

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ

EDUARDO GAVAZZONI

**MODIFICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE *Luffa cylindrica* COM
NANOFERRITAS DE ZINCO**

DISSERTAÇÃO

CURITIBA

2024

EDUARDO GAVAZZONI

**MODIFICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE *LUFFA CYLINDRICA* COM
NANOFERRITAS DE ZINCO**

Modification and characterization of *Luffa cylindrica* fibers with zinc nanoferrites

Dissertação apresentada como requisito para obtenção do grau de mestre em química, do Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR – *Campus* Curitiba. Área de concentração: Química orgânica.

Orientador: Prof. Dr. Paulo Rodrigo Stival Bittencourt

Coorientador: Prof^a. Dr^a. Juliana Regina Kloss.

CURITIBA

2024



[4.0 Internacional](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

Esta licença permite remixe, adaptação e criação a partir do trabalho, para fins não comerciais, desde que sejam atribuídos créditos ao(s) autor(es) e que licenciem as novas criações sob termos idênticos. Conteúdos elaborados por terceiros, citados e referenciados nesta obra não são cobertos pela licença.



17/06/2024 10:26

EDUARDO GAVAZZONI

MODIFICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DAS FIBRAS DE LUFFA CYLINDRICA COM NANOFERRITAS DE ZINCO

Trabalho de pesquisa de mestrado apresentado como requisito para obtenção do título de Mestre Em Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR). Área de concentração: Química Orgânica.

Data de aprovação: 21 de Março de 2024

Dra. Daniela Becker, Doutorado - Fundação Universidade do Estado de Santa Catarina (Udesc)

Dr. Fernando Gomes De Souza Junior, Doutorado - Universidade Federal do Rio de Janeiro (Ufrj)

Dra. Juliana Regina Kloss, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Dra. Marcela Mohallem Oliveira, Doutorado - Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Documento gerado pelo Sistema Acadêmico da UTFPR a partir dos dados da Ata de Defesa em 21/03/2024.

**À minha família e amigos,
por todo amor e respaldo!**

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, pela graça e orientação que me sustentaram ao longo desta jornada de pesquisa.

Agradeço aos meus pais, Ivo Gavazzoni e Mariza Salete Gavazzoni, por todo apoio e incentivo, mesmo nos momentos mais difíceis estiveram sempre ao meu lado, lidando com muito amor e carinho por toda a minha vida, vocês são minha inspiração.

Um agradecimento especial a minha orientadora Professora Juliana Regina Kloss pelos ensinamentos, por todo respaldo durante a jornada, guiando sempre o meu aprendizado da melhor forma.

Ao meu coorientador Professor Fernando Gomes de Souza Junior, da Universidade Federal do Rio de Janeiro, pela oportunidade de atuação em um projeto tão grande com pessoas incríveis e por todos os ensinamentos.

Ao professor Paulo Rodrigo da Silva Bittencourt do campus Medianeira da UTFPR pelo auxílio e paciência na realização da parte burocrática no último ano.

Aos meus amigos, mais em específico o Samuel Vieira de Almeida, que desde o começo apoiou minha ideia de me tornar um mestre em química, mas, infelizmente os planos de Deus para ele eram outros e ele não conseguirá ver eu me tornando um mestre.

Aos meus familiares por todo o apoio em cada conquista minha, me incentivando a sempre querer mais, acreditando em mim.

Aos amigos que fiz no Laboratório de Materiais Poliméricos (LaMaPo), com quem tive o prazer de dividir esses últimos anos, por todo o companheirismo, apoio e críticas construtivas.

A Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) e ao Programa de pós-graduação em química (PPGQ) pela oportunidade na realização do mestrado.

Aos demais professores e funcionários da UTFPR pela participação e ensinamentos nessa jornada do mestrado.

Ao técnico de laboratório Alexandre José Gonçalves e ao Centro de Multiusuário de Caracterização de Materiais (CMCM) da UTFPR por toda paciência e disponibilidade para realizar várias análises de MEV, EDS e DRX.

A Universidade Federal do Paraná (UFPR) pela ajuda na realização de MET no Centro de Microscopia Eletrônica (CME-UFPR).

A Central Analítica Multiusuário da Universidade Tecnológica Federal do Paraná Campus Medianeira (CEANMED) pela disponibilidade em realizar a análise de FTIR.

Ao Laboratório de Biopolímeros e Sensores (LaBioS) da Universidade Federal do Rio de Janeiro pela realização da análise de força magnética.

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

Aos demais que não foram citados, mas, que de alguma maneira contribuíram para o desenvolvimento desse trabalho, assim como, para o meu desenvolvimento pessoal e acadêmico.

**A grandeza da vida não consiste em não cair nunca,
mas, em nos levantarmos cada vez que caímos.
- O longo caminho para a liberdade (Nelson Mandela).**

RESUMO

A pesquisa na área de compósitos tem aumentado ao longo dos anos devido a crescente importância de desenvolver materiais avançados, destacando propriedades únicas e as vantagens significativas que oferecem, em comparação aos convencionais. Este estudo consistiu na utilização da bucha vegetal (*Luffa cylindrica*) modificada com ferritas de zinco, buscando uma abordagem inovadora para a obtenção de propriedades complementares para as fibras naturais. A bucha foi utilizada de duas maneiras, a primeira em fibra apenas com corte manual e após o processo de moagem, em pó. Após isso, os materiais foram tratados em meio alcalino visando a diminuição do teor de lignina e hemiceluloses e uma superfície mais rugosa. Depois de tratada, a bucha vegetal (fibras ou pó) foi utilizada como suporte para a síntese de ferritas de zinco, pelo método de coprecipitação com hidróxido de sódio. O material sintetizado foi analisado por espectroscopia na região do infravermelho com transformada de *Fourier*, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia por energia dispersiva, difração de raios X, microscopia eletrônica de transmissão e teste de força magnética. Os resultados demonstraram que o tratamento alcalino foi eficiente para diminuição do teor lignina, com a alteração na banda de 1735 cm^{-1} referente a ligação C=O e aumento da cristalinidade pela análise de difração de raios X, desta forma, as ferritas de zinco, em escala nanométrica, com diâmetro médio menor que 25 nm, foram fixadas na superfície da bucha. O material final apresentou propriedade magnética, relacionando a força e o campo magnético, e rendimento da síntese de 85 e 65 % para as amostras em pó e fibra, respectivamente. Com isso, conclui-se que o compósito sintetizado denominado de *Luffa cylindrica*/ZnFe₂O₄ possui propriedades da fase orgânica e inorgânica, tendo como vantagem ser sintetizado de uma maneira rápida e eficiente e destacando a possibilidade de aplicação em um geopolímero, que pode ser utilizado para síntese e catálise do biodiesel, além de atuar como um agente fotocatalítico na degradação de corantes de efluentes ou ainda, sendo um substituinte na composição do cimento. Este estudo contribuiu para a expansão de conhecimento sobre a química e ciência dos materiais, mais especificamente, fibras vegetais com nanoferritas, fornecendo uma base para futuras investigações e aplicações.

Palavras-chave: *Luffa cylindrica*, ferritas de zinco, compósito.

ABSTRACT

Research in the field of composites has increased over the years due to the growing importance of developing advanced materials, highlighting unique properties and the significant advantages they offer compared to conventional ones. This study consisted of using vegetable sponge (*Luffa cylindrica*) modified with zinc ferrites, seeking an innovative approach to obtain complementary properties for natural fibers. The sponge was used in two ways: first, as fiber with only manual cutting, and after the grinding process, as powder. After that, the materials were treated in an alkaline medium to reduce the lignin and hemicellulose content and to create a rougher surface. Once treated, the vegetable sponge (fibers or powder) was used as a support for the synthesis of zinc ferrites by the coprecipitation method with sodium hydroxide. The synthesized material was analyzed by Fourier transform infrared spectroscopy, scanning electron microscopy, energy dispersive spectroscopy, X-ray diffraction, transmission electron microscopy, and magnetic force testing. The results showed that the alkaline treatment was effective in reducing the lignin content, with a change in the 1735 cm^{-1} band corresponding to the C=O bond, and an increase in crystallinity by X-ray diffraction analysis. In this way, the zinc ferrites, on a nanometric scale, with an average diameter of less than 25 nm, were fixed on the sponge surface. The final material exhibited magnetic properties, relating to the strength and magnetic field, and synthesis yields of 85% and 65% for the powder and fiber samples, respectively. Thus, it is concluded that the synthesized composite, called *Luffa cylindrica*/ZnFe₂O₄, possesses properties of both the organic and inorganic phases, having the advantage of being synthesized in a quick and efficient manner. It also highlights the potential for application in a geopolymer, which can be used for biodiesel synthesis and catalysis, as well as acting as a photocatalytic agent in the degradation of effluent dyes or even as a substitute in cement composition. This study contributed to the expansion of knowledge in chemistry and materials science, more specifically, vegetable fibers with nanoferrites, providing a basis for future investigations and applications.

Keywords: *Luffa cylindrica*, zinc ferrites, composite.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Fruto da espécie <i>Luffa cylindrica</i> (a) e fibra oriunda do fruto (b).....	19
Figura 2 - Estrutura de um mero de celulose	20
Figura 3 – Estrutura do mero de Lignina.....	20
Figura 4 - Estrutura química da nanoferritas de zinco (ZnFe_2O_4)	25
Figura 5 - Bucha vegetal pura em fibra e em pó.....	30
Figura 6 - Tratamento alcalino da fibra de bucha vegetal com NaOH pelo método 2	31
Figura 7 - Aparelho utilizado para medição da força magnética em função do campo magnético	35
Figura 8 - Espectros na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> da bucha vegetal pura em pó (a) e em fibra (b)	37
Figura 9 – Difratoograma de raio X da bucha vegetal pura em pó (a) e em fibra (b).....	39
Figura 10 - Imagem de MEV da bucha vegetal pura em pó (BVP).....	40
Figura 11- Imagem de MEV da bucha vegetal pura em fibra (BVP2)	40
Figura 12 - Bucha vegetal em pó após o tratamento alcalino 1 (a) e 2 (b)	41
Figura 13 - Bucha vegetal em fibra após o tratamento alcalino 1 (a) e 2 (b).....	41
Figura 14 – Espectros na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> das amostras de bucha vegetal pura em pó sem tratamento (BVP), bucha vegetal com tratamento alcalino pelo método 1 (BVTP1) e método 2 (BVTP2) (a) e espectro de FTIR com zoom na região de 1735 cm^{-1} das amostras de BVPP, BVTP1 e BVTP2 (b).....	43
Figura 15 - Espectros na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> das amostras de bucha vegetal pura em fibra sem tratamento (BVP2), bucha vegetal com tratamento alcalino pelo método 1 (BVT3) e método 2 (BVT4) (a) e espectro de FTIR com zoom na região de 1735 cm^{-1} das amostras de BVP2, BVT4 e BVT4	44
Figura 16 - Difratoogramas da bucha vegetal pura (<i>em pó</i>) e com tratamento pelo método 1 (a) e bucha vegetal pura e com tratamento pelo método 2 (b).	46

Figura 17 - Difratoograma das amostras de bucha vegetal em fibra pura em fibra (BVP2) em comparação com BVT3 (a) e BVT4 (b).	47
Figura 18 - Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para a bucha vegetal tratada pelo método 1 (a) e (b), bucha vegetal tratada pelo método 2 (c) e (d).	48
Figura 19 - Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para a bucha vegetal tratada pelo método 1 (a) e (b), método 2 (c) e (d).	49
Figura 20 - Espectros na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> da amostra de ferrita de zinco (ZnFe_2O_4)	50
Figura 21 - Difratoograma de raios-X obtido para a ferrita de zinco (ZnFe_2O_4)	51
Figura 22 - Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para as ferritas de zinco (ZnFe_2O_4) com aumentos de 1.000x (a) e 2.500x (b)	52
Figura 23 - Fotomicroscopia em campo claro das amostras de ZnFe_2O_4 em pó com aumento de 25.000x (a) e aumento de 100.000x (b)	53
Figura 24 - Histograma do diâmetro das partículas de ferritas de zinco	54
Figura 25 - Teste de força magnética para as ferritas de zinco (ZnFe_2O_4)	55
Figura 26 - Compósito de <i>Luffa cylindrica</i> / ZnFe_2O_4 feito com a bucha em pó (a) e com a bucha vegetal em fibra (b).	56
Figura 27 - <i>Compósito sintetizado a partir da bucha vegetal em pó (a) e a partir da bucha em fibra (b)</i>	56
Figura 28 - Espectros na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> dos materiais BVFe1 (a) e BVFe2 (b)	58
Figura 29 - Espectros na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> materiais BVFe3 (a) e BVFe4 (b)	59
Figura 30 - Difratoograma de comparação entre os compósitos de <i>Luffa cylindrica</i> / ZnFe_2O_4 pelo método de tratamento 1 e método de tratamento 2.	61
Figura 31 - Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para o compósito <i>Luffa cylindrica</i> em pó / ZnFe_2O_4 método de tratamento 1 (a,b), tratamento 2 (c,d)	62
Figura 32 - Mapeamento elementar das amostras de BVFe1 (a,b), BVFe2 (c,d)	63

Figura 33 – Fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura para os compósitos com a fibra Luffa cylindrica/ ZnFe_2O_4 pelo método 1 (a) e (b), pelo método 2 (c) e (d).....	64
Figura 34 - Mapeamento elemental da amostra de BVFe4	64
Figura 35 - Fotomicrografia obtidas por microscopia eletrônica de transmissão das amostras BVFe1 (a) e BVFe2 (b).....	65
Figura 36 - Fotomicrografia obtidas por microscopia eletrônica de transmissão das amostras BVFe3 (a) e BVFe4 (b).....	66
Figura 37 - Teste de força magnética para as amostras BVFe1 (a) e BVFe2 (b)	67
Figura 38 - Teste de força magnética para as amostras BVFe3 (a) e BVFe4 (b)	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Especificação de cada nomenclatura.....	33
Tabela 2 - Resumo dos espectros de FTIR na investigação dos grupos funcionais da bucha vegetal pura em pó (BVP) e pura em fibra (BVP2).....	38
Tabela 3 - Resumo dos espectros de FTIR na investigação dos grupos funcionais da bucha vegetal após tratamento alcalino pelos métodos 1 e 2, em pó e em fibra.	45
Tabela 4 - Bandas apresentadas nos espectros de FTIR para as ferritas de zinco (ZnFe_2O_4).	50
Tabela 5 Valores das bandas nos espectros de FTIR dos compósitos <i>Luffa cylindrica</i> / ZnFe_2O_4	60

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

BV	Bucha vegetal
BVP	Bucha vegetal pura em pó
BVP2	Bucha vegetal pura em fibra
BVT1	Bucha vegetal em pó após tratamento alcalino sem aquecimento
BVT2	Bucha vegetal em pó após tratamento alcalino com aquecimento
BVT3	Bucha vegetal em fibra após tratamento alcalino sem aquecimento
BVT4	Bucha vegetal em fibra após tratamento alcalino com aquecimento
BVFe1	Bucha vegetal em pó após o tratamento alcalino sem aquecimento com ferritas de zinco
BVFe2	Bucha vegetal em pó após tratamento alcalino com aquecimento com ferritas de zinco
BVFe3	Bucha vegetal em fibra após tratamento alcalino sem aquecimento com ferritas de zinco
BVFe4	Bucha vegetal em fibra após tratamento alcalino com aquecimento com ferritas de zinco
CMCM	Centro Multiusuário de Caracterizações de Materiais
CME-UFPR	Centro de Microscopia eletrônica da Universidade Federal do Paraná
DRX	Difratometria de Raios-X
EDS	Espectroscopia por energia dispersiva
FTIR	Espectroscopia no infravermelho por transformada de <i>Fourier</i>

MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
UTFPR	Universidade Tecnológica Federal do Paraná
UFPR	Universidade Federal do Paraná
UFRJ	Universidade Federal do Rio de Janeiro

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	16
2. OBJETIVOS	18
2.1 Objetivo geral	18
2.2 Objetivos específicos	18
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
3.1 Bucha vegetal.....	19
3.2 Aplicações da bucha vegetal	21
3.3 Ferritas.....	23
3.4 Ferritas de zinco.....	25
4. MATERIAIS E MÉTODOS.....	30
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	36
5.1 Análises realizadas na bucha vegetal pura	36
5.1.1 Teste de umidade	36
5.1.2 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> (FTIR)	36
5.1.3 Difração de raios-X (DRX)	38
5.1.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	39
5.2 Bucha vegetal após o tratamento alcalino	40
5.2.1 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> (FTIR)	42
5.2.2 Difração de raios-X (DRX)	46
5.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	47
5.3 Nanoferritas de zinco (ZnFe_2O_4).....	49
5.3.1 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> (FTIR)	49
5.3.2 Difração de raios-X (DRX)	51
5.3.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	52
5.3.2 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	52
5.3.3 Teste de força magnética.....	54
5.4 Compósito <i>Luffa cylindrica</i> / ZnFe_2O_4	55
5.4.1 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de <i>Fourier</i> (FTIR)	57
5.4.1 Difração de raios-X (DRX)	60
5.4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	62
5.4.3 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)	65

5.4.4 Teste de força magnética.....	67
6. CONCLUSÃO	70
7. REFERÊNCIAS	71

1. INTRODUÇÃO

A busca por materiais com propriedades aprimoradas sem esquecer da preocupação com o meio ambiente tem elevado o desenvolvimento de compósitos, com o intuito de obter um material novo de diferentes aplicações tecnológicas (PSARRA; PAPANICOLAOU, 2021)

Compósito é um material feito de a partir da combinação de dois ou mais materiais, onde cada componente mantém suas propriedades individuais, mas, juntos proporcionam características superiores, por exemplo, um compósito onde uma fase é parte orgânica, proveniente da natureza e outra fase inorgânica que pode ser de algum metal em escala nanométrica (AHMAD et al., 2017; PSARRA; PAPANICOLAOU, 2021).

As fibras vegetais vêm ganhando bastante espaço na utilização em compósitos devido às propriedades que possuem, tais como: biodisponibilidade, baixa densidade, baixo custo e biodegradabilidade (DANIEL-MKPUME et al., 2019)

Além das fibras naturais já bastante utilizadas em pesquisas como juta, bambu, destaca-se a bucha vegetal, ou conhecida pelo nome científico de *Luffa cylindrica*. Possui as características básicas de um material orgânico sendo lignocelulósico (ADEYANJU et al., 2021).

As pesquisas com bucha giram em torno da ciência dos materiais, utilizando-a para diversas situações, desde um substituinte parcial do cimento, adsorção de corantes ou metais pesados de efluentes, entre outras aplicabilidades (ADEYANJU et al., 2021). Com isso, a *Luffa cylindrica* começou a ser estudada na síntese de compósitos, a fim de agregar mais propriedades a um material que já possui diversas aplicabilidades e características interessantes. A partir disso, estudou-se a junção de alguns metais para que houvesse o acréscimo de propriedades inorgânicas, esses metais eram: cobre, prata, ferro, entre outros (ALIZADEH et al., 2022).

Os metais utilizados possuem, em geral, um aprimoramento em suas características quando estão em escala nanométrica, então há o maior interesse para que seja alcançado esse tamanho de partícula, agregando mais valor ao compósito final (ALIZADEH et al., 2022).

As ferritas são a combinação de diferentes metais com o ferro, obtendo um material único com propriedades térmicas, elétricas e magnéticas (SUR et al., 2023). Destaque para as ferritas de zinco que ainda são pouco exploradas na literatura.

Essas ferritas de zinco possuem estrutura cristalina chamada de espinélio. Havendo a possibilidade de síntese pelo método de coprecipitação que é de baixo custo, prático e eficaz,

além disso, quando estão em escala nanométrica possuem melhora das propriedades elétricas e magnéticas (ABDEL MAKSOUD et al., 2023; SUR et al., 2023).

Dentro desse contexto, este trabalho teve como objetivo sintetizar um compósito à base da bucha vegetal sendo a parte orgânica, juntamente com as ferritas de zinco pelo método de coprecipitação, que é a parte inorgânica. A partir disso, utilizar o tratamento alcalino na bucha vegetal para retirada da lignina e uma possível melhora da fixação das ferritas, avaliar o compósito a partir de dois estados da bucha vegetal, em pó e em fibra e com análise verificar se houve a formação de nanopartículas e se as propriedades magnéticas se mantiveram com a bucha vegetal.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Preparar e caracterizar o compósito de fibras de bucha vegetal (*Luffa cylindrica*) com nanoferritas de zinco.

2.2 Objetivos específicos

- Avaliar a eficiência do tratamento alcalino na retirada da lignina das fibras de bucha vegetal.
- Preparar e caracterizar as ferritas em escala nanométrica pelo método de coprecipitação em solução
- Determinar o tamanho das partículas de ferritas de zinco formadas
- Investigar a viabilidade da síntese do compósito utilizando duas formas distintas da bucha vegetal (pó e fibra) avaliando a homogeneidade da dispersão das partículas na bucha através de microscopia eletrônica de varredura.
- Caracterizar o compósito utilizando as técnicas de espectroscopia na região do infravermelho por transformada de *Fourier*, difração de raios X, microscopia eletrônica de varredura, microscopia eletrônica de transmissão e teste de força magnética.

