



Síntese ecológica de nanopartículas de prata via amido de mandioca: análises estrutural e morfológica

José Alexandre Fernandes Mendes¹, Dra. Glenda Q. Ramos², Dr. Henrique D. F. Filho¹.

¹ Universidade Federal do Amazonas, Laboratório de Desenvolvimento e Aplicações de Nanomateriais da Amazônia, Av. Rodrigo Otávio Jordão Ramos, 6200, Coroado I, 69080-900, Manaus AM, Brasil.

² Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos da Universidade do Estado do Amazonas (CMABio-UEA), Universidade do Estado do Amazonas, Manaus 69.065-001, Amazonas, Brazil.

Palavras-Chave: Síntese verde, Nanopartículas de prata, Amido de mandioca, DRX, FESEM.

Introdução

A síntese verde de nanopartículas utilizando agentes naturais, como o amido de mandioca, oferece uma abordagem sustentável e economicamente viável. O amido de mandioca, rico em grupos hidroxila, atua tanto como agente redutor quanto estabilizante na formação de AgNPs. Este estudo é o primeiro a utilizar esse tipo de amido na síntese de AgNPs pelo método sol-gel, com o objetivo de avaliar sua eficácia contra *Leishmania* em humanos, que é uma doença infecciosa causada por protozoários do gênero *Leishmania*, transmitida pela picada de fêmeas infectadas de flebotomíneos (mosquitos-palha).

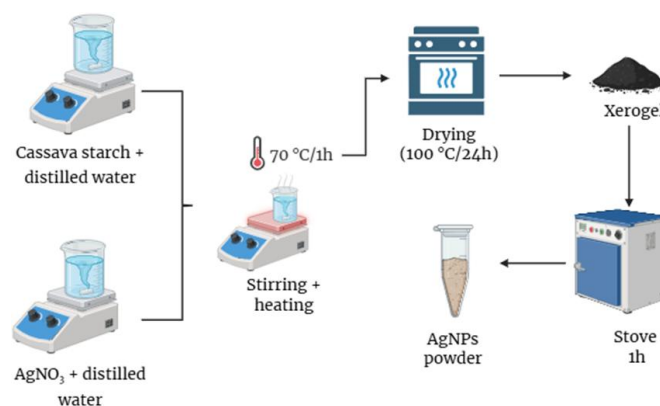
Material e Métodos

O processo de síntese (Figura 1) iniciou-se com a dissolução de 5 g de amido de mandioca em 150 ml de água ultrapura sob agitação à temperatura ambiente, resultando em uma solução homogênea. Paralelamente, preparou-se uma solução precursora de nitrato de prata (AgNO_3 , 0,3 M) pela dissolução de 2,54 g do sal em 50 ml de água destilada. A solução precursora foi adicionada gradualmente à solução de amido, e a mistura foi mantida sob agitação a 75 °C por 1 hora para induzir a formação do gel. O gel obtido foi secado em estufa a 100 °C por 24 horas, resultando em um xerogel. Este foi subsequentemente submetido à calcinação a 200 °C por 1 hora, com taxa de aquecimento de 10 °C/min, para promover a redução dos íons Ag^+ a Ag^0 e a formação das nanopartículas metálicas.

As medições de FTIR foram realizadas na faixa de 4000 a 400 cm^{-1} com uma resolução de 8 cm^{-1} , para 200 °C, 300 °C, 400 °C e 500 °C. A estrutura do xerogel e das nanopartículas de Ag^0 foi investigada utilizando difração de raios-X. Os difratogramas de raios X foram obtidos utilizando um difratômetro Shimadzu (LabX XRD-6000), operando com radiação $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$), filtro de níquel, tensão de 40 kV, corrente de 40 mA, velocidade de varredura de 2° min^{-1} e faixa de ângulo de espalhamento de $2\theta = 20\text{--}80^\circ$.

Para mensurar a variação da massa de uma amostra em função da temperatura ou do tempo, permitindo estudar a estabilidade térmica, composição, desidratação, oxidação e decomposição de materiais usa-se a Análise Termogravimétrica (TGA). Os resultados apresentados em um gráfico (termograma) mostram a perda ou ganho de massa em função da temperatura, fornecendo informações sobre os processos que ocorrem em diferentes condições térmicas.

Figura 1 - Método para obtenção de partículas nanométricas de Ag^0



Além disso, a Microscopia Eletrônica de Varredura de Emissão de Campo (FESEM), permitiu a observação morfológica e a distribuição dimensional das partículas, que se apresentaram predominantemente esféricas, com tamanhos entre 18 e 75 nm.

