

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PAMPA
ENGENHARIA QUÍMICA**

ILOMARA MACHADO VASCONCELOS

**OBTENÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA UTILIZANDO AÇÚCAR
MASCAVO: UM ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE SÍNTESE**

**Bagé
2021**

ILOMARA MACHADO VASCONCELOS

**OBTENÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA UTILIZANDO AÇÚCAR
MASCAVO: UM ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE SÍNTESE**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Curso de Engenharia
Química da Universidade Federal do
Pampa, como requisito parcial para
obtenção do Título de Bacharel em
Engenharia Química.

Orientador: Prof. Dr. Flávio André Pavan

**Bagé
2021**

Ficha catalográfica elaborada automaticamente com os dados fornecidos pelo(a) autor(a) através do Módulo de Biblioteca do Sistema GURI (Gestão Unificada de Recursos Institucionais).

V331o Vasconcelos, Ilomara Machado

Obtenção de nanopartículas de prata utilizando açúcar mascavo: um estudo da influência das condições de síntese / Ilomara Machado Vasconcelos.

64 p.

Trabalho de Conclusão de Curso(Graduação)-- Universidade Federal do Pampa, ENGENHARIA QUÍMICA, 2021.

"Orientação: Flavio André Pavan".

1. Síntese verde. 2. Açúcar mascavo. 3. AgNPs. 4. UV-Vis.
I. Título.

SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL
MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
Universidade Federal do Pampa

ILOMARA MACHADO VASCONCELOS

**FABRICAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA UTILIZANDO AÇÚCAR
MASCADO: UM ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS CONDIÇÕES DE SÍNTESE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao
Curso de Engenharia Química da Universidade
Federal do Pampa, como requisito parcial para
obtenção do Título de Bacharel em Engenharia
Química.

Trabalho de Conclusão de Curso defendido e aprovado em: 3 de maio de 2021.

Banca examinadora:

Prof. Dr. Flávio André Pavan
Orientador
UNIPAMPA

Prof^a. Dr^a. Maria Alejandra Liendo
UNIPAMPA

Prof. Dr. André Gündel
UNIPAMPA

Assinado eletronicamente por **ANDRE GUNDEL, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em
04/05/2021, às 14:02, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais
aplicáveis.

Assinado eletronicamente por **FLAVIO ANDRE PAVAN, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**,
em 10/05/2021, às 08:40, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as normativas legais
aplicáveis.

Assinado eletronicamente por **MARIA ALEJANDRA LIENDO, PROFESSOR DO MAGISTERIO
SUPERIOR**, em 10/05/2021, às 09:09, conforme horário oficial de Brasília, de acordo com as
normativas legais aplicáveis.

A autenticidade deste documento pode ser conferida no
site https://sei.unipampa.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orga_o_acesso_externo=0, informando o código verificador **0513519** e o código CRC **87A51416**.

Dedico este trabalho à minha mãe Juceli Machado Vasconcelos por todo apoio e amor durante este trabalho.

AGRADECIMENTOS

À Deus primeiramente por ter me dado forças para não desanimar, para persistir e por tornar tudo possível.

À minha família, pelo amor e carinho incondicional. Especialmente, à minha mãe, a quem eu serei eternamente grata, pela incansável e constante dedicação para comigo, a ela dedico todos os meus esforços.

À Universidade Federal do Pampa, pelo espaço físico e pelo ensino de qualidade que me proporcionou, assim como aos professores que colaboraram direta ou indiretamente para a minha formação acadêmica.

À minha amiga Fernanda Gabriela, que esteve comigo em todos os momentos da minha trajetória acadêmica, pela amizade, incentivo, apoio e paciência.

À minha amiga Fernanda Crespo pela amizade e companheirismo durante a minha trajetória acadêmica.

À minha amiga Kelly Vargas Treicha pela amizade, suporte e apoio durante as minhas idas à Bagé.

Ao meu orientador Prof. Dr. Flavio André Pavan, pela orientação, apoio, sugestões e aprendizado.

À minha Banca de Examinadores o Prof. Dr. Andre Gundel e a Prof^a. Dr^a. Maria Alejandra Liendo pelas valiosas contribuições na minha defesa de TCC I e agora no meu TCC II.

“A persistência é o caminho do êxito.”

Charles Chaplin

RESUMO

A nanotecnologia desempenha um papel fundamental no desenvolvimento de materiais distintos em escala nanométrica com ampla potencialidade de aplicação nas mais diferentes áreas do conhecimento. Dentre os tipos de materiais nanométricos produzidos, as nanopartículas metálicas (NPMs) dentre elas as de prata tem ganhado atenção por parte da comunidade científica devido as suas propriedades que permitem seu emprego nas áreas de biomedicina, catálise, ambiental dentre outras. Comumente nanopartículas de prata (AgNPs) são sintetizadas por métodos físicos e químicos os quais se utilizam de substâncias químicas tóxicas que podem causar impactos ao meio ambiente e ao ser humano. Uma alternativa bastante interessante aos métodos químicos e físicos de preparo de nanopartículas metálicas é a síntese verde. A síntese verde utiliza compostos químicos naturais presentes em plantas, alimentos, etc. O presente estudo tem como objetivo a síntese de nanopartículas de prata (AgNPs) através da síntese verde utilizando extrato aquoso do açúcar mascavo como agente redutor e estabilizante, e nitrato de prata (AgNO_3) como sal precursor. Durante a síntese verde das nanopartículas foram estudadas diferentes condições de síntese como: o volume do extrato, concentração do sal, temperatura, tempo reacional, e pH da solução. A estabilidade das nanopartículas de prata (AgNPs) sintetizadas também foi investigada. A confirmação da formação de AgNPs foi realizada por observação visual e através da Espectroscopia na região do ultravioleta visível (UV-Vis). A formação de AgNps foi detectada principalmente pela mudança na coloração da mistura de reação de incolor para castanho após o tratamento com AgNO_3 . Através da espectroscopia de UV-Vis confirmou-se a autenticidade das AgNPs através da banda de ressonância plasmônica em 449 nm. As AgNPs mostraram-se estáveis por um período de 60 dias sob refrigeração a 5 °C e na ausência de luminosidade. A análise de FT-IR do açúcar mascavo revelou a presença de grupos químicos como CO, OH, COO e NH que possivelmente podem estar envolvidos na redução das nanopartículas. A síntese de AgNps utilizando o açúcar mascavo mostrou ser viável além de ser um processo simples e ecologicamente correto.

Palavras-chave: Síntese verde. Açúcar mascavo. AgNPs. UV-Vis.

ABSTRACT

Nanotechnology plays a crucial role in developing distinct materials on a nanometric scale with broad potential application in different areas of knowledge. Among the types of nanometric materials produced, the metallic nanoparticles (NPMs), among them the silver ones, have gained attention from the scientific community due to their properties that allow their use in biomedicine, catalysis, and environmental areas, among others. Commonly silver nanoparticles (AgNPs) are synthesized by physical and chemical methods, which use toxic chemicals to impact the environment and humans. An exciting alternative to chemical and physical methods of preparing metal nanoparticles is green synthesis. The green synthesis used natural chemical compounds present in plants, food, etc. The present study aims to synthesize silver nanoparticles (AgNPs) by green synthesis using an aqueous extract of brown sugar as a reducing and stabilizing agent and silver nitrate (AgNO_3) as precursor salt. During the green synthesis of the nanoparticles, different synthesis conditions were studied, such as the volume of the extract, salt concentration, temperature, reaction time, and pH of the solution. The stability of the synthesized silver nanoparticles (AgNPs) was also investigated. Confirmation of AgNPs formation was performed by visual observation and Spectroscopy in the ultraviolet-visible (UV-vis) region. The formation of AgNPs was detected mainly by the change in the coloration of the reaction mixture from colorless to brown after treatment with AgNO_3 . Through UV-Vis spectroscopy, the authenticity of AgNPs was confirmed through the plasmon resonance band at 449 nm. The AgNPs nanoparticles were stable for 60 days under refrigeration at 5 °C and in the absence of light. FT-IR analysis of brown sugar revealed chemical groups such as CO, OH, COO, and NH that may reduce the nanoparticles. The synthesis of AgNPs using brown sugar showed to be feasible besides being a simple and eco-friendly process.

Keywords: Green synthesis. Brown sugar. AgNPs. UV-Vis.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Principais condições relacionadas com as características exclusivas apresentadas pelas nanopartículas.....	21
Figura 2 – Espectro UV-Vis característico das AgNPs esféricas.....	22
Figura 3 – Espectro de absorbância no UV-Vis de AgNPs mostrando pico acentuado a 409 nm.....	24
Figura 4 – Micrografia MET de AgNPs mostrando a distribuição de tamanho de 10 a 25 nm.....	24
Figura 5 – Rotas de síntese de nanopartículas.....	25
Figura 6 – Esquema da formação de nanopartículas metálicas via síntese verde.....	27
Figura 7 – Plantação de Cana-de-açúcar (<i>Saccharum officinarum</i>)	28
Figura 8 – Açúcar Mascavo.....	30
Figura 9 – Instrumentos.....	33
Figura 10 – Equipamentos.....	33
Figura 11 – Fluxograma da metodologia empregada.....	34
Figura 12 – Extrato de açúcar mascavo.....	35
Figura 13 – Síntese de nanopartículas de prata.....	36
Figura 14 – Síntese de AgNPs	40
Figura 15 – Espectro característico do extrato, da solução de AgNO ₃ e das AgNPs sintetizadas.....	41
Figura 16 – Síntese variando a concentração de AgNO ₃	42
Figura 17 – Espectros UV-Vis das AgNPs sintetizadas em diferentes concentrações de AgNO ₃	43
Figura 18 – Síntese variando o volume do extrato.....	44
Figura 19 – Espectros UV-Vis das AgNPs sintetizadas em diferentes volumes do extrato	45
Figura 20 – Síntese variando o pH.....	46
Figura 21 – Espectros UV-Vis das AgNPs sintetizadas em diferentes condições de pH.....	47
Figura 22 – Síntese variando a temperatura	48

Figura 23 – Espectros UV-Vis das AgNPs sintetizadas em diferentes temperaturas.....	49
Figura 24 – Tempo reacional.....	50
Figura 25 – Espectros UV-Vis das AgNPs em função do tempo reacional.....	51
Figura 26 – Espectros UV-Vis da estabilidade das AgNPs	53
Figura 27 – Espectro FTIR da solução aquosa de açúcar mascavo.....	54

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Técnicas utilizadas nas rotas de síntese de compostos nanoestruturados.....	26
Tabela 2 – Variação da temperatura.....	37
Tabela 3 – Variação do pH.....	37
Tabela 4 – Variação da concentração do sal precursor.....	38
Tabela 5 – Variação do volume de extrato.....	38
Tabela 6 – Relação do comprimento de onda com o tamanho das NPS.....	52
Tabela 7 – Condições de síntese.....	54

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AFM – Microscopia de Força Atômica

a.u. – Unidade de absorvância

Ag⁺ – Íons de prata

Ag⁰ – Prata zero

AgNO₃ – Nitrato de prata

AgNPs – Nanopartículas de prata

Bottom-Up – De baixo para cima

DRX – Difrração de raios-X

FT-IR – Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier

LMM – Laboratório de Materiais e Meio Ambiente

M – Molar

MET – Microscopia Eletrônica de Transmissão

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

NPs – Nanopartículas

NPMs – Nanopartículas metálicas

nm – Nanômetro

pH – Potencial Hidrogeniônico

SPR – Ressonância Plasmônica de Superfície

P.A. – Padrão Analítico

Top-Down – De cima para baixo

TCC – Trabalho de Conclusão de Curso

UNIPAMPA – Universidade Federal do Pampa

UV-Vis – Ultravioleta e visível

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	16
2	JUSTIFICATIVA	18
3	OBJETIVOS	19
3.1	Objetivo Geral	19
3.2	Objetivos Específicos	19
4	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
4.1	Nanotecnologia	20
4.2	Nanopartículas Metálicas	21
4.2.1	Nanopartículas de Prata	23
4.2.2	Características das Nanopartículas	23
4.3	Síntese de Nanopartículas Metálicas	25
4.3.1	Síntese Verde	27
4.3.2	Cana-de-açúcar	28
4.3.3	Açúcar Mascavo	29
4.4	Condições que Podem Afetar a Síntese	31
5	MATERIAIS E MÉTODOS	32
5.1	Aquisição do Açúcar Mascavo	34
5.1.1	Preparo do Extrato Aquoso do Açúcar Mascavo	34
5.2	Síntese Verde de Nanopartículas	36
5.2.1	Estudo das Condições de Síntese	36
5.3	Observação Visual	39
5.4	Espectroscopia de Absorção no UV-Vis	39
5.5	Espectroscopia na Faixa do Infravermelho	39
6	RESULTADOS E DISCUSSÃO	40
6.1	Confirmação da Formação das AgNPs	40
6.1.1	Confirmação Visual	40
6.1.2	Confirmação da Formação de AgNPs Através do UV-Vis	41
6.2	Influência das Condições de Síntese	42
6.2.1	Influência da Concentração do AgNO₃	42
6.2.2	Influência do Volume de Extrato	44
6.2.3	Influência do pH	46
6.2.4	Influência da Temperatura	48

6.2.5	Influência do Tempo Reacional.....	50
6.3	Estudo da Estabilidade das AgNPs sintetizadas.....	52
6.4	Espectroscopia no Infravermelho.....	54
7	CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	56
8	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	57
	REFERÊNCIAS.....	58

1 INTRODUÇÃO

A nanotecnologia desempenha um papel fundamental no desenvolvimento de materiais distintos em escala nanométrica (ALBERNAZ, 2014). Sendo assim, materiais nanoestruturados inorgânicos e orgânicos tem se tornado um dos mais promissores campos de pesquisa da atualidade (ZARPELON, 2013). Entre os nanomateriais atuais, há considerável interesse na produção de nanopartículas metálicas. As nanopartículas metálicas têm inúmeras possibilidades de aplicações, como, por exemplo, na área biomédica, de catalisadores, área de cosméticos, setor de alimentos, entre outros (SILVA, 2016).

Dentre os metais nobres utilizados na produção de nanopartículas metálicas, a prata tem recebido grande atenção, não só pelas propriedades ópticas, elétricas e catalíticas, mas principalmente pela sua propriedade antimicrobiana, assim como pela característica de ressonância plasmônica de superfície (SPR), do inglês *surface plasmon resonance* (BARBOSA, 2018).

Usualmente as nanopartículas de prata (AgNPs) são sintetizadas por métodos físicos e químicos que utilizam substâncias tóxicas e conseqüentemente geram resíduos, que podem causar impactos à saúde humana e ao meio ambiente, restringindo também aplicações na área biomédica e no setor de alimentos. Diante disso surge a necessidade da implementação de técnicas mais simples, economicamente viável e que não prejudiquem o meio ambiente (FREITAS, 2019).

Uma alternativa para síntese de AgNPs é a síntese verde, que tem se mostrado viável utilizando reagentes naturais, tais como açúcares, vitaminas, extratos de plantas, polímeros biodegradáveis e microrganismos, que atuam como agente redutor e estabilizador das nanopartículas, além de não oferecer riscos ao meio ambiente, a síntese verde tem como vantagem, em geral, apresentarem biocompatibilidade e biodegradabilidade (RAOTA, 2018).

A síntese de nanopartículas à base de açúcares vem se destacando entre os métodos existentes para produzir nanopartículas metálicas, por ser um método simples e de baixo custo (MESHRAM *et al.*, 2013).

