

Síntesis sonoquímica de nanopartículas de CuO impregnadas en tejidos de algodón: Caracterización y actividad antimicrobiana

Kety León*, Alcides López, Javier Gago, José Solís

Laboratorio de Materiales, División Operativa de Materiales, Instituto Peruano de Energía Nuclear

Resumen

Aplicando ultrasonido a tejidos de algodón, en una solución de sulfato de cobre, se obtuvo nanopartículas de óxido de cobre impregnadas en el tejido. Las caracterizaciones por difracción de electrones muestran que el material formado consiste de las fases Cu_{64}O , Cu_4O y CuO , mientras que por difracción de rayos X se observa al CuO . La microscopía electrónica de transmisión presenta una naturaleza micro y nanoestructurada del óxido de cobre, variando desde nanoestructuras filiformes a nanopartículas esféricas, también se aprecia la formación de micropartículas porosas y crecimientos monocristalinos. Estos materiales al encontrarse adheridos a las fibras de algodón presentaron actividad antimicrobiana frente a las bacterias *S. aureus* en mayor grado y *E. coli* en menor grado.

Palabras Claves: Nanotecnología, impregnación, sonoquímica, óxido de cobre, actividad antimicrobiana

Abstract

Ultrasound has been applied to cotton fibers with a solution of copper sulphate to obtain copper oxide nanoparticles impregnated in the fibers. The electron diffraction characterizations show that the formed material consists of phases of Cu_{64}O , Cu_4O and CuO , by X ray diffraction the material is basically CuO . The transmission electron microscopy shows a micro and nanostructured copper oxide particles, changing from filiform nanostructures to ball nanoparticles, also it appreciates the formation of microparticles, porous and monocrystalline growths, having adhered to the cotton fibers, these materials presented antimicrobial activity against to the *S. aureus* bacteria in major grade than *E. coli*.

Key Words: Nanotechnology, impregnation, sonication, copper oxide, antimicrobial activity

1. Introducción

La nanotecnología es un campo interdisciplinario que está emergiendo y tiene aplicaciones en muchas áreas, como en la ciencia de los materiales, mecánica, electrónica, óptica, medicina, plásticos y en la industria textil. La producción de fibras funcionalizadas con partículas nanométricas es una área donde la nanotecnología tiene un gran impacto dentro de la industria textil [1,2,3,4].

Cuando las partículas tienen un tamaño nanométrico sus propiedades cambian drásticamente; son ampliamente conocidos los cambios que ocurren con la conductividad eléctrica, la dureza, el área superficial activa, la reactividad química y actividad biológica. El efecto bactericida de nanopartículas metálicas (Ag, Cu) y óxidos (ZnO , CuO) se deben a su tamaño y a que tiene una razón superficie-volumen mayor que las partículas micrométricas. Estas características le

permiten interactuar con las membranas de las bacterias, aparte del efecto debido al desprendimiento de iones metálicos[2].

Esta característica ha hecho posible la producción de una nueva generación de textiles antimicrobianos, usando procesos innovativos en la fijación de nanopartículas en las fibras. Estas nanopartículas alteran la superficie de la fibra y le imparten la función antimicrobiana. Las telas fabricadas con estas fibras funcionalizadas pueden usarse para el tratamiento de heridas y aplicaciones médicas en hospitales y otros lugares donde la presencia de bacterias es un peligro [3,4,5].

2. Parte Experimental

2.1 Impregnación con nanopartículas de CuO sobre tejido de algodón

Se utilizó gasa de algodón de 1.4 g y 10 x 10 cm el cual se colocó en un vaso y se le añadió

* Correspondencia autor: indel@ipen.gob.pe

una solución de sulfato de cobre 0.005M, preparada en otra solución de etanol:agua (1:4), después del cual se le aplicó ultrasonido por 1 h en una cubeta ultrasónica marca Branson Modelo MT 1510 (42 kHz, 75W) adquiriendo un color verde azulado, a los 5 minutos de la reacción se añadió una solución de amonio produciéndose un oscurecimiento y enturbiándose luego con un polvo marrón, concluida la acción ultrasónica se dejó reposar, después de 1h se reinició nuevamente la acción ultrasónica por 1 h. La solución y el tejido tomaron un color marrón oscuro. Finalmente, el tejido fue lavado vigorosamente para eliminar trazas de amonio y enjuagado con alcohol, y se dejó secar a temperatura ambiente.

2.2 Caracterización

Las nanopartículas fueron caracterizadas utilizando un Microscopio Electrónico de Transmisión (MET) Phillips EM 400 operando a 80 kV. Un microscopio de Fuerza Atómica (AFM) Nanosurf EASY SCAN 2 AFM System, la difracción de rayos X (DRX) fue obtenida en un equipo de Difracción de Rayos X (Rigaku, modelo Miniflex, utilizando el intervalo $10^\circ < 2\theta < 70^\circ$ con pasos 2θ de $0,02^\circ$).

