

UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE – UNESC

ENGENHARIA QUÍMICA

ANA CAROLINA FELTRIN

**DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA PARA ANÁLISE DO
EFEITO ANTIMICROBIANO EM REVESTIMENTOS CERÂMICOS COM EFEITO
FOTOCATALÍTICO**

CRICIÚMA

2016

ANA CAROLINA FELTRIN

**DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA PARA ANÁLISE DO
EFEITO ANTIMICROBIANO EM REVESTIMENTOS CERÂMICOS COM EFEITO
FOTOCATALÍTICO**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado para obtenção do grau de Engenheira Química no curso de Engenharia Química da Universidade do Extremo Sul Catarinense, UNESC.

Orientador: Prof. Dr. Elidio Angioletto

CRICIÚMA

2016

ANA CAROLINA FELTRIN

**DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA PARA ANÁLISE DO
EFEITO ANTIMICROBIANO EM REVESTIMENTOS CERÂMICOS COM EFEITO
FOTOCATALÍTICO**

Trabalho de Conclusão de Curso aprovado pela Banca Examinadora para obtenção do Grau de Engenheiro Químico no Curso de Engenharia Química da Universidade do Extremo Sul Catarinense, UNESC, com Linha de Pesquisa em Procedimentos e Análises.

Criciúma, 01 de dezembro de 2016.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Elidio Angioletto - UNESC - Orientador

Eng. Angela Waterkemper – Eliane S/A Revestimentos Cerâmicos

Prof. Dr. Adriano Michael Bernardin - UNESC

AGRADECIMENTOS

Agradeço a minha família que me deu suporte em momentos difíceis, a meus colegas, amigos e namorado, que passaram pelas dificuldades ao meu lado, sempre participando e contribuindo para que tudo desse certo.

Aos professores que com sabedoria contribuíram para que eu pudesse chegar até aqui. Em especial ao Prof. Dr. Adriano Michael Bernardin, por aceitar o convite e estar presente neste dia especial, e ao meu orientador Prof. Dr. Elidio Angioletto, que me acolheu durante mais de três anos em projetos de pesquisa e mais um semestre no TCC, pois durante nosso convívio ele não me passou apenas aprendizado técnico, mas também moral.

À empresa Eliane S/A Revestimento Cerâmicos pelo suporte e confiança na realização do trabalho, principalmente à Angela Waterkemper e aos colaboradores do DETEC que me acolheram neste tempo que convivemos.

“O cientista não é quem fornece as verdadeiras respostas; é quem faz as verdadeiras perguntas. ” (Claude Levi-Strauss)

RESUMO

Materiais de construção tratados com óxidos fotocatalíticos vêm sendo muito estudados, pois quando irradiados por fótons, apresentam funções como decomposição de contaminantes do ar e da água, ação antibacteriana e autolimpante, desodorização de ambientes, entre outros. O presente estudo tem como foco as características de um fotocatalisador a base de dióxido de titânio e prata como agente antibacteriano, e consiste na determinação de um padrão para análises antimicrobianas em revestimentos cerâmicos cobertos com uma fina película fotocatalítica. O procedimento é baseado na norma ISO 27447, com o intuito de documentar uma metodologia para ser utilizada no laboratório de controle de qualidade de uma empresa de revestimentos cerâmicos da região, além de obter resultados quanto ao potencial antimicrobiano da película fotocatalítica de quatro diferentes revestimentos cerâmicos produzidos pela empresa. Os resultados foram positivos quanto a atividade antimicrobiana das peças com superfície fotocatalítica quando expostas ou não a irradiação ultravioleta, sendo que, nas peças não irradiadas o efeito antimicrobiano foi atribuído a prata, metal muito conhecido por suas propriedades bactericidas. O método utilizado para mensurar o efeito antimicrobiano se mostrou confiável, mas algumas peças mesmo sem fotocatalisador apresentaram este efeito durante os testes.

Palavras-chave: Revestimentos cerâmicos. Padronização de metodologia antimicrobiana. Superfície fotocatalítica. Potencial antimicrobiano.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Mercado global de produtos fotocatalíticos de 2007 a 2014 em milhões de dólares.	21
Figura 2 – Mecanismo de oxidação de um processo fotocatalítico.	23
Figura 3 – Subdivisão do espectro da radiação UV.	26
Figura 4 – Degradação do TiO ₂ em superfícies: íons em ordem crescente.	28
Figura 5 – Representação esquemática do processo de autolimpeza em a) superfície hidrofílica e b) superfície hidrofóbica.	33
Figura 6 – Fluxograma representativo das ações realizadas para os testes antimicrobianos.	34
Figura 7 – Padrão do corpo de prova.	35
Figura 8 – Representação dos corpos de provas utilizados no teste.	36
Figura 9 – Peças rejuntadas com rejunte normal e antimicrobiano.	39
Figura 10 - Câmara de Neubauer.	43
Figura 11 - Representação dos 5 subquadrantes da Câmara de Neubauer.	44
Figura 12 - Posicionamento das peças para irradiação UVA.	46
Figura 13 - Representação da disposição das peças em estufa sob irradiação uv.	47
Figura 14 – Representação das colônias.	48
Figura 15 - Número de células sobreviventes do microrganismo <i>S. aureus</i> com exposição UV - Referência 1.	55
Figura 16 - Número de células sobreviventes do microrganismo <i>E. coli</i> com exposição UV - Referência 1.	56
Figura 17 – Número de células sobreviventes do microrganismo <i>S. aureus</i> sem exposição UV - Referência 1.	57
Figura 18 – Número de células sobreviventes do microrganismo <i>E. coli</i> sem exposição UV - Referência 1.	57
Figura 19 – Número de células sobreviventes do microrganismo <i>S. aureus</i> com exposição UV – Referência 2.	59
Figura 20 – Número de células sobreviventes do microrganismo <i>E. coli</i> com exposição UV – Referência 2.	59
Figura 21 – Número de células sobreviventes do microrganismo <i>S. aureus</i> sem exposição UV – Referência 2.	60

Figura 22 – Número de células sobreviventes do microrganismo E. coli sem exposição UV – Referência 2.....	61
Figura 23 – Número de células sobreviventes do microrganismo S. aureus com exposição UV – Referência 3.....	62
Figura 24 – Número de células sobreviventes do microrganismo E. coli com exposição UV – Referência 3.....	63
Figura 25 – Número de células sobreviventes do microrganismo S. aureus sem exposição UV – Referência 3.....	64
Figura 26 – Número de células sobreviventes do microrganismo E. coli sem exposição UV – Referência 3.....	65
Figura 27 – Número de células sobreviventes do microrganismo S. aureus com exposição UV – Referência 4.....	66
Figura 28 – Número de células sobreviventes do microrganismo E. coli com exposição UV – Referência 4.....	67
Figura 29 – Número de células sobreviventes do microrganismo S. aureus sem exposição UV – Referência 4.....	68
Figura 30 – Número de células sobreviventes do microrganismo E. coli sem exposição UV – Referência 4.....	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição do meio de cultura Ágar nutriente.....	40
Tabela 2 – Composição do meio de cultura Meio nutriente.	41
Tabela 3 – Composição do meio de cultura SCDLP.	42
Tabela 4 – Tabela parcial dos coeficientes t de student.....	51
Tabela 5 – Resultado da contagem de células dos microrganismos.....	52
Tabela 6 – Validação do teste para o microrganismo S. aureus.	53
Tabela 7 – Validação do teste para o microrganismo E. coli.....	53
Tabela 8 – Valores do coeficiente R_L para o microrganismo S. aureus.....	69
Tabela 9 – Valores do coeficiente R_L para o microrganismo E. coli.	70
Tabela 10 – Comparação entre os resultados das peças sem tratamento.	71
Tabela 11 – Comparação entre os resultados das peças com rejunte simples.....	72
Tabela 12 – Comparação entre os resultados das peças com rejunte antimicrobiano.	72
Tabela 13 – Comparação entre os resultados das peças com lavagem de água.	73
Tabela 14 – Comparação entre os resultados das peças com lavagem de detergente.	74
Tabela 15 – Comparação entre os resultados das peças com lavagem de pasta cristal.	74

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Reações envolvidas no processo de fotocatalise.	24
Quadro 2 – Aplicações comerciais de fotocatalisadores ativados com luz solar.....	29
Quadro 3 – Tipos de amostras com e sem película fotocatalítica.	35
Quadro 4 – Descrição das amostras.	38

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AGC	Peças com fotocatalisador lavadas com água
AGS	Peças sem fotocatalisador lavadas com água
DC	Peças com fotocatalisador lavadas com detergente
DNA	Ácido desoxirribonucleico
DS	Peças sem fotocatalisador lavadas com detergente
<i>E.c.</i>	<i>Escherichia coli</i>
ISO	Organização Internacional para padronização
NC	Peças com fotocatalisador (branco)
NS	Peças sem fotocatalisador (branco)
P	Eliminação parcial de células
PCC	Peças com fotocatalisador lavadas com pasta cristal
PCS	Peças sem fotocatalisador lavadas com pasta cristal
POA	Processos Oxidativos Avançados
RAC	Peças com fotocatalisador rejuntadas com rejunte antimicrobiano
RAS	Peças sem fotocatalisador rejuntadas com rejunte antimicrobiano
RC	Peças com fotocatalisador rejuntadas com rejunte simples
RS	Peças sem fotocatalisador rejuntadas com rejunte simples
<i>S.a.</i>	<i>Staphylococcus aureus</i>
UFC	Unidades Formadoras de Colônia
UV	Ultravioleta
X	Eliminação total de células

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS.....	16
2.1 GERAL	16
2.2 ESPECÍFICOS	16
3 REFERENCIAL TEÓRICO.....	17
3.1 REVESTIMENTOS CERÂMICOS	17
3.1.1 Cerâmicas avançadas	18
3.1.2 Mercado.....	18
3.2 PROLIFERAÇÃO MICROBIANA.....	19
3.3 FOTOCATALISADORES	19
3.3.1 Mercado dos fotocatalisadores.....	21
3.4 PROCESSOS OXIDATIVOS AVANÇADOS	21
3.4.1 Fotocatálise Heterogênea.....	22
3.4.2 Mecanismo de reação	24
3.4.3 Eficiência do processo	25
3.4.4 Aplicação da camada fotocatalítica.....	25
3.4.4.1 Quantidade de fotocatalisador e sua influência.....	25
3.4.5 Luz ultravioleta	25
3.4.5.1 Intensidade Luminosa	26
3.4.5.2 Aproveitamento da radiação solar	27
3.4.6 Umidade	27
3.4.7 Substâncias interferentes.....	27
3.4.8 Uso dos materiais fotocatalíticos	28
3.5 O DIÓXIDO DE TITÂNIO	29
3.5.1 Estrutura	30

3.5.2 Incorporação de prata no fotocatalisador de TiO₂	31
3.5.3 Prata: material antimicrobiano	31
3.6 ISO 27447	32
3.7 PROPRIEDADES AUTOLIMPANTES.....	32
4 METODOLOGIA	34
4.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL.....	34
4.2 CORPOS DE PROVA	35
4.2.1 Monoporosa Brilhante	36
4.2.2 Monoporosa Acetinada	37
4.2.3 Porcelanato Técnico	37
4.2.4 Porcelanato Esmaltado	37
4.3 TRATAMENTO DAS PEÇAS	37
4.3.1. Rejunte simples e antimicrobiano	38
4.3.2 Água	39
4.3.3 Detergente	39
4.3.4 Pasta cristal	40
4.4 MEIOS DE CULTURA	40
4.4.1 Ágar Nutriente	40
4.4.2 Meio Nutriente	41
4.4.3 Meio Nutriente 1/500 NB	42
4.4.4 Caldo Digestivo de Caseína de Soja (SCDLP)	42
4.5 CONTAGEM DE CÉLULAS	43
4.6 INOCULAÇÃO SOB IRRADIAÇÃO UV	45
4.6.1 Disposição das peças	46
4.7 CONTAGEM DE CÉLULAS SOBREVIVENTES	47
4.8 CONTAGEM DE CÉLULAS PÓS EXPOSIÇÃO	48
4.9 VALIDAÇÃO DO TESTE	49

4.10 CÁLCULOS PARA VALIDAÇÃO DA NORMA.....	49
4.11 CÁLCULO DO ERRO.....	50
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
5.1 CONTAGEM DE CÉLULAS INOCULADAS	52
5.2 RESULTADO DE VALIDAÇÃO DO TESTE	52
5.3 CONTAGEM DE CÉLULAS SOBREVIVENTES	53
5.3.1 Monoporosa Acetinada – Referência 1.....	54
5.3.1.1 Com irradiação UV	54
5.3.1.2 Sem irradiação UV	56
5.3.2 Monoporosa Brilhante – Referência 2	58
5.3.2.1 Com irradiação UV	58
5.3.2.2 Sem irradiação UV	60
5.3.3 Porcelanato Técnico – Referência 3	62
5.3.3.1 Com irradiação UV	62
5.3.3.2 Sem irradiação UV	64
5.3.4 Porcelanato Esmaltado – Referência 4.....	65
5.3.4.1 Com irradiação UV	66
5.3.4.2 Sem irradiação UV	67
5.4 COEFICIENTE DE ATIVIDADE ANTIMICROBIANA.....	69
5.6 CONFIABILIDADE ESTATÍSTICA DO MÉTODO	70
6 CONSIDERAÇÕES FINAIS	75
7 REFERÊNCIAS.....	76

1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento de materiais com propriedades antimicrobianas é cada vez mais motivado pelo mercado por ser elemento de interesse social voltado à saúde dos seres humanos. Segundo Verdier et al. (2014), no mundo todo, mais de 30% das residências são contaminadas por microrganismos que trazem malefícios à saúde humana.

Estes microrganismos podem produzir contaminantes como esporos causadores de alergias, toxinas e outros metabólitos que podem contribuir para uma diminuição da qualidade do ar em ambientes fechados.

O resultado social deste problema é impactante: nos Estados Unidos estima-se que mais de 4,5 milhões de pessoas possuam asma devido à exposição sofrida ao longo dos anos aos microrganismos, e isso custa aproximadamente 3,5 bilhões de dólares por ano para a economia atual (VERDIER et al. 2014).

A garantia de ambientes sem agentes como bactérias, fungos e outros patogênicos é importante, e necessária principalmente em lugares como hospitais, hotéis e cozinhas, onde a assepsia é essencial para evitar contaminações e infecções.

Deste modo, conforme cita Noguera et al. (2011), nos últimos anos têm surgido diversos produtos com propriedades antimicrobianas como vidros, cerâmicas, plásticos, produtos têxteis, tintas, etc.

No ramo dos revestimentos cerâmicos as tecnologias que agregam propriedades antimicrobianas são muito estudadas, pois apesar deste material ser facilmente limpo e desinfetado por produtos de limpeza, entre uma higienização e outra os microrganismos podem se desenvolver o suficiente para apresentar riscos à saúde humana (TNS, 2016).

A partir desta vertente, cria-se a necessidade de garantir que os materiais utilizados para estes fins possuam verificação e certificação de sua atividade antimicrobiana, pois nos processos industriais modernos há grande exigência de reprodutibilidade das propriedades dos produtos, o que implica em desenvolvimento e aplicação de metodologias de mensuração. Para diversas propriedades,

metodologias de análises já se encontram bem estabelecidas e normatizadas, enquanto outros procedimentos devem ainda ser desenvolvidos ou implantados.

Com o desafio oportunizado pela inserção de uma nova linha de produtos com propriedades antimicrobianas, novas metodologias devem ser estabelecidas nos laboratórios de controle de qualidade nas empresas do ramo de revestimentos cerâmicos. Em função disso, buscou-se na literatura metodologias adequadas para esses testes para que fosse possível executá-las com os equipamentos e dispositivos disponíveis.

Um novo produto de uma empresa cerâmica da região possui potencial antimicrobiano a partir de material fotocatalisador à base de dióxido de titânio e prata aderido em sua superfície, o qual será testado utilizando metodologia baseada na norma ISO 27447 – Método de Ensaio para Atividade Antimicrobiana de Materiais Fotocatalíticos Semicondutores.

Como resultado, espera-se estabelecer um processo de análise que seja confiável e reprodutível de forma a assegurar à empresa produtora, à cadeia de vendas e aos consumidores finais a qualidade de seu produto, além de conferir a eficácia antimicrobiana do produto.

2 OBJETIVOS

2.1 GERAL

Desenvolver e validar metodologia para avaliar o efeito de um fotocatalisador a base de dióxido de titânio e prata como agente antimicrobiano em cerâmicas utilizadas para revestimento como porcelanato técnico e esmaltado e monoporosas com acabamento acetinado e brilhante.

2.2 ESPECÍFICOS

- Descrever metodologia para análise de atividade antimicrobiana em revestimentos cerâmicos com superfície fotocatalítica baseada na ISO 27447.
- Avaliar a atividade antimicrobiana de placas cerâmicas de porcelanato técnico e esmaltado e monoporosas com acabamento acetinado e brilhante com e sem fotocatalisador.
- Analisar se há interferência no efeito antimicrobiano das peças cerâmicas contendo fotocatalisador à base de dióxido de titânio quando em contato com materiais utilizados para rejunte.
- Analisar se há interferência no efeito antimicrobiano das peças cerâmicas contendo fotocatalisador à base de dióxido de titânio quando em contato com materiais de limpeza.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 REVESTIMENTOS CERÂMICOS

O segmento de revestimentos cerâmicos engloba a produção de materiais em formato de placas usados na construção civil com finalidade de revestir ambientes tanto industriais como residenciais, comerciais ou públicos, podendo ser chamados comercialmente como pastilha, porcelanato, grês, lajota, piso, entre outros (CABRAL JUNIOR et al., 2010).

