

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM VIGILÂNCIA SANITÁRIA
INSTITUTO NACIONAL DE CONTROLE DE QUALIDADE EM SAÚDE
FUNDAÇÃO OSWALDO CRUZ

Renata Aparecida Pereira

**IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA
UTILIZADAS COM FINALIDADE ANTIMICROBIANA EM SUBSTRATOS TEXTÉIS**

Rio de Janeiro

2023

Renata Aparecida Pereira

IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA
UTILIZADAS COM FINALIDADE ANTIMICROBIANA EM SUBSTRATOS TEXTÉIS

Dissertação apresentada ao curso de Mestrado Acadêmico do Programa de Pós-Graduação em Vigilância Sanitária, do Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde, da Fundação Oswaldo Cruz, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências.

Orientadoras: Silvana do Couto Jacob e
Lísia Maria Gobbo dos Santos.

Rio de Janeiro

2023

Catálogo na fonte

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde

Biblioteca

Pereira, Renata Aparecida

Identificação e quantificação de nanopartículas de prata utilizadas com finalidade antimicrobiana em substratos têxteis. Renata Aparecida Pereira. - Rio de Janeiro: INCQS/FIOCRUZ, 2023.

74 f. : il. ; tab.

Dissertação (Mestrado em Vigilância Sanitária) - Programa de Pós-Graduação em Vigilância Sanitária, Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde, Fundação Oswaldo Cruz, Rio de Janeiro, 2023.

Orientadoras: Silvana do Couto Jacob e Lísia Maria Gobbo dos Santos

1. Nanotecnologia. 2. Nanopartículas de prata. 3. Fibras Têxteis. 4. Tecidos Funcionalizados. 5. Atividade antimicrobiana. I. Título.

Identification and quantification of silver nanoparticles used for antimicrobial purposes in textile substrates.

"O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001."

"This study was financed in part by the Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Finance Code 001."

Renata Aparecida Pereira

IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA
UTILIZADAS COM FINALIDADE ANTIMICROBIANA EM SUBSTRATOS TÊXTEIS.

Dissertação apresentada ao curso de Mestrado Acadêmico do Programa de Pós-Graduação em Vigilância Sanitária, do Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde, da Fundação Oswaldo Cruz, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências.

Aprovado em ___/___/_____

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Josino Costa Moreira

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde – INCQS/FIOCRUZ

Prof. Dr. Fábio Silvestre Bazílio

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde – INCQS/FIOCRUZ

Prof. Dr. Leonardo da Cunha Boldrini Pereira

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – INMETRO

Prof. Dr. Celso Santanna

Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – INMETRO

Prof. Dra. Bernardete Ferraz Spisso

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde – INCQS/FIOCRUZ

ORIENTADORAS

Prof. Dra. Silvana do Couto Jacob

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde – INCQS

Prof. Dra. Lísia Maria Gobbo dos Santos

Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde – INCQS

Dedico esta dissertação a minha filha
Maria Clara e meu companheiro
Andre por todo carinho e apoio.

AGRADECIMENTOS

A Deus por estar sempre comigo me fortalecendo nos momentos de fragilidade e por iluminar minha caminhada. A Nossa Senhora das Graças pela companhia em infinitas noites de trabalho. A minha filha Maria Clara, por existir. A minha querida mãe Dalva Maria pela sabedoria das palavras, ao meu querido pai Juraci Januário, mesmo que distante, sempre pronto. A minha irmã Juliana, pelo exemplo de força e coragem. Ao meu parceiro Andre Luiz por todo carinho, incansável paciência, todo o suporte e incentivo necessários para concluir esta etapa. E em especial a família Pereira e Ribeiro.

A Prof. Dra. Silvana do Couto Jacob pela dedicada orientação. A Prof. Dra. Lísia Maria Gobbo dos Santos, obrigada pela dedicada orientação, paciência e pelos passos assertivos e ligeiros de cada dia de trabalho. Agradeço a todos da equipe do Laboratório de Elementos Inorgânicos, especialmente ao Santos, pelos fundamentais ensinamentos.