O Brasil é um dos maiores produtores e exportadores de cana-de-açúcar do mundo, devido as suas áreas cultiváveis e condições climáticas favoráveis. Dentre os derivados da cana-de-açúcar destacamos o açúcar mascavo (BRASIL, 2019). Ele pode ser utilizado como agente redutor e estabilizador por fornecer uma ampla

variedade de compostos ativos, com estruturas únicas que poderiam ser exploradas por sua capacidade de síntese de nanopartículas de prata (PAULKUMAR *et al.*, 2017).

Nesse contexto, com o interesse de valorizar um derivado da cana-de-açúcar, o açúcar mascavo, devido ao fato de o mesmo apresentar na sua constituição compostos antioxidantes dentre eles flavonoides e fenóis, compostos estes importantes na formação de nanopartículas metálicas, o presente estudo teve como objetivo estudar a síntese sustentável de nanopartículas de prata utilizando o extrato de açúcar mascavo.

2 JUSTIFICATIVA

Nos últimos anos vários pesquisadores têm sintetizados nanopartículas de prata (AgNPs) utilizando as rotas de síntese verde. É possível encontrar na literatura científica contemporânea inúmeros relatos de síntese verde utilizando diferentes extratos de plantas, de alimentos, de resíduos agroindustriais e agrofloretais para a síntese de AgNPs. A proposta desde o início do nosso trabalho foi a possibilidade de sintetizar nanopartículas de prata através de síntese verde utilizando materiais ainda não estudados e que ao mesmo tempo esses materiais fossem de fácil aquisição, economicamente viável e atóxicos ao meio ambiente.

Ao realizar uma busca na literatura contemporânea verificamos que a síntese de nanopartículas de prata utilizando açúcar mascavo ainda não tinha sido explorada pela comunidade científica mundial. O açúcar mascavo é um produto comumente presente nos nossos lares, facilmente encontrado em mercados, feiras de produtores rurais tornando-se um produto de fácil aquisição. Além disso trata-se de um produto que não requer cuidados especiais de estocagem, conservação podendo ser utilizado por até 12 meses após o seu preparo.

Diante do exposto acima surgiu a motivação maior para o desenvolvimento deste Trabalho de conclusão de curso (TCC II).

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo Geral

O presente trabalho tem como objetivo principal sintetizar nanopartículas de prata a partir do sal precursor de nitrato de prata (AgNO_3) e açúcar mascavo como agente redutor e estabilizante.

3.2 Objetivos Específicos

Dentre os objetivos específicos do trabalho estão:

- a) Preparar os extratos aquosos do açúcar mascavo;
- b) Estudar as condições de síntese tais como: pH da solução, temperatura, concentração do sal, volume do extrato e tempo reacional na obtenção das soluções coloidais das nanopartículas de prata;
- c) Estudar a estabilidade das nanopartículas prata sintetizadas através da espectroscopia no UV-Vis;
- d) Identificar os grupos químicos presente no extrato aquoso do açúcar mascavo através da espectroscopia na luz infravermelha (FT-IR).

4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo serão abordados temas considerados fundamentais para o embasamento teórico necessário para a compreensão e execução deste trabalho de conclusão de curso.

4.1 Nanotecnologia

A nanotecnologia é a capacidade de utilizar, produzir e conter átomos ou moléculas na escala nanométrica com a intenção de criar materiais distintos que possuem propriedades diferentes daquelas em escala macroscópica (CONSOLINI, 2015).

Nano é um termo técnico usado em qualquer unidade de medida, significando um bilionésimo dessa unidade, por exemplo, um nanômetro equivale a um bilionésimo de um metro (um nanômetro é igual a $1/1.000.000.000$ m) ou aproximadamente a distância ocupada por cerca de 5 a 10 átomos (MATTOSO; DURÁN; MORAIS, 2006).

Segundo Otranto e Goldman (2012), o estudo da nanotecnologia iniciou-se na década de 80, posteriormente à descoberta do microscópio de varredura que possibilitou obter imagens da superfície no nível atômico, sendo de grande motivação para a compreensão das nanoestruturas. Ou seja, a nanotecnologia foi ganhando um destaque de acordo com os avanços científicos.

A nanotecnologia possui um amplo setor de aplicações, como por exemplo na área de cosméticos, têxteis, óptica, mecânica, eletrônica, medicina, energia, engenharia, agricultura e mais recentemente na indústria de alimentos (SUH *et al.*, 2009; FRANCISCO; GARCÍA-ESTEPA, 2018).

Uma das aplicações de maior relevância é a produção de nanomateriais. Os nanomateriais podem ser classificados como filmes finos, camadas nanométricas, nanotubos, nanofios e nanopartículas. Para enquadramento nesta classificação estes materiais necessitam ter pelo menos uma de suas dimensões em escala nanométrica, quando somente uma dimensão é desta ordem e grandeza classifica-se o material como filmes finos e nanométricos. Quando duas dimensões são desta ordem classifica-se como nanotubos e nanofios. E para três dimensões desta ordem classificam-se as nanopartículas (NPs) (BARBOSA, 2018).

4.2 Nanopartículas Metálicas

Atualmente as nanopartículas metálicas tem despertado o interesse de muitos pesquisadores em razão de suas propriedades físicas, químicas e biológicas (BARBOSA, 2018). Em virtude do seu tamanho em nanoescala, a razão entre área de superfície e volume das NPs, tende a aumentar, provocando a reatividade. Essas características exclusivas e a reatividade das NPs são relacionadas a várias condições, como representa na Figura 1: a composição química, a concentração, estado de agregação, forma e o tamanho (GRASSIAN, 2008).

Figura 1 – Principais condições relacionadas com as características exclusivas apresentadas pelas nanopartículas



Fonte: Albernaz (2014, p. 18)

O tamanho tem relação direta com a reatividade devido à razão volume área de superfície; a forma, relacionada também com a área de superfície e com a condutividade das NPs; e o recobrimento das NPs, que vai moldar a sua interação com o meio externo (GRASSIAN, 2008).

Segundo Ferreira e Rangel (2009), a metodologia de obtenção de nanomateriais está presente na bibliografia desde 1857, quando Faraday descreve a síntese coloidal. Tendo início nesse período até os dias de hoje, muitos processos de síntese de NPs vêm sendo estudados. Em geral as NPs encontram-se dispersas na condição de coloides.

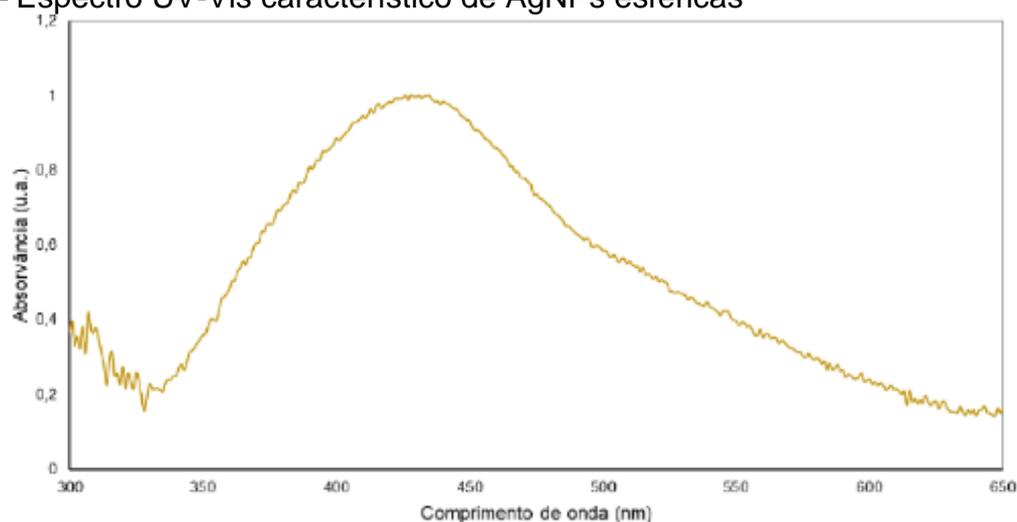
Shaw (1975), especificou que dispersões coloidais são constituídas de duas fases, uma dispersa (partículas menores) e o meio dispersante (meio no qual está distribuído), de modo que a olho nu elas aparentam ser homogêneas, mas microscopicamente são heterogêneas. As dispersões coloidais apresentam características como fenômenos de superfície, tal como a SPR.

A SPR é um fato que tem relação com a absorção nas regiões do ultravioleta e visível do espectro eletromagnético, que se dá pela oscilação coletiva de elétrons de superfície do metal em fase com a radiação eletromagnética incidente. A interação varia com o metal analisado, o solvente do meio, o tamanho e a distribuição das partículas (RAOTA, 2018).

Um dos requisitos para o material apresentar uma SPR é a presença de elétrons livres para a condução. Deste modo, alguns metais demonstram essas propriedades, porém, o ouro, a prata, a platina e o cobre se destacam por exibirem uma banda de SPR acentuada, sendo os compostos de maior interesse dos estudos da área da Nanotecnologia (CAVALCANTE, 2014).

As AgNPs esféricas, por exemplo, apresentam um comprimento de onda de máxima absorção ($\lambda_{\text{máx}}$) entre 420 e 460 nm como observa-se na Figura 2, dependendo da morfologia apresentada pelas nanopartículas (RAOTA, 2018).

Figura 2 – Espectro UV-Vis característico de AgNPs esféricas



Fonte: Raota (2018, p. 38)

4.2.1 Nanopartículas de Prata

Dentre os nanomateriais, as nanopartículas de prata (AgNPs) vem se destacando devido a ampla gama de aplicações, que incluem biomedicina, revestimentos de materiais, cosméticos, tratamento de efluentes e catálise (GOMES, 2019).

A prata é um metal nobre, conhecido pela humanidade desde o século XVIII pelo seu efeito antimicrobiano. Anteriormente a prata já foi utilizada no tratamento de água, na área médica, como no tratamento de infecções. No entanto, com o surgimento dos antibióticos os compostos de prata foram deixados de lado, retornando somente com o aparecimento de bactérias mais resistentes necessitando assim, de antimicrobianos eficientes (BARBOSA, 2018).

Entretanto, em concentrações elevadas a prata é tóxica ao organismo, acumulando-se e afetando a função dos órgãos vitais. Em compensação, as AgNPs apresentam toxicidade reduzida, podendo ser empregadas em menores quantidades para alcançar os mesmos efeitos terapêuticos que os compostos de prata tradicional, em virtude da alta razão superfície/volume (GOMES, 2019).

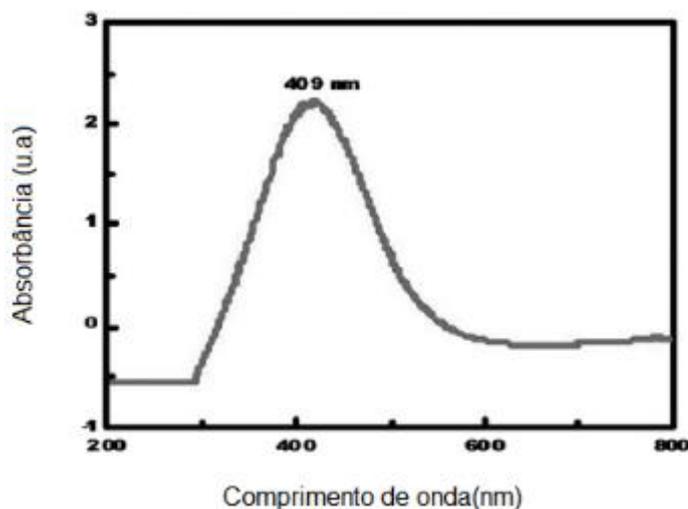
4.2.2 Características das Nanopartículas

As nanopartículas (NPs) são geralmente caracterizadas por seu tamanho, forma, área de superfície e dispersividade (BEHRAMAN *et al.*, 2019). A homogeneidade dessas propriedades é importante em muitas aplicações. As técnicas comuns de caracterização de NPs são: espectrofotometria UV-Visível, espectroscopia eletrônica de transmissão, espectroscopia de infravermelho, difração de Raios-x e microscopia de força atômica (OLIVEIRA, 2019).

Inicialmente, a confirmação preliminar das NPs é realizada pela técnica espectroscopia UV-Visível, que representa diferentes picos característicos nas absorções no espectro eletromagnético que se devem à ressonância do plasma de superfície das NPs formadas. Medidas espectrofotométricas de absorção nas faixas de comprimentos de onda de 400 a 450 nm são utilizadas na confirmação de formação das AgNPs (OLIVEIRA, 2019).

Na Figura 3 pode-se observar o espectro característico das AgNPs sintetizadas utilizando o açúcar branco.

Figura 3 – Espectro de absorbância no UV-Vis de AgNps mostrando pico acentuado a 409 nm

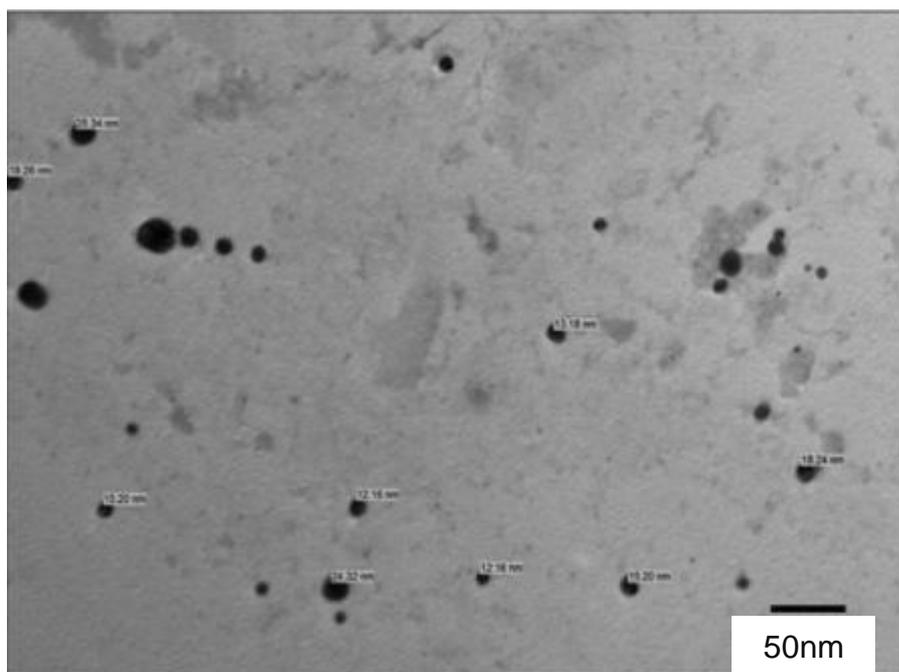


Fonte: Meshram *et al.* (2013, p. 30)

A microscopia eletrônica de transmissão é utilizada para revelar a morfologia das AgNPs em escala nanométrica a micrométrica (OLIVEIRA, 2019).

Na Figura 4 pode-se observar que as AgNps sintetizadas com açúcar branco apresentaram formatos esféricos e monodispersos, mostrando distribuição de tamanho de 10-25 nm.

Figura 4 – Micrografia MET de AgNPs mostrando a distribuição de tamanho de 10 a 25 nm



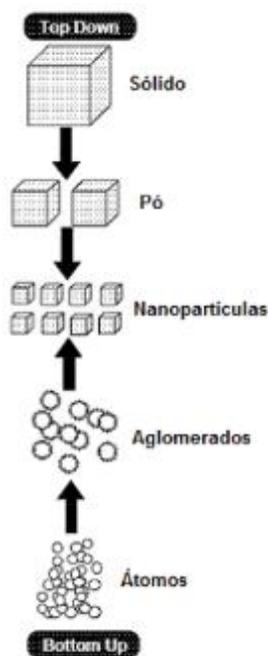
Fonte: Meshram *et al.* (2013, p. 31)

A caracterização adicional de NPs é realizada com técnicas analíticas hifenizadas, como espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), que mede a intensidade do infravermelho em relação ao comprimento de onda da luz, o que resulta na determinação de grupos químicos. Além dessas técnicas, a espectroscopia DRX e Raman são amplamente utilizadas para caracterizar as NPs formadas. O destino das NPs depende principalmente da caracterização que revela o tamanho, a forma e a natureza (OLIVEIRA, 2019).

