



SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS $Fe_3O_4@Ag$

Aline Fernandes Barcelos^{1*} (PG), Luciana Rebelo Guilherme¹ (PQ)

*fernandesbaline@gmail.com

1 Universidade Estadual de Goiás - Campus de Ciências Exatas e Tecnológicas, Endereço: Br 153 nº 3.105 - Anápolis - Goiás - Brasil. Caixa Postal: 459. CEP: 75.132-903.

Resumo

É importante o estudo e desenvolvimento de novas sínteses de nanopartículas *core@shell*, pois elas objetivam unir as funcionalidades de dois metais diferentes para melhorar a aplicação dessas nanopartículas em diversas áreas da pesquisa. O objetivo desse trabalho é sintetizar e caracterizar nanopartículas *core@shell* de $Fe_3O_4@Ag$. A síntese das nanopartículas *core@shell* foi realizada em duas etapas, primeiro foi realizado a síntese das nanopartículas da magnetita utilizando o método de coprecipitação e posteriormente feito a cobertura com a prata. Para as nanopartículas de $Fe_3O_4@Ag$, o potencial zeta foi igual a -25,4, o DLS apresentou tamanho médio de 356,6nm e Pdl de 0,294, o MET permitiu a visualização de uma camada de prata na superfície da magnetita (Fe_3O_4) e o material apresentou morfologia aproximadamente esférica. Os resultados sugerem que a formação do *shell* provocou um aumento no estado de agregação das nanopartículas. Sendo assim, as nanopartículas se mostraram altamente estáveis, mas estratégias devem ser feitas visando evitar que o crescimento do *shell* aumente o estado de agregação das nanopartículas.

Palavras-chave: *Core@shell*. Magnetita. Coprecipitação. Antibacterianas.

Introdução

A nanotecnologia atua no desenvolvimento de materiais em escala atômica e molecular. O intuito é sintetizar estruturas estáveis em escala nanométrica para aplicações em diversas áreas de pesquisa como, medicina e farmacêutica. A nanosíntese permite a formação de materiais em nanoescala incluindo as nanopartículas (FERREIRA; RANGEL, 2009).

As nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4) são potencialmente magnéticas e possuem aplicabilidades diversas, em estudos, químicos, farmacêuticos, médicos, dentre outros. Enquanto as nanopartículas de prata possuem propriedades médicas e aplicações antimicrobianas e antibacterianas utilizadas e estudadas há anos (PRABHU; POULOSE, 2012). Com isso, pode-se unir essas características e torná-las fortes materiais no combate aos micro-organismos por meio do desenvolvimento de um composto do tipo *core@shell* (SHARMA; JEEVANANDAM, 2013).

A nanopartícula *core@shell* definida como objeto de estudo foi $Fe_3O_4@Ag$, pois estudos utilizando nanopartículas $Fe_3O_4@Ag$ podem ser feitos para melhorar a





propriedade bactericida aprimorada de nanoestruturas. Assim, o seguinte trabalho tem por objetivo sintetizar e caracterizar nanopartículas $\text{Fe}_3\text{O}_4@Ag$, material que será utilizado em posteriores testes in vitro da atividade antibacteriana contra as superbactérias *Klebsiella pneumoniae*, *Staphylococcus aureus* e *Escherichia coli*.

Material e Métodos

Síntese de nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4)

A síntese por meio de coprecipitação foi realizada segundo metodologia descrita por Khalafalla e Reimers, 1980. Em um béquer de 600mL 6 g de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ e 12 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ foi dissolvido em 50 mL de água deionizada, em seguida adicionados 25 mL de NH_4OH 30% rapidamente com agitação mecânica 600rpm. O béquer contendo o precipitado resultante foi colocado em cima de um ímã permanente por 5 min para acelerar a decantação do precipitado até a solução obtida ser decantada. O precipitado foi inicialmente lavado com 100 mL de uma solução de NH_4OH 5% (v/v). Posteriormente, o precipitado foi lavado com água deionizada e colocado em cima de um ímã permanente para decantação, essa etapa do procedimento foi repetida dez vezes. Por fim, foi adicionado 100 mL de água deionizada e a mistura foi armazenada em frasco com identificação na geladeira. (KHALAFALLA; REIMERS, 1980).

Estabilização das nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4) com ácido cítrico

O pH e condutividade da amostra foi medido. Depois, 5 g de ácido cítrico foram dissolvidas em 30 mL de água. Em um béquer de 50 mL as nanopartículas foram aquecidas à 60 °C com agitação mecânica 250 rpm, em seguida foi adicionado lentamente a solução de ácido cítrico até atingir o pH de 2,5 a 3,5. Com o auxílio de um ímã permanente, a dispersão foi lavada duas vezes com água deionizada. Em seguida, foi adicionado 150 mL de água e adicionados gota a gota de amônia concentrada para atingir o pH 7,0. As nanopartículas estão dispersas na solução e armazenadas na geladeira.

