

## INFLUÊNCIA DA CONCENTRAÇÃO DE CITRATO DE SÓDIO NA FORMAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA.

**Guilherme Mosquim Lemes<sup>1</sup>, Maiara Lima Castilho, Leandro Raniero.**

Laboratório de Nanossensores - Universidade do Vale do Paraíba/Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento, Av. Shishima Hifumi, 2911, Urbanova - 12244-000  
São José dos Campos-SP, Brasil  
gui.lemes10@gmail.com.

### Resumo

As nanopartículas de prata (AgNPs) vêm sendo frequentemente estudadas na área científica devido suas propriedades físicas, químicas e biológicas. Estas características são influenciadas pelo tamanho, morfologia e composição dos nanomateriais, permitindo a aplicação das AgNPs na área biomédica pela sua ação antimicrobiana. Neste trabalho, foi estudada a influência da concentração de citrato de sódio no tamanho das nanopartículas de prata. As técnicas de caracterização, como DLS e Espectroscopia UV-Visível foram aplicadas para análise da estabilidade das nanopartículas, tamanho e índice de polidispersão.

**Palavras-chave:** Nanopartículas de prata, citrato de sódio, DLS.

**Área do Conhecimento:** Engenharias.

### Introdução

A nanociência é o estudo de materiais que possuem dimensões na escala nanométrica, ou seja, a bilionésima parte do metro ( $10^{-9}$ ). A nanotecnologia é estudo do controle e da manipulação de materiais com o objetivo de produção de sistemas controláveis e específicos, tendo como principal foco a área tecnológica. Os nanomateriais vêm atraindo a atenção de pesquisadores devido a aplicabilidade em áreas como a químicas, físicas e biomédicas, pois na escala nanométrica apresentam propriedades diferentes do material macroscópico (CANCINO, 2014). Entre os nanomateriais, as nanopartículas metálicas se destacam, uma vez que são fáceis de sintetizar e podem ser quimicamente modificadas, além de que apresentam propriedades eletrônicas e óticas.

As AgNPs são dinamicamente instáveis, sendo necessária estabilizá-las com um agente estabilizador. Esta estabilização é feita por repulsão eletrostática por meio de espécies carregadas, como cátions e ânions, que se adsorvem à superfície das nanopartículas (ANTUNES, 2013). O uso de AgNPs tem sido investigado no tratamento contra infecções causadas por bactérias ou fungos sobrepondo em parte o uso de antibióticos, devido ao crescente aumento da resistência dos microorganismos a estes medicamentos. A atividade antimicrobiana depende do diâmetro da nanopartícula devido à área superficial (GARCIA, 2011).

Na síntese de nanopartículas, o método por redução é o mais utilizado, sendo o citrato de sódio ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ ) um agente redutor orgânico eficaz e não prejudicial ao meio ambiente. Esta molécula é bastante utilizada para reduzir sais de prata, propiciando a formação de nanopartículas com dimensões na faixa de 30 a 100 nm e apresentando banda de absorção na faixa espectral do visível por volta de 420 nm, dependendo dos parâmetros da síntese (MONTEIRO, 2015). A concentração de citrato de sódio ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ ) é essencial na formação das nanopartículas, pois o aumento da concentração deste sal proporciona maior quantidade de  $\text{Ag}^+$  reduzida (GARCIA, 2011).

Entre os métodos de caracterização, a técnica de DLS (*Dynamic Light Scattering*) é a mais usual para se conhecer o tamanho de nanopartículas e o índice de polidispersão, que pode variar entre 0 e 1. Valores próximos a 0 são registrados para amostras com uma distribuição uniforme de tamanhos, com um desvio padrão baixo em relação ao diâmetro hidrodinâmico.

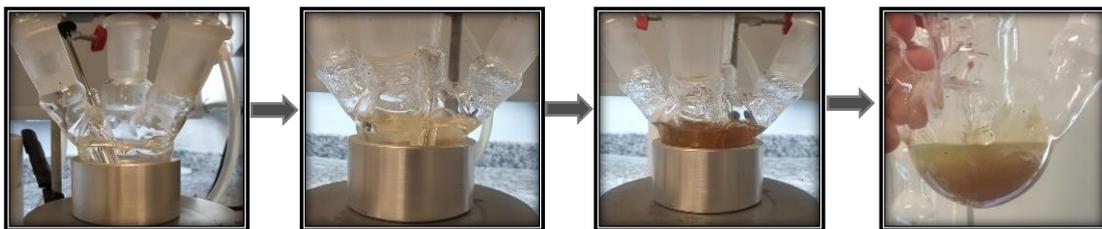
Neste contexto, este trabalho teve objetivo de estudar a influência da concentração do citrato de sódio na distribuição de tamanhos hidrodinâmicos de uma solução coloidal de nanopartículas de prata.