4.3 Síntese de Nanopartículas Metálicas

A síntese de nanomateriais como as NPs podem ser realizadas por duas rotas principais, se dividindo em métodos físicos e químicos, as chamadas *bottom-up* e *top-down* (CONSOLINI, 2015) que pode ser representada na Figura 5.

Figura 5 – Rotas de síntese de NPs



Fonte: Consolini (2015, p. 7)

Os métodos químicos são chamados *bottom-up* e envolvem espécies moleculares em reações químicas para gerar o crescimento dos aglomerados na síntese eletroquímica ou uso de elementos biológicos para essa síntese (CONSOLINI, 2015).

De acordo com a rota de síntese *bottom-up* (de baixo para cima), materiais se formam a partir da união de átomos ou moléculas, onde ocorre o aumento gradativo do tamanho da partícula, assegurando propriedades uniformes, e apresentando uma fração menor de deformação. Esse processo também é conhecido como “método construtivo”, sendo muito usado quando se necessita de um material homogêneo.

Nos métodos físicos, chamados *top-down*, para se obter as NPs utilizam-se de processos físicos, como moagem, têmpera e a fotolitografia, a decomposição térmica, a irradiação e a difusão (CONSOLINI, 2015).

Na *top-down* (de cima para baixo) método destrutivo, ocorre a quebra de grandes parcelas do material em partículas menores (KHAN; SAEED; KHAN, 2019).

As principais técnicas utilizadas nas duas rotas estão ilustradas na Tabela 1.

Tabela 1 – Técnicas utilizadas nas rotas de síntese de compostos nanoestruturados

Método <i>Bottom-up</i>	Método <i>Top-down</i>
Redução Química	Nanolitografia
Processo Sol-Gel	Ablação a laser/térmica
Deposição química em fase vapor	Abrasão (moagem de alta energia)
Pirólise por spray ou laser	Pulverização Catódica
Condensação atômica ou molecular	Cauterização Química

Fonte: Albernaz (2014, p. 22)

Segundo IRAVANI (2011), a síntese de NPs utiliza técnicas físico-químicas convencionalmente, a qual incluem o uso de solventes tóxicos e a geração de rejeitos que oferecem riscos à saúde e ao ecossistema, limitando assim, suas aplicações nas áreas clínicas e ambiental. Diante deste cenário, surge a necessidade da procura por novos métodos de síntese com ausência ou com toxicidade baixa, e minimizando impacto ao meio ambiente e, dentre elas, uma alternativa viável é a exploração dos recursos naturais disponíveis através dos métodos biológicos.

Na síntese ecológica de nanopartículas, três condições necessárias devem ser analisadas nas perspectivas de química verde: (i) a seleção de um solvente não prejudicial ao meio ambiente e de baixo custo; (ii) a seleção de um agente redutor ecológico; e (iii) a escolha de um material não tóxico como agente de proteção para estabilizar as nanopartículas sintetizadas (RAVEENDRAN; FU; WALLEN, 2003).

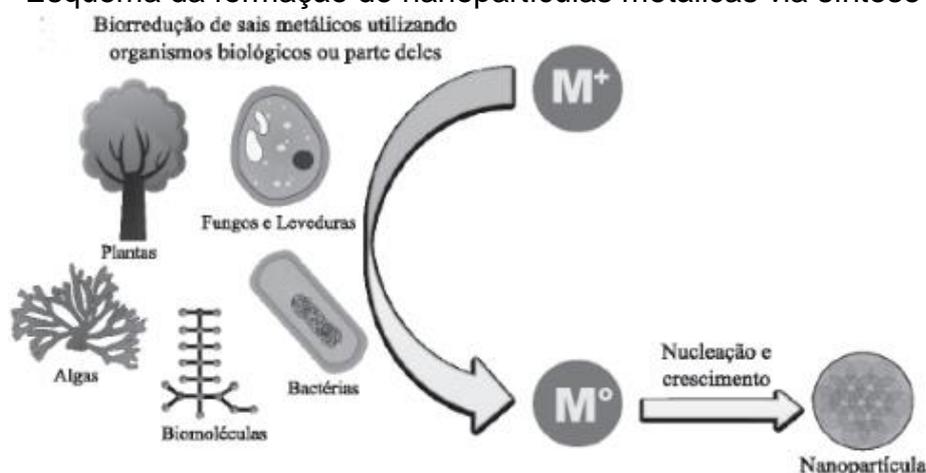
4.3.1 Síntese Verde

Síntese verde é uma rota alternativa que visa a utilização de reagentes químicos atóxicos, que não são agressivos ao meio ambiente e com viabilidade econômica para sintetizar nanocompostos, dispondo de fontes naturais, como microrganismos biológicos ou parte deles (por exemplo, órgãos, tecidos, células, biomoléculas ou metabólicos) (IRAVANI, 2011).

Dentre os recursos biológicos citados, materiais a partir de açúcares mostraram-se eficientes para biossíntese de nanopartículas (MESHRAM *et al.*, 2013). A utilização de carboidratos, como amido e outros açúcares, como glicose, frutose, lactose, sacarose para a síntese verde de AgNps vem ganhando força nos dias de hoje devido a simplicidade química e disponibilidade barata, que resulta em materiais estáveis (MESHRAM *et al.*, 2013).

A Figura 6 representa um esquema geral das etapas de formação de nanopartículas metálicas via síntese verde.

Figura 6 – Esquema da formação de nanopartículas metálicas via síntese verde



Fonte: Silva *et al.* (2017, p. 969)

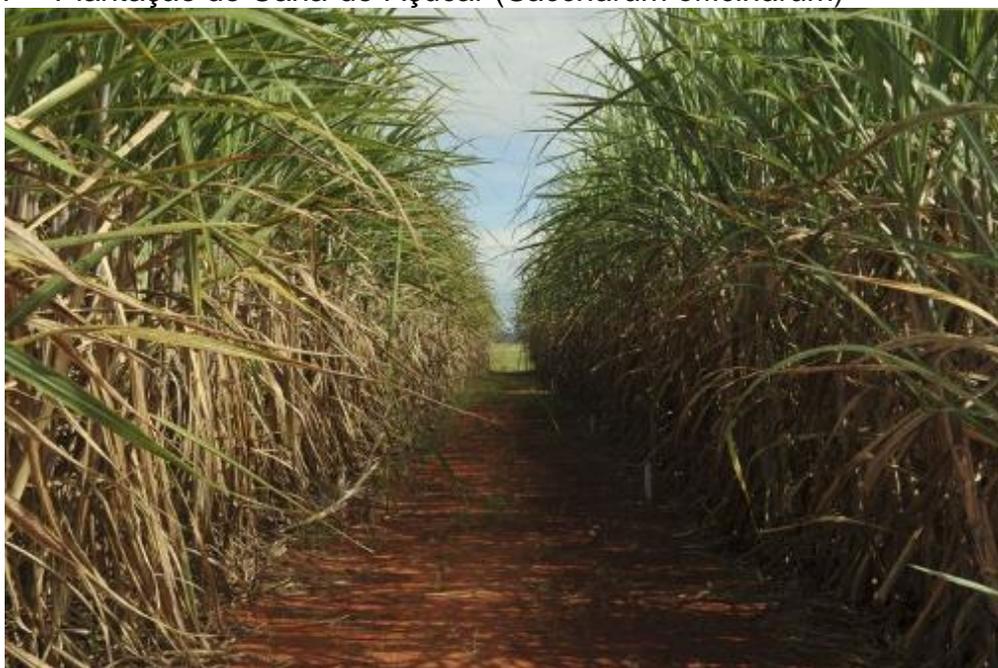
A síntese de NPs ocorre por meio de uma reação de oxirredução onde o extrato atua reduzindo os sais metálicos formando átomos neutros. Ocorre colisão entre esses átomos e forma um núcleo estável que é o processo de nucleação. Em seguida o crescimento, no qual os átomos colidem e formam partículas maiores. A estabilização é atingida pelo esgotamento dos íons metálicos da solução ou pelo recobrimento da partícula por compostos presentes no extrato impedindo a aglomeração (SILVA *et al.*, 2017).

4.3.3 Cana-de-açúcar

As *Poaceae* são plantas que possuem alguns requisitos estabelecidos quanto as condições climáticas de cultivo. Ela desenvolve-se em locais de clima tropical ou subtropical, sendo da mesma família do milho, arroz e cevada (ROSSETTO, 2004).

A cana-de-açúcar começou a ser cultivada no Brasil em São Vicente, hoje São Paulo, por volta de 1522 durante a expansão marítima tendo origem da Ilha da Madeira, em Portugal. Mas foi apenas em Pernambuco que ela floresceu, encontrando condições ótimas para se desenvolver nas terras úmidas de Massapé (BAYMA, 1978). Ela pertence ao gênero *Saccharum officinarum* L., que tem uma versatilidade na zona rural, sendo utilizada desde a maneira mais fácil como ração animal, até a mais nobre como o açúcar. Na cana todas as partes possuem valor agregado: onde do caldo são obtidos o açúcar, a rapadura, o álcool e a cachaça; do bagaço, o papel, a ração, o adubo ou o combustível; e das folhas a cobertura morta ou ração animal (VASCONCELOS, 2002). Na Figura 7 é apresentada uma ilustração de uma plantação de cana-de-açúcar.

Figura 7 – Plantação de Cana-de-Açúcar (*Saccharum officinarum*)



Fonte: Fiuza (2020)

Ela é uma planta composta por dois seguimentos básicos, um subterrâneo constituído pelos rizomas e pelas raízes, e um seguimento aéreo, onde se localizam

o colmo, as folhas e as flores (ROSSETTO, 2004). É na parte do colmo que ficam os componentes vegetais industrialmente mais importantes, ou seja, o armazenamento da sacarose na planta.

O crescimento dessa gramínea acontece em duas fases, a primeira, denominada cana-planta, é o período que vai do plantio até o primeiro corte, ocorrendo geralmente após 12 a 18 meses, de acordo com a variedade. A segunda, chamada de cana-soca, consiste num período aproximado de doze meses para brotamento e no desenvolvimento vegetativo. Assim a cultura possibilita vários cortes sem a necessidade de replantio (BRASIL, 2015).

Descartando-se a interferência da quantidade de cortes efetuados, outros aspectos limitantes de produtividade, neste cultivo, são o crescimento e as condições climáticas. O crescimento é um sistema natural que assegura a sobrevivência da espécie. As condições climáticas necessárias para um bom desenvolvimento da cana são temperaturas na faixa de 16°C e 33°C, alta incidência de radiação solar e disponibilidade de água no solo, visto que a altura que a espécie atinge tem relação direta com a quantidade de luz solar que ela recebe diariamente (BRASIL, 2015). Dessa forma, as condições climáticas estão entre os parâmetros que colaboram para o Brasil ser um dos principais produtores de cana-de-açúcar.

Segundo a CONAB (Companhia Nacional de Abastecimento) a produção de cana-de-açúcar no Brasil, na safra 2018/19, foi de 620,44 milhões de toneladas, apresentando redução de 2% em relação à safra anterior, onde atingiu 29,04 milhões de toneladas, para produção de açúcar e 33,14 bilhões de litros para produção de etanol (BRASIL, 2019).

Dentre os produtos da cana-de-açúcar destacamos os açúcares, incluindo o açúcar mascavo que no decorrer dos anos, teve um aumento no número de consumidores que estão em busca de mudar os seus hábitos alimentares, através da substituição por produtos de origem orgânica, não processados e sem aditivos químicos na sua composição (MENDONÇA; RODRIGUES; ZAMBIAZI, 2000).

4.3.4 Açúcar Mascavo

Até o século XIX o açúcar mascavo era um dos principais derivados da cana-de-açúcar. No século XX a produção desse açúcar teve uma queda, devido à substituição pelo açúcar branco, cristal ou refinado. Na década de 50 a sua produção

era mínima, sendo somente produzida para consumo doméstico do próprio produtor (NATALINO, 2006).

Os açúcares artesanais, como o açúcar mascavo, são obtidos a partir do caldo da cana que é extraído pelo esmagamento dos colmos da cana-de-açúcar, sendo geralmente produzido em empresas de pequeno porte ou empresa familiar, ou seja, ele não é submetido a processos mais refinados, como a clarificação do caldo. Na Figura 8 pode-se observar a aparência do açúcar mascavo.

Figura 8 – Açúcar Mascavo



Fonte: Autora (2021)

O Açúcar mascavo possui uma aparência que pode variar de dourado à marrom-escuro, sendo decorrente da variedade e da estação do ano em que a cana é colhida (CHAVES, 2003). É um produto constituído de cálcio, ferro, potássio, zinco, sacarose, glicose, frutose e também de outros compostos presentes no caldo que são gerados após o resfriamento do xarope de cana concentrado (SILVA; PARAZZI, 2003).

Payet, Sing e Smadja (2005) e Payet, Sing e Smadja (2006), relataram atividade antioxidante em diferentes amostras de açúcar mascavo e sugeriram que alguns compostos fenólicos e flavonoides podem ser responsáveis por pelo menos parte da atividade observada.

Em razão desses compostos os açúcares podem atuar como agente redutor e estabilizador no processo de síntese de AgNPs (PAULKUMAR *et al.*, 2017).

4.4 Condições que Podem Afetar a Síntese

Diante das particularidades de cada extrato, algumas condições de síntese podem ser avaliadas para o processo de formação das partículas, visando à obtenção de diferentes características das NPs (ALBERNAZ, 2014).

Sabe-se que algumas condições, como pH, concentração do AgNO_3 , concentração do extrato e temperatura, são analisados de maneira a otimizar a síntese de AgNPs, particularmente em relação a tamanho, forma e dispersão das nanopartículas (BARBOSA, 2018).

- pH

O potencial hidrogeniônico (pH) demonstra a concentração de íons de hidrogênio H^+ em solução indicando os estados de alcalinidade, neutralidade ou acidez (BRASIL, 2013).

De acordo com a literatura o pH alcalino é considerado o mais indicado quando se deseja reduzir o tamanho das nanopartículas e aumentar sua formação. Segundo Velu *et al.* (2017), isso acontece devido ao aumento do número de grupos funcionais livres para ligação.

- Temperatura

A temperatura expressa a medida da intensidade de calor, sendo uma variável de reação do meio que determina a natureza das nanopartículas formadas. De acordo com Dong *et al.* (2014), em temperaturas de até 100°C ocorre a redução do tamanho das nanopartículas e aumenta o processo de redução da prata.

- Concentração do AgNO_3 e concentração do extrato

Com relação às proporções entre as concentrações de AgNO_3 e do material orgânico utilizado, Rao e Paria (2013), analisaram que um aumento na proporção tem correlação direta com o aumento de tamanho das nanopartículas. Já Dong *et al.* (2014) e Pourmortazavi *et al.* (2015), observaram que um aumento na concentração de AgNO_3 reduziu o tamanho das nanopartículas, na proporção de 1 a 5 mmol.L^{-1} do AgNO_3 ocorrendo um aumento de tamanho, no entanto de 5 a 10 mmol.L^{-1} do AgNO_3 ocorreu o oposto, segundo Dong *et al.* (2014).

5 MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção, serão apresentados os equipamentos e materiais utilizados neste trabalho para a síntese de NPs utilizando o açúcar mascavo, bem como a metodologia experimental empregada.

Reagentes e soluções

O sal de nitrato de prata (AgNO_3) P.A. foi adquirido através da empresa da Merck Brasil. As soluções de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 M e ácido clorídrico (HCl) 0,1 M foram preparadas a partir de diluições com água destilada.

