

ISSN 2175-8395

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

**ANAIS DO VII WORKSHOP DA REDE DE  
NANOTECNOLOGIA APLICADA AO AGRONEGÓCIO**

Maria Alice Martins  
Odílio Benedito Garrido de Assis  
Caue Ribeiro  
Luiz Henrique Capparelli Mattoso

**Editores**

Embrapa Instrumentação  
São Carlos, SP  
2013

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

**Embrapa Instrumentação**

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

**Comitê de Publicações da Unidade**

Presidente: João de Mendonça Naime  
Membros: Dra. Débora Marcondes Bastos Pereira Milori  
Dr. Washington Luiz de Barros Melo  
Sandra Protter Gouvea  
Valéria de Fátima Cardoso  
Membro Suplente: Dra. Lucimara Aparecida Forato

Revisor editorial: Valéria de Fátima Cardoso  
Capa - Desenvolvimento: NCO; criação: Ângela Beatriz De Grandi  
Imagem da capa: Imagem de MEV-FEG de Titanato de potássio – Henrique Aparecido de Jesus  
Loures Mourão, Viviane Soares

**1a edição**

1a impressão (2013): tiragem 50

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

---

Anais do VII Workshop da rede de nanotecnologia aplicada ao agronegócio –  
2012 - São Carlos: Embrapa, 2012.

Irregular  
ISSN 2175-8395

1. Nanotecnologia – Evento. I. Martins, Maria Alice. II. Assis, Odílio Benedito Garrido de.  
III. Ribeiro, Caue. IV. Mattoso, Luiz Henrique Capparelli. V. Embrapa Instrumentação.

---

© Embrapa 2013

---

# INFLUÊNCIA DO PVP E DO SAL METÁLICO NA FORMAÇÃO DE NANOCOMPÓSITOS DO TIPO *CORE-SHELL* DE Ag-POLIANILINA POR MEIO DA SÍNTESE “ONE-STEP”

---

Alexandra Manzoli\*, Alessandra A. Correa, Elaine C. Paris, Daniel S. Corrêa, Luis H. C. Mattoso

Laboratório Nacional de Nanotecnologia para o Agronegócio, Embrapa Instrumentação São Carlos – SP  
alexxiamanzoli@gmail.com

Projeto Componente: PC2 Plano de Ação: PA5

---

## Resumo

Os nanocompósitos híbridos formados por PANI condutora/metal inorgânico têm atraído atenção acadêmica devido às suas potenciais aplicações tecnológicas. Nanocompósitos do tipo *core-shell* de Ag-polianilina foram sintetizados por meio de um processo “one-step”, sendo investigados a utilização de duas fontes do metal,  $\text{AgNO}_3$  e o  $\text{Ag}_2(\text{SO}_4)$  e, a utilização de PVP como um agente “âncora”. As micrografias de MEV-FEG mostraram que o PVP foi mais eficiente na síntese dos nanocompósitos que utilizaram  $\text{Ag}_2(\text{SO}_4)$  como fonte do metal.

**Palavras-chave:** nanocompósitos, *core-shell*, Ag-polianilina,  $\text{AgNO}_3$ ,  $\text{Ag}_2(\text{SO}_4)$ , PVP.

---

## Introdução

Um compósito é o resultado da união de dois ou mais componentes isolados diferindo em forma e/ou composição na macroescala. Um nanocompósito é um compósito com um dos constituintes na escala nanométrica. A comunidade científica vem desenvolvendo e investigando novos materiais, obtidos por meio da inserção de polímeros orgânicos em matrizes inorgânicas, formando nanocompósitos híbridos com um contato íntimo entre seus constituintes, em uma escala intermediária entre a molecular clássica e microscópica. Estes nanocompósitos híbridos, orgânico-inorgânico, têm apresentado uma alta evolução nos últimos anos. Na produção de nanocompósitos, a utilização de nanopartículas apresenta a vantagem de ter uma área superficial elevada e quando dispersas em matrizes poliméricas, promovem alterações nas propriedades da matriz, relacionadas à interação química específica entre as nanopartículas e o polímero. Essas interações podem influenciar a dinâmica molecular do polímero, resultando em alterações significativas nas propriedades físicas ou físico-químicas do material resultante. As relações estrutura/propriedade são ajustadas para resultarem em novos materiais com comportamentos eletrônico, óptico, magnético, fotoquímico, eletroquímico, catalítico e mecânico

