



## FUNCIONALIZAÇÃO QUÍMICA DE MATRIZES DE MICROFIBRILAS DE CELULOSE COM $\text{Nb}_2\text{O}_5$ VIA MÉTODO SOL-GEL E IMPREGNAÇÃO ÚMIDA PARA DESENVOLVIMENTO DE CURATIVOS BIOATIVOS

Cristiane W. Raubach<sup>1,2</sup>; Cátia L. Ücker<sup>1</sup>; Cristiane K. Santin<sup>1</sup>; Débora D. Ribes<sup>1</sup>; Guilherme P. Lombello<sup>1</sup>; Luiza P. Vianna<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de Pelotas

<sup>2</sup>University of Waterloo

[raubachcristiane7@gmail.com](mailto:raubachcristiane7@gmail.com)

**Palavras-Chave:** Feridas crônicas, Atividade antimicrobiana, Química de superfícies.

### Introdução

As infecções em feridas crônicas representam um desafio crítico de saúde pública global, impactando negativamente milhões de pacientes e gerando expressivos custos econômicos aos sistemas de saúde. O processo de cicatrização dessas lesões é frequentemente estagnado e severamente prejudicado devido à formação de biofilmes bacterianos complexos. Essas comunidades microbianas demonstram alta persistência, superando facilmente os mecanismos de defesa natural do hospedeiro e resistindo com eficácia aos tratamentos terapêuticos convencionais. Diante dessa problemática, torna-se imprescindível a engenharia de novos materiais e o desenvolvimento de curativos avançados que combinem sustentabilidade, excelente biocompatibilidade e uma potente ação protetora na interface da lesão. Neste cenário, as microfibrilas de celulose (MFC) surgem como um biopolímero abundante, renovável e ecologicamente promissor para o setor biomédico, destacando-se por sua alta relação de aspecto, baixa citotoxicidade e excepcionais propriedades mecânicas.<sup>1-5</sup> A relevância química das MFCs reside em sua estrutura supramolecular altamente rica em grupos hidroxila ( $^-\text{OH}$ ) superficiais dispostos ao longo das cadeias poliméricas. Esses grupos funcionais atuam como sítios ativos ideais para ancoragem química, modificações estruturais e interações secundárias com fases inorgânicas. Concomitantemente, o pentóxido de nióbio ( $\text{Nb}_2\text{O}_5$ ) desponta como um óxido metálico de vanguarda na área de biomateriais. Estudos demonstram que o nióbio exibe uma citotoxicidade consideravelmente inferior em comparação a outros íons metálicos comumente explorados, além de promover melhorias significativas na bioatividade interfacial e no metabolismo celular. Justifica-se a importância deste tema pela necessidade de criar dispositivos médicos eficientes a partir de fontes sustentáveis e de baixo impacto ambiental, otimizando tratamentos de saúde.<sup>6-10</sup> O objetivo deste trabalho é desenvolver e otimizar curativos não aderentes para feridas crônicas por meio da incorporação de um nanocompósito baseado na funcionalização de uma matriz polimérica



de microfibrilas de celulose com nanopartículas de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , avaliando as propriedades químicas resultantes e seu potencial bioativo por contato interfacial.

