



PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE FERRO E PRATA SUPORTADAS EM TECIDO CELULÓSICO

Bruno Guilherme Seabra Romano da Silva (PIBIC/CNPq/Uem), Bruna da Silva Pereira (Co-autora), Ana Adelina Winkler Hechenleitner (Orientadora), Edgardo Alfonso Gómez Pineda (Co-orientador), e-mail: anitawh@uem.br

Universidade Estadual de Maringá / Departamento de Química / Maringá, PR.

Ciências Exatas e da Terra – Química.

Palavras-chave: nanocompósitos, celulose, nanopartículas de prata.

Resumo:

Devido ao grande interesse por nanopartículas de prata (AgNPs), o estudo de síntese e de aplicações destas tem-se ampliado recentemente. Neste trabalho foram sintetizadas AgNPs e nanopartículas de óxido de ferro (IONPs) adsorvidas em tecido celulósico (100% algodão) utilizado como matriz suporte. O tecido foi tratado com solução de nitrato de ferro contendo polivinilpirrolidona (PVP) durante 24 horas. Em seguida, este foi imerso em solução aquosa básica de PVP e, posteriormente, adicionado em solução aquosa de nitrato de prata por 2 ou 6 horas. Em seguida, a amostra foi inserida em solução básica de PVP e então foi adicionado o redutor hidroxilamina, com agitação por 0,5 ou 2 horas. A presença de AgNPs adsorvidas nas fibras celulósicas foi confirmada por MEV e DRX.

Introdução

A nanotecnologia corresponde à pesquisa da ciência e tecnologia aplicadas na síntese e caracterização de materiais com tamanho de partículas inferior a 100 nm. O estudo de nanomateriais tem crescido nas últimas décadas devido a vasta gama de aplicações científicas, como em aplicações biomédicas, na entrega controlada de medicamentos (*drug delivery*), etc (PEREIRA, 2015). Mais especificamente, nanopartículas de prata (AgNPs) vêm sendo pesquisadas por suas propriedades antimicrobianas. Estas NPs têm sido empregadas em diferentes tipos de materiais, na busca por





produtos com alta ação antibacteriana. Propriedades físicas como o tamanho, forma e estabilidade das partículas devem ser consideradas e podem ser controladas a partir da síntese. A literatura descreve vários métodos para a obtenção de AgNPs, como a formação destas suportadas em celulose, através da redução química de um sal de prata. Os redutores usualmente utilizados são hidroxilamina, borohidreto de sódio, ácido ascórbico, etc. As AgNPs podem ser sintetizadas e aplicadas isoladamente ou misturadas a outros metais ou seus óxidos, como o óxido de ferro. As nanopartículas de óxido de ferro (IONPs) possuem aplicação na área biomédica por suas características magnéticas, mas também exibem atividade antimicrobiana dependendo do seu tamanho, concentração e estado de oxidação. A celulose é um polissacarídeo natural usado como suporte por exibir alta estabilidade, ser inerte, biodegradável, não tóxico, etc. É um polímero linear composto por unidades de glicose unidas entre si por ligações β -1,4 glicosídicas.

Materiais e métodos

Materiais e reagentes

Tecido 100% algodão (AG), nitrato de prata (AgNO_3) PA Nuclear, nitrato de ferro III ($\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) PA Vetec, polivinilpirrolidona (PVP) $M_w=1.300.000$ SigmaAldrich, hidróxido de sódio (NaOH) PA Nuclear, cloridrato de hidroxilamina ($\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$) PA Vetec, hidróxido de amônio (NH_4OH) PA Nuclear, água destilada, papel indicador universal de pH 0-14 Merck.

Equipamentos

Agitador magnético acoplado com aquecimento elétrico (FISATOM 752A), Balança analítica Ohaus Adventurer AR2140, precisão 0,0001g (METTLER TOLEDO), difratômetro de Raios-X (SHIMADZU XRD-7000).

Obtenção da celulose modificada com NaOH

Para 100 mL de uma solução de NaOH 5%, foi adicionado 1,0g do tecido 100% algodão (AG) sob agitação mecânica durante 1 hora, a uma temperatura próxima de 0°C . Em seguida, o material foi lavado com água destilada, até a eliminação de todo o resíduo alcalino e foi seco a temperatura ambiente de aproximadamente 25°C .





Obtenção das IONPS suportadas no material celulósico

Foram preparados 100 mL de uma solução aquosa contendo $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 0,06 M e 0,2 % m/v de PVP. Em seguida, foi adicionado 1,0 g de AG e a mistura foi agitada durante 24 h em agitador magnético. Posteriormente, o tecido foi adicionado em 100 mL de uma solução aquosa contendo 0,2 % m/v de PVP e adicionou-se NH_4OH até atingir-se o $\text{pH} = 12$.

