



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ  
CAMPUS UNIVERSITÁRIO DE ANANINDEUA  
FACULDADE DE QUÍMICA

CAROLINE PENA DIAS

**SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA MEDIADA PELO ÓLEO ESSENCIAL DA  
ESPÉCIE *Piper divaricatum***

ANANINDEUA-PA

2022

CAROLINE PENA DIAS

**SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA MEDIADA PELO ÓLEO ESSENCIAL DA  
ESPÉCIE *Piper divaricatum***

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Faculdade de Química, do *Campus* Universitário de Ananindeua, da Universidade Federal do Pará, como requisito parcial para a obtenção do grau de Licenciada em Química.

Orientador: Prof. Dr. Marcos Vinícius da Silva Paula  
Coorientador: Prof. Dr. Alcy Favacho Ribeiro

ANANINDEUA-PA

2022

**Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) de acordo com ISBD  
Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal do Pará  
Gerada automaticamente pelo módulo Ficat, mediante os dados fornecidos pelo(a) autor(a)**

---

D541s Dias, Caroline Pena.  
Síntese de nanopartículas de prata mediada pelo óleo essencial  
da espécie *Piper divaricatum* / Caroline Pena Dias. — 2022.  
34 f. : il. color.

Orientador(a): Prof. Dr. Marcos Vinícius da Silva Paula  
Coorientador(a): Prof. Dr. Alcy Favacho Ribeiro  
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação) - Universidade  
Federal do Pará, Campus Universitário de Ananindeua, Curso de  
Química, Ananindeua, 2022.

1. Nanopartículas de prata. 2. Óleo essencial. 3. Método  
verde. I. Título.

CDD 540

---

CAROLINE PENA DIAS

**SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA MEDIADA PELO ÓLEO ESSENCIAL DA  
ESPÉCIE *Piper divaricatum***

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado a Faculdade de Química, do *Campus* Universitário de Ananindeua, da Universidade Federal do Pará, como requisito parcial para a obtenção do grau de Licenciada em Química.

Orientador: Prof. Dr. Marcos Vinícius da Silva Paula  
Coorientador: Prof. Dr. Alcy Favacho Ribeiro

Data de aprovação: 16/12/2022

Conceito: Excelente

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Marcos Vinícius da Silva Paula  
(FEMAT/CANAN/UFPA-Orientador)

---

Prof. Dr. Alcy Favacho Ribeiro  
(FAQUIM/CANAN/UFPA-Coorientador)

---

Prof. Dr. Carlos Alberto Brito da Silva Júnior  
(FACFIS/CANAN/UFPA-Membro interno)

---

Prof. Dr. Bruno Apolo Miranda Figueira  
(IEG/UFOPA-Membro externo)

A Deus e aos meus pais por todo incentivo e ajuda para que esse sonho se tornasse possível.

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a **Deus**, por ter me concedido forças, sabedoria, fé e determinação para perseverar pelos meus sonhos e por ter chegado até aqui.

Aos meus queridos e amados pais **Waldirene Pena Pinto e Kleber Rodrigues Dias**, por acreditarem em mim, pelo incentivo, apoio e por toda ajuda que sempre me deram, não só no decorrer da minha trajetória acadêmica, mas durante a minha vida toda. A vocês, a minha eterna gratidão.

Aos meus irmãos **Camila Victória Pena Dias e Caio Pena Dias**, pelo companheirismo e pela compreensão nos momentos em que precisei me ausentar para estudar.

Aos meus amados avós **Maria Benedita Rodrigues Dias e Roberto Melo Dias**, por toda ajuda, suporte e por terem sido grandes incentivadores para que eu sempre corresse atrás dos meus sonhos e nunca desistisse dos estudos.

Aos meus amigos, **Geane Souza, Ingrid Santos, Anderson Beltrão, Mewry Modesto e Natasha Sousa** por toda ajuda, pelas palavras de incentivo e pela grande parceria que fizemos durante os trabalhos em grupo. Vocês são incríveis e serão excelentes profissionais.

Aos grandes amigos que fiz no LEPRON, **Samara Menezes, Rafaela Pinheiro e Ferdinando Nascimento** por terem sido cuidadosos e terem me recepcionado tão bem, e pela grande contribuição com as orientações que me davam. Ressalto, que tais ações foram indispensáveis e me ajudaram muito durante a realização do meu trabalho de pesquisa.

A **Universidade Federal do Pará Campus Universitário de Ananindeua**, por contribuir para o meu crescimento pessoal e profissional, por me proporcionar fazer o curso de graduação em Licenciatura em Química e por todo suporte concedido durante minha trajetória acadêmica.

A Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação (**PROPESP**) pela concessão da bolsa de Iniciação Científica, a qual foi de suma importância para meu processo formativo, pois me possibilitou ingressar e conhecer o campo da pesquisa.

Aos Professores da **FAQUIM**, por contribuírem de maneira grandiosa para o meu aprendizado durante todo o curso.

Ao meu querido coorientador **Prof. Dr. Alcy Favacho Ribeiro**, por todo conhecimento transmitido e por ter aberto as portas para que eu tivesse grandes oportunidades. Ao senhor, a minha enorme gratidão.

Ao meu queridíssimo orientador **Prof. Dr. Marcos Vínicius da Silva Paula**, por ter sido a primeira pessoa que me deu a oportunidade de ter uma bolsa e trabalhar em um projeto tão grandioso, que foi o projeto de pesquisa. Agradeço imensamente ao senhor, por ter me inserido no seu projeto,

por todo cuidado, dedicação, conhecimento transmitido durante o período da pesquisa, e principalmente por toda paciência que teve comigo durante as práticas no laboratório. Ressalto que ser paciente é uma virtude, e esta foi executada com sucesso e extremamente importante, pois me tranquilizou muito durante as práticas, haja vista que eu não tinha experiência alguma, e as dificuldades sentidas foram grandes pela falta de um contato tão próximo com o laboratório que eu não tinha antes do projeto. Sem a sua ajuda eu dificilmente teria conseguido. Obrigada por ter me ensinado, por ter sido paciente e por ter me mostrado o campo da pesquisa. Ao senhor, a minha eterna gratidão.

“Se a educação sozinha não transforma a sociedade,  
sem ela tão pouco a sociedade muda”.  
(FREIRE, 2000, p. 67)



## RESUMO

As nanopartículas, em especial as de prata (AgNPs) estão recebendo um grande destaque atualmente, em virtude da sua ampla aplicabilidade na área da informática, engenharia de tecidos, fabricação de embalagens, biotecnologia, medicina, entre outras. Existem diferentes métodos para sua obtenção, no entanto, a maioria destes utiliza-se de reagentes químicos de alto custo, potencialmente tóxicos, que causam danos ambientais e aos sistemas biológicos. Por essa razão, obter nanopartículas através de métodos “verdes”, que empregam agentes redutores de recursos vegetais, têm surgido como uma alternativa às sínteses convencionais. Sendo assim, esse estudo teve por objetivo realizar uma síntese verde de nanopartículas de prata, utilizando o óleo essencial da espécie *Piper divaricatum* como agente redutor dos íons metálicos. Para a síntese, utilizou-se diferentes volumes do óleo essencial, tendo o AgNO<sub>3</sub> como precursor para formação das nanopartículas. As amostras obtidas foram caracterizadas por espectroscopia na região do ultravioleta-visível (UV-Vis) logo após terem sido sintetizadas no tempo zero (t<sub>0</sub>) e ao longo de 30, 60, 90 e 120 dias, onde apontou-se intensidades máximas da banda de ressonância plasmônica de superfície (SPR) em um intervalo de 400 a 500 nm, evidenciando a formação de AgNPs. Os resultados se mostraram satisfatórios para obtenção de AgNPs, destacando o referente óleo como uma matriz viável, de baixo custo, e como uma alternativa ambientalmente correta aos agentes redutores nocivos.

**Palavras-chave:** Nanopartículas de prata; Óleo essencial; Método verde.

## ABSTRACT

Nanoparticles, especially silver nanoparticles (AgNPs) are currently receiving great attention these days, due to their wide applicability in the area of information technology, tissue engineering, packaging manufacturing, biotechnology, medicine, among others. There are different methods for obtaining it, however, most of these use high-cost, potentially toxic chemical reagents that cause damage to the environment and biological systems. For this reason, obtaining nanoparticles through “green” methods, which use agents that plant resource reducing agents, has emerged as an alternative to conventional syntheses. Therefore, this study aimed to carry out a green synthesis of silver nanoparticles, using the essential oil of the species *Piper divaricatum* as a reducing agent for metallic ions. For the synthesis, different volumes of essential oil were used, with AgNO<sub>3</sub> as a precursor for the formation of nanoparticles. The samples obtained were characterized by spectroscopy in the ultraviolet-visible (UV-Vis) region shortly after they were synthesized at time zero (t<sub>0</sub>) and over 30, 60, 90 and 120 days, where the maximum intensities of the surface plasmonic resonance band (SPR) in an interval of 400 to 500 nm, evidencing the formation of AgNPs. The results were satisfactory for obtaining AgNPs, highlighting the referent oil as a viable, low-cost matrix, and as an environmentally correct alternative to harmful reducing agents.