## Metodologia

Todos os reagentes foram adquiridos da empresa Sigma Aldrich. Primeiramente, as vidrarias utilizadas foram lavadas com água régia em proporção 1:3 de ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) e ácido clorídrico ( $\text{HCl}$ ), para remoção de metais contaminantes. A síntese das nanopartículas de prata foi baseada no método descrito em 1982 por Lee e Meisel. A síntese foi iniciada com 91,11 mg de  $\text{AgNO}_3$  solubilizado em 50 mL de água tipo I, mantendo sob agitação constante em 500 rpm e  $90^\circ\text{C}$ . Nesta mistura foi adicionada uma solução preparada com 5 mL de diferentes concentrações de citrato de sódio ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ ) (Sigma Aldrich), sendo elas:  $35\text{ mmol.L}^{-1}$ ,  $45\text{ mmol.L}^{-1}$ ,  $55\text{ mmol.L}^{-1}$ ,  $65\text{ mmol.L}^{-1}$  e  $100\text{ mmol.L}^{-1}$ .

O sistema foi mantido sob agitação e aquecimento durante 30 min, iniciando a contagem após a adição do citrato de sódio. A coloração mudou conforme registrado nas fotos da Imagem 1. A síntese foi armazenada em temperatura ambiente em frasco âmbar.

**Imagem 1:** Síntese de nanopartículas de prata.

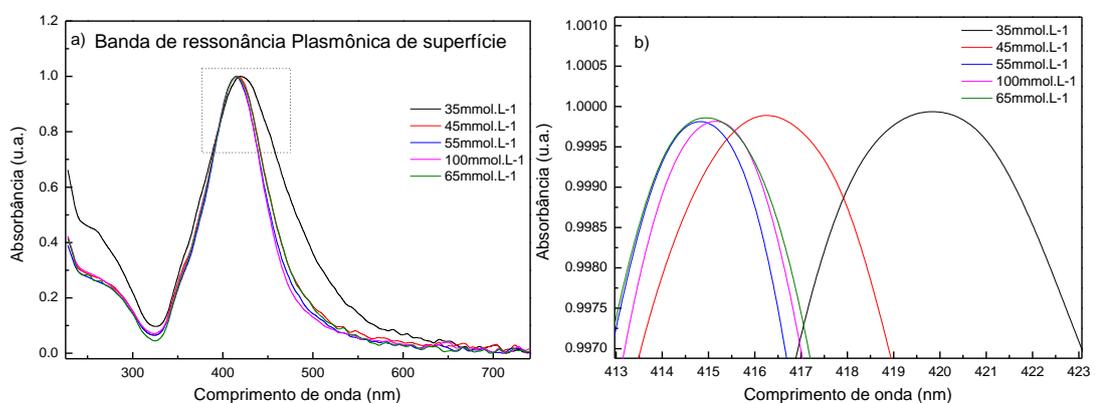


Fonte: O autor.

## Resultados

Os gráficos da Figura 1 apresentam dos resultados das análises de UV-Vísivel, com ênfase na região de ressonância plasmônica de superfície (SPR).