Resultados e Discussão

A análise termogravimétrica, apresentado na Figura 2, foi realizada para investigar os principais eventos de perda de massa e determinar as temperaturas de calcinação apropriadas para o material sintetizado (xerogel de Ag). As curvas TG/DTG, mostram três eventos significativos de perda de massa (rotulados como regiões I, II e III) ao longo da análise. Nesse sentido, com base nos resultados de TG/DTG, foram escolhidas as temperaturas de 200 °C, 300 °C, 400 °C e 500 °C para a calcinação do xerogel e posterior avaliação dos pós obtidos por DRX.

Após calcinação a 200 °C por 1 h, o xerogel foi completamente convertido em nanocristais cúbicos de face centrada de Ag^0 (Fig. 3). Essa transformação é evidenciada pela presença de planos cristalográficos com intensidades em posições específicas (2θ), correspondentes às reflexões (111), (200), (220), (311) e (222). Este empacotamento cristalográfico pertence ao grupo espacial $\text{Fm}\bar{3}\text{m}$ (No. 225), conforme confirmado pelo cartão ICSD#64706 (VALODKAR M, et al. (2010)). Portanto, o tratamento térmico a 200 °C forneceu a força motriz para transformar o xerogel amorfo em nanocristais de Ag^0 . Isso sugere que o amido de mandioca é um agente estabilizante eficaz para a produção de

nanopartículas metálicas. O comportamento estrutural permanece para temperaturas maiores.

Figura 2. Curvas TG e DTG do xerogel de Ag com amido de mandioca.

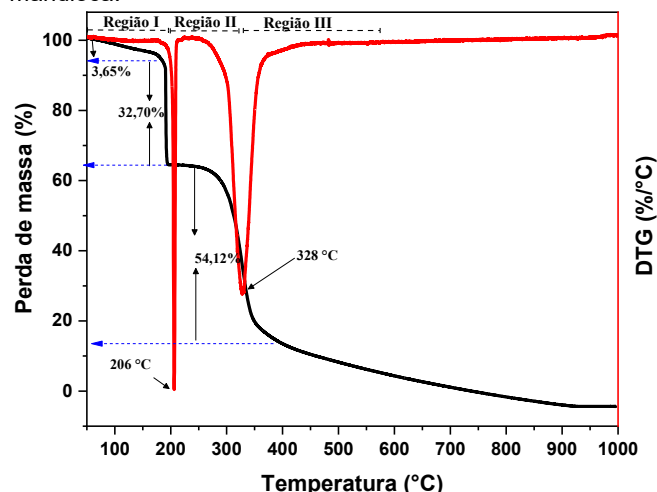
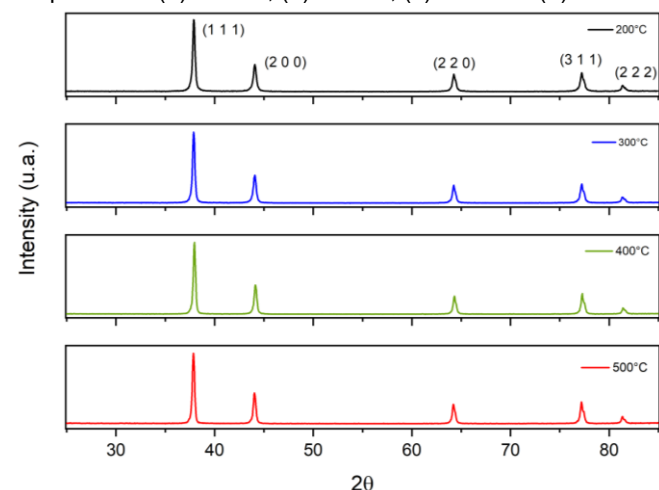


Figura 3. Padrões de XRD para os pós calcinados nas temperaturas (a) 200 °C, (b) 300 °C, (c) 400 °C e (d) 500 °C.



A Figura 4 apresenta os espectros de FTIR das nanopartículas de prata sintetizadas pelo método sol-gel utilizando tapioca como agente quelante e submetidas a diferentes temperaturas de calcinação (200, 300, 400 e 500 °C). Observa-se que, em todas as amostras, aparecem bandas características associadas a grupos funcionais provenientes dos biopolímeros da tapioca, que desempenharam papel crucial na estabilização e redução dos íons de prata durante o processo de síntese, estando em concordância com aquelas citadas na literatura para outros biopolímeros utilizados na síntese de nanopartículas de prata.