2.3 Evaluación de la actividad antimicrobiana

Para la determinación de la actividad antimicrobiana en las gasas impregnadas con óxido de cobre se empleó el método de difusión en agar de Kirby Bauer, método que se fundamenta en la inhibición del crecimiento bacteriano mediante la difusión del principio activo en un medio de cultivo sólido, el mismo que se evidencia con la formación de zonas claras o halos de inhibición.

El inóculo se preparó a una turbidez equivalente a 0,5 de la escala de MacFarland y fue aplicado sobre la placa con la ayuda de una torunda estéril, cubriendo totalmente la superficie de la placa sin dejar zonas libres. Para aplicar el método Kirby Bauer o disco difusión se preparó un inóculo de 1×10^8 UFC/mL, se sembró el inóculo con la ayuda de una torunda sobre placas de agar Muller Hinton previamente incubadas.

Se cortaron pedazos de gasa de 1 cm^2 y se sembraron sobre las placas de agar Muller

Hinton, finalmente se incubaron a 37°C entre 18 y 24 h.

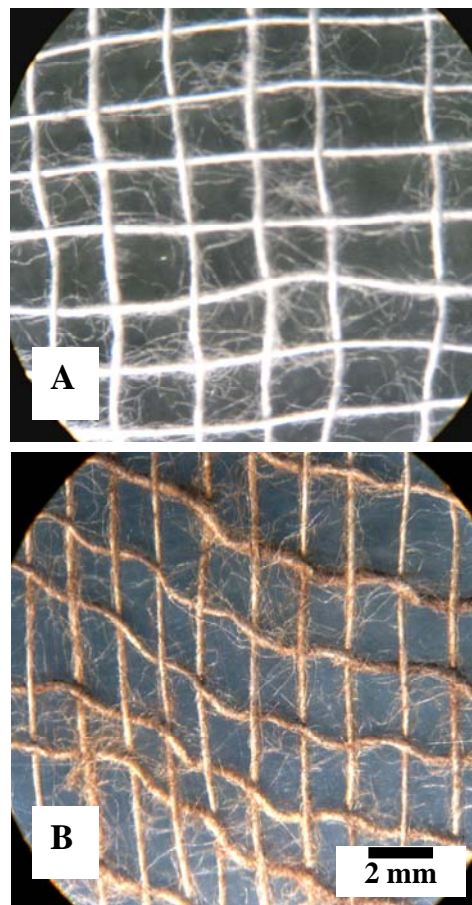


Figura 1. Micrografías de fibras de gasa de algodón A) Nueva sin impregnación y B) Impregnada con nanopartículas de óxido de cobre.

3. Resultados

3.1 Análisis por microscopía de luz, electrónica de transmisión, de fuerza atómica, difracción de electrones y de rayos X

Al microscopio de luz se ha podido observar aglomeramiento de partículas color marrón sobre y entre las fibras de los hilos, que le da un aspecto del mismo color a la gasa entera tal como se puede apreciar en la Figura 1. En el análisis por MET se ha observado las partículas suspendidas en el líquido y aquellas desprendidas de las fibras luego de un energético lavado. Las partículas suspendidas se han mostrado en forma de estructuras alargadas y ligeramente curvadas de algunas décimas de micra de ancho y entre 0.5 a $15 \mu\text{m}$ de longitud (Figura 2 a), las fases cristalinas concuerdan con las del Cu_6O ,

Cu_4O y CuO . En la tabla 1 se muestran las distancias interplanares obtenidos experimentalmente por medio de la difracción de electrones así como las distancias interplanares y las tarjetas de referencia. Adicionalmente, esta suspensión estuvo poblada de partículas nanoestructuradas con diámetros promedios menores a 100 nm y cuya fase más abundante coincidía con las del Cu_4O_3 (Figura 2b).

Las partículas desprendidas de las fibras muestran partículas esferoidales porosas con un diámetro promedio de 0.5 micras y poros de 100 nm aproximadamente con fases cristalinas correspondientes al Cu_{64}O , Cu_4O y CuO (Figura 3), otras partículas identificadas se muestran como monocristales (Figura 4) de tamaño micrométrico y fase coincidente con la del Cu_{64}O .