**Keywords:** Silver nanoparticles; Essential oil; Green method.

## LISTA DE FIGURAS

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Figura 1-</b> Cromatograma do óleo essencial de <i>Piper divaricatum</i> .....   | <b>21</b> |
| <b>Figura 2-</b> (A-E) Retroprojeção do feixe luminoso nas amostras de AgNPs .....  | <b>22</b> |
| <b>Figura 3-</b> Leituras de espectroscopia UV-Vis para as amostras de AgNPs contendo (A) 1mL-<br>óleo/NaOH, (B) 2mL-óleo/KOH, (C) 3mL-óleo/NaOH, (D) 4mL-óleo/NaOH (D) e (E) 2mL-<br>óleo/NaOH ..... | <b>23</b> |

## **LISTA DE FLUXOGRAMAS**

|  |           |
|--|-----------|
| <b>Fluxograma 1-</b> Coleta da espécie e extração do óleo essencial.....   | <b>18</b> |
| <b>Fluxograma 2-</b> Procedimento experimental para obtenção de AgNPs..... | <b>19</b> |

## LISTA DE TABELAS

|   |           |
|---|-----------|
| <b>Tabela 1-</b> Composição química do óleo essencial de <i>Piper divaricatum</i> ..... | <b>21</b> |
|---|-----------|

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

|                   |   |
|-------------------|---|
| <b>AgNPs</b>      | Nanopartículas de prata   |
| <b>CG/EM</b>      | Cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas                |
| <b>CBQ</b>        | Congresso Brasileiro de Química   |
| <b>CLAQ</b>       | Congresso Latino-americano de Química                                   |
| <b>FAQUIM</b>     | Faculdade de Química  |
| <b>LEPRON</b>     | Laboratório de Engenharia de Produtos Naturais                          |
| <b>PROPESP</b>    | Pró-Reitoria de Pesquisa e Pós-Graduação                                |
| <b>PROEG</b>      | Pró-Reitoria de Ensino de Graduação                                     |
| <b>SPR</b>        | Ressonância de plasmons de superfície                                   |
| <b>UV-Vis</b>     | ultravioleta-visível  |
| <b>UFPA-CANAN</b> | Universidade Federal do Pará- <i>Campus</i> Universitário de Ananindeua |

## SUMÁRIO

|   |           |
|---|-----------|
| <b>1 INTRODUÇÃO</b> .....   | <b>16</b> |
| <b>2 MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....  | <b>18</b> |
| <b>2.1 Coleta/processamento do material botânico e extração do óleo essencial da espécie <i>Piper divaricatum</i></b> .....       | <b>18</b> |
| <b>2.2 Análise da composição química do óleo essencial</b> .....  | <b>18</b> |
| <b>2.3 Síntese e caracterização de nanopartículas de prata (AgNPs)</b> .....  | <b>19</b> |
| <b>3 RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....  | <b>21</b> |
| <b>3.1 Composição química do óleo essencial</b> .....   | <b>21</b> |
| <b>3.2 Obtenção e caracterização de nanopartículas de Prata (AgNPs) por espectroscopia do ultravioleta-visível (UV-Vis)</b> ..... | <b>22</b> |
| <b>4 CONCLUSÃO</b> .....  | <b>24</b> |
| <b>REFERÊNCIAS</b> .....  | <b>25</b> |
| <b>ANEXO A- Certificado de apresentação de trabalho no 35° CLAQ e 61° CBQ</b> .....   | <b>28</b> |
| <b>ANEXO B- Certificado de apresentação de trabalho no 35° CLAQ e 61° CBQ</b> .....   | <b>29</b> |
| <b>ANEXO C- Trabalho publicado no 35° CLAQ e 61° CBQ</b> .....  | <b>30</b> |

## CONSIDERAÇÕES INICIAIS

O presente trabalho faz parte do projeto de pesquisa intitulado como: “Síntese de nanopartículas de prata mediada pelo óleo essencial da espécie *Piper divaricatum*”, coordenado pelo Prof. Dr. Marcos Vinícius da Silva Paula. O mesmo objetivou sintetizar nanopartículas de prata (AgNPs) por um “método verde” a partir da utilização do óleo essencial da espécie supracitada.

O trabalho foi publicado e apresentado de forma completa no 35º Congresso Latino-americano de Química e 61º Congresso Brasileiro de Química, na cidade do Rio de Janeiro entre os dias 14 a 18 de novembro de 2022, sendo este classificado em 1º lugar na XXXII Jornada Brasileira de Iniciação Científica em Química.

A apresentação neste formato atende aos pré-requisitos da Instrução Normativa nº 01/2022 PROEG/UFPA e está em conformidade com o Art. 4º, inciso II, que dispõe, de forma excepcional e temporária, sobre as diretrizes acadêmicas para a normatização e realização das atividades do Trabalho de Conclusão de Curso-TCC, flexibilizando a sua forma de defesa, em virtude das consequências da pandemia da COVID-19.



## 1 INTRODUÇÃO

Os materiais nanoestruturados têm sido bastante investigados nos últimos anos. Parte desse fascínio ocorre devido às inúmeras propriedades e aplicações que esses materiais possuem quando reduzidos à escala nanométrica (ENDERLE *et al.*, 2018; MELO JR *et al.*, 2012). Dentre eles, destacam-se as nanopartículas metálicas, em especial as de prata, altamente empregadas no campo da informática, engenharia de tecidos, fabricação de embalagens, biotecnologia (SENA *et al.*, 2021; ALMEIDA *et al.*, 2015) e na área das ciências médicas (NAJAFI-TARER *et al.*, 2018).

Dentre os diversos processos de sínteses de nanopartículas de prata (AgNPs), os métodos por redução química de sais metálicos ou íons metálicos na presença dos agentes redutores boroidreto ( $\text{BH}_4^-$ ) e citrato de sódio ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ ), são considerados mais comuns (SENA *et al.*, 2021; DURÁN *et al.*, 2019). No entanto, pesquisas demonstraram que tais processos possuem várias limitações, por serem lentos, de custo elevado, e por envolverem o uso de reagentes químicos prejudiciais ao meio ambiente (RAJA; RAMESHI; THIVAHARAN, 2017).

Visando essas desvantagens, os “métodos verdes”, têm surgido como uma alternativa a síntese convencional, uma vez que reduz a produção de resíduos indesejáveis e conseqüentemente evita a poluição (SENA *et al.*, 2021). São considerados economicamente viável e ecologicamente corretos, baseados no verde, onde emprega-se agentes redutores de recursos vegetais, bem como extratos de plantas e óleos essenciais (MACIEL *et al.*, 2020). Em geral, a composição dessas matrizes, são ricas em flavonoides, terpenos, alcaloides, fenólicos e sacarídeos capazes de reduzir e estabilizar os íons metálicos formando as nanopartículas de prata (GUIMARÃES; AMARANTE; OLIVEIRA, 2021).

Dentro desse contexto, encontram-se na literatura diversos relatos sobre diferentes espécies de plantas e óleos essenciais, que se destacam por serem fonte de compostos bioativos (ANDRÉ *et al.*, 2018) e por apresentarem excelentes propriedades antibacterianas, antifúngicas, antivirais, anti-inflamatórias e antioxidantes (BURT, 2004; ZHANG *et al.*, 2021; REHMAN, 2021). Dentre as quais são citadas *Origanum vulgare* (DA ROSA *et al.*, 2020), *Myristica fragrans* (VILAS; PHILIP; MATHEW, 2014), *Azadirachta indica* (NAZERUDDIN *et al.*, 2014) *Rosmarinus officinalis L* (AMARAL *et al.*, 2019), *Syzygium aromaticum L* (COSTA *et al.*, 2011), *Cymbopogon martinii* (JUMMES *et al.*, 2020) e *Piper divaricatum* (SILVA *et al.*, 2014).

No que tange a espécie *Piper divaricatum* (Piperaceae), é reportado inúmeros benefícios e aplicações através de seu óleo essencial (SOUSA EM *et al.*, 2018). No entanto, ainda não há relatos sobre sua utilização para produção de nanopartículas.

