

# NANOPARTÍCULAS DE CARBONO: SÍNTESE E PROPRIEDADES\*

Claudilene Ribeiro Chaves<sup>1</sup>  
Anderson Caires de Jesus<sup>2</sup>  
Bárbara Brenda de Almeida Costa<sup>3</sup>  
Ana Maria de Paula<sup>4</sup>  
Luiz Alberto Cury<sup>4</sup>  
Luiz Orlando Ladeira<sup>4</sup>

## Resumo

Nanopartículas de carbono são uma nova classe de nanomateriais fluorescentes que têm atraído bastante interesse por apresentarem alta estabilidade óptica, ajustáveis comprimentos de onda de excitação e emissão além de excelente biocompatibilidade. Neste trabalho, apresentamos um método de síntese de nanopartículas por carbonização hidrotermal de quitosana. O processo de síntese ocorre em solução aquosa, é biocompatível e de baixo custo.

**Palavras-chave:** Nanopartículas de carbono; Fluorescência; Quitosana; Biocompatibilidade.

## CARBON NANOPARTICLES: SYNTHESIS AND PROPERTIES

### Abstract

Carbon nanoparticles are a new class of fluorescent nanomaterials. Carbon nanoparticles have attracted considerable interest for having high optical stability, adjustable wavelengths of excitation and emission in addition to excellent biocompatibility. We present a method of synthesis of nanoparticles by hydrothermal carbonization chitosan. The synthesis process occurs in aqueous solution, is biocompatible and low cost.

**Keywords:** Carbon nanoparticles; Fluorescence; Chitosan; Biocompatibility.

<sup>1</sup> Doutora em Ciências de Materiais, Departamento de Física, ICEX, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil

<sup>2</sup> Graduação em Física, Departamento de Física, ICEX, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil

<sup>3</sup> Doutorado em Física, Departamento de Física, ICEX, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

<sup>4</sup> Doutor(a) em Física, Departamento de Física, ICEX, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil.

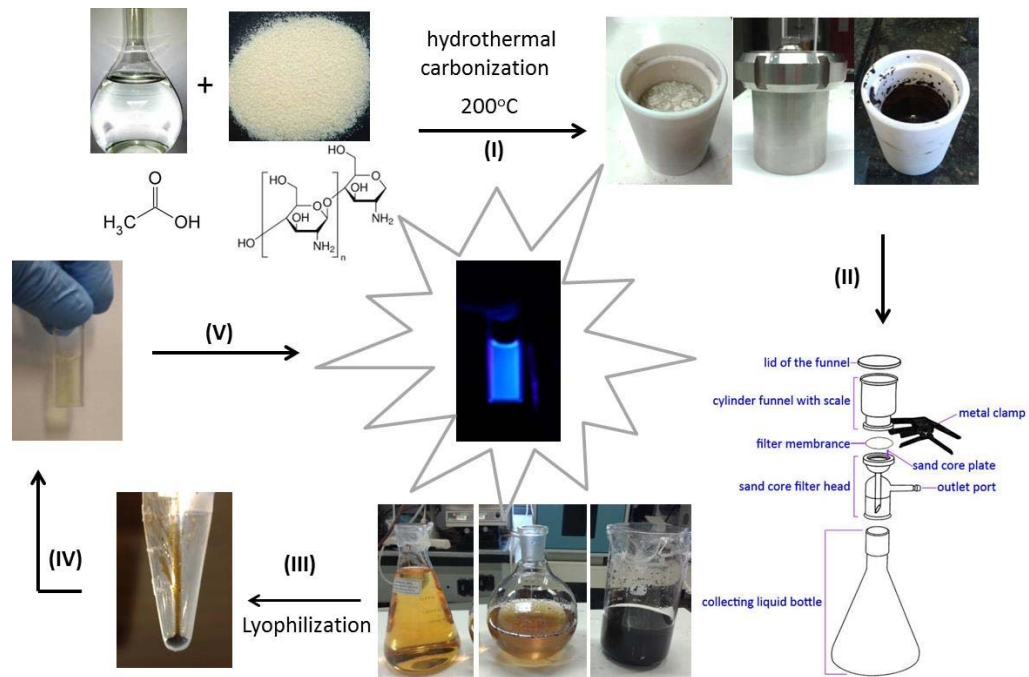
## 1 INTRODUÇÃO

Nanopartículas de carbono (NPsC) também conhecidas como Carbon Dots (CDots) são uma nova classe de materiais de carbono, solúveis em água, altamente fluorescentes, com diâmetros em torno de 10 nm. Estes nanomateriais foram obtidos pela primeira vez em 2004 através da purificação de nanotubos de carbono de parede única [1]. À partir daí, uma série de abordagens para a síntese de tais materiais têm sido desenvolvidos e relatados. NPsC exibem propriedades ópticas e eletrônicas muito interessantes que podem ser exploradas para diversas aplicações como em optoeletrônica, sensoriamento químico, fotocatalise e marcação biológica [2,3]. NPsC têm atraído muita atenção devido à sua alta fotoestabilidade, comprimento de onda de emissão sintonizável e excelente biocompatibilidade. Aplicações de biomateriais fluorescentes têm sido foco de muita pesquisa em várias áreas, como em biologia celular e biosensoriamento [4,5].