As principais características destes materiais de construção são: durabilidade, valorização estética, resistência a produtos químicos, facilidade na limpeza, pouca manutenção, melhoria de estanqueidade e vedação, maior conforto térmico e acústico, valorização do imóvel, etc.

Estes materiais podem ainda ter características antimicrobianas conferidas por diversos processos, entre os quais a aderência de metais com propriedades bactericidas ou óxidos fotocatalisadores em sua superfície. Nos metais, o efeito antimicrobiano é conferido pela característica oligodinâmica, e nos óxidos pela reação de fotocatalise.

Conforme cita Foster et al. (2010), misturas de fotocatalisador e metal são adicionadas à superfície de revestimentos cerâmicos em forma de películas finas, a fim de conferir a este material propriedades antimicrobianas, antifúngicas, autolimpante entre outras. O foco deste estudo é voltado para a mensuração das propriedades antimicrobianas.

De acordo com Verdier et al. (2014), um dos fatores que mais contribui para o crescimento microbiano em materiais de construção como os revestimentos cerâmicos, é a água superficial disponível para os microrganismos. Ou seja, em ambientes com maior umidade relativa, o crescimento de fungos e bactérias é mais acentuado.

No ramo cerâmico, os parâmetros que promovem a absorção de água são a porosidade e a rugosidade. Além da água, estes parâmetros também favorecem a

fixação de componentes nutrientes carregados pelo ar que podem ficar retidos nos materiais (VERDIER et al., 2014).

3.1.1 Cerâmicas avançadas

As cerâmicas avançadas são também chamadas de cerâmicas especiais ou técnicas. Elas exibem boas propriedades mecânicas, resistência à oxidação e corrosão e propriedades elétricas, ópticas e/ou magnéticas. Enquanto as cerâmicas tradicionais vêm sendo usadas a mais de 25.000 anos, as cerâmicas avançadas vêm sendo desenvolvidas nos últimos 100 anos (CARTER; NORTON, 2007).

Rödel et al. (2009) explicam que:

O desenvolvimento da cerâmica com propriedades melhoradas abriu um número crescente de aplicações mais exigentes. No entanto, há uma série de questões a serem tratadas como sistemas mais inovadores e multifuncionais como tecnologias de fabricação mais acessíveis, estudos de desempenho em nível de sistema, confiabilidade do sistema, durabilidade do produto e custo total do processo. Isso garantirá a competitividade e sustentabilidade da produção da cerâmica avançada.

Os revestimentos cerâmicos com a funcionalidade fotocatalítica oferecem um potencial para reduzir impactos, fazendo com que os níveis de cinzas e gases de escape, por exemplo, sejam reduzidos, possibilitando a diminuição e eliminação de poluentes provenientes de processos industriais e também matéria biológica nociva (RÖDEL et al., 2009).

3.1.2 Mercado

O Brasil é o segundo maior produtor de revestimentos cerâmicos no mundo, sendo constituído por 93 empresas deste ramo, as quais produziram 899 milhões de metros quadrados deste produto no ano de 2015. É também o segundo maior consumidor (816 milhões de m²) e o sétimo maior exportador (77 milhões de m²) de revestimentos cerâmicos do mundo (ANFACER, 2016).

3.2 PROLIFERAÇÃO MICROBIANA

Para que a proliferação dos microrganismos aconteça no revestimento cerâmico, devem estar disponíveis água, nutrientes e temperatura adequada, sendo que os dois últimos itens variam de acordo com a necessidade de cada organismo.

O ar, apesar de não ser um agente proliferante, é considerado um meio de dispersão ideal de agentes biológicos. O deslocamento de células através dele pode ultrapassar milhares de quilômetros, o que faz com que agentes causadores de doenças possam ser carregados entre diferentes comunidades (FERREIRA, 2015).

De acordo com Moreira (2011), a melhor prevenção contra os microrganismos nocivos é evitar ou reduzir sua proliferação. O uso de filtros e de materiais de construção antimicrobianos são os sistemas mais eficientes para solução deste problema, principalmente em ambientes internos.

3.3 FOTOCATALISADORES

Apenas os materiais com estruturas cristalinas são considerados promissores no mercado da fotocatalise. Isto se deve, pela existência de uma zona entre duas bandas que garante uma separação eficiente dos elétrons livres e faz com que eles não se recombinem imediatamente após serem liberados (CHIS; EVSTRATOV et al., 2008).

Os semicondutores minerais classificados como os fotocatalisadores mais utilizados no mercado e em pesquisas são: TiO_2 , CdS , ZnO , WO_3 , ZnS , BiO_3 e Fe_2O_3 . Dentre estes, o material que foi mais profundamente estudado quanto às propriedades fotocatalíticas é o dióxido de titânio (CONGRESSO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 2005).

Estes materiais citados como potenciais agentes fotocatalisadores, podem sofrer adição de algumas espécies químicas como metais, óxidos ou outros semicondutores, para que suas propriedades sejam alteradas com o objetivo de aumentar a eficiência e o rendimento do fotocatalisador (MOREIRA, 2011).

Segundo Kuo, Hsu e Yang (2015) os metais mais utilizados são: prata, cobre, cobalto, ferro, cério, alumínio, cromo e neodímio.

Em geral, os três fatores que mais influenciam na fotoatividade do material são, segundo González et al. (2016):

- i. Os relacionados com a microestrutura do revestimento, como os agentes dopantes (metais) e a área superficial;
- ii. Os relacionados ao tipo de poluente alvo, como a afinidade com o material biológico ou químico a ser degradado preferencialmente e o mecanismo de degradação fotocatalisador-molécula orgânica.
- iii. Os relacionados com o meio ambiente: temperatura, luminosidade incidente, concentração de poluentes, concentração de oxigênio e umidade.

Na cerâmica onde o estudo foi baseado, o fotocatalisador é adicionado as peças pela técnica de aspersão por aerografia com posterior tratamento térmico. Esta técnica utiliza uma solução líquida formada por fotocatalisadores (TiO_2 em sua maioria) e alguns metais sendo aspergida sobre a peça cerâmica.

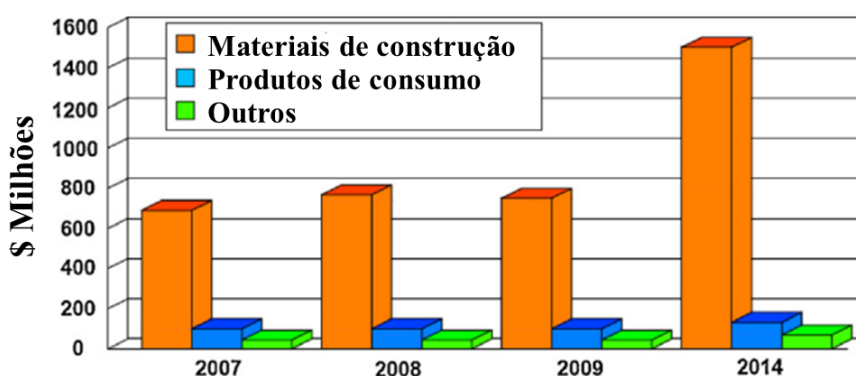
As peças cerâmicas são produzidas nos processos convencionais da empresa, passam por um processo de limpeza e posteriormente pela aspersão. Posteriormente são levadas ao forno, onde sofrem tratamento térmico a 600°C para que o fotocatalisador fique aderido à superfície da peça cerâmica (FELTRIN et al., 2014).

Conforme cita Samu et al. (2016) os fotocatalisadores são geralmente nano partículas de óxidos semicondutores e podem ser empregados na purificação de água, conversão de energia solar, redução de CO_2 e também como agentes antimicrobianos. Outra aplicação dos materiais fotocatalíticos é a degradação dos compostos nitrosos e também o efeito autolimpante. (BANERJEE et al., 2015).

3.3.1 Mercado dos fotocatalisadores

Produtos fotocatalíticos foram inicialmente vendidos no Japão na década de 1990, e posteriormente na América e Europa. De acordo com Spasiano et al. (2015), em 2009 o volume global de produtos com propriedades fotocatalíticas foi de 848 milhões de dólares e em 2014, foi quase o dobro, chegando a quase 1,7 bilhões de dólares, conforme mostrado na Figura 1.

Figura 1 – Mercado global de produtos fotocatalíticos de 2007 a 2014 em milhões de dólares.



Fonte: Spasiano et al. (2015, adaptado).

Em 2009, produtos fotocatalíticos usados como materiais de construção foram os mais vendidos – mais de 87% - o que estimou ganhos de mais de 740,3 milhões de dólares. Apesar de todo lucro gerado nestes anos, ainda é investido muito na área de pesquisa e desenvolvimento de materiais fotocatalíticos devido a seu potencial (SPASIANO et al., 2015).

3.4 PROCESSOS OXIDATIVOS AVANÇADOS

Os Processos Oxidativos Avançados (POAs) são, conforme cita Campos (2009), processos de oxidação que formam intermediários altamente reativos que reagem com diversos compostos orgânicos, causando a oxidação dos mesmos.

Os POAs podem ser divididos em dois sistemas: homogêneo, onde o fotocatalisador está na mesma fase que o composto a ser fotodegradado, e heterogêneo, onde o fotocatalisador está em uma fase diferente do composto a ser degradado, caracterizando-se principalmente por um catalisador sólido e o outro composto fluido (MOREIRA, 2011).

De acordo com Moreira (2011) para descontaminação de ambientes, a fotocatalise heterogênea possui maior potencial de aplicação, pois pode agir na fase gasosa (ar contaminado) e na fase aquosa (efluente contaminado). Possui também maior eficiência e menor custo de processo.

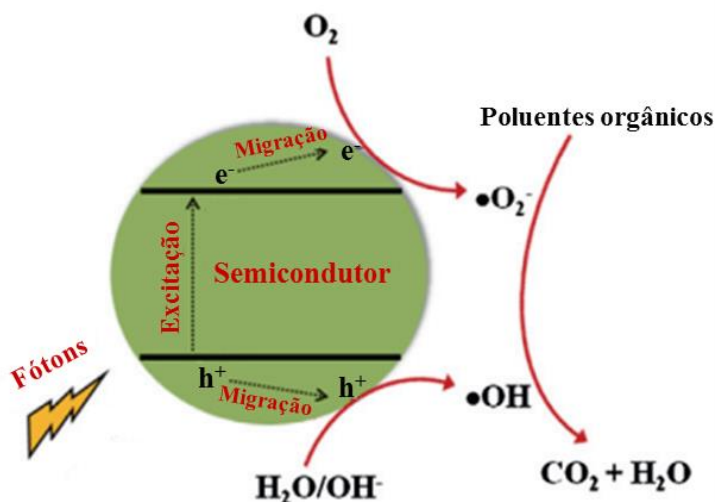
A reação fotocatalítica que ocorre com o dióxido de titânio e um poluente é caracterizada por fotocatalise heterogênea, sendo o dióxido de titânio sólido e o contaminante líquido ou gasoso, a qual acontece na presença de irradiação ultravioleta, água e oxigênio.

3.4.1 Fotocatálise Heterogênea

Segundo Wang et al. (2015) no processo fotocatalítico heterogêneo, um semicondutor serve de fotocatalisador e absorve luz ultravioleta para catalisar a reação de água e oxigênio produzindo espécies reativas de oxigênio. A Figura 2 representa o mecanismo de um processo de oxidação fotocatalítica.

De acordo com Arellano, Asomoza e Ramírez (2011) sob a fotoexcitação ocasionada pelo UV, os elétrons de valência absorvem a energia enquanto geram pares de elétrons livres e buracos (e^- e h^+) nas bandas de valência e condução. Tanto o e^- quando o h^+ podem difundir e se recombinar entre si na superfície revestida com fotocatalisador. Estes elétrons e buracos possuem força de oxidar e reduzir e reagem com água e oxigênio para gerar espécies ativas como radicais hidroxilas (OH^\cdot) e ânions superóxidos ($O_2^\cdot^-$). Os elétrons livres e os buracos destas espécies ativas são extremamente reativos quando em contato com espécies orgânicas.

Figura 2 – Mecanismo de oxidação de um processo fotocatalítico.



Fonte: Wang et al. (2015, adaptado).

Segundo Feltrin et al. (2013), as reações envolvidas neste processo consistem na geração de pares elétricos (e^-) e buracos (h^+) a partir do dióxido de titânio irradiado por UVA, sendo que o buraco reage com os íons hidroxilas e os elétrons reagem com os ânions superóxidos, sendo que os radicais hidroxilas (OH^\bullet), os buracos, os íons superóxidos e os radicais hidroperoxil (HOO^\bullet), atuam simultaneamente para oxidar matéria orgânica, conforme representado no Quadro 1.

A oxidação dos componentes orgânicos das células das bactérias - como lipídios e DNA - por estas espécies, geralmente ocasiona a morte dos microrganismos, sejam eles bactérias ou fungos.

A interação das espécies reativas de oxigênio com os microrganismos pode induzir a inativação e a morte celular através da reação do material orgânico da parede celular da célula microbiana, sendo que os radicais de hidroxilas causam a inativação da célula microbiana e os ânions superóxidos são os causadores da decomposição da célula (MCEVOY; ZHANG, 2014; BANERJEE et al., 2015).

Conforme colocado por Dastjerdi e Montazer (2010) não é necessário o contato direto entre o agente antimicrobiano (fotocatalisador) e a bactéria/fungo, pela ação da difusão do oxigênio ativo produzido pela reação para que haja eficiência de eliminação ou inativação das células.

Quadro 1 – Reações envolvidas no processo de fotocatalise.

Reações	
$TiO_2 \xrightarrow{UVA} h^+ + e^-$	(1)
$h^+ + H_2O \rightarrow OH^- + H^+$	(2)
$e^- + O_2 \rightarrow O_2^-$	(3)
$e^- + O_2^- \rightarrow HOO^-$	(4)
$HOO^- + e^- \rightarrow HO_2^-$	(5)
$HOO^- + e^- \rightarrow H_2O_2$	(6)
$Orgânico + O_2 \xrightarrow{UVA+TiO_2} CO_2 + H_2 + \text{ácidos minerais}$	(7)

Fonte: Feltrin et al. (2013, adaptado).

A luz ultravioleta induzida para ativar o efeito antimicrobiano nos fotocatalisadores oferece o potencial deste material para uso como desinfetante em ambientes internos com pouca circulação de ar (CAO et al., 2012).

3.4.2 Mecanismo de reação

O mecanismo de reação do processo fotocatalítico heterogêneo é dividido em cinco etapas segundo Tarelho (2011 apud Sarantopoulos, 2007):

- i. Transferência das moléculas reativas do fluido para o fotocatalisador;
- ii. Adsorção das moléculas reativas na superfície do fotocatalisador;
- iii. Reação de oxidação da fase adsorvida;
- iv. Dessorção dos produtos;
- v. Separação dos produtos da superfície reativa.

3.4.3 Eficiência do processo

A eficiência de um processo fotocatalítico é dada pela quantidade de reações ocorridas por cada fóton absorvido pelo fotocatalisador. O fluxo de energia e de fótons e as características de absorção óptica de cada partícula fotocatalítica, além da área superficial, são os principais fatores que determinam a taxa da reação de fotocatalise (MOREIRA, 2011).

3.4.4 Aplicação da camada fotocatalítica

De acordo com Athanasekou et al. (2015), o fotocatalisador em forma de pó ou solução aquosa pode ser aplicado em diferentes tipos de materiais como polímeros, têxteis, cerâmicas, etc. na forma de camadas finas (películas) evitando os problemas tecnológicos associados à separação/recuperação das partículas do fotocatalisador, porém a aplicação da película fotocatalítica pode resultar em uma perda significativa de fotoatividade devido à redução da área superficial quando comparado ao catalisador em pó (ATHANASEKOU et al., 2015).

3.4.4.1 Quantidade de fotocatalisador e sua influência

De acordo com Ferreira (2015), não são necessárias grandes quantidades de substância fotoativa para que se obtenha o efeito fotocatalítico desejado, e quando esta quantidade for excessiva os resultados podem ser inversos, não trazendo os benefícios da fotodegradação.

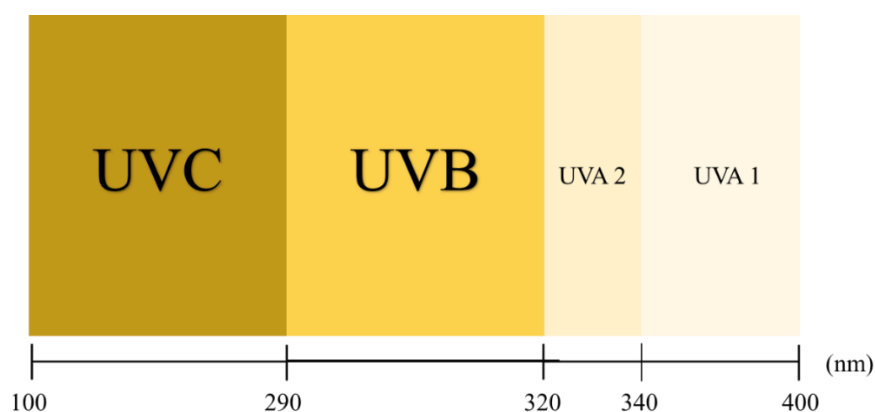
3.4.5 Luz ultravioleta

Como visto anteriormente, é necessária a irradiação ultravioleta para que o fotocatalisador seja ativado e as reações de fotodegradação ocorram.

