

## NANOTECNOLOGIA SUSTENTÁVEL: BIOSÍNTESE NANOPARTÍCULAS DE PRATA COM EXTRATOS DE JATOBÁ (*HYMENAEA COURBARIL*) ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS

Déborah Cristina Alves de Souza<sup>1</sup>; Deangelis Damasceno<sup>2</sup>; Monise C. R. C. Coltro<sup>2</sup>; Carlos M. S. Neto<sup>3</sup>; Thiago L. Rocha<sup>4</sup>; Francielli Mello-Andrade<sup>5</sup>; Waléria Rodovalho<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Instituto Federal de Goiás /Campus Goiânia /Goiânia, Goiás

<sup>2</sup>Instituto Federal de Goiás/Campus Senador Canedo/Senador Canedo, Goiás

<sup>3</sup>Instituto Federal de Goiás/Reitoria/Criar - Polo de Inovação, Goiânia, Goiás

<sup>4</sup>Universidade Federal de Goiás, Instituto de Patologia Tropical e Saúde Pública, Goiânia, Goiás

<sup>5</sup>Instituto Federal de Goiás/Campus Luziânia/Luziânia, Goiás

\*waleria.rodvalho@ifg.edu.br

**Palavras-Chave:** Jatobá, micro-ondas, nanopartículas de prata

### Introdução

A nanotecnologia é uma área que explora o desenvolvimento de novos materiais em dimensões que variam de 1 a 100 nanômetros com propriedades físicas, químicas e biológicas distintas, aplicáveis em diversas áreas, como indústria alimentícia, cuidados pessoais, têxtil e medicina, entre outras (Zhang *et al.*, 2016). Suas características mais relevantes incluem alta condutividade térmica e elétrica, propriedades antimicrobianas e alta reatividade química (Dong *et al.*, 2012). O interesse crescente na utilização de nanopartículas em diferentes setores deve-se, em grande parte, ao fato de que suas propriedades podem ser ajustadas pela variação do tamanho, forma e composição, oferecendo vantagens sobre materiais em escala maior.

Dentre as diversas formas para produzir nanopartículas (NPs), a síntese verde em que fungos, bactérias, extratos de plantas, por exemplo, são empregados como uma alternativa sustentável e ecologicamente correta, evitando o uso de agentes químicos tóxicos no processo (Zhou *et al.*, 2012).

A biossíntese de NPs a partir de extratos de plantas é uma técnica relativamente simples onde biomoléculas com propriedades antioxidantes reduzem os íons metálicos e atuam como agentes protetores e estabilizadores das nanopartículas (Durán *et al.*, 2019). Diversas partes das plantas podem ser utilizadas como folhas, caules, sementes, frutos, entre outras (Rai, 2013). A metodologia mais comum para produção de nanopartículas consiste em misturar o extrato vegetal com um sal metálico, como sais de prata, a um pH adequado. O tempo da reação pode variar, pois depende das características dos extratos, da temperatura da reação entre outros fatores.

Uma metodologia que tem se mostrado interessante é a biossíntese assistida por de micro-ondas, pois permite um aquecimento rápido e homogêneo, essencial para a nucleação controlada das nanopartículas, redução do tempo de reação e a energia utilizada, quando comparada aos métodos de aquecimento convencionais (Kumar *et al.*, 2020). Além disso, aplicação de micro-ondas para a síntese de NPs apresenta reprodutibilidade pela capacidade de gerar nanopartículas de alta cristalinidade e tamanho uniforme em curtos períodos de irradiação (Strapasson *et al.*, 2021).

O metal de interesse neste estudo é a prata, dada as propriedades dos materiais produzidos e a acessibilidade. Os nanomateriais de prata apresentam alta estabilidade térmica, versatilidade e durabilidade (Viana *et al.*, 2021). Essas e outras propriedades tornam as nanopartículas de prata (AgNPs) um dos nanomateriais mais estudados, amplamente utilizados

na indústria e no comércio. Suas aplicações são variadas, abrangendo os setores alimentício, de bebidas, eletroeletrônico, têxtil, catalítico e da saúde, onde atuam como agentes antibacterianos, antifúngicos, antivirais, anti-inflamatórios e antitumorais (Durán et al., 2019).