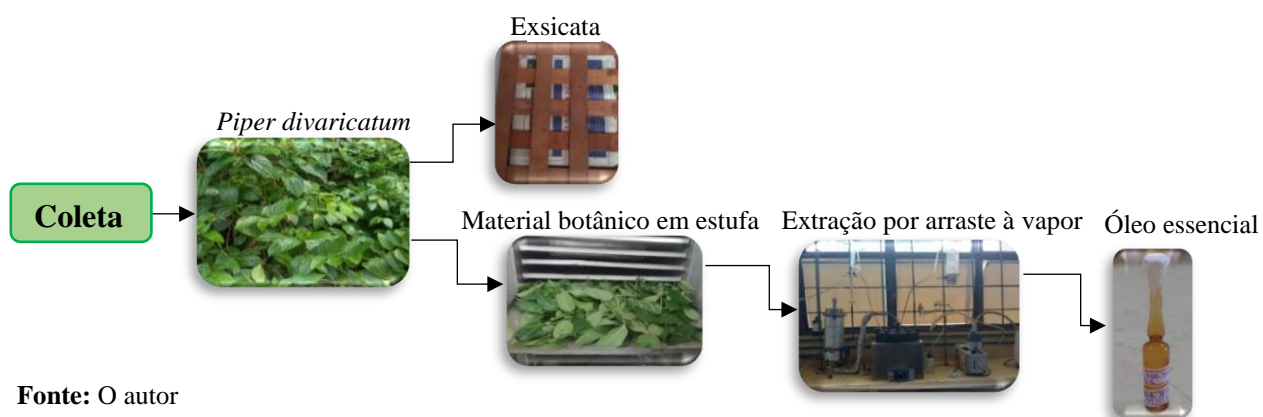
Diante do exposto, esse trabalho teve por objetivo realizar uma síntese verde de nanopartículas de prata (AgNPs), utilizando o óleo essencial da espécie *Piper divaricatum* como agente redutor dos íons metálicos. Além disso, buscou-se analisar a composição química do óleo essencial por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG/EM) e investigar por espectroscopia na região do ultravioleta-visível (UV-Vis) o comportamento das amostras de AgNPs produzidas com diferentes volumes do óleo essencial ao longo dos meses.

## 2 MATERIAS E MÉTODOS

### 2.1 Coleta/processamento do material botânico e extração do óleo essencial da espécie *Piper divaricatum*

A espécie *Piper divaricatum* foi coletada na cidade universitária Prof. José da Silveira Netto/Guamá, no Campus da Universidade Federal do Pará (UFPA), conforme as técnicas descritas por Rotta, Carvalho e Zonta (2008). Posteriormente, realizou-se a preparação da exsicata de acordo com Freitas *et al.* (2021). Em seguida, as folhas e ramos finos do material botânico coletado foram depositados sobre bandejas e secas em estufa, sob uma temperatura de 40°C e ventilação constante durante cinco dias. Após esse período, o mesmo foi triturado em moinho de facas e embalado para a extração, que foi realizada pela técnica de arraste à vapor durante 3 horas, seguindo o método de Cassel *et al.* (2009). O óleo obtido foi centrifugado durante 4 minutos a 4.000 rpm, e desidratado com Sulfato de sódio anidro (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), sendo acondicionado em ampola de vidro âmbar, na ausência de oxigênio, etiquetado e conservado em ambiente refrigerado entre 5 e 10°C. Os procedimentos realizados durante esse processo estão descritos de maneira sucinta no fluxograma 1.

**Fluxograma 1:** Coleta da espécie e extração do óleo essencial



Fonte: O autor

### 2.2 Análise da composição química do óleo essencial

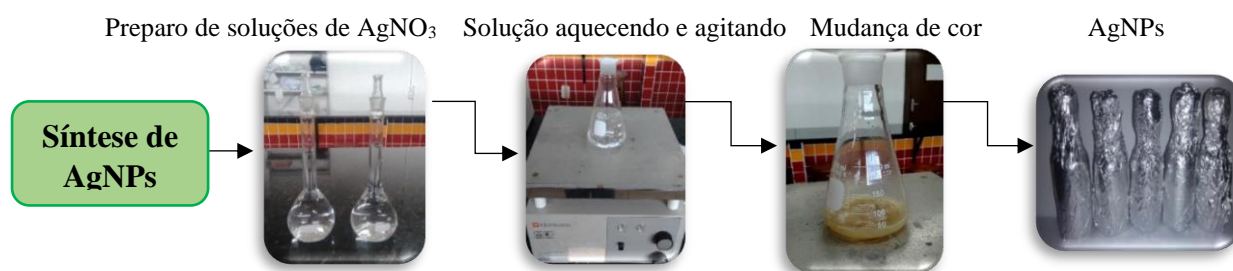
A composição química do óleo essencial foi investigada por cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas (CG/EM) em sistema (SHIMADZU Qp Plus-2010, Tóquio, Japão) equipado com coluna capilar de sílica DB-5MS (30 m x 0,25 mm; 0,25 µm de espessura do filme) nas seguintes condições operacionais: gás de arraste: hélio, em velocidade linear de 36,5 cm.s<sup>-1</sup>; tipo de injeção: sem divisão de fluxo (2µL de óleo em 0,5 ml de hexano); temperatura do injetor: 250°C, programa de temperatura da fonte de íons e outras partes 220°C. O filtro de quadrupolo varreu na faixa de 39 a 500 daltons.s<sup>-1</sup>. A ionização foi obtida pela técnica de impacto eletrônico a 70 eV. A

identificação dos componentes voláteis foi baseada no Índice de retenção Linear (IR), e no padrão de fragmentação observado nos espectros de massas por comparação destes com amostras autênticas existentes nas bibliotecas do sistema de dados (NIST-11, FFNSC-2) e da literatura (ADAMS, 2007). Os IR foram obtidos utilizando a série homóloga de n-alcenos.

### 2.3 Síntese e caracterização de nanopartículas de prata (AgNPs)

A síntese de AgNPs foi realizada conforme a metodologia reportada por Vilas; Philip e Mathew (2014), porém passando por algumas modificações. Para síntese, preparou-se uma solução de  $\text{AgNO}_3$  na concentração de  $0,31 \text{ mmol.L}^{-1}$ , cujo o pH foi ajustado para 8 utilizando NaOH e KOH a  $0,1 \text{ mol.L}^{-1}$ . Posteriormente, o óleo essencial foi previamente diluído em acetona na proporção de 0,5/85 (v/v). Na sequência, transferiu-se cinco amostras de 30 mL da solução para uma chapa de aquecimento, onde permaneceram até atingir seu estado de ebulição ( $100^\circ\text{C}$ ). Ainda estando quente, às mesmas foram levadas rapidamente para um agitador magnético, no qual foi adicionado gota a gota diferentes volumes do óleo essencial (1, 2, 3 e 4 mL respectivamente), para cada amostra, substituindo a base para o ajuste do pH. As soluções permaneceram agitando vigorosamente por 30 minutos, resultando na mudança de cor (incolor para amarelo). Ao final, foram adicionadas em frascos, envolvidas em folhas de papel alumínio, para impedir a degradação, e armazenadas em ambiente refrigerado a  $\pm 6^\circ\text{C}$ . Para uma melhor visualização dos procedimentos realizados, o fluxograma 2 expõe de maneira breve as etapas desenvolvidas durante esse processo.

**Fluxograma 2:** Procedimento experimental para obtenção de AgNPs



**Fonte:** O autor

As soluções obtidas foram caracterizadas por espectroscopia do ultravioleta-visível (UV-Vis), através de um espectrofotômetro (SHIMADZU-Modelo UV-1800, Tóquio, Japão) em modo de varredura, em uma faixa de comprimento de onda de leitura de 300 a 800 nm, utilizando-se água destilada como branco. As amostras foram lidas à temperatura ambiente ( $25 \pm 2$ )  $^\circ\text{C}$  em uma cubeta de quartzo de caminho ótico de 1cm, usando o software (UVProb 2.43), sendo observadas após terem

sejam sintetizadas no tempo zero ( $t=0$ ) e após decorrido 30, 60, 90 e 120 dias, a fim de verificar a estabilidade das nanopartículas quanto a tendência agregativa.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

#### 3.1 Composição química do óleo essencial

A composição química do óleo essencial da espécie *Piper divaricatum* obtida por CG/EM está exposta na Tabela 1. Através da análise, os componentes majoritários do óleo foram quantificados e classificados como fenilpropanóides. Os resultados apontaram uma quantidade bem diversificada de compostos, destacando o metil-Eugenol ( $C_{11}H_{14}O_2$  / 38.17%) e o Eugenol ( $C_{10}H_{12}O_2$  / 24.74%) como constituintes encontrados em maior abundância no óleo essencial. O segundo componente majoritário (Eugenol), trata-se de um composto fenólico frequentemente relatado na literatura por apresentar atividade antibacteriana (THIHARA *et al.*, 2016), suas estruturas são acompanhadas pelos grupos hidroxila que são fundamentais para redução dos íons metálicos, resultando na formação das nanopartículas de prata (MACIEL *et al.*, 2020).