Segundo Balogh et al. (2011), a luz proveniente do sol contém um espectro de radiação eletromagnética que apresenta divisão entre UV (ultravioleta), visível e infravermelho, dependendo do intervalo de comprimento de onda (λ). A radiação UV é dividida em três categorias conforme mostrado na Figura 3.

Entre os tipos de radiações UV, a mais perigosa é a que possui menor comprimento de onda, possuindo conseqüentemente maior frequência, a qual é caracterizada por UVC.

Figura 3 – Subdivisão do espectro da radiação UV.



Fonte: Balogh et al. (2011, adaptado).

Segundo Ferreira (2015), a radiação ultravioleta é um fator influente na eficiência do fenômeno da fotocatalise, sendo absorvida em comprimentos de onda menores que 360 nm pelas moléculas do fotocatalisador, devido aos fótons de elevada energia que proporcionam força para ativar elétrons e para geração de elétrons livres.

3.4.5.1 Intensidade Luminosa

O processo de fotocatalise não fica impossibilitado quando há intensidade luminosa reduzida, podendo ocorrer em lugares com pouca iluminação. Mas é necessário que exista radiação de comprimento de onda suficiente. Devido a isto, é

possível que esta tecnologia seja aplicada no interior de espaços fechados, podendo agir como agente antimicrobiano e na despoluição do ar (FERREIRA, 2015).

3.4.5.2 Aproveitamento da radiação solar

O emprego de materiais fotocatalíticos em grande escala exige um estudo mais amplo para torná-lo competitivo no mercado. No Brasil, a aplicação de materiais fotocatalíticos pode ser justificada pela localização do território em uma faixa privilegiada de disponibilidade de fonte de energia em forma de radiação UV, tendo uma média de 4×10^{22} J/ano considerando a absorção atmosférica (CONGRESSO DE ENGENHARIA AMBIENTAL E SANITÁRIA, 2005).

3.4.6 Umidade

Apesar da água ser um reagente na fotocatalise, uma alta umidade relativa pode interferir no efeito oxidativo desta reação. As moléculas de água que forem absorvidas pela superfície do material fotocatalítico podem impedir que as moléculas do poluente sejam adsorvidas à superfície, o que prejudica a eficiência das reações do catalisador (FERREIRA, 2015).

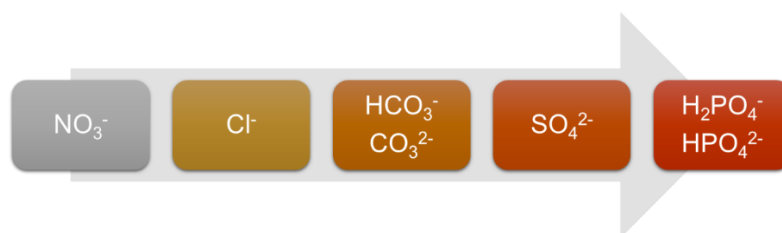
Além disso, um estudo feito por Li (2016) comprova que a avaliação da atividade fotocatalítica de determinado material fotocatalisador realizada na presença de água líquida é significativamente diferente da avaliação realizada com a umidade da atmosfera, especialmente em materiais porosos.

3.4.7 Substâncias interferentes

Determinadas espécies como fosfatos, sulfatos, cloretos, carbonatos e nitratos podem influenciar negativamente na reação de oxidação ocorrida na superfície fotocatalítica. Estas substâncias são adsorvidas pelo dióxido de titânio e

fazem com que a atividade fotocatalítica do material seja diminuída (FERREIRA, 2015). Os íons que mais podem degradar a superfície do catalisador TiO_2 são mostrados na Figura 4.

Figura 4 – Degradação do TiO_2 em superfícies: íons em ordem crescente.



Fonte: Ferreira (2016, adaptado).

3.4.8 Uso dos materiais fotocatalíticos

Além da propriedade antimicrobiana que pode ser conferida aos revestimentos cerâmicos a partir da aderência de fotocatalisador em sua superfície, os materiais fotocatalíticos também agregam outras propriedades em diversos materiais utilizados no dia a dia. O Quadro 2 mostra algumas destas aplicações.

Quadro 2 – Aplicações comerciais de fotocatalisadores ativados com luz solar.

Campo comercial	Função principal	Uso
Vidros	Autolimpeza, antibacteriano e antifúngico	Janelas, espelhos e vidros veiculares
Produtos têxteis	Autolimpante e antibacteriano	Materiais para toldos, armazenamento e estrutura
Comidas e flores	Antibacteriano e anti-envelhecimento	Preservação das flores e frutas
Construções, concreto e cerâmicas	Autolimpantes, antibacteriano e antifúngico	Cozinhas, banheiros, azulejos e revestimentos exteriores, paredes e pisos
Tratamento de água	Descontaminação, antibacteriano e mineralização	Indústrias pequenas e tratamento de águas residuais
Indústria Química	Oxidação seletiva	Químicos refinados para produção de energia solar

Fonte: Spasiano et al. (2015, adaptado).

3.5 O DIÓXIDO DE TITÂNIO

O composto mais conhecido e utilizado para realização da fotocatalise, para todos os usos já citados, é o dióxido de titânio (TiO_2). Ele é caracterizado como um pó branco inorgânico, termicamente estável, inodoro e insolúvel em água (FERREIRA, 2015).

O fotocatalisador utilizado na empresa cerâmica onde o estudo baseou-se, tem como principal componente com atividade fotocatalítica o TiO_2 , possuindo também prata e outros compostos que são de caráter sigiloso.

As principais características do TiO_2 como fotocatalisador são: estabilidade química, baixo custo (quando comparado a outros materiais fotocatalíticos), alta taxa de recuperação após uso e efetividade de degradação de componentes orgânicos (NAKATA; FUJISHIMA, 2012).

De acordo com Jia et al. (2016), uma desvantagem do dióxido de titânio como fotocatalisador é que ele possui uma baixa faixa de *bandgap* (3 – 3,2 eV), sendo que absorve apenas aproximadamente 4% da luz solar natural na faixa do ultravioleta. O *bandgap* é a porção de energia necessária para excitar um elétron. (LI et al., 2016 apud BAK et al., 2011).

Com o objetivo de suprir esta desvantagem, diversas tecnologias estão sendo desenvolvidas para explorar uma ativação do TiO₂ em uma maior parte do espectro solar e a incorporação de metais aos óxidos semicondutores é uma destas tecnologias (ATHANASEKOU et al., 2015; FERREIRA, 2015).

Segundo McEvoy e Zhang (2014) as modificações feitas nos óxidos fotocatalisadores são basicamente a dopagem de impurezas, a deposição de metais e a sensibilização.

A deposição de metais é uma contaminação controlada que traz as características do fotocatalisador aplicado à superfície do material, sendo que íons metálicos devem ser aplicados em conjunto, para que haja uma transferência de carga eficiente entre material-fotocatalisador (FERREIRA, 2015).

A prata é o metal que demonstra melhor desempenho quando aplicado juntamente ao dióxido de titânio, sendo que a presença deste metal pode aumentar em até 5 vezes a quantidade de átomos com elétrons excitados além de possuir potencial antimicrobiano (KOWALSKA et al., 2014).

3.5.1 Estrutura

De acordo com Madhavi et al. (2015) as formas mais comuns do TiO₂ são anastásio e rutilo, ambos de estrutura tetragonal; e outra forma pouco comum é a brookita o qual é mais raro e instável. As duas primeiras são as formas mais favoráveis para que ocorra a fotocatalise, sendo que anastásio é mais eficiente, pois gera um *bandgap* indireto, que faz com que o elétron fique livre por mais tempo.

A anatásio é a que mais chama atenção tecnológica devido a sua aplicação em células fotovoltaicas e fotocatalisadores e também sua propriedade

antimicrobiana, tanto para bactérias gram-positivas quanto gram-negativas (AHMAD; SARDAR, 2013).

3.5.2 Incorporação de prata no fotocatalisador de TiO₂

O fotocatalisador à base de titânio e prata é a solução mais promissora quando se tem como objetivo a decomposição de poluentes químicos ou biológicos (KOWALSKA et al., 2014).

O efeito antimicrobiano de um fotocatalisador com um metal incorporado se dá tanto pelas propriedades fotocatalíticas do óxido, que forma espécies de oxigênio reativas, quanto pelas propriedades antimicrobianas do metal (KOWALSKA et al., 2014).

De acordo com McEvoy e Zhang (2014), diversos estudos mostraram uma eficiência de desinfecção microbiana por fotocatalisadores de dióxido de titânio com prata incorporada, sendo que estes materiais com camada fotocatalítica possuíam atividade de inativação de células no escuro e a mesma era maximizada quando exposta à luz UV.

3.5.3 Prata: material antimicrobiano

Quando utilizado junto ao catalisador, a prata é um material que possui vantagens, com efeito antimicrobiano já conhecido, podendo fazer com que o produto fotocatalítico tenha atividade antimicrobiana mesmo na ausência de luz.

O mecanismo de ação bactericida da prata foi proposto como sendo proporcionado pela absorção de íons de prata pela parede celular microbiana, a qual é carregada negativamente, provocando assim a desativação das enzimas celulares, interferindo na permeabilidade da membrana e conduzindo a morte do microrganismo (MCEVOY; ZHANG, 2014).

3.6 ISO 27447

Com a atual e crescente demanda tecnológica de fotocatalisadores, surgiu a necessidade de padronizar os métodos de estudo destes materiais, para que análises pudessem ser comparadas e validadas perante ao padrão.

A norma ISO 27447 foi desenvolvida para fornecer e padronizar métodos de ensaio para atividade antimicrobiana em materiais fotocatalíticos. Como o efeito da fotocatalise não é facilmente identificável visualmente, os métodos de avaliação são avançados e necessitam ser realizados em lugares capacitados que contenham todo o material necessário, como laboratórios de microbiologia.

Esta norma especifica o teste para atividade antimicrobiana de materiais que contêm em sua superfície um fotocatalisador ou um filme fotocatalítico, através da medida de células bacterianas sob irradiação de luz ultravioleta (ISO, 2009).

3.7 PROPRIEDADES AUTOLIMPANTES

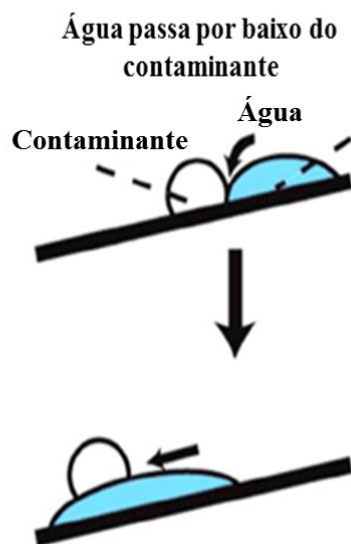
Os materiais com propriedades autolimpantes vêm sendo também muito estudados devido a seu amplo campo de aplicabilidade, como em tecidos, vidros para janelas, materiais de construção, espelhos de carro e painéis solares (BANERJEE et al., 2015).

Os materiais autolimpantes são assim chamados por serem mais facilmente limpos por um fluxo de água natural, o que pode reduzir custos de manutenção.

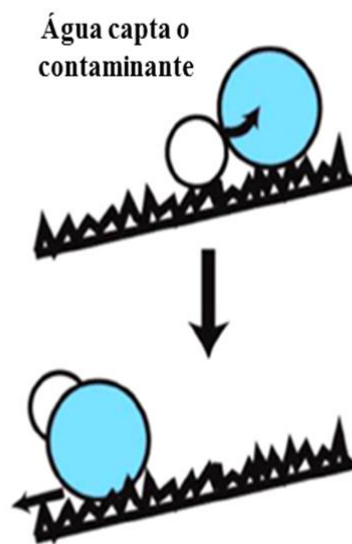
Banerjee et al. (2015) cita que os materiais com estas propriedades são divididos em duas categorias: os de superfície hidrofílica e os de superfície hidrofóbica. Na hidrofílica as gotas se aderem à superfície e formam uma espécie de película, e na hidrofóbica as gotas de água são repelidas, como mostra na Figura 5.

Figura 5 – Representação esquemática do processo de autolimpeza em a) superfície hidrofílica e b) superfície hidrofóbica.

a) Superfície hidrofílica



b) Superfície hidrofóbica



Fonte: Banerjee et al. (2015, adaptado).

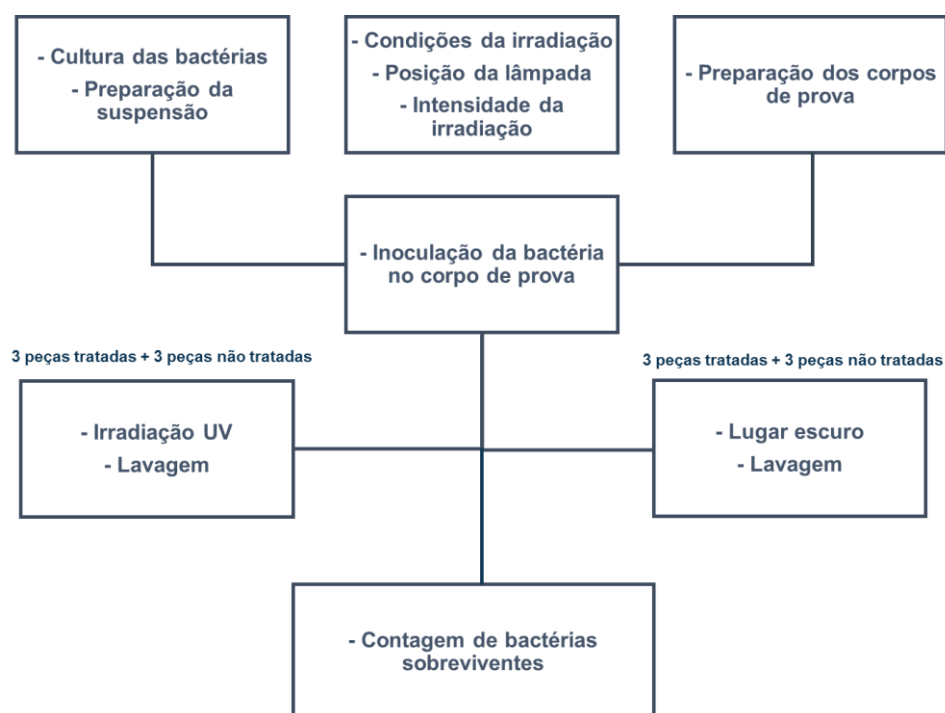
4 METODOLOGIA

A realização dos testes foi feita baseada na ISO 27447 pelo método de adesão de filme, que consistiu na adição de uma suspensão das bactérias *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli*, sobre o corpo de prova cerâmico. O conjunto foi deixado em exposição à irradiação UV durante 6 horas e em um lugar escuro durante o mesmo tempo. Cada amostra foi feita em triplicata. Após este período, fez-se a contagem das células viáveis sobreviventes e analisou-se a característica antimicrobiana por fotocatalise de cada tipo de revestimento cerâmico analisado.

4.1 PLANEJAMENTO EXPERIMENTAL

A metodologia utilizada para a realização dos experimentos foi feita conforme mostrado na Figura 6.

Figura 6 – Fluxograma representativo das ações realizadas para os testes antimicrobianos.



Fonte: ISO (2009, adaptado).

4.2 CORPOS DE PROVA

Foram definidos os corpos de prova de acordo com necessidade da empresa e as amostras foram identificadas conforme mostrado no Quadro 3, sendo também caracterizadas por conter (C) ou não (S) a película fotocatalítica superficial.

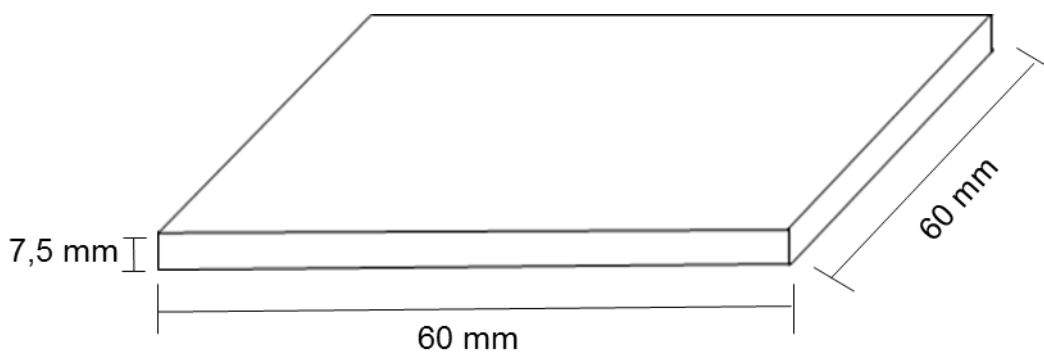
Quadro 3 – Tipos de amostras com e sem película fotocatalítica.

Amostra	Identificação
Monoporosa Acetinada	1
Monoporosa Brilhante	2
Porcelanato Técnico	3
Porcelanato Esmaltado	4

Fonte: Do autor (2016).

O padrão do corpo de prova foi de 60 x 60 mm, com uma espessura de mais de 7,5 mm, conforme necessidade da norma seguida pelo procedimento, como mostrado na Figura 7.

