

SÍNTESE RÁPIDA DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE ZINCO PELO MÉTODO HIDROTÉRMICO ASSISTIDO POR MICRO-ONDAS E AVALIAÇÃO DA ATIVIDADE ANTIBACTERIANA

LUIZA RIBEIRO SANTANA¹; NEFTALI LENIN VILLARREAL CARREÑO²

¹Universidade Federal de Pelotas – luizasantanari@gmail.com

²Universidade de Pelotas – nlv.carreno@gmail.com

1. INTRODUÇÃO

O Óxido de Zinco (ZnO) é considerado um material multifuncional, devido às suas excepcionais propriedades físicas e químicas, como uma ampla faixa de absorção da radiação, alta fotoestabilidade, baixa toxicidade e biocompatibilidade. Paralelamente, outras propriedades do ZnO têm sido exploradas, como a atividade antibacteriana, que resulta da sua capacidade de induzir a geração de radicais livres. Além disso, nanopartículas de ZnO também podem compor excelentes sistemas transportadores de drogas (MISHRA et al., 2017). É usado como filtro de radiação ultravioleta em cosméticos de proteção solar e comumente utilizado como aditivo em produtos como pigmentos, retardadores de chama, cerâmicas, plásticos, adesivos e tintas (WOJNAROWICZ; CHUDOKA; LOJKOWSKI, 2020).

O rápido desenvolvimento da nanotecnologia, trouxe também o desenvolvimento de alguns recentes e mais convenientes métodos de síntese, como o hidrotérmico assistido por micro-ondas (ZHONG; YUN, 2015). Quando comparado com outros métodos, combina os benefícios dos métodos por micro-ondas e hidrotérmicos, que podem atingir alta temperatura e alta pressão, em curto período de tempo, em sistema fechado de reação (MENG et al., 2016). Esta síntese acelera o aquecimento e consequentemente, as reações necessárias para a cristalização do material. A geração do aquecimento acontece por meio de dois mecanismos principais, que transformam energia eletromagnética em calor, sendo eles, rotação de dipolo e condução iônica. O primeiro relaciona-se ao alinhamento das moléculas com o campo elétrico aplicado, ou seja, as moléculas movimentam-se gerando rotação, atrito e colisão, de modo que o sistema é aquecido através destes movimentos. Já o segundo mecanismo, é referente ao calor gerado através das perdas por fricção, que ocorrem pela migração de íons dissolvidos sob a ação de um campo eletromagnético (MARINS, 2019).

Por estes motivos, o objetivo deste trabalho foi sintetizar nanopartículas de óxido de zinco através da síntese hidrotérmica assistida por micro-ondas, comparando três diferentes tempos, de 10, 15 e 20 minutos, visando obter a nanopartícula no menor tempo, além de testar de forma preliminar a atividade antibacteriana do material para *Staphylococcus aureus*, afim de empregá-lo em nanocompósitos biomédicos em trabalhos futuros.

2. METODOLOGIA

Neste estudo foram utilizados os seguintes reagentes: nitrato de zinco hexahidratado, hidróxido de potássio. A metodologia utilizada para a síntese das nanopartículas de ZnO foi baseada no trabalho publicado por HUANG e

colaboradores (2008) e por JIANG e colaboradores (2012). Primeiramente o hidróxido de potássio foi pesado e dissolvido em água destilada sob agitação constante. Logo após, foi adicionado nitrato de zinco e a solução foi mantida sob agitação por mais 30 minutos até a solução ficar totalmente homogênea e transparente. A solução resultante foi colocada em recipiente de politetrafluoretileno (PTFE) e inserida no micro-ondas da marca Electrolux, MEF41, Brasil, por 10, 15 e 20 minutos, a uma temperatura de 150 °C. O material resultante foi levado para a centrífuga e lavado em velocidade de 3000 rpm. Após lavagem, as nanopartículas de ZnO foram colocadas em estufa para a secagem em temperatura de aproximadamente 45 °C, por 12 horas.

A Tabela 1, a seguir, mostra os parâmetros empregados no processo de síntese das nanopartículas de ZnO.

Tabela 1: Parâmetros da síntese das nanopartículas de ZnO.

Reagentes	Tempos	Temperatura (°C)
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{KOH}$	10 minutos	150
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{KOH}$	15 minutos	150
$\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} + \text{KOH}$	20 minutos	150

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1, observam-se os picos de difração para as três diferentes amostras. A estrutura apresentada pelo ZnO, foi compatível com a ficha cristalográfica JCPDS n° 36-1451. Os picos principais apresentados na difração de raios - X estão em 31,769°; 34,421°; 36,252°; 45,538°; 56,602°; 66,378°; 67,961° e 69,098° (ALI et al., 2016), e obtiveram correlação com os planos cristalográficos (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), (201) que podem ser atribuídos à fase hexagonal do tipo Wurtzita do ZnO.

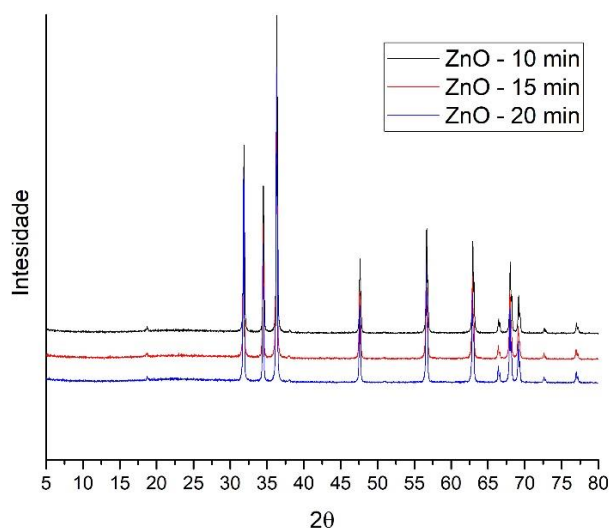


Figura 1: Picos de difração de raios - X das amostras de ZnO.