**Tabela 1:** Composição química do óleo essencial de *Piper divaricatum*

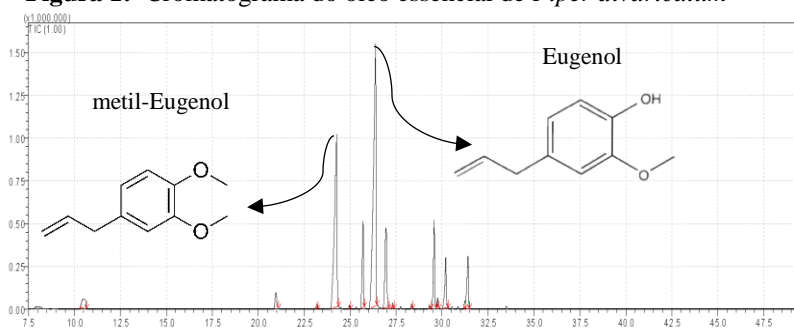
| TR            | IR          | Constituinte           | Conc.        |
|---------------|-------------|------------------------|--------------|
| 10.500        | 1048        | E - beta - Ocimeno     | 2.01         |
| 20.967        | 1289        | Safrol                 | 1.72         |
| 23.192        | 1339        | Delta - Elemeno        | 0.35         |
| <b>24.267</b> | <b>1363</b> | <b>Eugenol</b>         | <b>24.74</b> |
| 24.958        | 1378        | alfa - Copaeno         | 0.26         |
| 25.700        | 1395        | beta - Elemeno         | 6.56         |
| <b>26.383</b> | <b>1411</b> | <b>metil - Eugenol</b> | <b>38.17</b> |
| 26.950        | 1424        | E - Cariofileno        | 8.34         |
| 27.317        | 1433        | Beta - Copaeno         | 0.22         |
| 28.342        | 1457        | alfa - Humuleno        | 0.28         |
| 29.325        | 1480        | gama - Muuroleno       | 0.24         |
| 29.575        | 1486        | Germacreno D           | 6.74         |
| 29.758        | 1490        | Valenceno              | 0.66         |
| 30.200        | 1500        | Biciclogermacreno      | 4.53         |
| 31.242        | 1526        | delta - Cadineno       | 0.57         |
| 31.417        | 1530        | Acetato de Eugenil     | 4.61         |

TR: Tempo de Retenção; IR: Índice de Retenção; Conc: Concentração do composto em %

Fonte: Museu Emílio Goeldi

O cromatograma referente a análise química do óleo essencial da espécie *Piper divaricatum* é apresentado na figura 1 a seguir, onde os compostos majoritários são indicados pelos picos maiores.

**Figura 1:** Cromatograma do óleo essencial de *Piper divaricatum*



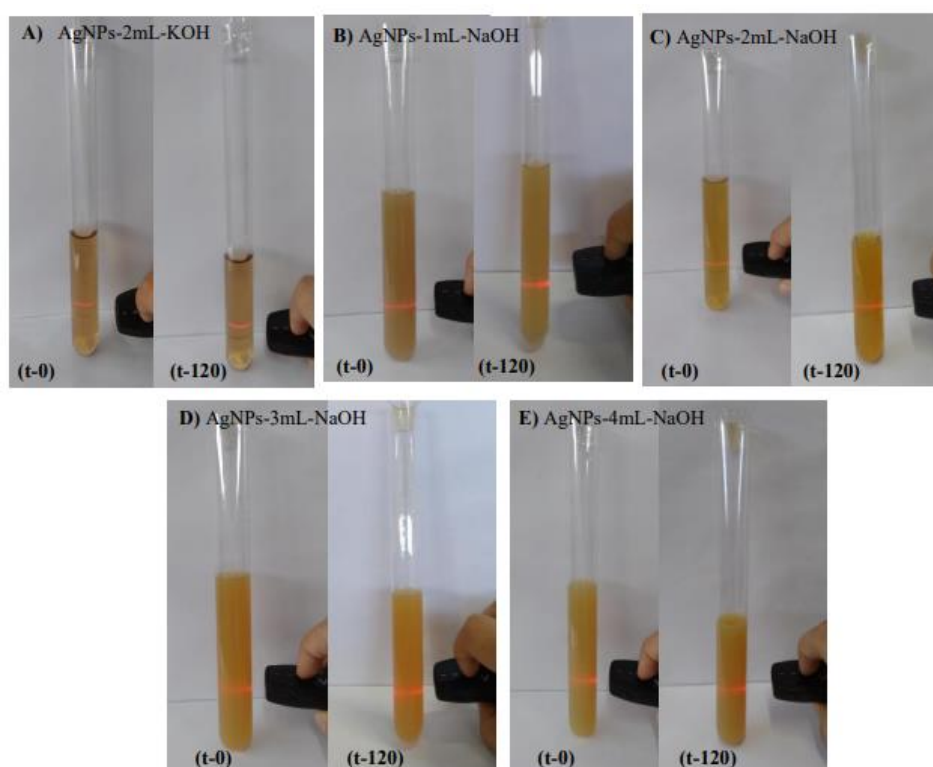
Fonte: Museu Emílio Goeldi

### 3.2 Obtenção e caracterização de nanopartículas de Prata (AgNPs) por espectroscopia do ultravioleta-visível (UV-Vis)

A formação de AgNPs ocorreu através da redução de  $\text{Ag}^+$  em  $\text{Ag}^0$  do nitrato de prata ( $\text{AgNO}_3$ ), mediante a utilização do óleo essencial de *Piper divaricatum*. Como já mencionado, o óleo em questão, possui um percentual bem significativo de Eugenol, e esse composto age como agente redutor, por meio da doação de prótons de sua estrutura, o que foi evidenciado após a transformação da coloração das soluções, que passaram de incolor para amarelo (CÂMARA; VIANA; VIANA, 2021; MACIEL *et al.*, 2019). De acordo com Almeida *et al.* (2015) a cor amarela observada na solução coloidal é decorrente da absorção da radiação eletromagnética em ressonância com a banda plasmons de superfície (SPR), ocasionada devido a oscilação coletiva do elétron de condução das partículas, em ressonância com a onda de luz incidente durante o processo de síntese (DADA *et al.*, 2019; MELO JR *et al.*, 2012).

Após a síntese tempo zero (t-0) e ao longo de 120 dias foi retroprojetado um feixe de luz através de um laser, nas cinco amostras de nanopartículas de prata produzidas com diferentes volumes do óleo essencial e da base, para o ajuste do pH. Notou-se que o feixe luminoso atravessou facilmente as amostras durante os meses propostos, como mostra as figuras 2 (A-E) o que pode ser explicado devido às soluções apresentarem partículas dispersas em tamanho nanométrico. Logo, é característico que ocorra o fenômeno denominado como espalhamento múltiplo ou efeito *Tyndall* (ALMEIDA, 2017; TOMA, 2009).

