

SÍNTESE E AVALIAÇÃO ESTRUTURAL DE HIDROGÉIS DE PVA COM DOPAGEM DE PONTOS DE CARBONO VIA MÉTODO *FREEZE-THAW*

Tiago Souza Emilio¹

tiago.emilio26@gmail.com

Fatec-SP, Faculdade de Tecnologia de São Paulo

Davinson Mariano da Silva

davinson@fatecsp.br

Fatec-SP, Faculdade de Tecnologia de São Paulo

1. INTRODUÇÃO

Os hidrogéis são materiais poliméricos tridimensionais capazes de reter grandes quantidades de água sem perder a integridade estrutural, devido à presença de ligações cruzadas físicas ou químicas em sua matriz [1]. Entre os diversos polímeros utilizados na formação de hidrogéis, o poli(álcool vinílico) (PVA) destaca-se por sua biocompatibilidade, baixa toxicidade, estabilidade química e facilidade de processamento, o que o torna um material promissor em aplicações que vão desde engenharia de tecidos e liberação controlada de fármacos até sensores e dispositivos optoeletrônicos [1,2].

A estrutura do hidrogel de PVA pode ser obtida por diferentes rotas sintéticas, sendo o método *freeze-thaw* um dos mais utilizados por dispensar agentes químicos de reticulação e produzir redes físicas estáveis por meio de ligações de hidrogênio e cristalização parcial do polímero [1]. Nesse processo, ciclos sucessivos de congelamento e descongelamento promovem a reorganização das cadeias poliméricas, aumentando a

rigidez e a viscosidade do material formado. Entretanto, as propriedades finais do hidrogel dependem diretamente de fatores como concentração de PVA, número de ciclos de *freeze-thaw*, temperatura empregada e presença de aditivos ou nanomateriais.

Nos últimos anos, a incorporação de nanomateriais de carbono em hidrogéis tem despertado crescente interesse devido ao seu potencial para modular propriedades mecânicas, elétricas e ópticas desses sistemas [5]. Em especial, os pontos quânticos de

grafeno (PQGs) têm se destacado como uma classe promissora de nanomateriais baseados em carbono devido à sua biocompatibilidade, estabilidade química e fotoluminescência ajustável [6]. Estudos recentes indicam que a presença de nanocarbonos pode influenciar a formação de domínios cristalinos em redes de PVA, alterando a sua viscosidade, transparência e resposta óptica [1]. Assim, a combinação de PVA com PQGs representa uma estratégia interessante para o desenvolvimento de hidrogéis funcionais com possíveis aplicações em fotônica, sensores ópticos e dispositivos optoeletrônicos.

Nesse contexto, hidrogéis baseados em PVA dopados com nanocarbonos têm se mostrado plataformas versáteis para ajuste estrutural e funcional, especialmente quando sintetizados por rotas de baixo custo e baixa toxicidade, características desejáveis em aplicações tecnológicas emergentes. Desse modo, este trabalho investiga a formação de hidrogéis de PVA obtidos pelo método *freeze-thaw* em diferentes concentrações e dopados com PQGs sintetizados a partir de sacarose, avaliando a influência da dopagem na viscosidade e nas propriedades ópticas do material. Além de contribuir para a compreensão dos mecanismos de interação entre PQGs e matrizes poliméricas, os resultados desta pesquisa exploratória podem subsidiar futuras aplicações em dispositivos fotônicos baseados em materiais híbridos polímero-nanocarbono.

2. METODOLOGIA

Os PQGs foram sintetizados por carbonização de sacarose, utilizando uma rota simples baseada em ácido sulfúrico [7]. Inicialmente, 25 g de açúcar refinado foram dissolvidos em 50 mL de água destilada sob aquecimento a 70 °C e agitação constante. Em seguida, 8 mL de ácido sulfúrico (H_2SO_4) foram adicionados lentamente à solução, promovendo a desidratação e carbonização do açúcar, evidenciada pela mudança gradual de coloração da solução para marrom-escuro. Após 1 hora de reação, o material resultante foi filtrado a vácuo três vezes, realizando-se lavagem com etanol para remoção do excesso de ácido. O sólido obtido foi seco e posteriormente redisperso em água destilada para utilização como dopante.

