

Nanomateriais

Painel - Pesquisa

Engenharias - Nanomateriais

PREPARAÇÃO DE NOVAS NANOESTRUTURAS SUPRAMOLECULARES OBTIDAS DA AUTO-ORGANIZAÇÃO DE ANFIFÍLICOS POLIMÉRICOS GLICOCONJUGADOS

SERAFIM, F. R., DAL-BÓ, A. G., PAULA, M. M. S., SILVA, L., WESTRUP, J. L.

francielli_serafim@hotmail.com, adalbo@unesc.net, rms@unesc.net, luciano.silva@unesc.net, jlw@unesc.net

Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE

Laboratório / Grupo de Pesquisa: laboratorio de pesquisa em materiais

Palavras-chave: Nanoestruturas supramoleculares, anfifílicos glicoconjugados

Introdução

O desenvolvimento e a preparação de nanopartículas a partir de moléculas naturais como os (oligo-e polissacarídeos) constituem, atualmente, um desafio tanto no meio acadêmico como industrial. Neste sentido, o trabalho tem como objetivo a preparação e caracterização de novos anfifílicos, para obtenção de nanopartículas que servirão como suporte para a ligação de (oligo-e polissacarídeos), através do uso de reações de "click chemistry", do tipo cicloadição 1,3-dipolar de Huisgen entre espécies funcionalizadas por um grupamento azida, de um lado, e um alcino terminal do outro.

Metodologia

As suspensões das nanopartículas soluções aquosas micelares foram preparadas por dissolução direta dos diferentes anfifílicos sintetizados em água milli-q ou em solução tampão fosfato salino (pbs, 10 mm, ph 7,2, 1 mm cacl₂, 1 mm mncl₂) e agitados por 24 horas a 25 °c. As soluções foram filtradas, a fim de remover a poeira e grandes agregados não micelares.

Resultados e Discussão

A estratégia da síntese dos novos anfifílicos funcionalizados com o monossacarídeo 2-Propargil-2-Acetamido-2-Desoxi-β-D-glicopiranosose (GlcNAc) e o dissacarídeo propargil β-D-galactopiranosil-(1→4)-β-D-glicopiranosose (Lac), consiste na utilização do polímero flexível PEO, como braço espaçor hidrofílico conectado a diferentes partes hidrofóbicas, através de reações de cicloadição. A caracterização dos anfifílicos sintetizados foram quanto à estrutura química e composição através de ressonância magnética nuclear (RMN), Infravermelho por transformada

de Fourier (FTIR), espectrometria de massa (MALDI-TOF-MS e ESI-MS) e alta resolução (HRMS). Com as devidas purificações e caracterizações, foi possível obter moléculas com uma pureza > 95% (sem traços observados por RMN). Quando as análises de RMN e espectrometria de massa não apresentaram vestígio de subprodutos obteve moléculas próprias com pureza superior a 99%. Após a dissolução em água, os anfifílicos auto-associam em micelas altamente regulares com um diâmetro médio de (2RH ~ 10 nm), ver (Figura 2 e 3). Espalhamento de luz dinâmico (DLS), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e espalhamentos de raios-X a baixos ângulos (SAXS) foram utilizados para investigar a estrutura e dinâmica desses anfifílicos.

Conclusão

A estratégia sintética empregada permitiu obter com sucesso os novos anfifílicos funcionalizados com hidratos de carbono. Os anfifílicos glicoconjugados espontaneamente auto-associam em água em micelas esféricas de diâmetro médio de 10 nm e uma estreita polidispersão como evidenciado por DLS, SAXS e experiências MET.

Referências Bibliográficas

- 1 Dal Bó, A. G.; Soldi, V.; Giacomelli, F. C.; Jean, B.; Pignot-Paintrand, I.; Borsali, R.; Fort, S. *Soft Matter* 2011, 7, 3453.
- 2 Dal Bó, A. G.; Soldi, V.; Giacomelli, F. C.; Jean, B.; Pignot-Paintrand, I.; Travelet, Christophe Borsali, R.; Fort, S. *Langmuir* 2012, 28, 1418.

Fonte Financiadora

PIBIC/UNESC

Oral - Pesquisa**Engenharias - Nanomateriais****INCORPORAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS METÁLICAS EM MATRIZ DE CARBONO****ZANONI, E. T., PAULA, M. M. S., SILVA, L., CANTU, R. B., FRIZON, T., DAL-BÓ, A. G.***elton.tz@hotmail.com, mms@unesc.net, luciano.silva@unesc.net, robciqa@gmail.com, tiagofrizon@gmail.com, adalbo@unesc.net***Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE**
Laboratório / Grupo de Pesquisa: laboratório de pesquisa em materiais*Palavras-chave: Incorporação, Nanopartículas, Carbono Vulcan***Introdução**