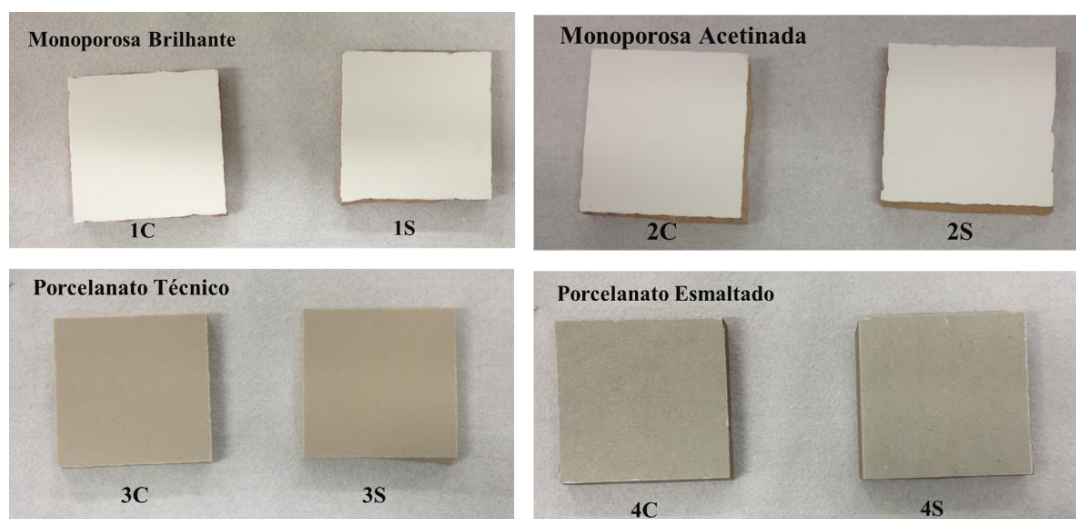
Figura 7 – Padrão do corpo de prova.



Fonte: Do autor (2016).

As peças utilizadas para os testes são mostradas na Figura 8 diferenciadas pelas referências numéricas seguidas das letras características por conter ou não superfície fotocatalítica.

Figura 8 – Representação dos corpos de provas utilizados no teste.



Fonte: Do autor (2016).

As peças foram disponibilizadas pela empresa e levadas ao Laboratório de Desenvolvimento de Biomateriais e Materiais Antimicrobianos (LADEBIMA) localizado no I-Parque – Parque Científico e Tecnológico da Universidade do Extremo Sul Catarinense, onde o procedimento foi realizado.

4.2.1 Monoporosa Brilhante

A referência 1 é caracterizada por ser um revestimento cerâmico da classe monoporosa, de tamanho original 335 x 600 mm com espessura de 9,30 mm e superfície brilhosa. É um produto retificado, sem relevo, branco monocromático, indicado pela empresa para ser utilizado na parede de banheiros, cozinhas, entre outros.

4.2.2 Monoporosa Acetinada

A referência 2 é caracterizada por ser um revestimento cerâmico da classe monoporosa, de tamanho original 335 x 600 mm com espessura de 9,30 mm superfície acetinada. É um produto retificado, sem relevo, branco monocromático, indicado pela empresa para ser utilizado nas paredes de banheiros residenciais, fachadas, entre outros.

4.2.3 Porcelanato Técnico

A referência 3 é caracterizada por ser um revestimento cerâmico da classe porcelanato técnico de tamanho original 600 x 600 mm com superfície natural na cor branca e espessura de 9,50 mm. É um produto indicado pela empresa para utilização tanto em ambientes comerciais com acesso para rua.

4.2.4 Porcelanato Esmaltado

A referência 4 é caracterizada por ser um revestimento cerâmico da classe porcelanato esmaltado, com superfície acetinada, tamanho original de 600 x 600 mm e espessura de 9,50 mm. É indicado pela empresa para utilização em ambientes comerciais com acesso para rua.

4.3 TRATAMENTO DAS PEÇAS

As variáveis definidas para os testes foram assim feitas conforme necessidade da empresa e são mostradas no Quadro 4, sendo que as lavagens feitas nos corpos de prova são as mesmas utilizadas pelo Laboratório de Controle de Qualidade da empresa para outros fins como testes de manchas e abrasão. Todos os testes foram feitos em triplicata.

Quadro 4 – Descrição das amostras.

Com princípio ativo	Sem princípio ativo	Aplicação
NC	NS	Normal/Sem tratamento
RC	RS	Rejunte simples
RAC	RAS	Resina epóxi antimicrobiana (Rejunte antimicrobiano)
AGC	AGS	Limpeza com água
DC	DS	Limpeza com detergente
PCC	PCS	Limpeza com pasta cristal

Fonte: Do autor (2016).

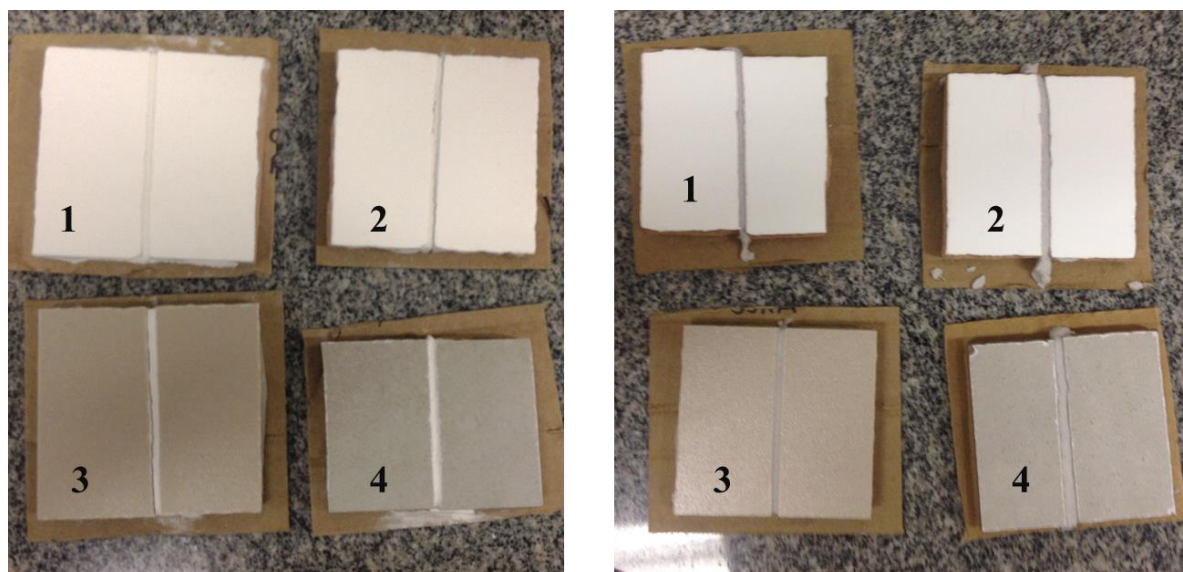
4.3.1. Rejunte simples e antimicrobiano

Para estas condições as peças foram rejuntadas com rejunte simples e com resina epóxi antimicrobiana, que no decorrer do trabalho também é chamada de rejunte antimicrobiano.

O rejunte simples utilizado foi disponibilizado pela empresa e é da marca Gamax Gold® modelo Branco Plus assim como a resina epóxi da marca Spectra Lock® modelo Pro Grout, que é rotulada como antimicrobiana.

Para este procedimento as peças foram cortadas ao meio e foram coladas sob uma superfície de modo que um espaçamento de aproximadamente 2 mm fosse deixado entre as partes. As peças rejuntadas são mostradas na Figura 9.

Figura 9 – Peças rejuntadas com rejunte normal e antimicrobiano.



Peças com rejunte simples

Peças com rejunte antimicrobiano

Fonte: Do autor (2016).

4.3.2 Água

As peças foram lavadas com água corrente durante 30 segundos sendo esfregadas com a parte macia da esponja sem adição de nenhum produto de limpeza, e posteriormente deixadas à temperatura ambiente para secagem.

4.3.3 Detergente

O detergente utilizado foi o da marca Brilho Mágico® com glicerina neutro, já utilizado pela empresa para outros procedimentos de controle de qualidade. A lavagem foi feita com aproximadamente 3 mL de detergente esfregando-se com o lado macio da esponja e posteriormente deixando as peças sob água corrente para retirada da espuma. Para secagem elas foram deixadas à temperatura ambiente.

4.3.4 Pasta cristal

A pasta cristal utilizada foi a da marca Pasta Cristal Rosa, já utilizada pela empresa para outros procedimentos de controle de qualidade. A lavagem foi feita aplicando-se aproximadamente 2 g de produto e esfregando-se com uma escova de fios de nylon em movimentos circulares e posteriormente deixando as peças sob água corrente para retirada do produto, e para secagem elas foram deixadas à temperatura ambiente.

4.4 MEIOS DE CULTURA

Os meios de cultura utilizados nos experimentos foram confeccionados conforme citados na norma ISO 27447, sendo que cada um tinha como objetivo uma finalidade diferente que será citada nos itens 4.4.1, 4.4.2, 4.4.3 e 4.4.4.

4.4.1 Ágar Nutriente

O ágar nutriente é utilizado para crescimento de ambos os microrganismos em meio sólido. A composição deste meio é mostrada na Tabela 1.

Tabela 1 – Composição do meio de cultura Ágar nutriente.

Ágar Nutriente		
Componente	Unidade	Quantidade
Água destilada	mL	1000
Extrato de Carne	g	3
Peptona	g	5
Ágar Powder	g	15

Fonte: ISO (2009, adaptado).

Após misturar todos os componentes, deve-se ajustar o pH para 6,8 e esterilizar em autoclave durante 15 min a 121°C. Se não for utilizado imediatamente deve ser guardado sob refrigeração de 5°C a 10°C por até 1 mês.

Quando utilizado deve estar entre 45°C a 48°C para ser misturado aos microrganismos.

4.4.2 Meio Nutriente

O meio nutriente é um meio de cultura líquido feito para o crescimento de ambos os microrganismos testados e sua composição é mostrada na Tabela 2.

Tabela 2 – Composição do meio de cultura Meio nutriente.

Ágar Nutriente		
Componente	Unidade	Quantidade
Água destilada	mL	1000
Extrato de Carne	g	3
Peptona	g	10
Cloreto de Sódio	g	5

Fonte: ISO (2009, adaptado).

Após misturar todos os componentes do meio, deve-se ajustar o pH para 7,1 e esterilizar em autoclave durante 15 min a 121°C. Se não for utilizado imediatamente deve ser guardado sob refrigeração de 5°C a 10°C por até 1 mês.

4.4.3 Meio Nutriente 1/500 NB

É utilizado para diluição das células de ambos os microrganismos após serem retirados do meio sólido para posterior inoculação nos corpos de prova. Ele é feito a partir da diluição de 500 vezes do Meio Nutriente, citado no item 4.4.2.

4.4.4 Caldo Digestivo de Caseína de Soja (SCDLP)

Este é um meio líquido utilizado na lavagem das peças pós inoculação nos corpos de prova, e sua composição é mostrada na Tabela 3.

Tabela 3 – Composição do meio de cultura SCDLP.

SCDLP		
Componente	Unidade	Quantidade
Água destilada	mL	1000
Peptona de Caseína	g	17
Peptona de Soja	g	3
Cloreto de Sódio	g	5
Ácido Fosfórico de Monopotássio Desidrogenado	g	2,5
Glicose	g	2,5
Lecitina	g	1
Polissorbato de Sódio	g	7

Fonte: ISO (2009, adaptado).

Após misturar todos os componentes do meio, deve-se ajustar o pH para 7,0 e esterilizar em autoclave durante 15 min a 121°C. Se não for utilizado imediatamente deve ser guardado sob refrigeração de 5°C a 10°C por até 1 mês.

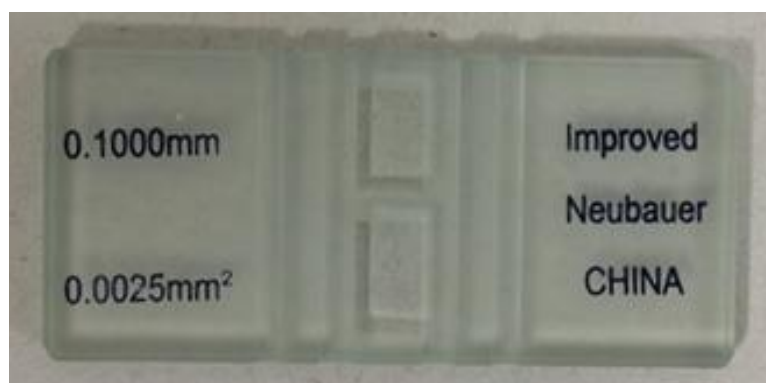
4.5 CONTAGEM DE CÉLULAS

Para realização da contagem de células realizou-se o crescimento dos microrganismos *Escherichia coli* ATCC 25992 (cepa de 2ª geração) e *Staphylococcus aureus* ATCC 6538P (cepa de 3ª geração) em meio de cultura Ágar Nutriente em estufa microbiológica a 37°C durante 24 h.

Posteriormente diluiu-se uma colônia do microrganismo em 5 mL de meio 1/500 NB, agitou-se e alíquotas de 10 µL foram retiradas e aplicadas sob a Câmara de Neubauer para visualização em microscópio óptico.

A contagem das células foi feita pelo procedimento de contagem por Câmara de Neubauer, ou hemacritômetro, mostrada na Figura 10, que consiste em uma lâmina com espessura maior do que uma lâmina normal de microscópio, que possui quadrantes marcados de medidas padronizadas.

Figura 10 - Câmara de Neubauer.



Fonte: Do autor (2016).

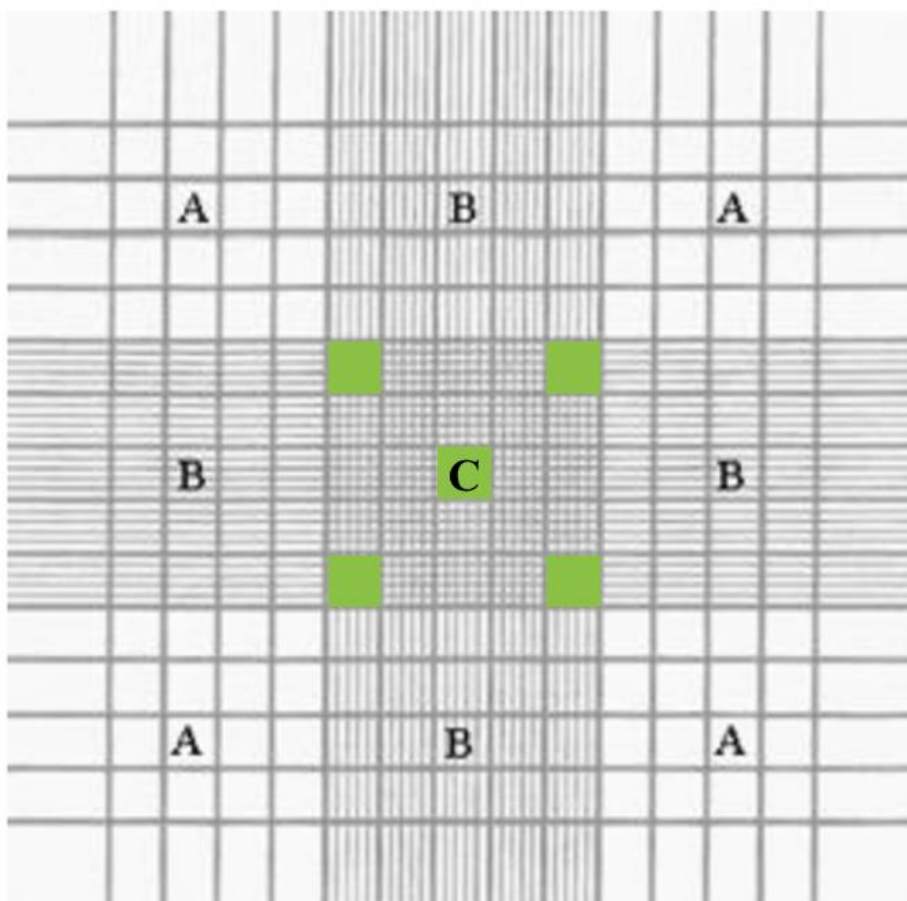
O cálculo é feito a partir do método desenvolvido por Lee, Robinson e Wang (1981), a partir da área total dos quadrantes já padronizada, que é de 9 mm², sendo

que cada quadrante é um quadrado de 1 mm^2 . Ao colocar a lamínula sob a Câmara de Neubauer, sabe-se que a profundidade é de $0,1 \text{ mm}$, então conclui-se que o volume de cada quadrante é de $0,1 \text{ mm}^3$.

Como os microrganismos utilizados eram muito pequenos, para facilitar a contagem, ela foi feita no quadrante C, já que este é o que possui maior número de divisões.

O quadrante C é dividido em 25 subquadrantes, e deve-se contar as células em 5 destes subquadrantes, os quais possuem $0,004 \text{ mm}^3$ cada. Os 5 quadrantes em que a contagem deve ser feita são mostrados na Figura 11.

Figura 11 - Representação dos 5 subquadrantes da Câmara de Neubauer.



Fonte: SPLABOR (2016, adaptado).

Para encontrar o número estimado de células deve-se utilizar a média do valor encontrado nos 5 subquadrantes onde elas foram contadas, e multiplicar este valor por 25 para estimar as células contidas no volume inicial colocado, estimando ao final o valor de células por mL.

Este procedimento foi realizado em todas as inoculações feitas, a fim de garantir a padronização do teste.

