

Futuros testes de sorção/dessorção de agroquímicos estão sendo planejados, o que pode comprovar uma possível aplicação tecnológica desses nanocompósitos como veículos carreadores de liberação controlada.

## AGRADECIMENTOS

PPGCM, FEIS-UNESP, Capes, CNPq (Processo 305146/2012-2), Rede Agronano, Embrapa e Fapesp (Processo 2013/03643-0).

## REFERÊNCIAS

AZEEM, B.; KUSHAARI, K.; MAN, Z. B.; BASIT, A.; THANH, T. H. Review on materials & methods to produce controlled release coated urea fertilizer. *Journal of Controlled Release*, v. 181, p. 11-21, 2014.

GUTERRES, J.; ROSSATO, L.; PUDMENZKY, A.; DOLEY, D.; WHITTAKER, M.; SCHMIDT, S. Micron-size metal-binding hydrogel particles improve germination and radicle elongation of Australian metallophyte grasses in mine waste rock and tailings. *Journal of Hazardous Materials*, v. 248-249, p. 442-450, 2013.

HEMVICHIAN, K.; CHANTHAWONG, A.; SUWANMALA, P. Synthesis and characterization of superabsorbent polymer prepared by radiation-induced graft copolymerization of acrylamide onto carbomethyl cellulose for controlled release of agrochemicals. *Radiation Physics and Chemistry*, v. 103, p. 167-171, 2014.

RASHIDZADEH, A.; OLAD, A.; SALARI, D.; REYHANITABAR, A. On the preparation and swelling properties of hydrogel nanocomposite based on sodium alginate-g-poly (acrylic acid-co-acrylamide)/clinoptilolite and its application as slow release fertilizer. *Journal of Polymer Research*, v. 21, p. 344-358, 2014.

RITGER, P. L.; PEPPAS, N. A. A simple equation for description of solute release II: Fickian and anomalous release from swellable devices. *Journal of Controlled Release*, v. 5, p. 37-42, 1987.

---

## CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA PELA TÉCNICA DE ESPALHAMENTO DE LUZ DINÂMICO (DLS)

\*Mendes, J. E.<sup>1</sup>, Camargo, E. R.<sup>2</sup>, Sousa, C. P.<sup>1</sup>, Pessoa, J. D. C.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Programa de Pós-Graduação em Biotecnologia.

<sup>2</sup>Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, Departamento de Química. <sup>3</sup>Embrapa Instrumentação  
\*josianemendes.agro@gmail.com

**Classificação:** Novos Materiais e Processos em Nanotecnologia e suas Aplicações no Agronegócio.

### Resumo

A Nanotecnologia tem sido apontada como uma tecnologia extremamente inovadora, e dedicada à criação de materiais, dispositivos e sistemas, através do controle da matéria realçando a exploração de novas propriedades e fenômenos desenvolvidos em pequena escala (1-100 nm). Esta proporciona a capacidade de sintetizar estruturas numa escala nanométrica com controle preciso de tamanho e composição, dando-lhes assim a possibilidade de organizar estruturas maiores com propriedades e funções únicas. Dentre os muitos nanomateriais promissores com propriedades antimicrobianas, as nanopartículas metálicas (nanopartículas de prata) destacam-se devido à sua elevada atividade química. Sendo assim, o uso de nanopartículas de prata é conhecido por ter ação em uma vasta gama de micro-organismos. O presente trabalho pretende caracterizar as nanopartículas de prata através da técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS). As medidas obtidas pela técnica DLS também foram usadas para avaliar a estabilidade das nanopartículas. Foi possível sintetizar as nanopartículas de prata pelo método Turkevich. A síntese

das nanopartículas de prata foi confirmada por espalhamento dinâmico de luz (DLS) e possuem um diâmetro de aproximadamente 52 nm.

