

Nanopartículas de ouro e cobre como sondas para estudos dinâmicos por XPCS

Orientadora: Aline Ribeiro Passos

Unidade do CNPEM: Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

Resumo

Nanopartículas metálicas, como ouro e cobre, apresentam propriedades físico-químicas bem definidas, como elevado contraste em experimentos de espalhamento de raios X, estabilidade coloidal e possibilidade de controle fino de tamanho, forma e funcionalização superficial, o que as torna sondas ideais para estudos dinâmicos em escala nanométrica. Este projeto tem como objetivo a síntese e caracterização de nanopartículas de ouro e cobre com propriedades controladas para aplicação em experimentos de Espectroscopia de Correlação de Fótons de Raios X (XPCS). A proposta envolve o desenvolvimento de rotas de síntese reprodutíveis que permitam controlar o tamanho, a dispersão e a estabilidade das nanopartículas em diferentes meios. As partículas serão utilizadas como sondas em sistemas complexos resultantes de separação de fase líquido-líquido, como coacervados com aplicação em catálise e condensados de proteínas. Nesses sistemas, a determinação das propriedades viscoelásticas é desafiadora por métodos convencionais, como a reologia. O uso de XPCS permitirá acessar diretamente a dinâmica das nanopartículas dispersas nesses meios, possibilitando a extração de informações sobre difusão e propriedades viscoelásticas dos condensados. As nanopartículas serão caracterizadas por técnicas como UV-Vis, e Espalhamento de Raios X a Baixo Ângulo (SAXS) e microscopia eletrônica. O projeto oferece ao aluno formação em síntese de nanomateriais, caracterização estrutural e aplicação em experimentos avançados com luz síncrotron, em um contexto multidisciplinar.

Introdução

Nanopartículas metálicas de ouro e cobre são uma classe importante de materiais devido as numerosas aplicações na indústria química, biomédica, eletrônica, entre outras¹⁻³. Além de aplicações tradicionais, essas nanopartículas podem ser utilizadas como sondas para investigar a dinâmica de sistemas complexos, uma vez que seu movimento pode ser diretamente relacionado às propriedades do meio em que estão dispersas⁴. Sistemas resultantes de separação de fase líquido-líquido, como coacervados e condensados de proteínas, têm atraído crescente interesse em áreas como catálise e biologia. Esses sistemas apresentam comportamento viscoelástico complexo. Como as gotas da fase condensada estão dispersas em água, medidas de reologia convencional refletem a resposta do sistema como um todo, incluindo a fase condensada e o solvente, dificultando o acesso direto às propriedades da fase condensada. A Espectroscopia de Correlação de Fótons de Raios X (XPCS) permite acessar a dinâmica de partículas em escala nanométrica a partir da análise temporal do espalhamento coerente de raios X. Essa técnica fornece diretamente funções de correlação associadas ao movimento das partículas, possibilitando a determinação de coeficientes de difusão e o acesso a propriedades viscoelásticas locais. O uso de nanopartículas metálicas como sondas permite rastrear a dinâmica nesses meios e investigar a resposta da fase condensada de forma indireta, mas sensível^{5,6}. Para isso, é essencial o controle das propriedades das nanopartículas, como tamanho, dispersão e estabilidade em diferentes meios.

Estado da arte

O uso de técnicas de espalhamento de raios X coerente para o estudo da dinâmica da matéria mole tem avançado significativamente com o desenvolvimento de fontes síncrotron de

4ª geração. Em particular, o XPCS permite acessar a dinâmica de sistemas desordenados a partir da análise temporal do espalhamento, fornecendo funções de correlação diretamente relacionadas ao movimento das partículas. A utilização de nanopartículas como sondas em experimentos de XPCS tem se consolidado como uma abordagem para estudos de nanorreologia, especialmente em sistemas onde métodos convencionais não conseguem isolar as propriedades locais do material. Em sistemas resultantes de separação de fase líquido-líquido, como coacervados e condensados de proteínas, a fase condensada está dispersa em um meio contínuo, o que dificulta a determinação direta de suas propriedades viscoelásticas por técnicas macroscópicas. Nesse tipo de sistema, o uso de sondas coloidais permite acessar a dinâmica local por meio do movimento das partículas, possibilitando a extração de coeficientes de difusão e a inferência de propriedades viscoelásticas da fase condensada. A interpretação desses resultados depende diretamente das características das nanopartículas utilizadas, como tamanho, polidispersidade e interação com o meio. Nanopartículas de ouro são amplamente utilizadas devido à sua estabilidade coloidal e elevado contraste de espalhamento, enquanto nanopartículas de cobre apresentam interesse adicional devido ao menor custo, embora exijam maior controle sintético para evitar oxidação. A obtenção de sistemas coloidais estáveis e bem definidos é fundamental para sua aplicação como sondas em experimentos de XPCS.