A equipe do SENAI CETIQT e a equipe do INMETRO pela parceria de trabalho.

Agradeço a todos os professores do Programa de Pós-Graduação em Vigilância Sanitária da Casa Osvaldo Cruz, ao qual me ensinaram não somente o conteúdo, mas também a importância do acesso universal a saúde.

Agradeço toda a equipe do Programa de Pós-Graduação, pelo carinho e em especial a equipe da Secretaria Acadêmica pela paciência.

Agradeço ao INCQS pela oportunidade do mestrado. Agradeço também a todos do Bloco 3, pela parceria e contribuição para realização desse trabalho.

As pessoas especiais que tive a oportunidade de conhecer, como minha amiga Ana Lúcia Barros pela calma em me ouvir e tranquilizar, Clara Caruso pelo imenso apoio na bancada, a Priscilla Rodrigues pela bondade da alma, obrigada por todo o material compartilhado. Agradeço a todos que passaram por mim neste pouco espaço de tempo, mas que trouxeram grandes ensinamentos pra vida.

Calorosamente agradeço meus amigos da Terrinha de Santo Antonio do Gramma/MG, praticamente uma nanocidade e especialmente a galera do Bloco "*Capota mas não Frea*", meus queridos amigos de infância, valeu turma!

Está ficando difícil ser alguém, mas
no fim tudo dá certo.

Beatles

RESUMO

Nanotecnologia pode ser definida como a ciência, engenharia e tecnologias conduzidas em nano escala. A nanotecnologia tem potencial para gerar muitos benefícios para a sociedade. Entre as nanopartículas mais utilizadas podemos destacar as de prata. A prata é usada desde a antiguidade e é utilizada em diversos campos da atividade humana. Especialmente, na indústria têxtil, tem sido utilizada na funcionalização de tecidos com atividade antimicrobiana. Além da concentração, as dimensões das nanopartículas de prata parecem ter influência em sua toxicidade e atividade antimicrobiana. Desta forma o objetivo deste trabalho foi impregnar, identificar e quantificar nanopartículas de prata utilizadas com finalidade antimicrobiana em substratos têxteis. O ensaio de impregnação dos substratos de algodão e de poliamida 66 utilizaram diferentes concentrações de solução de nanopartículas de prata e o método empregado foi o pad-dry-cure. Após essa etapa foi avaliado o percentual de absorção da solução (pick-up) impregnada na fibra têxtil. A resistência do tecido à lavagem foi avaliada através do teste de solidez. Para avaliar a concentração de prata total impregnada nas fibras têxteis foi utilizada a Espectrometria de Emissão Óptica por Plasma Acoplado Indutivamente (ICP OES), já para a determinação do tamanho médio e número de partículas mL^{-1} foi utilizado Espectrometria de Massa por Plasma Acoplado Indutivamente operado no modo partícula unitária (spICP-MS). As figuras de mérito da metodologia por ICP OES foram: linearidade ($R^2 = 0,9999$), limite de detecção ($3,1 \mu\text{g L}^{-1}$), limite de quantificação ($9,3 \mu\text{g L}^{-1}$), % de recuperação (105 %) e precisão (8%). As figuras de mérito para o estudo das AgNP por spICP-MS foram: limites de detecção de tamanho (20nm), limite de detecção e quantificação do número partícula por mL^{-1} , respectivamente, ($1,7 \times 10^4$ e $5,8 \times 10^4$). Em relação ao tamanho das nanopartículas na fibra de algodão as três soluções utilizadas apresentaram tamanho médio (nm), 27 ± 2 , 44 ± 3 e 67 ± 5 . O teste de solidez indicou que após 5 ciclos de lavagem a fibra de algodão perdeu 85% das nanopartículas impregnadas e a fibra de poliamida perdeu 93,3%. A técnica utilizada para impregnar as AgNP nas fibras têxteis demonstrou eficácia, pois foi capaz de realizar um pick-up de mais de 85%, entretanto demonstrou baixa resistência a lavagem, fazendo com que esta técnica somente poderia ser indicada para fibras têxteis de uso único, como por exemplo gaze e algodão hospitalar.