Instrumentação

A instrumentação básica utilizada no presente trabalho foram: Espectrofotômetro UV-Vis (Varian 50 Bio), Espectrofotômetro FTIR-ATR (Spectrum Two Perkin Elmer), pHmetro digital da marca (DEL Lab), Balança semi analítica (Marte UX420H), Agitador magnético (IKA RH basic 2), Estufa de secagem (SOLAB SL 100/150).

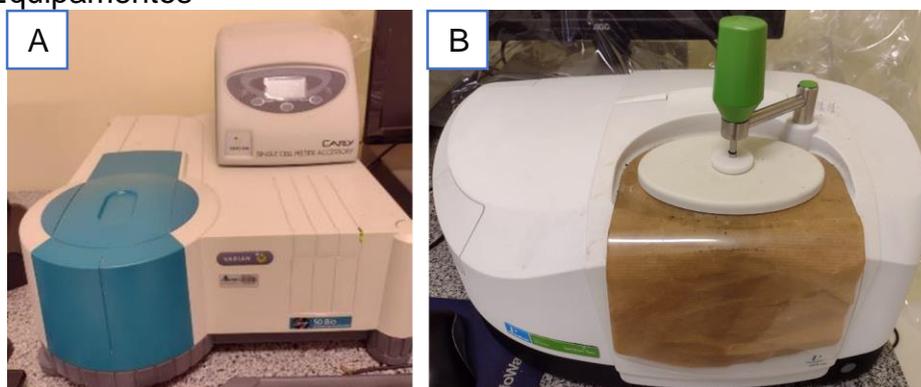
Na Figura 9 e 10 estão representados os instrumentos e equipamentos utilizados.

Figura 9 – Instrumentos



Fonte: Autora (2021)

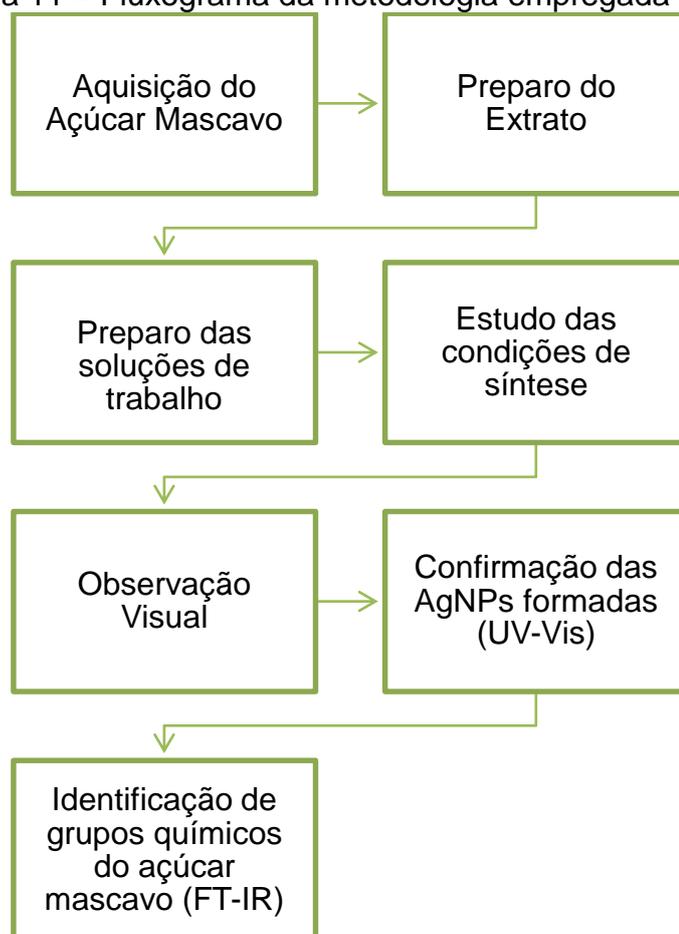
Figura 10 – Equipamentos



Fonte: Autora (2021)

Na Figura 11 está ilustrado o fluxograma do procedimento experimental utilizado no trabalho proposto. Todos os experimentos foram realizados no Laboratório de Materiais e Meio Ambiente da Universidade Federal do Pampa – Campus Bagé-RS.

Figura 11 – Fluxograma da metodologia empregada



Fonte: Autora (2021)

5.1 Aquisição do Açúcar Mascavo

O açúcar mascavo orgânico foi adquirido em um estabelecimento comercial de venda de produtos naturais situado na cidade de Pinheiro Machado, RS. Após a aquisição o produto foi encaminhado ao Laboratório de Materiais e Meio Ambiente da Unipampa Campus de Bagé, RS para ser utilizado nas sínteses de nanopartículas de prata (AgNPs)

5.1.1 Preparo do Extrato aquoso do Açúcar Mascavo

Após a aquisição do açúcar mascavo, a próxima etapa do trabalho foi o preparo do extrato aquoso do açúcar mascavo. Para tal, 2 g de açúcar mascavo foi adicionado a 100 mL de água destilada resultando em um extrato de concentração 2%. A Figura

13 ilustra o extrato aquoso preparado. O extrato apresenta coloração castanho com pH 6.0

Figura 12 – Extrato de açúcar mascavo



Fonte: Autora (2021)

5.2 Síntese Verde de Nanopartículas

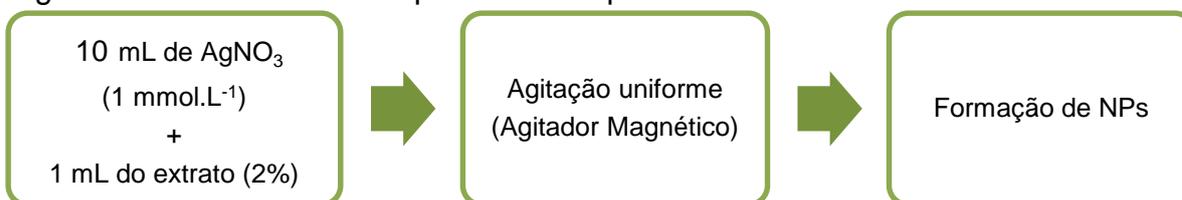
Após o preparo do extrato aquoso do Açúcar mascavo partiu-se então para a síntese verde das nanopartículas de prata (AgNPs). Nesse contexto, a síntese verde de AgNPs foi realizada em uma única etapa utilizando nitrato de prata (AgNO_3) como substrato e extrato aquoso de açúcar mascavo como agente redutor e estabilizador/capeador para a formação das AgNPs.

Em um Erlenmeyer 1 mL de extrato aquoso do açúcar foram adicionados com agitação a uma velocidade de aproximadamente 1000 rpm, a 10 mL de soluções aquosas de AgNO_3 no tempo de reação desejado para a redução efetiva de íons de prata. Durante a síntese das AgNPs, condições como temperatura, concentração de sal precursor, pH do extrato e tempo de reação foram otimizadas. Para este propósito, os experimentos foram realizados variando temperatura (25 °C, 40 °C e 70 °C), concentração de AgNO_3 (0,25 mmol.L^{-1} ; 0,50 mmol.L^{-1} e 1,0 mmol.L^{-1}), pH (2,0; 4,0; 6,0 e 10) e duração do tempo de reação (60.0 a 210.0 min).

5.2.1 Estudo das Condições de Síntese

Para síntese de NPs foi aplicado o método *bottom-up* utilizando a técnica de redução química, onde o agente precursor é o nitrato de prata e o agente redutor e estabilizante o açúcar mascavo. Como pode-se observar na Figura 12.

Figura 13 – Síntese de nanopartículas de prata



Fonte: Adaptado de Meshram *et al.* (2013)

As AgNPs foram sintetizadas pela redução dos íons de prata (Ag^+) da solução de nitrato de prata ao metal prata (Ag^0). Inicialmente, 10 mL da solução de nitrato de prata foram transferidos para um Erlenmeyer e seguido pela adição do extrato de açúcar mascavo (2%), com agitação uniforme em agitador magnético por tempos pré-estabelecidos.

Na síntese certas condições foram analisadas como: pH da solução, temperatura, volume do extrato, concentração de AgNO_3 e tempo reacional.

- **Influência da Temperatura**

Para avaliar a influência da temperatura foi realizado um acompanhamento utilizando um termômetro de mercúrio em um intervalo de tempo de 5 minutos durante o período de 60 minutos. As amostras foram tratadas como expressa a Tabela 2.

Tabela 2 – Variação da temperatura

Amostra	Concentração do sal precursor (mmol.L^{-1})	Volume do sal (mL)	Volume do extrato (mL)	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)
1	1,0	10	1	25
2	1,0	10	1	40
3	1,0	10	1	70

Fonte: Autora (2021)

- **Influência do pH**

Para avaliar a influência do pH na formação de AgNPs, 1 mL de extrato de açúcar mascavo e 10 mL de mistura de reação de AgNO_3 1 mmol.L^{-1} foram ajustados com diferentes valores de pH durante o período de 60 minutos. O pH foi ajustado usando $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ de ácido clorídrico (HCl) e $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ de hidróxido de sódio (NaOH). As amostras foram tratadas como expressa a Tabela 3.

Tabela 3 – Variação do pH

Amostra	Concentração do sal precursor (mmol.L^{-1})	Volume do sal (mL)	Volume do extrato (mL)	pH
1	1,0	10	1	2
2	1,0	10	1	4
3	1,0	10	1	6
4	1,0	10	1	10

Fonte: Autora (2021)

- **Influência do tempo reacional**

A reação foi monitorada de 0.0 a 210.0 minutos em intervalos de tempo de 30 minutos.

- **Influência da Concentração de solução de nitrato de prata**

A influência da concentração do sal precursor foi avaliada em três concentrações, durante o período de 210 minutos. As amostras foram tratadas como expressa a Tabela 4.

Tabela 4 – Variação da concentração do sal precursor

Amostra	Concentração do sal precursor (mmol.L ⁻¹)	Volume do sal (mL)	Volume do extrato (mL)
1	0,25	10	1
2	0,5	10	1
3	1,0	10	1

Fonte: Autora (2021)

- **Influência do Volume do Extrato**

Para avaliar o influência do volume do extrato de açúcar mascavo na formação de AgNPs, diferentes quantidades do extrato foram adicionadas a 10 mL de solução de AgNO₃ 1 mmol.L⁻¹, durante o período de 210 minutos. As amostras foram tratadas como expressa a Tabela 5.

Tabela 5 – Volume do extrato

Amostra	Concentração do sal precursor (mmol.L ⁻¹)	Volume do sal (mL)	Volume do extrato (mL)
1	1,0	10	1
2	1,0	10	4
3	1,0	10	6

Fonte: Autora (2021)

- **Estudo da Estabilidade das nanopartículas**

A solução coloidal de nanopartículas de prata foi armazenada sob refrigeração a 5°C e na ausência de luminosidade e sua estabilidade foi avaliada pela técnica de espectroscopia UV-Vis, após 60 dias da sua obtenção.

5.3 Observação Visual

A primeira constatação da formação das AgNPs coloidal foi realizada por observação visual. A mudança na coloração da solução de amarelo para castanho escuro, indicou a formação de AgNps (OLIVEIRA, 2019).

5.4 Espectroscopia de Absorção no UV-Vis

Para determinar o formato e a estabilidade das NPs utilizou-se o espectrofotômetro Varian 50 Bio do Laboratório de Materiais e Meio Ambiente da Universidade Federal do Pampa, Campus Bagé – LMM/UNIPAMPA. A leitura foi realizada na faixa 400 a 800 nm com intervalo de 1 nm e velocidade de varredura de 240 nm/min. Como referência foi utilizado água ultrapura como branco.

5.5 Espectroscopia na Faixa do Infravermelho

Com o objetivo de identificar os grupos químicos presentes no extrato aquoso, as medidas de Espectroscopia no Infravermelho foram realizadas no modo FT-IR (Spectrum Two Perkin Elmer). Para esta análise, o extrato de açúcar mascavo foi desidratado utilizando a estufa de secagem da marca Solab, modelo SL 100/150.

6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

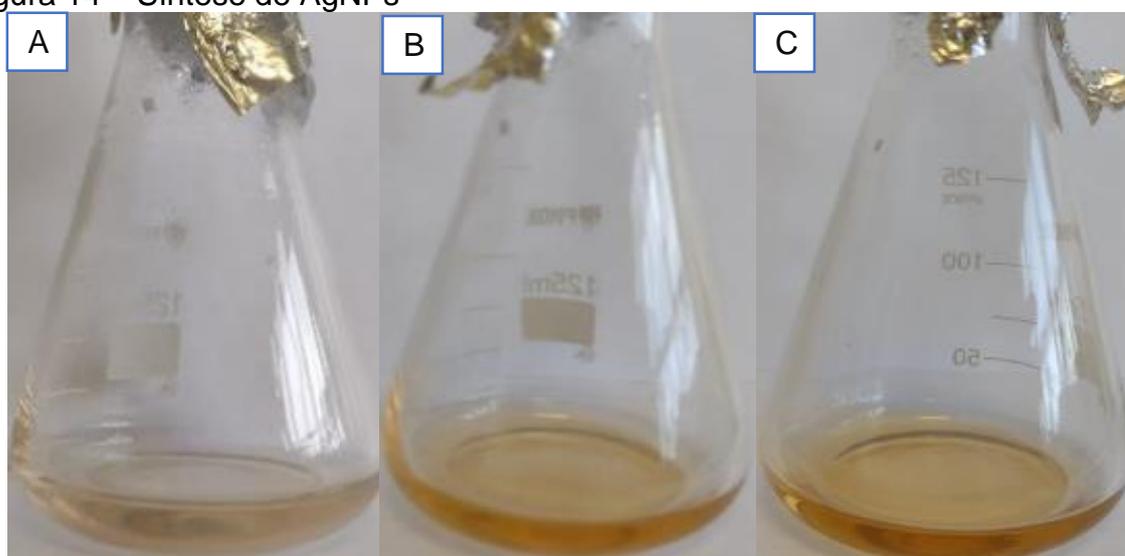
6.1 Confirmação da Formação das AgNPs

A formação das AgNPs foi monitorada visualmente com base na mudança de cor do extrato de amarelada para marrom escura da suspensão coloidal e subsequentemente confirmados por espectroscopia no UV-Vis.

6.1.1 Confirmação Visual

Em um primeiro momento a formação das AgNPs foi confirmada visualmente mediante as mudanças das colorações das soluções de AgNO_3 , extrato e AgNPs.. Como pode ser visualizado na Figura 14, a solução coloidal de AgNPs apresenta coloração castanho intensa, característica da presença de AgNPs no meio. A mudança de cor observada é decorrência do fenômeno conhecido como excitação da banda SPR. Nesse processo as NPs metálicas como a prata exibem propriedades ópticas que se modificam proporcionalmente ao tamanho e forma das NPs. A oscilação coletiva de elétrons livres nas AgNPs, devido ao seu potencial elétrico é então absorvido pela luz visível e transmitidos a um nível de energia mais alto, porém o elétron é instável em um estado excitado e retorna ao nível de energia base, quando isso acontece simultaneamente um fóton é emitido (BEHRAMAN *et al.*, 2019).