As características morfológicas e as dimensões das nanopartículas de Ag⁰ foram examinadas usando microscopia de alta resolução, conforme mostrado na Fig. 5. As observações morfológicas revelaram detalhes sobre o tamanho, a morfologia e a distribuição espacial das nanopartículas de Ag⁰ calcinadas a 200°C. Como pode ser observado, as nanopartículas são predominantemente de forma quase esférica, com tamanhos variando de 18 nm a 75 nm. Tipicamente, a morfologia das nanopartículas de Ag⁰ sintetizadas via métodos de síntese verde tende a exibir uma configuração esférica, com tamanhos de partícula ficando abaixo do limite de 100 nm.

Figura 4. FTIR do xerogel calcinado em diferentes temperaturas: 200°C, 300°C, 400°C e 500°C

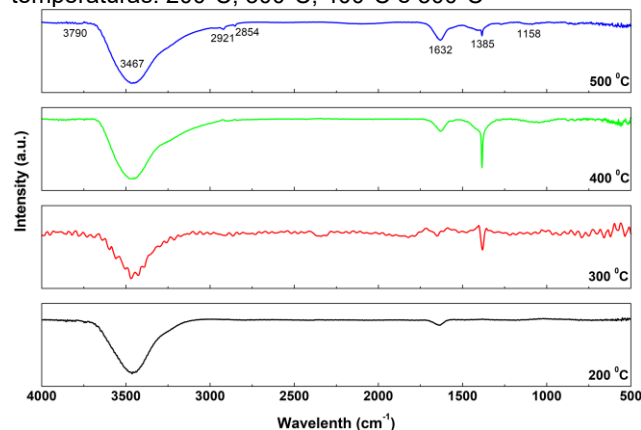
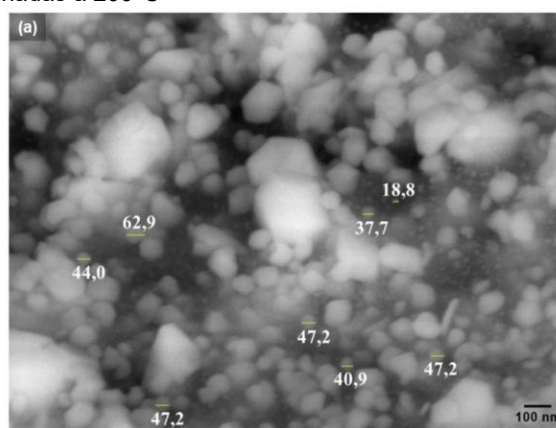


Figura 5. Imagens de FESEM de nanopartículas de Ag⁰ calcinadas a 200°C



Conclusões

A síntese realizada com sucesso nanopartículas de Ag⁰ utilizando um método sol-gel com amido de mandioca como um agente estabilizante eficaz. As técnicas de DRX, FESEM e TGA confirmaram a formação de nanopartículas de Ag⁰ de forma esférica, com tamanhos variando de 18 a 75 nm. A utilização do amido de mandioca, um biopolímero natural, biodegradável e amplamente disponível, destaca os benefícios ambientais e econômicos desta abordagem de síntese verde.

Agradecimentos

Ao CNPQ e a FAPEAM pelo suporte financeiro; Laboratório de Desenvolvimento e Aplicações de Nanomateriais da Amazônia (LADENA) pela disponibilidade de espaço para a realização deste projeto.

Referências

- [1] Raksakoon C, Potiwat R (2021) Current arboviral threats and their potential vectors in Thailand. *Pathogens* 10:80
- [2] Kingslin A, Kalimuthu K, Kiruthika ML et al. (2023) Synthesis, characterization and biological potential of silver nanoparticles using *Enteromorpha prolifera* algal extract. *Appl Nanosci* 13:2165–2178. <https://doi.org/10.1007/s13204-021-02105-x>
- [3] Asif M, Yasmin R, Asif R et al. (2022) Green synthesis of silver nanoparticles (AgNPs), structural characterization, and their antibacterial potential. *30;20:15593258221088709*
- [4] Prema P, Subha Ranjani S, Ramesh Kumar K et al. (2022) Microbial synthesis of silver nanoparticles using *Lactobacillus plantarum* for antioxidant, antibacterial activities. *Inorg Chem Commun* 136:109139.