Palavras chave: Nanotecnologia. Nanopartículas de Prata. Fibras Têxteis. Tecidos Funcionalizados. Atividade Antimicrobiana.

ABSTRACT

Nanotechnology can be defined as science, engineering, and technologies conducted at the nanoscale. Nanotechnology has the potential to generate many benefits for society. Among the most used nanoparticles, we can highlight silver. Silver has been used since antiquity in various fields of human activity. Especially in the textile industry, it has been used to functionalize fabrics with antimicrobial activity. In addition to the concentration, the dimensions of silver nanoparticles seem to influence their toxicity and antimicrobial activity. Thus, this work aimed to impregnate, identify and quantify silver nanoparticles used for antimicrobial purposes in textile substrates. The impregnation test of cotton and polyamide 66 substrates used different concentrations of silver nanoparticle solution, and the method employed was the pad-dry-cure. After this stage, the absorption percentage of the solution (pick-up) impregnated in the textile fiber was evaluated. The resistance of the fabric to washing was evaluated through the fastness test. Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry (ICP OES) was used to evaluate the concentration of total silver impregnated in textile fibers. To determine the mean size and number of particles mL^{-1} , single particle inductively coupled plasma mass spectrometry (spICP-MS) was used. The figures of merit of the methodology by ICP OES were: linearity ($R^2 = 0.9999$), limit of detection ($3.1 \mu\text{g L}^{-1}$), limit of quantification ($9.3 \mu\text{g L}^{-1}$), % recovery (105%), and accuracy (8%). The figures of merit for the study of AgNP by spICP-MS were: size detection limits (20nm), detection limit, and quantification of particle number per mL^{-1} , respectively, (1.7×10^4 and 5.8×10^4). Regarding the size of the nanoparticles in the cotton fiber, the three solutions used showed an average size (nm), 27 ± 2 , 44 ± 3 , and 67 ± 5 . The solidity test indicated that after 5 washing cycles, the cotton fiber lost 85 % of the impregnated nanoparticles, and the polyamide fiber lost 93.3%. The technique used to impregnate AgNP in textile fibers was effective, as it performed a pick-up of more than 85%. However, it showed low resistance to washing, meaning that this technique could only be recommended for medical use for single-use textile fibers, such as gauze and cotton.

Keywords: Nanotechnology. Silver Nanoparticles. Textile Fibers. Functionalized Fabrics. Antimicrobial Activity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema dos tracionais tipos de estruturas têxteis	21
Figura 2 – Representação química das poliamidas	23
Figura 3 – Amostra de tecido 100 % algodão	42
Figura 4 – Banho de imersão – Equipamento Foulard Horizontal	42
Figura 5 – Forno Rama	43
Figura 6 – Forno de micro-ondas	44
Figura 7 – Ensaio de solidez a lavagem	47
Figura 8 - Avaliação da linearidade da curva de calibração de prata dissolvida ICP OES	52
Figura 9 – Avaliação da linearidade da curva de calibração de prata dissolvida ICP MS	54
Figura 10 – Curva analítica de fluxo de massas	55
Figura 11 – Histograma da distribuição de tamanho de partículas da solução (F1) ...	60
Figura 12 – Histograma da distribuição de tamanho de partículas da solução (F3) ..	60
Figura 13 – Fibras de algodão impregnadas com diferentes concentrações de AgNP61	
Figura 14 - Histograma da distribuição de tamanho de partículas na fibra têxtil de algodão – Amostra (F1-C)	63
Figura 15 - Histograma da distribuição de tamanho de partículas na fibra têxtil de algodão – Amostra (F3-I)	63
Figura 16 - Ciclos de lavagens da fibra têxtil de algodão	64