Figura 14 – Síntese de AgNPs



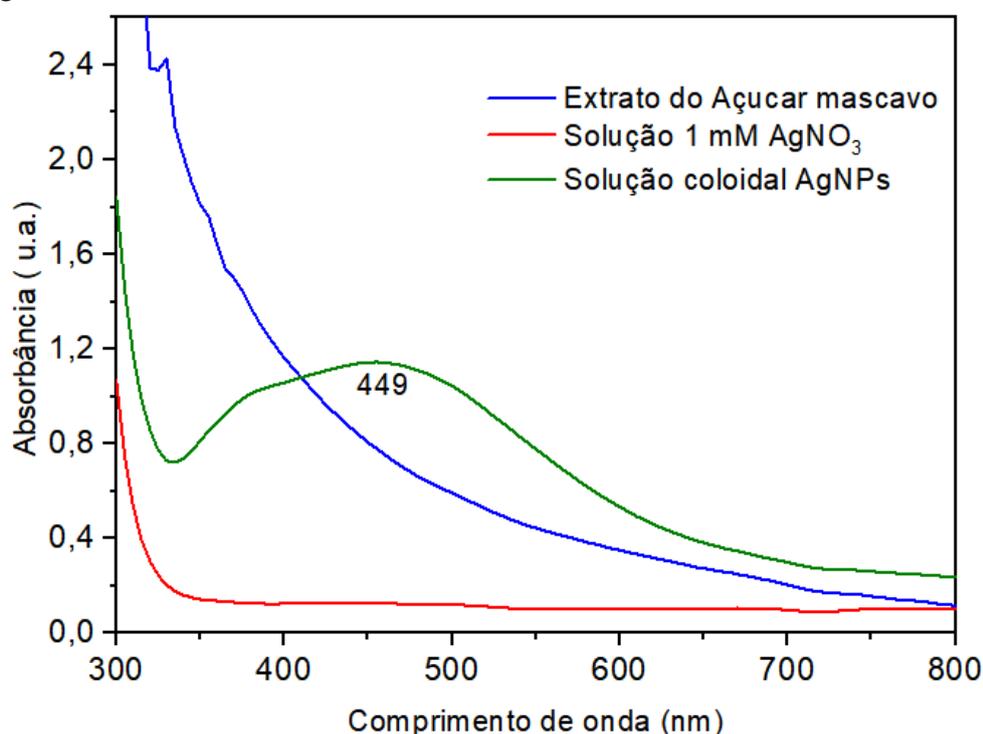
Fonte: Autora (2021)

6.1.2 Confirmação da Formação das AgNPs Através do UV-Vis

Em uma segunda etapa do trabalho realizou-se a confirmação da formação das partículas coloidais em solução através da espectroscopia de absorção molecular na região do UV-Vis. As leituras foram realizadas na faixa de comprimento de onda de 350 - 800 nm. A confirmação foi evidenciada levando-se em consideração a banda de absorção de SPR característica de AgNPs entre 400-450 nm.

Na Figura 15 estão representados os espectros característicos do extrato, da solução precursora de AgNO_3 e da solução coloidal das AgNPs.

Figura 15 – Espectro característico do extrato, da solução de AgNO_3 e das AgNPs sintetizadas



Fonte: Autora (2021)

Conforme observa-se na Figura 15 a solução coloidal de AgNPs apresenta uma banda máxima de absorção de SPR em 449 nm característica da presença de AgNPs.

Segundo Consolini (2015), a banda apresentada de 449 nm indica que as NPs sintetizadas são de prata, pois essa solução apresenta uma banda SPR que é responsável pela coloração marrom da solução.

Estes resultados aqui obtidos demonstram capacidade redutora do extrato aquoso do açúcar mascavo transformando íons Ag^+ em Ag^0 e, portanto, a formação das AgNPs.

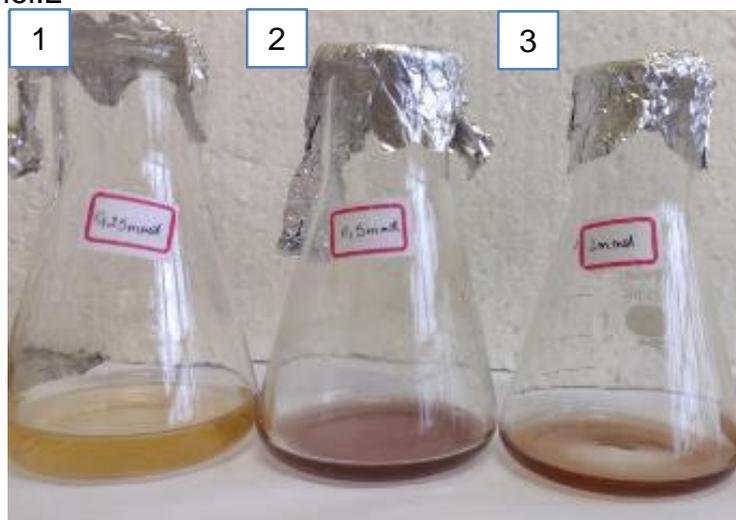
Estudos demonstram que bandas de absorção na faixa 400-450 nm correspondem a NPs metálicas esféricas (OLIVEIRA, 2019). A presença de uma única banda (Figura 15) sugere que as AgNPs formadas são esféricas.

6.2 Influência das Condições de Síntese

6.2.1 Influência da Concentração do AgNO_3

A primeira condição de síntese a ser estudada no presente trabalho foi a influência da concentração do sal precursor AgNO_3 na formação das NPs. Os resultados deste estudo estão demonstrados na Figura 16:

Figura 16 – Síntese variando a concentração de AgNO_3 : (1) $0,25 \text{ mmol.L}^{-1}$, (2) $0,5 \text{ mmol.L}^{-1}$ e (3) 1 mmol.L^{-1}

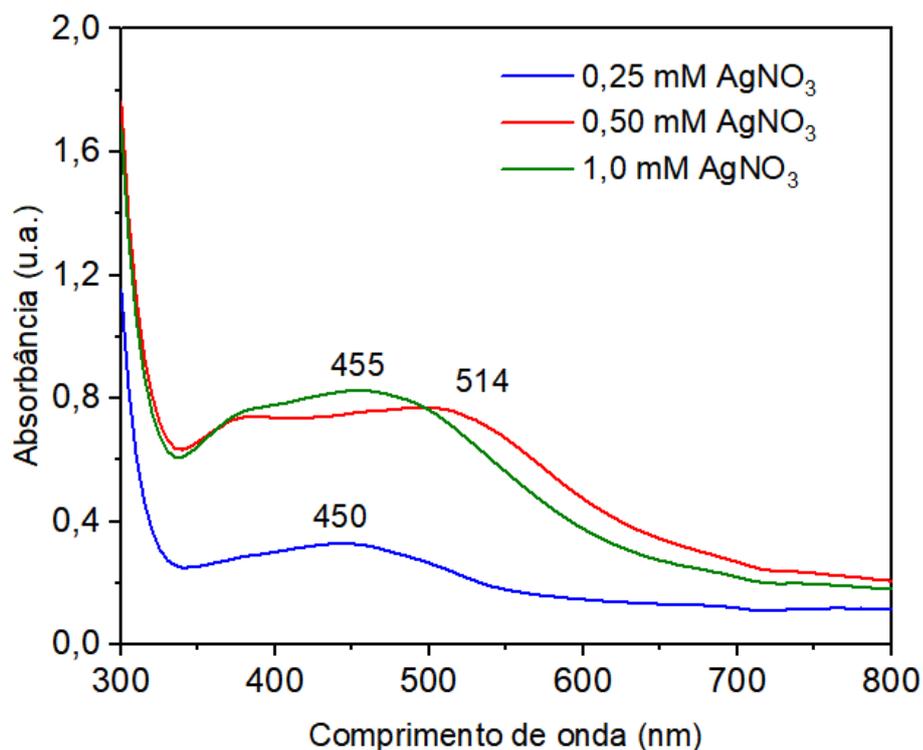


Fonte: Autora (2021)

Observando a Figura 16 inicialmente percebe-se que a quantidade de AgNO_3 adicionado ao meio reacional provoca uma mudança nas colorações das soluções coloidais sintetizadas. A solução contendo $0,25 \text{ mmol.L}^{-1}$ de AgNO_3 (Fig. 16 (1)) apresentou uma coloração amarelada enquanto que as soluções contendo $0,50 \text{ mmol.L}^{-1}$ (Fig. 16 (2)) e 1.0 mmol.L^{-1} de AgNO_3 (Fig. 16 (3)) apresentaram colorações numa tonalidade de castanho mais intenso.

Na Figura 17 estão representados os perfis dos espectros de absorção característicos das AgNPs sintetizadas nas diferentes concentrações.

Figura 17 – Espectros UV-Vis das AgNPs sintetizadas em diferentes concentrações de AgNO_3



Fonte: Autora (2021)

Ao analisarmos a Figura 17, observa-se com base nos perfis das curvas obtidas que a concentração do AgNO_3 influencia na síntese das AgNPs. A quantidade de AgNPs formadas depende da concentração de AgNO_3 usada no meio reacional. A quantidade de AgNPs formada pela quantidade de AgNO_3 usado foi monitorada através da intensidade da banda de SPR (449 nm) das AgNPs. A Figura 17 demonstra que já é possível formar AgNPs com $0,25 \text{ mmol.L}^{-1}$ de AgNO_3 , devido ao aparecimento da banda de absorção em 449 nm com valor de absorbância próximo de 0,3 a.u.. Quando aumentamos a quantidade de AgNO_3 usada de $0,25 \text{ mmol.L}^{-1}$ para $0,50 \text{ mmol.L}^{-1}$, a quantidade de AgNPs formada aumenta num fator 2,5 (absorbância de 0,8 a.u.). Por outro lado quando aumentamos a concentração de AgNO_3 de $0,50 \text{ mmol.L}^{-1}$ para $1,0 \text{ mmol.L}^{-1}$ não foi observado diferenças significativas nas quantidades de AgNPs formadas tendo como base os valores de absorbância.

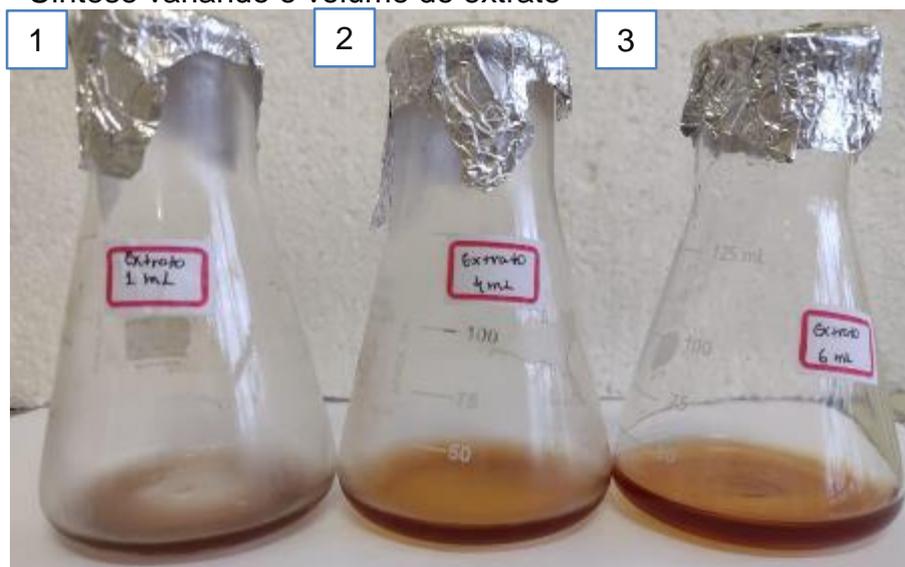
Os resultados mostram que na concentração de $0,5 \text{ mmol.L}^{-1}$ já seria uma concentração ideal que propicia uma substancial formação de AgNPs.

Segundo Rao e Tang (2017), o aumento da concentração de AgNO_3 aumenta a intensidade da SPR até um determinado valor, onde há uma tendência à formação de nanopartículas com grande dispersão de tamanho, aumentando a largura da banda plasmônica.

6.2.2 Influência do Volume do Extrato

A segunda condição de síntese a ser estudada no presente trabalho foi a influência do volume do agente redutor, o extrato de açúcar mascavo, na formação das nanopartículas. Após realizou-se a leitura em espectrofotômetro UV-Vis. Na Figura 18 estão demonstradas as soluções coloidais de AgNPs preparadas com diferentes volumes de extrato utilizado.

Figura 18 – Síntese variando o volume do extrato

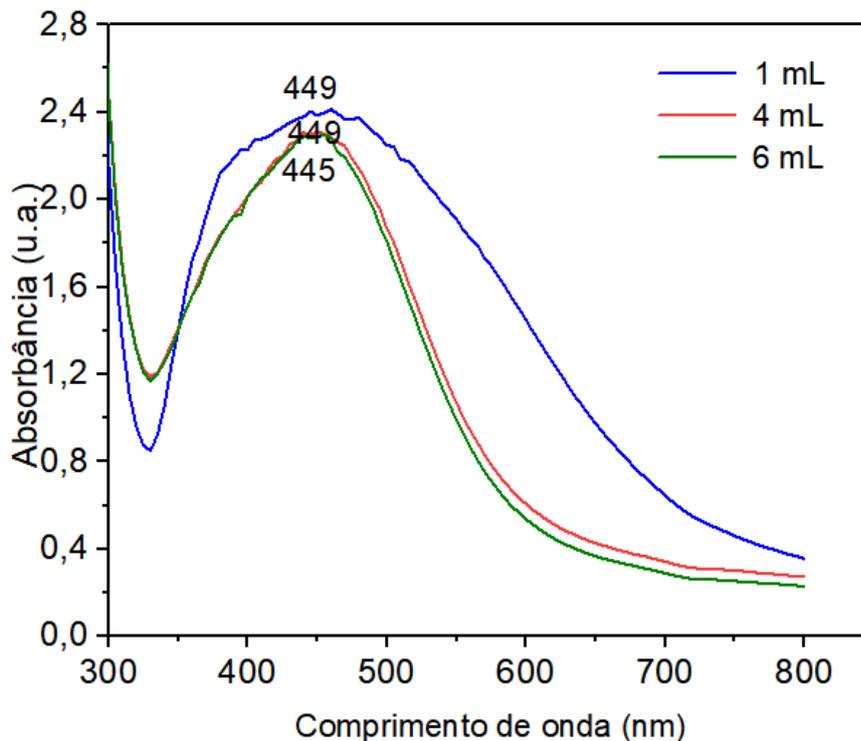


Fonte: Autora (2021)

Realizou-se a observação visual para as amostras, onde houve uma diferença principalmente da amostra (1) 1,0 mL para (2) 4,0 mL que apresentou uma coloração castanho mais intenso e castanho menos intenso.

Na Figura 19 estão representados os perfis dos espectros UV-Vis correspondentes as soluções coloidais estudadas.

Figura 19 – Espectros UV-Vis das AgNPs sintetizadas em diferentes volumes de extrato



Fonte: Autora (2021)

Observa-se que na amostra de 4 e 6 mL, as bandas SPR são muito similares, mostrando que não houve variações significativas em termos de formação de nanopartículas, porém quando utilizado um volume de 1 mL do extrato apresentou uma banda SPR mais alargada com relação aos volumes 4 e 6 mL. Com base no perfil da banda SPR em 1 mL de volume de extrato, sugere-se uma formação maior em quantidade de AgNPs, porém em tamanhos maiores, sendo muito próximas a algum tipo de interação entre elas e aglomeração.

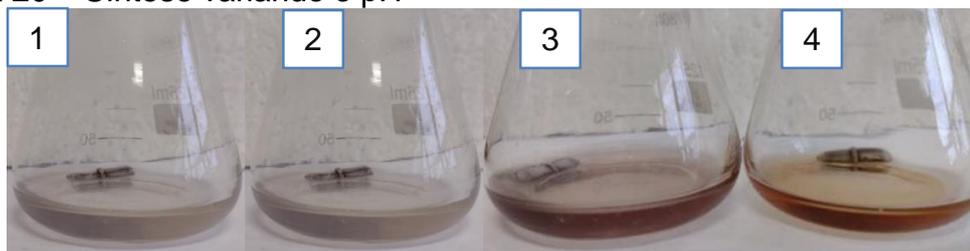
No caso do volume de 1 mL do extrato adicionado a 10 mL do AgNO_3 temos um volume total de 11 mL, uma possível explicação para uma maior formação de partículas maiores, de mais aglomeração seria em função da quantidade AgNPs formadas por um volume menor quando comparada as demais.

