de pesquisa, excluindo-se os artigos de revisão, de 2020 até 01 maio de 2024.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Obteve-se um total de 34 artigos científicos de pesquisa publicados ao realizar-se as buscas. A figura 1 detalha a quantidade anual dessas publicações.

Figura 1. Número de artigos por ano.



Analisando a Figura 1 percebe-se uma variação significativa na produção de artigos ao longo desses anos, o que pode refletir o interesse e a evolução do campo de pesquisa relacionado ao método sol-gel proteico. Observa-se que nos anos iniciais houve um aumento significativo na quantidade de publicações sugerindo um crescente interesse e possivelmente uma maior adoção e aplicação desta rota de síntese em diversas áreas científicas. Todavia, nos últimos anos houve uma redução na quantidade de trabalhos publicados, o que pode refletir flutuações temporárias no interesse ou na atividade de pesquisa nesse campo específico. Essa variação na quantidade de artigos publicados pode ser influenciada por diversos fatores, incluindo avanços tecnológicos, descobertas científicas prévias, demandas industriais e a evolução do conhecimento nesse campo específico. Essa análise pode fornecer insights valiosos para pesquisadores interessados no método sol-gel proteico, auxiliando na compreensão do cenário atual e nas possíveis direções futuras da pesquisa nessa área. A tabela 1 exibe os principais países com as respectivas quantidades de publicações.

Tabela 1. Quantidade de publicações por país.

PAÍS	QUANTIDADE DE ARTIGOS
Brasil	29
Portugal	18
Itália	2
China	2
Rússia	1
Reino Unido	1
Romênia	1
Índia	1

Analisando a tabela 1 percebe-se que há um total de 08 países distintos, onde o Brasil e Portugal com 29 e 18 publicações respectivamente, lideram o ranking de publicações, o que sugere um forte interesse e engajamento dessas nações na pesquisa e no desenvolvimento relacionados ao método sol-gel proteico. É possível inferir que fatores como investimento em pesquisa, infraestrutura acadêmica e colaborações internacionais podem estar impulsionando essa produção científica. Além disso, no caso do Brasil, a predominância de trabalhos pode ser atribuída a uma combinação de fatores que envolvem o pioneirismo do Laboratório de Produção e Caracterização de Materiais do Departamento de Física da Universidade Federal de Sergipe (LPCM-DFI-UFS), no estudo inicial desenvolvido pelo professor Macedo (Macedo, *et al.*, 1998). A figura 2 ilustra os agentes polimerizantes utilizados no processo de síntese utilizando a rota de síntese sol-gel proteica.

Figura 2. Agentes Polimerizantes.



Analisando a figura 2 percebe-se que há uma preferência notável por agentes polimerizantes de origem natural e alimentar. Os resultados indicam uma predominância significativa do uso de gelatina comercial, com 22 ocorrências, seguida por água de coco, com 6 ocorrências, e ágar-ágar, com 4 ocorrências. Esses agentes polimerizantes são caracterizados por sua natureza biocompatível, baixo custo e disponibilidade comercial, tornando-os atrativos para aplicações em biotecnologia e biomateriais. A prevalência da gelatina comercial como agente polimerizante principal sugere sua versatilidade e eficácia no processo sol-gel, proporcionando uma matriz polimérica adequada para a síntese de materiais nanoestruturados. A água de coco e o ágar-ágar também emergem como alternativas promissoras, destacando-se pelo potencial na engenharia de biomateriais e na fabricação de dispositivos biocompatíveis. A presença de agentes polimerizantes derivados de fontes naturais, como *psyllium* e semente de linhaça, reflete uma tendência crescente em direção a materiais sustentáveis e ecologicamente corretos. Esses agentes oferecem abordagens inovadoras para a fabricação de materiais avançados com propriedades

biológicas e mecânicas controladas.

Em suma, a diversidade e a predominância de agentes polimerizantes naturais na literatura refletem a busca contínua por métodos de síntese sustentáveis e eficazes no campo do método sol-gel proteico, abrindo caminho para aplicações inovadoras em medicina regenerativa, engenharia tecidual e outras áreas afins.

A gelatina comercial é utilizada como agente polimerizante no método sol-gel proteico pelo fato de possuir concentrações bastante significativas de proteína (84-90%). O princípio da utilização inicia com a dissolução em água morna, formando soluções claras (geralmente amarelo-clara) com viscosidades variadas dependendo das proporções. Durante o aquecimento, a estrutura enovelada da gelatina composta por estruturas de α -hélices se desintegra formando as estruturas primárias. As regiões ricas nos aminoácidos prolina e hidroxiprolina são as que desencadeiam o sol para gelificar a transição na gelatina (Danks *et al.*, 2016).