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Aplicações das AgNP em fibras têxteis com funções antimicrobianas	26
Quadro 2 – Cenário global da regulação de nanotecnologias	30
Quadro 3 – Comitês e atividades científicas relativas a regulação de nanotecnologias	31

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Pontos da curva analítica ICP OES	40
Tabela 2 – Pontos da curva analítica ICP-MS.....	41
Tabela 3 – Condições operacionais do ICP OES	44
Tabela 4 – Condições operacionais para determinação de AgNP por spICP-MS	45
Tabela 5 – Critérios de aceitação para repetibilidade	50
Tabela 6 – Critérios de aceitação para recuperação	50
Tabela 7 – Avaliação da linearidade da curva de calibração de prata dissolvida ICP OES	53
Tabela 8 – Figuras de mérito para determinação de prata por ICP OES	53
Tabela 9 – Resultados obtidos para o desvio padrão relativo – Soluções F1 e F3	53
Tabela 10 – Resultados obtidos para recuperação do método para determinação de prata por ICP OES	54
Tabela 11 – Avaliação da linearidade da curva de calibração de prata dissolvida ICP OES	55
Tabela 12 – Conversão da concentração da curva de prata dissolvida em fluxo de massa	56
Tabela 13 – Limites de detecção e quantificação do tamanho e do número de AgNP por spICP-MS	56
Tabela 14 – Resultados da recuperação e da exatidão para nanopartícula de prata (AgNP) por spICP-MS	56
Tabela 15 – Concentração de Ag total presente nas soluções de impregnação	57
Tabela 16 – %Pick-up após a etapa de impregnação com as soluções de AgNP nas fibras têxteis de algodão e poliamida	58
Tabela 17 – Concentração de Ag total presente nas fibras têxteis de algodão e poliamida	58
Tabela 18 – Resultados obtidos para as soluções de AgNP	59
Tabela 19 – Resultados obtidos para faixa de tamanho mais frequente da solução (F1)	59
Tabela 20 – Resultados obtidos para faixa de tamanho mais frequente da solução (F3)	59

Tabela 21 – Resultados obtidos para a caracterização e quantificação das AgNP impregnadas na fibra de algodão	61
Tabela 22 – Resultados obtidos para faixa de tamanho mais frequente da AgNP impregnada na fibra de algodão – Amostra (F1-C)	62
Tabela 23 – Resultados obtidos para faixa de tamanho mais frequente da AgNP impregnada na fibra de algodão – Amostra (F3-I)	62
Tabela 24 – Concentração de Ag total nas fibras de algodão e poliamida após a solidez a lavagem	64

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 - percentual de banho retido na amostra (pick-up)	43
Equação 2 – Cálculo do diâmetro das partículas	46
Equação 3 – Cálculo da concentração em número de partículas por mL	46
Equação 4 – Cálculo do Limite de detecção	48
Equação 5 – Cálculo do limite de quantificação	49
Equação 6 – Cálculo da recuperação	51

LISTA DE SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira De Normas Técnicas
Ag – Prata
AgNP – Nanopartícula de Prata
AL – Algodão
ANVISA – Agência Nacional de Vigilância Sanitária
AuNPs – Nanopartículas de ouro
CuNPs – Nanopartículas de Cobre
EMA – Agência Europeia de Medicamentos (EMA)
EPA – U.S. Environmental Protection Agency
EPI – Equipamento de Proteção Individual
FAPERJ – Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro
FDA – U.S. Food and Drug Administration
ICP-MS – Espectrometria de Massa por Plasma Acoplado Indutivamente
ICP OES – Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Acoplado Indutivamente
INCQS/FIOCRUZ – Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde
INMETRO – Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
ISO – International Organization for Standardization
LD – Limite de detecção
LD_{np} – Limite de Detecção do Número de Nanopartículas mL⁻¹
LD_t – Limite de Detecção de Tamanho
LQ – Limite de quantificação
LQ_{np} – Limite de Quantificação do Número de Nanopartículas mL⁻¹
MCTIC – Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações
NNI – United States National Nanotechnology Initiative
PA – Poliamida
PMDA – Agência de medicamentos e equipamentos médicos
REACH – Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals
ROS – Espécies reativas de oxigênio
SENAI CETIQT – Centro de Tecnologia da Indústria Química e Têxtil
TE – Eficiência de Transporte