Neste trabalho, relatamos uma simples metodologia para obtenção de nanopartículas fluorescentes de carbono através da carbonização hidrotérmica de quitosana. A carbonização e funcionalização ocorre através da desidratação da quitosana na presença de ácido acético. O processo de síntese ocorre em solução aquosa e possui a vantagem de ser muito simples e barato. Testes de citotoxicidade também foram realizados em cultura de queratinócitos humanos.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Para o preparo das nanopartículas, foi usado o método de síntese hidrotermal, no qual a fonte de carbono é a quitosana, um polissacarídeo encontrado no exoesqueleto de crustáceos. A síntese ocorre em solução aquosa de ácido acético, a temperatura de 200°C. A carbonização e funcionalização ocorrem através da desidratação da quitosana, levando à formação de nanopartículas de carbono fluorescentes (Figura1). Um ponto característico desse método é que não é necessário um ácido forte como solvente, nem reagentes para passivação da superfície. As nanopartículas sintetizadas são altamente amino-funcionalizadas e o método de síntese tem a vantagem de ser aplicado em grande escala e com baixo custo. Os grupos funcionais na superfície dessas nanopartículas melhoram sua solubilidade em água e reduzem a biotoxicidade, o que é essencial para aplicações na biologia. Para melhor caracterização das nanopartículas obtivemos sínteses em diferentes tempos de tratamento térmico.