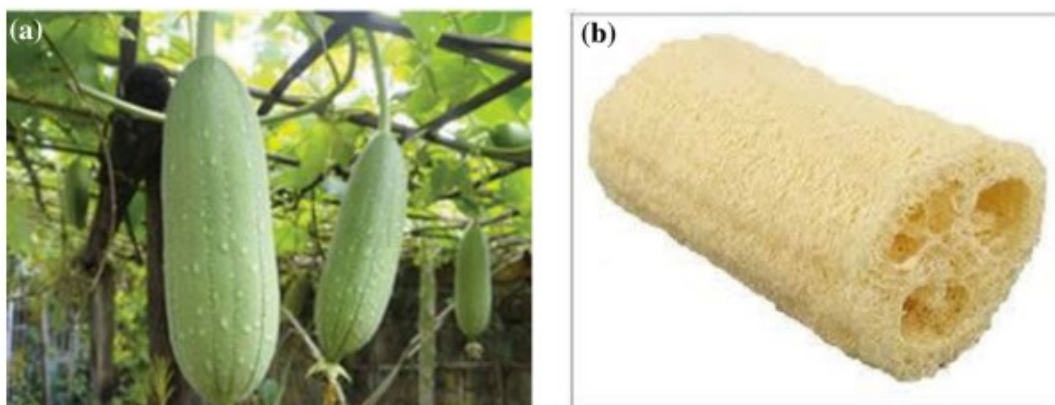
3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Bucha vegetal

Diversos compostos orgânicos podem ser utilizados para preparar um compósito, sendo que em muitos estudos destacam-se as fibras vegetais devido à disponibilidade na natureza, baixo custo, biodegradabilidade, entre outras vantagens (AHMAD *et al.*, 2017; PRABHAKAR *et al.*, 2022).

Uma fibra vegetal que leva destaque é a bucha vegetal (BV), que é uma planta da classe das trepadeiras e faz parte do grupo *Curcubitales* e à família *Cucurbitaceae*. É caracterizada como subtropical e necessita de um clima quente para ser cultivada. Além disso, pertence ao gênero *Luffa*, sendo frequentemente chamada por este nome. As espécies mais conhecidas são a *Luffa aegyptiaca* e a *Luffa cylindrica*, chamadas popularmente por bucha vegetal (Figura 1) (ADEYANJU *et al.*, 2021; DANIEL-MKPUME *et al.*, 2019).

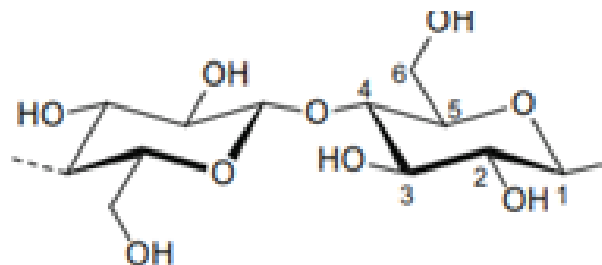
FIGURA 1 – FRUTO DA ESPÉCIE LUFFA CYLINDRICA (A) E FIBRA ORIUNDA DO FRUTO (B).



Fonte: Adeyanjuu *et al.*, 2021.

Como a maioria dos vegetais, a *Luffa* também é composta por celulose, hemiceluloses e lignina. A celulose (Figura 2) é presente em maior porcentagem, seguida das hemiceluloses e da lignina. As hemiceluloses e a lignina afetam diretamente na eficiência mecânica do material, causando uma melhora nos testes de tração e força, por isso muitas vezes é feito um tratamento para retirada e/ou diminuição desses compostos, ressaltando a celulose (ADEYANJU *et al.*, 2021).

FIGURA 2 - ESTRUTURA DE UM MERO DE CELULOSE

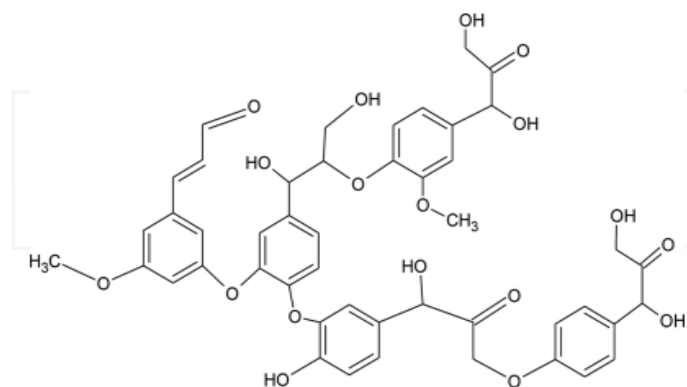


Fonte: Adaptada de Heinze, 2015.

Existem vários tratamentos possíveis para serem feitos com a bucha vegetal, depende diretamente de como e onde o material será utilizado. Um tratamento comum (MARTINEZ-PAVETTI *et al.*, 2021) é feito utilizando-se água quente para a retirada das hemiceluloses e lignina (Figura 3) do material. Além desse tratamento, pode ser utilizada para mesmo fim, uma solução aquosa de hidróxido de sódio (NaOH) em diferentes concentrações, dependendo se há aquecimento da solução ou não.

Alguns autores como Martinez-Pavetti e colaboradores (2021) e Daniel Mkpume et al. (2019) relataram que as fibras tratadas com a água quente apresentaram uma superfície mais áspera, já o tratamento com NaOH proporcionou uma superfície limpa e suave, sendo essa diferença verificada através das análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

FIGURA 3 - ESTRUTURA DO MERO DE LIGNINA



Fonte: Mahmood *et al.*, 2018.

As fibras vegetais também podem ser submetidas a outros tipos de tratamento, podendo ser com ácido, como por exemplo o ácido esteárico, com o objetivo de alterar a topografia da superfície e ainda, com permanganato de potássio (KMnO₄) e acetona, que visa aumentar a

hidrofobicidade natural (MARTINEZ-PAVETTI *et al.*, 2021). Já o tratamento com peróxido tem a finalidade de branqueamento e descontaminação das fibras vegetais (PREMALATHA *et al.*, 2021).

Oun e co-autores (2021) sintetizaram um compósito envolvendo fibras de bucha vegetal (*Luffa cylindrica*) e hidroxiapatita para remoção de azul de metileno e íons chumbo (Pb^{2+}) da água. As fibras de *Luffa* foram tratadas em duas etapas, na primeira etapa foi utilizado ácido acético e cloreto de sódio em solução para remoção da lignina, a segunda teve como objetivo retirar a hemicelulose com uma solução 5,0 % de hidróxido de potássio (KOH). Com os resultados obtidos foi possível verificar que houve a remoção do azul de metileno e Pb^{2+} do meio aquoso, chegando em valores de 89 % de adsorção do corante e 97,8 % do cátion, também foi testado a fibra pura e o compósito com hidroxiapatita, sendo os melhores valores de remoção provenientes do compósito.

Em geral, o método de tratamento alcalino tende a ser eficaz, rápido e de baixo custo. Podendo ser utilizado NaOH ou KOH, mas é o método mais utilizado na literatura em relação a tratamento de fibras vegetais (ADEYANJU *et al.*, 2021).

3.2 Aplicações da bucha vegetal

Devido a estrutura e propriedades da bucha vegetal, apresenta uma ampla gama de aplicações potenciais. Suas características permitem a aplicação em filtragem de água, absorção de óleos e outros líquidos e suporte para catalisadores em processos químicos.

Nadaroglu, Cicek e Gungor (2017) utilizaram as fibras da bucha vegetal como adsorvente para o corante azul de tripan. As fibras foram submetidas a um tratamento alcalino e depois foram modificadas com nanopartículas de zinco, através da síntese verde por uma enzima chamada peroxidase extraída da planta *Euphorbia amygdaloides*. Os resultados mostraram que foi possível utilizar esse compósito de baixo custo como adsorvente para o corante em questão obtendo-se valores de adsorção com resultados em torno de 49,8 mg de corante/g de compósito, em comparação com a fibra pura que foi de 45,6 mg/g partindo de uma solução de 1g/L de corante.

Alshaaer (2020) sintetizou um compósito envolvendo fibras de *Luffa cylindrica* e geopolímero com propriedades de autorregeneração. As fibras de bucha vegetal foram adicionadas à matriz do geopolímero em um molde e depois foram secas a uma temperatura de

40°C, por 24 horas. Além disso, foram utilizadas fibras de juta e de carbono para melhorar propriedades mecânicas. Como resultado, foi possível verificar a melhora na resistência à flexão e tenacidade do cimento, quando comparadas a amostra comumente utilizada na área da construção civil, e a autorregeneração, permitindo uma reparação recuperando assim parte da resistência e integridade após serem danificados.

Abd-Al Ftah e colaboradores (2022) prepararam amostras de concreto com as fibras de *Luffa cylindrica* como uma alternativa para baixar o custo de produção e reduzir os danos causados ao meio ambiente. Para isso foi substituído 0,75 % do volume da mistura por fibras da bucha vegetal, e os resultados mostraram aumento em algumas propriedades do concreto, tais como resistência à flexão e tensão. Ainda, ocorreu um processo de coesão das fibras, que criou uma melhor resistência à fissuração do concreto.

Foroutan e pesquisadores (2022) sintetizaram biodiesel a partir de óleo reutilizado e de fibras de *Luffa cylindrica* modificadas com rede metalorgânica similar a zeólita chamada de ZIF-67 e KOH. Os resultados da pesquisa mostraram que foi possível fazer a síntese do biodiesel, obtendo um valor máximo de rendimento de 98,31 %. A bucha vegetal modificada funciona como catalizador dessa reação, podendo ser utilizada em mais de 4 etapas da produção.

A lignina presente na bucha vegetal pode afetar a futura aplicação na síntese e catálise do biodiesel, devido ao fato do composto não apresentar atividade catalítica, podendo até mesmo gerar a inibição de catalisadores. Por conta disso, é importante fazer o tratamento alcalino da fibra vegetal para que haja essa diminuição do percentual de lignina (FOROUTAN *et al.*, 2022).

Khan *et al.* (2019) trataram fibras de bucha vegetal por imersão em NaOH na concentração de 4 mol.L⁻¹ e utilizaram o polímero polidimetilsiloxano (PDMS) e nanopartículas de TiO₂, além da dimetilformamida (DMF) como agente estabilizante para as NPs. O material foi chamado de nano esponja e foi utilizado para retirada de óleo da superfície de painéis solares. Os resultados obtidos para estes materiais foram de 38 % de absorção para a nano esponja, sendo a maior absorção em comparação com esponjas de PDMS com *Luffa*.

Os pesquisadores Alizadeh, Peighamardoust e Foroutan (2024) produziram um nanocompósito em forma de hidrogel a base de poliacrilamida, bucha vegetal hidrolisada com ferritas de cobalto, com o intuito de ser um adsorvente para íons de níquel. Os resultados obtidos foram 93,83 % em um tempo de 100 minutos, demonstrando ser um adsorvente efetivo para a

remoção de Ni^{2+} , além de ser de baixo custo.

Sasan Narkesabad, Rafiee e Jalinejad (2023) estudaram a viabilidade da otimização para adsorção de metais pesados da água com a bucha vegetal amidoximada com silano. As fibras sofreram tratamento alcalino para retirada do material amorfo e depois as fibras foram modificadas com silano. Os resultados obtidos mostraram que os íons de chumbo, prata e cobre foram os principais que houve adsorção, sendo destacado que houve 99,07 % de adsorção do Pb^{2+} .

Sahli *et al.* (2023) desenvolveram um fotocatalisador utilizando a bucha vegetal como agente de reforço para fluoroplásticos como o PTFE e para a fotocatalise foi utilizado nanopartículas de TiO_2 . Os testes foram realizados com o azul de metileno com resultado máximo de degradação no valor de 94,7 % com a composição de 35 % bucha vegetal, 5% nanopartículas de óxido de titânio e 60 % PTFE. Esse resultado extremamente positivo foi correlacionado com a área de superfície do material e o número de sítio ativos para fotodegradação.

Andrade e pesquisadores (2023) utilizaram a bucha vegetal como suporte para nanoplacas de dióxido de titânio da forma anatase. Esse material gerado foi utilizado como um nanocatalisador para a síntese de biogás a partir da água residuária da mandioca. Os resultados demonstraram que com o material houve um aumento na produção de biogás devido ao estímulo causado no metabolismo microbiano.

Ogunniyi *et al.* (2024) verificaram a utilização da bucha vegetal em uma coluna de leito fixo para remoção de fenol de um efluente. O material obteve resultados de remoção chegando em 99,5 % partindo de uma concentração de 500 mg/L.

3.3 Ferritas

Existe uma grande quantidade de materiais possíveis para combinar com a bucha vegetal na síntese de um compósito. Um composto que agrega propriedades inorgânicas ao material, e ainda apresenta baixo custo, são as nanopartículas de ferrita de zinco.

As ferritas são materiais magnéticos, nos últimos anos estão ganhando cada vez mais espaço na ciência, seja na área de tecnologia, comunicação, aparelhos eletrônicos ou até mesmo na biotecnologia e biomedicina. Esse aumento de utilizações é por conta das propriedades elétricas, magnéticas e superfície reativa (HAZRA; GHOSH, 2014).

As nanoferritas podem ter diferentes classificações, cada uma com características próprias. Um exemplo pode ser a variação das propriedades magnéticas conforme as posições que os íons metálicos ocupam. A primeira classificação é chamada espinélio, onde é possível combinar dois ou mais íons metálicos na estrutura cristalina, tendo a fórmula AB_2O_4 , onde A e B são metais. Existem ainda outras duas possibilidades, a hexagonal que apresenta magnetismo para uma direção e possui fórmula $A^{2+}O \cdot 6B_2^{3+}O_3 \cdot 12Fe^{3+}$, e a granada com fórmula de $3M_2O_3 \cdot 5Fe_2O_3$ (HAZRA; GHOSH, 2014).

Para sintetizar as nanoferritas existem caminhos possíveis a serem seguidos, e estes dependem da classificação desejada e da composição do produto. São citados na literatura os seguintes métodos de preparação: sólido, gasoso, solução, hidrotermal ou combustão (HAZRA; GHOSH, 2014; KUMAR *et al.*, 2020).

O método sólido envolve alta temperatura, agitação durante todo o processo, adição de hidróxido ou carbonato de metais alcalinos terrosos, seguido por calcinação. Na fase gasosa a síntese ocorre através de deposição de vapor químico, com um gás precursor que é levado até um sistema à vácuo e alta temperatura. Existe ainda a deposição de vapor dos compostos organometálicos, em temperatura menor e pressão elevada (HAZRA; GHOSH, 2014).

Já o método sol-gel se baseia em uma hidrólise catalisada por ácido ou base, em seguida condensação desse material resultando em dispersões de partículas de óxido, que são nomeadas “sol”, para obter o “gel” realiza-se a etapa de condensação. No método hidrotérmico tem-se uma solução aquosa do metal desejado, meio alcalino submetido a autoclave em temperaturas entre 100-400 °C, parâmetros como pressão, temperatura e tempo de reação são responsáveis por mudanças no estado cristalino.

O método de combustão, também conhecido como combustão de precursor, utiliza um precursor de ferro combinado com um agente combustível. A mistura é submetida a um aquecimento rápido a altas temperaturas, liberando gases que impulsionam a reação e a formação de ferritas. A síntese por micela reversa, por outro lado, envolve a dissolução de íons de ferro em uma solução contendo um surfactante. A adição subsequente de um agente redutor leva à formação de ferritas no interior das micelas, estruturas com um núcleo hidrofóbico (HAZRA; GHOSH, 2014; HOUBI *et al.*, 2021).

A coprecipitação leva destaque pela simplicidade e baixo custo. Nesse procedimento é obrigatório, no mínimo uma solução aquosa de um sal metálico, um meio alcalino no qual será adicionado o sal, controle do pH da solução e tempo para que ocorra a precipitação das ferritas.

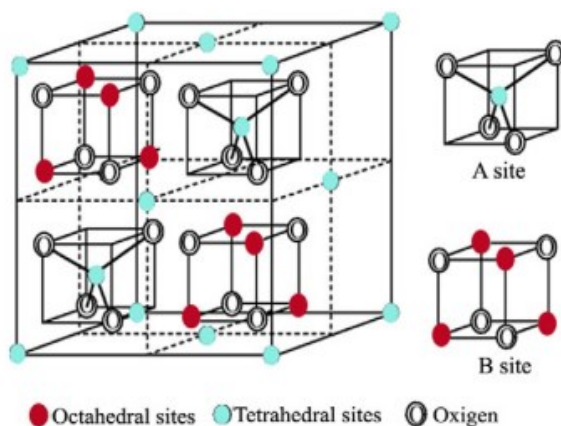
Depois é feita uma lavagem com água destilada e a secagem. O meio básico serve como um agente de coprecipitação para as ferritas (KUMAR *et al.*, 2020).

3.4 Ferritas de zinco

Dentre os estudos realizados com ferritas, um exemplo interessante são as de zinco (ZnFe_2O_4), classificadas como espinélio. Essa estrutura é em formato cúbico, onde os cátions de Zn^{2+} são representados pela cor verde, os sítios tetraédricos e os cátions de Fe^{3+} são representados em vermelho. Os círculos sem cor são os átomos de oxigênio (Figura 4) (RACHNA; SINGH; AGARWAL, 2018).

As nanopartículas de ferritas de zinco apresentam várias vantagens devido às propriedades específicas nessa escala, como a maior área superficial, aprimoramento das propriedades magnéticas. Devido a essas propriedades, o composto pode ser utilizado para catálise, além de haver um menor consumo do material por conta do aproveitamento das propriedades, podendo ser vantajoso no ponto de vista econômico (RACHNA; SINGH; AGARWAL, 2018; TATARCHUK *et al.*, 2021).

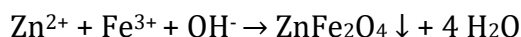
FIGURA 4 - ESTRUTURA QUÍMICA DA NANOFERRITAS DE ZINCO (ZnFe_2O_4)



Fonte: Rachna, Singh, Agarwal, 2018.

Nos últimos anos as nanoferritas de zinco têm mostrado diferentes aplicações, como por exemplo: tratamento de câncer por hipertermia, componente de diferentes compósitos, produção de hidrogênio através da fotoquímica e radioterapia (RACHNA; SINGH; AGARWAL, 2018; TATARCHUK *et al.*, 2021).

O mecanismo de reação da formação das ferritas de zinco ainda não é definido completamente e, sendo ainda estudado os subprodutos que podem ser formados na reação. Racha, Sing e Agarwal (2018) sugeriram que a reação de formação pelo método de coprecipitação é de acordo com a seguinte reação:



Lima *et al.* (2019) modificaram o método tradicional de coprecipitação das ferritas de zinco: além dos cloretos de zinco e ferro foi utilizado o glicerol como um agente estabilizante e direcionador para as estruturas cristalinas do material. Os resultados mostraram a formação de uma estrutura mais organizada com a presença do glicerol, quando comparado ao método tradicional.

Nasrin, Chowdhury e Hoque (2019) sintetizaram nanoferritas através do método de coprecipitação em solução. Foram utilizados como reagentes os seguintes sais: $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ e $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Foram preparadas soluções de cobalto, manganês e ferro, colocadas em agitação a temperatura ambiente por 15 minutos. Depois, foi adicionado hidróxido de sódio (NaOH) como agente de coprecipitação, e agitação por mais 30-40 minutos, sob rotação de 500 rpm. Para terminar a solução foi aquecida a 90°C por 1 hora. O precipitado foi centrifugado a 12000 rpm por 30 minutos e lavado com água destilada.

Chahar *et al.*, (2021) sintetizaram ferritas de cobalto e zinco ($\text{CoZnFe}_2\text{O}_4$) através do método de precursores de citrato, que são sais de nitrato e ácido cítrico, e aplicaram para a degradação do azul de metileno via fotocatalise. Os resultados mostraram que as ferritas se aglomeraram, mas permaneceram na escala nanométrica. A maior degradação teve relação direta com o aumento da concentração de cobalto, e o melhor resultado foi obtido em 1 hora de exposição à luz visível.

Maposa e Melo Costa (2016) sintetizaram ferritas de níquel (NiFe_2O_4) e de zinco (ZnFe_2O_4), pelo método de combustão, e avaliaram a atividade catalítica para obtenção do biodiesel por reação de esterificação via rota metálica. Os resultados mostraram uma possível correlação positiva entre a estrutura da ferrita de zinco com a boa capacidade catalítica. As conversões catalíticas foram de 49,08 e 99,06 % para níquel e zinco.

Da Silva e colaboradores (2020) prepararam ferritas da seguinte composição $\text{ZnO-Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4\text{-Fe}_2\text{O}_3$ pelo método de combustão e aplicaram como catalisador magnético na conversão de óleo residual em biodiesel. Como catalisador demonstrou uma boa eficiência para conversão de ésteres etílicos de 96,18 %, também apresentando possibilidade de reutilização do composto.

Ashok *et al.* (2021) estudaram a viabilidade da ferrita de zinco substituindo magnésio ($\text{Zn}_{1-x}\text{Mg}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$), onde a fração de x é variada entre 0,0 e 0,5 com alteração de 0,1 por amostra, como catalisador para síntese do biodiesel. A ferrita de zinco pura demonstrou ação catalítica de 97 %, mas o melhor resultado foi da composição $\text{Zn}_{0,5}\text{Mg}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ com conversão catalítica de 99,9 %. Além da possibilidade de recuperação desse catalisador através de uma força magnética e permitindo a reutilização do material.