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	18
1.1.	Nanotecnologia	18
1.2.	Prata	19
1.2.1.	Caracterização/ aspectos físico-químicos	19
1.2.2.	Usos.....	20
1.3.	Nanotecnologia e Fibras têxteis	20
1.3.1.	Fibras têxteis	20
1.3.2.	Fibra natural – Algodão	21
1.3.3.	Fibra sintética – Poliamida	22
1.3.4.	Aplicações da nanotecnologia em fibras têxteis	23
1.3.5.	Aplicações das AgNP em fibras têxteis e sua atividade antimicrobiana	24
1.3.6.	Efeitos toxicológicos das nanopartículas de prata	25
1.3.6.1.	Riscos à saúde humana	25
1.3.7.	Regulação	28
1.3.7.1.	<i>Legislação e normas</i>	28
1.3.8.	Técnicas analíticas	33
1.3.8.1.	<i>Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES)</i>	34
1.3.8.2.	<i>Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente (ICP-MS)</i>	34
1.4.	Justificativa	35
2.	OBJETIVOS	38
2.1.	Objetivo geral	38
2.2.	Objetivos específicos	38
3.	METODOLOGIA	39
3.1.	Materiais utilizados	39
3.1.1.	Equipamentos	39
3.1.2.	Padrões e Reagentes	39
3.2.	Preparo de soluções	40
3.2.1.	Soluções de AgNP para o ensaio de impregnação	40

3.2.2. Curva analítica ICP OES	40
3.2.3. Curva analítica ICP-MS	40
3.2.4. Preparo de solução de eficiência de transporte (TE)	41
3.3. Fibras têxteis	41
3.4. Ensaio de impregnação das fibras têxteis com solução de AgNP .	41
3.5. Determinação da concentração de prata total por ICP OES	43
3.6. Avaliação da homogeneidade	44
3.7. Identificação e quantificação das nanopartículas de prata presentes na fibra têxtil de algodão	45
3.7.1. Extração de nanopartículas de prata	45
3.7.2. Condições operacionais para determinação de AgNP por spICP-MS ...	45
3.7.3. Determinação do tamanho de AgNP nas fibras têxteis impregnadas ..	46
3.7.4. Determinação da concentração de nanopartículas de prata	46
3.8. Solidez a Lavagem	47
3.9. Controle de qualidade analítico	48
3.9.1. Linearidade da curva analítica	48
3.9.2. Limite de detecção (LD)	48
3.9.3. Limite de Detecção (LD) para AgNP	49
3.9.4. Limite de quantificação (LQ)	49
3.9.5. Precisão (Repetibilidade)	49
3.9.6. Exatidão	50
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO	52
4.1. Prata	52
4.1.1. Determinação de Prata total por ICP OES	52
4.1.2. Determinação das AgNP	54
4.2. Impregnação das fibras têxteis com AgNP	57
4.2.1. Determinação da concentração de prata total por ICP OES	57
4.2.2. Absorção da solução de Prata (Pick up)	57
4.2.3. A Concentração de Ag total nas fibras têxteis	58
4.2.4. Quantificação das nanopartículas de prata presentes na fibra de algodão	59
4.2.5. Solidez a lavagem	64
CONCLUSÃO	66