Síntese de nanopartículas *core@shell* $\text{Fe}_3\text{O}_4@Ag$

Em um béquer, adicionou-se 200 μL de nanopartículas Fe_3O_4 , em seguida adicionou-se 25 mL de solução aquosa de AgNO_3 0,01 mol.L⁻¹. A mistura foi aquecida até o ponto de fervura e adicionou-se 500 μL de solução aquosa de boro-hidreto de





sódio a 1 % (m/v). A mistura foi mantida sob fervura por 5 minutos em agitação magnética. Em seguida, o béquer contendo as nanopartículas foi colocado em cima de um ímã permanente para decantação e posteriormente lavado três vezes com água deionizada. Por fim, adicionou-se 100 mL de água deionizada e as nanopartículas ficaram dispersas na solução e armazenadas na geladeira (adaptado, LIU et al., 2008).

Resultados e Discussão

Síntese de nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4)

Nanopartículas da magnetita (Fe_3O_4) foram sintetizadas através do método de Khalafalla e Reimers (1980) de co-precipitação dos íons Fe^{2+} e Fe^{3+} em meio aquoso por adição de uma base. A proporção ideal dos íons Fe^{2+} e Fe^{3+} síntese da magnetita é 2:1, contudo a mistura desse procedimento representa uma razão molar inicial de Fe^{2+} e Fe^{3+} de 3:2. Segundo o trabalho de Reimers, G. W.; Khalafalla, S. E. (1972) essa é a melhor proporção porque notaram que ocorre durante a precipitação a oxidação parcial de Fe^{2+} para Fe^{3+} , de modo que na proporção 2:1 teríamos proporções excessivas de Fe^{3+} em relação ao Fe^{2+} e menores quantidades de magnetita seriam formadas. Assim, o uso da proporção inicial de 3:2 acaba se tornando o mais próximo possível da proporção ideal 2:1.

As nanopartículas de magnetita foram caracterizadas por espalhamento dinâmico de luz (DLS) e potencial zeta. Foi possível observar partículas apresentaram tamanho médio de 121,9 nm e Pdl de 0,553. Verificou-se também que as partículas apresentaram potencial zeta de -41 mV, valor considerado altamente estável, indicando que o potencial zeta encontra-se longe de zero (como regra geral, são considerados altamente estáveis, entre -30 e 30 mV) (MAKOWSKI, M. et al, 2019). Porém, o fluido apresenta dispersão de tamanhos não homogêneas, apresentando valor elevado no índice de polidispersão (Pdl). A análise do potencial zeta da magnetita (Fe_3O_4) deve ser repetida a fim de verificar a reprodutibilidade do Pdl, pois o valor está muito alto comparado aos outros resultados. O que sugere que algum erro pode ter acontecido durante a análise.

Síntese de nanopartículas *core@shell* $\text{Fe}_3\text{O}_4@Ag$

A síntese das nanopartículas $\text{Fe}_3\text{O}_4@Ag$ foi feita a partir das nanopartículas da magnetita estabilizada com ácido cítrico, a estabilização objetiva evitar a agregação

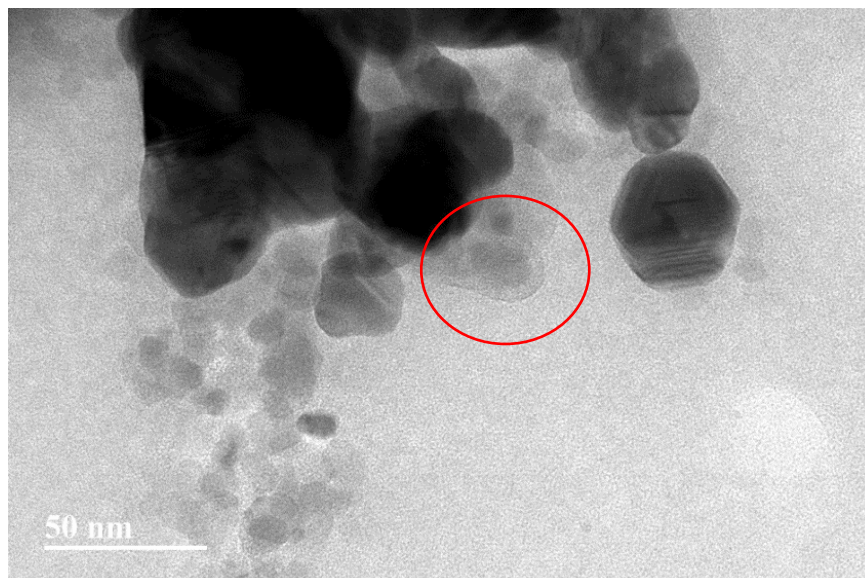




das nanopartículas de magnetita e facilitar a ligação dos átomos de prata na formação da casca.