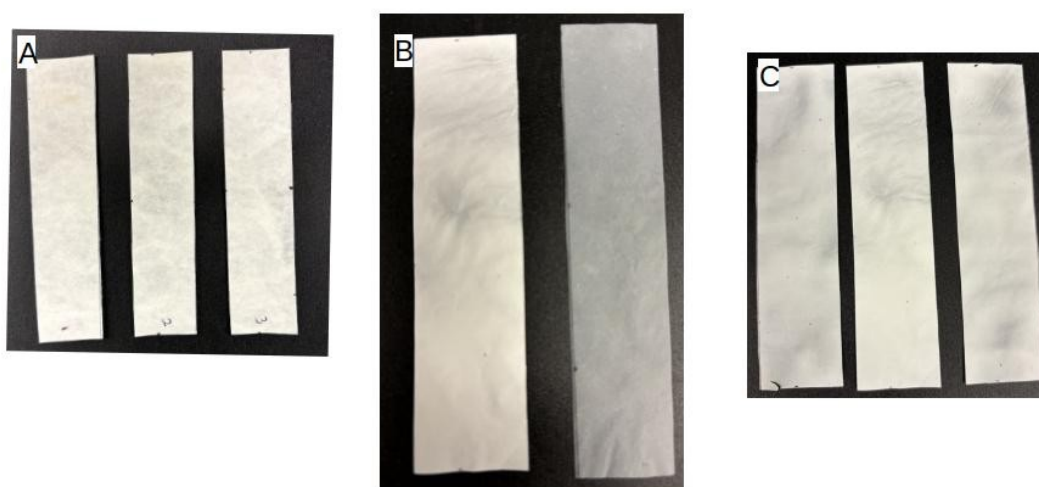
### Material e Métodos

O processo de obtenção do nanocompósito baseia-se em etapas consecutivas de síntese, desestruturação mecânica e engenharia de interface. Inicialmente, para a produção da matriz polimérica, utilizou-se celulose de fonte natural obtida no comércio local. A matéria-prima foi triturada e suspensa em água destilada a uma concentração de 2% em peso. Esta suspensão foi submetida a um processo de pré-fibrilação e moagem mecânica de alta energia utilizando um super-moedor MassColloider, operando em regime de 20 passagens consecutivas a uma temperatura controlada de 25 °C. A velocidade de rotação do equipamento foi mantida entre 1200 e 1500 rpm, estabelecendo uma distância dinâmica entre os discos abrasivos na faixa de 5 a 20  $\mu\text{m}$ . Esta etapa foi realizada em cooperação internacional junto ao Departamento de Engenharia Química da University of Waterloo, no Canadá. Para a obtenção da fase inorgânica, nanopartículas de nióbio foram sintetizadas previamente por meio da rota sol-gel, a qual se baseia na hidrólise controlada e subsequente condensação de precursores alcóxidos de nióbio, permitindo o controle rigoroso do tamanho de partícula e da cristalinidade; paralelamente, amostras comerciais de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  foram utilizadas para fins comparativos. A engenharia de interface e a ancoragem química das fases ocorreram por meio do método de impregnação úmida com excesso de solvente. Foram preparadas suspensões coloidais contendo concentrações estequiométricas fixadas em 2% e 5% em peso de nióbio em relação à massa seca de microfibrilas de celulose. Após completa homogeneização química do sistema sob agitação, a suspensão resultante foi submetida a um processo de doctor blade diretamente sobre o substrato de um curativo não aderente comercial, promovendo a deposição uniforme e favorecendo interações secundárias por ligações de hidrogênio e forças de Van der Waals entre os componentes. Por fim, as amostras impregnadas foram submetidas à secagem térmica em prensa por 5 min e 1 ton para a eliminação completa do solvente residual e consolidação da matriz híbrida.

### Resultados e Discussão

A desestruturação mecânica da celulose em microfibrilas (MFC) no super-moedor foi validada por fisissorção de  $\text{N}_2$ , indicando um expressivo aumento na área superficial específica e a manutenção de uma rede porosa ideal para acomodação da fase inorgânica. A eficiência da rota sol-gel e a cristalinidade do  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  incorporado são avaliadas por Difração de Raios X (DRX), identificando as fases cristalinas majoritárias e o tamanho médio dos cristalitos. A espectroscopia de infravermelho (FTIR) monitora o sucesso da modificação química e ancoragem das nanopartículas por meio das bandas vibracionais de estiramento Nb-O e pelas alterações de intensidade nos grupos hidroxila  $^-\text{OH}$  superficiais da celulose. A integridade macroscópica e a uniformidade dos substratos obtidos são apresentadas na Figura 1, na qual são comparados os corpos de prova padronizados do curativo comercial (Figura

1a), do curativo impregnado apenas com a matriz de nanocelulose (Figura 1b) e do curativo nanocompósito funcionalizado com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  (Figura 1c). Visualmente, observa-se que a deposição da camada híbrida via doctor blade preservou a flexibilidade e a homogeneidade dimensional das tiras, sem a formação de defeitos estruturais ou delaminação macroscópica após a prensagem térmica.