Silva *et al.* (2020) analisaram as propriedades estruturais e morfológicas de ferritas de cobalto (CoFe_2O_4) sintetizadas pelo método sol-gel proteico sob três temperaturas distintas, utilizando gelatina comercial comestível como agente polimerizante, visando aplicações para fabricação de materiais para armazenamento de energia eletroquímica. Foram utilizadas as temperaturas de 600, 800 e 1000 °C. O estudo concluiu que o uso de temperaturas mais elevadas resultou em materiais mais cristalinos e melhor organizados, a capacidade específica teórica do material calcinado a 1000 °C foi de 76,52 mAhg⁻¹ em termos de intensidade e tempo por massa de material ativo a uma densidade de corrente de 1 A g⁻¹, confirmando que ferritas de cobalto quando sintetizadas em altas temperaturas pelo método sol-gel proteico apresentam excelentes valores de constantes elétricas, o que as tornam um material com a estabilidade necessária para um bom desempenho como material de armazenamento de energia.

A água de coco (*Cocos nucifera*) é composta de água e compostos orgânicos e inorgânicos. A principal fração de sólidos solúveis na água de coco são os açúcares, sendo sacarose, sorbitol, glicose e frutose os principais presentes na água de coco madura. Também estão presentes açúcares menores que incluem manose, xilose e galactose. Os segundos constituintes principais da água de coco são os minerais. A água de coco também é composta de aminoácidos livres ou integradores de proteínas, com alanina, arginina, cisteína e serina presentes em concentrações mais elevadas. Esses compostos possuem propriedades inerentes e desempenham um papel importante na condução e montagem das nanopartículas magnéticas (MNPs), atuando como surfactante, estabilizador de suspensão e meio de nucleação. As vantagens do uso da água de coco como precursor sol-gel incluem a alta concentração de açúcar que promove o processo de gelificação, a presença de aminoácidos e proteínas que podem ligar/complexar íons metálicos, assim promovendo a distribuição homogênea dos íons precursores, a alta abundância na natureza, o fato da água de coco ser um recurso renovável, o baixo custo, a disponibilidade em escala industrial,

e a possibilidade de utilização da forma em pó. Neste sentido, a principal vantagem da utilização de água de coco em pó em vez de água de coco fresca ou engarrafada é o controle da concentração no processo, que garante a reprodutibilidade da síntese (Teixeira *et al.*, 2021).

Teixeira *et al.* (2021) investigaram a viabilidade da rota sol gel proteica utilizando água de coco em pó como agente polimerizante na síntese de ferrita de lítio, onde foram avaliadas as propriedades elétricas, bem como suas características estruturais e morfológicas visando aplicações no tratamento do câncer por hipertermia magnética. Para isto, a água de coco em pó foi tratada termicamente em temperaturas entre 400 e 1000 °C, onde foram realizados ensaios de estrutura, morfologia, características elétricas e magnéticas, citotoxicidade e hipertermia magnética. O estudo concluiu que é possível sintetizar ferrita de lítio pelo método sol-gel protéico utilizando água de coco em pó como agente polimerizante. As nanopartículas preparadas apresentam alta eficiência térmica, principalmente a amostra tratada termicamente a 1000 °C, mostrando potencial para serem utilizadas no tratamento de câncer, por meio da terapia de hipertermia magnética. O desempenho térmico dessas nanopartículas magnéticas pode ser atribuído às perdas por correntes parasitas. Além disso, o ensaio de citotoxicidade apresentou comportamento de não toxicidade sendo uma grande vantagem a ser aplicada nesta técnica.

O ágar-ágar é um polissacarídeo extraído de duas espécies diferentes de algas vermelhas (*Gracilaria sp.* e *Gelidium sp.*) e forma a estrutura de suporte nas paredes celulares desses vegetais. Além disso, é um biopolímero, hidrocolóide e fonte de polissacarídeo que, em contato com a água, forma um gel, denominado mucilagem. O ágar-ágar é constituído por uma mistura heterogênea de dois tipos de polissacarídeos: agarose, um polímero neutro, e agarpectina, um polímero sulfatado carregado. A agarose é a molécula responsável pela ação gelificante do ágar-ágar. Devido às suas propriedades gelificantes, não toxicidade, biodegradabilidade e biocompatibilidade, é amplamente utilizado nas indústrias alimentícia, cosmética e farmacêutica, entre outras (Azevêdo *et al.*, 2020; Santos *et al.*, 2024).

Santos *et al.* (2024) sintetizaram óxidos de alta entropia pelo método sol-gel protéico utilizando ágar-ágar como agente polimerizante, avaliando a estrutura, morfologia, propriedades ópticas e eletroquímicas. De modo geral, o estudo concluiu que o óxido sintetizado exibiu excelente atividade eletrocatalítica, bem como estabilidade eletroquímica. Neste sentido, a excelente atividade eletroquímica é atribuída ao efeito sinérgico dos metais de transição presentes no óxido de alta entropia, bem como ao método de síntese aqui apresentado, confirmando que o material produzido possui potencial aplicação para produção de energia a partir da síntese de hidrogênio pelo processo de divisão da água.