Soluções aquosas de PVA ($M = 72.000$ g/mol) foram preparadas em três concentrações: 2% m/m, 10% m/m e 10% m/m com adição de PQGs. Em cada preparação, 50 mL de água destilada foram aquecidos a aproximadamente 90 °C sob agitação magnética. Em seguida, a massa correspondente de PVA foi adicionada gradualmente até completa dissolução: 1,00 g (2%), 5,00 g (10%) e 5,00 g + 0,60 g de PQGs (10% + PQGs). Após a homogeneização, as soluções foram submetidas ao método *freeze-thaw*, utilizando-se três ciclos sucessivos de congelamento e descongelamento, consistindo em armazenamento em baixa temperatura seguido de retorno à temperatura ambiente, com o objetivo de promover a formação de ligações físicas entre as cadeias de PVA e consequentemente estruturar o hidrogel.

A caracterização preliminar dos hidrogéis foi realizada de forma qualitativa por inspeção visual e resposta óptica. A viscosidade aparente foi avaliada comparando-se a fluidez das amostras após o terceiro ciclo de *freeze-thaw*. Além disso, utilizou-se um laser de diodo de 532 nm para verificar a luminescência característica dos PQGs inseridos no hidrogel.

3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os hidrogéis obtidos apresentaram comportamento distinto conforme a

concentração de PVA empregada. A amostra com 2% m/m de PVA resultou em uma solução viscosa e fluida, sem formação de estrutura tridimensional estável, indicando que essa concentração é insuficiente para promover ligações intermoleculares capazes de sustentar uma rede polimérica contínua. Em contraste, a solução contendo 10% m/m de PVA apresentou aumento significativo de viscosidade após os ciclos de *freeze-thaw*, caracterizando a formação efetiva do hidrogel.

A amostra contendo 10% m/m de PVA dopada com PQGs também apresentou formação de hidrogel, porém com viscosidade inferior quando comparada ao hidrogel de PVA puro. Além disso, observou-se coloração âmbar devido à presença dos PQGs dispersos na matriz polimérica. Esse comportamento sugere que os pontos quânticos interferem no processo de reorganização das cadeias de PVA durante os ciclos de *freeze-thaw*, possivelmente reduzindo a densidade de ligações físicas e a formação de domínios cristalinos, o que justificaria a diminuição da viscosidade. Tendência semelhante foi relatada em sistemas poliméricos modificados com nanocarbonos, onde a interação entre nanopartículas e a matriz altera o empacotamento das cadeias e sua cristalinidade [1,6].

A Figura 1 mostra o hidrogel sob excitação com um laser de 523 nm. É possível observar uma emissão fluorescente amarelada, característica da presença dos PQG no hidrogel.

Os resultados obtidos indicam que a formação do hidrogel depende diretamente da concentração de PVA, sendo necessária uma concentração mínima em torno de 10% m/m para garantir uma rede tridimensional estável via *freeze-thaw*.



Figura 1 – Hidrogel 10% + grafeno sob excitação com laser de 532 nm.

4. CONCLUSÕES

Os resultados demonstraram que a formação do hidrogel de PVA pelo método *freeze-thaw* depende diretamente da concentração polimérica, sendo necessária uma concentração mínima de 10% m/m para obtenção de uma rede tridimensional estável. A adição de PQGs resultou na formação de um hidrogel com menor viscosidade. Como perspectiva futura, este sistema híbrido apresenta potencial para aplicação em dispositivos fotônicos macios e sensores ópticos, além de possibilitar a modulação controlada de propriedades mecânicas e estruturais por meio da dopagem com nanocarbonos.

REFERÊNCIAS

[1] Huanxin Huo et al.,. A tough and robust hydrogel constructed through carbon dots

induced crystallization domains integrated orientation regulation, **Nature Communications**, 16, 6221, 2025.

- [2] Enas M. Ahmed. Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review, **Cairo University Journal of Advanced Research**, 6, 105, 2015.
- [3] ROCHA, Ana Paula de Mello et. Al., Synthesis of Nitrogen-Doped Graphene Quantum Dots from Sucrose Carbonization, **Applied Sciences**, v. 12, n. 17, p. 8686, 2022.

AGRADECIMENTOS

Eu dedico meus agradecimentos ao CNPQ pela bolsa de Iniciação Científica e à FATEC-SP por disponibilizar as instalações e equipamentos que possibilitaram a realização deste projeto.

¹ Tiago Souza Emilio aluno de IC com bolsa CNPq.