Ashok e Kennedy (2019) sintetizaram um catalisador heterogêneo para a síntese do biodiesel a partir de óleo de cozinha usado. O catalisador são ferritas de zinco preparadas pelo método de combustão por micro-ondas. A transesterificação do óleo de cozinha para biodiesel foi de 98,6 %, também foi possível a reutilização do composto.

Visto que as ferritas de zinco são de simples obtenção e possuem propriedades elétrica, térmica e magnética, existe a possibilidade de fixar esse material nas fibras de bucha vegetal, e formar um compósito com propriedades melhores que os materiais separados e aplicações diversas, como será mostrado a seguir.

Ahmad e colaboradores (2017) produziram um compósito à base de fibra vegetal, polímero e nanoferritas de níquel-zinco e, testaram as propriedades elétricas, magnéticas e térmicas. Os compósitos a base de fibra-polímero-ferrita tiveram várias vantagens, tais como: fabricação simples, custo-benefício e estabilidade. A fibra foi obtida do resíduo da produção de azeite de dendê e o polímero utilizado foi a policaprolactona. As ferritas de Ni-Zn foram sintetizadas pelo método sólido, utilizando altas temperaturas. Os resultados obtidos demonstraram que a incorporação das nanoferritas aumentou as propriedades térmicas do material, quando comparado com o sistema fibra-polímero.

Yang e colaboradores (2018) sintetizaram um compósito de $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Pr-BioCl}/\text{Luffa}$ para a degradação de corantes orgânicos. As nanoferritas foram sintetizadas pelo método de combustão, foi feito um tratamento das fibras de *Luffa* com NaOH e H_2O_2 com o objetivo de aumentar a hidrofiliabilidade das fibras, ou seja, retirar a lignina e as hemiceluloses presentes. As

fibras da bucha vegetal modificadas mostraram uma adsorção e degradação via fotocatalise, o destaque vai para o compósito que obteve a maior adsorção do corante Rodamina B (38 %) em 30 minutos e obteve uma fotodegradação de 99 %.

Alizadeh e participantes (2022) trabalharam com hidrólise ácida das fibras de *Luffa cylindrica* e a modificação com nanoferritas de cobalto, visando a remoção do cátion de níquel (Ni^{2+}) da água. O tratamento da fibra foi inicialmente feito com ácido sulfúrico concentrado e a síntese das nanoferritas a partir do método de coprecipitação, utilizando o NaOH. Esse compósito com cobalto e as fibras naturais demonstrou resultados eficientes para remoção dos íons de níquel em 99,13 % chegando em uma capacidade máxima de adsorção de 44,42 mg/g.

Sur *et al.* (2023) produziram ferritas de zinco através da sinterização assistida por campo elétrico. O intuito era verificar as propriedades magnéticas desse material. As ferritas obtidas demonstraram uma diminuição na coercitividade e um aumento na saturação de magnetização, possibilitando assim, uma melhora em dispositivos a base de microondas e escudos magnéticos.

Abdel Maksoud e pesquisadores (2023) produziram um compósito com ácido húmico e ferritas de zinco para adsorção e separação de Césio (Cs I) e Bário (Ba II). O material se mostrou eficiente na adsorção dos dois compostos, tendo um resultado bem melhor para o Cs I, sendo mais do que o dobro em comparação com o Ba II.

A influência da substituição de Cu^{2+} em amostras de ferritas de zinco em fenômenos ópticos, magnéticos, estruturais e no comportamento antibacteriano foi verificado por Nadhiva *et al.* (2023). Foram avaliadas 4 amostras variando de 0 a 75 % de cobre nas ferritas. Os resultados mostraram que com o aumento de cobre há um aumento da banda gap do material, também há o aumento da atividade antibactericida conforme há o aumento na proporção de cobre.

Latif e colaboradores desenvolveram ferritas de zinco pelo método de coprecipitação para performance catalítica de resíduos farmacêuticos como o diclofenato sódico de águas residuais. O tamanho médio do cristalito verificado pela síntese das ferritas foi de 44 nm. Os resultados da fotodegradação demonstraram ser um material promissor, degradando 61,4 % em apenas 120 minutos com uma baixa perda de 3,9 %.

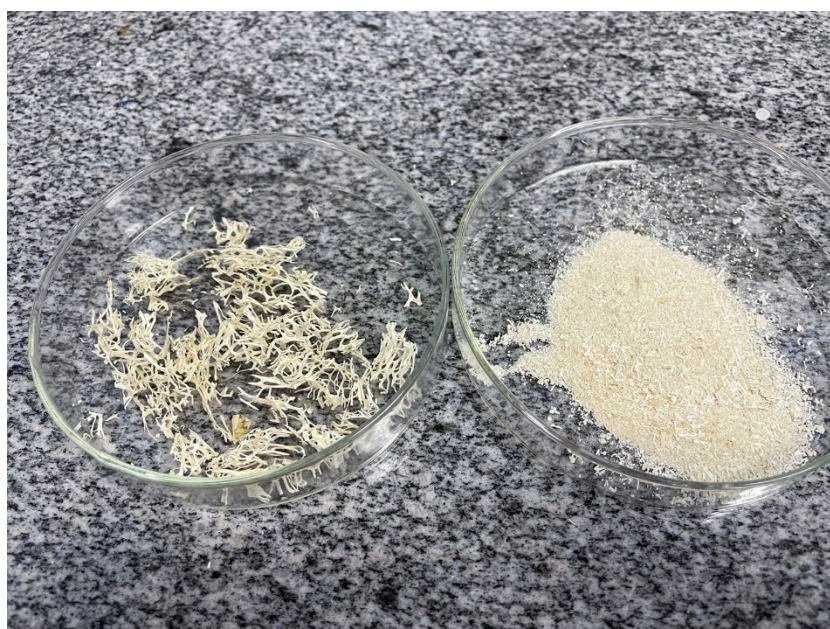
Diante do exposto, foi possível observar que as fibras de bucha vegetal têm diversas aplicações e existe a possibilidade da preparação de um compósito com nanoferritas, que pode

ser utilizado em áreas distintas, como por exemplo, remoção de corantes da água, reforço da matriz de um geopolímero e catálise na síntese do biodiesel.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

A bucha vegetal pura da marca *BioWash* foi cortada manualmente para sua utilização no formato de fibra (BVP2), depois outra amostra foi moída no moinho de martelos marca Amef, durante 20 minutos (BVP), a 1120 rpm. Como próxima etapa, o material foi passado numa peneira TAMIS de 35 *mesh* e submetido às primeiras análises. A Figura 5 representa as duas versões da BV.

FIGURA 5 - BUCHA VEGETAL PURA EM FIBRA E EM PÓ



Fonte: Autoria própria, 2024.

Para determinar o teor de umidade da bucha vegetal (em pó e em fibra), foi utilizado o método de secagem na estufa (SALIMI *et al.*, 2021) que consiste em pesar 1,0 g do material em uma balança analítica e colocar a 105 °C, acompanhando de 2 em 2 horas, até atingir massa constante. O teor de umidade foi calculado pela diferença da massa inicial (g) e massa seca (g), dividindo pela massa seca, sendo obtido a porcentagem da umidade nas amostras de bucha. O teste foi feito em triplicata e foi calculada a média aritmética.

Para o tratamento alcalino, foram seguidos dois métodos, para avaliar qual poderia ser mais eficaz: o primeiro consistiu em pesar 5,0 g da bucha vegetal em pó, em balança analítica da marca Marte, modelo AS 2000C, e adicionar hidróxido de sódio (NaOH), marca REATEC, a 0,5 mol.L⁻¹, sob agitação constante durante 1 hora, a temperatura ambiente. Na sequência, o material foi lavado com água destilada até pH neutro e seco em uma estufa, marca SPLabor modelo SP-

100/150, a 80° C até atingir massa constante. Esse processo foi feito em triplicata, adaptado de (ANBUKARASI; KALAISELVAM, 2015).

Já no método 2 foi pesado 5,0 g de bucha vegetal e adicionado a uma solução de 0,1 mol.L⁻¹ de NaOH, sob aquecimento de 100 °C e agitação constante e, após a fervura foi mantido em contato por 20 minutos. As fibras foram lavadas com água destilada e secas a 80° C, até atingir massa constante, adaptado de (MARTINEZ-PAVETTI *et al.*, 2021). Esses métodos foram utilizados na bucha vegetal em pó e nas fibras, em triplicata, sendo que no caso das fibras, estas foram cortadas com tesoura, mantendo uniformidade no tamanho. Na Figura 6 está apresentado o procedimento realizado para a bucha vegetal no formato de fibras.

FIGURA 6 - TRATAMENTO ALCALINO DA FIBRA DE BUCHA VEGETAL COM NaOH PELO MÉTODO 2



Fonte: Autoria própria, 2023

As fibras de *Luffa* antes e depois do tratamento foram avaliadas por espectroscopia na região do infravermelho com transformada de *Fourier* (FTIR), difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV). Essas análises foram responsáveis pela avaliação da eficiência do tratamento, visando a retirada parcial ou total da lignina e das hemiceluloses da bucha vegetal.

A análise de FTIR foi realizada no aparelho disponível na Central Analítica Multiusuário de Medianeira (CEANMED), marca Frontier PeckinElmer, modelo Spectrun 100 S. As leituras foram realizadas por ATR, utilizando cristal de ZnSe, na faixa de 4000 a 450 cm⁻¹, com um total de 32 *scans* e resolução de 4 cm⁻¹.

Para a análise de difração de raios X (DRX) foi utilizado o equipamento da marca

Shimadzu, modelo XRD-7000, com as seguintes condições de análise: Scan de 2°/min de 5° a 80°, radiação de K α de cobre ($\lambda=1,5418\text{\AA}$), corrente de 30 mA e voltagem 30 kV, disponível no Centro Multiusuário de Caracterização de Materiais (CMCM).

A partir dos dados de DRX foi possível calcular a % de cristalinidade do material através da Equação 2, onde: a $l_{\text{cristalino}}$ é a área da porção cristalina do material e l_{amorfo} é a área da porção amorfa (MARTINEZ-PAVETTI *et al.*, 2021).

$$[\% \text{ Cristalinidade}] = \frac{l_{\text{cristalino}}}{l_{\text{cristalino}} + l_{\text{amorfo}}} \times 100 \quad (2)$$

Para a microscopia eletrônica de varredura (MEV), foi necessário à metalização da superfície das amostras com ouro. As medidas foram realizadas no equipamento marca Zeiss, modelo EVO MA15, disponibilizado pelo Centro de Multiusuário de Caracterização de Materiais (CMCM). As condições das análises foram de 20 kV e aumentos de 50, 100, 200 e 1000x.

Após o tratamento inicial das fibras, foram sintetizadas as ferritas de zinco (ZnFe_2O_4) pelo método de coprecipitação em solução. Seguindo o método adaptado de Rachna, Singh e Agarwal (2018). Para isso, foi pesado em uma balança analítica 1,36 g de cloreto de zinco (ZnCl_2) e 3,24 g de cloreto de ferro (FeCl_3), ambos da marca REATEC, seguindo a proporção estequiométrica de 1:2, respectivamente. Os sais foram dissolvidos em 100 mL de água destilada, a uma concentração de 0,025 mol.L⁻¹ de ZnCl_2 e 0,05 mol.L⁻¹ de FeCl_3 , aquecido a 60° C por 1 hora sob agitação constante e adicionado NaOH como agente de coprecipitação, alterando o pH da solução para a faixa de 11 a 13. Na sequência, a solução foi deixada em repouso por 20 minutos para a formação das ferritas. O material foi lavado com água destilada para retirada do excesso de NaOH, até atingir pH neutro e então seco na estufa a 75°C por 24 horas. Esse procedimento foi repetido em triplicata.

Para sintetizar o compósito de *Luffa cylindrica*/ ZnFe_2O_4 foi preparado solução de cloreto de zinco (ZnCl_2) e cloreto de ferro (FeCl_3) na proporção estequiométrica de 1:2, respectivamente. Os sais foram dissolvidos em água juntamente com a bucha vegetal (pó e fibra) previamente tratadas pelos dois métodos descritos. Foi adicionado NaOH para ajuste do pH da solução e para que houvesse a precipitação, mantendo o aquecimento a 60° C e agitação constante, durante 1 hora. O material foi seco em estufa a 75° C por 24 horas. As amostras foram

identificadas da seguinte forma: método de tratamento 1- bucha vegetal com ferritas 1 (BVFe1) e método de tratamento 2 - bucha vegetal com ferritas 2 (BVFe2). O procedimento utilizado foi adaptado de ANDHARE *et al.*, 2020; NASRIN; CHOWDHURY; HOQUE, 2019) e foi repetido com a bucha vegetal na forma de fibra com ambos os tratamentos alcalinos (com e sem aquecimento). O compósito proveniente do método 1 foi nomeado de bucha vegetal com ferritas 3 (BVFe3) e o método 2 - bucha vegetal com ferritas 4 (BVFe4).

Para melhor compreensão de cada nomenclatura, a Tabela 1 apresenta a especificação de cada uma.

TABELA 1 - ESPECIFICAÇÃO DE CADA NOMENCLATURA

Nomenclatura	Amostra
BVP	Bucha vegetal pura em pó
BVP2	Bucha vegetal pura em fibra
BVT1	Bucha vegetal em pó pelo tratamento alcalino sem aquecimento
BVT2	Bucha vegetal em pó pelo tratamento alcalino com aquecimento
BVT3	Bucha vegetal em fibra pelo tratamento alcalino sem aquecimento
BVT4	Bucha vegetal em fibra pelo tratamento alcalino com aquecimento
BVFe1	Compósito a partir da bucha vegetal em pó após tratamento alcalino sem aquecimento
BVFe2	Compósito a partir da bucha vegetal em pó após tratamento alcalino com aquecimento
BVFe3	Compósito a partir da bucha vegetal em fibra após tratamento alcalino sem aquecimento
BVFe4	Compósito a partir da bucha vegetal em fibra após tratamento alcalino com aquecimento
ZnFe ₂ O ₄	Ferritas de zinco

Fonte: Autoria própria, 2024.

A caracterização da fibra modificada com as nanoferritas foi realizada através das

técnicas já descritas: FTIR, MEV e DRX.

Com os dados de DRX foi utilizada a equação de *Scherrer* para o cálculo do tamanho do cristalito, representado pela Equação 3. O D na equação representa o tamanho do cristalito, K é uma constante que se refere a partículas, iguala 0,94, λ é o comprimento de onda da radiação eletromagnética utilizada pelo equipamento ($\lambda_{Cu}=1,5406 \text{ \AA}$), θ é o ângulo de *Bragg* e por último β é largura à meia altura do pico de difração, em radianos (BASAK et al., 2022).

$$D = \frac{K \lambda}{\beta \cos(\theta)} \quad (3)$$

Além disso, a microscopia eletrônica de transmissão (MET) foi utilizada para verificar se houve a formação de nanopartículas e a morfologia do material, sendo avaliadas as amostras BV/ferritas e ferritas puras. Essa análise foi feita equipamento marca JEOL JEM 1200EX-II, com resolução de 0,1 nm nas imagens em campo claro e. Estas configurações permitem realizar imagens em campo claro (*Brigth Field* – BF). O equipamento está disponível no centro de microscopia eletrônica da Universidade Federal do Paraná (CME-UFPR). As amostras foram dispersas por ultrassom em etanol, a partir de gotas dessa solução que foram depositadas nos grids de cobra, passando por uma fibra de *formvar* e por uma fibra de carbono.

A força magnética foi testada de acordo com o processo analítico e um aparelho desenvolvido por Souza e pesquisadores (2013). No primeiro passo foi obtido as curvas de campo magnético (G) versus corrente elétrica aplicada (A). Em seguida, a sonda magnética foi removida do sistema, a balança analítica foi fechada e então, foi obtido as curvas de corrente elétrica versus massa (g). A amostra, com a massa conhecida, foi carregada no suporte de amostra e introduzida no cilindro da Figura 7.

FIGURA 7 - APARELHO UTILIZADO PARA MEDIÇÃO DA FORÇA MAGNÉTICA EM FUNÇÃO DO CAMPO MAGNÉTICO



Fonte: Souza *et al.*, 2013.

A balança analítica foi tarada e as amostras são submetidas às mesmas condições de campo magnético do primeiro passo. Conforme ocorreu a variação da massa, foi registrado o valor de corrente elétrica utilizada. O módulo da força magnética foi calculado a partir de uma equação ($|F_m| = \Delta m \times g$) e os valores de corrente elétrica foram substituídos por campo magnético, obtendo a força magnética em função do campo magnético.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir serão apresentados os resultados obtidos para as amostras de bucha vegetal pura e tratada, em pó e fibra, para as nanoferritas de zinco e para os compósitos de *Luffa cylindrica*/ZnFe₂O₄.

5.1 Análises realizadas na bucha vegetal pura

5.1.1 Teste de umidade

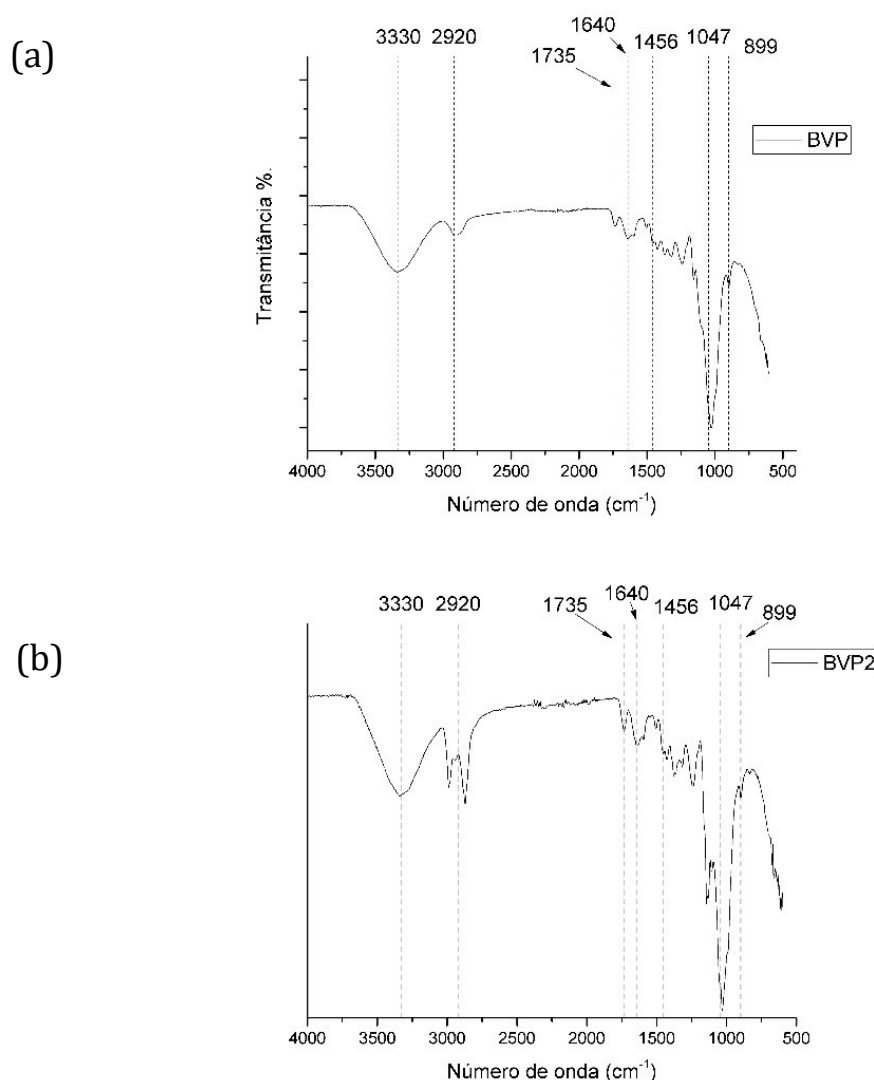
O resultado do teste de umidade para a bucha vegetal em pó foi de $8,3 \pm 0,3$ % e para a fibra $11,7 \pm 0,2$ %. A fibra apresentou um valor maior pois, possivelmente, consegue segurar mais umidade devido ao entrelaçamento da estrutura e ficou quebradiça (CHEN *et al.*, 2018).

Já para a versão em pó, provavelmente acontece uma perda de umidade durante o processo de moagem, os valores obtidos estão de acordo com CHEN *et al.*, 2018 e KALUSURAMAN *et al.*, 2019.

5.1.2 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

O espectro de FTIR da bucha vegetal pura, em pó e em fibra, está apresentado na Figura 8, onde estão destacadas algumas bandas características.

FIGURA 8 - ESPECTROS NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE *FOURIER* DA BUCHA VEGETAL PURA EM PÓ (A) E EM FIBRA (B)



Fonte: Autoria própria, 2024.