4.6 INOCULAÇÃO SOB IRRADIAÇÃO UV

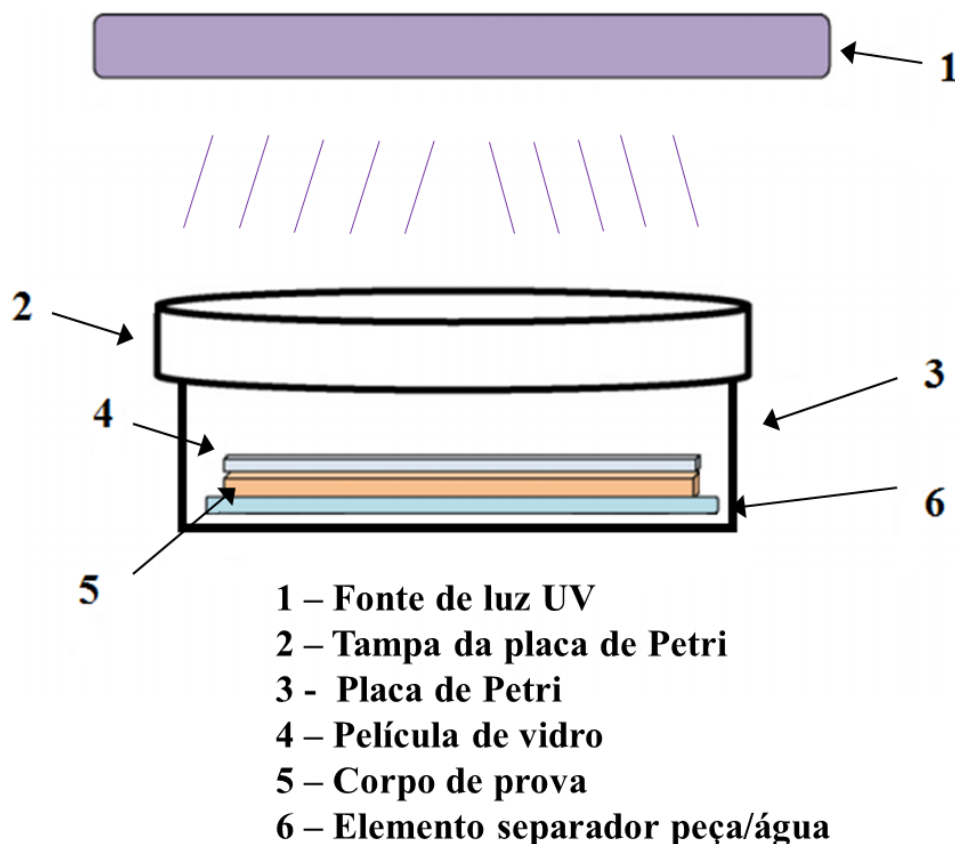
Após a contagem das células viáveis, fez-se a inoculação dos microrganismos nos corpos de prova. Este procedimento consistiu em aplicar 150 µL da suspensão de bactérias previamente contadas sob as peças cerâmicas com micropipeta da marca HTL® modelo LabMate.

Sob a alíquota da suspensão bacteriana posicionou-se uma lamínula de vidro de 40 x 25,4 mm para dispersar o líquido a fim de que este formasse uma película uniforme sobre a peça cerâmica. Este procedimento foi realizado em capela de fluxo laminar da marca Trox Technik® modelo FLH-KE com bico de Bünsen aceso e previamente esterilizada com álcool etílico 70% e lâmpada UVC durante 20 minutos.

Os corpos de prova já contendo os microrganismos e a lamínula foram colocadas em placas de Petri, cada uma contendo 5 mL de água – para garantir a umidade do sistema – e peças de alumínio a fim de evitar o contato da peça cerâmica com a água.

As peças cerâmicas foram posicionadas sobre as peças de alumínio e as placas de Petri foram tampadas, a fim de manter o ambiente do corpo de prova úmido para garantir as condições necessárias para a reação acontecer. O posicionamento das peças é mostrado na Figura 12.

Figura 12 - Posicionamento das peças para irradiação UVA.



Fonte: Mills, Hill e Robertson (2012, adaptado).

4.6.1 Disposição das peças

As peças cerâmicas já inoculadas foram deixadas em estufa de incubação com temperatura controlada (BOD) com iluminação interna da marca Dist Indústria e Comércio de Equipamentos modelo DI-321-DFF a uma temperatura de 37°C durante 6 h sob irradiação UVA a partir de uma lâmpada de bulbo negro (Black Bulb Light) da marca SCT®, com intensidade de 0,25 mW/cm², a qual simula o máximo de intensidade atingida pela luz do sol durante o dia (ISO, 2009).

As peças foram dispostas na BOD conforme mostrado na Figura 13.

Figura 13 - Representação da disposição das peças em estufa sob irradiação UV.



Fonte: Do autor (2016).

A intensidade da irradiação da luz UV sobre as peças foi medida pelo Medidor de Luz Ultravioleta Digital Modelo MRU-201 da marca Instrutherm® Instrumentos de Medição LTDA.

Além de serem deixadas sob irradiação UV, as peças foram também deixadas em ambiente escuro com as mesmas condições de temperatura e tempo que as peças irradiadas.

4.7 CONTAGEM DE CÉLULAS SOBREVIVENTES

Após os corpos de prova serem deixados sob irradiação UV durante 6 h e no escuro durante 6 h, as placas contendo os corpos de prova foram retiradas da estufa BOD e levadas para a capela de fluxo laminar.

As lamínulas foram retiradas e fez-se lavagem de cada uma em béqueres contendo 10 mL de meio SCDLP previamente esterilizado. Foi retirado 1 mL da solução de lavagem e diluiu-se até 10^{-3} em tubos contendo solução salina 0,85% previamente esterilizada.

Retirou-se 1 mL da diluição de 10^{-3} , o qual foi colocado em uma placa de Petri previamente esterilizada e, logo depois aplicou-se o meio de cultura Ágar Nutriente a aproximadamente 45°C , e agitou-se com movimentos brandos e circulares com alça de platina previamente esterilizada em chama de bico de Bunsen.

Esperou-se aproximadamente 10 minutos para que a solução solidificasse, e as placas de Petri foram identificadas de acordo com a peça cerâmica testada.

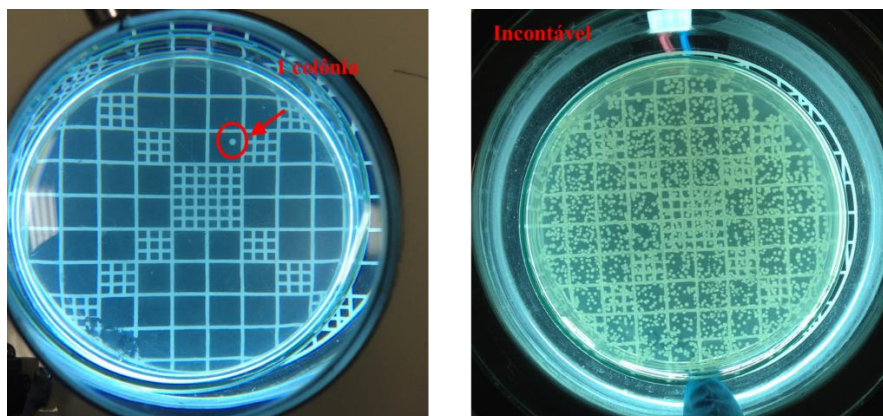
Após a solidificação do meio de cultura das placas de Petri, as mesmas foram deixadas, viradas para baixo para não reter umidade, durante 48 h a 37°C em estufa bacteriológica da marca Fanem® Ltda., Modelo 502. Após este período as placas foram retiradas da estufa e realizou-se a contagem.

Para limpeza das placas, elas foram deixadas em autoclave a 121°C durante 20 min e posteriormente lavadas.

4.8 CONTAGEM DE CÉLULAS PÓS EXPOSIÇÃO

A contagem de células feita pós exposição dos microrganismos ao corpo de prova foi feita em um Contador de Colônias Manual da marca Phoenix Lufarco® modelo CP-602 e as colônias contadas são representada pela Figura 14. A partir de 300 colônias considera-se incontável, o que é representado por uma faixa vermelha nos gráficos resultantes, exibidos no item 5.4.

Figura 14 – Representação das colônias.



Fonte: Do autor (2016).

4.9 VALIDAÇÃO DO TESTE

Para o teste ser considerado válido, ele deve atender a um quesito: o valor do logaritmo no número de células viáveis das amostras não tratadas depois da irradiação deve atender à Equação 1.

$$\frac{(L_{m\acute{a}x} - L_{m\acute{i}n})}{(L_{m\acute{e}d})} \leq 0,2 \quad (1)$$

Onde:

- $L_{m\acute{a}x}$ é o logaritmo máximo de bactérias viáveis;
- $L_{m\acute{i}n}$ é o logaritmo mínimo de bactérias viáveis;
- $L_{m\acute{e}d}$ é a média logarítmica de bactérias viáveis.

4.10 CÁLCULOS PARA VALIDAÇÃO DA NORMA

Cada célula sobrevivente é caracterizada como uma Unidade Formadora de Colônia (UFC), ou seja, cada colônia contada é fruto de uma célula sobrevivente.

Após fazer a contagem das colônias deve-se fazer os cálculos para encontrar o valor da fotoatividade antibacteriana do material após receber irradiação a intensidade constante.

Para calcular o valor da atividade antibacteriana da amostra utiliza-se a Equação 2.

$$R_L = \log\left(\frac{B_L}{C_L}\right) \quad (2)$$

Onde R_L é a atividade antibacteriana do material fotocatalítico depois de uma irradiação constante (L), B_L é a média do número de células viáveis (sobreviventes) das amostras não tratadas após irradiação constante durante 6 h e C_L é a média do número de células viáveis das amostras tratadas fotocataliticamente após irradiação constante durante 6 h.

4.11 CÁLCULO DO ERRO

Para estimar quantitativamente a intensidade do erro de medição dos resultados das amostras em triplicata fez-se o cálculo da estimativa de repetitividade, a qual é a medida que indica que para uma dada probabilidade, o erro aleatório é esperado (ALBERTAZZI; SOUSA, 2015)

Segundo Albertazzi e Sousa (2015) a repetitividade é calculada pelo produto do desvio padrão da média, o qual é encontrado através da Equação 3, e do coeficiente t de *Student*.

$$\sigma_x = \frac{\sqrt{\sum_{i=1}^n \frac{(I_i - \bar{I})^2}{n-1}}}{\sqrt{n}} \quad (3)$$

Onde σ_x é o desvio padrão da média da amostra, I_i é a i-ésima amostra, \bar{I} é a média das amostras e n o número de medições repetitivas da amostra.

O coeficiente t, também conhecido como fator de abrangência, é encontrado através do grau de liberdade, calculado através da Equação 4 e da estimativa de confiabilidade dos resultados, adotada como 95%.

$$v = n - 1 \quad (4)$$

Onde v é o número de graus de liberdade da estimativa do desvio padrão.

Através do grau de liberdade e da confiabilidade adotada (95%), o coeficiente t de *Student* é encontrado através da Tabela 4.

O grau de liberdade é de 2, e por isso, o valor do coeficiente t utilizado nos cálculos foi de 4,303.

O erro é calculado pelo produto do coeficiente t respectivo para o teste e do desvio padrão da média, como mostrado na Equação 5.

$$Erro = \sigma_x \cdot t \quad (5)$$

O resultado do cálculo do erro é apresentado nas barras de erro dos gráficos resultantes do item 5.5.

Tabela 4 – Tabela parcial dos coeficientes t de *Student*.

Graus de liberdade	68,27%	95%	99%	99,73%
1	1,837	12,706	63,656	235,811
2	1,321	4,303	9,925	19,206
3	1,197	3,182	5,841	9,219
4	1,142	2,776	4,604	6,620
5	1,111	2,571	4,032	5,507
6	1,091	2,447	3,707	4,904
7	1,077	2,365	3,499	4,530
8	1,067	2,306	3,355	4,277
9	1,059	2,262	3,250	4,094
10	1,053	2,228	3,169	3,957
11	1,048	2,201	3,106	3,850
12	1,043	2,179	3,055	3,764
13	1,040	2,160	3,012	3,694
14	1,037	2,145	2,977	3,636
15	1,034	2,131	2,947	3,586

Fonte: Albertazzi e Sousa (2015, adaptado).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 CONTAGEM DE CÉLULAS INOCULADAS

Ao final do procedimento de contagem de células pela Câmara de Neubauer, encontrou-se um valor aproximado mostrado na Tabela 5.

Tabela 5 – Resultado da contagem de células dos microrganismos.

Microrganismo	Células por mL
<i>E. coli</i>	2,1.10 ⁶
<i>S. aureus</i>	1,2.10 ⁶

Fonte: Do autor (2016).

O resultado obtido é satisfatório pois o número de células ideal para inoculação fica no *range* de $6,7 \cdot 10^5$ e $2,6 \cdot 10^6$ células por mL (ISO, 2009).

5.2 RESULTADO DE VALIDAÇÃO DO TESTE

Os resultados para a validação do teste são mostrados nas Tabelas 6 e 7.

Os autores Mills, Hill e Robertson (2012) citam que para as situações em que os resultados dos três corpos de prova da condição testada foram zero ou incontável, o resultado é dado como $<0,200$ pois neste caso os testes também são considerados válidos.

Tabela 6 – Validação do teste para o microrganismo *S. aureus*.

	1	2	3	4
N	0,198	<0,200	0,197	0,141
R	0,155	0,068	0,191	0,163
RA	0,086	<0,200	<0,200	<0,200
AG	0,197	<0,200	0,149	<0,200
D	0,172	0,024	<0,200	0,105
PC	0,001	0,095	<0,200	<0,200

Fonte: Do autor (2016).

Tabela 7 – Validação do teste para o microrganismo *E. coli*.

	1	2	3	4
N	0,070	0,165	0,034	0,164
R	0,191	0,198	<0,200	0,070
RA	0,108	<0,200	<0,200	0,173
AG	0,134	<0,200	<0,200	<0,200
D	0,171	<0,200	<0,200	<0,200
PC	0,180	<0,200	<0,200	0,164

Fonte: Do autor (2016).

Os testes foram considerados válidos, pois todos os valores são inferiores a 0,200, atendendo assim à ISO 27447.

5.3 CONTAGEM DE CÉLULAS SOBREVIVENTES

A representação do resultado das contagens de células sobreviventes é dada em gráficos representados pelo número médio de Unidade Formadora de

Colônias (UFC) para as amostras testadas. Para os resultados incontáveis não se considerou efeito antimicrobiano, e nenhum dos tratamentos causou danos visualmente perceptíveis às peças.

5.3.1 Monoporosa Acetinada – Referência 1

Neste tópico são apresentados e discutidos os resultados obtidos para a amostra monoporosa acetinada, nomeada como referência 1 no trabalho.

5.3.1.1 Com irradiação UV

A Figura 15 demonstra que nas peças da referência 1 para o microrganismo *S. aureus* com irradiação UV, percebe-se em todos os casos eficiência de eliminação de células nas superfícies contendo fotocatalisador, sendo esta mesma eficiência observada nas superfícies sem fotocatalisador das peças NS, RAS, AGS e DS.

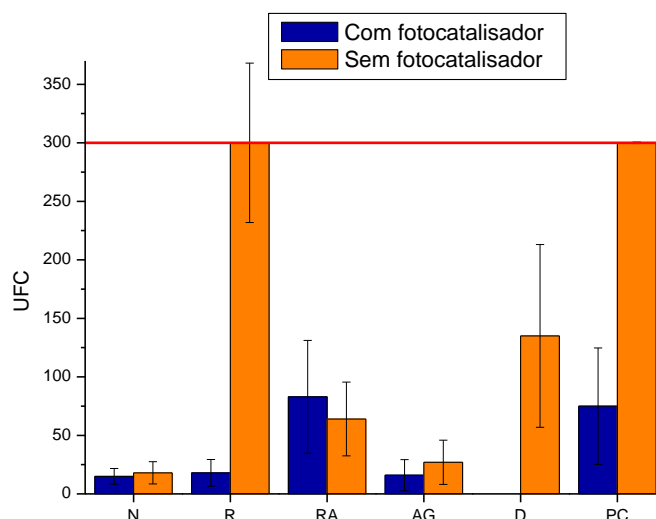
As únicas peças que não apresentaram efeito antimicrobiano foram RS e PCS. Deve-se observar que em RS apesar de a barra de erro indicar que o número de células está dentro do *range* contável, a diferença entre as peças com fotocatalisador e sem continua sendo grande.

As peças com superfície fotocatalítica que tiveram menor efeito antimicrobiano foram as com RAC e PCC. Este comportamento das peças com rejunte antimicrobiano pode ter ocorrido, pois ao aplicar o rejunte, o assentador pode ter arrancado parte do material antimicrobiano, haja vista que o material é abrasivo e as técnicas de aplicação normalmente fazem uso de esponja para retirar excessos deste material nas peças cerâmicas. O ato de “limpar” as peças pode ocasionar este arrancamento e conseqüente diminuição do efeito antimicrobiano.

A pasta cristal é também um tensoativo, e por isso pode retirar os microrganismos da superfície sem ocasionar danos ao revestimento, porém ressalta-se que esta lavagem é mais agressiva pois é feita com escova de fios de nylon além

do produto ser também abrasivo, podendo assim, ter removido o fotocatalisador da superfície.

Figura 15 - Número de células sobreviventes do microrganismo *S. aureus* com exposição UV - Referência 1.

