

"Planeta Água: a cultura oceânica para enfrentar as mudanças climáticas no meu território"



XII Semana de Ciência e Tecnologia
SECT ICE
20 a 23 de Outubro de 2025

Realização:



Síntese e avaliação de potencial antimicrobiano de zeólita de sodalita dopadas por troca iônica de Ag^+ , Cu^{2+} e Zn^{2+}

Sávio Raider Matos Sarkis^{1*}(PQ), Simone Ramos de Castro² (PQ), José Fábio de Lima Nascimento³ (PQ), Emanuel Negrão Macedo⁴ (PQ), Francisco Xavier Nobre⁵(PQ).

^{1,2,5}Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Amazonas, Campus Manaus Centro, Av. Sete de Setembro, 1975 - Centro, 69020-120, Manaus - AM, Brasil.

¹ Universidade Federal do Amazonas, Faculdade de Tecnologia, Dep. de Eng. de Petróleo e Gás, Av. Gen. Rodrigo Otávio Jordão Ramos, 6200, Coroado I, 69080-900, Manaus AM, Brasil.

³ Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Amazonas, Campus Manaus Distrito Industrial, Av. Gov. Danilo de Matos Areosa, 1731-1975 - Distrito Industrial I, 69075-351, Manaus AM, Brasil.

⁴Programa de Pós Graduação em Engenharia de Recursos Naturais da Amazônia, PRODENA/ITEC/UFPA, Universidade Federal do Pará, Belém, Pará 66075-110, Brasil

* savio.sarkis@ifam.edu.br

Palavras-Chave: zeólita, substituição catiônica, atividade antimicrobiana.

Introdução

A síntese e aplicação das zeólitas têm sido objeto de estudos em diversos campos tecnológicos, principalmente na conversão de derivados petroquímicos⁶, adsorção de metais pesados por troca iônica⁷, e aplicações antimicrobianas^{5,1}. As zeólitas são estruturas, compostas por unidades $[\text{AlO}_4]$ e $[\text{SiO}_4]$, exibindo geometria tetraédrica e macroestruturas ordenadas, pela conexão metal-oxigênio-metal, envolvendo os oxigênios terminais. As estruturas possuem formato de gaiolas que estabilizam cátions metálicos (K^+ , Na^+ , Ca^{2+} e Mg^{2+})³. Mediante vias sintéticas, é possível obter fases puras, dopadas ou trocadas com outros íons⁴, inúmeras fontes de silicatos e aluminatos, inclusive residual, são amplamente favoráveis a produção de zeólitas³, como o mineral caulim $[\text{Al}_2\text{SiO}_5(\text{OH})_4]$, que durante sua calcinação em temperaturas superiores a 600 °C forma o metacaulim ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_7$), o qual possui sítios $[\text{SiO}_4]$ e $[\text{AlO}_4]$ com baixa cristalinidade, o que favorece as reações de formação de zeólitas em meio alcalino. A zeólita NaA, modificada com íon Zn^{2+} e co-substituída com íon Ag^+ , foi obtida via hidrotermal². sob temperatura de 100 °C por 30 min, confirmando propriedades antimicrobianas. Neste estudo, a síntese da zeólita sodalita é reportada usando o método hidrotérmico e posteriormente submetida a troca iônica adotando soluções dos nitratos de prata, cobre e zinco respectivamente e, investigadas sua atividade antimicrobiana.

Material e Métodos

Na síntese por via hidrotermal, utilizou-se 2,5 g de Metacaulim em reator de 100 mL, com 80 mL de solução de NaOH na concentração de 12 molL⁻¹, sob agitação por 10 min. O reator foi submetido a aquecimento em forno estufa a temperatura de 180 °C por 24 h. Após resfriado, o precipitado foi lavado com água destilada até o pH próximo de 8. O material foi centrifugado em três ciclos de 10 min (3000 rpm), descartado o sobrenadante. A fase sólida foi seca em estufa a 100 °C por 24 h. O processo de troca iônica (meio aquoso), foi feito na relação 1:2 (molmol⁻¹) íon metálico para zeólita. Utilizou-se 0,1250 g de nitrato de cobre pentahidratado, 0,0850 g de