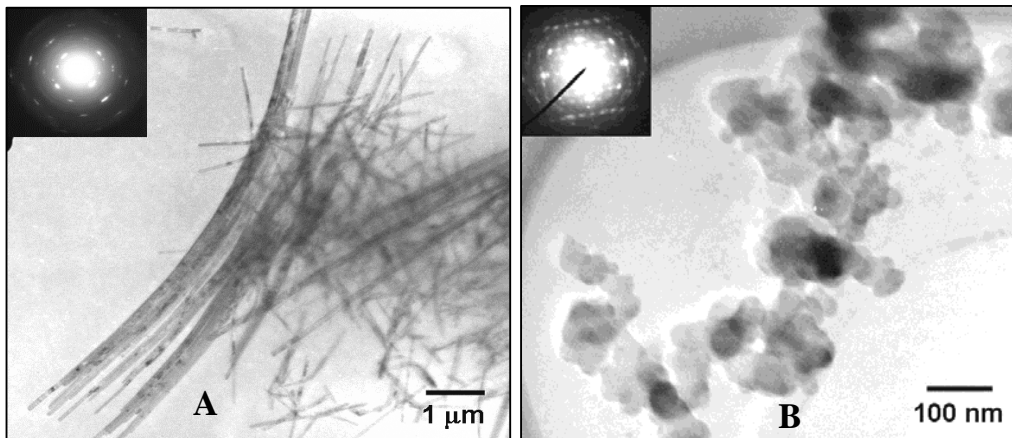


Figura 2. Micrografías MET y difracción de electrones de partículas no adheridas a las fibras A) Nanovarillas, B) Nanopartículas.

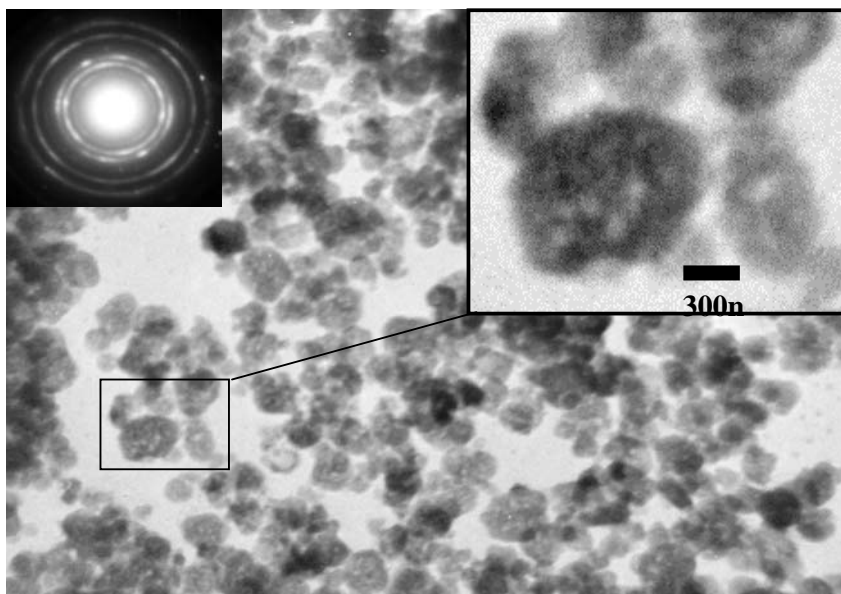


Figura 3. Micrografía MET de partículas desprendidas de las fibras de algodón y patrón de difracción de electrones.

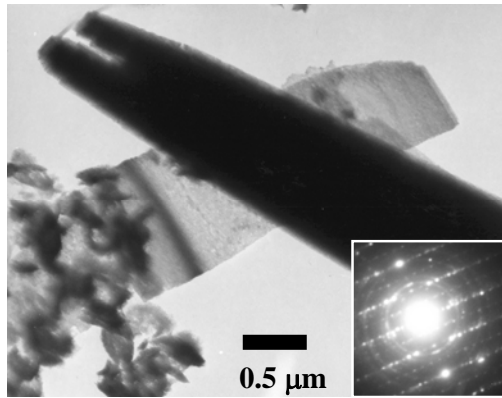


Figura 4. Micrografías MET y difracción de electrones de monocristales crecidos en las fibras de algodón.

En el análisis por AFM se aprecia la naturaleza microestructurada del material desprendido de las fibras de algodón (Figura 5).

El análisis por difracción de rayos X muestra que las nanopartículas impregnadas en el tejido de algodón corresponden al óxido de cobre CuO (Figura 6).