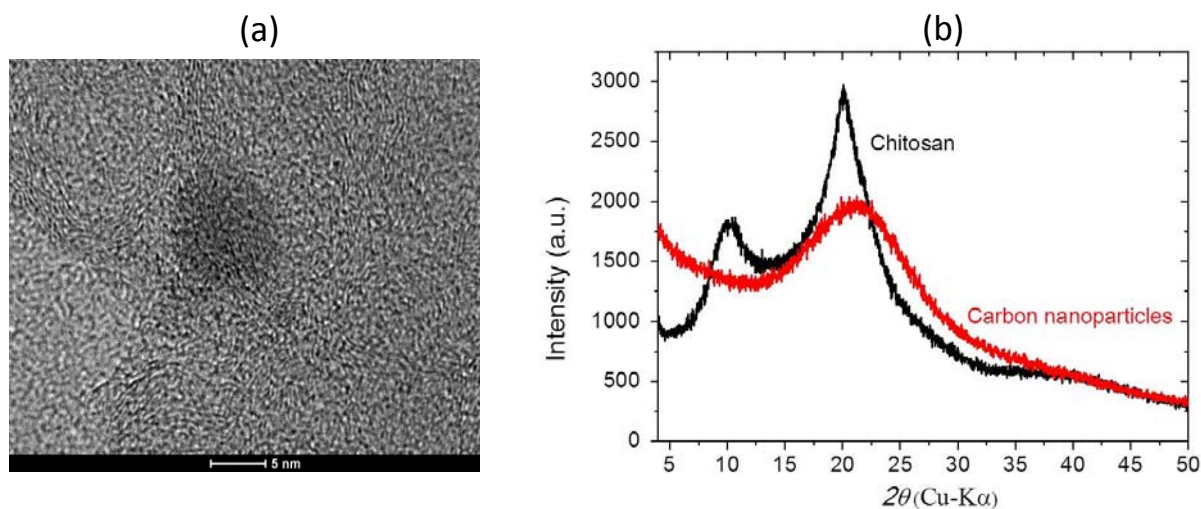


**Figura 1:** Obtenção de nanopartículas de carbono através da carbonização hidrotermal da quitosana.

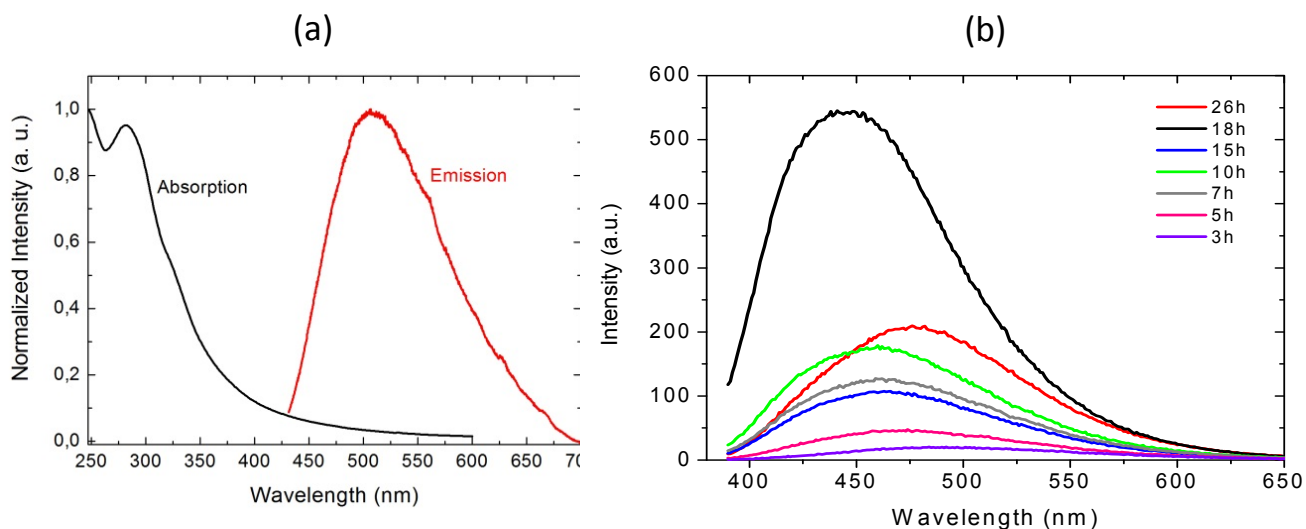
Para ensaio de citotoxicidade foram utilizados queratinócitos humanos da linhagem HaCat semeadas em placa multi-poços de 96W com densidade de inoculação de  $5 \times 10^{-4}$  células/poço. As concentrações de teste utilizadas foram 1 $\mu$ g, 5 $\mu$ g, 15 $\mu$ g, 30 $\mu$ g, 50 $\mu$ g, 80 $\mu$ g, 100 $\mu$ g, 150 $\mu$ g. Foi utilizado ensaio colorimétrico com MTT (methylthiazoleterazolium) (5mg/mL) para os intervalos de tempos de 24 e 48 horas. A densidade óptica foi determinada no comprimento de onda de 570nm.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Imagens de microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (*HRTEM*) revelaram uma distribuição monodispersa das nanopartículas de carbono, com tamanho médio entre 5-10 nm em diâmetro (Figura 2A). Análises de difração de Raios-X mostram que a quitosana tem um pico cristalino principal em  $2\theta = 20^\circ$  e um ombro amorfo em torno  $2\theta = 10^\circ$ . Após carbonização hidrotérmica, a cristalinidade da quitosana diminui e o padrão das NPsC mostrou um pico mais largo na  $2\theta = 23^\circ$ , revelando uma fase carbono amorfo (Figura 2B). A solução de nanopartículas apresenta característica amarelada, transparente a luz visível e apresenta forte luminescência no azul quando excitada com luz ultra-violeta. Suas propriedades ópticas mostraram alta absorção na região do UV, com um pico máximo centrado em 280nm. O espectro de fotoluminescência das nanopartículas depende do tamanho das mesmas e do comprimento de onda de excitação. Para excitação em 410nm, observamos um pico de fluorescência centrado em 510nm (Figura 3A). Os resultados mostram que as amostras submetidas à 18 horas de tratamento térmico apresentam maior intensidade de fotoluminescência (Figura 3B). Acredita-se que tal fotoluminescência seja devido à estados de superfície das nanopartículas.



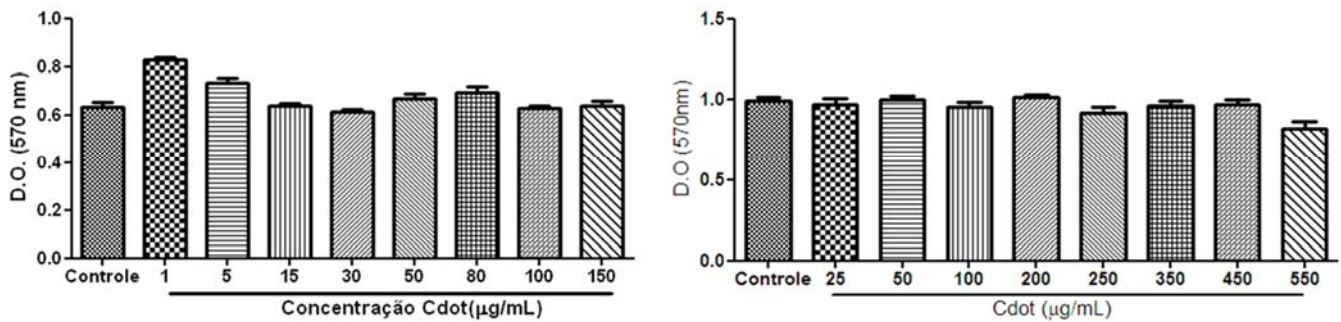
**Figura 2:** (a) Microscopia eletrônica de transmissão e (b) difratograma de raios-X da quitosana e nanopartículas de carbono.