Em ambos os espectros a banda mostrada na região de 3330 cm^{-1} corresponde ao estiramento da ligação -OH presente na estrutura da celulose, a banda em 2920 cm^{-1} é associada a ligações simétricas (-CH₃) e assimétricas (-CH₂), e que podem estar relacionadas com o grupo metil e metilenos da celulose, hemiceluloses e lignina.

Em 1047 cm^{-1} verificou-se a banda relacionada a ligação C-OH da celulose e hemiceluloses, e em 1735 cm^{-1} a ligação da carbonila (C=O) presente na lignina. Um outro indicativo da lignina é a banda em 899 cm^{-1} , que é correspondente aos anéis não simétricos fora de fase (MARTINEZ-PAVETTI *et al.*, 2021). Com esse resultado foi possível verificar a presença dos três componentes principais da fibra vegetal, conforme também apresentado pelos autores (Kalusuraman *et al.*, 2019; Mohana Krishnuudu *et al.*, 2019).

Além disso, em 1640 cm^{-1} foi possível observar uma banda referente à água absorvida na fase cristalina da celulose, e em 1456 cm^{-1} os grupos metil, bandas já verificadas por Martinez-Pavetti *et al.*, (2021).

A Tabela 2 representa um resumo das bandas apresentadas nos espectros da bucha vegetal pura em pó (BVP) e bucha vegetal pura em fibra (BVP2).

TABELA 2 - RESUMO DOS ESPECTROS DE FTIR NA INVESTIGAÇÃO DOS GRUPOS FUNCIONAIS DA BUCHA VEGETAL PURA EM PÓ (BVP) E PURA EM FIBRA (BVP2)

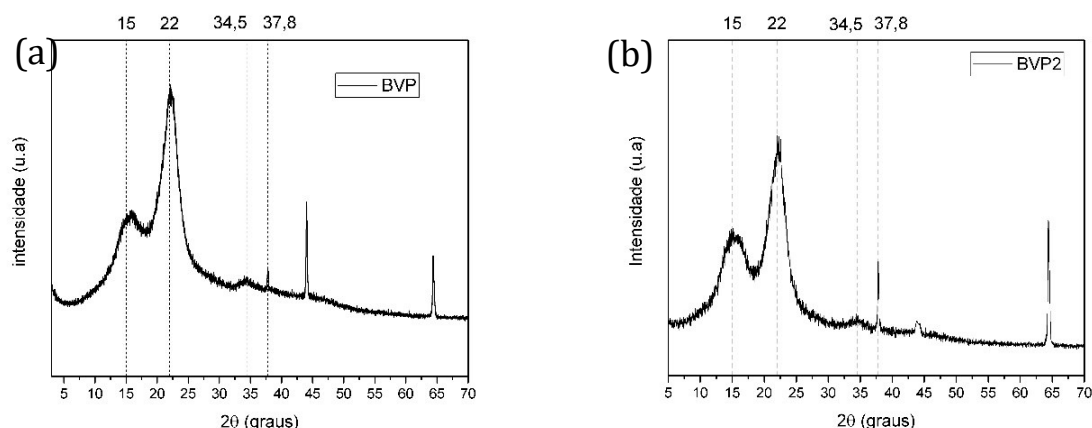
Número de onda (cm^{-1})	Atribuição das bandas
3330	Estiramento da ligação -OH
2920	Estiramento da ligação -CH ₃ e -CH ₂
1735	Vibração da ligação C=O
1640	Água absorvida na fase cristalina da celulose
1456	Vibração de grupo metil
1047	Vibração da ligação C-OH
889	Vibração da ligação de anéis não simétricos

Fonte: Autoria própria, 2024.

5.1.3 Difração de raios-X (DRX)

O difratograma ilustrado na Figura 9, característico de materiais lignocelulósicos, já foi verificado por (CHEN et al., 2018; MARTINEZ-PAVETTI *et al.*, 2021).

FIGURA 9 – DIFRATOGRAMA DE RAIOS X DA BUCHA VEGETAL PURA EM PÓ (A) E EM FIBRA (B)



Fonte: Autoria própria, 2024.

Através dos resultados pode-se constatar semelhança entre os difratogramas da amostra em pó e em fibra, os picos provenientes da celulose em $2\theta^\circ$ ou seja, 15° , 22° , $34,5^\circ$ e $37,8^\circ$ que representam a parte cristalina deste composto. Além disso, foi possível verificar regiões amorfas, pois a lignina e hemiceluloses da estrutura da bucha vegetal não apresentam cristalinidade no DRX (MARTINEZ-PAVETTI *et al.*, 2021).

Os planos cristalinos referente aos picos característicos da celulose são 110, 200, 002 e 040, respectivamente, para os picos em ordem crescente. Isso apresenta características da celulose tipo I presente em fibras naturais, também já verificado por Martinez-Pavetti e colaboradores (2021).

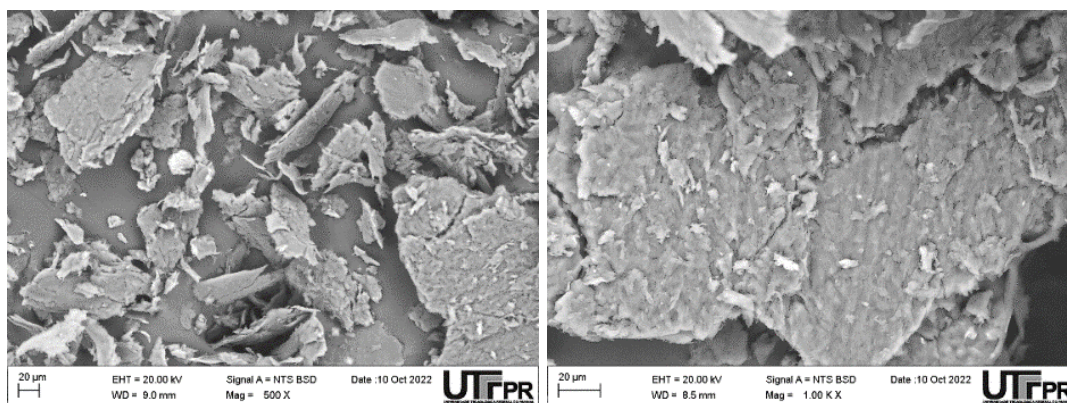
A partir da Equação 2 foi feito o cálculo da cristalinidade da bucha vegetal pura, onde obteve-se um valor de 34,79 % para o pó e 42,52 % para fibra. De acordo com Martinez-Pavetti e colaboradores (2021) e Mohanta e Acharya (2016), esse valor está coerente para a bucha vegetal pura sem o tratamento alcalino, pois existe vários outros compostos na estrutura que não apresentam cristalinidade.

5.1.4 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As imagens de MEV da bucha vegetal pura em pó estão representadas na Figura 10, onde foi possível observar algumas irregularidades na superfície das placas, que possivelmente, são provenientes da moagem ou até mesmo da lavagem com água deionizada, onde não retirou todos

os resíduos de impurezas provenientes do fruto (KALUSURAMAN et al., 2019). Além disso, a bucha vegetal pode conter membranas na superfície por conta de ser um fruto (MARTINEZ-PAVETTI *et al.*, 2021).

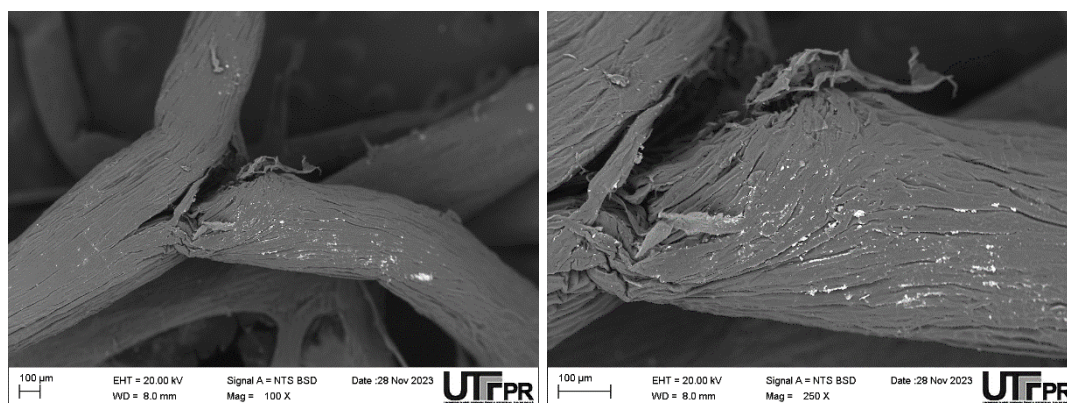
FIGURA 10 - IMAGEM DE MEV DA BUCHA VEGETAL PURA EM PÓ (BVP)



Fonte: Autoria própria, 2023.

A Figura 11 apresenta as imagens de MEV da bucha vegetal pura em fibra (BVP2)

FIGURA 11- IMAGEM DE MEV DA BUCHA VEGETAL PURA EM FIBRA (BVP2)



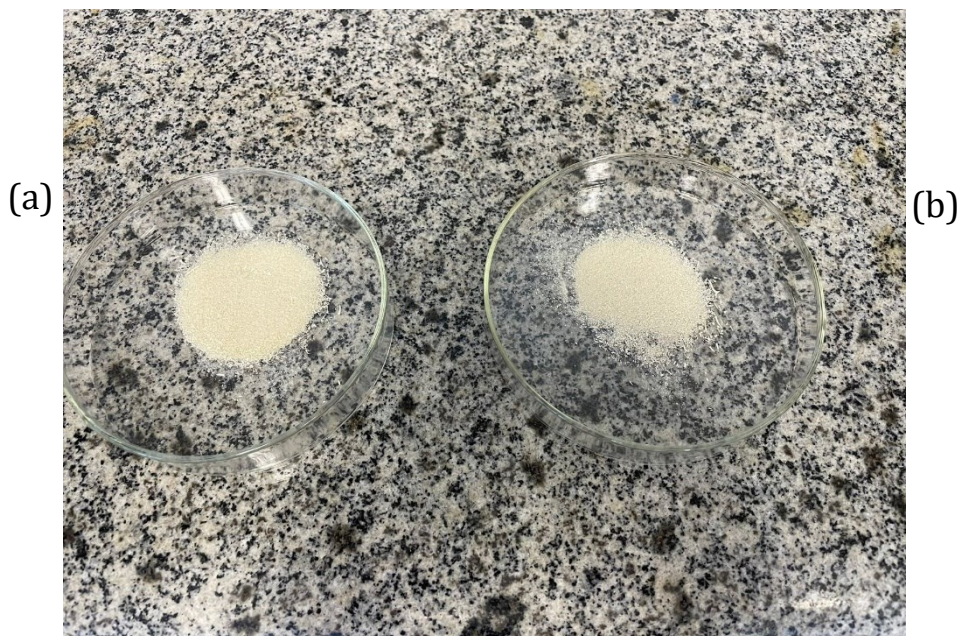
Fonte: Autoria própria, 2023.

Foi possível verificar que a superfície da bucha vegetal em fibra apresenta as fibras alongadas e uniformemente dispostas, sem que haja poros ou rugosidade. Foi observado uma possível contaminação com algum metal proveniente do fruto da bucha, mesmo com a lavagem não possível fazer a retirada dessa impureza. Os detalhes da fibra foram apresentados também por (KALUSURAMAN *et al.*, 2019).

5.2 Bucha vegetal após o tratamento alcalino

A Figura 12 mostra o resultado da bucha vegetal após o tratamento alcalino e secagem em estufa.

FIGURA 12 - BUCHA VEGETAL EM PÓ APÓS O TRATAMENTO ALCALINO 1 (A) E 2 (B)



Fonte: Autoria própria, 2024.

Já na Figura 13 é indicado a bucha vegetal em fibra após o tratamento alcalino.

FIGURA 13 - BUCHA VEGETAL EM FIBRA APÓS O TRATAMENTO ALCALINO 1 (A) E 2 (B)



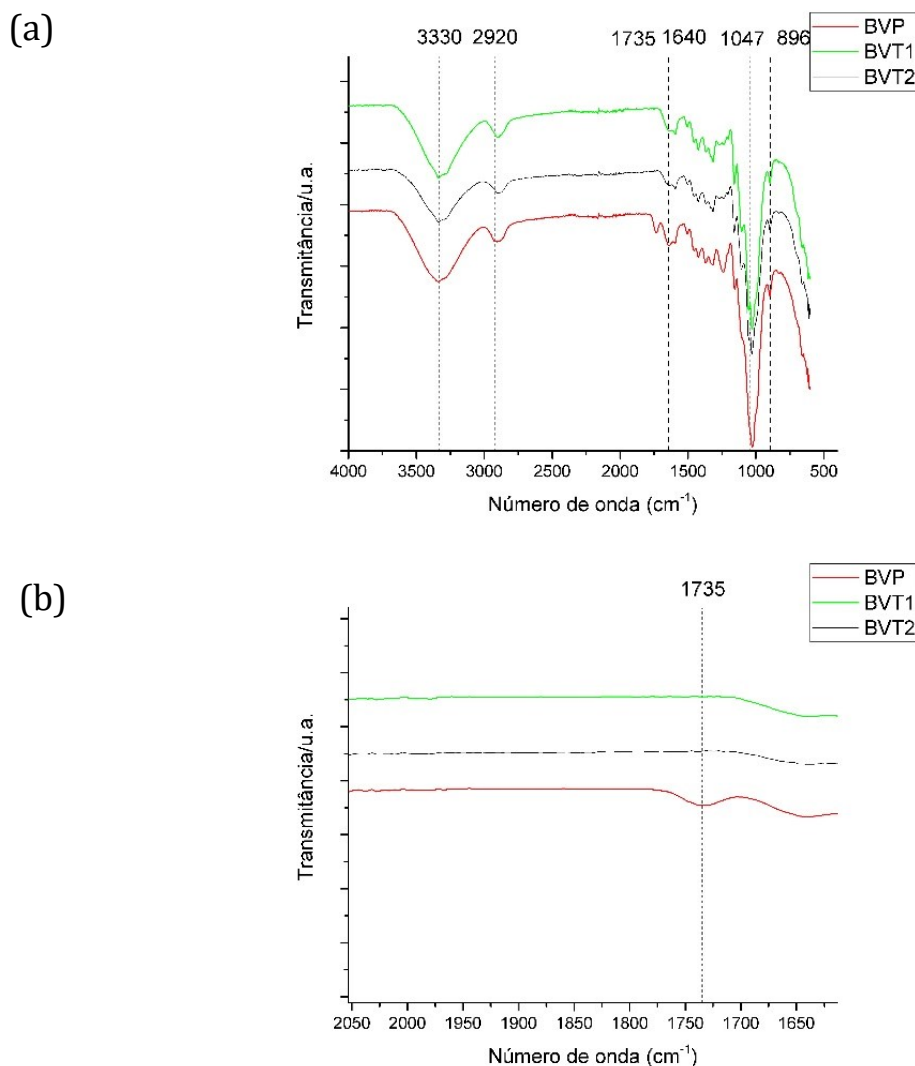
Fonte: Autoria própria, 2024.

Nas duas Figuras, a placa de petri (a) se refere ao tratamento alcalino pelo método 1 e a (b) ao método 2. Nos dois casos não foi possível notar algum tipo de alteração da bucha, apresentando as mesmas características visuais da amostra natural.

5.2.1 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de *Fourier* (FTIR)

A Figura 14 mostra o espectro de FTIR da bucha vegetal pura em pó (BVP) comparado a bucha vegetal com tratamento alcalino através do método 1 (BVT1) e método 2 (BVT2).

FIGURA 14 – ESPECTROS NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE *FOURIER* DAS AMOSTRAS DE BUCHA VEGETAL PURA EM PÓ SEM TRATAMENTO (BVP), BUCHA VEGETAL COM TRATAMENTO ALCALINO PELO MÉTODO 1 (BVTP1) E MÉTODO 2 (BVTP2) (A) E ESPECTRO DE FTIR COM ZOOM NA REGIÃO DE 1735 cm^{-1} DAS AMOSTRAS DE BVPP, BVTP1 E BVTP2 (B).



Fonte: Autoria própria, 2023.

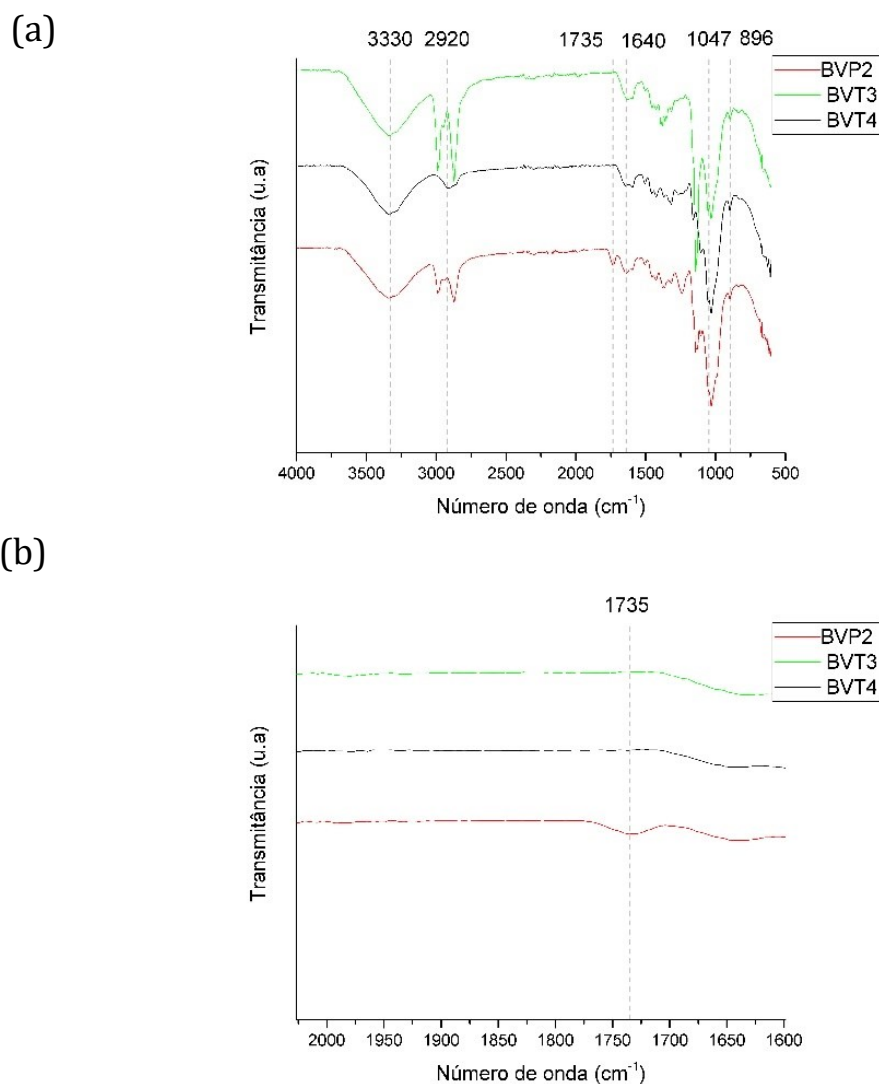
As bandas apresentadas para as amostras, estão relacionadas as vibrações de -OH em 3330 cm^{-1} , correspondente ao estiramento da ligação -OH, indicando a presença de grupos hidroxila em moléculas como celulose, hemiceluloses e outros compostos; em 2920 cm^{-1} , que indica ligações simétricas (CH_3), provenientes de grupos metila encontrado nas hemiceluloses, e em 1047 cm^{-1} corresponde ao estiramento assimétrico das ligações (CH_2), relacionado diretamente ao grupo metileno presente em moléculas como celulose e hemicelulose, também podendo ser atribuída a ligações C-OH.

A presença dessas bandas é coerente com estudos prévios realizados por Chen *et al.* (2018), Kalusuraman *et al.* (2019) e Martinez-Pavetti *et al.* (2021), que também observaram essas características vibracionais da bucha vegetal com tratamento alcalino.

As três amostras também apresentaram a banda em 896 cm^{-1} correspondente a frequência vibrante da celulose tipo I, e em 1640 cm^{-1} da absorção de água da fase cristalina da celulose (MARTINEZ-PAVETTI *et al.*, 2021).

A Figura 15 representa os espectros de FTIR da bucha vegetal no formato de fibra, com os respectivos tratamentos alcalinos.

FIGURA 15 - ESPECTROS NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE *FOURIER* DAS AMOSTRAS DE BUCHA VEGETAL PURA EM FIBRA SEM TRATAMENTO (BVP2), BUCHA VEGETAL COM TRATAMENTO ALCALINO PELO MÉTODO 1 (BVT3) E MÉTODO 2 (BVT4) (A) E ESPECTRO DE FTIR COM ZOOM NA REGIÃO DE 1735 cm^{-1} DAS AMOSTRAS DE BVP2, BVT4 E BVT4



Fonte: Autoria própria, 2024.

As mesmas bandas são identificadas no espectro da bucha vegetal em fibra pura, e com os tratamentos. Mais uma vez demonstrando que não há diferença, em termos de caracterização estrutural, entre as amostras em pó ou em fibra aparente.