nitrato de prata e 0,2975 g de nitrato de zinco hexahidratado, dissolvidos em 50 mL de água destilada, adicionando em seguida, 2g da zeólita Sodalita, e submetida a agitação magnética por 24 h. O precipitado foi coletado por centrifugação, em três ciclos de lavagem com água destilada a 3000 rpm por 10 min. A fase sólida, pós lavagem, foi seca em estufa em 100 °C por 48 h. As zeólitas pura e trocada com os íons prata, cobre e zinco foram codificadas como ZLT, AgZLT, CuZLT e ZnZLT. As caracterizações por DRX foram feitas no equipamento da Shimadzu XRD7000 e o refinamento estrutural pelo método de Rietveld. Nas análises de microbiologia utilizou-se o método de disco-difusão com nove bactérias. Os microrganismos foram suspensos em 5 mL de caldo Mueller-Hinton (MH), a 0,5 da escala de McFarland. Após a homogeneização, foi introduzido um swab estéril dentro do tubo, e removido o excesso de líquido. A inoculação foi feita em estrias na superfície do ágar em três direções na placa, onde foram semeadas por cinco minutos, para permitir que o excesso de umidade da superfície do ágar fosse absorvido. Poços foram perfurados e 25 µL das amostras (100 mgmL⁻¹) e do antibiótico ciprofloxacino (1mgmL⁻¹) diluídos em solução fisiológicas. Após 24 h de incubação a 37 °C, as placas foram examinadas para verificar se o crescimento obtido estava uniforme, a leitura foi medida com paquímetro sob fonte de luz refletida na placa invertida. A análise foi realizada em triplicada. A Concentração Inibitória Mínima (CIM), foi realizado por microdiluição, onde inóculo foi preparado por meio de uma suspensão salina das colônias, com turbidez da suspensão de 0,5 McFarland. Em uma placa de 96 poços, foi realizada diluição seriada das amostras, mantendo os controles: 100% de crescimento (apenas bactérias), 100% de morte (bactérias mortas com etanol) e esterilidade (apenas caldo MH). A placa foi incubada por 24 h a temperatura de 37 °C. Na sequência, 40 µL de rezasurina (0,01%) foram adicionados nos poços e após 3 h as placas foram lidas visualmente e, em seguida, a densidade óptica medida no leitor de placas a 600 nm. As médias dos valores de D.O.₆₀₀ obtidos foram traçadas em função das concentrações iniciais das amostras, descontados da média dos valores de D.O.₆₀₀ do meio estéril (controle negativo). A MIC foi considerada a menor

20 a 23 de outubro de 2025

XII Semana de Ciência e Tecnologia do ICE - UFAM

concentração da amostra onde não houve crescimento significativo da bactéria, comparado ao controle negativo.

Resultados e Discussão

A Figura 1 mostra a difração de raios X (DRX), para a zeólita pura e dopada com os íons metálicos cobre, prata e zinco. Na Figura 2 é apresentado o resultado do refinamento Rietveld.

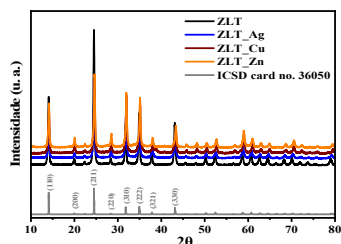


Figura 1. Difração de raios X (DRX).

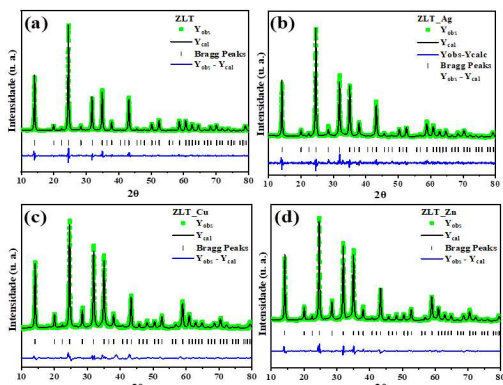


Figura 2. Refinamento Rietveld das zeólitas

O refinamento Rietveld, (Figura 2), apresentou excelente concordância entre a intensidade experimental e teórica para todos os picos de difração para 2θ de 10° a 80° . Foi possível confirmar que a estrutura da zeólita sodalita se mantém preservada, mesmo após a troca iônica com os cátions propostos neste estudo, uma vez que não foi observado planos cristalográficos que possam estar relacionados a formação de estruturas secundárias, como mostra a Figura 1. Na Figura 3 é apresentado o resultado dos ensaios de disco-difusão para as cepas de bactérias.

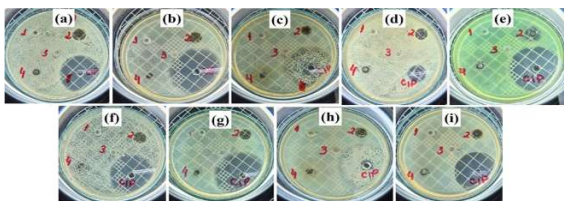


Figura 3(a-i): Os números 1, 2, 3, 4 indicam as amostras ZLT, AgZLT, CuZLT e ZnZLT respectivamente. O Cip foi utilizado como controle positivo, correspondendo à ciprofloxacina. (a) *Staphylococcus aureus* ATCC 25922, (b) *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853, (c) *Klebsiella pneumoniae* – cepa clínica 230, (d) *Staphylococcus aureus* – cepa clínica 9393, (e) *Pseudomonas aeruginosa* – cepa clínica 31 NM, (f) *Staphylococcus epidermidis* ATCC 12220, (g) *Escherichia coli* ATCC 29214, (h) *Staphylococcus aureus* cepa clínica - RIB1 e (i) *Klebsiella pneumoniae* ATCC 4352.