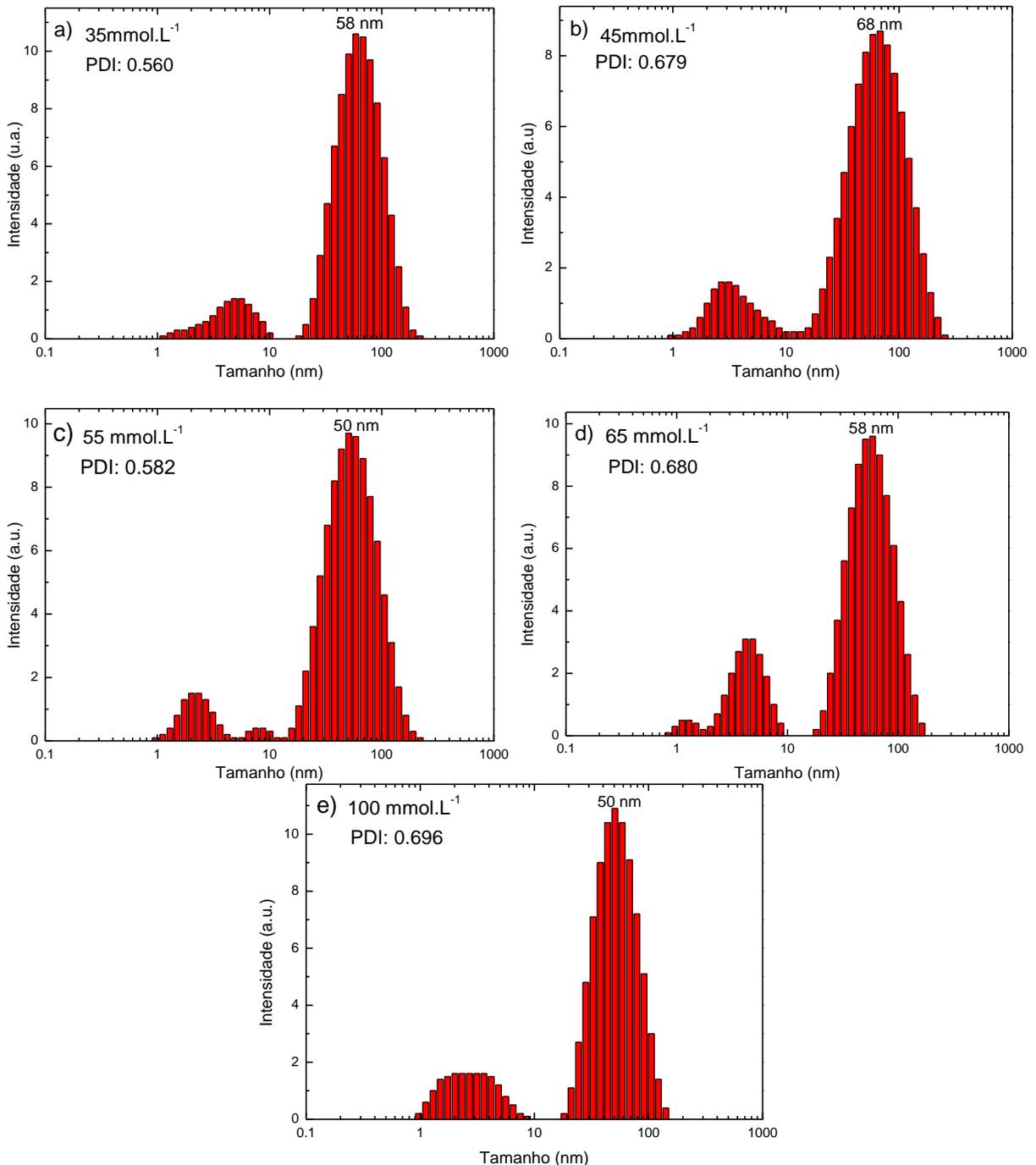
**Figura 1:** a) Análises UV-visível das amostras e b) magnificação da região SPR.



Fonte: O autor.

Os gráficos da Figura 2 apresentam os resultados das análises de DLS, para as diferentes concentrações de  $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ . Os resultados mostram claramente duas populações de tamanhos.

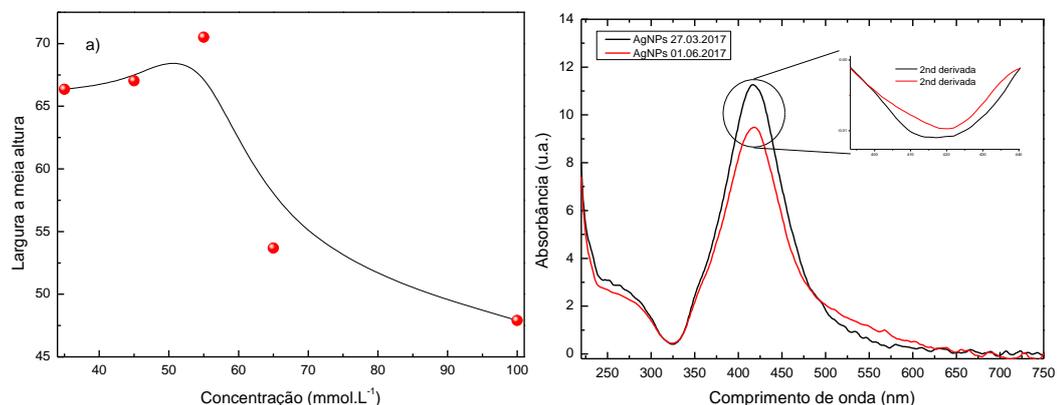
**Figura 2:** Gráfico com a distribuição de tamanhos com concentrações de citrato de sódio: a) 35mmol.L<sup>-1</sup>; b) 45 mmol.L<sup>-1</sup>; c) 55mmol.L<sup>-1</sup>; d) 65 mmol.L<sup>-1</sup>; e) 100 mmol.L<sup>-1</sup>.