diferente dos materiais precursores. Há um recente interesse na síntese e aplicação de polímeros condutores com partículas metálicas incorporadas (MAJUMDAR et al., 2005), sendo que umas das propriedades interessantes é o aumento da sua condutividade dos polímeros condutores, como por exemplo em sensores (YANG et al., 2010).

No presente trabalho foi investigada a formação de nanocompósitos do tipo *core-shell* de Ag-polianilina, por meio de um processo chamado “one-step” (FENG et al., 2006), na presença de PVP (polivinilpirrolidona). A formação destes nanocompósitos com e sem PVP e, com e sem a presença do metal foi analisada por meio da técnica de MEV-FEG.

## Materiais e métodos

Síntese dos nanocompósitos do tipo *core-shell* de Ag-polianilina (FENG et al., 2006):

$0,012 \text{ molL}^{-1}$  de Ag ( $\text{AgNO}_3$  e  $\text{Ag}_2(\text{SO}_4)$ ) e  $0,012 \text{ molL}^{-1}$  de anilina foram adicionados, sob agitação, a uma solução 2% de PVP. Uma solução oxidante de persulfato de amônio (APS) em HCl foi adicionada, gota a gota, na mistura acima, mantida sob agitação e temperatura ambiente. A razão molar de anilina e APS foi de 1:1. A reação foi mantida sob agitação durante 24 h, sendo que após este período, o precipitado foi filtrado e

lavado várias vezes com água deionizada por meio do sistema Milli-Q. O produto final foi seco em vácuo a 40 °C por 24h.

Foi investigada por meio da técnica de microscopia eletrônica de varredura com fonte de emissão de campo (MEV-FEG - modelo JEOL-JSM 6701F) a topografia (elétrons secundários) e a composição (elétrons retroespalhados) das nanopartículas dos nanocompósitos de Ag-polianilina formados a partir de dois diferentes sais de prata e, com e sem a presença de PVP.

## Resultados e discussão

A síntese dos nanocompósitos do tipo *core-shell* de Ag-polianilina por meio do processo “one-step”, com e sem a presença de PVP, foi investigada com a técnica de MEV-FEG. Foi investigada a influência da utilização de PVP no grau de dispersão e na uniformidade das nanopartículas do compósito.

A fig 1. apresenta as micrografias das diferentes sínteses dos nanocompósitos, sendo investigadas duas diferentes fontes de Ag,  $\text{AgNO}_3$  e  $\text{Ag}_2(\text{SO}_4)$ , e, a presença e ausência de PVP, com as imagens em (I) referentes aos elétrons secundários e em (II) aos elétrons retroespalhados.

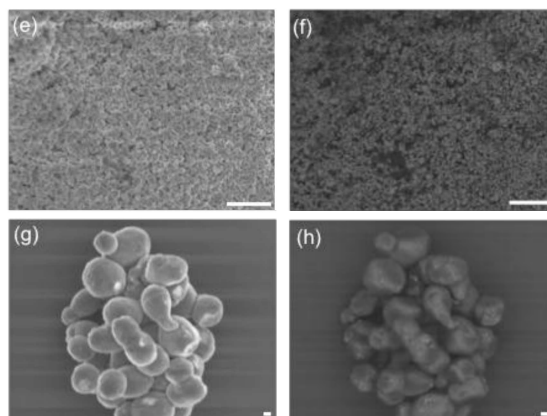
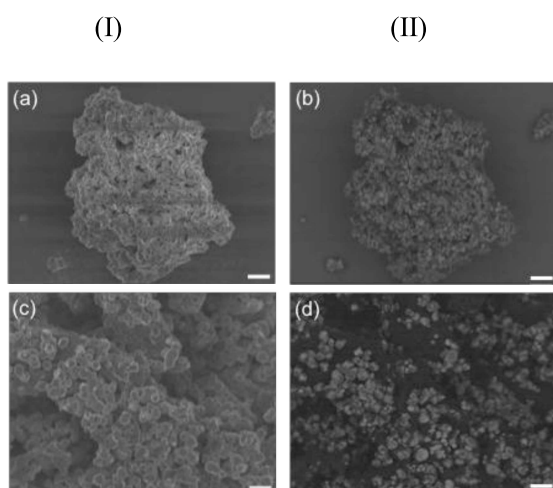


