

"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:



Nanopartículas de Óxido de Zinco via síntese verde com suas caracterizações estruturais e morfológicas

Adriana de Souza Fontes^{1,*} (PQ), Mateus Ferreira de Oliveira² (PQ), Ricardo Cruz de Souza Filho¹ (PQ), Glenda Quaresma Ramos³ (PQ), Icaro André Amorim Assad¹ (PQ), Henrique Duarte da Fonseca Filho¹ (PQ).

¹Universidade Federal do Amazonas, Departamento de Física de Materiais, Laboratório de Desenvolvimento em Nanotecnologia da Amazônia, Av. Rodrigo Otávio Jordão Ramos, 6200, Coroado I, 69080-900, Manaus AM, Brasil.

²Instituto Federal de Ciência e Tecnologia do Amazonas, Departamento de Química, Laboratório de Processos Químicos, Av. Sete de Setembro, 1975 - Centro, 69020-120, Manaus - AM, Brasil.

³Universidade Estadual do Amazonas, Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos da Universidade do Estado do Amazonas, Av. Djalma Batista, 3578. Flores CEP: 69050-010.

*adrianadesouzafontes@gmail.com; oliveiraamateus@hotmail.com; rc620233@gmail.com; Gq.amos@hotmail.com; icaroandre770@gmail.com; hdfilho@ufam.edu.br

Palavras-Chave: *síntese verde*, nanopartículas, coprecipitação, ZnO.

Introdução

Nanomateriais situam-se em escala atômica/molecular, entre 1 e 100 nanômetros. As nanopartículas (NPs) metálicas formadas por precursores metálicos podem resultar em NPs de óxidos metálicos^{2,4}. Elas têm sua importância em relação ao baixo custo de produção, facilidade de preparação e segurança^{2,4}, juntamente com sua ampla variabilidade de aplicações em atividades larvicidas e pulicidas, devido à elevada relação entre a área superficial e o volume exibido. O presente trabalho traz a síntese verde por coprecipitação, como método de produção desses materiais, por razões já citadas⁴. Estudos fitoquímicos apontam que espécies da família Chrysobalanaceae apresentam compostos secundários, como flavonóides e ácidos fenólicos⁶, essenciais para a redução e estabilização de NPs. Assim, esses constituintes presentes no extrato foliar dessa planta junto a agentes, como o nitrato de zinco e NaOH, resultam durante a síntese em um precipitante, que após a calcinação tende a formar óxido de zinco puro. Logo, o estudo usou folhas da espécie *Couepia bracteosa* Benth (Pajurá), planta típica da região amazônica. O objetivo geral do trabalho visa realizar a caracterização estrutural e morfológica das nanopartículas de óxido de zinco, calcinadas a diferentes temperaturas. O estudo pretende sintetizar ZnO e verificar a(s) fase(s) formada(s) por espectroscopia de raios-x e refinamento de Rietveld, além de confirmar a morfologia e tamanho das NPs ZnO. E, ainda que existam diversos estudos sobre essa fase estrutural, devido a ampla literatura sobre síntese verde de NPs de óxido de zinco, estudos das propriedades espectroscópicas delas por síntese verde utilizando o extrato da planta Pajurá permanecem inexploradas. A pesquisa sobre o nanomaterial formado amplia sobre as suas propriedades físico-químicas, o qual pode contribuir para estudos futuros sobre aplicações em atividades larvicidas³.

Material e Métodos

O extrato de folhas em solvente (1:10), foi preparado conforme cálculos estequiométricos. Posteriormente, o nitrato de zinco (agente precursor) em solvente (1:4) (nitrato de zinco hexahidratado ($Zn(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$; 98%) foi sendo gota a gota adicionado no extrato sob agitação. Em seguida, o hidróxido de sódio (agente precipitante) (0,5M) (NaOH) (98%), foi adicionado até a solução atingir o pH 9. O precipitado formado foi seco em estufa 50°C durante 12h e depois separado para ser calcinado em três diferentes temperaturas (400°, 500° e 600°). O pó branco formado em cada uma das temperaturas foi caracterizado pelas técnicas de espectroscopia de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (FEGSEM). Os gráficos refinados foram projetados no SHIMADZU XRD-7000 X-RAY DIFFRACTOMETER, com fonte de radiação $CuK\alpha$; comprimento de onda (λ) de 1,5406 Å; padrões de DRX e varrimento com um tamanho de passo de 0,02°/10 s na gama de 10° a 80° (2 θ). A fase do material foi identificada no software X'pert Highscore. E, por meio do pacote *Fullprof* foi possível realizar refinamentos estruturais das amostras, através do método de Rietveld. Os tamanhos médios dos cristalitos basearam-se nos três picos mais intensos ($ZnO_{400^\circ}=34,70819$; $ZnO_{500^\circ}=33,64079$ e $ZnO_{600^\circ}=33,5607$) foram calculados pela equação:

$$D = (0,91 \times \lambda) / (\beta \cos \theta) (\text{Å})$$

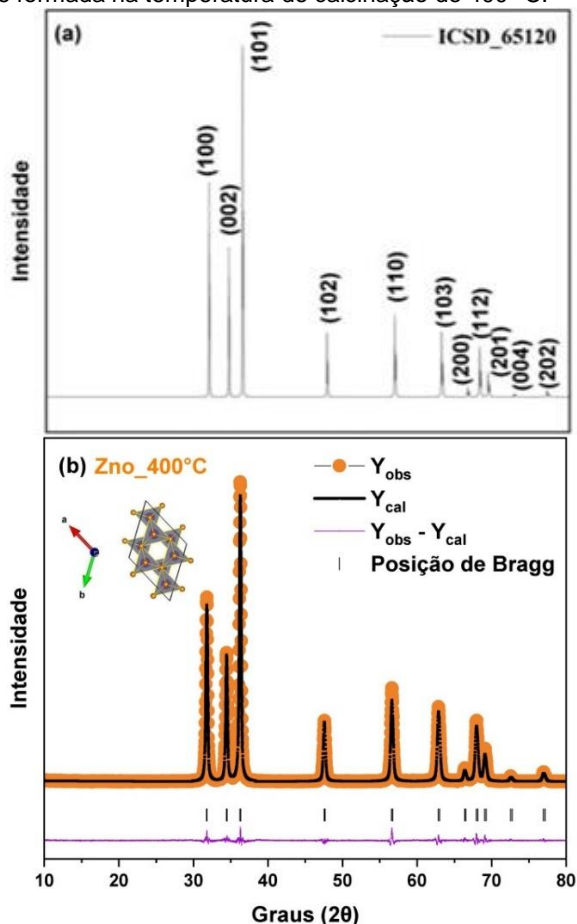
em que, λ - comprimento de onda $K\alpha$ 1,5406; Å, β - largura total na metade do máximo (FWHM); e θ - ângulo de difração (graus).

A confirmação da morfologia e tamanho das nanopartículas formadas foram projetadas no microscópio eletrônico de varredura JSM-IT500HR.

Resultados e Discussão

Conforme a literatura⁵, a fase possui uma célula unitária tetraédrica com parâmetros de rede, $a = 3.250 \text{ \AA}$ e $c = 5.207 \text{ \AA}$, onde cada átomo de zinco (cor azul na Fig.1(b)) está no centro de um tetraedro, coordenado a quatro outros átomos de oxigênio (cor laranja na Fig.1 (b)).

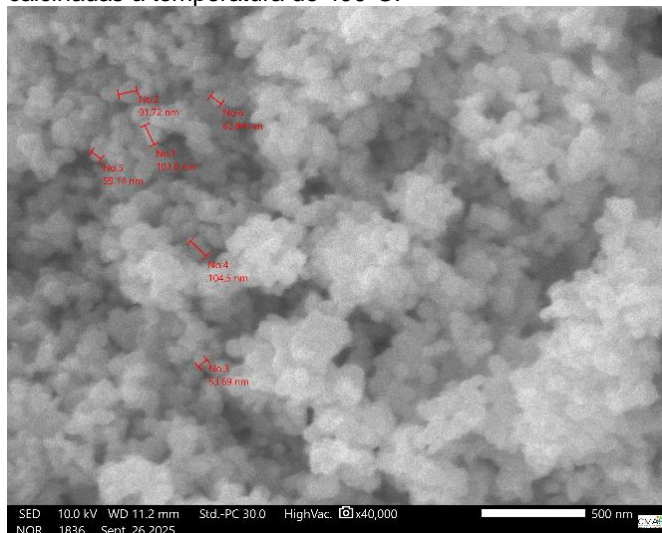
Figura 1. Padrão de referência da fase estudada (a) ZnO e (b) fase formada na temperatura de calcinação de 400 °C.