Para todos os casos, nota-se a formação de halos com clara inibição do crescimento microbiano para os ensaios realizados com a amostra AgZLT frente aos microrganismos testados, Figura 3(a-i). Além disso, o estudo da diluição seriada para determinação da concentração inibitória mínima (MIC) das amostras ZLT e AgZLT, são mostradas na Figura 4(a-i).

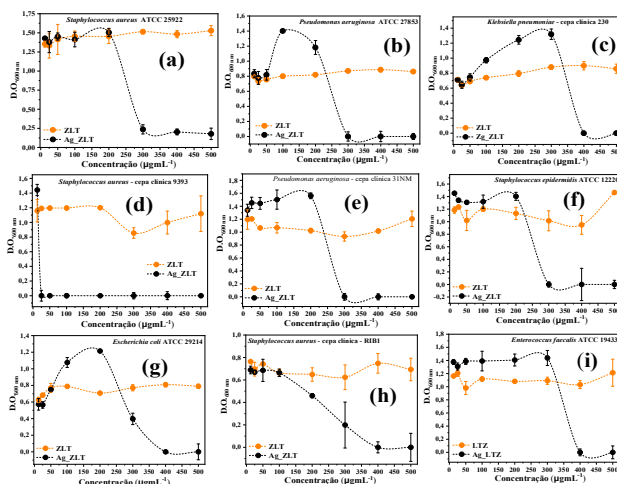


Figura 4(a-i) Ensaio de diluição em caldo para determinação da concentração inibitória mínima (MIC) das amostras de ZLT e AgZLT para os microrganismos.

Observa-se na Figura 4, que houve uma elevada atividade antimicrobiana para a amostra AgZLT com MIC entre 25 e $400 \mu\text{g L}^{-1}$

Conclusões

O método hidrotérmico, mostrou-se eficiente para a obtenção para a zeólita sodalita, usando o metacaulim natural amazônico como fonte de silício e alumínio. As trocas iônicas com íons de cobre, zinco e prata, foi efetivamente realizada em meio aquoso a partir dos nitratos dos respectivos íons metálicos a temperatura ambiente. Os ensaios microbiológicos revelaram ausência de atividade antibiótica para as amostras ZLT e ZnZLT, pouca atividade para a amostra CuZLT, contudo, houve uma elevada atividade antimicrobiana para a amostra AgZLT, frente as nove cepas de bactérias testadas pelos métodos de difusão e microdiluição seriada. Portanto, obtendo valores de MIC entre 25 e $400 \mu\text{g L}^{-1}$, o que amplia as aplicações de zeólitas no campo antimicrobiano.

Agradecimentos

FAPEAM pelo suporte financeiro

Referências

- [1] Benaouda, H.; Bouchiba, N.; Hachemaoui, M.; Abad-López, J.; Bennabi, F.; Mokhtar, A.; Hasnaoui, M.A.; Ismail, I.; Abboud, M.; Boukoussa, B. MNP (M = Zn, Cu, and Ag) Catalyst Embedded onto Zeolite Y Surface for Efficient Dye Reduction and Antimicrobial Activity, Catalysts 15. 2025.
- [2] Du, Q.; Xu, H.; Yu, H.; Li, S.; Peng, Q.; Chen, L.; Sun, W.; Li, C. Antibacterial Application of Ag-Loaded Zn-Hybrid NaA Zeolite with High Ag Loading Amount, Trans. Indian Inst. Met. 76. 2023
- [3] Kovo, A.S.; Holmes, S.M.; Rios, C.A.; Otaru, A.J.; Abdulkareem, A.S.; Eluwa, V.C. Synthesis of zeolites from different kaolin deposits worldwide, Appl. Clay Sci. 269 2025
- [4] Ma, W.; Yi, Y.; Fang, M.; Li, C.; Li, J.; Liu, W. Study on the synthesis mechanism of sodalite, gismondine, and zeolite-P1 zeolite materials from ladle furnace slag and fly ash, Sci. Rep. 13. 1–12. 2023.
- [5] Rath, B. Senthil; Kumar, P. Senthil; Susana, J.; Natanya Ida; Virgin, J. Francia; Dharani, R. S.; Sanjay, G. Rangasamy, Recent research progress on the removal of heavy metals from wastewater using modified zeolites: A critical review, Desalin. Water Treat. 319 100573. 2024
- [6] Salahudeen N. A Review on Zeolite: Application, Synthesis and Effect of Synthesis Parameters on Product Properties, Chem. Africa 5 1889–1906. 2022.
- [7] Tekin, R.; Bac, N. Antimicrobial behavior of ion-exchanged zeolite X containing fragrance, Microporous Mesoporous Mater. 234 55–60. 2016.