Psyllium faz parte do gênero *Plantago Ovata*, uma planta originária da Ásia e cultivada na Índia Ocidental; existem mais de 200 espécies, das quais *Plantago ovata* e *Plantago psyllium* são as mais cultivadas comercialmente em todo o mundo. São extraídos da casca ou da moagem das sementes. Uma das principais características é o alto teor de

fibras solúveis e insolúveis, onde as solúveis na presença de água podem formar um gel mucilaginoso. O gel formado é biodegradável, biocompatível, atóxico, possui estrutura de polissacarídeos hidrofílicos, e possui alta estabilidade química e térmica, o que garante sua aplicação em diversos estudos, por exemplo, no método sol-gel protéico, onde faz o processo mais simples, barato e gera subprodutos menos tóxicos ao meio ambiente para obtenção de nanopartículas (Raimundo *et al.*, 2023).

Raimundo *et al.* (2023) sintetizaram óxido de cobalto (Co_3O_4) pelo método sol-gel protéico utilizando casca de psyllium como agente polimerizante, avaliando o material formado como um possível eletrocatalisador para produção de energia a partir da síntese de hidrogênio pelo processo de divisão da água. De modo geral, o estudo concluiu que a cinética é dependente do tamanho das nanoestruturas. O óxido de cobalto com menor tamanho de partícula e cristalito apresentou melhor desempenho eletroquímico em toda a faixa de potencial e maior número de sítios ativos para a reação de evolução de oxigênio. Assim, reduzir o tamanho dos nanocatalisadores pode ser uma estratégia alternativa para otimizar o desempenho em aplicações eletroquímicas.

Linum usitatissimum, também conhecida como linhaça, é cultivada na maioria dos países latino-americanos. É composto por 20% de fibra solúvel e 9% de fibra insolúvel, encontrada no casco. A fibra solúvel consiste em polissacarídeos ácidos: ramnose (25,3%), Lgalactose (11,7%), frutose (8,4%), d-xilose (29,1%) e d-xilose/ d -galactose (76%). Os grupos hidroxila nas estruturas de ácidos graxos poliinsaturados apresentam alta solubilidade em água, evitando o uso de solventes orgânicos perigosos, além de proporcionarem a capacidade de reduzir precursores metálicos. Além disso, a linhaça é rica em mucilagens, que possuem propriedades gelificantes, tornando-a amplamente utilizada em diversas áreas, como indústrias de alimentos, bebidas e farmacêutica (Silva *et al.*, 2023).

Silva *et al.* (2023) estudaram as propriedades estruturais e eletroquímicas de nanocompósitos de cobre-cobaltita (CuCo_2O_4 -CuO) cultivados diretamente sobre espuma de níquel para obtenção de um eletrodo auto suportado de espuma de Ni 3D, utilizando linhaça (*Linum usitatissimum*) como agente polimerizante no método sol-gel protéico acoplado à síntese hidrotérmica visando aplicações na síntese de hidrogênio pelo processo de divisão da água. Ao analisar as medições eletroquímicas, este eletrocatalisador exibiu atividade de divisão eletroquímica da água comparativamente superior. Esta importante melhoria está relacionada à rota de síntese adotada no presente trabalho com nanopartículas cultivadas diretamente em espuma de Ni, comprovando que tal material é bastante promissor na produção de energia limpa.

A tabela 2 exhibe as classes de materiais produzidos utilizando a rota de síntese sol-gel proteica.

Tabela 2. Materiais produzidos.

MATERIAL PRODUZIDO	QUANTIDADE
Materiais Magnéticos	19
Óxidos Metálicos	5
Outros	10

Analisando a tabela 2 observa-se que há a predominância de duas grandes classes de materiais produzidos: materiais magnéticos e óxidos metálicos.

Os materiais magnéticos produzidos por meio do método sol-gel proteico representam a maior classe em termos de quantidade. É importante ressaltar que a síntese desta classe de materiais por esta rota de síntese pode oferecer vantagens, como controle preciso da composição química e estrutura morfológica, bem como a incorporação de biomoléculas para aplicações biofuncionais (Teixeira *et al.*, 2021).

Lima *et al.* (2021) sintetizaram ferritas de cálcio ($\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$) do tipo *brownmillerita* por dois métodos de síntese distintos: o método sol-gel proteico e a reação em estado sólido empregando conchas de moluscos como fonte de cálcio. O estudo envolveu a caracterização detalhada das propriedades elétricas, incluindo condutividade elétrica, impedância e resposta dielétrica dos materiais produzidos por cada rota de síntese. Observou-se que é possível sinterizar ferritas de cálcio com sucesso por ambos os métodos de síntese, a avaliação elétrica das cerâmicas sinterizadas revelou que os métodos de síntese empregados influenciam os mecanismos de transporte de carga. Observou-se que o mecanismo de transporte eletrônico é predominantemente conduzido pela banda no material sintetizado via método sol-gel proteico, enquanto o mecanismo de salto polaron prevalece nas cerâmicas produzidas pela reação em estado sólido. Neste sentido, o estudo concluiu que ambas as abordagens de síntese representam rotas competitivas para a preparação de materiais com estrutura do tipo *brownmillerita*.

Os óxidos metálicos são outra classe importante de materiais produzidos por meio do método sol-gel proteico. Esses materiais são conhecidos por suas propriedades ópticas, elétricas e catalíticas únicas. A síntese via sol-gel proteico permite a preparação de óxidos metálicos com alta pureza, homogeneidade estrutural e controle sobre o tamanho de partículas, o que é crucial para aplicações em sensores, dispositivos eletrônicos e catálise (Santos *et al.*, 2024).