Então partindo desses resultados pode-se concluir que a quantidade de 1 mL nas condições estudadas, já seria ideal para se obter a síntese das AgNPs.

6.2.3 Influência de pH

A terceira condição de síntese a ser estudada no presente trabalho foi a influência do pH do extrato na formação das nanopartículas. Após realizou-se a leitura em espectrofotômetro UV-Vis. Na Figura 20 está representada a observação visual da coloração das soluções coloidais de diferentes valores de pH do extrato.

Figura 20 – Síntese variando o pH



Fonte: Autora (2021)

Para pH ácido nas amostras 1 e 2 foi possível observar uma coloração diferenciada, não apresentou a coloração castanho característica das AgNPs, isso sugere que nesses valores de pH, as condições não são favoráveis para a formação das AgNPs.

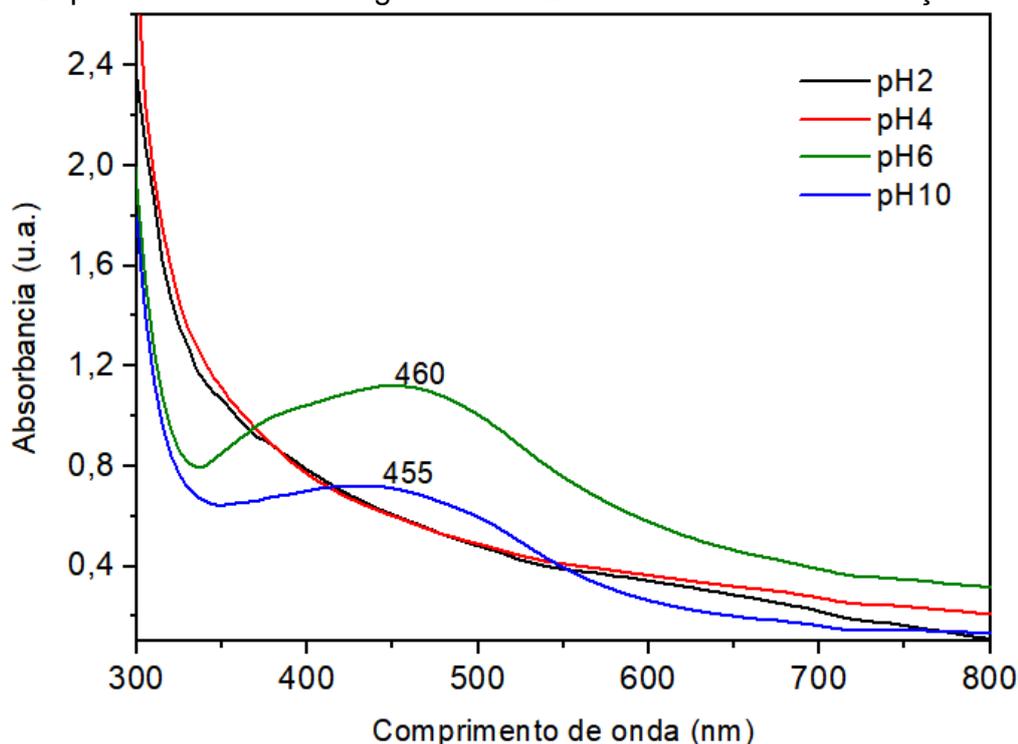
Esses resultados corroboram com Albernaz (2014) que ao investigar o efeito do pH, também não observou a formação de AgNPs em pH 2,0 e 4,0.

Na amostra 3 e 4 onde trabalhamos com valores de pH 6 e 10 já é possível visualizar a coloração castanho característico da formação de AgNPs.

Além disso, em pH muito alcalino (entre 10,0 e 12,0), observa-se uma desestabilização da solução coloidal (de tonalidade âmbar), o que acaba provocando a aglomeração das AgNPs (VEERASAMY *et al.*, 2011).

Na Figura 21 estão representados os perfis dos espectros UV-Vis correspondentes as soluções coloidais estudadas.

Figura 21 – Espectros UV-Vis das AgNPs sintetizadas em diferentes condições de pH



Fonte: Autora (2021)

Em valores de pH 2 e 4 a formação das AgNPs não é favorecida no meio reacional, isso pode ser comprovado pela ausência da banda SPR na região de 400 - 450 nm característica das AgNPs. Em pH 6 é possível observar uma banda SPR intensa com valor de absorbância em torno de 1,2 a.u., favorecendo a formação de AgNPs. Já para o pH básico de 10 foi possível observar uma banda SPR, porém o perfil da banda apresenta menor intensidade de absorção (<0,8 a.u) quando comparado à pH 6, esse é um comportamento característico da formação de AgNPs de maior tamanho e formação de aglomerados no meio reacional, o que faz com que a banda SPR diminua a sua intensidade em pH alcalino.

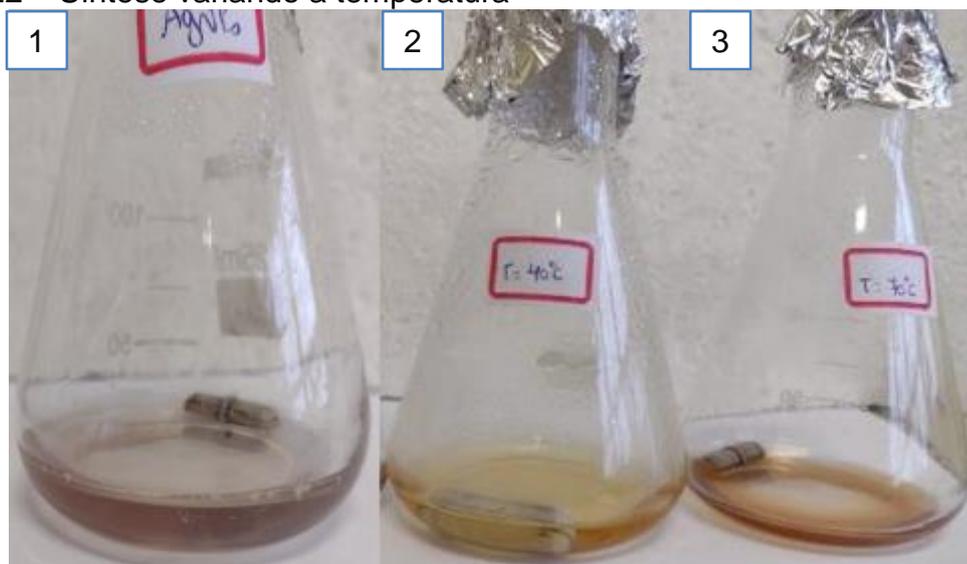
Esses resultados estão em concordância com a literatura. Segundo Velgosová, Mražíková e Marcinčáková (2016), o alargamento e perda de simetria da banda SPR indica aumento de tamanho, perda de uniformidade e/ou perda de distribuição homogênea das partículas, levando à agregação e precipitação das partículas.

De acordo com Velu *et al.* (2017), o pH ácido não apresenta pico no SPR, indicando que essa é uma condição desfavorável para a formação de AgNPs. O aumento do pH típico favorece a produção de AgNPs com menores diâmetros, e o pH alcalino 10,0 exibiu picos de SPR.

6.2.4 Influência da Temperatura

A quarta condição de síntese a ser estudada no presente trabalho foi a influência da temperatura na formação das nanopartículas. Após realizou-se a leitura em espectrofotômetro UV-Vis. Na Figura 22 está representada o aspecto das soluções coloidais de AgNPs formadas à diferentes temperaturas.

Figura 22 – Síntese variando a temperatura

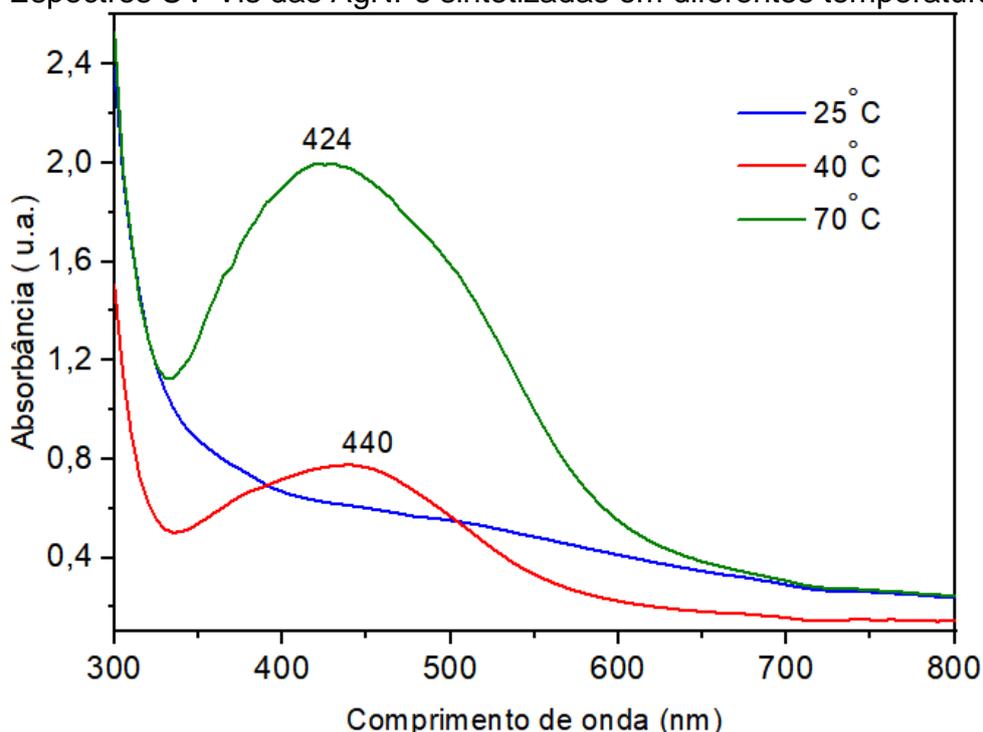


Fonte: Autora (2021)

Com relação ao aspecto visual pode-se observar que à medida que aumentou a temperatura houve uma mudança de coloração nas soluções, indicando um efeito da mesma. Nota-se que a tonalidade da coloração das soluções foi diferente, principalmente da amostra 1 (25°C) comparada a amostra 2 e 3 com temperatura de 40 e 70°C.

Na Figura 23 estão representados os perfis dos espectros UV-Vis correspondentes as soluções coloidais estudadas.

Figura 23 – Espectros UV-Vis das AgNPs sintetizadas em diferentes temperaturas



Fonte: Autora (2021)

Não foi possível observar a formação da banda SPR na temperatura de 25°C em um tempo de 60 minutos, com uma intensidade de absorção (<0,8 a.u). Entretanto, em estudos prévios constatou-se que em temperatura ambiente a formação de AgNPs ocorre após 210 minutos.

Para temperatura de 40°C conforme mostra o perfil da banda SPR já é possível observar a formação da banda de absorção característica da formação de partículas em um período de 60 minutos de reação, com uma intensidade de absorção em torno de 0,8 a.u. Essa banda de absorção se intensifica, à medida que aumenta a temperatura do meio reacional para 70°C. Na temperatura de 70°C houve uma maior formação de AgNPs no meio reacional em um período de 60 minutos, com uma máxima intensidade de absorção de 2,0 a.u.

Analisando os perfis do espectro pode-se constatar que a temperatura exerce um efeito na formação de AgNPs, quanto maior a temperatura maior a formação de nanopartículas tanto mais rápido é a formação das mesmas.

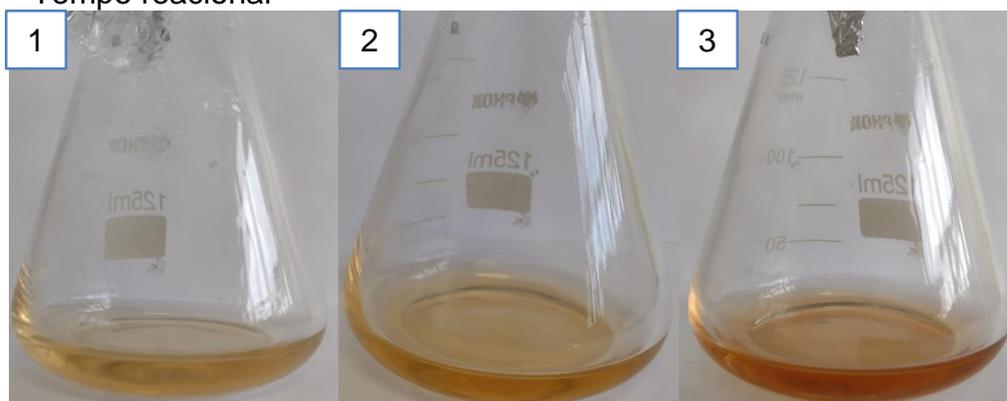
À medida que a temperatura do meio reacional é elevada, ocorre um aumento na taxa de formação de AgNPs. As temperaturas mais baixas promovem o crescimento das AgNPs, enquanto as temperaturas maiores favorecem a nucleação (VEERASAMY *et al.*, 2011).

Ping *et al.* (2018), observaram que o aumento da temperatura favorece a nucleação e o crescimento das nanopartículas, sendo evidenciado pelo aumento da intensidade da banda SPR, e deslocamento para comprimentos de onda inferiores.

6.2.5 Influência do Tempo Reacional

A quinta condição de síntese a ser estudada no presente trabalho foi a influência do tempo reacional na formação das nanopartículas em condições constantes. Após realizou-se a leitura em espectrofotômetro UV-Vis. Na Figura 24 está representada o aspecto das soluções coloidais de AgNPs formadas em função do tempo reacional.

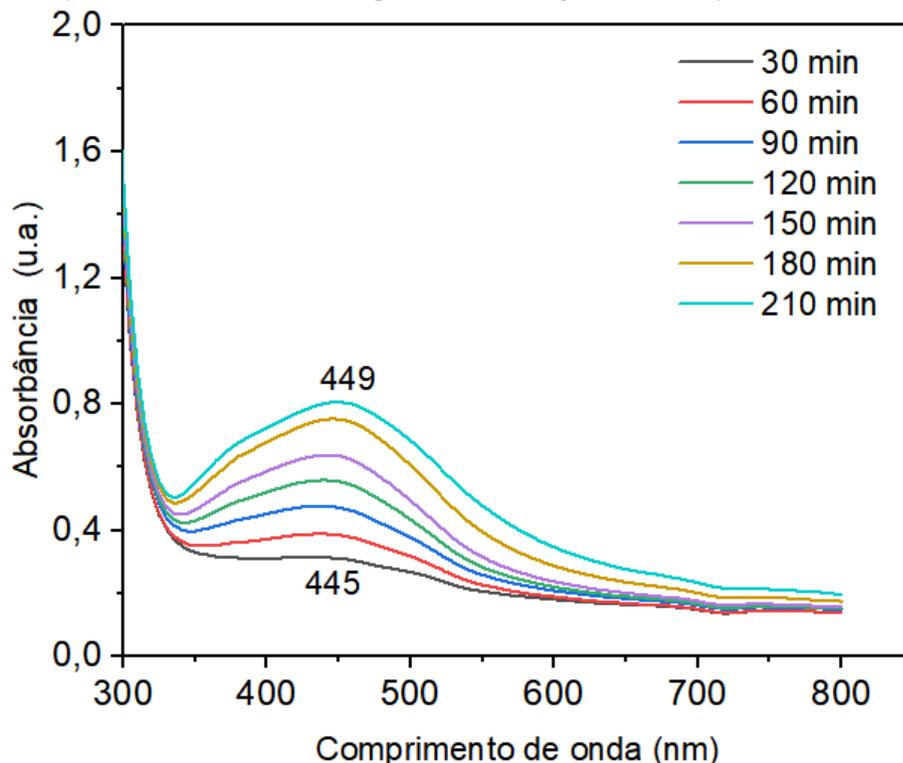
Figura 24 – Tempo reacional



Fonte: Autores (2021)

Na Figura 25 estão representados os perfis dos espectros UV-Vis correspondentes as soluções coloidais estudadas.