A planta selecionada para este estudo foi o jatobá (*Hymenaea courbaril*) também encontrada no Cerrado. Esta planta se destaca pela presença de diversos compostos bioativos em suas folhas, incluindo taninos, flavonoides e terpenóide que possuem atividade antioxidante (Moraes et al., 2017; Everton et al., 2021).

Assim diante do exposto, este trabalho tem como objetivo preparar nanopartículas de prata utilizando extratos de aquosos e hidroalcolico das folhas do jatobá (*Hymenaea courbaril*) empregando o método com agitação e aquecimento a diferentes temperaturas e a assistida por micro-ondas. Além disso, o estudo visa caracterizar o material vegetal (teor de cinzas totais, teor de cinzas insolúveis em ácido e o teor de umidade) e quantificar os compostos fenólicos presentes nos extratos aquoso e hidroalcolico.

## Material e Métodos

### 1- Coleta, preparação e caracterização do material vegetal

As amostras destinadas à identificação botânica e à obtenção de extratos de casca e folha do jatobá foram coletadas em uma área livre de contaminação por impurezas e/ou substâncias químicas. Após a coleta, as folhas foram secas à temperatura ambiente. Em seguida, foram separados dos talos e triturados até atingir a granulometria desejada utilizando-se uma peneira específica (100 Mesh). O material em pó foi conservado em ambiente protegido da luz e da umidade, para posterior utilização na obtenção dos extratos aquosos e hidroalcolicos (Matos, 2009; Simões et al., 2010). A determinação de teor de cinzas, cinzas insolúveis em ácido, teor de umidade e granulometria foram feitos de acordo com a Farmacopeia, 2019 em triplicata.

### 2- Preparo dos extratos aquoso, hidroalcolico e testes fitoquímicos

Os extratos aquosos das folhas foram preparados utilizando 10 g de material em 100 mL de água destilada por infusão (60°C/ 30 min). Os extratos foram centrifugados a 9000 rpm (Centrífuga Hettich – Universal 320R) em seguida, avolumado para 100 mL e armazenado sob refrigeração. O extrato hidroalcolico foi preparado utilizando um extrator de Soxhlet, com 15 g do material vegetal em uma mistura azeotrópica de água e etanol P.A. (1:1, 300 m, tempo de 2 h). O extrato foi rota-evaporado a pressão reduzida, centrifugado, avolumando para 150 mL e armazenado sob refrigeração. Os taninos e as saponinas foram identificados conforme a metodologia descrita por Matos, F., 1999 e a quantificação dos compostos fenólicos foi feita de acordo com método de *Folin-Ciocalteu* adaptado (Singleton et al., 1999 por Cruz N. D. et al., 2020).

### 3- Biossíntese das nanopartículas de prata

As nanopartículas de prata foram sintetizadas com adaptação do método descrito por Bavaresco et al., 2020. Em 5mL do extrato bruto, com pH 8 (ajustado com soluções de NaOH 0,1 mol/L e/ou HCl 0,1 mol/L) foram adicionados para 5 mL de solução de AgNO<sub>3</sub>. A mistura foi

protegida da luz, foi colocada em uma Incubadora Shaker (marca Analítica mod. SI-300R) sob aquecimento de 50°C, agitação contínua de 200 rpm por 24 horas. Foram feitos testes com concentrações variadas de AgNO<sub>3</sub> (1,0; 1,5; 2,5 e 4,0 mmol/L). A confirmação da formação de nanopartículas foi pela presença de banda plasmônica no intervalo de 500 a 550 nm UV-vis (Bel Photonics mod. UV-M51). Também foram realizados testes com a temperatura de 25°C, as demais condições foram mantidas.