As nanopartículas $\text{Fe}_3\text{O}_4@Ag$ foram caracterizadas por microscopia eletrônica de transmissão – MET (Figura 1). É possível observar partículas com formatos variados, esféricos e hexagonais. Nota-se, conforme destacado em vermelho, que as partículas apresentaram uma camada com diferente orientação o que sugere que a formação do shell foi realizada, ainda que o crescimento do shell possa ter aumentado o estado de agregação das partículas.

Figura 1 – MET das nanopartículas $\text{Fe}_3\text{O}_4@Ag$



As nanopartículas $\text{Fe}_3\text{O}_4@Ag$ foram caracterizadas por espalhamento dinâmico de luz (DLS) e potencial zeta. Foi possível observar partículas apresentaram tamanho médio de 356,6 nm e Pdl de 0,294. Verificou-se também que as partículas apresentaram potencial zeta de -25,4mV, indicando que o potencial zeta encontra-se próximo de zero e alegando estabilidade para as partículas (MAKOWSKI, M. et al, 2019). Os resultados indicam que a formação do *shell* aumentou o potencial zeta das partículas, mas o índice de polidispersão diminuiu.

Sendo assim, os resultados sugerem que a formação do *shell* aumentou a agregação das partículas, mas é necessário repetir a síntese e caracterizações das partículas *core@shell*. Além disso, é necessário verificar a reprodutibilidade dos resultados do índice de polidispersão da magnetita (Fe_3O_4), considerado muito alto.





Por fim, o estado de agregação das partículas após a formação do *shell* também pode ter acontecido devido a agitação magnética, então a síntese será repetida em um sistema controlado de agitação mecânica com auxílio do ultrassom na tentativa de evitar o estado de agregação.

Considerações Finais

Foi possível realizar a formação de um *shell* sobre a superfície de um óxido de ferro. Os resultados do MET e DLS sugerem que houve um momento de agregação das partículas e isto nos leva a novas estratégias a fim de reduzir a agregação das partículas durante as sínteses.

Agradecimentos

UEG (bolsa de pós-graduação *Stricto Sensu* – Nível mestrado), PPG – CAPS, QMMOL – UEG, CAITec – UEG, Professor Sebastião Willian da Silva – UNB, Gabriela Cândido Ribeiro – Doutoranda UNB, LABMIC – UFG e Central Analítica – UFG.

Referências

- FERREIRA, H. S.; RANGEL, M. do C. Nanotecnologia: aspectos gerais e potencial de aplicação em catálise. **Química Nova**, v. 32, n. 7, p. 1860–1870, 2009.
- KHALAFALLA, S. E.; REIMERS, G. W. Preparation of dilution-stable aqueous magnetic fluids. **IEEE Transactions on magnetics**, v. Mag-16, n. 2, p. 178–183, 1980.
- KIM, Y. IL; KIM, D.; LEE, C. S. Synthesis and characterization of CoFe_2O_4 magnetic nanoparticles prepared by temperature-controlled coprecipitation method. **Physica B: Condensed Matter**, v. 337, n. 1, p. 42–51, 2003.
- LIU, C. H. et al. Preparation and characterization of $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}$ composite magnetic nanoparticles. **Inorganic Materials**, v. 44, n. 3, p. 291–295, 5 mar. 2008.
- MAKOWSKI, M. et al. Advances in Lipid and Metal Nanoparticles for Antimicrobial Peptide Delivery. **Pharmaceutics** 2019, 11, 588.
- PRABHU, S.; POULOSE, E. K. Silver nanoparticles: mechanism of antimicrobial. **International Nano Letters**, v. 2, p. 32–42, 2012.
- REIMERS, G. W.; KHALAFALLA, S. E. Production of Magnetic Fluids by Peptization Techniques. Ser. No. 275,382, Jul 26, 1972.
- SHARMA, G.; JEEVANANDAM, P. A Facile Synthesis of Multifunctional Iron Oxide@Ag Core-Shell Nanoparticles and Their Catalytic Applications. **European Journal of Inorganic Chemistry**, p. 6126–6136, 9 dez. 2013.