Figura 25 – Espectros UV-Vis das AgNPs em função do tempo reacional



Fonte: Autora (2021)

Analisando os perfis da Figura 25 pode-se constatar que o tempo reacional exerce um efeito na formação de AgNPs, quanto maior o tempo maior a formação de nanopartículas, sendo comprovada com o aumento da intensidade de absorção da banda.

De acordo com os espectros podemos observar que em apenas 30 minutos já inicia formação da banda SPR, porém bem incipiente. À medida que aumenta o tempo de reação de 30 minutos para 210 minutos, é possível visualizar nos espectros um acréscimo da banda SPR com uma intensidade de absorção em torno de 0,3 passando para 0,8 a.u após 210 minutos.

Os resultados demonstram que o aumento do tempo reacional do AgNO_3 com o extrato do açúcar mascavo resultou em aumento da intensidade dos picos de absorção, o que indicou aumento da redução AgNO_3 pela solução do extrato de Açúcar mascavo e, com isso, aumento da concentração de AgNPs na mistura reacional (OLIVEIRA, 2019).

Em tempos reacionais superiores a 210 minutos não se observou alteração na coloração das soluções e nem mudança nos valores de absorbância da banda SPR,

o que caracteriza o tempo de 210 minutos, como o tempo ideal para a máxima formação das AgNPs.

Considera-se esse resultado bastante satisfatório, pois esse tempo de formação de AgNPs é considerado relativamente baixo comparado com outros estudos da literatura. Pourmortazavi *et al.* (2015), sintetizou AgNPs em um tempo reacional de 8 a 24 horas.

Conforme o pico de absorção máxima dos espectros, pode-se observar que à medida que vai aumentando o tempo reacional as AgNPs permanecem no mesmo tamanho, pois não há deslocamento na banda.

Solomon *et al.* (2007) constatou que o comprimento de onda tem correlação com o tamanho das NPs. A Tabela 6 expressa essa relação:

Tabela 6 – Relação do comprimento de onda com o tamanho das NPs

Comprimento de onda (nm)	Tamanho (nm)
420 - 435	35 - 50
438 - 450	60 – 80

Fonte: Adaptado de Solomon *et al.* (2007)

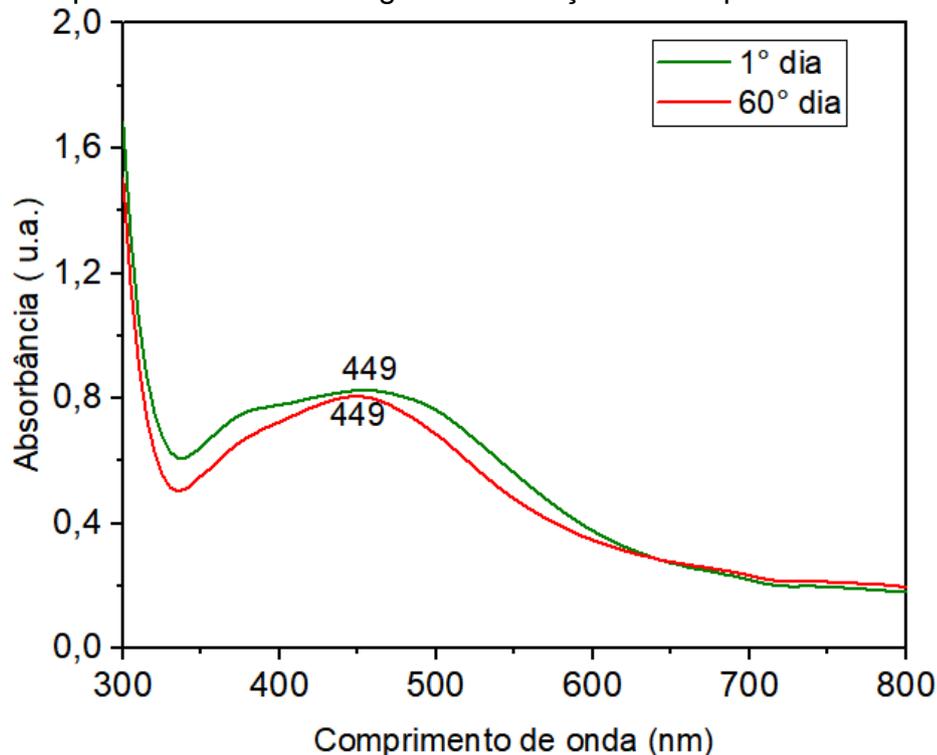
Com base no perfil dos espectros observados apresentando banda SPR com comprimento de onda em 449 nm, sugere-se que o tamanho das partículas formadas está entre 60 e 80 nm.

De acordo com Brause, Moeltgen e Kleinermanns (2002), o espectro de absorção óptica das nanopartículas metálicas desloca para bandas de absorção maiores quando as partículas aumentam de tamanho.

6.3 Estudo da Estabilidade das AgNPs Sintetizadas

Após a formação das AgNPs nas condições constantes (10 mL do AgNO₃, 1 mmol.L⁻¹, 1 mL do extrato de açúcar mascavo 2% e temperatura ambiente 25°C). Estudou-se a estabilidade da solução coloidal, pois a estabilidade é muito importante, uma vez que, ela intensifica a sua aplicação em períodos maiores. Após realizou-se a leitura em espectrofotômetro UV-Vis. Este estudo está representado na Figura 26, onde foi avaliado a estabilidade das NPs sob refrigeração após 60 dias.

Figura 26 – Espectros UV-Vis das AgNPs em função do tempo de armazenamento



Fonte: Autora (2021)

A estabilidade das NPs foi obtida com base nos valores de absorbância e no perfil das bandas SPR das AgNPs.

Conforme o perfil das bandas SPR no primeiro dia da síntese e após 60 dias da síntese, pode-se observar que houve uma pequena mudança no seu perfil, o que indica que as AgNPs são bastante estáveis em um período de 60 dias, mantendo-se dispersas em solução. Este fato é de fundamental importância e interesse, pois potencializa a formação e a aplicação das NPs em um período longo.

Esses resultados corroboram com Nguyen *et al.*, 2021 que ao investigar a estabilidade das AgNPs constataram que a mesma pode ser determinada pela diminuição da absorbância nas respectivas bandas de SPR e que ambas as nanopartículas são estáveis, o que pode ser confirmado por nenhuma alteração dos valores de absorbância.

A excelente estabilidade das AgNPs sintetizadas deve-se as propriedades estabilizantes do extrato do açúcar mascavo além de ser um eficiente redutor dos íons Ag^+ . A Tabela 7 expressa as condições de síntese mais favoráveis para a formação de NPs:

Tabela 7 – Condições de síntese

Condições de Síntese Favoráveis	
Concentração do AgNO ₃ (mmol.L ⁻¹)	0,5
Volume do extrato (mL)	1
Temperatura (°C)	40
pH	6
Tempo reacional (min)	210

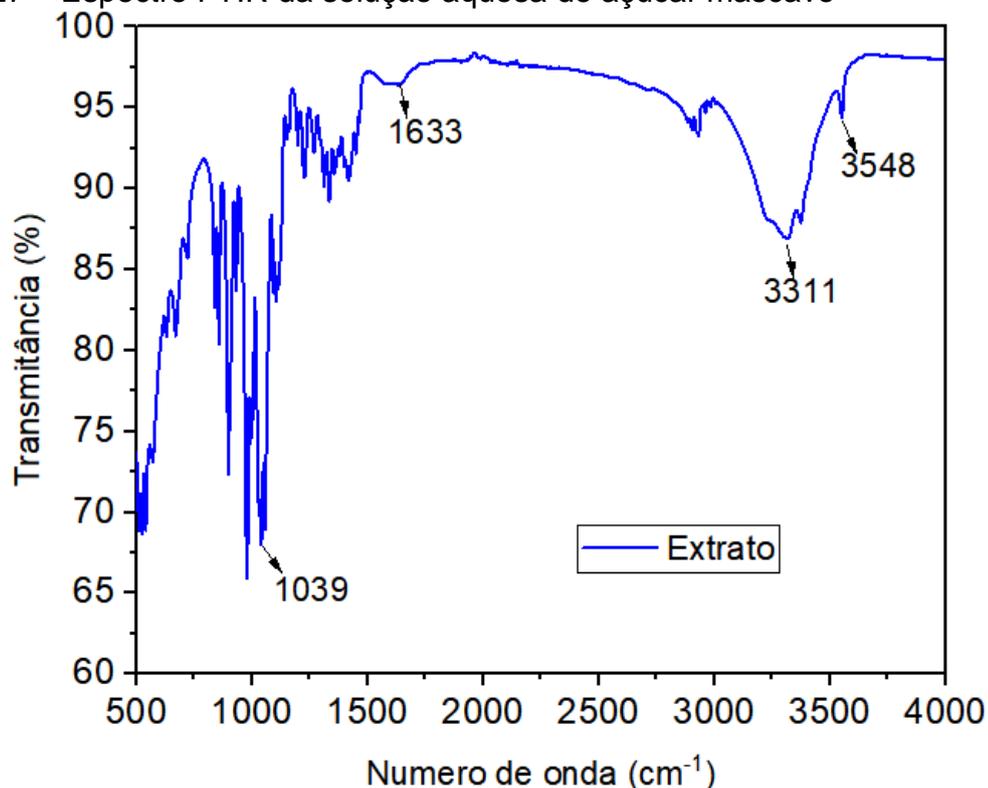
Fonte: Autora (2021)

Analisando a tabela observa-se que as condições expressas são as mais favoráveis para obtenção das AgNPs.

6.4 Espectroscopia no Infravermelho

A técnica de Espectroscopia na infravermelho foi utilizada para identificar possíveis grupos químicos estejam presentes na fração solúvel do Açúcar mascavo que poderão estar envolvidos no processo reacional. Na Figura 27 está representado o perfil do espectro FT-IR correspondente ao extrato aquoso de açúcar mascavo.

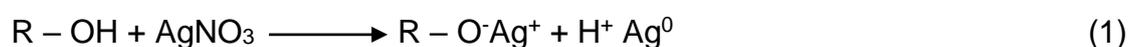
Figura 27 – Espectro FTIR da solução aquosa de açúcar mascavo



Fonte: Autora (2021)

Conforme mostra a Figura 27 o açúcar mascavo apresenta um espectro complexo. Através do seu espectro é possível identificarmos grupos químicos como hidroxilas (OH; 3311 cm^{-1}), aminas (NH; 3548 cm^{-1}), ésteres (CO; 1039 cm^{-1}) e carboxílicos (COO; 1633 cm^{-1}) que poderão estar envolvidos no processo de redução e estabilização das AgNPs sintetizadas. Para afirmação desta hipótese serão necessários estudos adicionais que não foram possíveis durante o tempo hábil para a execução deste trabalho.

A possível reação que descreve o processo de redução de íons prata pelo extrato aquoso de açúcar mascavo é representada pela Equação 1:



Desta forma, uma hipótese é que a redução química ocorre através dos grupos presentes no extrato, como grupos hidroxilas que interagem com a Ag^+ reduzindo a Ag^0 .

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Com base nos resultados obtidos no presente trabalho, conclui-se que o extrato aquoso de açúcar mascavo pode ser usado como eficiente agente redutor de íons Ag^+ para Ag^0 e estabilizante de AgNPs. A presença de uma banda SPR na região do UV-Vis em 449 nm confirma a formação das AgNPs pelo extrato do açúcar mascavo. O estudo da temperatura demonstrou que a mesma afeta a formação das NPs, aumentando a temperatura de 25°C para 70°C, ocorre uma maior formação de AgNPs em um período de 60 minutos. O pH da solução influencia na formação de NPs, em pH ácido de 2 e 4 o meio não é favorável para a formação de AgNPs, já em pH 6 ocorreu a formação e em pH 10 também ocorre, entretanto pode ocorrer aglomeração das nanopartículas. A concentração do AgNO_3 também exerce influência na formação de NPs, quando a concentração é aumentada de 0,25 para 0,5 mmol.L^{-1} ocorre um significativo acréscimo na formação de AgNPs em solução. O tempo reacional demonstrou que quanto maior o tempo maior a formação de nanopartículas, sendo comprovada com o aumento da intensidade de absorção da banda. No tempo reacional de 210 min ocorre a formação máxima de AgNPs.

Com relação a estabilidade das AgNPs estas apresentam ser estáveis em um período de até 60 dias. A espectroscopia de infravermelho confirmou a presença dos grupos químicos (OH, NH, CO, COO) presentes no extrato aquoso do açúcar mascavo que possivelmente participam da redução íons Ag^+ para Ag^0 e, portanto, da formação das AgNPs em solução.

Com a realização deste Trabalho de Conclusão de Curso espera-se ter contribuído para os estudos de síntese verde de nanopartículas de prata bem como ao desenvolvimento da área de ciência dos materiais.

8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Sugere-se que em trabalhos futuros sobre este tema sejam abordados os seguintes itens:

- a) Realizar planejamento experimental para otimização das condições de síntese de nanopartículas de prata, variando-se concentração do nitrato de prata, pH, temperatura, tempo, concentração do extrato e velocidade de agitação;
- b) Investigar a quantidade mínima de massa de Açúcar Mascavo necessária para a síntese efetiva de AgNPs;
- c) Fazer estudo comparativo entre o Açúcar Mascavo orgânico e não orgânico;
- d) Caracterizar as nanopartículas através de análises como MET, AFM, MEV e DRX;
- e) Estudar a aplicação das AgNPs obtidas em processos catalíticos, biológicos e adsorção.

REFERÊNCIAS

ALBERNAZ, V. **Síntese verde de nanopartículas de prata com extrato aquoso de folhas de *Brosimum gaudichaudii*, caracterização físico-química, morfológica e suas aplicações no desenvolvimento de um nanobiossensor eletroquímico.** 2014. Dissertação (Mestrado em Nanociência e Nanotecnologia) – Universidade Federal de Brasília. Programa de Pós-graduação em Nanociência e Nanobiotecnologia do Instituto de Ciências Biológicas, Brasília, 2014. Disponível em: <https://repositorio.unb.br/handle/10482/16467>. Acesso em: 07 out. 2020.

ANDRADE, P. F. **Síntese e caracterização de nanopartículas de prata e nanocompósitos poliméricos antimicrobianos.** 2013. Tese (Doutorado em ciências) – Universidade Estadual de Campinas. Programa de Pós-graduação em Ciências do Instituto de Química, Campinas, 2013. Disponível em: http://repositorio.unicamp.br/bitstream/REPOSIP/248733/1/Andrade_PatriciaFernanda_D.pdf. Acesso em: 20 mar. 2021.

BARBOSA, V. T. **Síntese Biogênica de Nanopartículas de Prata usando Própolis Vermelha de Alagoas.** 2018. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) – Universidade Federal de Alagoas. Programa de Pós-graduação em Ciências Farmacêuticas, Maceió, 2018. Disponível em: <http://www.repositorio.ufal.br/bitstream/riufal/3148/1/S%C3%ADntese%20biog%C3%AAnica%20de%20nanopart%C3%ADculas%20de%20prata%20usando%20pr%C3%B3polis%20vermelha%20de%20Alagoas.pdf>. Acesso em: 07 out. 2020.