Para a síntese em micro-ondas foi selecionada a reação com nitrato de prata a 4 mmol/L. A mistura reacional preparada conforme descrito anteriormente foi transferida para um tubo de teflon. O sistema após fechado foi acoplado no forno micro-ondas (Mars 6) e a mistura irradiada por 12 minutos, potência 300W, dividido em dois ciclos de 6 minutos. Após resfriar, o sistema foi aberto e feito a análise no UV-vis.

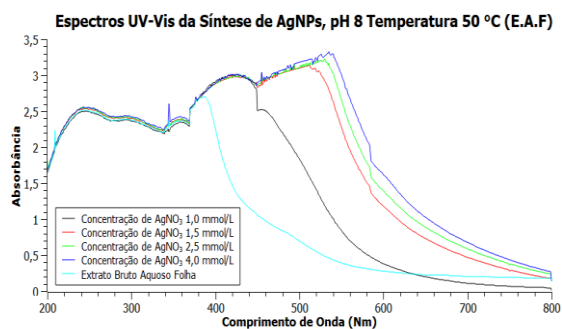
## Resultados e Discussão

Os estudos foram realizados com material vegetal com predominância de partículas finas, visto que o material foi coletado predominantemente após passar por uma peneira de 100 mesh (Farmacopéia 2019). As análises do teor de umidade foram de 5,46% e o teor de cinzas totais 4,84%. De acordo com a Farmacopeia Brasileira, 2019, o teor de umidade esperado é de 8% a 14% e os testes com as folhas do jatobá deram um valor inferior, isto estar associado à estrutura das folhas, que geralmente apresentam menor capacidade de retenção de água em comparação com outros órgãos vegetais ao período da coleta, o tempo de secagem do material entre outros (Raven, 2007). Vale ressaltar que as folhas formam coletas em um período de estiagem, mês de julho.

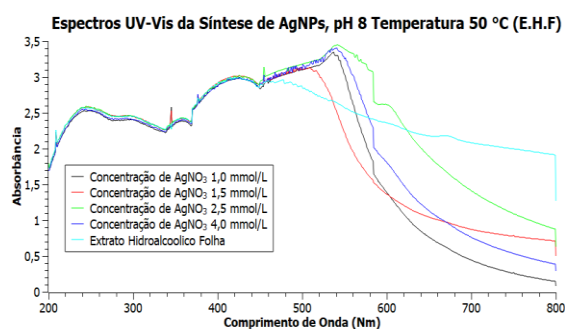
O teor de compostos fenólicos para os extratos foi obtido a partir da equação  $y=0,00065 + 0,0178x$ , com  $r^2 = 0,9994$  (Singleton et al., 1999 por Cruz N. D. et al., 2020). Para o extrato aquoso foi obtido 406,30 mg EAG/ g amostra e para o extrato hidroalcolico o valor foi de 481,40 mg EAG/ g amostra. Os valores obtidos na análise sugerem que o extrato hidroalcolico apresenta uma maior concentração de compostos fenólicos, o que pode ser atribuída ao método de extração e ao solvente utilizado.

A síntese das nanopartículas de prata foi realizada em duas condições, uma empregando uma Incubadora Shaker, a 50°C a 200 rpm por 24 horas e um outro estudo foi realizando com micro-ondas, as reações foram acompanhadas por UV-vis UV-vis (Bel Photonics mod. UV-M51). Os estudos iniciais para avaliar a formação das nanopartículas de prata foram feitos na incubadora Shaker, em várias concentrações de solução de prata AgNO<sub>3</sub> (1,0; 1,5; 2,5 e 4,0 mmol/L). Em todas os testes, tanto para o extrato aquoso e o extrato hidroalcolico foi observado a alteração da cor e formação de bandas no intervalo de 450 a 550 nm (Figura 1) e 500 a 550 (Figura 2), respectivamente.