**Palavras-chave:** Nanopartículas de Prata; Método de Turkevitch; Caracterização.

## CHARACTERIZATION OF SILVER NANOPARTICLES BY DYNAMIC LIGHT SCATTERING (DLS)

### Abstract

Nanotechnology has been identified as an extremely innovative technology, dedicated to the creation of materials, devices and systems through the control of matter emphasizing the exploration of new properties and phenomena developed on a small scale (1-100 nm). This technology provides the ability to synthesize structures in a nanoscale with controlled size and composition, thus giving them the possibility to organize larger structures with unique properties and functions. Among the many promising nanomaterials with antimicrobial properties, a metal nanoparticle (silver nanoparticles) stands out due to their high chemical activity. Thus, the use of silver nanoparticles is known to have activity in a broad range of microorganisms. In the present work aims to characterize silver nanoparticles dynamic light scattering (DLS). The measures were obtained by DLS technique also used to evaluate the stability of the nanoparticles. The silver nanoparticles were synthesized by the Turkevich method. The synthesis of silver nanoparticles was confirmed by dynamic light scattering (DLS) and have a diameter of approximately 52 nm.

**Keywords:** Silver Nanoparticles; Turkevich Method; Characterization.

## 1 INTRODUÇÃO

Na nanotecnologia, as nanopartículas têm despertado grande interesse na sociedade científica nos últimos anos, por apresentarem propriedades físico-químicas únicas e um grande potencial em aplicações tecnológicas industriais, biológicas e médicas (RIBEIRO, 2009).

As nanopartículas podem ser agrupadas em duas classes: nanopartículas orgânicas e inorgânicas. As nanopartículas orgânicas podem incluir as nanopartículas de carbono (fulerenos), e as nanopartículas inorgânicas incluem as nanopartículas magnéticas, nanopartículas metálicas (prata e ouro) e as nanopartículas de semicondutores (dióxido de titânio e óxido de zinco) (SINGH et al., 2011).

As nanopartículas inorgânicas têm grande potencial de uso, pois possuem características versáteis tais como: tamanho (largura), funcionalidade, biocompatibilidade, capacidade de entrega e liberação controlada de fármacos (XU et al., 2006).

As nanopartículas de prata que estão agrupadas na classe de nanopartículas inorgânicas, são conhecidas por sua atividade antimicrobiana e por inibir uma ampla gama de micro-organismos dentre eles bactérias Gram-positivas e Gram-negativas incluindo estirpes resistentes a antibióticos (BALAZS et al., 2004), fungos, protozoários e alguns tipos de vírus (MELAIYE e YOUNGS, 2005; STOBIE et al. 2008). Comparada com outros metais, a prata causa maior toxicidade aos micro-organismos ao mesmo tempo em que exibe menor toxicidade para células de mamíferos (ZHAO e STEVENS, 1998).

Estudos com nanopartículas de prata têm se mostrado promissoras no combate de bactérias Gram positivas (*Staphylococcus aureus*). As nanopartículas foram incorporadas em tecido e mostraram causar esterilidade, contribuindo assim para minimizar infecções. Nanopartículas metálicas foram incorporadas a tintas sintetizadas a partir de óleos vegetais e mostraram ter uma boa atividade antibacteriana (KUMAR et al., 2008). O presente trabalho pretende caracterizar as nanopartículas de prata através da técnica de espalhamento dinâmico de luz (DLS).

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Síntese das Nanopartículas de Prata

As nanopartículas de prata foram sintetizadas pelo método de Turkevich et al., (1951) e preparadas de acordo com o procedimento experimental relatado por Gorup et al. (2011). As soluções foram preparadas com água deionizada obtida a partir do sistema de filtração Millipore Ellix3. As nanopartículas de prata foram sintetizadas pela redução do nitrato de prata ( $\text{AgNO}_3$ ) com a solução de citrato de sódio ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ ). Em seguida, 200 ml de uma solução aquosa de nitrato de prata ( $5.0 \times 10^3 \text{ mol l}^{-1}$ ) foram aquecidas e agitadas suavemente com uma barra magnética revestida de teflon. Após o aquecimento, quando a solução atingiu  $90^\circ \text{C}$ , 5 ml de uma solução aquosa de citrato de sódio ( $0.3 \text{ mol l}^{-1}$ ) foi

adicionado. As nanopartículas de prata foram estabilizadas por adição de 5 ml de uma solução aquosa de  $\text{NH}_3$  ( $1.4 \text{ mol l}^{-1}$ ).