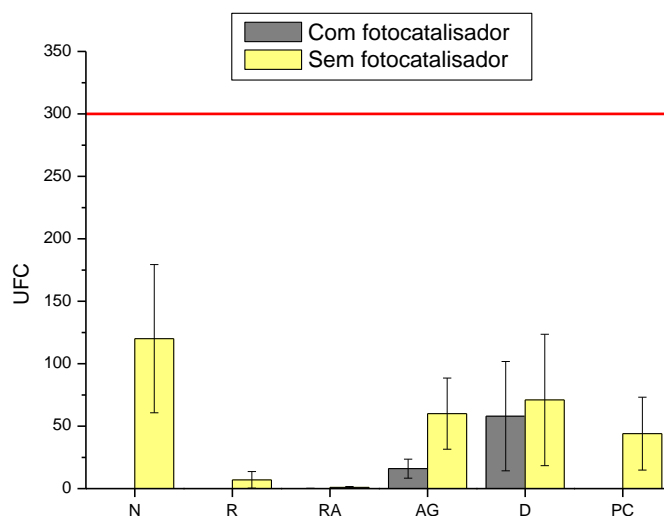


Fonte: Do autor (2016).

A Figura 16 mostra que para a mesma referência e microrganismo *E. coli* com irradiação UV também se obteve efeito antimicrobiano em todas as peças com superfície fotocatalítica, sendo que houve eliminação total de células para as peças NC, RC, RAC e PCC e parcial para AGC e DC.

A peça DC perdeu intensidade do efeito antimicrobiano quando comparada à NC e as peças RS e RAS apresentaram uma eficiência de eliminação de células maior do que NS. Percebe-se que em todos os casos as peças sem tratamento apresentaram efeito antimicrobiano, sendo ele intensificado nas com fotocatalisador.

Figura 16 - Número de células sobreviventes do microrganismo *E. coli* com exposição UV - Referência 1.



Fonte: Do autor (2016).

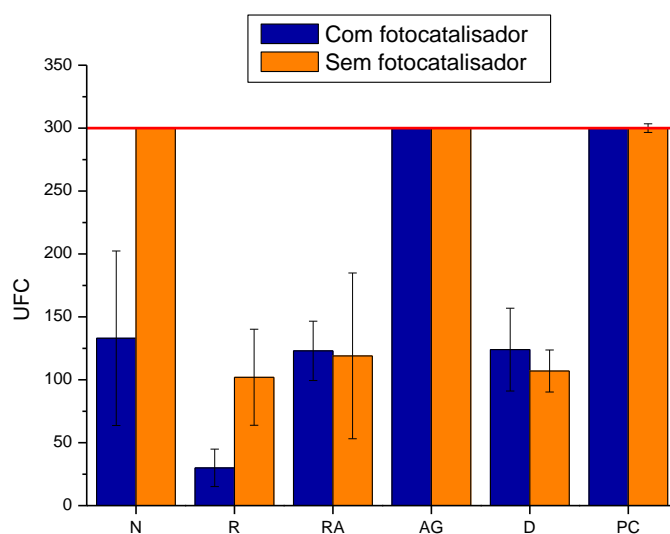
5.3.1.2 Sem irradiação UV

Através da Figura 17, percebe-se que para as peças da referência 1 para o microrganismo *S. aureus* sem irradiação UV obteve-se efeito antimicrobiano nas peças com fotocatalisador: NC, RC, RAC e DC.

A peça AGC não demonstrou potencial antimicrobiano, o que pode ser justificado por Ferreira (2015) que cita que se a superfície da peça contendo fotocatalisador absorver muitas moléculas de água, isto pode fazer com que a matéria orgânica (bactéria) não seja adsorvida/degradada, prejudicando a eficiência do fotocatalisador como agente antimicrobiano.

Como NS não apresentou efeito antimicrobiano e as peças RS, RAS e DS apresentaram, cria-se a hipótese de que o rejunte simples e o antimicrobiano influenciaram positivamente no desempenho do revestimento cerâmico pelo fato de que quando assentado, o rejunte pode ser espalhado por toda a placa cerâmica, podendo adentrar nos poros ali contidos, ocupando um lugar que poderia conter água, e quando há menos água disponível para os microrganismos, eles não sobrevivem. Já o detergente pode ter novamente atuado como tensoativo para as bactérias.

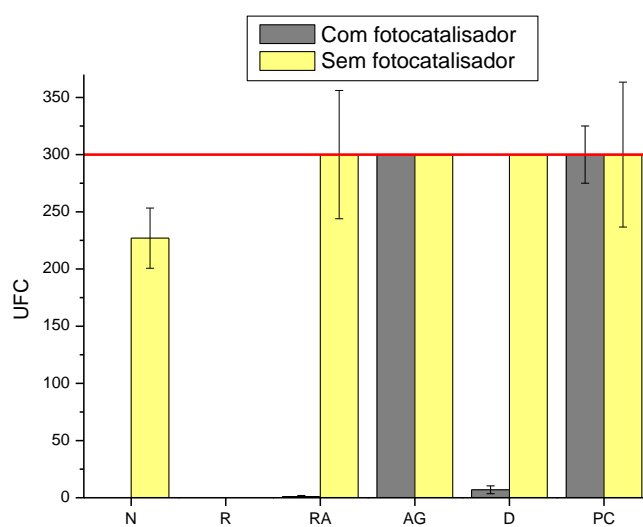
Figura 17 – Número de células sobreviventes do microrganismo *S. aureus* sem exposição UV - Referência 1.



Fonte: Do autor (2016).

Na Figura 18 são representados os resultados para a mesma referência e microrganismo *E. coli* sem irradiação UV.

Figura 18 – Número de células sobreviventes do microrganismo *E. coli* sem exposição UV - Referência 1.



Fonte: Do autor (2016).

Observa-se uma eliminação total para as peças NC e RC, ocorrendo também eliminação parcial em DC e RAC, sendo caracterizados por valores muito próximos a zero.

Em RAS, PCS e PCC, apesar de os valores serem dados como incontáveis, deve-se ressaltar que as barras de erro indicam que os resultados podem estar dentro do *range* contável, indicando potencial efeito antimicrobiano.

A condição testada que mais apresentou danos à superfície fotocatalítica quanto à perda de efeito antimicrobiano foi a lavagem com pasta cristal em ambos os casos, caracterizando-a como prejudicial à camada de fotocatalisador para esta referência.

5.3.2 Monoporosa Brilhante – Referência 2

Neste tópico são apresentados e discutidos os resultados obtidos para a referência Diamante Branco Brilhante (monoporosa), nomeada como referência 2.

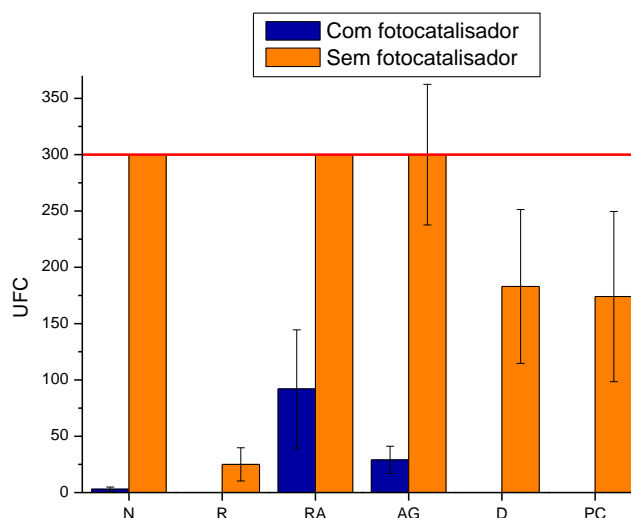
5.3.2.1 Com irradiação UV

Os resultados obtidos das peças da referência 2 com irradiação UV para o microrganismo *S. aureus*, são mostrados na Figura 19.

Obteve-se em todos os casos uma grande diferença entre o número de células sobreviventes nas peças com e sem superfície fotocatalítica sendo que as peças com fotocatalisador demonstraram alto potencial na eliminação deste microrganismo, sendo RAC a menos eficiente.

Das peças sem camada fotocatalítica, em RS ocorreu eliminação parcial de células, sendo que as peças DS e PCS também apresentaram efeito antimicrobiano, porém com menor intensidade. E através da barra de erro percebe-se que o número máximo possível é muito próximo ao considerado como incontável para o experimento.

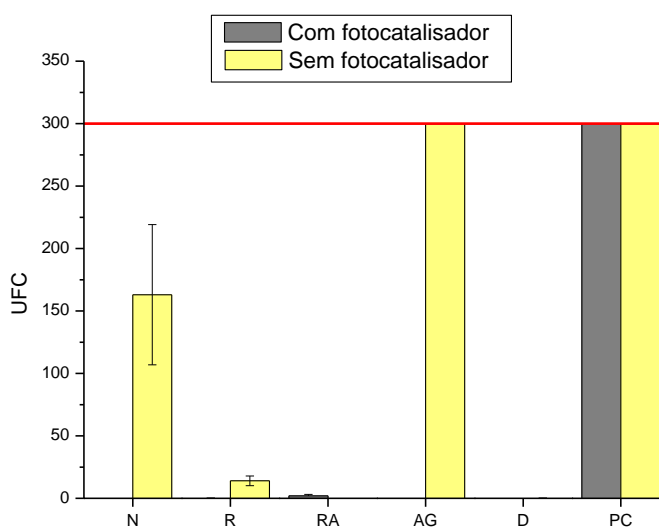
Figura 19 – Número de células sobreviventes do microrganismo *S. aureus* com exposição UV – Referência 2.



Fonte: Do autor (2016).

Através da Figura 20 percebe-se que para a mesma referência com irradiação UV e microrganismo *E. coli* obteve-se eliminação total para a maioria das peças com superfície fotocatalítica, exceto as peças PCC, as quais não apresentaram efeito antimicrobiano.

Figura 20 – Número de células sobreviventes do microrganismo *E. coli* com exposição UV – Referência 2.



Fonte: Do autor (2016).

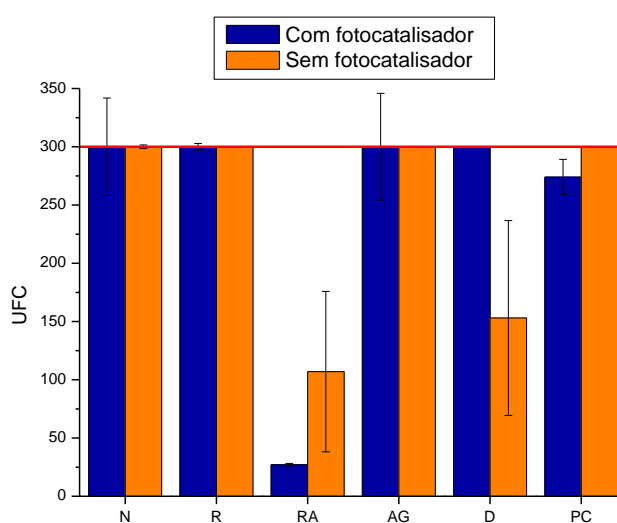
As peças NS, RS, RAS E DS demonstraram eficiência na eliminação deste microrganismo, sendo que as peças RAS e DS apresentaram eliminação total.

5.3.2.2 Sem irradiação UV

Através da Figura 21 observa-se que para as peças da referência 1 para o microrganismo *S. aureus* sem irradiação UV, não se obteve efeito antimicrobiano para NC, RC e DC. Para PCC ocorreu eliminação parcial das células, sendo que a partir do intervalo de confiança, o número máximo provável de células sobreviventes se aproxima do máximo número considerado contável para este experimento.

A situação que mais chama a atenção foi a lavagem das peças com detergente, que não apresentou efeito antimicrobiano para as peças contendo fotocatalisador, porém apresentou para as peças sem superfície fotocatalítica. Porém, através da barra de erro para a peça DS percebe-se que o número máximo provável é muito próximo ao número considerado incontável para o experimento.

Figura 21 – Número de células sobreviventes do microrganismo *S. aureus* sem exposição UV – Referência 2.



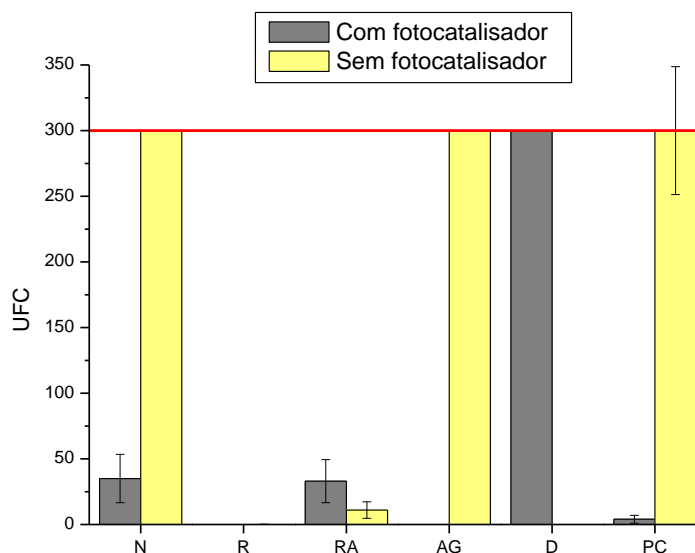
Fonte: Do autor (2016).

A Figura 22 apresenta os resultados obtidos para a mesma referência e microrganismo *E. coli* sem irradiação UV. As peças RS e RC apresentaram eliminação total dos microrganismos, o que quando comparado à NC e NS, demonstra que o rejunte potencializou as propriedades antimicrobianas para os revestimentos com superfície fotocatalítica e fez com que as peças sem fotocatalisador apresentassem propriedades bactericidas, que normalmente não apresentam.

A mesma situação foi observada para as peças com rejunte antimicrobiano, sendo que a eliminação dos microrganismos não foi total, mas a partir do intervalo de confiança obtêm-se valores muito próximos a zero.

Nestas condições as peças sem tratamento não apresentaram, para a bactéria *S. aureus* efeito antimicrobiano, enquanto para a bactéria *E. coli* apenas nas peças com superfície fotocatalítica ocorreu eliminação de células.

Figura 22 – Número de células sobreviventes do microrganismo *E. coli* sem exposição UV – Referência 2.



Fonte: Do autor (2016).

5.3.3 Porcelanato Técnico – Referência 3

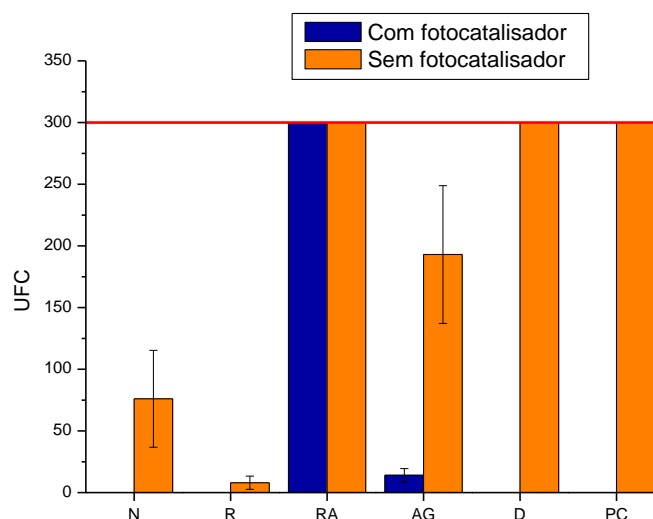
Neste tópico são apresentados e discutidos os resultados obtidos para a referência Branco Plus Natural (porcelanato polido), nomeada como referência 3 no trabalho.

5.3.3.1 Com irradiação UV

Nas peças da referência 3 para o microrganismo *S. aureus* com irradiação UV, conforme mostrado na Figura 23, obteve-se efeito antimicrobiano mais intenso nas peças com fotocatalisador do que nas peças sem fotocatalisador, exceto para as peças rejuntadas com rejunte antimicrobiano.

Percebeu-se eliminação total de células para as peças NC, RC, DC e PCC. Também ocorreu eliminação parcial de células nas peças AGC.

Figura 23 – Número de células sobreviventes do microrganismo *S. aureus* com exposição UV – Referência 3.



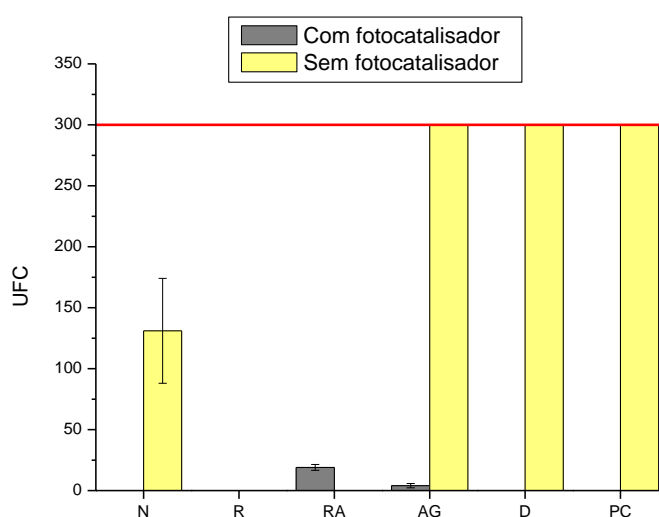
Fonte: Do autor (2016).

Para a mesma referência e microrganismo *E. coli* com irradiação UV observa-se, na Figura 24, que para as peças DS, PCS e AGS não houve eliminação dos microrganismos.

