

**Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária  
Embrapa Instrumentação Agropecuária  
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**

**Rede de Nanotecnologia Aplicada ao Agronegócio  
Anais do V Workshop 2009**

Odílio Benedito Garrido de Assis  
Wilson Tadeu Lopes da Silva  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso  
Editores

Embrapa Instrumentação Agropecuária  
São Carlos, SP  
2009

**Exemplares desta publicação podem ser adquiridos na:**

**Embrapa Instrumentação Agropecuária**

Rua XV de Novembro, 1452  
Caixa Postal 741  
CEP 13560-970 - São Carlos-SP  
Fone: (16) 2107 2800  
Fax: (16) 2107 2902  
<http://www.cnpdia.embrapa.br>  
E-mail: [sac@cnpdia.embrapa.br](mailto:sac@cnpdia.embrapa.br)

**Comitê de Publicações da Unidade**

Presidente: Dr. Luiz Henrique Capparelli Mattoso  
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori,  
Dr. João de Mendonça Naime,  
Dr. Washington Luiz de Barros Melo  
Valéria de Fátima Cardoso  
Membro Suplente: Dr. Paulo Sérgio de Paula Herrmann Junior

Supervisor editorial: Dr. Victor Bertucci Neto  
Normalização bibliográfica: Valéria de Fátima Cardoso  
Capa: Manoela Campos e Valentim Monzane  
Imagem da Capa: Imagem de AFM de nanofibra de celulose - Rubens Bernardes Filho  
Editoração eletrônica: Manoela Campos e Valentim Monzane

**1ª edição**

1ª impressão (2009): tiragem 200

**Todos os direitos reservados.**

A reprodução não-autorizada desta publicação, no todo ou em parte,  
constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

**CIP-Brasil. Catalogação-na-publicação.  
Embrapa Instrumentação Agropecuária**

---

Anais do V Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao  
agronegócio 2009 - São Carlos: Embrapa Instrumentação  
Agropecuária, 2009.

Irregular  
ISSN: 2175-8395

I. Nanotecnologia - Evento. I. Assis, Odílio Benedito Garrido de.  
II. Silva, Wilson Tadeu Lopes da. III. Mattoso, Luiz Henrique  
Capparelli. IV. Embrapa Instrumentação Agropecuária



## PREPARAÇÃO DE NANOFIBRAS DE PVA-AG COM ATIVIDADE ANTIBACTERIANA VIA ELETROFIAÇÃO

Rodrigo G. F. Costa<sup>1,2</sup>, Caue Ribeiro<sup>1\*</sup>, Luiz H. C. Mattoso<sup>1,2</sup>

<sup>1</sup>Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, Brasil

<sup>2</sup>Laboratório de Nanotecnologia Aplicado ao Agronegócio, Embrapa Instrumentação Agropecuária, Rua XV de Novembro, 1452, São Carlos-SP, 13560-970, Brasil \*caue@cnpdia.embrapa.br

Projeto Componente: PC4

Plano de Ação: 01.05.1.01.04.04

### Resumo

Nanofibras de PVA-Ag foram preparadas via eletrofiação a partir de soluções aquosas de PVA-AgNO<sub>3</sub>. As nanofibras foram caracterizadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva (EDS) e espectroscopia de reflectância difusa no UV-vis. Também, foram feitos testes da atividade antibacteriana com as bactérias *E. coli* e *S. aureus*. Os resultados obtidos mostraram que os valores dos diâmetros médios das nanofibras são de aproximadamente 90 nm. Os nanocompósitos apresentaram bons valores de atividade antibacteriana.

**Palavras-chave:** nanofibras; nanocompósitos; poli(álcool vinílico); atividade antibacteriana; eletrofiação.

### Introdução

O foco em procedimentos industriais de sanidade e redução de contaminação biológica, principalmente em processos na indústria alimentícia, vem frequentemente ganhando destaque, tanto na mídia quanto na preocupação de trabalhos de pesquisa. Na indústria de plásticos, esta é uma preocupação legítima, tanto pelo uso destes materiais como embalagens de alimentos como também pelo fato de serem significativamente estáveis, gerando resíduos de difícil degradação. São, desta forma, potenciais vetores de proliferação de microorganismos quando contaminados e descartados. Assim, vários trabalhos enfocam nanocompósitos biodegradáveis com propriedades bactericidas ou bacteriostáticas (XU, 2006). Dentre estes, os nanocompósitos à base de PVA têm sido muito pesquisados (JIN, 2007). O PVA é um polímero produzido pela polimerização do acetato de vinila seguida pela reação de hidrólise do poli(acetato de vinila). Apesar de possuir ótimas

propriedades, este polímero não possui atividade antibacteriana (HE e GONG, 2003). Desta maneira, há necessidade de se incorporar nanopartículas que possuam essas propriedades, como por exemplo, nanopartículas de prata (HONG, 2007).

