

# Monitoramento da morfologia de Híbridos Orgânico-Inorgânicos em Nanopartículas de Sílica por Microscopia Eletrônica de Varredura

**João A. O. Santos**\*<sup>1</sup> (IC), **Alessandra M. G. Mutti**<sup>1,2</sup> (PG), **Ana M. Pires**<sup>1,2</sup> (PQ), **Sergio A. M. Lima**<sup>1,2</sup> (PQ)

\*joao.unesp@outlook.com

<sup>1</sup> Faculdade de Ciências e Tecnologia, Univ. Estadual Paulista-UNESP, Presidente Prudente, SP, Brasil.

<sup>2</sup> Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas, Univ. Estadual Paulista-UNESP, São José do Rio Preto, SP, Brasil.

Palavras Chave: funcionalização, modificação de superfície, MEV, base de Schiff.

## Introdução

Modificação de superfície de nanopartículas de sílica (NP-SiO<sub>2</sub>), utilizando moléculas orgânicas, desperta interesse em razão da formação de novos materiais conhecidos como híbridos orgânico-inorgânicos, que unem propriedades de ambos<sup>1</sup>. Híbridos a base de sílica se destacam pela facilidade de modificação da superfície e também pela baixa citotoxicidade e alta biocompatibilidade<sup>2</sup>. Quando uma base de Schiff é ancorada à superfície de NP-SiO<sub>2</sub> promove a formação de híbridos capazes de complexar um grande número de íons metálicos, devido às bases de Schiff serem ótimos agentes quelantes. Neste trabalho, objetivou-se a preparação de NP-SiO<sub>2</sub> pelo método sol-gel, partindo da mistura de H<sub>2</sub>O, etanol, tetraetilortossilicato (TEOS) e NH<sub>4</sub>OH, seguida de funcionalização em duas etapas: (1<sup>o</sup>) aminofuncionalização com 3-aminopropil-trietoxissilano (APTS); e (2<sup>o</sup>) formação do grupamento imino (C=N) da base de Schiff, chamada SalpaSi e acompanhar por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) a morfologia das partículas em cada etapa de preparação do híbrido.

## Resultados e Discussão

A formação do híbrido foi analisada e acompanhada primeiramente por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), a fim de acompanhar morfologicamente como se encontram as partículas em cada etapa do processo de modificação de superfície. A Figura 1 indica a formação de NP-SiO<sub>2</sub> com formato esférico. O tamanho médio estimado foi de 124 nm ± 14 nm baseado em histograma de 270 partículas. Na figura 2, podemos observar que mesmo após as duas etapas de funcionalização, a forma e tamanho das partículas pouco se alteraram. A etapa de aminofuncionalização também foi estudada variando a proporção entre APTS e SiO<sub>2</sub>. O teste de Ninidrina confirmou a presença de grupos aminos ancorados na superfície das partículas, e os mesmos foram quantificados através de titulação potenciométrica. A concentração obtida foi de 9,0 x 10<sup>-4</sup> mol/g.

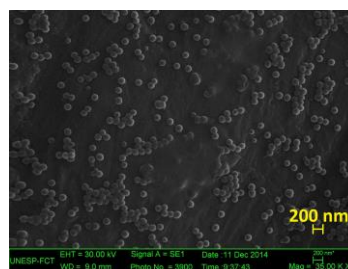


Figura 1. Imagem obtida por MEV das NPs-SiO<sub>2</sub>.

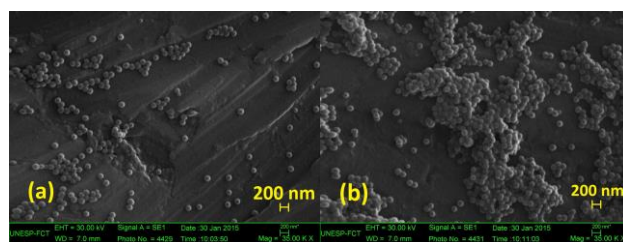


Figura 2. (a) Imagem das SiO<sub>2</sub>/NH<sub>2</sub> (b) Imagem do híbrido final (SalpaHSi/SiO<sub>2</sub>).

Com as análises de Espectroscopia Vibracional na Região do Infravermelho (IV) pôde-se observar as bandas características referentes às ligações Si-O-Si nas regiões de 465 cm<sup>-1</sup> δ(Si-O-Si); 796 cm<sup>-1</sup> ν<sub>s</sub>(Si-O-Si); 948 cm<sup>-1</sup> δ(Si-OH) e 1100 cm<sup>-1</sup> ν<sub>as</sub>(Si-O-Si). No híbrido final também aparece o modo vibracional C=N pertencente à base de Schiff<sup>3</sup> ν(C=N) na região de 1638 cm<sup>-1</sup>.

## Conclusões

Foi confirmado através das micrografias que a morfologia das partículas se manteve constante durante as etapas de preparação do híbrido e ao final a formação do mesmo pôde ser comprovada pelo aparecimento do modo vibracional ν(C=N) nos espectros de IV, característicos de bases de Schiff<sup>3</sup>.

## Agradecimentos

FAPESP, ao LabMMEV e ao grupo de pesquisa LLuMeS.

<sup>1</sup> Jung, H.-S.; Moon, D.-S.; Lee, J.-K. *Journal of Nanomaterials*. **2012**, 2012, 1–8.

<sup>2</sup> Xu, Z. P.; Zeng, Q. H.; Lu, G. Q.; Yu, A. B. *Chemical Engineering Science*. **2006**, 61, 1027-1040.

<sup>3</sup> Colthup, N. B.; Daly, L. H.; Wiberley, S. E. *Introduction to infrared and Raman spectroscopy*. Academic Press, **1964**.