Na condição NC as peças demonstraram elevado efeito antimicrobiano, eliminando todas as células inoculadas e as peças NS apresentaram também efeito antimicrobiano, mas a eliminação dos microrganismos não foi total. Ocorreu também eliminação total de microrganismos para as peças RC, DC e PC, indicando que para estas situações não houve modificação das peças sem tratamento quanto à atividade antimicrobiana.

Para estas condições as peças NC e NS apresentaram efeito antimicrobiano para ambas bactérias, sendo a eliminação de células total nas peças com fotocatalisador e parcial nas que peças sem fotocatalisador. Nenhuma das condições testadas interferiu consideravelmente na superfície fotocatalítica como agente bactericida.

Figura 24 – Número de células sobreviventes do microrganismo *E. coli* com exposição UV – Referência 3.



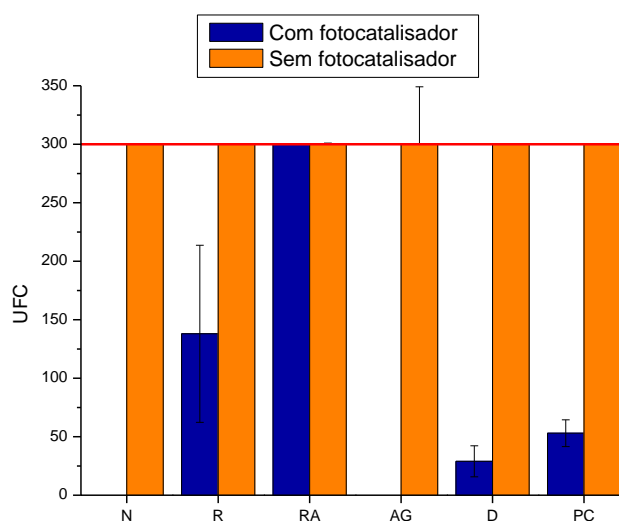
Fonte: Do autor (2016).

5.3.3.2 Sem irradiação UV

Nas peças da referência 3 para o microrganismo *S. aureus* sem irradiação UV, conforme mostrado na Figura 25, não ocorreu eliminação de células, para a nenhuma das peças sem superfície fotocatalítica. Para as peças NC e AGC houve eliminação total de células e eliminação parcial para RC, DC e PCC, indicando efeito antimicrobiano nas peças com fotocatalisador.

Ambas as peças com rejunte antimicrobiano não demonstraram efeito antimicrobiano, o que indica que também neste caso, este material influenciou negativamente na atividade antimicrobiana do fotocatalisador na superfície das peças, podendo ter abrasionado o princípio ativo em sua aplicação.

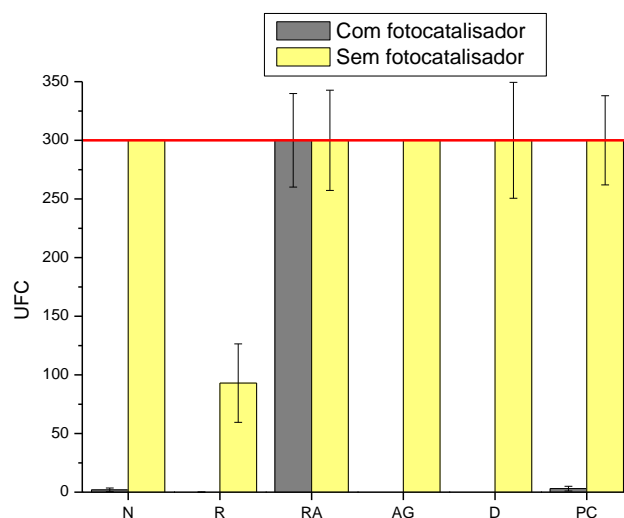
Figura 25 – Número de células sobreviventes do microrganismo *S. aureus* sem exposição UV – Referência 3.



Fonte: Do autor (2016).

A Figura 26 representa os resultados obtidos para a mesma referência e microrganismo *E. coli* sem irradiação UV. Percebe-se a eliminação completa das bactérias nas peças NC, RC, AGC, DC e parcial para as peças NC e PCC.

Figura 26 – Número de células sobreviventes do microrganismo *E. coli* sem exposição UV – Referência 3.



Fonte: Do autor (2016).

Exclusivamente para as condições RAS e RAC não houve eliminação das bactérias em nenhum dos casos, sendo esta a única condição sem efeito antimicrobiano para as peças com camada fotocatalítica.

Para estas condições, as peças NC apresentaram efeito antimicrobiano, e nas peças sem fotocatalisador não houve eliminação dos microrganismos.

A condição testada que mais influenciou no resultado das peças com superfície fotocatalítica foram as peças com rejunte antimicrobiano para os dois microrganismos.

5.3.4 Porcelanato Esmaltado – Referência 4

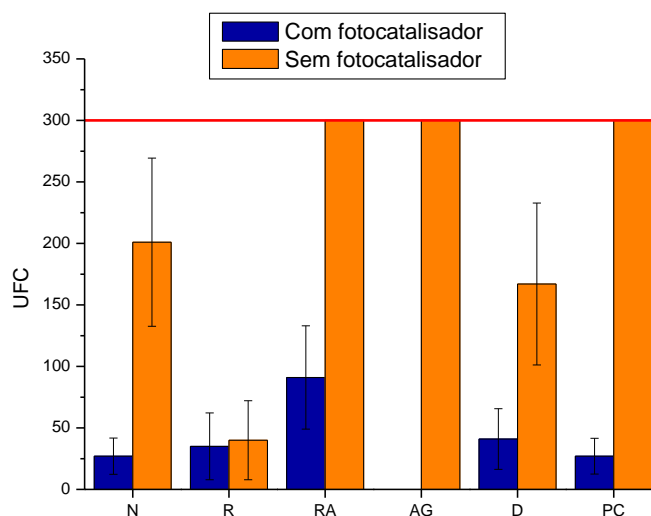
Neste tópico são apresentados e discutidos os resultados obtidos para a referência Munari Cimento (porcelanato técnico), nomeada como referência 4 no trabalho.

5.4.4.1 Com irradiação UV

Para as peças da referência 4 para o microrganismo *S. aureus* com irradiação UV os resultados são mostrados na Figura 27. Obteve-se eliminação parcial em todas as peças com fotocatalisador, sendo mais acentuada em AGC e menos em RAC.

Nas peças PCS, AGS e RAS não ocorreu eliminação de células, sendo que as peças NS apresentaram potencial antimicrobiano. Isto significa que estes tratamentos influenciaram negativamente na atividade antimicrobiana da superfície do revestimento cerâmico.

Figura 27 – Número de células sobreviventes do microrganismo *S. aureus* com exposição UV – Referência 4.

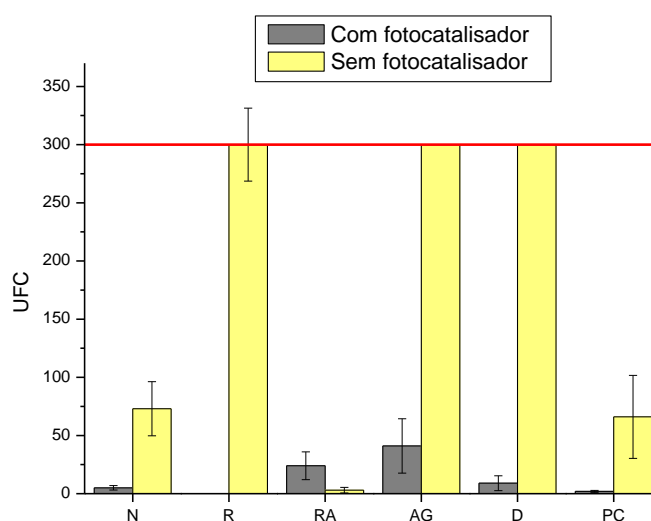


Fonte: Do autor (2016).

Na Figura 28 apresenta-se os resultados obtidos para a mesma referência e microrganismo *E. coli* com irradiação UV.

Ocorreu eliminação total dos microrganismos para a peça RC, sendo que para as peças NC, AGC, DC e PCC também apresentaram alto índice de eliminação das bactérias, indicando que não houve alteração quanto ao efeito antimicrobiano do fotocatalisador da peça NC.

Figura 28 – Número de células sobreviventes do microrganismo *E. coli* com exposição UV – Referência 4.



Fonte: Do autor (2016).

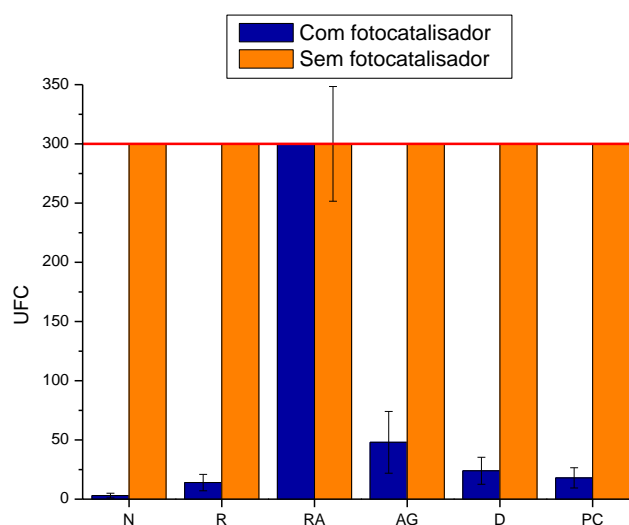
As peças NS, RAS e PCS também apresentaram potencial antimicrobiano, demonstrando eliminação parcial das células. Isto indica também que neste caso este tratamento agregou potencial antimicrobiano aos revestimentos cerâmicos.

5.3.4.2 Sem irradiação UV

Para as peças da referência 4 para o microrganismo *S. aureus* sem irradiação UV não se obteve eficiência antimicrobiana em nenhuma das peças sem superfície fotocatalítica, conforme observa-se na Figura 29.

As peças com fotocatalisador, apresentaram, em sua maioria, efeito antimicrobiano, eliminando a maioria das células. A exceção deu-se nas peças rejuntadas com rejunte antimicrobiano, onde não ocorreu eliminação de células.

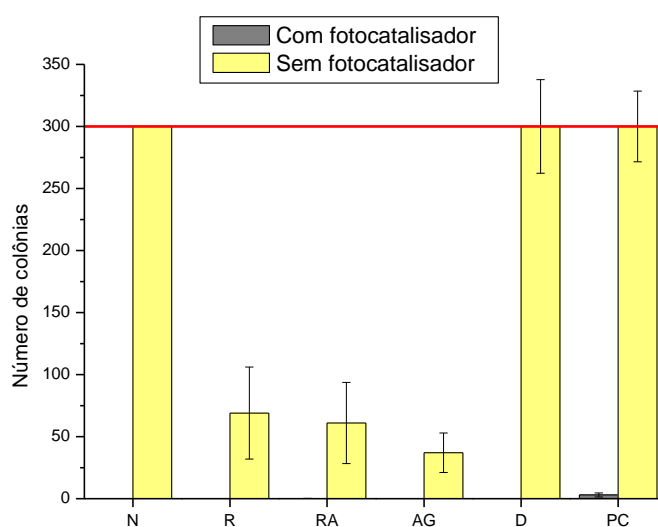
Figura 29 – Número de células sobreviventes do microrganismo *S. aureus* sem exposição UV – Referência 4.



Fonte: Do autor (2016).

A Figura 30 apresenta os resultados obtidos para a mesma referência e microrganismo *E. coli* sem irradiação UV.

Figura 30 – Número de células sobreviventes do microrganismo *E. coli* sem exposição UV – Referência 4.



Fonte: Do autor (2016).

Obteve-se eliminação total dos microrganismos para quase todas as peças com superfície fotocatalítica, com exceção das peças lavadas com pasta cristal, que apresentaram eliminação parcial, porém conforme indicado pela barra de erro, o mínimo número provável de células sobreviventes é muito próximo a zero.

Para as peças RS, RAS e AGS, obteve-se eliminação parcial de células, o que demonstra um aumento do efeito antimicrobiano das peças, pois a peça normal não apresentou efeito bactericida.

Nestas condições as peças NC apresentaram alto efeito antimicrobiano para ambas as bactérias e para as mesmas peças sem superfície fotocatalítica não houve eliminação de células.

5.4 COEFICIENTE DE ATIVIDADE ANTIMICROBIANA

Os valores do coeficiente de atividade antimicrobiana (R_L) são apresentados na Tabela 8 para o microrganismo *S. aureus* e na Tabela 9 para o microrganismo *E. coli*. Para os tratamentos que atingiram valor máximo do coeficiente de atividade antimicrobiana, significa que a eliminação de células foi total.

Tabela 8 – Valores do coeficiente R_L para o microrganismo *S. aureus*.

	1	2	3	4
N	0,079	máx	máx	0,867
R	1,222	máx	máx	0,050
RA	0,134	0,512	0,000	0,520
AG	0,223	1,005	1,341	máx
D	máx	máx	máx	0,610
PC	0,600	máx	máx	1,054

Fonte: Do autor (2016).

Tabela 9 – Valores do coeficiente R_L para o microrganismo *E. coli*.

	1	2	3	4
N	máx	máx	máx	1,191
R	máx	1,633	0,000	máx
RA	0,301	0,000	1,210	0,000
AG	0,583	máx	1,875	1,623
D	0,087	0,000	máx	1,539
PC	máx	0,000	máx	1,820

Fonte: Do autor (2016).

O cálculo deste coeficiente é exigido pela norma ISO 27447, porém apresenta resultados inconclusivos sobre o efeito antimicrobiano dos fotocatalisadores, baseando-se em que as peças que apresentam R_L como zero podem não ter apresentado atividade antimicrobiana, ou apresentado eliminação total de microrganismos nas peças com e sem superfície fotocatalítica, que foi o que aconteceu para as peças expostas à irradiação UV com lavagem de detergente na referência 2 e com aplicação de rejunte na referência 2 e nas peças sem exposição à UV com rejunte para as referências 1 e 2 para o microrganismo *E. coli*.

5.6 CONFIABILIDADE ESTATÍSTICA DO MÉTODO

Para garantir a confiabilidade do método, fez-se a comparação entre os tipos de tratamentos feitos às peças com e sem camada fotocatalítica expostas à irradiação UV quanto à sua eficiência antimicrobiana para cada um dos microrganismos, a partir dos resultados médios e da influência da barra de erro.

Os resultados são os mesmos apresentados no item 5.3 porém representados como:

- Sem eliminação de células (-)

- Eliminação total de células (X)
- Eliminação parcial de células (P)

Considera-se boa confiabilidade estatística para os resultados que apresentaram diferença entre as peças com e sem camada fotocatalítica, pois nos casos em que não há diferença, mesmo se há efeito antimicrobiano ele não pode ser atribuído ao fotocatalisador.

A Tabela 10 apresenta a comparação entre os resultados das peças sem tratamento. Os resultados demonstram uma boa segurança estatística para fornecer o efeito antimicrobiano entre as peças com e sem camada fotocatalítica, haja vista que somente um dos resultados (referência 1, microrganismo *S.a.*) não ocorreu diferenciação entre as peças.

Tabela 10 – Comparação entre os resultados das peças sem tratamento.

Referência	Microrganismo	Com camada fotocatalítica	Sem camada fotocatalítica
(1) Monoporosa acetinado	<i>S.a.</i>	X	X
	<i>E.c.</i>	X	P
(2) Monoporosa brilhante	<i>S.a.</i>	X	-
	<i>E.c.</i>	X	P
(3) Porcelanato técnico	<i>S.a.</i>	X	P
	<i>E.c.</i>	X	P
(4) Porcelanato esmaltado	<i>S.a.</i>	X	P
	<i>E.c.</i>	X	P

Fonte: Do autor (2016).

A Tabela 11 apresenta a comparação entre os resultados das peças com rejunte simples.

Tabela 11 – Comparação entre os resultados das peças com rejunte simples.

Referência	Microrganismo	Com camada fotocatalítica	Sem camada fotocatalítica
(1) Monoporosa acetinado	<i>S.a.</i>	X	-
	<i>E.c.</i>	X	P
(2) Monoporosa brilhante	<i>S.a.</i>	X	P
	<i>E.c.</i>	X	P
(3) Porcelanato técnico	<i>S.a.</i>	X	P
	<i>E.c.</i>	X	X
(4) Porcelanato esmaltado	<i>S.a.</i>	P	P
	<i>E.c.</i>	X	-

Fonte: Do autor (2016).

Neste caso também há confiabilidade estatística para a maioria das peças testadas, sendo que para a referência 3 e microrganismo *E.c.* e para a referência 4 e microrganismo *S.a.* não há segurança estatística.

A Tabela 12 apresenta a comparação entre os resultados das peças com rejunte antimicrobiano.

Tabela 12 – Comparação entre os resultados das peças com rejunte antimicrobiano.

Referência	Microrganismo	Com camada fotocatalítica	Sem camada fotocatalítica
(1) Monoporosa acetinado	<i>S.a.</i>	P	P
	<i>E.c.</i>	X	X
(2) Monoporosa brilhante	<i>S.a.</i>	P	-
	<i>E.c.</i>	X	X
(3) Porcelanato técnico	<i>S.a.</i>	-	-
	<i>E.c.</i>	P	X
(4) Porcelanato esmaltado	<i>S.a.</i>	P	-
	<i>E.c.</i>	P	X

Fonte: Do autor (2016).

Nesta situação pode se considerar que não houve segurança estatística pois na maioria dos casos não ocorreu diferenciação entre os resultados ou a diferença deu-se por um maior efeito antimicrobiano nas peças sem camada fotocatalítica, o que não era esperado.