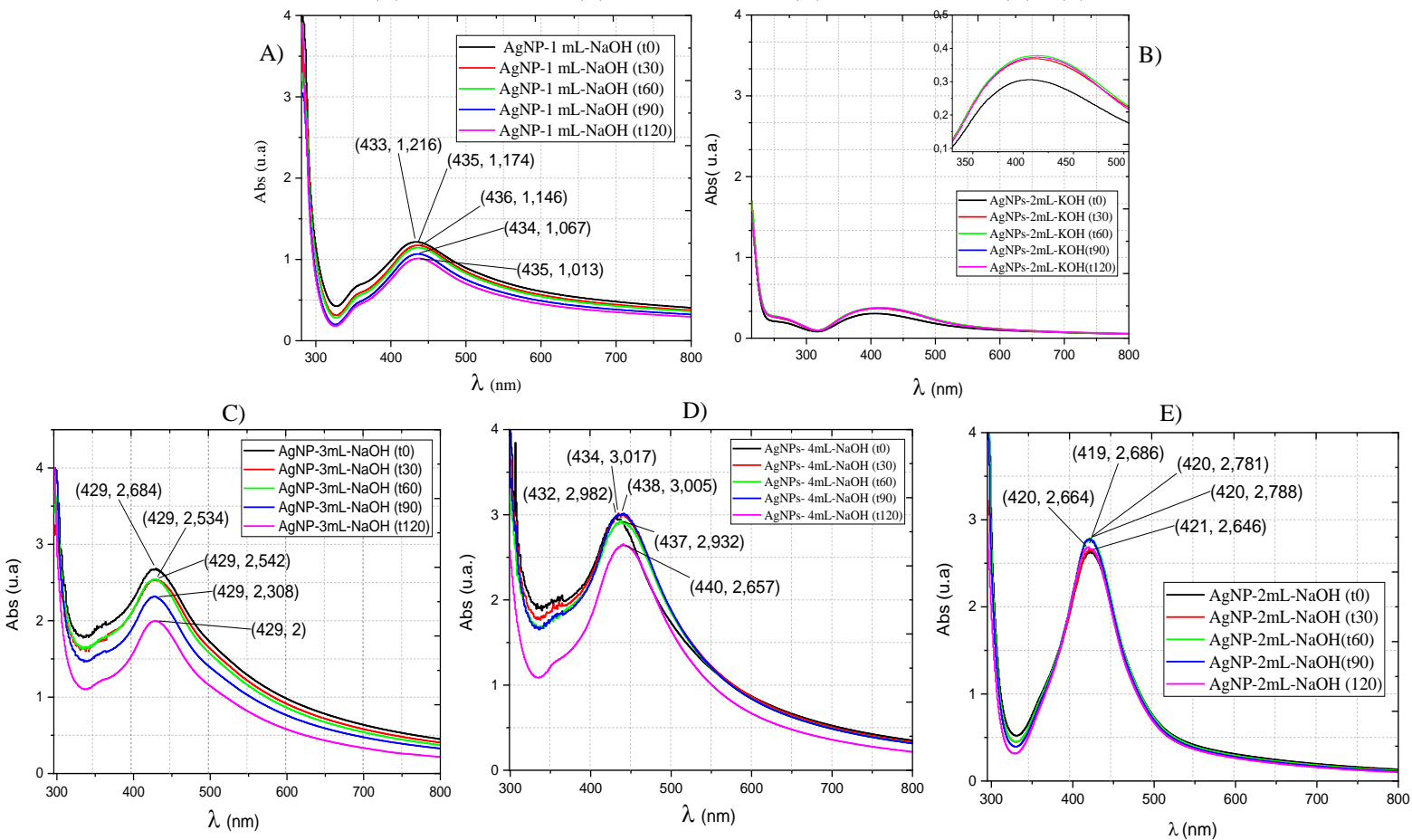
**Figura 2:** (A-E) Retroprojeção do feixe luminoso nas amostras de AgNPs



Fonte: O autor

A análise de espectroscopia UV-Vis verificou a formação de nanopartículas de prata pela banda plasmônica de superfície (SPR), onde intensidades máximas das mesmas, foram observadas em diferentes picos durante os tempos (t-0, t-30, t-60, t-90 e t-120 dias) como ilustrado na Figura 3. O aumento da intensidade da banda ocorre em virtude da variação dos volumes do óleo essencial utilizado durante as sínteses, o que ocasiona o aumento na formação das nanopartículas (VILAS; PHILIP; MATHEW, 2014). Os picos apresentados, foram de aproximadamente 412 nm, 429 nm, 434 nm, 435nm, 436 e 440 nm, indicando que houve formação de AgNPs para as diferentes condições de sínteses testadas. Resultados condizentes com os encontrados na literatura, ao apontar a formação da banda SPR para AgNPs no intervalo de 400 a 500 nm (ENDERLE *et al.*, 2018).

**Figura 3:** Leituras de espectroscopia UV-Vis para as amostras de AgNPs contendo (A) 1mL-óleo/NaOH, (B) 2mL-óleo/KOH, (C) 3mL-óleo/NaOH, (D) 4mL-óleo/NaOH (D) e (E) 2mL-óleo/NaOH



Fonte: O autor



#### 4 CONCLUSÃO

O presente estudo demonstrou uma síntese verde viável de nanopartículas de prata (AgNPs), a partir da utilização do óleo essencial da espécie *Piper divaricatum* como agente redutor.

Os resultados obtidos pela espectroscopia UV-Vis, evidenciaram a formação de AgNPs para todas as condições de sínteses testadas, quando comparados com os dados da literatura.

A quantidade do segundo composto majoritário (Eugenol) presente no óleo essencial, foi de suma importância para que houvesse a redução de  $\text{Ag}^+$  em  $\text{Ag}^0$ .

Portanto, destaca-se o óleo essencial de *Piper divaricatum*, como uma matriz promissora para a obtenção de AgNPs, sugerindo-se que estudos futuros também possam ser realizados com outras espécies de *Piper*, além do uso de análises complementares como Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET) e Dispersão Dinâmica de Luz (DLS) para se obter resultados adequados e com maior confiabilidade quanto à caracterização de nanopartículas.

## REFERÊNCIAS

- ADAMS, R.P. Identification of Essential Oil Components by Gas Chromatography/Mass Spectrometry. Carol Stream: **Allured Publishing Corporation**, 2007. 804 p.
- ALMEIDA, J.C.B. *et al.* Síntese e caracterização de nanopartículas de prata. **XXXVII ENEMP**. São Carlos-SP, out. 2015.
- ALMEIDA, E.S. **Biossíntese e caracterização de nanopartículas de prata por Fusarium oxysporum**. 2016. 149p. Dissertação (mestrado em engenharia Química)-Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis-SC, 2006.
- AMARAL, G.P. *et al.* Antibacterial and antioxidant effects of Rosmarinus officinalis L. extract and its fractions. **Journal of Traditional and Complementary Medicine**, v.9, p.383-392, 2019.
- ANDRÉ, W.P.P. *et al.* Óleos essenciais e seus compostos bioativos no controle de nematoides gastrintestinais de pequenos ruminantes. **Acta Scientiae Veterinariae**, 2018. 46: 1522.
- BURT, S. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods-a review. **International Journal of Food Microbiology**, v.94, ed.3, p. 223-253, 2004.
- CÂMARA, N.L.A.S; VIANA, D. S. F; VIANA, V.G.F. Síntese e caracterização de nanopartículas de prata estabilizada em extrato de Struthanthus flexicaulis Mart. (Erva-de-passarinho). **Rescart, Society and development**, v.10, n.14, 2021.
- CASSEL, E. *et al.* Steam distillation modeling of the essential oil extraction process. **Industrial crops and products**, v.29, n.1, p. 171-176, 2009.
- COSTA, A.R.T. *et al.* Ação do óleo essencial de Syzygium aromaticum (L.) Merr. & L.M.Perry sobre as hifas de alguns fungos fitopatogênicos. **Revista Brasileira de Plantas Mediciniais**, Botucatu, v. 13, n. 2, p. 240-245, 2011.
- DADA, A.O. *et al.* Silver nanoparticle synthesis by Acalypha wilkesiana extract: phytochemical screening, characterization, influence of operational parameters, and preliminary antibacterial testing. **Heliyon**, 5(10), e 02517, 2019.
- DA ROSA, C.G. *et al.* Application in situ of zein nanocapsules loaded with Origanum vulgare Linneus and Thymus vulgaris as a preservative in bread. **Food Hydrocolloides**. V.99, 2020, 105339.
- DURÁN, A.B. *et al.* Nanotoxicologia de nanopartículas de prata: toxicidade em animais e humanos. **Química Nova**, São Paulo, v.42, n. 2. p. 206-213, 2019.
- ENDERLE, J. *et al.* Otimização de síntese de nanopartículas de prata produzidas a partir de extrato de Chaptalia nutans. 2018, Santana do Livramento. **Anais do 10º SALÃO INTERNACIONAL DE ENSINO, PESQUISA E EXTENSÃO- SIEPE**, Santana do Livramento: 6 a 8 de nov. 2018.

FREITAS, J.G. *et al.* **Coleta de material botânico guia prático**, 2021. Disponível em:< <https://www.gov.br/insa/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes-do-insa/biodiversidade/guia-coleta-de-material-botanico.pdf>>. Acesso em: 10 de julho de 2022.

GUIMARÃES, M.L; AMARANTE, J.F; OLIVEIRA, H.P. A importância dos óleos essenciais na síntese verde de nanopartículas metálicas. **Revista Matéria**, v.26, n.3, 2021.

JUMMES, B. *et al.* Antioxidant and antimicrobial poly- $\epsilon$ -caprolactone nanoparticles loaded with *Cymbopogon martinii* essential oil. **Biocatal. Agric. Biotechnol**, v. 23, jan. 2020, 101499.

MACIEL, M.V.D.B. *et al.* *Syzygium aromaticum* L. (Clove) Essential Oil as a Reducing Agent for the Green Synthesis of Silver Nanoparticles. **Open Journal of Applied Sciences**, v.9, n.2, p.45-54, 2019.

MACIEL, M.V.O.B. *et al.* Green synthesis, características and antimicrobial activity of silver nanoparticles mediated by essential oils as reducing agents. **Biocatalysis and Agricultural Biotechnology**, Santa Catarina, v.28, 2020.

MELO JR, M.A. *et al.* Preparação de nanopartículas de prata e ouro: um método simples para a introdução da nanociência em laboratório de ensino. **Química nova**, Campinas-SP, v. 35, n. 9, p. 1872-1878, 2012.