Gao *et al.* (2022) analisaram a síntese de óxido de cério (CeO_2) dopado com Gd^{3+} , La^{3+} e Nd^{3+} como suportes ativos para óxidos de ferro, visando aplicações na produção de hidrogênio por meio do deslocamento químico de água e gás. Os resultados do estudo evidenciaram que os dopantes promovem a concentração de vacâncias de oxigênio na estrutura do CeO_2 , sendo que o composto $\text{Fe}_2\text{O}_3/\text{Ce}_{0,8}\text{Gd}_{0,1}\text{La}_{0,1}\text{O}_{2-\delta}$ apresentou a maior concentração de vacâncias de oxigênio entre todos os suportes. As análises de pulso dos transportadores de oxigênio indicaram uma alta concentração de vacâncias de oxigênio,

o que favorece a transferência de oxigênio na rede, contribuindo para reações redox mais eficientes, demonstrando o potencial de materiais de suporte dopados para melhorar o desempenho do processo de geração de hidrogênio em loop químico.

Por fim, foram vários os tipos distintos de materiais produzidos, como por exemplo, Alumina (Al_2O_3) (Filho *et al.*, 2023), tungstato de cobalto (CoWO_4) (Azevêdo *et al.*, 2020), minerais do tipo espinélio (Ferreira, *et al.*, 2020) entre outros.

Ferreira *et al.* (2020) sintetizaram nanopartículas de espinélios à base de ferro (MFe_2O_4 , onde $\text{M} = \text{Cu}, \text{Co}, \text{Ni}$) pelo método sol-gel proteico, visando aplicações em dispositivos para armazenamento de energia eletroquímica. O comportamento eletroquímico desses materiais foi avaliado por voltametria cíclica, espectroscopia de carga-descarga galvanostática e espectroscopia de impedância à temperatura ambiente em meio alcalino, utilizando uma configuração de célula de três eletrodos. A caracterização das vacâncias de oxigênio, consideradas as principais espécies ativas em diversos processos eletrocatalíticos, foi realizada por meio de espectroscopias de fotoelétrons Raman e de raios X (XPS). O estudo concluiu que os espinélios foram obtidos com sucesso pelo método sol-gel proteico. Além disso, as análises de *Rietveld* e FESEM confirmaram a obtenção de ferritas mistas de espinélio com cristalitos nanométricos (39-77 nm) e tamanhos de partícula (44-92 nm). Através da voltametria cíclica e das curvas de descarga, foi possível classificar os materiais sintetizados neste estudo como adequados para aplicação como eletrodos de bateria, em vez de supercapacitores.

A tabela 3 exhibe as aplicações dos materiais produzidos utilizando a rota de síntese sol-gel proteica.

Tabela 3. Aplicações para os materiais produzidos.

APLICAÇÃO	QUANTIDADE
Produção de hidrogênio	10
Melhoria de propriedades	10
Armazenamento de energia	8

Analisando a tabela 3 observa-se que há um foco significativo em aplicações voltadas para energia e sustentabilidade. Dentre as aplicações identificadas, a produção de hidrogênio emerge como uma área de destaque, representando 10 dos materiais estudados. Isso reflete a importância crescente de estratégias para geração limpa de hidrogênio, com potencial para aplicações em células de combustível e outras tecnologias emergentes. Além disso, a melhoria das propriedades dos materiais também é uma área de interesse considerável, abrangendo 10 dos estudos analisados. Isso sugere um esforço contínuo para aprimorar as características funcionais dos materiais obtidos pelo método sol-gel protéico, visando otimizar seu desempenho em diversas aplicações. O armazenamento de

energia também se destaca, com 8 estudos dedicados a essa área. Essa ênfase reflete a necessidade crescente por soluções eficientes de armazenamento de energia, alinhadas com o avanço das tecnologias renováveis.

Por fim, outros estudos abordam uma variedade de aplicações distintas, tais como aplicações na fotocatalise heterogênea (Silva *et al.*, 2021), painéis de madeira do tipo OSB (*oriented strand board*) (Filho *et al.*, 2023), no tratamento contra câncer aplicando o princípio da hipertermia magnética (Teixeira *et al.*, 2021) entre outros, indicando a diversidade de interesses e abordagens na pesquisa utilizando o método sol-gel proteico. Essa variedade reflete a versatilidade dessa técnica e seu potencial para contribuir significativamente para avanços em diversas áreas científicas e tecnológicas.