## 2.2 Caracterização das Nanopartículas de Prata

A técnica de espalhamento de luz dinâmico (DLS) foi utilizada neste trabalho para medir o tamanho das nanopartículas de prata sintetizadas, sendo considerada a distribuição de tamanho da partícula em função da intensidade, área, volume e quantidade. As medidas obtidas pela técnica DLS também foram usadas para avaliar a estabilidade das nanopartículas. Após a síntese as nanopartículas foram filtradas por uma membrana de  $0.2 \mu\text{m}$ . O tamanho das nanopartículas de prata foi medido através do equipamento Zetasizer Nano ZS Malvern, sob as seguintes condições: índice de refração da prata 1.390, coeficiente de absorção da partícula de 0.002, índice de refração da água 1.330, viscosidade  $0.8872 \text{ cP}$ , tempo de equilíbrio de 2 minutos e temperatura de  $25^\circ \text{C}$ . Quinze ciclos de medição de 10 segundos cada foram realizados. As medidas foram realizadas em triplicata e foi considerada a média das distribuições do tamanho das partículas. Os resultados foram analisados pelo software DTS 5.0 Malvern.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

No processo de síntese, após 12 minutos de reação, observou-se a formação das nanopartículas de prata, pois o sistema adquiriu uma coloração amarela âmbar. As AgNPs foram estabilizadas utilizando  $\text{NH}_3$  para evitar a agregação. De acordo com o trabalho realizado por Gorup et al. (2011) e Monteiro et al. (2011)  $\text{NH}_3$  desempenha um papel importante moderador crescimento, tornando-se possível estabilizar as nanopartículas de prata metálica, uma vez que os íons de prata livres, que são responsáveis pelo crescimento de partícula e a formação de novos núcleos, são aprisionados pela formação de prata diamina (I) complexos. Tais resultados estão em boa concordância com o artigo publicado anteriormente pelo Kvíteket al. (2008), que avaliou o impacto da estabilização de AgNPs sobre a sua atividade antimicrobiana.

A análise de dados de espalhamento dinâmico de luz (DLS) mostrou que o tamanho médio das partículas sintetizadas são  $51.92 \text{ nm}$  e o valor do PDI (Índice de Polidispersividade) foi de 0.093. O pico único obtido indicou que as nanopartículas de prata não possuem polidispersividade no tamanho, indicando uma boa síntese (Figura 1 e 2) (MAHL et al., 2011).

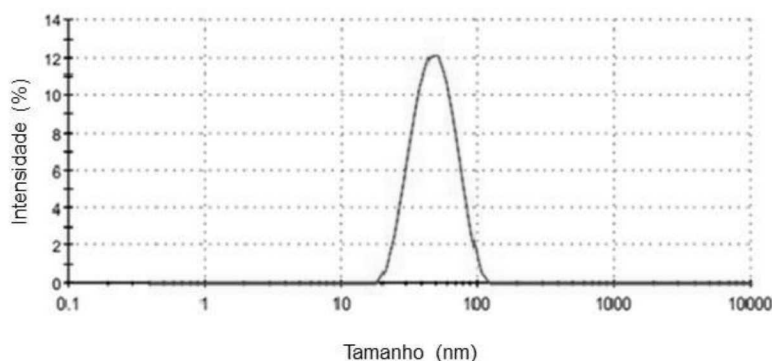


Figura 1. Distribuição de tamanho em intensidade de partículas obtida por DLS.

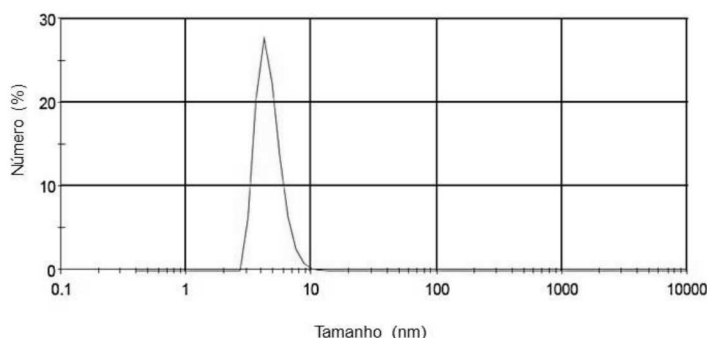


Figura 2. Distribuição de tamanho em número de partículas obtida por DLS.