Uma alteração foi notada na Figura 14 (b) e 15 (b) entre os espectros na banda de 1735 cm^{-1} que nas amostras de bucha vegetal pura em pó (BVP) e em fibra (BVP2), pois é relacionada as vibrações do grupamento orgânico carbonila ($\text{C}=\text{O}$), indicando a presença deste grupo em compostos como cetonas, aldeídos e ésteres, que podem estar presentes em moléculas de lignina. Estudos realizados por Chen et al. (2018) e Maritnez-Pavetti *et al.* (2021) indicaram que essa alteração é esperada devido ao tratamento alcalino feito na fibra, havendo uma retirada parcial ou total da lignina presente, esta hipótese pode ser comprovada por exemplo através da comparação da intensidade das bandas características da lignina em espectros de diferentes amostras, é possível determinar a porcentagem de lignina removida pelo tratamento alcalino.

A Tabela 3 representa um resumo das bandas mostradas nos dois espectros da bucha vegetal após tratamento alcalino pelos métodos 1 e 2, em pó e em fibra.

TABELA 3 - RESUMO DOS ESPECTROS DE FTIR NA INVESTIGAÇÃO DOS GRUPOS FUNCIONAIS DA BUCHA VEGETAL APÓS TRATAMENTO ALCALINO PELOS MÉTODOS 1 E 2, EM PÓ E EM FIBRA.

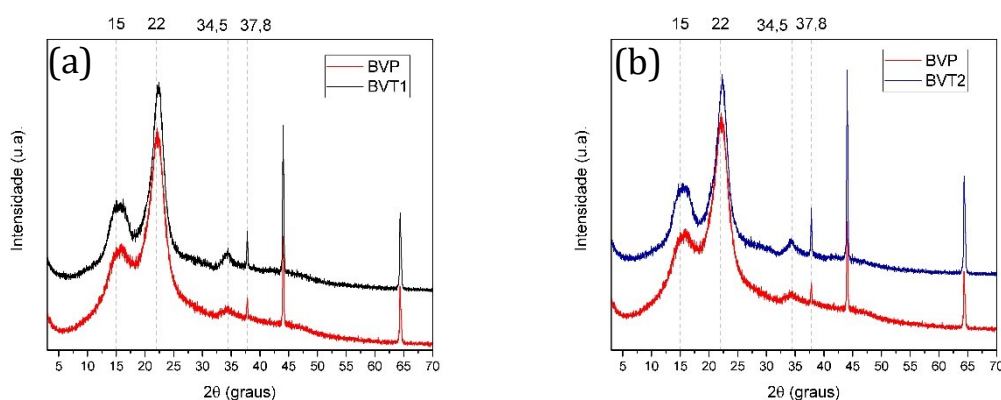
Número de onda (cm^{-1})	Atribuição das bandas
3330	Estiramento da ligação -OH
2920	Estiramento da ligação -CH ₃ e -CH ₂
1640	Água absorvida na fase cristalina da celulose
1735	Vibração da ligação C=O
1456	Vibração de grupo metil
1047	Vibração da ligação C-OH
889	Vibração da ligação de anéis não simétricos

Fonte: Autoria própria, 2024.

5.2.2 Difração de raios-X (DRX)

Os difratogramas obtidos para a bucha vegetal pura (BVP), bucha vegetal tratada pelo método 1 (BVT1) e método 2 (BVT2) estão representados na Figura 16.

FIGURA 16 - DIFRATOGRAMAS DA BUCHA VEGETAL PURA (EM PÓ) E COM TRATAMENTO PELO MÉTODO 1 (A) E BUCHA VEGETAL PURA E COM TRATAMENTO PELO MÉTODO 2 (B).



Fonte: Autoria própria, 2023.

Como foi verificado por FTIR, o tratamento alcalino também traz efeitos no difratograma. Como está sendo alterada a porção amorfa do material é esperado o destaque da porção cristalina, já verificado por Chen e colaboradores (2018). Os picos que se referem à celulose se mantiveram em 2θ : 15° , 22° , $34,5^\circ$ e $37,8^\circ$, mas houve um estreitamento desses, o que foi estudado por Martinez-Pavetti e pesquisadores (2021), sendo atribuído ao tratamento alcalino.

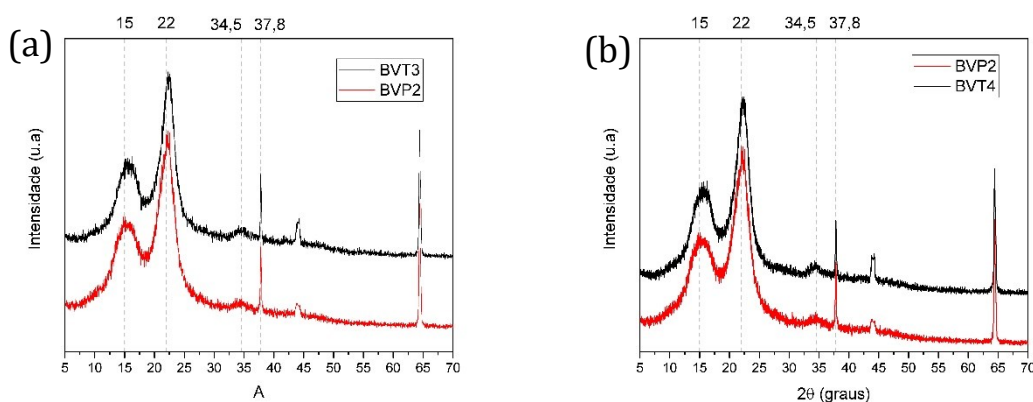
Outra colaboração para a efetividade do tratamento alcalino apresentado por Martinez-Pavetti *et al.* (2021) é o destaque do pico em $34,5^\circ$ referente a celulose tipo I, estrutura cristalina da celulose presente em fibras vegetais, colaborando com valores de FTIR.

O cálculo da cristalinidade através da Equação 2 foi repetido para as amostras tratadas com o hidróxido de sódio e foram obtidos os valores de 43,84 % e 47,56 % para BVT1 e BVT2, respectivamente.

O aumento da cristalinidade já era esperado, segundo Martinez-Pavetti e pesquisadores (2021) e Mohanta e Acharya (2016) neste caso pode-se constatar que houve retirada, parcialmente ou totalmente, da porção amorfa da amostra (lignina). Esses valores são complementares à análise de FTIR, onde não foi identificado a banda da carbonila (C=O), presente na estrutura química da lignina e das hemiceluloses.

Para as amostras em fibra após o tratamento alcalino obteve-se os difratogramas apresentados na Figura 17.

FIGURA 17 - DIFRATOGRAMA DAS AMOSTRAS DE BUCHA VEGETAL EM FIBRA PURA EM FIBRA (BVP2) EM COMPARAÇÃO COM BVT3 (A) E BVT4 (B).



Fonte: Autoria própria, 2024.

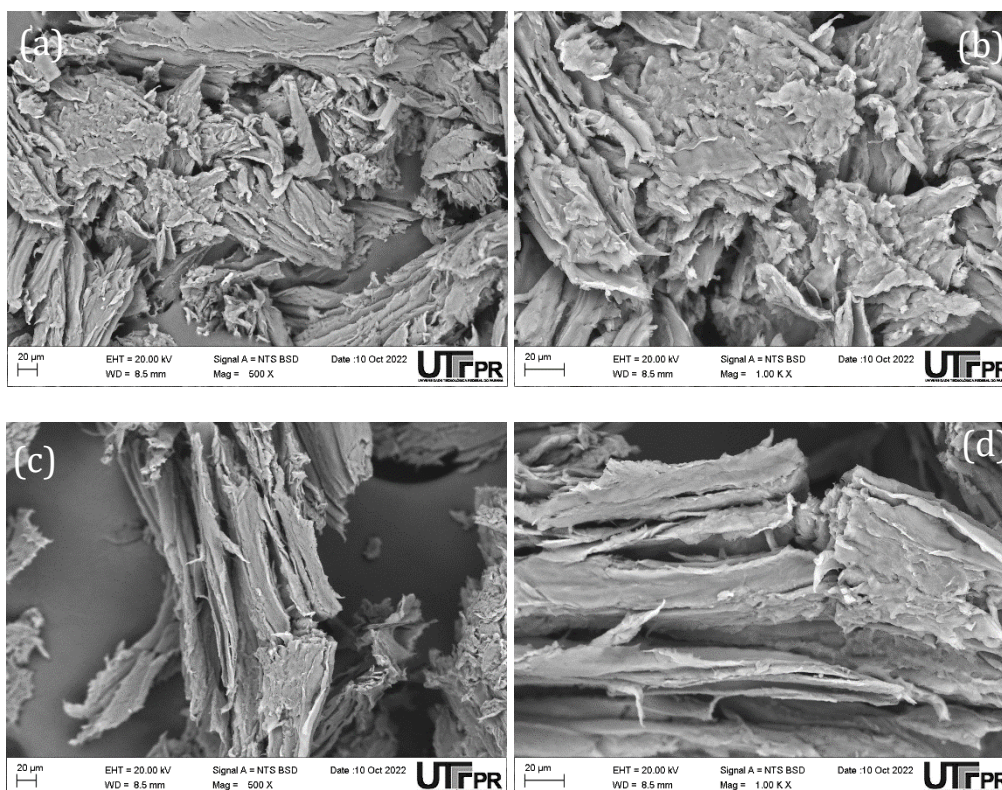
Foi possível observar que as amostras em fibra após o tratamento também apresentaram os picos característicos da celulose em 15, 22, 34,5 e 37,8° e, não foi evidenciado nenhuma mudança significativa comparando as amostras em pó (BVT1 e BVT2) e em fibra (BVT3 e BVT4).

O cálculo da porcentagem cristalina foi repetido para as amostras de bucha vegetal em fibra, a cristalinidade s de 42,52 % foi para 49,18 % para a amostra BVT3 e 50,99 % para BVT4. Desta forma, a análise de DRX foi importante para constatar picos provenientes da celulose no material e colaborar para validade do tratamento alcalino, indicando um aumento da cristalinidade do material.

5.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Na Figura 18 podem ser verificadas as fotomicrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura da bucha em pó após o tratamento métodos 1 (a, b) e 2 (c, d). Neste caso, foi possível observar que em ambos os casos não houve uma alteração na superfície, um ponto positivo pensando na síntese do compósito. Martinez-Pavetti e participantes (2021) mostraram que após o tratamento alcalino mantém a integridade do material, sem que haja comprometimento da bucha para uma futura utilização.

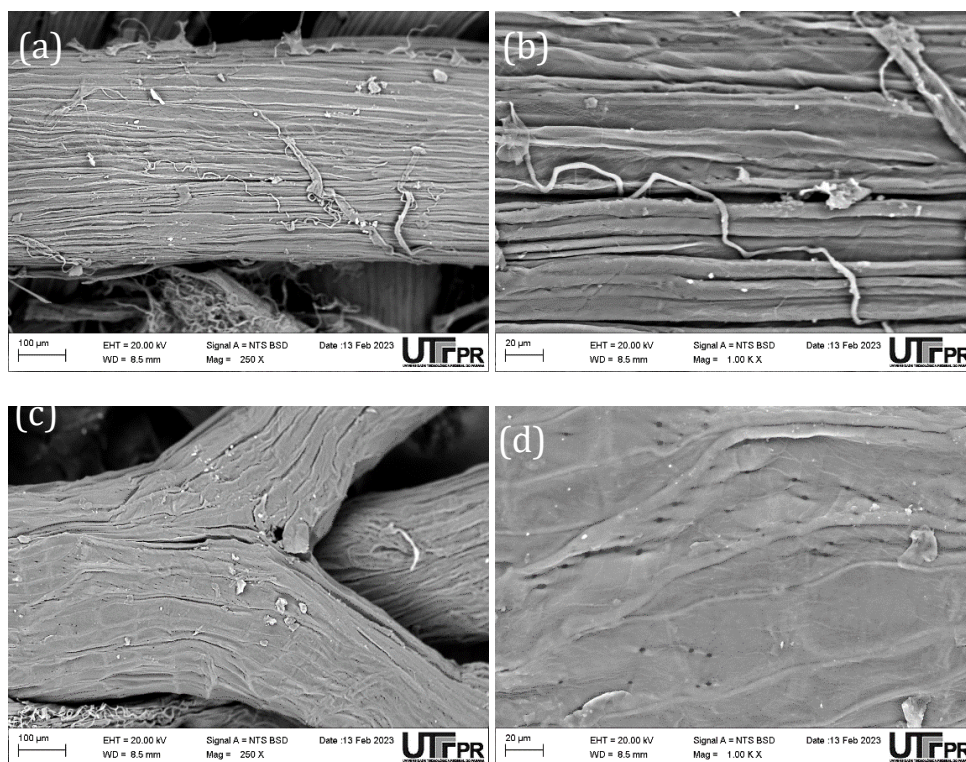
FIGURA 18 - FOTOMICROGRAFIAS OBTIDAS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA A BUCHA VEGETAL TRATADA PELO MÉTODO 1 (A) E (B), BUCHA VEGETAL TRATADA PELO MÉTODO 2 (C) E (D).



Fonte: Autoria própria, 2023.

Fotomicrografias também foram obtidas para as fibras após o tratamento alcalino sem aquecimento (Figura 19 a, b) e com aquecimento (Figura 19 c, d), sendo também constatado que não houve uma alteração na superfície da fibra, mantendo a integridade da bucha.

FIGURA 19 - FOTOMICROGRAFIAS OBTIDAS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA A BUCHA VEGETAL TRATADA PELO MÉTODO 1 (A) E (B), MÉTODO 2 (C) E (D).



Fonte: Autoria própria, 2023.

A diferença obtida entre os dois tratamentos não foi expressiva, a ponto de um método se sobressair ao outro. Porém, ao analisar consequências ambientais, o método 2 demonstrou ser mais vantajoso devido à redução no uso de reagentes químicos, uma pauta importante visto que este processo pode vir a ser feito em grande escala.

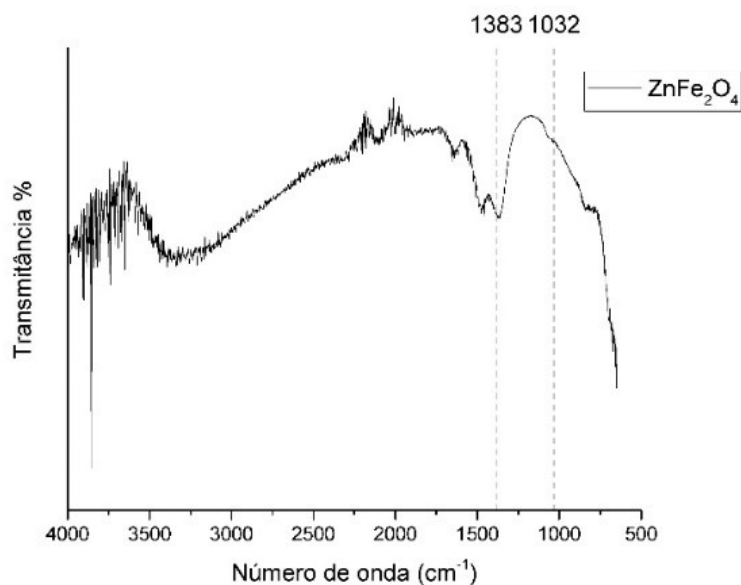
Pesquisas recentes realizadas por por Tamboli *et al.* (2023) e Din *et al.* (2020) defenderam a pauta da química verde e diminuição na utilização de reagentes devidos aos impactos no meio ambiente, tais como, toxicidade aquática e degradação do solo, caso o descarte inadequado.

5.3 Nanoferritas de zinco (ZnFe_2O_4)

5.3.1 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

Na Figura 20 foi possível observar o FTIR da ferrita de zinco pura.

FIGURA 20 - ESPECTROS NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE *FOURIER* DA AMOSTRA DE FERRRITA DE ZINCO (ZnFe_2O_4)



Fonte: Autoria própria, 2024.

As bandas características da amostra estão identificadas em 1383 cm^{-1} referente a ligação Zn-O e em 1032 cm^{-1} correspondente a ligação Fe-O. Essas bandas foram verificadas por Kesraoui, Bouzaabia e Seffen (2019) e são relacionadas as ferritas de zinco.

Também foi verificado outras bandas como a de 3330 cm^{-1} correspondente ao estiramento da ligação OH e deformação angular em 1640 cm^{-1} , relacionadas com a presença de água na amostra. Kesraoui, Bouzaabia e Seffen (2019) e Patade *et al.* (2020) constataram essa questão. Na tabela 4 se encontra a compilação destes valores.

TABELA 4 - BANDAS APRESENTADAS NOS ESPECTROS DE FTIR PARA AS FERRITAS DE ZINCO (ZnFe_2O_4).

Número de onda (cm^{-1})	Atribuição das bandas
3330	Estiramento da ligação -OH
1640	Deformação angular -OH

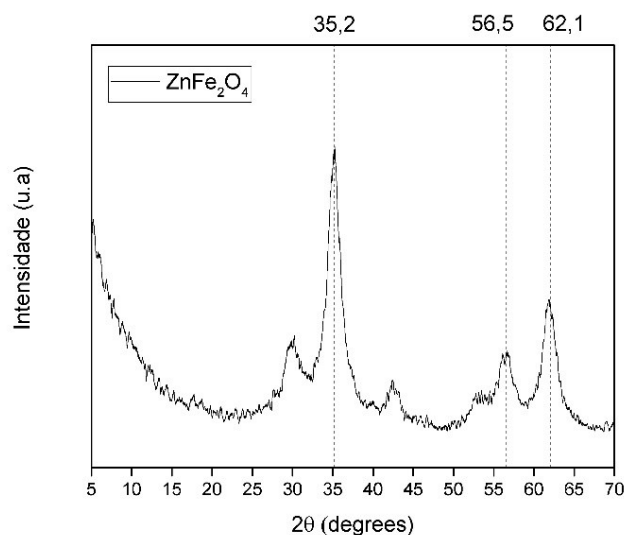
1383	Estiramento da ligação Zn-O
1032	Estiramento da ligação Fe-O

Fonte: Autoria própria, 2024.

5.3.2 Difração de raios-X (DRX)

Na Figura 21 o difratograma da amostra de ferrita de zinco sintetizada pelo método de coprecipitação possuem alguns picos característicos em 2θ , que são: $35,2^\circ$, $56,5^\circ$ e $62,1^\circ$, já verificados anteriormente pelos autores (PATADE *et al.*, 2020; PUSPITASARI *et al.*, 2021).

FIGURA 21 - DIFRATOGRAMA DE RAIOS-X OBTIDO PARA A FERRITA DE ZINCO (ZnFe_2O_4)



Fonte: Autoria própria, 2023.

Os picos demarcados na Figura 21 correspondem respectivamente aos planos cristalinos 311, 511,440 e são indicativos da estrutura de espinélio para as ferritas de zinco, já constatadas por Nadhiva *et al.* (2023).

O cálculo da porcentagem cristalina desse material foi feito utilizando a Equação 2 e obteve-se um valor de 99 % de cristalinidade, este valor era esperado devido ao fato de o

material ter uma estrutura cristalina bem definida. A porcentagem encontrada está de acordo com estudos feitos por Patade *et al.*, (2020) e Rachna, Singh, Agarwal, (2018).

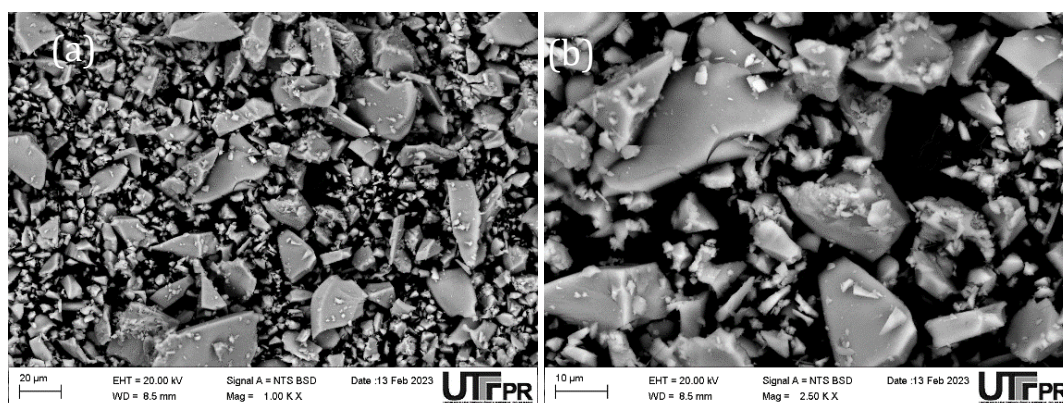
O resultado do cálculo de *Scherrer* utilizando a Equação 3 obteve um tamanho médio de cristalito de 16 nm. Basak *et al.* (2022) utilizou o mesmo cálculo e obteve valores similares.

Os outros picos apresentados no difratograma podem estar relacionados a formação de subprodutos na reação de coprecipitação, como por exemplo, óxido de zinco e óxido de ferro. A formação de subprodutos nesse método de síntese já foi vista por Patade e colaboradores (2020).

5.3.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As fotomicrografias obtidas por MEV das ferritas de zinco estão demonstradas na Figura 22, onde foi verificado partículas que estão em escalas micrométricas, através do *software imageJ*, isso pode ser correlacionado com uma possível aglomeração, já avaliado por Patade *et al.* (2020) nesta classe de síntese, que nesse caso, possivelmente foi relacionado a interações magnéticas entre os íons, favorecendo então a aglomeração dessas partículas.