Lima *et al.* (2021) sintetizaram cobaltitas de cálcio ($\text{Ca}_3\text{Co}_4\text{O}_9$) dopadas com ferro com o objetivo de estudar a localização do Ferro (Fe) na estrutura cristalina da cobaltita utilizando a espectroscopia Mossbauer (técnica que permite reconhecer espécies químicas utilizando radiação gama), bem como o efeito da dopagem do Fe no processo de produção molecular de hidrogênio através do processo de eletrólise da água. O estudo concluiu que a cobaltita de cálcio pode ser sintetizada com sucesso pelo método sol-gel proteico. Além disso, observou-se a presença do composto $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$ como fase secundária em amostras dopadas com ferro. A dopagem com ferro pode ocorrer em dois locais, nomeadamente na camada RS ou na camada CoO_2 . A análise espectroscópica Mössbauer confirmou a presença de íons Fe^{2+} , Fe^{3+} e Fe^{4+} em nossas amostras. Os íons Fe^{3+} estão presentes na fase secundária $\text{Ca}_2\text{Fe}_2\text{O}_5$. Os íons Fe^{2+} substituem os íons Co na camada Ca_2CoO_3 , enquanto os íons Fe^{4+} estão localizados na camada CoO_2 . Por fim concluiu-se também que a cobaltita de cálcio dopada com ferro tem atividade catalítica superior para produção molecular de hidrogênio quando comparada com a cobaltita pura.

Buzinaro *et al.* (2022) avaliaram as propriedades estruturais e magnéticas de nanopartículas de $\text{Ba}_{1-x}\text{Gd}_x\text{Fe}_{12}\text{O}_{19}$ ($0 \leq x \leq 0,15$) preparadas pelo processo sol-gel protéico. Por meio das técnicas de Espectroscopia de Infravermelho, Espectroscopia Raman, Microscopia de Força Magnética e Difração de Raios-X com análise de refinamento de Rietveld confirmou-se a formação de $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ tipo M, enquanto picos extras de fases secundárias também foram detectados para BaFeO_3 ($2\theta = 28^\circ$), GdFeO_3 ($2\theta = 38,4^\circ$) e Fe_2O_3 ($2\theta = 38,6^\circ$). O tamanho médio do cristalito aumenta com a substituição de Gd na faixa de 61–63 nm. A microscopia eletrônica de varredura revelou que a morfologia das partículas de algumas amostras consistia em uma tendência para plaquetas hexagonais regulares com distribuição não homogênea de tamanho médio de grão na faixa de 250-280 nm. Além disso, as imagens de microscopia de força magnética confirmaram que o grão que consiste em grãos menores distribuídos dão origem a uma estrutura de domínio magnético semelhante a uma faixa e uma hélice.

Ferreira *et al.* (2024) avaliaram o efeito de síntese da ferrita de bário (BaFe_2O_4) pelo método sol-gel protéico utilizando água de coco em pó como precursor e pelo método

da zona flutuante a laser com taxas de tração de 10, 50 e 100 mm/h, visando aplicações no armazenamento de energia. Em todas as amostras obtidas por ambos os métodos foi possível obter uma única fase cristalina de BaFe_2O_4 corroborada por resultados de DRX, MEV/EDS, espectroscopia Raman e FTIR, não sendo detectadas fases secundárias. Foi observado também um aumento no tamanho dos grãos à medida que a temperatura do tratamento térmico das amostras aumentou. Da mesma forma, as amostras apresentam um aumento na densidade com a taxa de extração. De modo geral, ambos os métodos de síntese apresentaram amostras com propriedades dielétricas semelhantes, mostrando potencial para um material de armazenamento de energia elétrica, com altos valores de constante dielétrica e baixa perda dielétrica tangente. Por outro lado, o método sol-gel protéico apresentou melhores propriedades magnéticas para um material de armazenamento de energia magnética, quando comparado ao método da zona flutuante a laser, devido à sua alta magnetização.

Silva *et al.* (2021) estudaram a influência que o potencial externo gerado por um campo magnético pode causar em sistemas de degradação por fotocatalise heterogênea que utiliza partículas de ferritas de espinélio-cobalto (CoFe_2O_4) como catalisador para a degradação de soluções de Azul de Metileno (MB) e Ibuprofeno (IB), ambas na concentração de 20 mg L⁻¹. De modo geral, o estudo concluiu que a eficiência fotocatalítica poderia ser melhorada em 80% apenas com o posicionamento de um campo fotocatalítico permanente, sugerindo que a força de Lorentz atue de forma contrária aos elétrons fotogerados no processo, reduzindo a recombinação dessas cargas. Além disso, é possível observar experimentalmente e quantitativamente o aumento da capacidade de degradação dos catalisadores na presença do elemento magnético, a partir da análise espectroscópica da solução que está sendo degradada.

CONCLUSÃO

O método sol-gel proteico tem despertado um interesse crescente na comunidade científica devido às suas amplas aplicações e potencialidades. Durante os últimos cinco anos, observou-se uma variação significativa na produção de artigos ao longo desses anos, o que pode refletir o interesse e a evolução do campo de pesquisa, totalizando 34 artigos até o momento. Esses estudos destacam a versatilidade dessa metodologia para a produção de diversos materiais com propriedades otimizadas, incluindo principalmente óxidos metálicos e materiais magnéticos. Notavelmente, agentes como gelatina comercial e água de coco emergem como os mais frequentemente utilizados nesse contexto. Com referência às possibilidades de aplicações desta rota de síntese, há uma grande variedade de campos de aplicações, onde a produção de hidrogênio, o armazenamento de energia eletroquímica, e a busca por melhorias nas propriedades estruturais e magnéticas se destacam. Diante disso, pode-se concluir que são crescentes as pesquisas estudos e aplicações acerca do método sol-gel proteico, com o intuito de não apenas expandir o

conhecimento fundamental, mas também impulsionar avanços práticos, com potencial para impactar áreas como a engenharia biomédica, a produção de energia e a catálise.

DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Os autores do artigo declaram que não possuem conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, política, acadêmica e pessoal.

REFERÊNCIAS

- Airoidi, C.; Farias, R. F. **Alcóxidos como precursores na síntese de novos materiais através do processo sol-gel**. Química Nova, v. 27, n. 1, p. 84-88, 2004.
- Alfaya, A. A. S.; Kubota, L. T. **A utilização de materiais obtidos pelo processo de sol-gel na construção de biossensores**. Química Nova, v. 25, p. 835-841, 2002.
- Araújo, M. R.; Maia, L. S. P.; Miranda, M. A. R.; Martínez-Camejo, Y.; Sasaki, J. M.; Guimarães, G. F. **Optimization of nanoparticles for application in optical sensors**. Sensors and Actuators: A. Physical, v. 366, 2024.
- Azêvedo, H. V. S. B.; Raimundo, R. A.; Ferreira, L. S.; Silva, M. M. S.; Morales, M. A.; Macedo, D. A.; Gomes, U. U.; Cavalcante, D. G. L. **Green synthesis of CoWO₄ powders using agar-agar from red seaweed (Rhodophyta): Structure, magnetic properties and battery-like behavior**. Materials Chemistry and Physics, v. 242, 2020.
- Barbosa, R.; Barros, B. S.; Porto, R. I.; Gama, L. **Síntese e Caracterização do espinélio Zn₇Sb₂O₁₂ dopado com terras raras**. Revista Matéria, v. 10, p. 364 □ 369, 2005.
- Buzinaro, M. A. P.; Costa, B. F. O.; Ivanov, M. S.; Cunha, G. C.; Macêdo, M. A.; Angélica, R. S.; Ferreira, N. S. **Investigations on the structural and magnetic properties of Ba_{1-x}Gd_xFe₁₂O₁₉ (0 ≤ x ≤ 0.15) nanoparticles**. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 555, 2022.
- Danks, A. E.; Hall, S. R.; Schnepf, Z. **The evolution of ‘sol-gel’ chemistry as a technique for materials synthesis**. Materials Horizons, v. 3, p. 91-112, 2016.
- Dubey, S. K.; Dey, A.; Singhvi, G.; Pandey, M. M.; Singh, V.; Kesharwani, P. **Emerging trends of nanotechnology in advanced cosmetics**. Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, v. 214, 2022.
- Faustini, M.; Grosso, D. **Self-assembled inorganic nanopatterns (INPs) made by sol-gel dip-coating: Applications in nanotechnology and nanofabrication**. Comptes Rendus Chimie, v. 19, p.248-265, 2016.
- Ferreira, L. S.; Silva, T. R.; Silva, V. D.; Simões, T. A.; Araújo, A. J. M.; Morales, M. A.; Macedo, D. A. **Proteic sol-gel synthesis, structure and battery-type behavior of Fe-based spinels (MFe₂O₄, M = Cu, Co, Ni)**. Advanced Powder Technology, v. 31, n. 2, p.

604-613, 2020.

Ferreira, N. M.; Tavares, P. J. G.; Carvalho, J. P. F.; Gavinho, S. R.; Graça, M. P. F.; Costa, F. M.; Teixeira, S. S. **Assessment of barium ferrite obtained by sol-gel and laser floating zone methods as energy storage material**. Journal of Alloys and Compounds, v. 971, 2024.

Filho, L. E. C.; Steigenberger, A. C.; Martins, R. H. B.; Junior, W. E. L.; Favarim, H. R.; Pallone, E. M. de J. A.; Freire, M. T. de A.; Tosi, M. M.; Fiorelli, J. **Oriented Strand Board panels of residual reforestation wood with Al_2O_3 nanoparticles**. Industrial Crops and Products, v.200, 2023.

Gao, Z.; Fu, F.; Zhang, Z.; Niu, L.; Jin, M.; Zhang, J.; Zhao, Z. **Gd, La co-doped CeO_2 as an active support for Fe_2O_3 to enhance hydrogen generation via chemical looping water gas shift**. International Journal of Hydrogen Energy, v.47, n.54, p.22806-22818, 2022.

Guan, X.; Xing, S.; Liu, Y. **Engineered Cell Membrane-Camouflaged Nanomaterials for Biomedical Applications**. Nanomaterials, vol. 14, n.5, 2024.

Harini, H. V.; Nagaswarupa, H. P.; Naik, R.; Ravikumar, C. R. **Green mediated sol-gel auto combustion and solution combustion synthesis of calcium magnesium aluminate (CMA) nanoparticles: Modified carbon paste and nickel mesh electrodes for supercapacitor and sensor applications**. Journal of the Indian Chemical Society, v. 100, 2023.