Obtenção das AgNPs suportadas no material celulósico

Foram preparadas separadamente 2 soluções de AgNO_3 (0,03M e 0,06M), 0,2 % m/v de PVP (solução I_a e I_b), 2 soluções 0,2 % m/v de PVP e NH_4OH ($\text{pH} = 12$) (solução II_a e II_b) e 2 soluções 0,2 % m/v de PVP e agente redutor $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ 0,002 mol/L (solução III_a e III_b). 1,0g de tecido 100% algodão modificado, foi imerso em 100 mL da solução I_a por um período de 2 ou 6 horas, a temperatura ambiente. Em seguida, o material celulósico foi retirado e adicionado em 50 mL da solução II_a, sendo mantido a temperatura ambiente com agitação. Após, a solução III_a foi adicionada gota a gota, até a total redução da prata, e ficou sob agitação por 0,5 ou 2 horas. Sob as mesmas condições, o procedimento foi feito para 1,0g de tecido 100% algodão modificado puro, usando-se as soluções I_b, II_b e III_b. Os materiais foram secos em estufa à 40 °C.

Resultados e Discussão

A obtenção de AgNPs adsorvidas nos materiais celulósicos foi confirmada por MEV (não incluídos aqui) e DRX. Após a incorporação de AgNPs ou IONPs, são observadas distintas colorações que podem ser relacionadas ao teor de NPs, diâmetros médios de cristalitos e/ou diferentes morfologias (Figura 1). Os difratogramas de raios-X (Figura 1) apresentam os picos característicos de celulose tipo I na região de $2\theta = 15^\circ$ a $34,5^\circ$ (PEREIRA, 2015). Os picos característicos de prata na fase cúbica em $2\theta = 38,1^\circ$, $44,3^\circ$, $64,4^\circ$ e $77,4^\circ$ são atribuídos aos planos cristalográficos (111), (200), (220) e (311) (PEREIRA, 2015), respectivamente. O mais intenso destes ($2\theta = 38,1^\circ$) é observado em todas as amostras, com distintas intensidades devido à diferença na quantidade de Ag incorporada. Com o uso da equação de Scherrer (PEREIRA, 2015) foi possível estimar o





tamanho das partículas de Ag partir do pico em $38,1^\circ$, sendo 20 nm para a amostra (a), 22 nm para (b), 33 nm para (c) e 39 nm para (d).

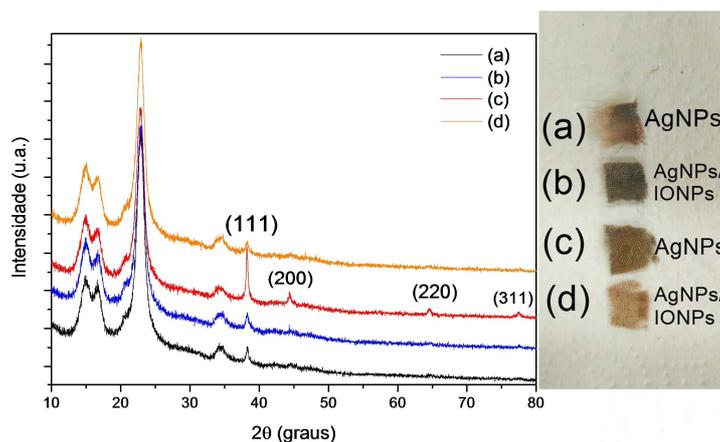


Figura 1: Curvas de DRX e imagem dos tecidos obtidos nas seguintes condições: (a) sem ferro/0,03M de Ag/6h de agitação com Ag/0,5h com redutor; (b) com ferro/0,03M de Ag/6h de agitação com Ag/0,5h com redutor; (c) sem ferro/0,03M de Ag/6h de agitação com Ag/2h com redutor; (d) com ferro/0,03M de Ag/6h de agitação com Ag/2h com redutor.

Conclusões

AgNPs e IONPs suportadas em tecidos celulósicos foram obtidas pelo método da redução química, utilizando-se hidroxilamina como agente redutor e PVP como agente protetor. Os materiais foram caracterizados por DRX, e através da equação de Scherrer foi estimado o tamanho médio das AgNPs, obtendo-se diâmetros médios de cristalito de 20 a 39 nm.

Agradecimentos

Ao PIBIC/UEM, CNPQ, a Fundação Araucária, ao grupo de pesquisa GPBN e a organização do evento.

Referências

PEREIRA, B. S.; BITTENCOURT, P. R. S.; HECHENLEITNER, A. A. W.; OLIVEIRA, D. M. F.; PINEDA, E. A. G.; SILVA, M. F. Cellophane and filter paper as cellulosic support for silver nanoparticles and its thermal decomposition catalysis. **Carbohydrate Polymers**, v. 133, p. 277-283, 2015.