NAJAFI-TAHER, R. *et al.* Promising Antibacterial Effects of Silver Nanoparticle-Loaded Tea Tree Oil Nanoemulsion: a Synergistic Combination Against Resistance Threat. **AAPS PharmSciTech**. 2018; 19(3):1133-40.

NAZERUDDIN, G.M. *et al.* Extracellular biosynthesis o silver nanoparticles using *Azadirachta indica* leaf extract and its anti-microbial activity. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 583, p.272-277, 2014.

RAJA, S; RAMESH, V; THIVAHARAN, V. Green biosynthesis of silver nanoparticles using *Calliandra haematocephala* leaf extrat, their antibacterial activity and hydrogen peroxide sensing capability. **Arabian Journal of Chemistry**, v. 10, n.2, p. 53-261, 2017.

ROTTA, E; CARVALHO, L.C; BELTRAMI, M.Z. Manual de prática de coleta e herborização de material botânico. Dados eletrônicos. Colombo: **Embrapa Florestas**, 2008.

REHMAN, A. *et al.* Biopolymer based nanoemulsion delivery system: An effective approach to boost the antioxidant potential of essential oil in food products. **Carbohydr Polym Technol Appl**. 2021.

SENA, A.E.C. *et al.* Síntese, caracterização e análise antimicrobiana de nanopartículas de prata utilizando extrato de *humirianthera ampla* como agente redutor. **SAJEBTT**, Rio Branco, v.8 n.2 (2021): Edição jan/abr. ISSN: 2446-4821.

SILVA, J.A. *et al.* Atividade antioxidante de *Piper arboreum*, *Piper dilatatum* e *Piper divaricatum*. **Rev. Bras. Pl. Med**, Campinas, v. 16, n.3, supl. I, p. 700-706, 2014.

SOUZA EM. *et al.* Rendimento e composição química do óleo essencial de *Piper divaricatum* em função da granulometria e métodos de extração. **XXX Congresso Brasileiro de Engenharia Química**. ENBEQ 2018. São Paulo-SP, 2018.

THIHARA, I.R.T. *et al.* **Atividade antibacteriana do eugenol sobre isolados clínicos de *Staphylococcus coagulase negativa* multirresistentes**. Londrina, 2016.

TOMA, Henrique E. O mundo nanométrico: a dimensão do novo século. **Oficina de textos**, 2009.

VILAS, V; PHILIP, D; MATHEW, J. Catalytically and biologically active Silver nanoparticles synthesized using essential oil. **Spectrochim**, v.132, p. 743-750, 2014.

ZHANG, C. *et al.* **Antioxidant, hepatoprotective and antifungal activities of black pepper (*Piper nigrum* L.) essential oil**. **Food Chem.** 2021;346: 128845.



# *Certificado*

Certificamos que **Dias, C.P.; Rosa, D.L.S.; Souza, G.S.; Franco, A.R.B.; Santos, I.S.; Ribeiro, A.F.; Paula, M.V.S.** apresentou(aram) o trabalho "Síntese de nanopartículas de prata mediada pelo óleo essencial da espécie *Piper divaricatum*" no **35º Congresso Latinoamericano de Química e 61º Congresso Brasileiro de Química**, realizados de 14 a 18 de Novembro de 2022, no Centro de Eventos do Windsor Flórida Hotel, na cidade do Rio de Janeiro, Brasil.

*Rio de Janeiro, 18 de Novembro de 2022.*

*Jorge Cardoso Messeder Presidente do 35º CLAQ*

*Florinda do Nascimento Cersósimo Presidente do 61º CBQ*

## ANEXO B- Certificado de apresentação de trabalho no 35º CLAQ e 61º CBQ




# *Certificado*




Certificamos que **Caroline Pena Dias** foi classificada em 1º lugar na XXXIII Jornada Brasileira de Iniciação Científica em Química, apresentando o trabalho “**Síntese de nanopartículas de prata mediada pelo óleo essencial da espécie Piper divaricatum**” no 35º Congresso Latino-americano de Química / 61º Congresso Brasileiro de Química, com carga horária de 36 horas, realizados de 14 a 18 de novembro de 2022, no Centro de Eventos do Windsor Flórida Hotel, na cidade do Rio de Janeiro, Brasil.

*Rio de Janeiro, 18 de novembro de 2022*

*Jorge Cardoso Messeder Presidente do 35º CLAQ*

*Florinda do Nascimento Cersósimo Presidente do 61º CBQ*



## Síntese de nanopartículas de prata mediada pelo óleo essencial da espécie *Piper divaricatum*

### Autores

<sup>1</sup>Dias, C.P.; <sup>2</sup>Rosa, D.L.S.; <sup>3</sup>Souza, G.S.; <sup>4</sup>Franco, A.R.B.; <sup>5</sup>Santos, I.S.; <sup>6</sup>Ribeiro, A.F.; <sup>7</sup>Paula, M.V.S.

### Resumo

Obtém-se nanopartículas de prata (AgNPs) por diferentes métodos, geralmente utiliza-se reagentes químicos de alto custo e potencialmente tóxicos. Por essa razão, esta pesquisa versa a preparação de AgNPs por um método "verde", empregando o óleo essencial de *Piper divaricatum* como agente redutor dos íons Ag<sup>+</sup>. Para a síntese, utilizou-se diferentes volumes do óleo essencial, tendo o AgNO<sub>3</sub> como precursor para formação das nanopartículas. As amostras foram caracterizadas por espectroscopia UV-Vis, onde apontou-se intensidades máximas da banda SPR para um intervalo de 400 a 500 nm, evidenciando a formação de AgNPs. Os resultados se mostraram satisfatórios para obtenção de AgNPs, destacando o referente óleo como uma matriz viável e de baixo custo, em relação aos agentes redutores nocivos.

### Palavras chaves

Nanopartículas de prata; Óleo essencial; Método verde

## Introdução

Os materiais nanoestruturados têm sido bastante investigado nos últimos anos. Parte desse fascínio ocorre devido as inúmeras propriedades e aplicações que esses materiais possuem quando reduzidos a escala nanométrica (ENDERLE et al., 2018; MELO JR et al., 2012). Dentre eles, destacam-se as nanopartículas metálicas, em especial as de Prata, altamente empregadas no campo da informática, engenharia de tecidos, fabricação de embalagens, biotecnologia (SENA et al., 2021; ALMEIDA et al., 2015) e na área das ciências médicas (NAJAFI-TARER et al., 2018). Dentre os diversos processos de sínteses de nanopartículas de prata (AgNPs), os métodos por redução química de sais metálicos ou íons metálicos na presença dos agentes redutores boroidreto e citrato de sódio, são considerados mais comuns (SENA et al., 2021; DURÁN et al., 2019). No entanto, pesquisas demonstraram que tais processos possuem várias limitações, por serem lentos, de custo elevado, e por envolverem o uso de reagentes químicos prejudiciais ao meio ambiente (RAJA; RAMESHI; THIVAHARAN, 2017). Visando essas desvantagens, os métodos biológicos, têm surgido como uma alternativa a síntese convencional, uma vez que reduz a produção de resíduos indesejáveis e consequentemente evita a poluição (SENA et al., 2021). São considerados economicamente viável e ecologicamente corretos, baseados no verde, onde emprega-se agentes redutores de recursos vegetais, bem como extratos de plantas e óleos essenciais (MACIEL et al., 2020). Em geral, a composição dessas matrizes, são ricas em flavonoides, terpenos, alcaloides, fenólicos e sacarídeos capazes de reduzir e estabilizar os íons metálicos formando as nanopartículas de prata (GUIMARÃES; AMARANTE; OLIVEIRA, 2021). Dentro desse contexto, encontram-se na literatura diversos relatos sobre diferentes espécies de plantas e óleos essenciais, que se destacam por serem fonte de compostos bioativos (ANDRÉ et al., 2018) e por apresentarem excelentes propriedades antibacterianas, antifúngicas, antivirais, anti-inflamatórias e antioxidantes (BURT, 2004; ZHANG et al., 2021; REHMAN, 2021). Dentre as quais são citadas *Origanum vulgare* (DA ROSA et al., 2020), *Myristica fragrans* (VILAS; PHILIP; MATHEW, 2014), *Azadirachta indica* (NAZERUDDIN et al., 2014) *Rosmarinus officinalis* L (AMARAL et al., 2019), *Syzygium aromaticum* L (COSTA et al., 2011), *Cymbopogon martinii* (JUMMES et al., 2020) e *Piper divaricatum* (SILVA et al., 2014). No que tange a espécie *Piper divaricatum* (Piperaceae), é reportado inúmeros benefícios e aplicações através de seu óleo essencial (SOUSA EM et al., 2018). No entanto, ainda não há relatos sobre sua utilização para produção de nanopartículas. Diante do exposto, esse trabalho teve por objetivo realizar uma síntese verde de nanopartículas de prata, utilizando o óleo essencial da espécie *Piper divaricatum* como agente redutor dos íons metálicos. Além disso, buscou-se analisar a composição química do óleo essencial por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG/EM), e investigar por espectroscopia na região do Ultravioleta-Visível (UV-Vis) o comportamento das amostras de AgNPs produzidas com diferentes volumes do óleo essencial ao longo dos meses.