Para a calcinação em 400°C os picos observados corresponderam aos do arquivo CIF (Crystallographic Information File), baixada do ICSD (Inorganic Crystal Structure Database). Os picos específicos referem-se à estrutura hexagonal do ZnO. O acesso à ICSD permitiu o refinamento dos espectros com o padrão ZnO fase wurtzita (ICSD 65120), dispo de uma estrutura hexagonal e grupo espacial P 63 m c (186). A temperatura permitiu que os íons do material se organizassem de forma uniforme e estável resultando em uma estrutura cristalina, com os parâmetros de rede das células unitárias mantidos fixos: ZnO_400°C= 3.249902 Å, 3.249902 Å e 5.206968 Å; ZnO_500°C= 3.249921 Å, 3.249921 Å e 5.206852 Å; ZnO_600°C= 3.249910 Å, 3.249910 (Å) e 5.206774 (Å). Quanto ao volume das células unitárias, os respectivos valores: 47.627(1) Å³; 47.627(1) Å³ e 47.626 (1) Å³ evidenciam um aumento de volume com o aumento da temperatura de calcinação, o que indica também diminuição das tensões internas dos grãos dos materiais¹. Entretanto, os difratogramas das amostras ZnO_500°C e ZnO_600°C não foram aqui apresentados. Os refinamentos das amostras pelo método de Rietveld resultaram em valores de X² entre 1 e 3 e parâmetros de confiabilidade Rp, Rwp, Re menores que 10%.

Imagens de FESEM foram usadas para avaliar a morfologia das nanopartículas produzidas neste trabalho. A figura 2 apresenta uma imagem obtida com um aumento de 40.000x da amostra calcinada à temperatura de 400°C

Figura 2. Morfologia e tamanho médio das nanopartículas calcinadas à temperatura de 400°C.



O diâmetro das nanopartículas foi medido por meio do software, resultando em tamanho médio de $79,33 \pm 19,89 \text{ nm}$ para 400°C. Para as outras temperaturas o tamanho das nanopartículas ainda não foi calculado, mas estudos⁴ confirmam que com o aumento da temperatura de calcinação, há um aumento no tamanho médio das nanopartículas. E, nesse estudo observou-se nanopartículas em formato esférico para todas as três temperaturas de calcinação.

Conclusões

A fase formada em diferentes temperaturas de calcinação mostrou parâmetros estruturais condizentes com a literatura pelo método de Rietveld. Além disso, tamanho médio (400°C) e morfologia das nanopartículas de óxido de zinco foram confirmadas por microscopia eletrônica de varredura.

Agradecimentos

Ao CNPq e a FAPEAM pelo suporte financeiro; Ladena-UFAM e Laboratório de Ensaios Físico-químicos-UFAM; Central Analítica do IFAM Centro e Centro Multiusuário para Análise de Fenômenos Biomédicos da Universidade do Estado do Amazonas.

Referências

- [1] Silva, Alexandre Souza da. **Caracterização Estrutural de Filmes Finos de Manganita de Lântanio**. VI Workshop Química Inorgânica das Macromoléculas aos Pontos Quânticos. 2024.
- [2] Manojkumar, U et al. Green synthesis of zinc oxide nanoparticles using *Brassica oleracea* var. botrytis leaf extract: Photocatalytic, antimicrobial and larvicidal activity. **Chemosphere**, volume 323, May 2023, 138263.
- [3] Ragavendran, C et al. Eco-friendly approach for ZnO nanoparticles synthesis and evaluation of its possible antimicrobial, larvicidal and photocatalytic applications. **Sustainable Materials and Technologies**, volume 36, July 2023, e00597.
- [4] Karam, Shayma Tahsin; Abdulrahman, Ahmed Fattah. Green Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles by Using Thyme Plant Leaf Extract. **Photonics** 2022, 9(8), 594; <https://doi.org/10.3390/photonics9080594>.
- [5] Marana, N, L et al. Propriedades eletrônicas, estruturais e constantes elásticas do ZnO. **Quím. Nova**, 33 (4), 2010. <https://doi.org/10.1590/S0100-40422010000400009>.
- [6] Suzart, Luciano Ramos et al. Contribuição ao estudo químico das folhas de *Chrysobalanus icaco*. **LUMEN ET VIRTUS**, São José dos Pinhais, V. XV N. XL, p.4730-4739, 2024. <https://doi.org/10.56238/levv15n40-053>.