**Figura 3:** (a) Espectro de absorção e fotoluminescência de nanopartículas de carbon ( $\lambda_{exc}$ . 410nm) e (b) Fotoluminescência das amostras com diferentes tempos de tratamento hidrotérmico (3, 5, 7, 10, 15, 18 e 26 horas).

A viabilidade das células do CNPs foi determinada por um ensaio (MTT). Na Figura 4 mostramos teste de citotoxicidade em células de queratinócitos com diferentes concentrações de nanopartículas de carbono após 24 e 48 horas. Resultados do teste mostram que as CNPs demonstram baixa citotoxicidade e não causou quaisquer efeitos tóxicos com concentrações de até 550 ng/mL.

24h



48h

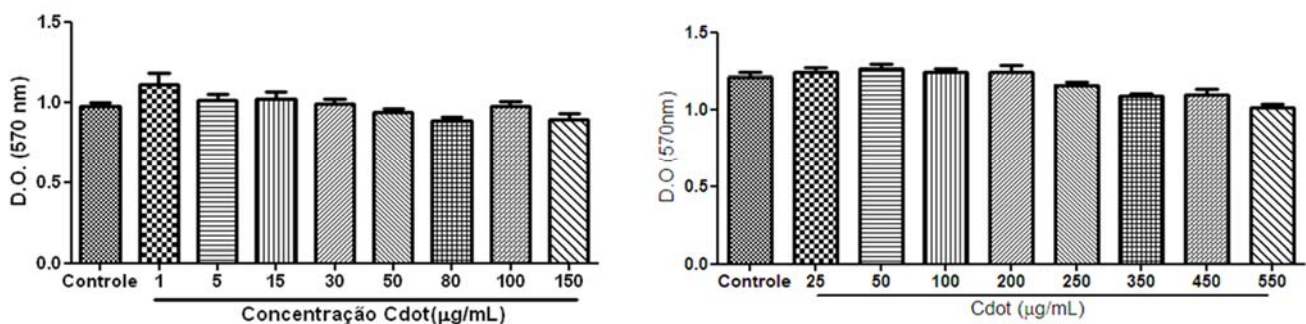


Figura 4: Ensaio de citotoxicidade em queratinócitos humanos após 24 e 48 horas de incubação

## 4 CONCLUSÃO

Este trabalho destaca o sucesso na obtenção e caracterização de nanopartículas altamente fluorescentes através de metodologia simples e de baixo custo. As amostras obtidas são solúveis em água e apresentam alta estabilidade após síntese. A melhor intensidade de fluorescência foi obtida com um tempo de 18 horas de tratamento hidrotérmico. Acredita-se que com este tempo de tratamento térmico as amostras apresentam-se com menos defeitos superficiais, ocasionando uma melhor intensidade de fotoluminescência. Estudos sobre a citotoxicidade destas nanopartículas as revelam como materiais promissores para aplicações biológicas uma vez que as NPs de carbono não afetou a densidade óptica, evidenciando boa viabilidade celular. Estudos de viabilidade celular sugere que as NPs de carbono exibe baixa citotoxicidade. Estes resultados sugerem que NPSc podem ser utilizadas para obtenção de imagens de materiais biológicos além de outras aplicações.

## Agradecimentos

Laboratório de Nanomateriais, CNPq, INCT de Carbono.

## REFERÊNCIAS

- 1 H. Li, Z. Kang, Y. Liu, S-T. Lee. J. Mater. Chem., (2012) 22
- 2 M.S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, Nanostruct. Mater. (1997) 9, 33–42.



- 3 M.S. Dresselhaus, *Annu. Rev. Mater. Sci.* (1997) 27 1–34.
- 4 X. Michalet, F. F. Pinaud, L. A. Bentolila, J. M. Tsay, S. Doose, J. J. Li, G. Sundaresan, A. M. Wu, S. S. Gambhir and S. Weiss, *Science* (2005) 307, 538–544.
- 5 S. Maruyama and Y. Kawanishi, *J. Mater. Chem.* (2002) 12, 2245–2249