A Tabela 13 apresenta a comparação entre os resultados das peças com lavagem de água e percebe-se que em sua maioria, os resultados apresentaram segurança estatística, com exceção da referência 1 para ambos os microrganismos e para referência 3 e microrganismo *S.a.*

Tabela 13 – Comparação entre os resultados das peças com lavagem de água.

Referência	Microrganismo	Com camada fotocatalítica	Sem camada fotocatalítica
(1) Monoporosa acetinado	<i>S.a.</i>	P	P
	<i>E.c.</i>	P	P
(2) Monoporosa brilhante	<i>S.a.</i>	P	-
	<i>E.c.</i>	X	-
(3) Porcelanato técnico	<i>S.a.</i>	P	P
	<i>E.c.</i>	P	-
(4) Porcelanato esmaltado	<i>S.a.</i>	X	-
	<i>E.c.</i>	P	-

Fonte: Do autor (2016).

Na Tabela 14 apresenta-se a comparação entre os resultados das peças com lavagem de detergente, e percebe-se que apenas na referência 3 houve confiabilidade estatística para ambos os microrganismos, e para as referências 1 e 2 e bactéria *E.c.* e referência 4 e bactéria *S.a.* não houve diferença entre os resultados das peças com e sem camada fotocatalítica.

Tabela 14 – Comparação entre os resultados das peças com lavagem de detergente.

Referência	Microrganismo	Com camada fotocatalítica	Sem camada fotocatalítica
(1) Monoporosa acetinado	<i>S.a.</i>	X	P
	<i>E.c.</i>	P	P
(2) Monoporosa brilhante	<i>S.a.</i>	X	P
	<i>E.c.</i>	X	X
(3) Porcelanato técnico	<i>S.a.</i>	X	-
	<i>E.c.</i>	X	-
(4) Porcelanato esmaltado	<i>S.a.</i>	P	P
	<i>E.c.</i>	P	-

Fonte: Do autor (2016).

Na Tabela 15 apresenta-se a comparação entre os resultados das peças com lavagem de pasta cristal. Estes resultados demonstram uma boa segurança estatística para fornecer efeito antimicrobiano entre as peças com e sem camada fotocatalítica, com exceção da referência 2 para o microrganismo *E.c.*

Tabela 15 – Comparação entre os resultados das peças com lavagem de pasta cristal.

Referência	Microrganismo	Com camada fotocatalítica	Sem camada fotocatalítica
(1) Monoporosa acetinado	<i>S.a.</i>	P	-
	<i>E.c.</i>	X	P
(2) Monoporosa brilhante	<i>S.a.</i>	X	P
	<i>E.c.</i>	-	-
(3) Porcelanato técnico	<i>S.a.</i>	X	-
	<i>E.c.</i>	X	-
(4) Porcelanato esmaltado	<i>S.a.</i>	P	-
	<i>E.c.</i>	X	P

Fonte: Do autor (2016).

6 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As atividades realizadas tiveram o intuito de verificar a eficiência esperada de fotocatalisador como película superficial em revestimentos cerâmicos como agente antimicrobiano a partir de procedimentos baseados na norma ISO 27477. Os resultados se mostraram promissores quanto à eliminação dos microrganismos estudados pelo material fotocatalítico.

Na maioria das situações o microrganismo *Escherichia coli* foi o menos resistente ao fotocatalisador contido nas peças, sendo confirmado por Banerjee et al. (2015) uma maior ordem de inativação microbiana para esta bactéria do que para a *Staphylococcus aureus* quando expostas a materiais fotocatalíticos.

Apesar de não receber irradiação UV, a diferença de células sobreviventes entre as peças com e sem superfície fotocatalítica deu-se principalmente pela presença de prata, componente presente na película de fotocatalisador aplicada à peça, que também atua como agente antimicrobiano e que não necessita de irradiação UV para causar inativação e degradação das células das bactérias.

A metodologia se mostrou eficiente quanto à análise do efeito antimicrobiano dos revestimentos cerâmicos testados, sendo que para a maioria dos casos, houve segurança e confiabilidade estatística quanto aos resultados obtidos.

A exceção dos resultados obtidos com confiabilidade foram as peças rejuntadas com rejunte antimicrobiano e as peças lavadas com detergente, haja vista que na maioria dos casos não houve diferença entre os resultados das peças com e sem camada fotocatalítica, por isso é recomendável que estes sejam refeitos e estudos mais aprofundados sejam feitos quanto às referências que apresentaram estas discrepâncias.

Sugere-se para futuros trabalhos a continuação dos testes com outros agentes de limpeza e após ensaios de abrasão nas peças, com a finalidade de estudar o comportamento do fotocatalisador nestas situações, testes para conferir as características autolimpante das peças com fotocatalisador e para análise dos rejuntos testados quanto a seu comportamento como agente antimicrobiano, e avaliar sua interferência com os resultados obtidos no presente trabalho.

7 REFERÊNCIAS

AHMAD, Razi; SARDAR, Meryam. TiO₂ nanoparticles as an antibacterial agent against E. coli. **International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology**. Nova Deli, p. 3569-3574. 8 ago. 2013. Disponível em: <http://www.ijirset.com/upload/august/24_TiO2.pdf>. Acesso em: 22 set. 2016.

ALBERTAZZI, Armando; SOUSA, André de. **Fundamentos de Metrologia Científica e Industrial**. Barueri: Editora Manole, 2015. 408 p.

ANFACER - Associação Nacional dos Fabricantes de Cerâmica para Revestimentos, Louças sanitárias e Congêneres (Brasil). **Relatório de Atividades 2014/2016**. 2016. 60 p.

ARELLANO, U.; ASOMOZA, M.; RAMÍREZ, F. Antimicrobial activity of Fe–TiO₂ thin film photocatalysts. **Journal Of Photochemistry And Photobiology A:: Chemistry**. Iztapalapa, p. 159-165. 2 jun. 2011. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S101060301100236X>>. Acesso em: 15 jun. 2016.

ATHANASEKOU, Chrysoula . et al. Ceramic photocatalytic membranes for water filtration under UV and visible light. **Applied Catalysis B: Environmental**. Atena, p. 12-19. 15 nov. 2015. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S092633731400722X>>. Acesso em: 25 ago. 2016.

BAK, Tadeusz et al. Effect of Crystal Imperfections on Reactivity and Photoreactivity of TiO₂ (Rutile) with Oxygen, Water, and Bacteria. **The Journal Of Physical Chemistry**. Maryland, p. 15711-15738. 17 jun. 2011. Disponível em: <<http://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/jp2027862>>. Acesso em: 3 set. 2016.

BALOGH, Tatiana Santana et al. Proteção à radiação ultravioleta: recursos disponíveis na atualidade em fotoproteção. **Anais Brasileiros de Dermatologia**. São Paulo, p. 732-742. jan. 2011.

BANERJEE, Swagata *et al.* Self-cleaning applications of TiO₂ by photo-induced hydrophilicity and photocatalysis. **Applied Catalysis B: Environmental**. Dublin, p. 396-428. 2 abr. 2015. Disponível em: <

www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926337315001794 >. Acesso em: 11 out. 2016.

CABRAL JUNIOR, Marsis et al. Panorama e Perspectivas da Indústria de Revestimentos Cerâmicos no Brasil. **Cerâmica Industrial**, São Paulo, v. 15, n. 3, p.7-18, jun. 2010. Disponível em: <<http://www.ceramicaindustrial.org.br/pdf/v15n3/v15n3a01.pdf>>. Acesso em: 31 out. 2016.

CAMPOS, Priscila Batista de. **Avaliação do tratamento de sulfeto de hidrogênio através de fotocátalise**. 2009. 54 f. TCC (Graduação) - Curso de Engenharia Sanitária e Ambiental, Centro Tecnológico, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2009. Disponível em: <<https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/124397/160.pdf?sequence=1>>. Acesso em: 24 out. 2016.

CAO, Baocheng et al. High antibacterial activity of ultrafine TiO₂/graphene sheets nanocomposites under visible light irradiation. **Materials Letters**. Lanzhou, p. 349-352. 7 dez. 2012. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0167577X12017156>>. Acesso em: 25 ago. 2016.

CARTER, C. Barry; NORTON, M. Grant. **Ceramic Materials: Science and Engineering**. 2. ed. Nova York: Springer Science & Business Media, 2007. 716 p.

CHIS, C; EVSTRATOV. A.. Photosensitive composite disordered nanostructures over acceptor supports: Selective free charge carrier generators for environmental applications. **International Journal Of Chemical Reactor Engineering**. Paris, p. 1-8. out. 2008.

CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA SANITÁRIA E AMBIENTAL, 23., 2005, Campo Grande. **Fotocatálise heterogênea com TiO₂ aplicada ao tratamento de esgoto sanitário secundário**. Campo Grande, 2005. p. 1-8. Disponível em: <<http://www.scielo.br/pdf/esa/v9n4/v9n4a10.pdf>>. Acesso em: 28 set. 2016.

DASTJERDI, Roya; MONTAZER, Majid. A review on the application of inorganic nanostructured materials in the modification of textiles: Focus on anti-microbial properties. **Colloids And Surfaces B: Biointerfaces**. Teerã, p. 5-18. 30 mar. 2010.

Disponível em:
<<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0927776510001773>>. Acesso em:
2 set. 2016.

FELTRIN, J. et al. Superfícies fotocatalíticas de titânia em substratos cerâmicos. Parte I: Síntese, estrutura e fotoatividade. **Cerâmica**. Florianópolis, p. 620-632. 2013.

FELTRIN, J. et al. Superfícies fotocatalíticas de titânia em substratos cerâmicos. Parte II: substratos, processos de deposição e tratamento térmico. **Cerâmica**. Florianópolis, p. 1-9. 2014.

FERNANDES, Magliani P. et al. Desenvolvimento e caracterização de vidros bactericidas e fungicidas contendo espécies de Zn²⁺ para aplicação como aditivo microbiano. In: Seminário de Pesquisa, Extensão e Inovação - IFSC, 1., 2011, Criciúma. **Periódico**. Criciúma, 2011. Disponível em:
<<https://periodicos.ifsc.edu.br/index.php/rtc/article/viewFile/317/241>>. Acesso em: 30 ago. 2016

FERREIRA, Sofia Amélia Tello. **Argamassas de auto-limpeza**: da formulação às aplicações. 2015. 167 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Conservação e Reabilitação de Edifícios, Instituto Politécnico de Setúbal, Setúbal, 2015. Disponível em: <<https://comum.rcaap.pt/handle/10400.26/13638>>. Acesso em: 28 set. 2016.

FOSTER, H. A. et al. Antimicrobial activity of titania/silver and titania/copper films prepared by CVD. **Journal Of Photochemistry And Photobiology A: Chemistry**. Salford, p. 283-289. 29 set. 2010. Disponível em:
<www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1010603010003928>. Acesso em: 24 set. 2016.

GONZALÉZ, Erika Iveth Cedillo et al. Evaluation of the correlations between temperature, humidity, incident UV light and the photocatalytic activity of TiO₂ films using a rationale approach. **Applied Surface Science**. Modena, p. 73-79. 28 mar. 2016.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 27447**: Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) – Test method for antibacterial activity of semiconducting photocatalytic materials. 2009. 23 p.

JIA, Tiekun et al. Synthesis, characterization and enhanced visible-light photocatalytic activity of Zn_2SnO_4/C nanocomposites with truncated octahedron morphology. **Ceramics International**. Luoyang, p. 13893-13899. 31 mai. 2016.

KOWALSKA, E. et al. Silver-modified titania with enhanced photocatalytic and antimicrobial properties under UV and visible light irradiation. **Catalysis Today**. Sapporo, p. 136-142. 20 nov. 2014. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0920586114007263>>. Acesso em: 21 set. 2016.

KUO, Dong-hau; HSU, Wei-ting; YANG, Yi-yuan. From the fluorescent lamp-induced bactericidal performance of sputtered Ag/TiO_2 films to re-explore the photocatalytic mechanism. **Applied Catalysis B: Environmental**. Taipé, p. 191-200. 30 nov. 2015. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926337315302691>>. Acesso em: 26 ago. 2016.

LEE, S. S.; ROBINSON, F. M.; WANG, H. Y. Rapid determination of yeast viability. **Biotechnology And Bioengineering**. New York, p. 641-649. 1981.

LI, Ronghua. **Evaluation of photocatalytic activity of porous films by in-situ environmental ellipsometric analysis**. 2016. 127 f. Tese (Doutorado) - Curso de Física e Química dos Materiais, Laboratoire de Chimie de La Matière Condensée de Paris, Université Pierre Et Marie Curie, Paris, 2016.

NAKATA, Kazuya; FUJISHIMA, Akira. TiO_2 photocatalysis: Design and applications. **Journal Of Photochemistry And Photobiology C: Photochemistry Reviews**. Kanagawa, p. 169-189. 9 jun. 2012. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1389556712000421>>. Acesso em: 21 set. 2016.

NOGUERA J. F. et al. Desenvolvimento de vidrados cerâmicos com propriedades bactericidas e fungicidas. **Cerâmica Industrial**, Castelló, v. 16, p.7-10, mai./jun. 2011. Bimestral. Disponível em: <<http://www.ceramicaindustrial.org.br/pdf/v16n3/v16n3a01.pdf>>. Acesso em: 21 set. 2016.

MADHAVI, V. et al. Phase dependent photocatalytic activity of Ag loaded TiO_2 films under sun light. **Applied Surface Science**. Bangalore, p. 732-739. 23 dez. 2015.

Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433215031384>>. Acesso em: 26 ago. 2016.

MCEVOY, Joanne Gamage; ZHANG, Zisheng. Antimicrobial and photocatalytic disinfection mechanisms in silver-modified photocatalysts under dark and light conditions. **Journal Of Photochemistry And Photobiology C: Photochemistry Reviews**. Ottawa, p. 62-75. 6 fev. 2014. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1389556714000069>>. Acesso em: 01 out. 2016.

MILLS, Andrew; HILL, Claire; ROBERTSON, Peter K. J. Overview of the current ISO tests for photocatalytic materials. **Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry**. Belfast, p. 7-23. 7 nov. 2012. Disponível em <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1010603012001748>>. Acesso em: 12 ago. 2016.

MOREIRA, Isabel Medeiros. **Síntese e caracterização de fotocatalisadores aplicados a desinfecção do ar de ambientes internos climatizados**. 2011. 164 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Ambiental, Pós Graduação, Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2011. Disponível em: <<https://repositorio.ufsc.br/handle/123456789/95514>>. Acesso em: 28 set. 2016.

RÖDEL, Jürgen et al. Development of a roadmap for advanced ceramics: 2010-2025. **Journal Of The European Ceramic Society**. Darmstadt, p. 1549-1560. 9 jun. 2009. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221908005761>>. Acesso em: 13 set. 2016.

SAMU, Gergley F., et al. Photocatalytic, photoelectrochemical, and antibacterial activity of benign-by-design mechanochemically synthesized metal oxide nanomaterials. **Catalysis Today**. 2016. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.cattod.2016.07.010>>. Acesso em: 13 set. 2016.

SARANTOPOULOS, Christos. **Photocatalyseurs a base de TiO₂ prepares par infiltration chimique en phase vapeur (CVI) sur supports microfibreux**. 2007. 204 f. Tese (Doutorado) - Curso de Science Et Génie Des Matériaux, Matériaux, Structure & Mécanique, L'institut National Polytechnique de Toulouse, Toulouse, 2007.

Disponível em: <<http://ethesis.inp-toulouse.fr/archive/00000545/01/sarantopoulos.pdf>>. Acesso em: 24 out. 2016.

SPASIANO, Danilo et al. Solar photocatalysis: Materials, reactors, some comercial, and pre-industrialized applications. A comprehensive approach. **Applied Catalysis B: Environmental**. Napoli, p. 90-123. 7 jan. 2015. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926337315000028>>. Acesso em: 26 ago. 2016.

SPLABOR, Equipamentos Para Laboratório -. **Aprendendo mais: Câmara de Neubauer**. 2016. Disponível em: <<http://www.splabor.com.br/blog/aprendendo-mais/aprendendo-mais-saiba-como-realizar-a-limpeza-correta-de-sua-camara-de-contagem-camara-de-neubauer/>>. Acesso em: 01 set. 2016.

TARELHO, João Paulo Gonçalves. **Atividade fotocatalítica de camadas de TiO₂ otimizadas**. 2011. 127 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia de Materiais, Departamento de Engenharia Cerâmica e do Vidro, Universidade de Aveiro, Aveiro, 2011.

TNS, Competência em nanotecnologia. **Agentes antimicrobianos: Vantagens para pisos cerâmicos**. 2016. Disponível em: <http://tnsolution.com.br/2016/10/05/agentes-antimicrobianos-vantagens-para-pisos-ceramicos/?utm_campaign=e-mail_artigo_05102016&utm_medium=em ail&utm_source=RD+Station>. Acesso em: 10 out. 2016.

VERDIER, Thomas et al. A review of indoor microbial growth across building materials and sampling and analysis methods. **Building And Environment**. Toulouse Cedex, p. 136-149. 8 jun. 2014. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0360132314001802>>. Acesso em: 28 ago. 2016.

WANG, Wanjun et al. Advances in photocatalytic disinfection of bacteria: Development of photocatalysis and mechanisms. **Journal Of Environmental Science**. Hong Kong, p. 232-247. 1 ago. 2015. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1001074215002247>>. Acesso em: 15 ago. 2016.