REFERÊNCIAS	67
--------------------------	-----------

1 INTRODUÇÃO

1.1 Nanotecnologia

O termo nanotecnologia possui diferentes definições, segundo o United States National Nanotechnology Initiative (NNI) é a ciência, engenharia e tecnologias conduzidas em nanoescala (usualmente considerada de 1 a 100 nanômetros) (NATIONAL NANOTECHNOLOGY INITIATIVE, 2023). Já para a União Europeia, nanotecnologia é “o termo utilizado nas áreas da ciência e da engenharia onde os fenômenos que ocorrem em dimensões na escala nanométrica (entre 0,2 nm e 100nm) são utilizados no projeto, caracterização, produção e aplicação de materiais, estruturas, dispositivos e sistemas” (SCIENTIFIC COMMITTEE ON EMERGING AND NEWLY IDENTIFIED HEALTH RISKS, 2006). A International Organization for Standardization (ISO) define nanotecnologia como a “aplicação do conhecimento científico para manipular e controlar a matéria predominantemente em nanoescala (1 a 100 nm) para fazer uso de propriedades e fenômenos dependentes de tamanho e estrutura distintas, daqueles associados a átomos ou moléculas individuais ou extrapolação de tamanhos maiores do mesmo material” (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 2015)

A primeira vez que se falou na possibilidade do uso de materiais em escalas nanométricas foi em 29 de dezembro de 1959, quando o físico Richard Feynman fez o discurso intitulado “There's Plenty of Room at the Bottom” (em tradução livre “há muito espaço lá embaixo”, nesse caso Feynman se referia ao espaço nas menores divisões da escala métrica, nesse caso nanométrica) (FEYNMAN, 1959). Esta data é considerada como o início da era da nanotecnologia. Em 1974, Norio Taniguchi cunhou o termo nanotecnologia, apresentando – o em uma conferência de engenharia em Tóquio, que rapidamente se popularizou. E a primeira definição de nanotecnologia foi apresentada por Erick Dexler em 1986 (AHIRE et al., 2022)

Apesar de na natureza existirem inumeráveis exemplos de estruturas com dimensões nanométricas, como por exemplo biomoléculas e componentes alimentares, e de maneira não intencional tenham se desenvolvido tecnologias que se utilizavam de nanomateriais, como por exemplo determinados pigmentos utilizados por artesões medievais, somente nas últimas duas décadas é que o homem passou

a controlar a síntese e o emprego intencional de materiais nessa escala. É justamente o controle dos processos nessa escala é que distingue a nanotecnologia de outras áreas da tecnologia (AHIRE et al., 2022; SCIENTIFIC COMMITTEE ON EMERGING AND NEWLY IDENTIFIED HEALTH RISKS, 2006)

A nanotecnologia tem potencial para gerar muitos benefícios para a sociedade. Muitas dessas aplicações envolvem novos materiais que possuem propriedades únicas, que estão ligadas, entre outros fatores, a áreas de superfícies de contato impensáveis até então, e a comportamentos relacionados aos efeitos quânticos que não são vistos em tamanhos maiores. Estes materiais incluem nano filmes usados em catálise e eletrônica, nanotubos e nanofios para sistemas ópticos e magnéticos, e como nanopartículas usadas em cosméticos, produtos farmacêuticos e hospitalares, revestimentos e tecidos. Os setores industriais que mais prontamente adotaram a nanotecnologia foram as áreas de informação e comunicação, alimentos, energia e produtos médicos, incluindo ai produtos farmacêuticos, sistemas de administração de medicamentos, produtos para saúde, diagnósticos e tecnologia médica (AHIRE et al., 2022). Entre as nanopartículas mais utilizadas podemos destacar as metálicas como ouro e prata.

1.2 Prata

1.2.1 Caracterização/ aspectos físico-químicos

A prata é um elemento químico com o símbolo Ag, que vem do latim *Argentum*, (prata em latim), que é derivado do proto-indo-europeu “h₂erǵ” que significa “brilhante, branco”. Tem número atômico 47, peso atômico de aproximadamente 107,87, está localizado no 5º período e no grupo 11 da tabela periódica (JR, 2004). É um metal de transição macio, branco e lustroso. A prata exibe a maior condutividade elétrica e térmica dentre todos os metais (JR, 2004). O metal é encontrado na crosta terrestre na forma elementar pura e livre ("prata nativa"), como uma liga com ouro e outros metais, e em minerais como argentita e clorargirita. A maior parte da prata é produzida como subproduto do refino de cobre, ouro, chumbo e zinco (JR, 2004).