**Figura 1-** Espectro UV-vis da reação com o extrato aquoso.



**Figura 2 -** Espectro UV-vis da reação com o extrato hidroalcolólico.



Ao observar as bandas formadas observa-se que o aumento da concentração de nitrato de prata provoca um aumento da banda plasmônica (Figura 1 e 2). A análise espectros UV-vis demonstra a formação das nanopartículas de prata de acordo com a literatura onde as bandas podem ser afetadas pelos seguintes fatores: tamanho, forma e tipo de nanopartículas, bem como pela temperatura e pelas constantes dielétricas do meio reacional (Vijayaraghavan, K. et al., 2017).

A síntese realizada em micro-ondas foi feita somente com a solução de nitrato de prata a 4,0mmol/L. Esta concentração foi selecionada, por garantir que nestas condições há formação da nanopartícula de prata pois o pico observado é mais intenso (Figura 1 e 2). A formação da banda plasmônica só foi observada após 12 minutos de reação bem como a intensificação na cor da reação (Figura 3).

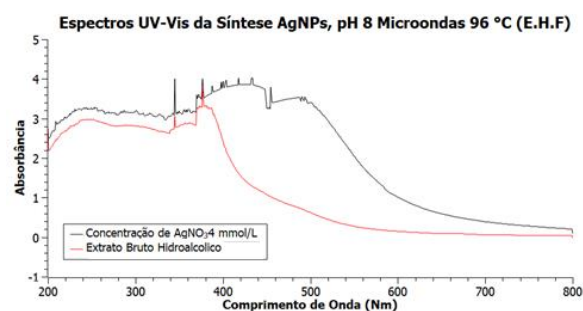
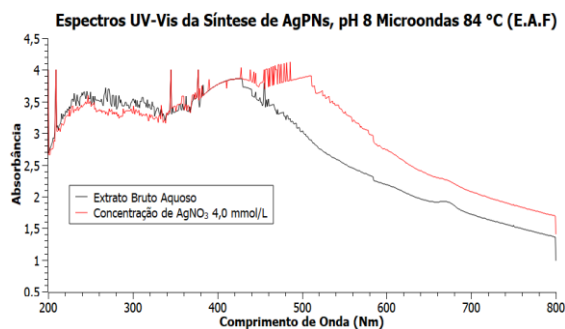
**Figura 3 –** Béquer do lado esquerdo- Extrato aquoso bruto; Béquer do lado direito: mistura reacional após a irradiação por micro-ondas.



A análise dos espectros de UV-vis (Figura 4 e 5) sugerem a formação das nanopartículas para ambos os extratos.

**Figura 4-** Espectro UV-vis da reação com o extrato aquoso em micro-ondas

**Figura 5 -** Espectro UV-vis da reação com o extrato hidroalcolólico em micro-ondas.



Nos espectros UV-vis foi possível observar a formação de bandas no intervalo de 420 a 500 nm para os extratos estudados. Ainda são necessários mais estudos para avaliar a forma, o tamanho, a estabilidade das nanopartículas obtidas,

## Conclusões

Os estudos iniciais mostraram o potencial dos extratos aquosos e hidroalcolicos das folhas de jatobá para formação de nanopartículas de prata. Presença de compostos com atividade antioxidante nos extratos como por exemplo os compostos fenólicos, são fundamentais para que a reação ocorra. As reações realizadas em micro-ondas ocorreram em um tempo bem menor quando comparado às reações realizadas na incubadora shaker, demonstrando o que já é descrito na literatura, que reações em micro-ondas ocorrem em menor tempo. Como as folhas do jatobá apresenta diversa propriedade biológicas estudos para aprofundar o conhecimento sobre as características das nanopartículas obtidas bem como a otimização do método de síntese em microondas.

## Agradecimentos

Agradeço ao IFG pela bolsa.

## Referências

Brasil. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Farmacopeia Brasileira. 6. ed. Brasília: Anvisa, 2019.