#### 4 CONCLUSÃO

Foi possível sintetizar as nanopartículas de prata pelo método Turkevich. A síntese das nanopartículas de prata foi confirmada por espalhamento dinâmico de luz (DLS) e possuem um diâmetro de aproximadamente 52 nm.

#### AGRADECIMENTOS

CNPq, FINEP, EMBRAPA, Programa CAPES – Rede Nanobiotec-Brasil (Edital CAPES 04/CII-2008) – “Projeto Avaliação de Impactos de Aplicações da Nanotecnologia no Agronegócio”.

#### REFERÊNCIAS

BALAZS, D. J.; TRIANDAFILLU, K.; WOOD, P.; CHEVOLOT, Y.; VAN DELDEN, C.; HARMS, H.; HOLLENSTEIN, C.; MATHIEU, H. J. Inhibition of bacterial adhesion on PVC endotracheal tubes by RF-oxygen glow discharge, sodium hydroxide and silver nitrate treatments. *Biomaterials*, v. 25, p. 2139-2151, 2004.

GORUP, L. F.; LONGO, E.; LEITE, E. R.; CAMARGO, E. R. Moderating effect of ammonia on particle growth and stability of quasi-monodisperse silver nanoparticles synthesized by the Turkevich method. *J Colloid Interface Sci*, v. 360, p. 355–358, 2011.

KVITEK, L.; PANACEK, A.; SOUKUPOVA, J.; KOLAR, M.; VECEROVA, R.; PRUCEK, R.; HOLECOVÁ, M.; ZBOŘIL, R. Effect of surfactants and polymers on stability and antibacterial activity of silver nanoparticles (NPs). *J. Phys. Chem.*, v. 112, p. 5825–5834, 2008.

MAHL, D.; DIENDORF, J.; MEYER-ZAIKA, W.; EPPL, M. Possibilities and limitations of different analytical methods for the size determination of a bimodal dispersion of metallic nanoparticles. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical. Eng. Aspects*, v. 377, p. 386–392, 2011.

MELAIYE, A.; YOUNGS, W. J. Silver and its application as an antimicrobial agent. *Expert Opin Ther Pat*, v. 15, p. 125-130, 2005.

MONTEIRO, D. R.; GORUP, L. F.; SILVA, S.; NEGRI, M.; CAMARGO, E. R. DE; OLIVEIRA, R.; BARBOSA, D. B.; HENRIQUES, M. Silver colloidal nanoparticles: antifungal effect against adhered cells and biofilms of *Candida albicans* and *Candida glabrata*. *Biofouling*, v.27, p. 711–719, 2011.

MONTEIRO, D. R.; SILVA, S.; NEGRI, M.; GORUP, L. F.; CAMARGO, E. R. DE; OLIVEIRA, R.; BARBOSA, D. B.; HENRIQUES, M. Silver nanoparticles: influence of stabilizing agent and diameter on antifungal activity against *Candida albicans* and *Candida glabrata* biofilms. *Letters in Applied Microbiology*, v. 54, p. 383 – 391, 2012.

RIBEIRO, C. Nanotecnologia na Embrapa: buscando soluções para o agronegócio brasileiro. Embrapa Instrumentação Agropecuária. 2009. Disponível em: <[http://www.cetene.gov.br/galerias/pdf/workshop/caue\\_oliveira.pdf](http://www.cetene.gov.br/galerias/pdf/workshop/caue_oliveira.pdf)>. Acesso em: 08 mar 2011.

SINGH, M.; MANIKANDAN, S.; KUMARAGURU, A. K. Nanoparticles: A New Technology with Wide Applications. *Research Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, v.1, n.1, p.1-11, 2011.

TURKEVICH, J.; STEVENSON, P. C.; HILLIER, J. A study of the nucleation and growth processes in the synthesis of colloidal gold. *Discuss Faraday Soc* 11, p. 55-75, 1951.

XU, Z.P.; ZENG, Q.H.; LU, G.Q.; YU, A. B. Inorganic nanoparticles as carriers for efficient cellular delivery. *Chemical Engineering Science*, v. 61, p.1027-1040, 2006.

ZHAO, G. J.; STEVENS, S. E. Multiple parameters for the comprehensive evaluation of the susceptibility of *Escherichia coli* to the silver ion. *Biometals*. v. 11, p. 27–32, 1998.