Neste trabalho, nós preparamos nanocompósitos de PVA/Ag na forma de nanofibras utilizando o processo de eletrofiação. Estes materiais foram caracterizados para depois serem feitos os testes com as bactérias *E. coli* e *S. Aureus*.

### Materiais e métodos

O Poli(álcool vinílico) na concentração de aproximadamente 10% foi solubilizado em água e aquecido por 2 horas (60°C). Em seguida, foi adicionado ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) para diminuir o pH (2-4). Finalmente, adicionou-se nitrato de prata (AgNO<sub>3</sub>) à solução de PVA e agitou-se por aproximadamente 30 minutos. Assim, obtiveram-se soluções de PVA e PVA/AgNO<sub>3</sub>. Estas soluções foram transferidas para uma seringa plástica de 10

mL, sendo que na agulha da seringa foi enrolada a ponta do fio de alimentação da fonte de alta tensão. Uma chapa metálica coberta com uma folha de alumínio e aterrado foi usada como coletor das mantas nanofibrilicas. A velocidade de injeção da solução foi de 0,02 ml/h. Os parâmetros do processo e da solução estão apresentados na Tabela 1. As mantas nanofibrilicas foram colocadas na estufa na temperatura de 60°C por aproximadamente 8 horas. As morfologias das nanofibras foram observadas com um microscópio eletrônico de varredura (Leo 440). Também, foi feito o mapeamento por EDS e o espectro de EDS. Os espectros de reflectância difusa no UV-Vis foram obtidos com um espectrofotômetro da marca Varian Cary 5G. Nestes espectros, os valores da função de Kubelka-Munk (k/S) foram calculados utilizando a seguinte equação:

$$k/S = (1 - R_{\infty})^2 / (2R_{\infty})$$

onde K é o coeficiente de absorção, S é o coeficiente de espalhamento da luz e  $R_{\infty}$  é a reflectância de uma camada de espessura infinita (GONÇALVES e PETTER, 2007).

Os testes da atividade antibacteriana da fibra de PVA-Ag foram feitos utilizando-se o método de contagem das colônias em placa.

### Resultados e discussão

A fim de observar as morfologias das nanofibras e a dispersão das nanopartículas de Ag no PVA, foram feitas as análises por MEV. As micrografias obtidas para as nanofibras de PVA e PVA/Ag estão apresentadas na Figura 1. Observa-se a presença de muitos *beads* na fibra de PVA. Entretanto, para a amostra de PVA/Ag existem poucos *beads*. Nesse caso, os dois principais fatores que podem influenciar na morfologia das fibras são a condutividade elétrica e o campo elétrico aplicado (Tabela 1). A análise estatística mostra que para as duas fibras os valores dos diâmetros variam entre 50 e 160 nm.

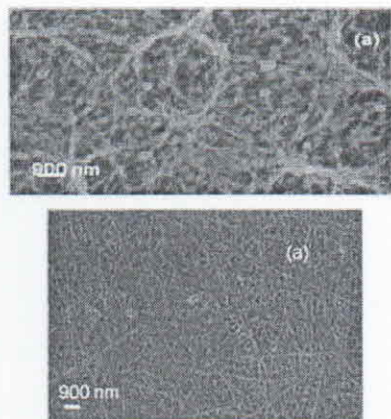


Fig. 1. Micrografias das nanofibras de (a) PVA e (b) PVA-Ag (20% m/m).

Tabela 1. Parâmetros do processo e da solução.

%Ag	Campo elétrico aplicado (KV/cm)	Condutividade elétrica da solução (mS/cm)	Viscosidade da solução (Pa/s)
0	1,5	1,248	0.0275
20	2,4	21,85	0.0256

Para verificar a distribuição da prata na nanofibra, foi feito o mapeamento por EDS (Fig. 2a). Observa-se no mapa de EDS que a distribuição do elemento Ag é uniforme, o que indica que as fibras são homogêneas. Também, observa-se que o espectro de EDS indica a presença da prata (Ag) na nanofibra (Fig. 2b).