Recentemente, as propriedades de nanopartículas e nanocompositos vem chamando a atenção de muitos pesquisadores. A possibilidade de utilização de nanomateriais separadamente ou na potencialização de materiais de baixo custo ampliam sensivelmente as aplicações tecnológicas dos materiais [1]. A dimensão nano, tem por característica, ampliar a área superficial do material além de alterar suas propriedades. Essas propriedades possuem ampla área de aplicações tecnológicas que vai desde efeitos catalíticos até aplicações na medicina, tal como é conhecido, o efeito anti-inflamatório de nanopartículas de ouro, atividade antimicrobiana de nanopartículas de prata e antifúngica de nanopartículas de cobre [2-4]. Nanocompósitos com nanopartículas metálicas incorporadas podem apresentar aplicações eletrônicas, como sensores ópticos e atividade eletrocatalítica que atualmente se direciona para aplicação em células a combustível, na eletro-oxidação do metanol, por exemplo[5]. Neste trabalho, apresentamos o estudo de incorporação de nanopartículas de prata (SNP), nanopartículas de ouro (GNP), nanopartículas de cobre (CuNP) e nanopartículas de rutênio (RuNP) em matriz de carbono. Para efeito de nomenclatura, as amostras foram nomeadas por: SNP/C; GNP/C; CuNP/C e RuNP/C.

Metodologia

As incorporações dos respectivos nano metais foi realizadas pelo processo de redução direta com pequenas adequações para cada tipo de metal. De um modo geral, o substrato foi disperso no precursor metálico dissolvido em água (exceto para rutênio, no qual foi utilizado etileno glicol). A redução do íon metálico foi conduzida em diferentes agentes redutores. Para a síntese de GNP/C foi usado o ácido auroclorídrico como precursor metálico e o citrato de sódio como o agente redutor. Para a formação de SNP/C o nitrato de prata e borohidreto de sódio foram utilizados. O CuNP/C foi feito mediante nitrato de

cobre como o precursor metálico e uma solução 0,3 M de hidrazina. Nanopartículas de rutênio foram incorporadas pelo método poliol, da qual cloreto de rutênio e o substrato foram dispersos em etileno glicol aquecido em alta temperatura por 5h para promover a redução. Após a redução, o substrato de carbono dopado foi filtrado e lavado com água bidestilada. O sólido obtido foi seco em estufa a vácuo e caracterizado. Os nanocompósitos foram caracterizados por difração de raios-X para identificar a fase cristalina do metal na matriz e para determinar o tamanho por meio da equação de Scherrer.

Resultados e Discussão

Os cards de referência para GNP, SNP, CuNP e RuNP foram respectivamente 4-0784, 4-0783, 04-0836, 06-0663, que coincidiu, demonstrando a ausência de fase óxido e o tamanho determinado foi respectivamente 23, 12, 25 e 4 nm.

Conclusão

Nanopartículas metálicas foram incorporadas com sucesso em matriz de carbono utilizando redução direta. Os tamanhos das nanopartículas se apresentaram inferiores a 30nm com estabilidade. Óxidos não foram identificados. Caracterizações complementares serão efetuadas com as amostras a fim de avaliar suas propriedades, tais como atividade eletrocatalítica e estabilidade térmica. Sendo assim um potencial para aplicação em célula a combustível.

Referências Bibliográficas

- [1] S. Yana, L. Gaoa, S. Zhang et al. Synthesis of Au/C catalyst with high electrooxidation activity. *Electrochimica acta* 2013; 94:159-164.
- [2] Jeon KI, Byun MS, Jue DM: Gold compound auranofin inhibits I κ B kinase (IKK) by modifying Cys-179 of IKK β subunit. *Exp Mol Med* 2003, 35:61-66.
- [3] M. Guzman, J. Dille, S. Godet. Synthesis and antimicrobial activity of silver nanoparticles against gram-positive and gram-negative bacteria.

Nanomedicine: nanotechnology, biology, and medicine 2012; 8:37-45.

[4] P. Kanhed, S. Birla, S. Gaikwad, A. Gade, A. B. Seabra, O. Rubilar, N. Duran, M. Rai. In vitro antifungal efficacy of copper nanoparticles against selected crop pathogenic fungi. *Materials Letters* 2014; 115:13-17.

[5] S. Yan, Electrocatalytic performance of gold nanoparticles supported on activated carbon for methanol oxidation in alkaline solution, *Journal of Physical Chemistry C* 2011; 115: 6986-6993.