Harinisri, K.; Jayanthi, N.; Kumar, R. S. **Diverse application of green nanotechnology – A review**. Materials Today: Proceedings, 2023.

Hiratsuka, R. S.; Santilli, C. V.; Pulcinelli, S. H. **O processo sol-gel: uma visão físicoquímica**. Química nova, p. 171-180, 1995.

Lima, C. G. M.; Araújo, A. J. M.; Silva, R. M.; Raimundo, R. A.; Grilo, J. P. F.; Constantinescu, G.; Kovalevsky, Macedo, D. A. **Electrical assessment of brownmillerite-type calcium ferrite materials obtained by proteic sol-gel route and by solid-state reaction using mollusk shells**. Journal of Solid State Chemistry, v. 299, 2021.

Lima, A. J. M.; Silva, V. D.; Raimundo, R. A.; Morales, M. A.; Simões, T. A.; Loureiro, F. J. A.; Fagg, D. P.; Macedo, D. A.; Nascimento, R. M. **Fe-doped calcium cobaltites as electrocatalysts for oxygen evolution reaction**. Ceramics International, v. 47, n. 18, p. 26109-26118, 2021.

Macêdo, M. A.; Sasaki, J. M. **Patente N° INPI 0203876-5**, 1998.

Mahmood, N. B.; Saeed, F. R.; Gbashi, K. R.; Mahmood, U. S. **Synthesis and characterization of zinc oxide nanoparticles via oxalate co-precipitation method**. Materials Letters: X, v. 13, 2022.

Pang, S.; Zhao, L.; An, Y. **Advanced developments in nanotechnology and nanomaterials for the oil and gas industry: a review**. Geoenergy Science and Engineering, 2024.

Paulraj, P.; Rajendran, K.; Sathamraja, A.; Pandian, K. **Solid phase mechanochemical synthesis of Poly(o-anisidine) protected Silver nanoparticles for electrochemical dopamine sensor**. Materials Today Communications, v. 26, 2021.

Pearce, K.; Thipe, V. C.; Henkel, R. R.; Katti, K. V. **Green Nanotechnology as an innovative drug delivery approach for Typha capensis and Naringenin—New class of phytochemical embedded biocompatible gold nanoparticles in prostate cancer therapy**. Journal of Drug Delivery Science and Technology, v. 80, 2023.

Pechini, M. P., **Method of preparing lead and alkaline earth titanates and niobates and coating method using the same to form a capacitor**, U.S. Patent 3.330.697, 1967.

Raimundo, R. A.; Lourenço, C. S.; Câmara, N. T.; Silva, T. R.; Santos, J. R. D.; Araújo, A. J. M.; Silva, M. M. S.; Oliveira, J. F. de A.; Macedo, D. A.; Gomes, U. U.; Morales, M. A.; Soares, M. M. **Green synthesis of Co_3O_4 nanoparticles using psyllium husk (Plantago Ovata) and application as electrocatalyst for oxygen evolution reaction**. Journal of Electroanalytical Chemistry, v. 932, 2023.

Santos, J. V. A.; Macedo, M. A.; Cunha, F.; Sasaki, J. M.; Duque, J. G. S. **$\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ thin film grown by an aqueous sol–gel process**. Microelectronics Journal, v. 34, p. 565-567, 2003.

Santos, J. R. D.; Raimundo, R. A.; Oliveira, J. F. G. de A.; Hortêncio, J. da S.; Loureiro, Macedo, D. A.; Morales, M. A.; Gualandi, I.; Tonelli, D.; Gomes, U. U. **Eco-friendly high entropy oxide rock-salt type structure for oxygen evolution reaction obtained by green synthesis**. Journal of Electroanalytical Chemistry, v. 961, 2024.

Saritha, G. N. G.; Anju, T.; Kumar, A. **Nanotechnology - Big impact: How nanotechnology is changing the future of agriculture?** Journal of Agriculture and Food Research, v. 10, 2022.

Sharma, S.; Pathania, A. R. **Biodegradable polymers green synthesis of nanoparticle – An overview**. Materials Today: Proceedings, v. 62, n. 6, p. 3827-3831, 2022.

Sharma, S.; Dhingra, p.; Jain, S. **Advancements & challenges of nanotechnology in waste water treatment**. Materials Today: Proceedings, v. 80, n. 1, p.18-23, 2023.

da Silva, M. V.; Farjado, H. V.; Rodrigues, T. S.; Silva, F. A.; Bergamaschi, V. S.; Dias, A.; Siqueira, K. P. F. **Synthesis of NiMoO_4 ceramics by proteic sol-gel method and investigation of their catalytic properties in hydrogen production**. Materials Chemistry and Physics, v. 262, 2021.

Silva, E. C.; da Costa, J. C. M.; Nascimento, M. C.; Pereira, B. L.; Passos, R. R.; Pocrifka, L. A. **Influence of temperature on the preparation of CoFe_2O_4 by the sol-gel method and its application in electrochemical energy storage**. Journal of Solid State Electrochemistry, v. 24, n. 315, p. 217-225, 2020.