Os difratogramas mostraram os picos de difração bem definidos, indicando a formação da fase cristalina com uma alta organização a longo alcance. Não foram

detectados picos de difração de quaisquer outras impurezas (HUANG et al., 2008), mostrando que o ZnO pode ser obtido facilmente, em baixo tempo de síntese e baixas temperaturas pelo método hidrotérmico assistido por micro-ondas.

A morfologia das nanopartículas de ZnO foi caracterizada através de microscopia eletrônica de varredura de alta resolução e podem ser observadas na Figura 2. Observou-se que as imagens de microscopia apresentam morfologias em forma de bastões hexagonais semelhantes para todas as amostras. Os tamanhos mostraram-se bastante variados, com comprimentos na escala de micrômetros e de diâmetro na escala de nanômetros.

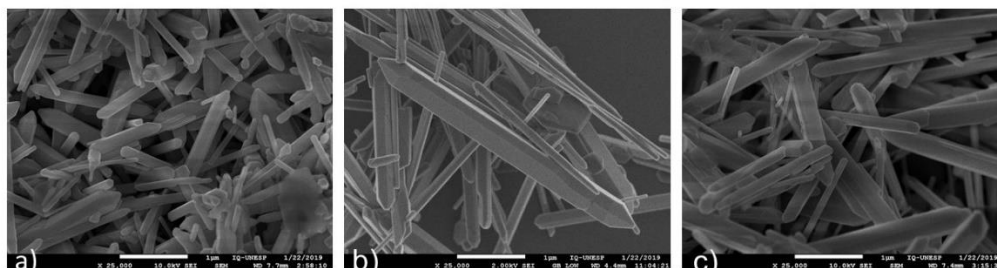


Figura 2: Microscopia das amostras de ZnO, em a) 10 minutos; b) 15 minutos e c) 20 minutos.

Um teste preliminar para avaliar a atividade antibacteriana nas nanopartículas foi realizado, por meio de ensaio de difusão em ágar contra *Staphylococcus aureus*. Após 24 de incubação, os diâmetros (em mm) das zonas claras de inibição de crescimento foram medidos. A zona de inibição para o ZnO foi de aproximadamente 6mm, indicando que o material sintetizado foi eficiente para inibir o crescimento da *S.aureus*.

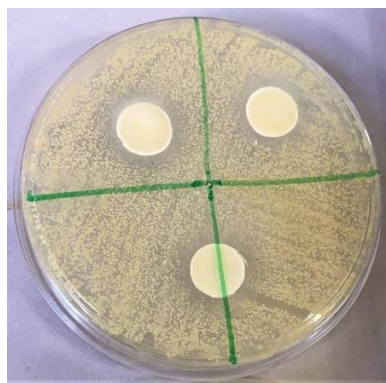


Figura 3: Resultado do ensaio preliminar de difusão em ágar.

4. CONCLUSÕES

O método hidrotérmico assistido por micro-ondas mostrou-se eficiente na preparação das amostras de ZnO, a baixas temperaturas de síntese e tempos curtos de reação. Os resultados de difração de raios - X indicaram que todas as amostras obtidas no trabalho se cristalizaram em uma estrutura hexagonal do ZnO do tipo wurtzita e apresentaram alta cristalinidade, indicando um ordenamento estrutural à longo alcance. O ensaio de difusão em ágar, mostrou que as nanopartículas de ZnO sintetizadas são eficazes no combate à bactéria *S.aureus*. pois apresentou halo de inibição.

5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ALI, A. et al. Zinc impregnated cellulose nanocomposites: Synthesis, characterization and applications. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 98, p. 174–182, 2016.
- HUANG, J. et al. Facile microwave hydrothermal synthesis of zinc oxide one-dimensional nanostructure with three-dimensional morphology. **Materials Science and Engineering: B**, v. 150, n. 3, p. 187–193, 2008.
- JIANG, Q. et al. Microwave-assisted synthesis of hexagonal structure ZnO micro-tubes. **Materials Letters**, v. 81, p. 198–201, 2012.
- MARINS, N. H. **Membranas nanofibrosas obtidas por Electrospinning contendo nanopartículas de Pentóxido de Nióbio e suas aplicações em biomateriais**. 2019. 98f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, 2019.
- MENG, L.-Y. et al. The progress of microwave-assisted hydrothermal method in the synthesis of functional nanomaterials. **Materials Today Chemistry**, v. 1–2, p. 63–83, 2016.
- MISHRA, P. K. et al. Zinc oxide nanoparticles: a promising nanomaterial for biomedical applications. **Drug discovery today**, v. 22, n. 12, p. 1825–1834, dez. 2017.
- WOJNAROWICZ, J.; CHUDоба, T.; LOJKOWSKI, W. **A Review of Microwave Synthesis of Zinc Oxide Nanomaterials: Reactants, Process Parameters and Morphologies** *Nanomaterials*, 2020.
- ZHONG, L.; YUN, K. Graphene oxide-modified ZnO particles: synthesis, characterization, and antibacterial properties. **International journal of nanomedicine**, v. 10 Spec Is, p. 79–92, 2015.