FIGURA 22 – FOTOMICROGRAFIAS OBTIDAS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA AS FERRITAS DE ZINCO (ZnFe_2O_4) COM AUMENTOS DE 1.000X (A) E 2.500X (B).



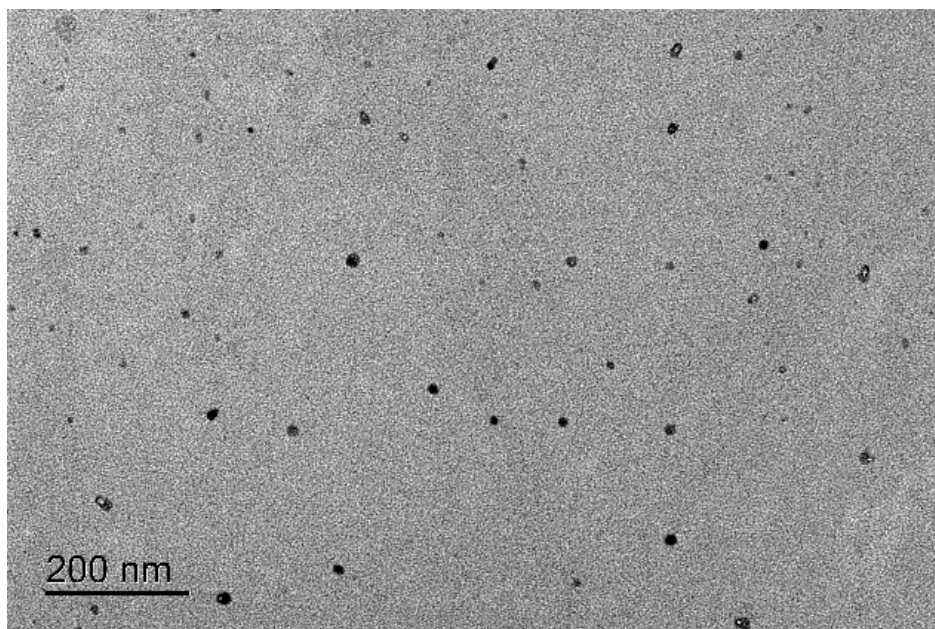
Fonte: Autoria própria, 2023.

5.3.2 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

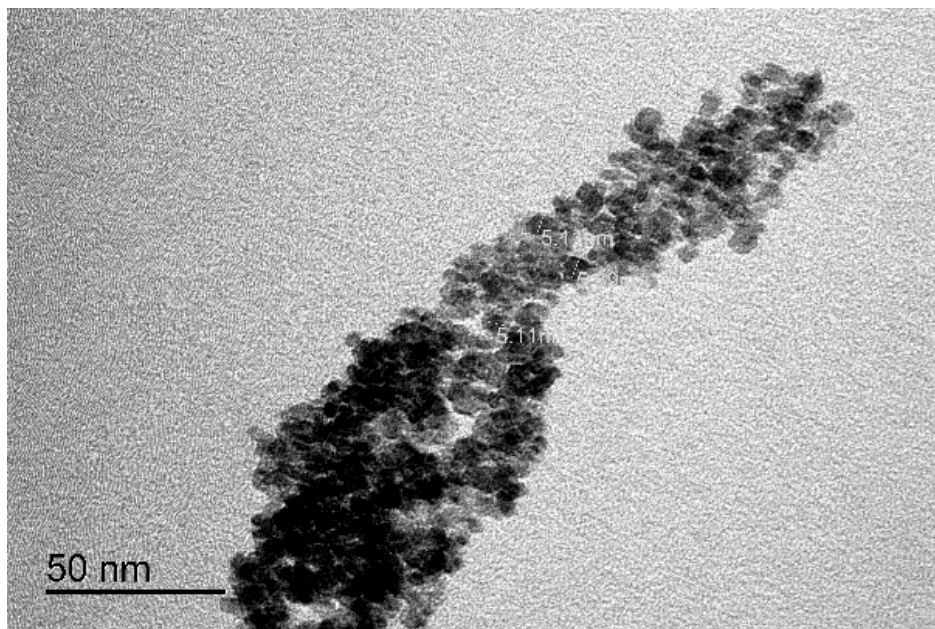
A Figura 23 mostra a análise de microscopia eletrônica de transmissão com imagem em campo claro para as nanoferritas de zinco, sendo estas de regiões diferentes.

FIGURA 23 - FOTOMICROSCOPIA EM CAMPO CLARO DAS AMOSTRAS DE ZnFe_2O_4 EM PÓ COM AUMENTO DE 25.000X (A) E AUMENTO DE 100.000X (B)

(a)



(b)



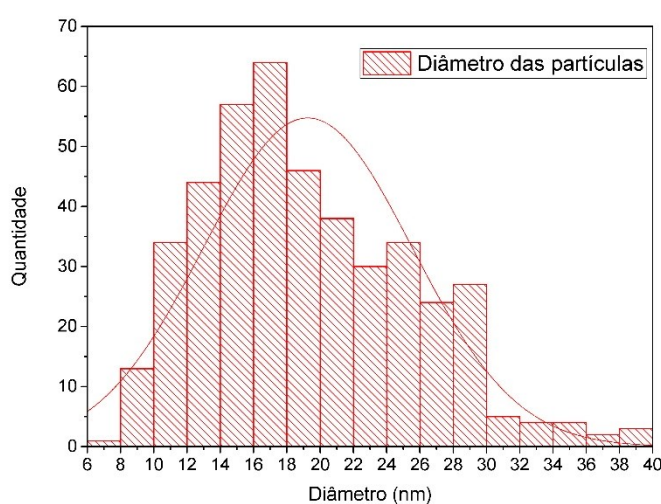
Fonte: Autoria própria, 2024.

Foi possível observar na microfotografia uma região com várias partículas juntas, isso pode ser por conta das interações magnéticas ou até mesmo do modo de preparo para a análise que é em solução. Li *et al.* (2021) indicou essas correlações de aglomeração e método de preparo para análise, pois dependendo da quantidade de amostra que é colocada na solução com etanol pode haver diferença das imagens e do comportamento das partículas.

A variação do diâmetro dessas partículas ficou entre 6 e 40 nm, verificado pelo *software imageJ*, representado pelo histograma na Figura 24. Foi contabilizado um total de 429 partículas em diferentes imagens, a média foi igual a 19,25 nm e desvio padrão de 6,26. Os valores obtidos estão de acordo para a síntese de ferritas de zinco pelo método de coprecipitação.

O diâmetro médio verificado por MET está de acordo com o tamanho médio do cristalito verificado por DRX, isso foi visto nos estudos realizados por Patade *et al.* (2020).

FIGURA 24 - HISTOGRAMA DO DIÂMETRO DAS PARTÍCULAS DE FERRITAS DE ZINCO



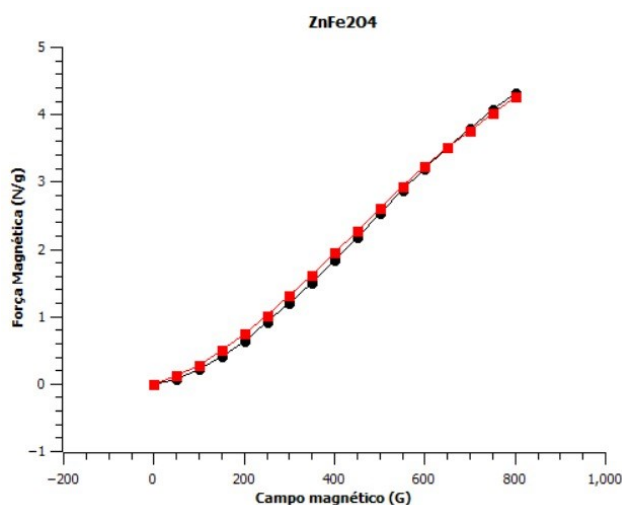
Fonte: Autoria própria, 2024.

A morfologia tende a ser esférica, ou seja, as condições de síntese favoreceram o processo de nucleação e o crescimento das partículas. Essa morfologia foi observada pelos estudos de Patade *et al.* (2020) e Sathiyamurthy *et al.* (2020).

5.3.3 Teste de força magnética

A Figura 25 representa o teste de força magnética das ferritas de zinco puras feito em duplicata.

FIGURA 25 - TESTE DE FORÇA MAGNÉTICA PARA AS FERRITAS DE ZINCO (ZnFe_2O_4)



Fonte: Autoria própria, 2024.

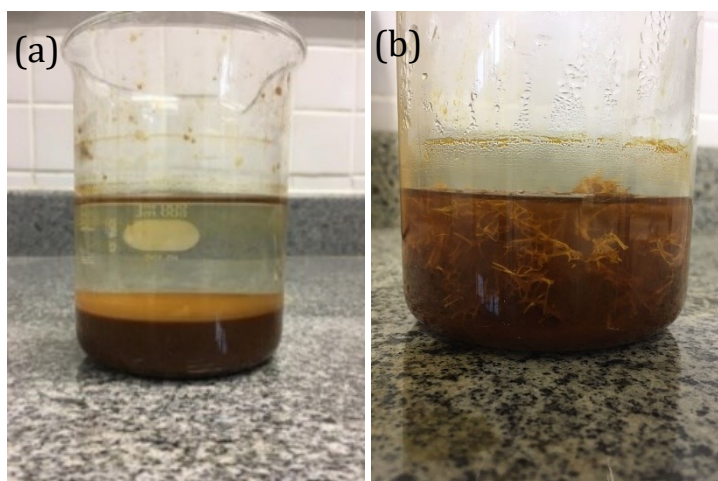
Foi observado um aumento da força magnética com o aumento do campo magnético. Esse fenômeno foi verificado por Souza *et al.* (2013) quando foi criado o método de análise de força magnética

As ferritas tem por característica propriedades magnéticas, já verificadas por Patade *et al.*, (2020) e Rachna, Singh, Agarwal, (2018). Sendo assim, mais um indicativo da formação dessas partículas e das várias propriedades que elas possuem.

5.4 Compósito *Luffa cylindrica*/ ZnFe_2O_4

A Figura 26 mostra a síntese do compósito após 20 minutos de repouso, onde as nanopartículas fixadas nas fibras de bucha vegetal ficam no fundo do béquer.

FIGURA 26 - COMPÓSITO DE LUFFA CYLINDRICA/ ZnFe_2O_4 FEITO COM A BUCHA EM PÓ (A) E COM A BUCHA VEGETAL EM FIBRA (B).



Fonte: Autoria própria, 2023.

Lima e colaboradores (2019) descrevem que a cor alaranjada do material é referente ao ferro e a precipitação foi devido formação das nanoferritas e o fato de ser insolúvel em água.

O rendimento da síntese foi de 85%, com desvio padrão de 0,9 % quando feita com a bucha vegetal em pó. Já com a fibra o rendimento foi de 65%, com desvio padrão de 1,4 %. Essa diferença no rendimento está relacionada com a superfície de contato da bucha vegetal, em pó é muito maior, conseguindo ter uma fixação superior das ferritas. Na Figura 27 é possível ver o compósito seco com a bucha vegetal em pó (a) e com a fibra (b).

FIGURA 27 - COMPÓSITO SINTETIZADO A PARTIR DA BUCHA VEGETAL EM PÓ (A) E A PARTIR DA BUCHA EM FIBRA (B)



(b)

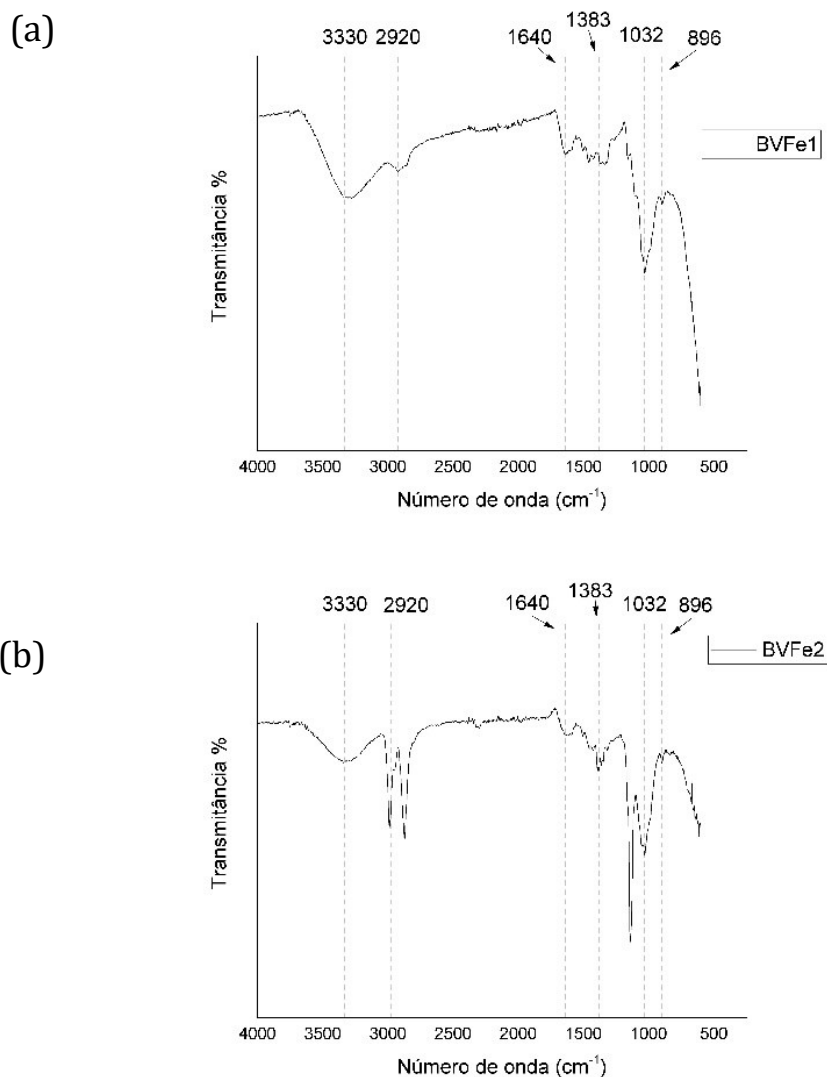


Fonte: Autoria própria, 2024.

5.4.1 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de *Fourier* (FTIR)

O espectro dos materiais sintetizados a partir da bucha em pó é mostrado na Figura 28, BVFe1(a) e o BVFe2 (b).

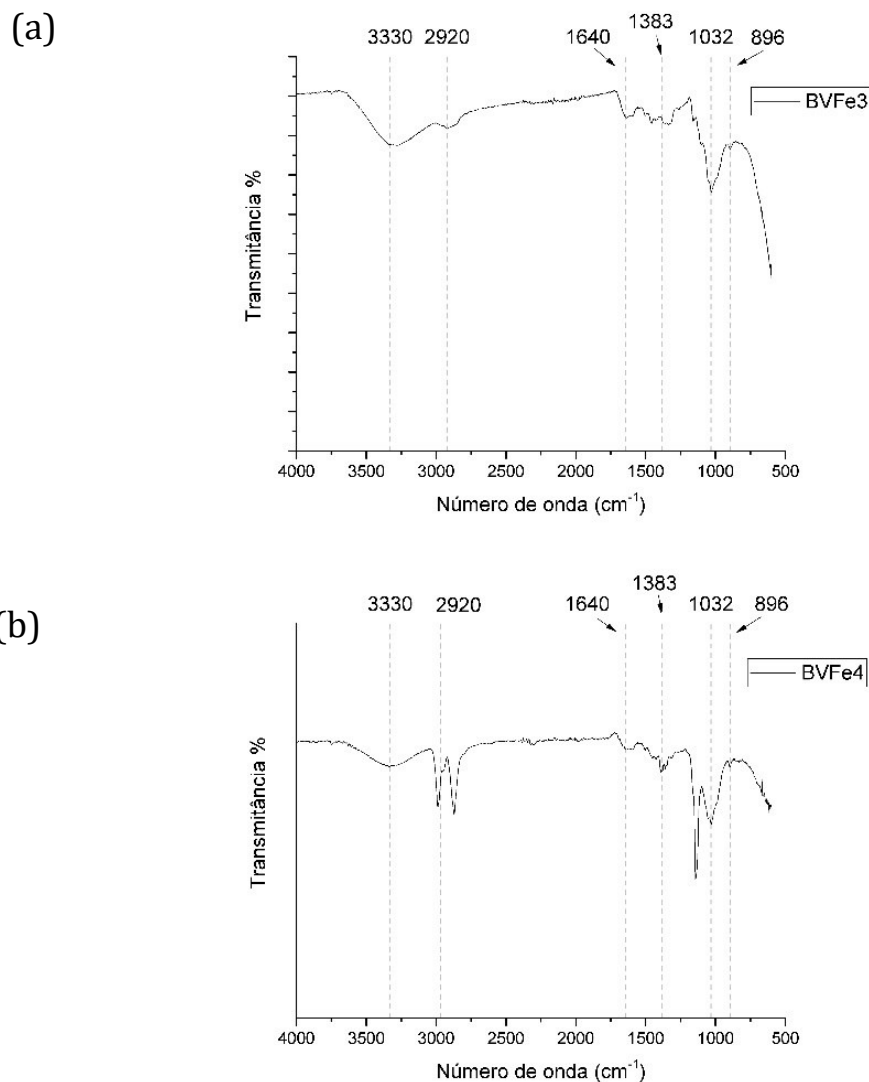
FIGURA 28 – ESPECTROS NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE *FOURIER* DOS MATERIAIS BVFe1 (A) E BVFe2 (B)



Fonte: Autoria própria, 2023.

As amostras do compósito contendo a fibra de bucha vegetal e as ferritas de zinco geraram os espectros apresentados na Figura 29.

FIGURA 29 - ESPECTROS NA REGIÃO DO INFRAVERMELHO COM TRANSFORMADA DE *FOURIER* MATERIAIS BVFe3 (A) E BVFe4 (B)



Fonte: Autoria própria, 2024.

Novamente os espectros foram semelhantes em relação ao compósito feito a partir da bucha vegetal em pó e o sintetizado com a bucha vegetal em fibra.

Bandas referentes a parte orgânica do compósito estão destacadas nos dos espectros de infravermelho, como a vibração de OH- presente em 3330cm^{-1} , outra banda em 2920cm^{-1} referente as ligações simétricas de (CH_3) e, em 1047 cm^{-1} que representa o estiramento assimétrico das ligações (CH_2) . Foi reparado na Figura 26 (b) e 27 (b) o surgimento de uma banda na região de 2870 cm^{-1} que de acordo com Sahli *et al.* (2023) também está relacionada as vibrações das ligações CH_3 de grupos metil.

Destacam-se bandas em 1383 cm^{-1} e 1032 cm^{-1} referentes a ligação Zn-O e Fe-O, indicando que houve a formação das ferritas e que esse material está presente na superfície da bucha vegetal. Estudos realizados por Kesraoui, Bouzaabia e Seffen (2019) também destacaram essas bandas e atribuíram às ferritas de zinco.

A Tabela 5 resume as atribuições para as principais bandas referente aos compósitos sintetizados a partir da bucha vegetal juntamente com as ferritas de zinco.

TABELA 5 VALORES DAS BANDAS NOS ESPECTROS DE FTIR DOS COMPÓSITOS *LUFFA CYLINDRICA*/ZnFe₂O₄.

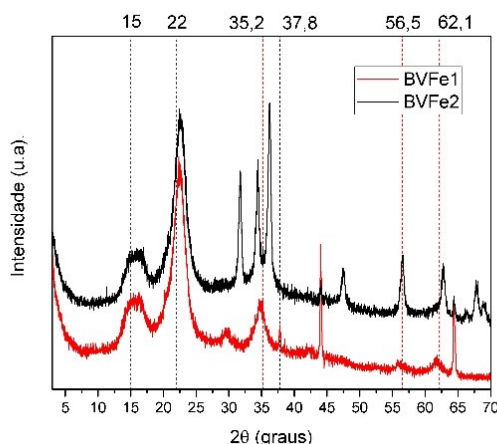
Número de onda (cm⁻¹)	Atribuição das bandas
3330	Estiramento da ligação -OH
2920	Estiramento da ligação -CH ₃ e -CH ₂
1640	Água absorvida na fase cristalina da celulose
1383	Estiramento da ligação Zn-O
1456	Vibração de grupo metil
1047	Vibração da ligação C-OH
1032	Estiramento da ligação Fe-O
889	Vibração da ligação de anéis não simétricos

Fonte: Autoria própria, 2024.

5.4.1 Difração de raios-X (DRX)

Na Figura 30 se encontra o difratograma dos compósitos de *Luffa cylindrica*/ZnFe₂O₄.

FIGURA 30 - DIFRATOGRAMA DE COMPARAÇÃO ENTRE OS COMPÓSITOS DE LUFFA CYLINDRICA/ ZnFe_2O_4 PELO MÉTODO DE TRATAMENTO 1 E MÉTODO DE TRATAMENTO 2.



Fonte: Autoria própria, 2023.