Fonte: O autor.

Para avaliar a distribuição de tamanhos, as bandas mais intensas destes gráficos foram analisadas por meio do ajuste de curvas gaussianas, considerando que o valor da largura a meia altura pode sugerir mais uniformidade de partículas com maiores tamanhos (Figura 3a). Enquanto que a Figura 3b permite a análise da estabilidade coloidal.

**Figura 3:** a) Gráfico da análise da largura a meia altura das bandas com maior intensidade das distribuições de tamanhos das sínteses coloidais b) Análise da estabilidade



Fonte: O autor.

## Discussão

As partículas sintetizadas pelo método de redução com citrato de sódio apresentaram uma coloração amarela/marrom característica de nanopartículas de prata com tamanho nanométrico.

Conforme mostra a Figura 1-a, pode-se observar uma banda de ressonância plasmônica com uma absorção máxima em aproximadamente 420 nm que é característica da prata. A Figura 1-b revela uma diferença no comprimento de onda das amostras produzidas com diferentes concentrações de citrato de sódio, o que pode indicar diferenças nos tamanhos das partículas, uma vez que a ressonância plasmônica de superfície depende das dimensões do material, logo o espectro UV-Visível é característico da solução coloidal.

Na Figura 2, os gráficos apresentam uma distribuição de tamanhos que indica a formação de nanopartículas com diferentes diâmetros para cada concentração de citrato de sódio estudada. Por meio destes histogramas foi obtido um valor médio do índice de polidispersão (PDI) de 0,639 que indica um resultado mediano devido a grande variedade de tamanho presente na solução coloidal. Entretanto, o valor da largura a meia altura foi calculado, na qual pode-se ver na Figura 3-a, que a melhor concentração de citrato de sódio foi a de 100 mmol.L<sup>-1</sup> devido a uma distribuição do diâmetro hidrodinâmico mais uniforme.

A Figura 3-b representa a comparação dos espectros UV-Visível de uma única amostra em um intervalo de três meses. Estes dados indicam uma boa estabilidade das nanopartículas de prata pois se observa um pequeno deslocamento do comprimento de onda, sendo 416 nm logo após o término da síntese e 418 nm três meses após, o que pode sugerir boa estabilidade da solução coloidal.

## Conclusão

Neste trabalho foi possível estudar a influência do citrato de sódio na formação das nanopartículas de prata. As análises espectrais mostraram uma variação de absorção da banda de ressonância plasmônica, que indica uma maior redução da prata. Não foi possível identificar uma variação do índice de polidispersão (PDI), porém os resultados sugerem que a melhor concentração de citrato de sódio foi a de 100 mmol.L<sup>-1</sup>. As nanopartículas apresentaram uma boa estabilidade em um intervalo de três meses, mostrando um baixo deslocamento de bandas no espectro UV-Visível.

### Agradecimento

Os autores gostariam de agradecer a FAPESP (Project 2013/17404-7), CNPq (470534/2012-5 and 302132/2015-5), FINEP (Conv. 01.13.0275.00) e a bolsa de estudos do PIBIC-CNPq.

## Referências

ANTUNES, F.S; BERGMANN, C.P; DAL'ACQUA, N; GIOVANELA, M, "Síntese, caracterização e aplicação de nanopartículas de prata como agentes antimicrobianos" Estudos Tecnológicos em Engenharia, 9(1):20-26, janeiro-junho 2013.

GARCIA, M.V.D. "Síntese, caracterização e estabilização de nanopartículas de prata para aplicações bactericidas em têxteis" Dissertação Tese de Mestrado apresentada à Faculdade de Engenharia Química como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Química. (2011).

MONTEIRO, M "Nanopartículas Núcleo-Camada de Magnetita-Prata para Aplicações Bactericidas" 5º Encontro Regional de Química & 4º Encontro Nacional de Química (2015).

CANCINO, J; MARANGONI, V.S; ZUCOLOTTI, V. "Nanotecnologia em Medicina: Aspectos fundamentais e principais preocupações." Quim. Nova, Vol. 37. No. 3, 521-526, 2014.