## Material e métodos

A espécie *Piper divaricatum* foi coletada na cidade universitária Prof. José da Silveira Netto/Guamá, no Campus da Universidade Federal do Pará (UFPA), conforme as técnicas descritas por Rotta, Carvalho e Zonta (2008). Posteriormente, realizou-se a preparação da exsiccata de acordo com Freitas et al. (2021). Em seguida, as folhas e ramos finos do material botânico coletado foram depositados sobre bandejas e secas em estufa, sob uma temperatura de 40°C e ventilação constante durante cinco dias. Após esse período, o mesmo foi triturado em moinho de facas e embalado para a extração, que foi realizada pela técnica de arraste à vapor durante 3 horas, seguindo o método de Cassel et al. (2009). O óleo obtido foi centrifugado durante 4 minutos a 4.000 rpm, e desidratado com Sulfato de sódio anidro (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), sendo acondicionado em ampola de vidro âmbar, na ausência de oxigênio, etiquetado e conservado em ambiente refrigerado entre 5 e 10°C. A composição química do óleo essencial foi investigada por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (CG/EM) em sistema (SHIMADZU Qp Plus-2010, Tóquio, Japão). A síntese de AgNPs foi realizada conforme a metodologia reportada por Vilas; Philip e Mathew (2014), porém passando por algumas modificações. Para síntese, preparou-se uma solução de AgNO<sub>3</sub> na concentração de 0,31 mmol.L<sup>-1</sup>, cujo o pH foi ajustado para 8 utilizando NaOH e KOH a 0,1 mol.L<sup>-1</sup>. Posteriormente, o óleo essencial foi previamente diluído em acetona na proporção de 0,5:85 (v/v). Na sequência, transferiu-se cinco amostras de 30 mL da solução para uma chapa de aquecimento, onde permaneceram até atingir seu estado de ebulição (100°C). Ainda estando quente, as mesmas foram levadas rapidamente para um agitador magnético, no qual foi adicionado gota a gota diferentes volumes do óleo essencial (1, 2, 3 e 4 mL respectivamente), para cada amostra, substituindo a base para o ajuste do pH. As soluções permaneceram agitando vigorosamente por 30 minutos, resultando na mudança de incolor para amarelo. Ao final, foram adicionadas em frascos, envolvidas em folhas de papel alumínio, para impedir a degradação, e armazenadas em ambiente refrigerado a ± 6°C. As soluções obtidas, foram caracterizadas por espectroscopia do Ultravioleta- Visível (UV-Vis), através de um espectrofotômetro (SHIMADZU-Modelo UV-1800, Tóquio, Japão) em modo de varredura, em uma faixa de comprimento de onda de leitura de 200 a 800 nm, utilizando-se água destilada como branco. As amostras foram lidas à temperatura ambiente (25 ± 2°C) em uma cubeta de quartzo de caminho ótico de 1cm, usando o software (UVProb 2.43), sendo observadas após terem sido sintetizadas no tempo zero (t=0) e após decorrido 30, 60, 90 e 120 dias, a fim de verificar a estabilidade das nanopartículas quanto a tendência agregativa.

## Resultado e discussão

A composição química do óleo essencial da espécie *Piper divaricatum* obtida por CG/EM está exposta na Tabela 1. Através da análise, os componentes majoritários do óleo foram quantificados e classificados como fenilpropanóides. Os resultados apontaram uma quantidade bem diversificada de compostos, destacando o metil-Eugenol (38.17%) e o Eugenol (24.74%) como constituintes encontrados em maior abundância no óleo essencial. O segundo componente majoritário (Eugenol), trata-se de um composto fenólico frequentemente relatado na literatura por apresentar atividade antibacteriana (THIHARA et al., 2016), suas estruturas são acompanhadas pelos grupos hidroxila que são fundamentais para redução dos íons metálicos, resultando na formação de nanopartículas de prata (MACIEL et al., 2020). A formação de AgNPs ocorreu através da redução da Ag<sup>+</sup> em Ag<sup>0</sup> do nitrato de prata (AgNO<sub>3</sub>), mediante a utilização do óleo essencial de *Piper divaricatum*. Como já mencionado, o óleo em questão, possui um percentual bem significativo de Eugenol, e esse composto age como agente redutor, por meio da doação de prótons de sua estrutura, o que foi evidenciado após a transformação da coloração das soluções, que passaram de incolor para amarelo (CÂMARA; VIANA; VIANA, 2021; MACIEL et al., 2019). De acordo com Almeida et al. (2015) a cor amarela observada na solução coloidal é decorrente da absorção da radiação eletromagnética em ressonância com a banda plasmons de superfície (SPR), ocasionada devido a oscilação coletiva do elétron de condução das partículas, em ressonância com a onda de luz incidente durante o processo de síntese (DADA et al., 2019; MELO JR et al., 2012). Após a síntese tempo zero (t=0) e ao longo de 120 dias foi retroprojetado um feixe de luz através de um laser, nas cinco amostras de nanopartículas de prata produzidas com diferentes volumes do óleo essencial e da base, para o ajuste do pH. Notou-se que o feixe luminoso atravessou facilmente as amostras durante os meses propostos, como mostra as figuras 1(A-B-C-D e E) o que pode ser explicado devido as soluções apresentarem partículas dispersas em tamanho nanométrico. Logo, é característico que ocorra o fenômeno denominado como espalhamento múltiplo ou efeito Tyndall (ALMEIDA, 2017; TOMA, 2009). A análise de espectroscopia UV-vis verificou a formação de nanopartículas de prata pela banda plasmônica de superfície (SPR), onde intensidades máximas da mesma, foi observada em diferentes picos durante os tempos (t=0, t=30, t=60, t=90 e t=120 dias) como ilustrado na Figura 2. O aumento da intensidade da banda ocorre em virtude da variação dos volumes do óleo essencial utilizado durante as sínteses, o que ocasiona o aumento na formação das nanopartículas (VILAS; PHILIP; MATHEW, 2014). Os picos apresentados, foram de aproximadamente 412 nm, 429 nm, 434 nm, 435nm, 436 e 440 nm, indicando que houve formação de AgNPs para as diferentes condições de sínteses testadas. Resultados condizentes com os encontrados na literatura, ao apontar a formação da banda SPR para AgNPs no intervalo de 400 a 500 nm (ENDERLE et al., 2018).

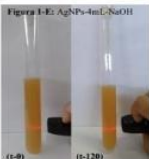
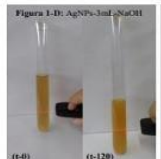
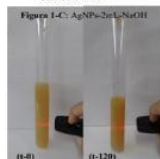


Figura 1

Tabela 1: Composição química do óleo essencial de *Piper divaricatum*

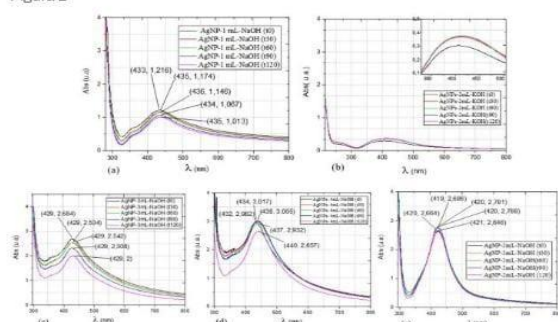
| TR     | IR   | Componente           | Conc. |
|--------|------|----------------------|-------|
| 10,500 | 1260 | E - beta - Clonimeno | 2,01  |
| 20,967 | 1260 | Betofol              | 1,72  |
| 23,392 | 1319 | delta - Elemeno      | 0,15  |
| 24,267 | 1363 | Eugenol              | 24,74 |
| 24,558 | 1379 | alpha - Copaeno      | 0,26  |
| 25,700 | 1395 | beta - Elemeneno     | 0,56  |
| 26,390 | 1451 | metil - Eugenol      | 26,17 |
| 26,519 | 1451 | E - Camofileno       | 8,14  |
| 27,117 | 1451 | Beta - Copaeno       | 0,22  |
| 28,342 | 1457 | alpha - Elemeno      | 0,28  |
| 29,125 | 1499 | gamma - Elemeno      | 0,28  |
| 29,575 | 1486 | Carvomenteno D       | 0,74  |
| 29,774 | 1486 | Carvomenteno         | 0,64  |
| 30,200 | 1500 | Bisabogenoleno       | 4,55  |
| 31,242 | 1510 | delta - Cadineno     | 0,57  |
| 31,242 | 1510 | Acetato de Eugenol   | 4,51  |

Fonte: LADMO



Análise química do óleo essencial (Tabela 1) Retoprojeção do feixe luminoso nas amostras de AgNPs (Figura 1(A-E-C-D-E)).