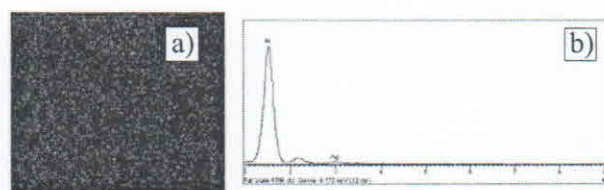


Fig. 2. (a) Mapeamento por EDS de Ag da fibra de PVA/Ag(20% m/m), (b) Espectro de EDS da fibra de PVA/Ag(20% m/m).

Os espectros de reflectância difusa no UV-Vis das fibras de PVA e PVA/Ag estão apresentadas na Figura 3. Através da Figura 3, observa-se a absorção das nanopartículas de prata em aproximadamente 420-425 nm na fibra de PVA/Ag (HONG, 2007). Estes resultados corroboram com o espectro de EDS, confirmando a presença das nanopartículas de prata.

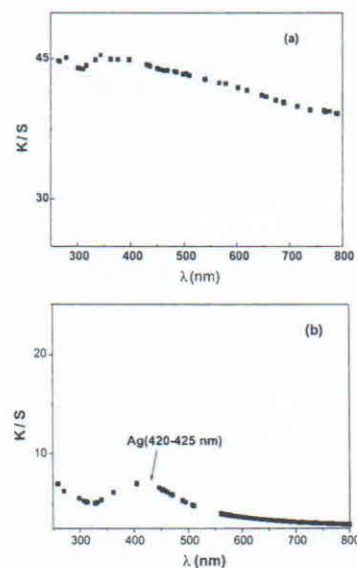


Fig. 3. Espectro de reflectância difusa no UV-Vis da (a) fibra de PVA e (b) fibra de PVA/Ag (20% m/m).

Com o objetivo de verificar a atividade antibacteriana das nanofibras de PVA-Ag frente às bactérias *S. aureus* e *E. coli*, utilizou-se o método de contagem das colônias em placa. A eficácia antibacteriana (EAB%) em porcentagem da fibra foi calculada utilizando-se a seguinte equação:

$$EAB(\%) = (B-A) / B \times 100$$

Onde:

- B é o número de células sobreviventes (UFC/mL) do controle;

- A é o número de células sobreviventes (UFC/mL) da fibra testada [PVA/Ag];

- UFC/mL são as unidades formadoras de colônias por mililitro (XU et al., 2006).

De acordo com os resultados obtidos verifica-se que a eficácia antibacteriana (EAB%) da fibra de PVA/Ag é maior para a bactéria *S. aureus* (87,8%) do que para a bactéria *E. coli* (85%). Esses resultados são muito interessantes e promissores em vista do potencial uso desses materiais como nanocompósitos nas áreas médicas e de alimentos.

**Tabela 2.** Teste da atividade antibacteriana com as bactérias *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli*.

Bactéria	Células sobreviventes (UFC/mL) no controle após 48h	Células sobreviventes (UFC/mL) na fibra de PVA/ após 48h	EAB (%) após 48h
<i>S. Aureus</i>	9.108	11.107	87.8
<i>E. Coli</i>	2.108	3.107	85.0

## Conclusões

As nanofibras obtidas apresentaram diâmetros variando entre 50 e 160 nm. O mapeamento por EDS e o espectro de reflectância difusa no UV-vis confirmaram a presença das nanopartículas de prata nas fibras. Os testes das atividades antibacterianas com as bactérias *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli* mostraram que esses nanocompósitos têm um grande potencial para serem usados na indústria alimentícia.

## Agradecimentos

CAPES, FAPESP, FINEP/MCT, FIPAI, CNPq, EMBRAPA.

## Referências

- XU, X.; YANG, Q.; WANG, Y.; YU, Y.; CHEN, X.; JING, X. *European Polymer Journal*, New York, v. 42, p. 2081, 2006.
- JIN, W. J.; JEON, H. J.; KIM, J. H.; YOUK, J. H. *Synthetic Metals*, Lausanne, v. 157, p. 454, 2007.
- HE, C. H.; GONG, J. *Polymer Degradation and Stability*, Essex, v. 81, p. 117, 2003.
- HONG, K. H. *Polymer Engineer Science*, [S. l.], v. 47, p. 43, 2007.
- GONÇALVES, I. G.; PETTER, C. O. *Revista Escola de Minas*, Ouro Preto, v. 60, p. 491, 2007.