Tabla 1. Distancias interplanares experimentales y de referencia obtenidas por difracción de electrones.

d_{exp}	d_{ref}	Fase y referencia
4.18	4.17	
4.03	4.05	
3.79	3.76	Cu ₆₄ O
3.10	3.12	00-077-1899
2.65	2.74	
3.12	3.17	
2.88	2.91	Cu ₄ O
2.39	2.46	01-083-1665
3.67	3.62	
3.38	3.44	CuO
2.70	2.74	01-089-5898
2.49	2.52	00-044-0706
2.31	2.31	
3.17	3.12	
2.88	2.91	Cu ₄ O ₃
2.46	2.48	083-1665

3.2 Actividad antimicrobiana

Fragmentos de tejidos de algodón impregnados con nanopartículas de óxido de cobre, fueron colocados sobre placas conteniendo cultivo de bacterias, después de la incubación se observaron halos de inhibición que determinan la actividad antimicrobiana. Para *S. aureus* se midió un halo de inhibición de 14 mm y uno más

reducido para *E. coli*, mostrando con ello que la bacteria *S. aureus* es más susceptible a la presencia de las nanopartículas de CuO que *E. coli*, (Figuras 7A y 7B). Al enfrentar el material tratado con la cepa de *Pseudomonas aeruginosa*, esta no mostró formación de halo de inhibición alguno.

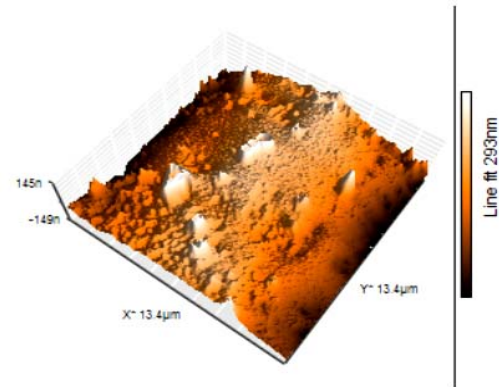


Figura 5. Micrografía AFM mostrando partículas de material microestructurado de CuO.

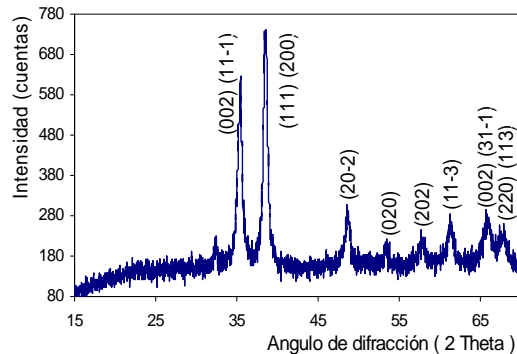


Figura 6. Patrón de difracción de rayos X correspondientes al CuO preparado por reacción ultrasónica.

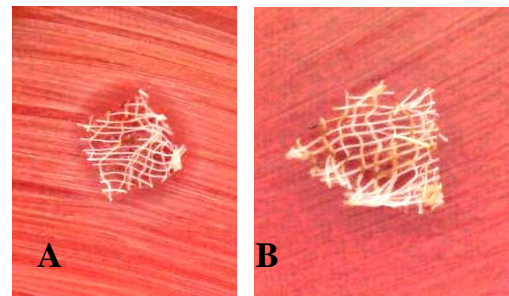


Figura 7. Gasa impregnada con nanopartículas de óxido de cobre frente a *S. aureus* (A) y frente a *E. coli* (B).

4. Conclusiones

Las caracterizaciones por difracción de electrones muestran que el material formado consiste de las fases Cu_6O , Cu_4O y CuO , por difracción de rayos X se muestran que el material es básicamente el CuO . La microscopia electrónica de transmisión presenta una naturaleza micro y nanoestructurada de la muestra de óxido de cobre, variando desde nanoestructuras filiformes a nanopartículas esféricas, también se aprecia la formación de micropartículas, porosas y crecimientos monocristalinos. Estos materiales al encontrarse adheridos a las fibras de algodón presentaron actividad antimicrobiana frente a las bacterias *S. aureus* en mayor grado y *E. coli* en menor grado.

5. Referencias

[1] Dastjerdi R, Montazer M. A review on the application of inorganic nano-structured materials in the modification of textiles:

Focus on anti-microbial properties. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*. 79:5-18.

[2] Curtis White W. Antimicrobial performance of medical textiles. [serie en Internet] 2002. ÆGIS Environments, Midland, MI. Disponible en: http://www.germguard.ca/resourcesFiles/AntiAntimicro_Performance_of_Medical_Textile s.pdf.

[3] Gadi Borkow, Jeffrey Gabbay. Endowing textiles with permanent potent biocidal properties by impregnating them with copper oxide. [serie en Internet]. Disponible en: <http://www.fibre2fashion.com/industry-article/24/2362/endowing-textiles-with-permanent1.asp>.

[4] Ojas Mahapatra, *et al.* Ultrafine dispersed CuO nanoparticles and their antibacterial activity. *Journal of Experimental Nanoscience*. 2008; 3(3):185-193.

[5] Nicola Cioffi, *et al.* Copper nanoparticle/polymer composites with antifungal and bacteriostatic properties. *Chem Mater*. 2005; 17:5255-62.