Figura 2



Leituras de espectroscopia UV-Vis para as amostras de AgNPs contendo 1mL-NaOH (A), 2mL-KOH (B), 3mL-NaOH (C), 4mL-NaOH (D) e 2mL-NaOH (E).

## Conclusões

O presente estudo demonstrou uma síntese verde viável de nanopartículas de prata, a partir do óleo essencial da espécie *Piper divaricatum*. Os resultados obtidos pela espectroscopia UV-vis, apresentaram intensidades máximas da banda SPR, para um intervalo de 400 a 500 nm, evidenciando a formação de AgNPs para todas as condições de sínteses testadas. A quantidade do segundo composto majoritário (Eugenol) presente no óleo essencial, foi de suma importância para que houvesse a redução de Ag<sup>+</sup> em Ag<sup>0</sup>. Portanto, destaca-se o óleo essencial de *Piper divaricatum*, como uma matriz promissora para a obtenção de AgNPs, uma vez que é de baixo custo e minimiza os resíduos indesejáveis ao meio ambiente.

## Agradecimentos

Os autores agradecem a Universidade Federal do Pará, a Faculdade de Química/Campus Ananindeua, ao LEPRON e laboratório de espectrofotometria da Faculdade de Engenharia Química/Guamá, ao PIBIC, PROPESP, ao CNPq e a PROEX.

## Referências

ANDRÉ, W.P.P. et al. Óleos essenciais e seus compostos bioativos no controle de nematoides gastrintestinais de pequenos ruminantes. *Acta Scientiae Veterinariae*, 2018, 46: 1522.

AMARAL, G.P. et al. Antibacterial and antioxidant effects of *Rosmarinus officinalis* L. extract and its fractions. *Journal of Traditional and Complementary Medicine*, v.9, p.383-392, 2019.

ALMEIDA, J.C.B. et al. Síntese e caracterização de nanopartículas de prata. XXXVII ENEMP. São Carlos-SP, out. 2015.

ALMEIDA, E.S. Biossíntese e caracterização de nanopartículas de prata por *Fusarium oxysporum*. 2016. 149p. Dissertação (mestrado em engenharia Química)-Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis-SC, 2006.

BURT, S. Essential oils: their antibacterial properties and potential applications in foods-a review. *International Journal of Food Microbiology*, v.94, ed.3, p. 223-253, 2004.

COSTA, A. R. T. et al. Ação do óleo essencial de *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & L.M.Perry sobre as hifas de alguns fungos fitopatogênicos. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais, Botucatu*, v. 13, n. 2, p. 240-245, 2011.

CÂMARA, N.L.A.S.; VIANA, D.S.F.; VIANA, V.G.F. Síntese e caracterização de nanopartículas de prata estabilizada em extrato de *Struthanthus flexicaulis* Mart. (Erva-de-passarinho). *Research, Society and development*, v.10, n.14, 2021.

CASSEL, E. et al. Steam distillation modeling of the essential oil extraction process. *Industrial crops and products*, v.29, n.1, p. 171-176, 2009

DADA, A. O. et al. Silver nanoparticle synthesis by *Acalypha wilkesiana* extract: phytochemical screening, characterization, influence of operational parameters, and preliminary antibacterial testing. *Heliyon*, 5(10), e 02517, 2019.

DA ROSA, C.G. et al. Application in situ of zein nanocapsules loaded with *Origanum vulgare* Linneus and *Thymus vulgaris* as a preservative in bread. *Food Hydrocolloides*. V.99, 2020, 105339.

DURÁN, A. B. et al. Nanotoxicologia de nanopartículas de prata: toxicidade em animais e humanos. *Química Nova*, São Paulo, v.42, n. 2. p. 206-213, 2019.

ENDERLE, J. et al. Otimização de síntese de nanopartículas de prata produzidas a partir de extrato de *Chaptalia nutans*. 2018, Santana do Livramento. Anais do 10º SALÃO INTERNACIONAL DE ENSINO, PESQUISA E EXTENSÃO- SIEPE, Santana do Livramento: 6 a 8 de nov. 2018.

FREITAS, G.J. et al. Coleta de material botânico guia prático, 2021. Disponível em: < <https://www.gov.br/insa/pt-br/centrais-de-conteudo/publicacoes-do-insa/biodiversidade/guiacoleta-de-material-botanico.pdf> >. Acesso em: 10 de julho de 2022.

GUIMARÃES, M.L.; AMARANTE, J.F.; OLIVEIRA, A importância dos óleos essenciais na síntese verde de nanopartículas metálicas. *Revista Matéria*, v.26, n.3, 2021.

JUMMES, B. et al. Antioxidant and antimicrobial poly-ε-caprolactone nanoparticles loaded with *Cymbopogon martinii* essential oil. *Biocatal. Agric. Biotechnol*, v. 23, jan. 2020, 101499.

MACIEL, M.V.D.B. et al. *Syzygium aromaticum* L. (Clove) Essential Oil as a Reducing Agent for the Green Synthesis of Silver Nanoparticles. *Open Journal of Applied Sciences*, v.9, n.2, p.45-54, 2019.

MACIEL, M.V. O.B. et al. Green synthesis, características and antimicrobial activity of silver nanoparticles mediated by essential oils as reducing agentes. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, Santa Catarina, v.28, set. 2020.

MELO JR, M. A. et al. Preparação de nanopartículas de prata e ouro: um método simples para a introdução da nanociência em laboratório de ensino. *Química nova*, Campinas - SP, v. 35, n. 9, p. 1872-1878, jul. 2012.

NAJAFI-TAHER R. et al. Promising Antibacterial Effects of Silver Nanoparticle-Loaded Tea Tree Oil Nanoemulsion: a Synergistic Combination Against Resistance Threat. *AAPS PharmSciTech*. 2018; 19(3):1133-40.

NAZERUDDIN, G.M. et al. Extracellular biosynthesis of silver nanoparticles using *Azadirachta indica* leaf extract and its anti-microbial activity. *Journal of Alloys and Compounds*, v. 583, p.272-277, jan. 2014.

RAJA, S; RAMESH, V; THIVAHARAN, V. Green biosynthesis of silver nanoparticles using *Calliandra haematocephala* leaf extract, their antibacterial activity and hydrogen peroxide sensing capability. *Arabian Journal of Chemistry*, v. 10, n.2, p. 53-261, fev. 2017.

ROTTA, E; CARVALHO, L.C; BELTRAMI, M.Z. Manual de prática de coleta e herborização de material botânico. Dados eletrônicos. - Colombo: Embrapa Florestas, 2008.

REHMAN, A. et al. Biopolymer based nanoemulsion delivery system: An effective approach to boost the antioxidant potential of essential oil in food products. *Carbohydr Polym Technol Appl*. 2021;2 :100082.

SENA, A.E.C. et al. Síntese, caracterização e análise antimicrobiana de nanopartículas de prata utilizando extrato de *humirianthera ampla* como agente redutor. *SAJEBTT*, Rio Branco, v.8 n.2 (2021): Edição jan/abr. ISSN: 2446-4821.

SILVA, J.A. et al. Atividade antioxidante de *Piper arboreum*, *Piper dilatatum* e *Piper divaricatum*. *Rev. Bras. Pl. Med.*, Campinas, v. 16, n.3, supl. 1, p. 700-706, 2014.

SOUZA EM. et al. Rendimento e composição química do óleo essencial de *Piper divaricatum* em função da granulometria e métodos de extração. *XX Congresso Brasileiro de Engenharia Química. ENBE 2018*. São Paulo-SP, 2018.

THIHARA, I. R. T. et al. Atividade antibacteriana do eugenol sobre isolados clínicos de *Staphylococcus coagulase negativa* multirresistentes. Londrina, 2016.

TOMA, Henrique E. *O mundo nanométrico: a dimensão do novo século*. Oficina de textos, 2009.

VILAS, V; PHILIP, D; MATHEW, J. Catalytically and biologically active Silver nanoparticles synthesized using essential oil. *Spectrochim*, v.132, p. 743-750, nov. 2014.

ZHANG, C. et al. Antioxidant, hepatoprotective and antifungal activities of black pepper (*Piper nigrum* L.) essential oil. *Food Chem*. 2021;346:128845.

## Patrocinador Ouro



## Apoio