Além dos valores característicos da bucha vegetal foram observados os picos correspondentes aos planos (311), (511) e (441), característicos de uma estrutura cristalina do tipo espinélio. (PATADE *et al.*, 2020; PUSPITASARI *et al.*, 2021). Esses resultados evidenciaram a presença de nanopartículas de ferritas de zinco juntamente com a bucha vegetal, como já demonstrado nas imagens de MET.

Para verificar a % cristalinidade desses materiais foi utilizado a Equação 2, e os valores obtidos foram de 51,98 % para amostra de BVFe1 e 53,68 % para a BVFe2. Já era esperado esse aumento, pois foi sintetizado um material inorgânico e cristalino na superfície da bucha vegetal. Ahmad e colaboradores (2017) reportam resultados semelhantes e relataram que quanto maior a proporção de material inorgânico, mais a cristalinidade do material final vai aumentar.

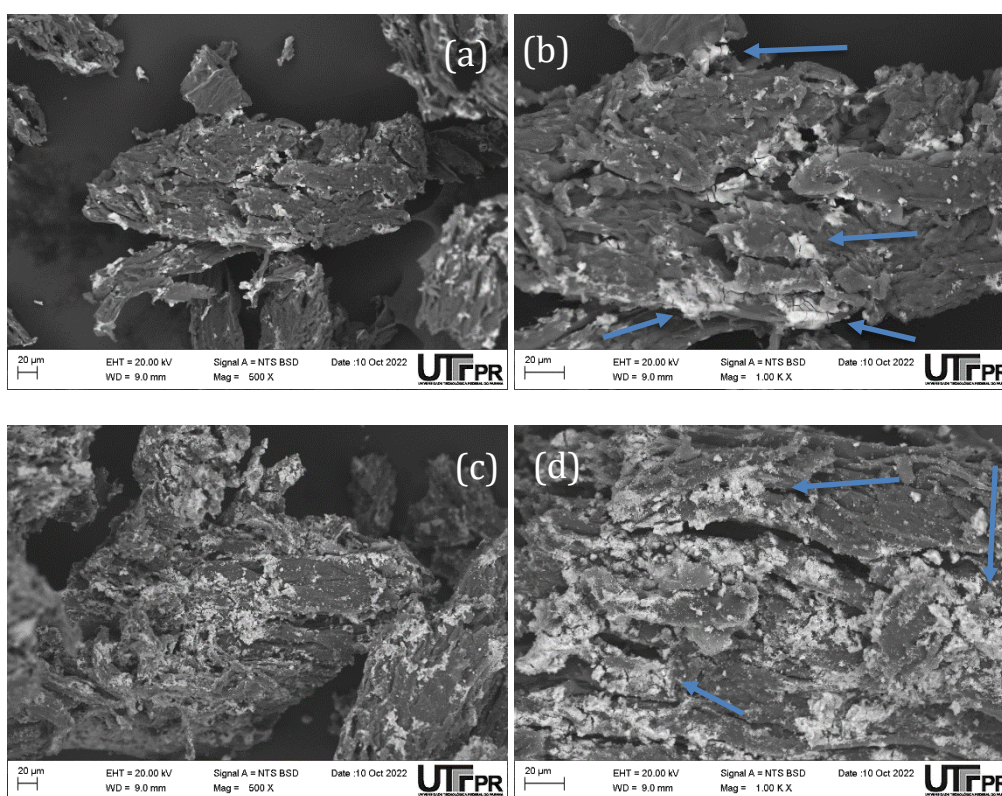
Ainda com os dados obtidos da análise de DRX foi estimado o tamanho médio dos cristalitos através da Equação 3, utilizando os planos 311, 511 e 441 referentes às ferritas e resultando em um valor de 8,34 nm para a amostra de BVFe1 e 11,16 nm para BVFe2.

Basak *et al.* (2022) e Tatarchuk *et al.* (2020) também utilizaram o mesmo cálculo para verificar o tamanho médio de cristalito de ferritas de cobalto e magnésio, respectivamente. Os valores estão de acordo com os pesquisadores, significando que o tamanho do cristalito em escala nanométrica.

5.4.2 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

Na Figura 31 está apresentada a amostra de *Luffa cylindrica*/ZnFe₂O₄, em pó, com tratamento alcalino sem aquecimento, sendo notado a presença das ferritas de zinco na superfície, evidenciado pelas flechas apresentadas na Figura 31 (b) e (d). Conforme também observado nos estudos de Yang e colaboradores (2018) onde a superfície de contato é maior, existe a maior fixação dessas partículas.

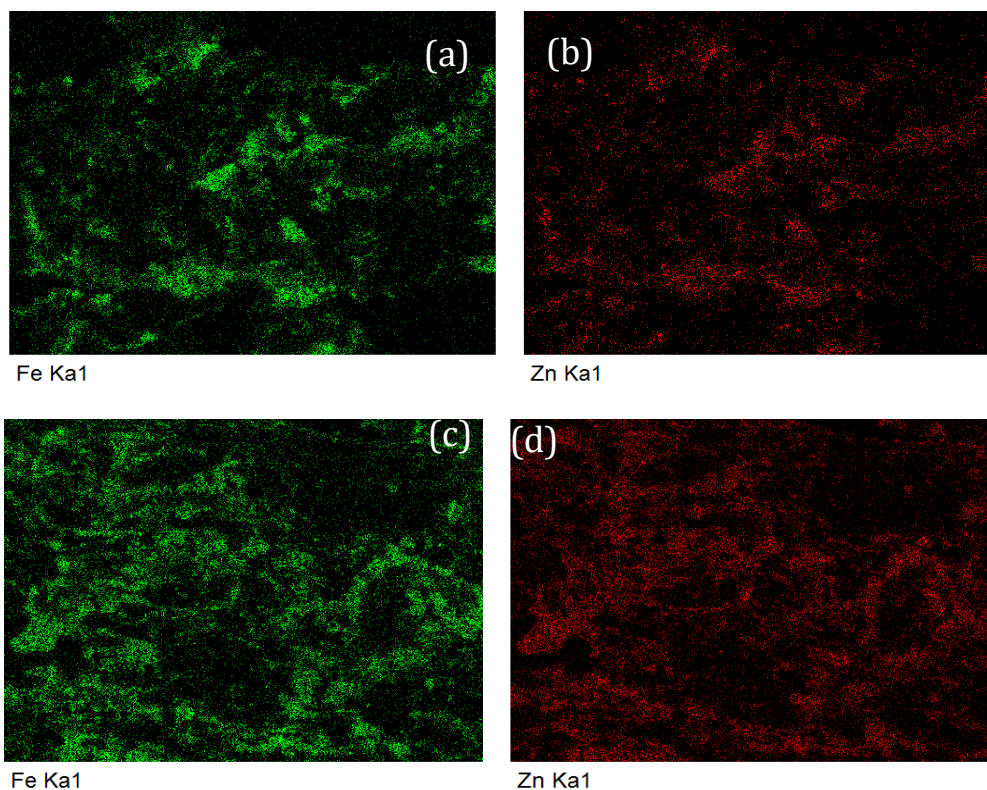
FIGURA 31 - FOTOMICROGRAFIAS OBTIDAS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA O COMPÓSITO LUFFA CYLINDRICA EM PÓ /ZnFe₂O₄ MÉTODO DE TRATAMENTO 1 (A,B), TRATAMENTO 2 (C,D).



Fonte: Autoria própria, 2023.

Para a verificação da presença de ferro e zinco na superfície da fibra, foi também feito o mapeamento por EDS. verificado na Figura 32.

FIGURA 32 - MAPEAMENTO ELEMENTAR DAS AMOSTRAS DE BVFe1 (A,B), BVFe2 (C,D).

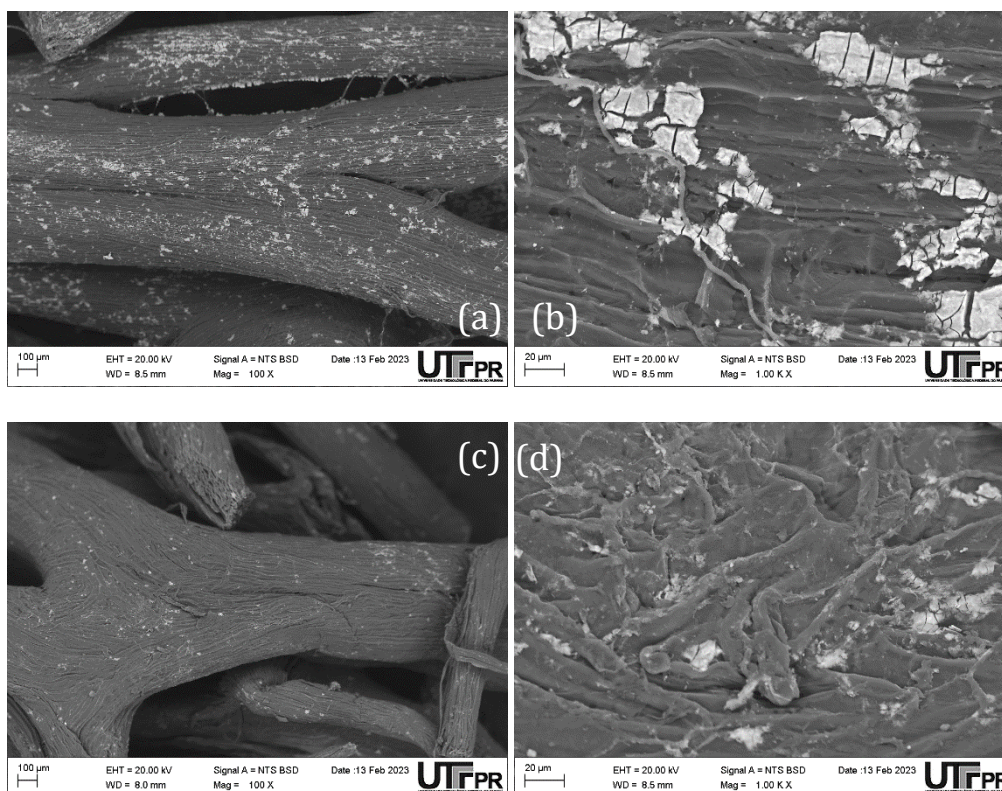


Fonte: Autoria própria, 2023.

Devido ao fato de algumas aplicabilidades possuírem resultados melhores com a *Luffa cylindrica* em fibra, pois foi citado pelos autores (OUN *et al.*, 2021) que para o tratamento de água e retirada de corantes a fibra possui mais eficiência, fibra da *Luffa cylindrica*/ ZnFe_2O_4 também foi avaliada por MEV.

Na Figura 33 as imagens (a) e (b) indicam o compósito com a bucha tratada pelo método 1, e as (c) e (d) são do método 2.

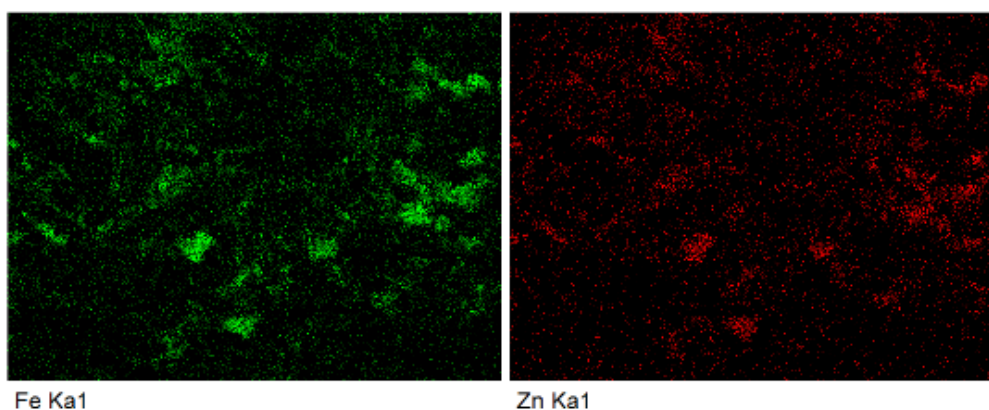
FIGURA 33 – FOTOMICROGRAFIAS OBTIDAS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA PARA OS COMPÓSITOS COM A FIBRA LUFFA CYLINDRICA/ ZnFe_2O_4 PELO MÉTODO 1 (A) E (B), PELO MÉTODO 2 (C) E (D).



Fonte: Autoria própria, 2023.

A Figura 34 apresenta o mapeamento elemental por EDS da amostra de BVFe4 para verificar a presença dos dois metais desejados (ferro e zinco).

FIGURA 34 - MAPEAMENTO ELEMENTAR DA AMOSTRA DE BVFe4



Fonte: Autoria própria, 2023.

Kesraoui, Bouzaabia e Seffen (2019) também utilizaram fibras de bucha de vegetal para a síntese do compósito com nanopartículas de óxido de zinco e alumínio, e houve uma

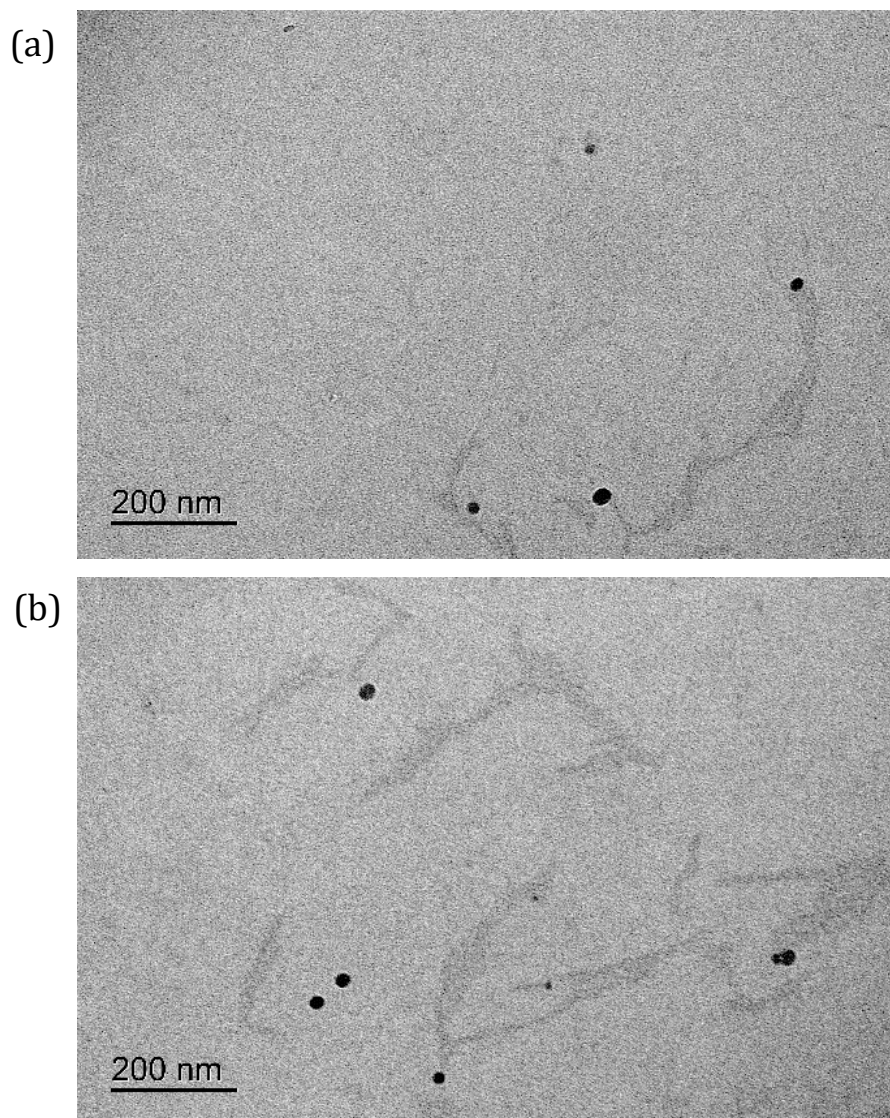
uniformidade das nanopartículas, sendo uma vantagem a forma física (fibras em relação ao pó).

No entanto, quando foi sintetizado o material com a bucha vegetal em fibra, houve a complicação de não conseguir agitar direito o material e na hora da filtração houve a precipitação de ferritas que não estavam na superfície da fibra, como foi possível ver na Figura 26.

5.4.3 Microscopia eletrônica de transmissão (MET)

A Figura 35 mostra a morfologia das ferritas sintetizadas diretamente com a bucha vegetal, amostras BVFe1 e BVFe2, em campo claro.

FIGURA 35 - FOTOMICROGRAFIA OBTIDAS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO DAS AMOSTRAS BVFe1 (A) E BVFe2 (B).

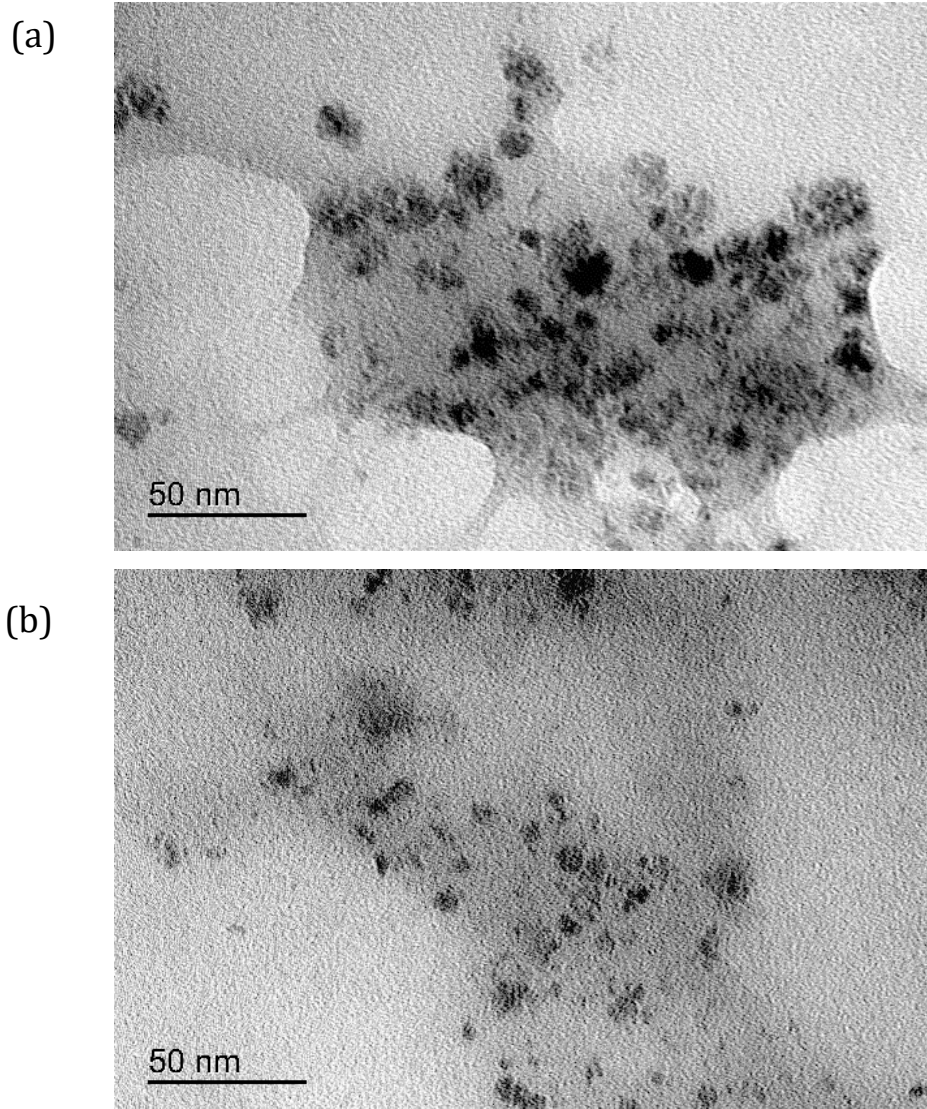


Fonte: Autoria própria, 2024.

A morfologia das ferritas sintetizadas juntamente com a bucha vegetal também possui tendência a ser esférica. A síntese foi eficaz nas etapas de nucleação devido a formação das nanopartículas. A morfologia esférica foi também verificada por Patade *et al.* (2020) e Sathiyamurthy *et al.* (2020), sendo uma das características das ferritas de zinco.

A Figura 36 representa a análise realizada para as amostras BVFe3 e BVFe4 que foram sintetizadas a partir da bucha vegetal em fibra.

FIGURA 36 - FOTOMICROGRAFIA OBTIDAS POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE TRANSMISSÃO DAS AMOSTRAS BVFe3 (A) E BVFe4 (B).



Fonte: Autoria própria, 2023.