Fig 1. Micrografias de FEG-SEM das sínteses dos nanocompósitos do tipo *core-shell* de Ag-polianilina obtidos por meio do processo de “one-step”, com (a, c, e, g) e sem (b, d, f, h) PVP. (a, b, c, d)  $\text{Ag}_2(\text{SO}_4)$  e (e, f, g, h)  $\text{AgNO}_3$ . Escala: (a,b,c,d,e,f) 1  $\mu\text{m}$  e (g,h) 100 nm.

Foi investigada a utilização do polímero PVP como um agente “âncora” na formação dos nanocompósitos do tipo *core-shell* de Ag-polianilina, o qual promoveria uma forte interação entre as partículas de Ag e o monômero de anilina. O PVP adsorvido fornece sítios ativos sobre a Ag induzindo o crescimento de cadeias policatiônicas do polímero em torno do metal, formando, assim, a estrutura *core-shell* (MURUGESAN et al., 2004). Além disso, o PVP pode evitar a agregação da PANI. Dessa forma, a utilização de PVP facilitaria a formação dos nanocompósitos do tipo *core-shell*, evitando ainda a agregação das partículas. Por meio das figs. 1 pôde-se observar que houve a formação dos nanocompósitos de Ag recobertos com polianilina, em todas as condições de síntese investigadas. Nas imagens de MEV-FEG obtidas com os elétrons retroespalhados (figs. 1 (b, d, f, h)), foi possível observar a distribuição das nanopartículas no nanocompósito, sendo que a parte clara é referente à polianilina. Em relação ao PVP, pôde-se observar que foi mais eficiente em evitar a agregação das partículas dos nanocompósitos na síntese que utilizou  $\text{AgNO}_3$  como fonte do metal. Outras concentrações de PVP na síntese precisam ser testadas.

---

## Conclusões

---

Foi demonstrada a maior eficiência do PVP em evitar a agregação das partículas na síntese dos nanocompósitos do tipo *core-shell* de Ag-poliân timerina quando foi utilizado  $\text{AgNO}_3$  como fonte do metal. Não foi observado efeito da utilização deste agente “âncora” na síntese dos nanocompósitos do tipo *core-shell* de Ag-poliân timerina quando foi utilizado  $\text{Ag}_2(\text{SO}_4)$  como fonte do metal.

---

## Agradecimentos

---

Os autores agradecem ao CNPq, Finep, Capes e Projeto MP1 Rede Agronano – Embrapa.

---

## Referências

---

FENG, X.; LIU Y.; LU C.; HOU W.; ZHU J-J. One-step synthesis of AgCl/polyaniline core-shell composites with enhanced electroactivity. *Nanotechnology*, v.17, p.3578-3583, 2006

MAJUMDAR, G.; GOSWAMI, M.; SARMA, T. K.; PAUL, A.; Chattopadhyay, A. Au Nanoparticles and Polyaniline Coated Resin Beads for Simultaneous Catalytic Oxidation of Glucose and Colorimetric Detection of the Product. *Langmuir*, v. 21, n.5, p. 1663–1667, 2005.

MURUGESAN, R.; ANITHA, G.; SUBRAMANIAN, E.; Multi-faceted role of blended poly(vinyl pyrrolidone) leading to remarkable improvement in characteristics of polyaniline emeraldine salt. *Materials Chemistry and Physics*, v. 85, n.1, p. 184-195, 2004.

YANG, X.; LI, L.; YAN, F. Polypyrrole/silver composite nanotubes for gas sensors. *Sensors and actuators B-chemical*, v. 145, n.1, p.495-500, 2010.