**Figura 1 – Corpos de prova do curativo a base de (a) curativo comercial (b) curativo com nanocelulose e (c) curativo nanocompósito.**

Complementarmente, as análises microscópicas de MEV e MET revelam a organização morfológica da interface, enquanto o mapeamento por EDX confirma a dispersão química uniforme do nióbio (nas concentrações de 2% e 5% em peso) ao longo das microfibrilas, sem a presença de aglomerados espessos. As curvas de Análise Termogravimétrica (ATG) indicam a preservação ou elevação da estabilidade térmica do sistema híbrido. Ademais, ensaios de tração padronizados (ASTM D-882) realizados nos corpos de prova (Figura 1) certificam que a incorporação do nanocompósito mantém a resistência mecânica e a manuseabilidade necessárias para aplicação na pele. O mecanismo de ação antimicrobiana ocorre por contato interfacial. Ensaio de retenção química demonstram que o  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  permanece fixado à matriz polimérica por forças secundárias e ligações de hidrogênio com as hidroxilas da celulose, impedindo a lixiviação do metal. Quando em contato com o ambiente biológico, o exsudato permeia os poros da matriz e interage diretamente com a fase ativa retida, promovendo a eliminação de patógenos no próprio curativo e minimizando riscos de citotoxicidade celular sistêmica nos tecidos adjacentes viáveis.



## Conclusões

O projeto delinea uma rota química viável e sustentável para a funcionalização de microfibrilas de celulose com pentóxido de nióbio aplicada à engenharia de curativos. O emprego da cooperação internacional e de técnicas consolidadas, como o método sol-gel e a impregnação úmida, viabiliza o controle estrito das propriedades químicas superficiais do material. Conclui-se que o mecanismo bioativo por contato atende perfeitamente aos objetivos da pesquisa, pois garante uma inibição microbiana eficiente frente ao exsudato ao mesmo tempo em que a retenção do metal previne a toxicidade celular sistêmica. Assim, o sistema consolida-se como uma alternativa terapêutica avançada de alto desempenho na medicina regenerativa.

## Agradecimentos

À FAPERGS pelo apoio financeiro e fomento ao projeto, à Universidade Federal de Pelotas (UFPel) e à University of Waterloo pelo suporte institucional e cooperação técnico-científica.

## Referências

- [1] NUSSBAUM, Samuel R.; et al. *Value in Health*, [S.l.], v. 21, n. 1, 2018.
- [2] GUEST, J. F. et al. *Br Med J Open*, v. 5, n. 12, 2015.
- [3] SEN, C. K. et al. *Wound Repair Regen*, v. 17, n. 6, 2009.
- [4] SHIFFMAN, M. A.; LOW, M. Springer Cham, 1ª ed., 2020.
- [5] SIDDIQUI, A. R.; BERNSTEIN, J. M. *Clin Dermatol*, v. 28, n. 5, 2010.
- [5] WOLCOTT, R. D.; RHOADS, D. D.; DOWD, S. E. *J Wound Care*, v. 17, n. 8, 2008.
- [6] PERCIVAL, S. L.; MCCARTY, S. M.; LIPSKY, B. *Adv Wound Care*, v. 4, n. 7, 2015.
- [7] SAMUELSON, Rachel; et al. *Journal of Alternative and Complementary Medicine*, v. 26, n. 8, 2020.
- [8] FAN, Kenneth; TANG, Jennifer; ESCANDON, Julia; KIRSNER, Robert S. *Plastic and Reconstructive Surgery*, [S.l.], v. 127, 2011.
- [9] Shariatnia, Zahra; Jalali, M. Azin. *Int J Biol Macromol. International Journal of Biological Macromolecules*, v. 115, p. 165-175, ago. 2018.
- [10] ZHOU, Hong et al. *Clinical, Cosmetic and Investigational Dermatology*, [S.l.], v. 14, 2021.