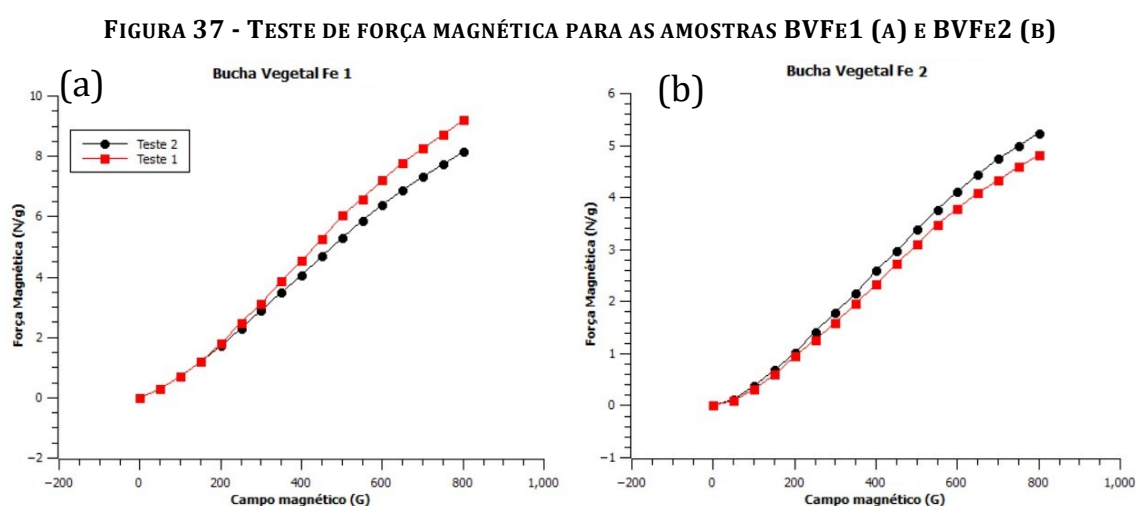
O diâmetro das partículas encontrados a partir do *software imageJ* das amostras do compósito seguiu o valor médio da ferrita pura. Não foi possível contabilizar partículas suficientes entre as imagens dos compósitos para gerar dados estatísticos válidos.

A análise de MET foi complementar ao cálculo da equação de *Scherrer*, obtendo valores semelhantes para ferritas de zinco. Basak e colaboradores (2022) e Tatarchuk e pesquisadores (2020) fizeram a comparação de valores obtidos pela equação de *Scherrer* e diâmetro médio obtidos pelo MET, ocorreu a coerência na comparação dos resultados de MET e do cálculo do tamanho médio do cristalito, ou seja, houve a formação de ferritas de zinco em escala nanométrica.

O tamanho da partícula, atingindo a escala nanométrica é importante para o aprimoramento da propriedade magnética do material, isso é importante para uma possível aplicação como catalisador. Partículas com diâmetro médio abaixo de 70nm já apresentam melhora das propriedades magnéticas e elétricas segundo estudos de Patade *et al.* (2020) e Sathiyamurthy *et al.* (2020).

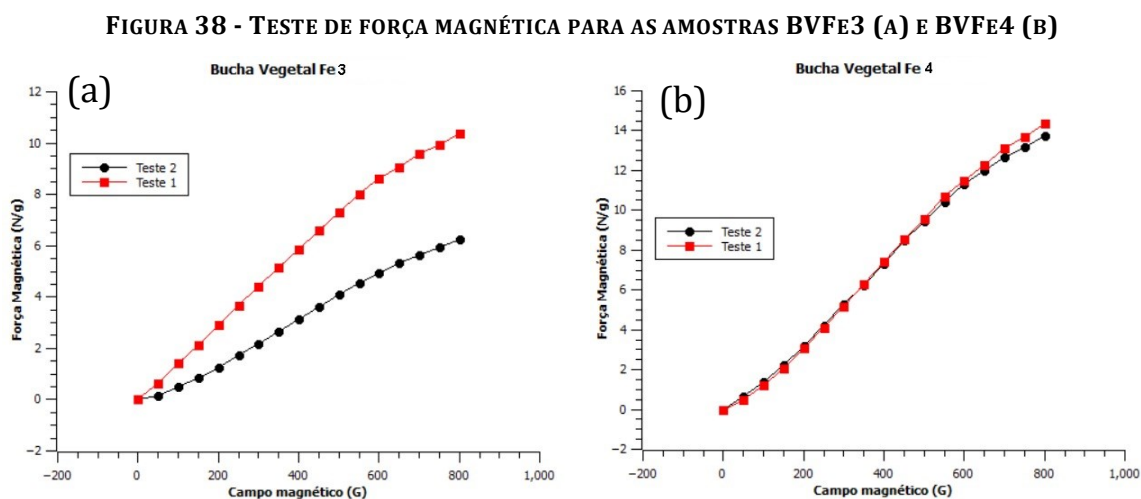
5.4.4 Teste de força magnética

Para verificar se as propriedades magnéticas das ferritas ainda estariam ativas mesmo estando na superfície da bucha vegetal, o teste de força magnética também foi realizado. Os resultados estão apresentados na Figura 37 para o compósito em pó.



Fonte: Autoria própria, 2024.

Já os resultados do teste realizado para as amostras sintetizadas com a bucha vegetal em fibra estão apresentados na Figura 38.



Fonte: Autoria própria, 2024.

Foi possível notar uma diferença dos valores dos testes da Figura 38 (a) para a (b), sendo um aumento dessa força magnética, sendo o maior de todas as amostras. Isso pode estar relacionado com uma melhor retirada da lignina e consequentemente fixação dessas ferritas na superfície da fibra.

Os resultados de ambas as amostras demonstraram uma relação de aumento da força magnética conforme aumentava o campo magnético. Souza e pesquisadores (2013) que desenvolveram essa maneira de relacionar a força magnética com o campo magnético também notaram na amostra de um compósito contendo maghnemita. Esse resultado mostra que mesmo estando na superfície da bucha vegetal, as ferritas não perdem as propriedades magnéticas.

Os resultados da análise do compósito demonstraram força maior do que a ferrita pura, isso pode estar relacionado com a retirada da lignina do material, proporcionando assim uma estrutura propícia para a fixação dessas ferritas e contribuir para esse aumento da força.

De Souza e colaboradores (2015) utilizaram o mesmo aparelho para da força magnética, só que para analisar fibras de manga modificadas e obtiveram um gráfico semelhante, indicando que conforme teve aumento do campo magnético, a força magnética do material também aumentou.

Diante do conjunto de resultados obtidos foi verificado que a incorporação de um

material inorgânico na fibra vegetal, neste caso a BV, fez desse compósito promissor para ser aplicado em estudos envolvendo adsorção e fotodegradação de corantes, incorporação na matriz cimentícia para reforço e ganho de propriedades e como catalisador na síntese do biodiesel, pois muitos dados, inclusive já relatados, para outras formulações como Ahmad e colaboradores (2017) que utilizaram a BV com ferritas de Níquel-zinco, Alizadeh e participantes (2022) com BV e cobalto trazem estas informações.

Não foram encontrados estudos anteriores das fibras de *Luffa cylindrica* juntamente com as ferritas de zinco pura, sendo uma pesquisa inédita e promissora devido ao fato de possuir propriedades da fase inorgânica e orgânica.

6. CONCLUSÃO

Este trabalho demonstrou êxito na síntese do compósito envolvendo a bucha vegetal (*Luffa cylindrica*) com ferritas de zinco, em escala nanométrica pelo método de coprecipitação.

As análises realizadas demonstraram que o tratamento alcalino na bucha vegetal em pó e em fibra para retirada da lignina foi efetivo, a partir do FTIR, pois houve alterações em bandas características. O DRX apresentou um aumento da cristalinidade do material após o tratamento, indicando assim, retirada da parte amorfa, além da identificação de picos provenientes da celulose da bucha.

As ferritas de zinco sintetizadas puras pelo método de coprecipitação foram confirmadas por dados de FTIR e DRX, além da comprovação de obtenção da escala nanométrica através das imagens de MET. O teste de força magnética comprovou que o composto possui propriedades magnéticas.

O compósito bucha vegetal / ferritas de zinco foi analisado por FTIR, sendo possível identificar bandas da fase orgânica e inorgânica. O DRX apresentou um aumento da cristalinidade em relação a bucha vegetal tratada por conta da fixação de um material inorgânico, também podendo ser visto pelas imagens de MEV. As imagens de MET mostraram as ferritas de zinco em escala nanométrica na bucha vegetal em fibra e em pó. O teste de força magnética apresentou resultados positivos, mantendo a propriedade magnética das ferritas mesmo estando na superfície da *Luffa cylindrica*.

A viabilidade da síntese do material apresenta-se vantajosa para o pó, já para o formato de fibras, destaca-se o grande volume das fibras e a baixa densidade.

Com isso, conclui-se que o compósito sintetizado denominado de *Luffa cylindrica*/ZnFe₂O₄ possui propriedades da fase orgânica e inorgânica, tendo vantagem por ser sintetizado de uma maneira rápida e eficiente, isso o torna um material com possíveis aplicações, sendo uma delas a incorporação do compósito em um geopolímero para ser utilizado na síntese e catálise do biodiesel, sendo algo novo, pois não foi encontrado nada na literatura com essa composição.

7. REFERÊNCIAS

- ABD-AL FTAH, R. O. *et al.* Assessment on structural and mechanical properties of reinforcement concrete beams prepared with luffa cylindrical fibre. **Case Studies in Construction Materials**, v. 17, 1 dez. 2022.
- ABDEL MAKSOUD, M. I. A. *et al.* Adsorption and separation of Cs(I) and Ba(II) from aqueous solution using zinc ferrite-humic acid nanocomposite. **Scientific Reports**, v. 13, n. 1, 1 dez. 2023.
- ADEYANJU, C. A. *et al.* A review on Luffa fibres and their polymer composites. **Journal of Materials Science**, v. 56, n. 4, p. 2797–2813, 2021.
- AHMAD, A. F. *et al.* Improvement of dielectric, magnetic and thermal properties of OPEFB fibre-polycaprolactone composite by adding Ni-Zn ferrite. **Polymers**, v. 9, n. 2, p. 1–15, 2017.
- ALIZADEH, M. *et al.* Surface magnetization of hydrolyzed Luffa Cylindrica biowaste with cobalt ferrite nanoparticles for facile Ni²⁺ removal from wastewater. **Environmental Research**, v. 212, n. PB, p. 113242, 2022.
- ALIZADEH, M.; PEIGHAMBARDoust, S. J.; FOROUTAN, R. Efficacious adsorption of divalent nickel ions over sodium alginate-g-poly(acrylamide)/hydrolyzed Luffa cylindrica-CoFe₂O₄ bionanocomposite hydrogel. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 254, 1 jan. 2024.
- ALSHAAER, M. Synthesis and characterization of self-healing geopolymer composite. **Construction and Building Materials**, v. 245, p. 118432, 2020.
- ANBUKARASI, K.; KALAISELVAM, S. Study of effect of fibre volume and dimension on mechanical, thermal, and water absorption behaviour of luffa reinforced epoxy composites. **Materials and Design**, v. 66, n. PA, p. 321–330, 5 fev. 2015.
- ANDHARE, D. D. *et al.* Structural and Chemical Properties of ZnFe₂O₄ Nanoparticles Synthesised by Chemical Co-Precipitation Technique. **Journal of Physics: Conference Series**, v. 1644, n. 1, 2020.

ANDRADE, L. R. S. *et al.* Application of TiO₂ nanoplates anatase [001] impregnated on *Luffa Cylindrica* for biostimulation of biogas production from cassava wastewater. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, v. 48, 1 mar. 2023.

ASHOK, A. *et al.* Magnetically recoverable Mg substituted zinc ferrite nanocatalyst for biodiesel production: Process optimization, kinetic and thermodynamic analysis. **Renewable Energy**, v. 163, p. 480–494, 1 jan. 2021.

ASHOK, A.; KENNEDY, L. J. Magnetically Separable Zinc Ferrite Nanocatalyst for an Effective Biodiesel Production from Waste Cooking Oil. **Catalysis Letters**, v. 149, n. 12, p. 3525–3542, 1 dez. 2019.

BASAK, M. *et al.* The use of X-ray diffraction peak profile analysis to determine the structural parameters of cobalt ferrite nanoparticles using Debye-Scherrer, Williamson-Hall, Halder-Wagner and Size-strain plot: Different precipitating agent approach. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 895, 25 fev. 2022.

BERNARD, O. Adsorption of Iron (II) from Textile Industry Effluent using *Luffa Cylindrica*. **Moroccan Journal of Chemistry**, v. 1, p. 127–137, 2022.

CHAHAR, D. *et al.* Photocatalytic activity of cobalt substituted zinc ferrite for the degradation of methylene blue dye under visible light irradiation. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 851, 15 jan. 2021.

CHEN, Y. *et al.* Effect of fiber surface treatment on structure, moisture absorption and mechanical properties of luffa sponge fiber bundles. **Industrial Crops and Products**, v. 123, p. 341–352, 1 nov. 2018.

DA SILVA, A. L. *et al.* Synthesis of the ZnO-Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe₂O₄-Fe₂O₃ magnetic catalyst in pilot-scale by combustion reaction and its application on the biodiesel production process from oil residual. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 13, n. 11, p. 7665–7679, 1 nov. 2020.

DANIEL-MKPUME, C. C. *et al.* Effect of *Luffa cylindrica* fiber and particulate on the mechanical properties of epoxy. **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 102, n. 9–12, p. 3439–3444, 2019.

DIN, M. I. *et al.* Green synthesis of zinc ferrite nanoparticles for photocatalysis of methylene blue. **International Journal of Phytoremediation**, v. 22, n. 13, p. 1440–1447, 9 nov. 2020.

DE SOUZA, F. G. *et al.* Conducting and magnetic mango fibers. **Industrial Crops and Products**, v. 68, p. 97–104, 1 jun. 2015.

FEOFILOVA, E. P.; MYSYAKINA, I. S. Lignin: Chemical structure, biodegradation, and practical application (a review). **Applied Biochemistry and Microbiology**, v. 52, n. 6, p. 573–581, 2016.

HAZRA, S.; GHOSH, N. N. Preparation of nanoferrites and their applications. **Journal of Nanoscience and Nanotechnology**, v. 14, n. 2, p. 1983–2000, 2014.

HEINZE, T. Cellulose: Structure and properties. **Advances in Polymer Science**, v. 271, p. 1–52, 2015.

HOUBI, A. *et al.* Microwave absorbing properties of ferrites and their composites: A review. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 529, n. September 2020, p. 167839, 2021.

IGHALO, J. O. *et al.* Evaluation of *Luffa cylindrica* fibres in a biomass packed bed for the treatment of fish pond effluent before environmental release. **Sustainable Water Resources Management**, v. 6, n. 6, p. 1–11, 2020.

KALUSURAMAN, G. *et al.* Evaluation of surface pre-treatments on the surface characteristics modifications in sponge gourd (*Luffa Cylindrica*) fibers. **Materials Research Express**, v. 6, n. 9, 24 jul. 2019.

KESRAOUI, A.; BOUZAABIA, S.; SEFFEN, M. The combination of *Luffa* cylindrical fibers and metal oxides offers a highly performing hybrid fiber material in water decontamination. **Environmental Science and Pollution Research**, v. 26, n. 12, p. 11524–11534, 2019.

KUMAR, M. *et al.* Review on magnetic nanoferrites and their composites as alternatives in waste water treatment: Synthesis, modifications and applications. **Environmental Science: Water Research and Technology**, v. 6, n. 3, p. 491–514, 2020.

LATIF, S. *et al.* Development of zinc ferrite nanoparticles with enhanced photocatalytic performance for remediation of environmentally toxic pharmaceutical waste diclofenac sodium from wastewater. **Environmental Research**, v. 216, 1 jan. 2023.

LI, S. *et al.* Structure and magnetic properties of coprecipitated nickel-zinc ferrite-doped rare earth elements of Sc, Dy, and Gd. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics**, v. 32, n. 10, p. 13511–13526, 1 maio 2021.

LIMA, E. S. *et al.* Zinc ferrite nanoparticles via coprecipitation modified method: Glycerol as structure directing and stabilizing agent. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, v. 30, n. 4, p. 882–891, 2019.

MAHMOOD, Z. *et al.* Lignin as Natural Antioxidant Capacity. **Lignin - Trends and Applications**, 2018.

MAPOSSA, A. B.; MELO COSTA, A. C. F. M. INFLUÊNCIA DO POTENCIAL ZETA E PH NA ATIVIDADE CATALÍTICA DE FERRITAS NiFe_2O_4 E ZnFe_2O_4 PARA OBTENÇÃO DE BIODIESEL POR REAÇÃO DE ESTERIFICAÇÃO VIA ROTA METÁLICA. [s.l: s.n.]. Disponível em: <<https://www.researchgate.net/publication/317729857>>.

MARTINEZ-PAVETTI, M. B. *et al.* Study on two eco-friendly surface treatments on *Luffa cylindrica* for development of reinforcement and processing materials. **Journal of Materials Research and Technology**, v. 14, p. 2420–2427, 2021.

MOHANTA, N.; ACHARYA, S. K. Fiber surface treatment: Its effect on structural, thermal, and mechanical properties of *Luffa cylindrica* fiber and its composite. **Journal of Composite Materials**, v. 50, n. 22, p. 3117–3131, 1 set. 2016.

NADAROGLU, H.; CICEK, S.; GUNGOR, A. A. Removing Trypan blue dye using nano-Zn modified *Luffa* sponge. **Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, v. 172, p. 2–8, 5 fev. 2017.

NADHIYA, D. *et al.* Influence of Cu^{2+} substitution on the structural, optical, magnetic, and antibacterial behaviour of zinc ferrite nanoparticles. **Journal of Saudi Chemical Society**, v. 27, n. 5, 1 set. 2023.

NASRIN, S.; CHOWDHURY, F. U. Z.; HOQUE, S. M. Study of hyperthermia temperature of manganese-substituted cobalt nano ferrites prepared by chemical co-precipitation method for biomedical application. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 479, n. November 2018, p. 126–134, 2019.

OGUNNIYI, S. *et al.* Removal of phenol from wastewater using *Luffa cylindrica* fibers in a packed bed column: Optimization, isotherm and kinetic studies. **Heliyon**, v. 10, n. 4, p. e26443, fev. 2024.

OUN, A. A. *et al.* Development of fast and high-efficiency sponge-gourd fibers (*Luffa cylindrica*)/hydroxyapatite composites for removal of lead and methylene blue. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 14, n. 8, p. 103281, 2021.

PATADE, S. R. *et al.* Preparation and characterisations of magnetic nanofluid of zinc ferrite for hyperthermia. **Nanomaterials and Energy**, v. 9, n. 1, p. 8–13, 13 fev. 2020.

PREMALATHA, N. *et al.* Structural and Thermal Properties of Chemically Modified *Luffa Cylindrica* Fibers. **Journal of Natural Fibers**, v. 18, n. 7, p. 1038–1044, 2021.

PSARRA, E.; PAPANICOLAOU, G. C. *Luffa Cylindrica* as a durable biofiber reinforcement for epoxy systems. **Composites Science and Technology**, v. 203, p. 108597, 2021.

PUSPITASARI, P. *et al.* Effects of various sintering conditions on the structural and magnetic properties of zinc ferrite (ZnFe_2O_4). **Materials Research**, v. 24, n. 1, 2021.

RACHNA; SINGH, N. B.; AGARWAL, A. Preparation, Characterization, Properties and Applications of nano Zinc Ferrite. **Materials Today: Proceedings**, v. 5, n. 3, p. 9148–9155, 2018.

SAHLI, M. *et al.* Development, characterization and photocatalytic study of biocomposites based on PTFE, TiO_2 and *Luffa Cylindrica* fibers. **Materials Chemistry and Physics**, v. 301, 1 jun. 2023.

SALIMI, M. *et al.* Production of activated biochar from *Luffa cylindrica* and its application for adsorption of 4-Nitrophenol. **Journal of Environmental Chemical Engineering**, v. 9, n. 4, p. 105403, 2021.

SASAN NARKESABAD, Z.; RAFIEE, R.; JALILNEJAD, E. Experimental study on evaluation and optimization of heavy metals adsorption on a novel amidoximated silane functionalized *Luffa cylindrica*. **Scientific Reports**, v. 13, n. 1, 1 dez. 2023.

SATHIYAMURTHY, K. *et al.* Electrochemical and Magnetic Properties of Zinc Ferrite Nanoparticles through Chemical Co-Precipitation Method. **Chemical Data Collections**, v. 28, 1 ago. 2020.

SOUZA, F. G. *et al.* Methodology for determination of magnetic force of polymeric nanocomposites. **Polymer Testing**, v. 32, n. 8, p. 1466–1471, 2013.

SUR, S.; TYAGI, P. K.; JHA, S. K. Flash sintering improves magnetic properties of spinel zinc ferrite. **Scripta Materialia**, v. 236, 1 nov. 2023.

TAMBOLI, Q. Y. *et al.* Green Synthesis of Cobalt Ferrite Nanoparticles: An Emerging Material for Environmental and Biomedical Applications. **Journal of Nanomaterials Hindawi Limited**, , 2023.

TATARCHUK, T. *et al.* Green synthesis, structure, cations distribution and bonding characteristics of superparamagnetic cobalt-zinc ferrites nanoparticles for Pb(II) adsorption and magnetic hyperthermia applications. **Journal of Molecular Liquids**, v. 328, 2021.

TATARCHUK, T. *et al.* Synthesis, morphology, crystallite size and adsorption properties of nanostructured Mg–Zn ferrites with enhanced porous structure. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 819, 5 abr. 2020.

YANG, Q. *et al.* Synthesis of Fe₃O₄/Pr–BiOCl/Luffa composites with enhanced visible light photoactivity for organic dyes degradation. **Materials Research Bulletin**, v. 106, n. June, p. 409–417, 2018.