BAYMA, C. A cana na pequena indústria. **Brasil Açucareiro**, Rio de Janeiro, v. 80. n. 6, p. 11-17, 1978.

BEHRAVAN, M. *et al.* Facile green synthesis of silver nanoparticles using *Berberis vulgaris* leaf and root aqueous extract and its antibacterial activity. **International Journal of Biological Macromolecules**, Amsterdam, v. 124, n. 1, p. 148-154, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0141813018346907>. Acesso em: 08 out. 2020.

BRASIL. Ministério da Saúde. Fundação Nacional de Saúde. **Manual prático de análise da água.** Brasília, DF: FUNASA, 2013. Disponível em: http://www.funasa.gov.br/site/wp-content/files_mf/manual_pratico_de_analise_de_agua_2.pdf. Acesso em: 08 out. 2020.

BRASIL. COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. **Acompanhamento da safra brasileira de cana-de-açúcar safra 2019/2020.** Brasília, DF: CONAB, 2019. Disponível em: <https://www.conab.gov.br/info-agro/safra/cana/boletim-da-safra-de-cana-de-acucar?start=20>. Acesso em: 08 out. 2020.

BRASIL. COMPANHIA NACIONAL DE ABASTECIMENTO. **Acompanhamento da safra brasileira de cana-de-açúcar safra 2014/2015: quarto levantamento**. Brasília, DF: CONAB, 2015. Disponível em: <https://www.conab.gov.br/info-agro/safras/cana/boletim-da-safra-de-cana-de-acucar?start=20>. Acesso em: 08 out. 2020.

BRAUSE, R.H.; MOELTGEN, K.; KLEINERMANN, A. Characterization of laser ablated and chemically reduced silver colloids in aqueous solution by UV/VIS spectroscopy and STM/SEM microscopy. **Applied of Physical B**, New York, v. 75, p. 711-716, 2002. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s00340-002-1024-3>. Acesso em: 18 Abr. 2021.

CAVALCANTE, N. B. **Atividade antibacteriana e antifúngica de nanopartículas de prata produzidas por *Curvularia inaequalis* (Shear) Boedijn**. 2014. Dissertação (Mestrado em Recursos Naturais) – Universidade Federal do Vale do São Francisco. Programa de Pós-graduação em Recursos Naturais do Semiárido, Petrolina, 2014. Disponível em: http://www.cpgrnsa.univasf.edu.br/uploads/7/8/9/0/7890742/dissertao_noelly.pdf. Acesso em: 07 out. 2020.

CHAVES, J. B. P.; FERNANDES, A. R.; SILVA, C. A. B. Produção de açúcar mascavo, melado e rapadura (capacidade 9 toneladas/dia de cana-de-açúcar). *In*: Projetos de empreendimentos agroindustriais - produtos de origem vegetal, p. 119-169. Viçosa: UFV, 2003. Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/301867366_PRODUCAO_DE_ACUCAR_MASCAVO_MELADO_E_RAPADURA_1_Capacidade_9_toneladasdia_de_cana-de-acucar. Acesso em: 07 out. 2020.

CONSOLINI, G. **Síntese e atividade microbiana de nanopartículas metálicas**. 2015. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química) – Universidade Federal de Alfenas, Poço de Caldas, 2015. Disponível em: https://www.unifal-mg.edu.br/engenhariaquimica/system/files/imce/TCC_2015_2/TCC_Gabriela%20Consolini.pdf. Acesso em: 07 out. 2020.

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: 08 out. 2020.

FERREIRA, D. M. **Biossíntese de nanopartículas de ouro com extrato de *Viola oleifera***. 2016. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia) – Universidade Federal do Espírito Santo. Programa de Pós-graduação em Biotecnologia do Centro de Ciências da Saúde, Vitória, 2016. Disponível em: <https://repositorio.ufes.br/handle/10/7087>. Acesso em: 07 out. 2020.

FERREIRA, H. S.; RANGEL, M. C. Nanotechnology: general aspects and potential applications in catalysis. **Química Nova**, São Paulo, v. 32, n. 7, p. 1860-1870, 2009. Disponível em: <https://www.scielo.br/pdf/qn/v32n7/33.pdf>. Acesso em: 07 out. 2020.

FUIZA, E. Produção da safra atual de cana-de-açúcar deve crescer 3,5 %, diz Conab. Brasília. Site Agência Brasil, 2020. Disponível em: <https://agenciabrasil.ebc.com.br/economia/noticia/2020-12/producao-da-safra-atual-de-cana-de-acucar-deve-crescer-35-diz-conab>. Acesso em: 14 fev. 2021.

FRANCISCO, E. V.; GARCÍA-ESTEPA, R. M. Nanotechnology in the agrofood industry. **Journal of Food Engineering**, California, v. 238, n. 1, p. 1-11, 2018. Disponível em: <https://www.cheric.org/research/tech/periodicals/view.php?seq=1675008>. Acesso em: 08 out. 2020.

FREITAS, I. **Síntese verde para obtenção de nanopartículas de prata a partir de extratos naturais**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia de Materiais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2019. Disponível em: <http://monografias.poli.ufrj.br/monografias/monopoli10029768.pdf>. Acesso em: 07 out. 2020.

GOMES, D. M. D. **Otimização da síntese verde de nanopartículas de prata para incorporação em gel antimicrobiano**. 2019. Dissertação (Mestrado em Biotecnologia) – Universidade Federal do Amazonas. Programa de Pós-graduação em Biotecnologia, Manaus, 2019. Disponível em: https://tede.ufam.edu.br/bitstream/tede/7630/2/Disserta%c3%a7%c3%a3o_DibGomes_BIOTEC.pdf. Acesso em: 07 out. 2020.

GRASSIAN, V. H. When size really matters: size-dependent properties and surface chemistry of metal and metal oxide nanoparticles in gas and liquid phase environments. **The Journal of Physical Chemistry C**, Washington, DC, v. 112, n. 47, p. 18303-18313, 2008. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jp806073t>. Acesso em: 08 out. 2020.

IRAVANI, S. Green synthesis of metal nanoparticles using plants. **Green Chemistry**, Washington, DC, v. 10, n. 13, p. 2638-2650, 2011. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2011/gc/c1gc15386b#!divAbstract>. Acesso em: 08 out. ano.

KHAN, I; SAEED, K.; KHAN, I. Nanoparticles: Properties, applications and toxicities. **Arabian Journal of Chemistry**, Riyadh, v. 12, n. 7, p. 908-931, 2019. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1878535217300990>. Acesso em: 08 out. 2020.

MATTOSO, L. H. C.; DURÁN, N.; MORAIS, P. C. **Nanotecnologia**: introdução, preparação e caracterização de nanomateriais e exemplos de aplicação. São Paulo: Artliber, 2006.

MENDONÇA, C. R.; RODRIGUES, R. S.; ZAMBIAZI, R. C. Açúcar mascavo em geleia das de maçã. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 30, n. 6, p. 1053-1058, 2000. Disponível em: https://www.scielo.br/scielo.php?pid=S0103-8478200000600022&script=sci_abstract&tlng=pt. Acesso em: 07 out. 2020.

MESHAM, S. M. *et al.* Green synthesis of silver nanoparticles using white sugar. **The Institution of Engineering and Technology Nanobiotechnology**, London, v. 7, n. 1, p. 28-32, 2013. Disponível em: <https://ietresearch.onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1049/iet-nbt.2012.0002>. Acesso em: 08 out. 2020.

NATALINO, R. **Caracterização do açúcar mascavo aplicando análise das Componentes Principais a dados espectrométricos**. 2006. Dissertação (Mestrado em Agroquímica) – Universidade Federal de Viçosa. Programa de Pós-graduação em Agroquímica, Viçosa, 2006. Disponível em: <https://www.locus.ufv.br/bitstream/123456789/2055/1/texto%20completo.pdf>. Acesso em: 07 out. 2020.

NGUYEN, M. T. *et al.* Biosynthesis of metallic nanoparticles from waste *Passiflora edulis* peels for their antibacterial effect and catalytic activity. **Arabian Journal of Chemistry**, Ho Chi Minh, v. 14, n. 4, p. 1878-5352, 2021. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1878535221001118?via%3Dihub>. Acesso em: 23 abr. 2021.

OLIVEIRA, S. S. **Biossíntese de nanopartículas de prata com extrato de aveloz e seu efeito na conservação e fisiologia de morango**. 2019. Dissertação (Mestrado em Agronomia) – Universidade Estadual do Oeste do Paraná. Programa de Pós-graduação em Agronomia, Marechal Cândido Rondon, 2019. Disponível em: http://tede.unioeste.br/bitstream/tede/4525/5/Shirlene_Oliveira_2019.pdf. Acesso em: 07 out. 2020.

OTRANTO, G.; GOLDMAN, A. Nanotecnologia. São Paulo: USP, 2012.

PAULKUMAR, K. *et al.* Green synthesis of silver nanoparticle and silver based chitosan bionanocomposite using stem extract of *Saccharum officinarum* and assessment of its antibacterial activity. **Advances in Natural Sciences: nanoscience and nanotechnology**, Bristol, v. 8, n. 3, p. 1-9, 2017. Disponível em: <https://iopscience.iop.org/article/10.1088/2043-6254/aa7232/pdf>. Acesso em: 07 out. 2020.

PAYET, B.; SING, A. S. C.; SMADJA, J. Assessment of antioxidant activity of cane brown sugars by ABTS and DPPH radical scavenging assays: determination of their polyphenolic and volatile constituents. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, DC, v. 53, n. 26, p. 10074-10079, 2005. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jf0517703>. Acesso em: 08 out. 2020.

PAYET, B.; SING, A. S. C.; SMADJA, J. Comparison of the concentrations of phenolic constituents in cane sugar manufacturing products with their antioxidant activities. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Washington, DC, v. 54, n. 19, p. 7270–7276, 2006. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/jf060808o>. Acesso em: 08 out. 2020.

PING, Y. *et al.* Green synthesis of silver nanoparticles using grape seed extract and their application for reductive catalysis of Direct Orange 26. **Journal of Industrial and Engineering Chemistry**, New York, v. 58, p. 74-79, 2018. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1226086X17304823>. Acesso em: 08 out. 2020.

POURMORTAZAVI, S. M. *et al.* Procedure optimization for green synthesis of silver nanoparticles by aqueous extract of Eucalyptus oleosa. **Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy**, Amsterdam, v. 136, n. 1, p. 1249-1254, 2015. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/25456666/>. Acesso em: 08 out. 2020.

RAO, K. J.; PARIA, S. Green synthesis of silver nanoparticles from aqueous Aegle marmelos leaf extract. **Materials Research Bulletin**, Amsterdam, v. 48, n. 2, p. 628-634, 2013. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0025540812008707>. Acesso em: 08 out. 2020.

RAO, B.; TANG, R. C. Green synthesis of silver nanoparticles with antibacterial activities using aqueous Eriobotrya japonica leaf extract. **Vietnam Academy of Science & Technology**, Hanoi, v. 8, n. 1, p. 1-8, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/2043-6254/aa5983>. Acesso em: 10 mar. 2021.

RAOTA, C. S. **Síntese verde de nanopartículas de prata a partir do extrato do bagaço de vitis labrusca (cultivar ives), caracterização e aplicação na desinfecção de efluentes industriais**. 2018. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade de Caxias do Sul. Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Caxias do Sul, 2018. Disponível em: <https://repositorio.ucs.br/xmlui/bitstream/handle/11338/4396/Dissertacao%20Camila%20Suliani%20Raota.pdf?sequence=1&isAllowed=y>. Acesso em: 07 out. 2020.

RAVEENDRAN, P.; FU, J.; WALLEN, S. L. Completely green synthesis and stabilization of metal nanoparticles. **Journal of the American Chemical Society**, Washington, DC, v. 125, n. 46, p. 13940-13941, 2003. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/ja029267j>. Acesso em: 08 out. 2020.

ROSSETTO, R. A cultura da cana, da degradação à conservação. **Revista Visão Agrícola**, Piracicaba, n.1, p. 81-85, 2004. Disponível em: <https://www.esalq.usp.br/visaoagricola/sites/default/files/cana-impacto-ambiental01.pdf>. Acesso em: 08 out. 2020.

SHAW, D. J. **Introdução à química dos colóides e de superfícies**. São Paulo: Edgar Blucher, 1975.

SILVA, A. R.; PARAZZI, C. Monitoramento microbiológico do açúcar mascavo. *In: CONGRESSO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS*, 11., 2003, São Carlos. **Anais [...]**. São Carlos: UFSCar, 2003. Disponível em:

http://periodicos.ses.sp.bvs.br/scielo.php?script=sci_nlinks&ref=166804&pid=S0073-9855200900020001300021&lng=es. Acesso em: 07 out. 2020.

SILVA, A. A. **Síntese e estabilização de nanopartículas de ouro para fins biotecnológicos e cosméticos**. 2016. Dissertação (Mestrado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear) – Universidade de São Paulo. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2016. Disponível em:

<https://teses.usp.br/teses/disponiveis//85/85134/tde-10042017-152344/pt-br.php>. Acesso em: 07 out. 2020.

SILVA, L. P. *et al.* Nanotecnologia verde para síntese de nanopartículas metálica. **Biotecnologia Aplicada à Agro & Indústria**, São Paulo, v. 4, p. 967-1011, 2017. Disponível em: <https://openaccess.blucher.com.br/article-details/nanotecnologia-verde-para-sintese-de-nanopartículas-metálicas-20277>. Acesso em: 08 out. 2020.

SOLOMON, S. *et al.* Synthesis and study of silver nanoparticles. **Journal of Chemical Education**, Washington, DC, v. 84, n. 2, p. 322, 2007. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/pdf/10.1021/ed084p322>. Acesso em: 18 Abr. 2021.

SUH, W. *et al.* Nanotechnology, nanotoxicology, and neuroscience. **Progress in Neurobiology**, Amsterdam, v. 87, n. 3, p. 133-170, 2009. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301008208001056?via%3Dihub/>. Acesso em: 07 out. 2020.

VASCONCELOS, J. N. Derivados da cana-de-açúcar: açúcar, álcool e subprodutos. **Revista da Sociedade dos Técnicos Açucareiros e Alcooleiros do Brasil: açúcar, álcool e subprodutos**, Piracicaba, v. 20, n. 3, p. 16-18, 2002. Disponível em: <http://www.stab.org.br/revista.html>. Acesso em: 08 out. 2020.

VELGOSOVÁ, O; MRAŽÍKOVÁ, A; MARCINČÁKOVÁ, R. Influence of pH on green synthesis of Ag nanoparticles. **Materials Letters**, Amsterdam, v. 180, p. 336-339, 2016. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0167577X16305183>. Acesso em: 18 Abr. 2021.

VELU, M. *et al.* Fabrication, optimization and characterization of noble silver nanoparticles from sugarcane leaf (*Saccharum officinarum*) extract for antifungal application. **3 Biotech**, Cham, v. 7, n. 147, p. 1-9, 2017. Disponível em: <https://link.springer.com/article/10.1007/s13205-017-0749-y>. Acesso em: 08 out. 2020.

VEERASAMY, R. *et al.* Biosynthesis of silver nanoparticles using mangosteen leaf extract and evaluation of their antimicrobial activities. **Journal of the American Chemical Society**, Washington, DC, v. 15, n. 2, p. 113-120, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2010.06.004>. Acesso em: 10 mar. 2021.

ZARPELON, F. **Preparação, Caracterização e Aplicação de Filmes Finos de PAH/PAA com Nanopartículas de Prata no Tratamento Microbiológico de Efluentes Industriais para Reuso**. 2013. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência dos Materiais) – Universidade de Caxias do Sul. Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, Caxias do Sul, 2013. Disponível em: <https://repositorio.ucs.br/xmlui/handle/11338/722>. Acesso em: 07 out. 2020.