DONG, C. et al. **Facile and one-step synthesis of monodisperse silver nanoparticles using gum acaia in aqueous solution.** Journal of Molecular Liquids, Amsterdam, v. 196, p. 135-141, 2014. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S016773221400110X>. Acesso em: 07 set. 2024

DURÁN, N., Rolim, W. R., Durán, M., Fávoro, W. J., & Seabra, A. B. (2019). **Nanotoxicologia de nanopartículas de prata: toxicidade em animais e humanos.** Quim. Nova, 42(2), 206–213.

<https://doi.org/10.21577/0100-4042.20170318>

EVERTON, Gustavo Oliveira; FILHO, Victor Elias Mouchrek; GOMES, Paulo Roberto Barros; SILVA, Fernando Carvalho; PEREIRA, Ana Patrícia Matos; ROSA, Paulo Victor Serra; MAFRA, Nilton Silva Costa; JUNIOR, Paulo Sérgio Santos; SOUZA, Franscrithiany Silva; MENDONÇA, Caritas de Jesus Silva. **Chemical characterization, toxicity, antioxidant and antimicrobial activity of the essential oils of *Hymenaea courbaril* L. and *Syzygium cumini* (L.) Skeels.** CIÊNCIA E NATURA, [S. l.], p. 1-33, 3 jan. 2021. Farmacopeia Brasileira, volume 1, 5ª Ed. Brasília, 2019. ANVISA. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA



KUMAR, A. et al. **Microwave chemistry, recent advancements, and eco-friendly microwave-assisted synthesis of nanoarchitectures and their applications: a review.** *Materials Today Nano*, v. 11, p. 100076, 2020.

MATOS, F.J.A. **Introdução à fitoquímica experimental.** Fortaleza.

MORAES, M. T. B., et al. (2017). **Estudo fitoquímico de *Hymenaea* spp. (Fabaceae) coletada no município de Monteiro, Paraíba, Brasil.** *Revista Eletrônica Novo Enfoque*, 26(26), 27-33.

ZHANG XF, Liu ZG, Shen W, Gurunathan S. **Silver Nanoparticles: Synthesis, Characterization, Properties, Applications, and Therapeutic Approaches.** *Int J Mol Sci.* 2016 Sep 13;17(9):1534. doi: 10.3390/ijms17091534. PMID: 27649147; PMCID: PMC5037809.

ZHOU, Yan & Kong, Ying & Kundu, Subrata & Cirillo, Jeffrey & Liang, Hong. (2012). **Antibacterial activities of gold and silver nanoparticles against *Escherichia coli* and *Bacillus Calmette-Guerin*.** *Journal of nanobiotechnology*. 10. 19. 10.1186/1477-3155-10

RAI, M. Nanobiotecnologia verde: biossínteses de nanopartículas metálicas e suas aplicações como nanoantimicrobianos. *Ciência e Cultura*, v. 65, n. 3, p. 44-48, 2013. Disponível em: [http://cienciaecultura.bvs.br/scielo.php?pid=S0009-67252013000300014&script=sci\\_arttext&tlng=es](http://cienciaecultura.bvs.br/scielo.php?pid=S0009-67252013000300014&script=sci_arttext&tlng=es). Acesso em: 23 ago. 2024.

STRAPASSON, G. B. et al. **Microwave assisted synthesis of silver nanoparticles and its application in sustainable photocatalytic hydrogen evolution.** *International Journal of Hydrogen Energy*, v. 46, n. 69, p. 34264–34275, 2021.

VIANA, A. V. et al. Potencial antimicrobiano das nanopartículas de prata estabilizadas em curcumina e extrato de folhas de cajueiro (*Anacardium occidentale* L.). *Research, Society and Development*, v. 10, n. 9, p. e47610918364-e47610918364, 2021. Disponível em: <https://rsdjournal.org/index.php/rsd/article/view/18364>. Acesso em 12 set. 2024.

Vijayaraghavan, K., Ashokkumar, T.. Plant-mediated biosynthesis of metallic nanoparticles: A review of literature, factors affecting synthesis, characterization techniques and applications. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 5 (2017), 4866–4883.