Silva, E. C.; Bonacin, J. A.; Passos, R. R.; Pocrifka, L. A. **The effect of an external magnetic**

field on the photocatalytic activity of CoFe_2O_4 particles anchored in carbon cloth. Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry, v. 416, 2021.

Silva, T. R.; Raimundo, R. A.; Silva, V. D.; Santos, J. R. D.; Araújo, A. J. M.; Oliveira, J. F. G. de A.; de Lima, L. C.; da Silva, F. F.; Ferreira, L. dos S.; Macedo, D. A. **Green synthesis of CuCo_2O_4 –CuO composite nanoparticles grown on nickel foam for high-performance oxygen evolution reaction.** International Journal of Hydrogen Energy, v. 48, n. 45, p. 17160-17176, 2023.

Teixeira, S. S.; Graça, M. P. F.; Lucas, J.; Valente, M. A.; Soares, P. I. P.; Lança, M. C.; Vieira, T.; Silva, J. C.; Borges, J. P.; Jinga, L. I.; Socol, G.; Salgueiro, C. M.; Nunes, J.; Costa, L. C. **Nanostructured LiFe_5O_8 by a Biogenic Method for Applications from Electronics to Medicine.** Nanomaterials, v. 11, n. 1, 2021.

Worayingyong, A.; Kangvansura, P.; ausadasuk, S.; Praserttham, P. **The effect of preparation: Pechini and Schiff base methods, on adsorbed oxygen of LaCoO_3 perovskite oxidation catalysts.** Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects, v. 315, p. 217-225, 2008.

Xia, Q.; Jiang, H.; Liu, X.; Yin, L.; Wang, X. **Advances in Engineered Nano-Biosensors for Bacteria Diagnosis and Multidrug Resistance Inhibition.** Biosensors, v. 14, n. 2, 2024.

ÍNDICE REMISSIVO

A

Agente quelante · 26, 28, 29, 31, 32, 33

Agentes polimerizantes · 38, 41, 42, 44, 45

Análise termogravimétrica · 15, 18

B

Beta fosfato tricálcico · 16, 19

Biocerâmica · 16, 38, 42

Biomaterial · 14, 15

C

Cálculos de projeto · 2

Carbonato de cálcio · 2, 5, 8

Cátions metálicos · 17, 26, 29, 31, 33, 40

Cerâmicas magnéticas · 1, 26

Compressão · 2

Cristalinidade · 17, 20, 26, 28, 30, 31, 32, 33

Custo · 26, 28, 41, 45, 46

E

Ensaio de toxicidade · 15, 18

Ensaio de sedimentação · 2

Enxertos ósseos · 14

Estrôncio (Sr^{2+}) · 14, 16

I

Impacto ambiental · 26

M

Materiais adequados · 14

Método pechini · 14, 16, 17, 19, 22, 40, 41

Método sol-gel · 26, 28, 29, 38, 42, 43, 44, 45, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54

Métodos de kynch · 2, 8

Microscopia eletrônica de varredura · 15, 18, 21, 53

Morfologia · 15, 18, 21, 22, 28, 47, 53

N

Nanoestruturas · 39, 48

Nanoferritas de cobre · 27

Nanoferritas de cobre (CuFe_2O_4) · 26

Nanomateriais · 26, 27, 33, 34, 39

P

Parâmetros fenomenológicos · 2

Partícula · 6, 12, 14, 28, 48, 51

Partículas coloidais · 40

Pós nanométricos · 14

Precursores naturais · 26

Produção do β -tcp · 14

Projeto de sedimentadores · 2, 4

R

Raios x · 15, 17, 19, 30, 51

Rede cristalina · 15, 20

Regiões de sedimentação livre · 2

Reparação de enxertos · 14

Revisão · 23, 38, 42

Rota de síntese · 38, 40, 42, 43, 44, 49, 50, 51, 54

S

Sais de metais · 40

Sedimentação · 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 13

Sedimentação em batelada · 2, 4, 6

Sedimentador · 2, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11

Sedimentadores · 3, 9, 11, 12

Síntese · 14, 17, 22, 26, 28, 29, 31, 33, 34, 39, 40, 41, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 53, 55

Síntese verde · 26

Suspensão · 2, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 11, 42, 46

T

Talmadge e fitch · 2, 3, 4, 5, 8, 10, 11

Tapioca · 26, 27, 28, 29, 32, 33

Tempo · 2, 4, 5, 6, 8, 10, 12, 16, 18, 26, 41, 46

Teor de tapioca · 26

Toxicidade · 15, 18, 21, 22, 47

U

Uso sustentável da tapioca · 27

V

Vazão de alimentação · 2, 9

B

B-tcp · 14, 15, 16, 17, 19, 20, 21, 22, 23



contato@editoraomnisscientia.com.br 

<https://editoraomnisscientia.com.br/> 

@editora_omnis_scientia 

<https://www.facebook.com/omnis.scientia.9> 

+55 87 99914-6495 



contato@editoraomnisscientia.com.br 

<https://editoraomnisscientia.com.br/> 

@editora_omnis_scientia 

<https://www.facebook.com/omnis.scientia.9> 

+55 87 99914-6495 