Objetivos

O objetivo geral deste projeto é desenvolver e caracterizar nanopartículas metálicas de ouro e cobre para aplicação como sondas em estudos dinâmicos por XPCS em sistemas resultantes de separação de fase líquido-líquido.

Os objetivos específicos são:

- Desenvolver rotas de síntese reprodutíveis para nanopartículas de ouro e cobre com controle de tamanho e forma.
- Avaliar a estabilidade coloidal das nanopartículas em diferentes meios, incluindo sistemas de coacervados poliméricos para aplicação em catálise e condensados de proteínas.
- Aplicar as nanopartículas como sondas em experimentos de XPCS para investigar a dinâmica e extrair informações sobre propriedades viscoelásticas dos sistemas estudados.

Metodologia

A síntese das nanopartículas de ouro será realizada por métodos coloidais baseados na redução química de sais metálicos, incluindo rotas mediadas por sementes para controle de tamanho e forma. Para as nanopartículas de cobre, serão exploradas rotas sintéticas que minimizem a oxidação, com uso de agentes redutores e estabilizantes adequados. Serão avaliados parâmetros como concentração de precursores e condições de estabilização. As nanopartículas obtidas serão caracterizadas por espectroscopia UV-Vis, espalhamento de raios X a baixo ângulo (SAXS) e microscopia eletrônica, permitindo determinar tamanho, forma e dispersão. A estabilidade coloidal será investigada em da composição do meio, incluindo condições relevantes para formação de coacervados poliméricos e condensados de proteínas.

Experimentos de XPCS serão realizados para monitorar a dinâmica das nanopartículas em coacervados poliméricos e condensados de proteínas. A análise das funções de correlação permitirá determinar coeficientes de difusão e acessar informações sobre viscosidade efetiva e propriedades viscoelásticas locais da fase condensada.

Nesse projeto o aluno além do envolvimento com a pesquisa em físico-química de materiais, terá contato com técnicas modernas de caracterização utilizando luz síncrotron. O projeto será desenvolvido em um ambiente multidisciplinar onde o aluno terá contato com

outras atividades desenvolvidas no grupo Sapucaia bem como interação com outros grupos de pesquisa.

Cronograma de atividades

Atividades	Bimestre					
	1°	2°	3°	4°	5°	6°
Revisão bibliográfica	X	X	X	X	X	X
Síntese das nanopartículas de ouro e cobre	X					
Caracterização das nanopartículas	X	X				
Incorporação das nanopartículas nos condensados		X	X	X		
Caracterização da morfologia			X	X		
Caracterização por XPCS e SAXS			X		X	
Análise de dados				X	X	X
Redação de relatório			X			X

Referências

1. Sau, T. K. & Murphy, C. J. Room temperature, high-yield synthesis of multiple shapes of gold nanoparticles in aqueous solution. *J. Am. Chem. Soc.* **126**, 8648–8649 (2004).
2. Passos, A. R. *et al.* Three-dimensional strain dynamics govern the hysteresis in heterogeneous catalysis. *Nat. Commun.* **11**, 1–8 (2020).
3. Coşkuner Filiz, B. The role of catalyst support on activity of copper oxide nanoparticles for reduction of 4-nitrophenol. *Advanced Powder Technology* **31**, 3845–3859 (2020).
4. Striker, N. N. *et al.* XPCS at the microsecond frontier: diffusion of PEGylated nanoparticles in water. *Mater. Adv.* <https://doi.org/10.1039/D6MA00387G> (2026) doi:10.1039/D6MA00387G.
5. Reiser, M. *et al.* Photo-Controlled Dynamics and Transport in Entangled Wormlike Micellar Nanocomposites Studied by XPCS. *Macromolecules* **55**, 8757–8765 (2022).
6. Silva, C. E. P. *et al.* Distinguishing Protein Corona from Nanoparticle Aggregate Formation in Complex Biological Media Using X-ray Photon Correlation Spectroscopy. *Nano Lett.* **24**, 13293–13299 (2024).