Fonte Financiadora

CNPQ

FAPESC

Painel - Pesquisa**Engenharias - Nanomateriais****NANOESTRUTURAS OBTIDAS DA AUTO-ASSOCIAÇÃO DE MISTURAS DE LIPOSSOMAS COMPÓSITOS DE FOSFATIDILCOLINA DA LECITINA DE SOJA E ANFIFÍLICOS GLICOCONJUGADOS****SANTOS, M. F.***marcela_fariassantos@hotmail.com***Instituição: UNESC - UNIVERSIDADE DO EXTREMO SUL CATARINENSE
Laboratório / Grupo de Pesquisa: Lafibe***Palavras-chave: Nanoestruturas supramoleculares, anfifílicos glicoconjugados, lipossomas, espalhamento de luz.***Introdução**

No presente trabalho, nanoestruturas obtidas da auto-associação de misturas de lipossomas compósitos de fosfatidilcolina, purificada da lecitina de soja (PC), e do anfifílico glicoconjugado C22PEOGlcNAc (C22) foram caracterizados por microscopia eletrônica de transmissão (MET), potencial zeta (PZ), espalhamento de luz dinâmico (DLS) e estático (SLS) e espalhamento de raios-X a baixo ângulo (SAXS). Os resultados obtidos por TEM e DLS revelam valores de diâmetros de aproximadamente 100 nm para as amostras de lipossomas contendo somente PC e C22, bem como para a amostra de lipossomas contendo ambos PC e C22 (C22PC). O potencial elétrico superficial das três amostras analisadas foi negativo, indicando relativa estabilidade coloidal em relação aos processos de agregação. A determinação da temperatura de transição de fase (T_f) por SLS mostrou que o sistema lipossômico C22PC apresenta uma T_f de 47 °C, estando na fase gel em temperatura ambiente. Além disso, os perfis de SAXS sugerem que os lipossomas compostos de C22PC são unilamelares em suspensão.

Metodologia

Os Lipossomas foram preparados pelo método de evaporação em fase reversa. Para tanto, amostras de lecitina de soja bruta foram purificadas por meio de processo de purificação por extração. Para a preparação dos lipossomas, a fosfatidilcolina purificada foi dissolvida em clorofórmio e dispersa em água ultra-pura por meio de ultra-som. Em seguida, o clorofórmio foi evaporado em rotaevaporador e um organogel foi formado. Após a adição de água ultra-pura, sob agitação, obtém-se a suspensão de lipossomas. Foram preparados lipossomas contendo somente a fosfatidilcolina purificada (PC), lipossomas de fosfatidilcolina purificada contendo o anfifílico glicoconjugado C22PEOGlcNAc (C22PC, 5:5) e

lipossomas contendo somente o anfifílico C22PEOGlcNAc (C22). Espalhamento de raios-X a baixo ângulo (SAXS)

Resultados e Discussão

Caracterização dos lipossomas por MET, DLS e PZ.

A caracterização dos lipossomas foi, primeiramente, feita por TEM, DLS e PZ. Os valores de diâmetros obtidos por meio das técnicas de DLS e MET (Fig. 2) foram de aproximadamente 100 nm para todas as amostras (tabela 1). O índice de polidispersão (I.P), obtido por DLS, apresentou um valor em torno de 0,3 para todas as amostras. O I.P está diretamente relacionado com a variação de diâmetro, representando a distribuição de tamanhos das vesículas em suspensão. O potencial zeta é um importante indicador de carga na superfície coloidal e pode ser usado para prever e controlar a estabilidade de sistemas coloidais. Valores elevados de potencial zeta indicam vesículas estáveis em suspensão devido a repulsão entre as partículas causada pela carga superficial, o que evita a agregação entre as vesículas. De acordo com a tabela 1, os valores obtidos de potencial zeta para as nanoestruturas são negativos, indicando relativa estabilidade coloidal em relação aos processos de agregação.

Conclusão

Os lipossomas obtidos neste trabalho, por meio da auto-associação de fosfatidilcolina e do anfifílico glicoconjugado C22PEOGlcNAc apresentaram um diâmetro médio de 100 nm e valores de PZ que sugerem relativa estabilidade coloidal em suspensão. A técnica de DLS revelou que os lipossomas compostos de fosfatidilcolina e de C22PEOGlcNAc encontram-se na fase gel na temperatura corporal e os perfis de SAXS sugerem a presença de lipossomas unilamelares em suspensão. Sendo assim, os resultados

obtidos até momento, do estudo físico-químico das nanoestruturas lipossômicas de fosfatidilcolina e C22PEOGLcNAc, serão importantes para estudos futuros com a aplicação desses lipossomas como carreadores de fármacos.

Referências Bibliográficas

lipídicas A. Polozova; A. Yamazaki; J.L. Brash; F.M. Winnik *Colloids and surfaces A*. 1999, 147, 17

S.K. Soppimath; T.M. Aminabhavi; A.R. Kulkarni; W.E. Rudzinski *Journal of Controlled Release* 2001, 70, 1.

O.G. Mouritsen; K. Jorgensen *Molecular Membrane Biology* 1995, 12, 15.

4. F.C. Szoka; D. Papahadjopoulos *Proceedings of the National Academy of Science of the United States of América* 1978, 140, 4194.

5. O. Mertins, Ph.D. Thesis, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2008.

Fonte Financiadora

Os autores agradecem o suporte financeiro proveniente da FAPESC projeto FAPESC 3805/2012 TR 2012000333, bem como CNPq e o LNLS proposta de Pesquisa SAXS1-12536/12.