1.2.2 Usos

O principal uso da prata tem sido como um metal precioso e em transações comerciais. O metal prata é usado em algumas moedas, às vezes junto com o ouro. Como um dos sete metais da antiguidade, a prata teve um papel duradouro na maioria das culturas humanas (“BULLION VS. NUMISMATIC COINS”, 2019) e tem um papel importante na produção de diferentes produtos como: joias, talheres, componentes eletrônicos, soldas especiais, componentes para indústria química, fotografia, produtos médicos, aditivo alimentar, filtros para purificação de água e lentes (BRUMBY et al., 2008; LIDE, 2004; MARTÍNEZ-ABAD et al., 2013; MEDICI et al., 2019; MEISLER, 2005; POLITANO et al., 2013; SARVATE, 2005; SIM et al., 2018). Além disso, podemos destacar o uso da Nanopartículas de prata em cosméticos (EUROPEAN COMMISSION, [s.d.]) e na indústria têxtil, onde tem sido utilizada na funcionalização de tecidos com atividade antimicrobiana.

1.3 Nanotecnologia e Fibras têxteis

1.3.1 Fibras têxteis

De acordo com o Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia – (INMETRO) a definição de fibra têxtil é (INMETRO, INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA, [s.d.]):

Fibra têxtil ou filamento têxtil é toda matéria natural, de origem vegetal, animal ou mineral, assim como toda matéria artificial ou sintética, que, pela alta relação entre seu comprimento e seu diâmetro, e, ainda, por suas características de flexibilidade, suavidade, elasticidade, resistência, tenacidade e finura, está apta às aplicações têxteis.

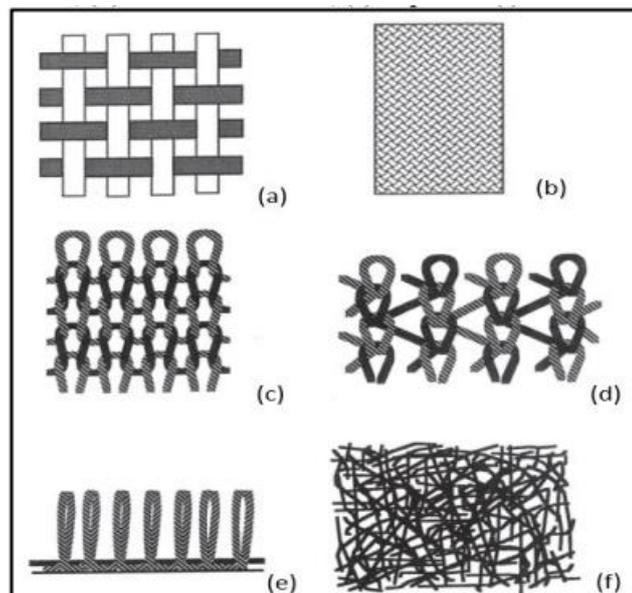
Adicionalmente, as fibras têxteis mais utilizadas, atualmente, são classificadas e definidas como (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, [s.d.]; “Portal SENAI-SP - Manuais Técnicos”, [s.d.]; SPORN, 2011):

- a) Fibras naturais: são obtidas através de fontes orgânicas disponíveis na natureza.
 - i) fibras naturais celulósicas (sementes, caules, folhas e frutos) – Ex.: algodão
 - ii) fibras naturais proteicas (secreções e pelos) - Lã

- iii) fibras naturais minerais – asbesto (amianto)
- b) Fibras manufaturadas artificiais, também chamadas de fibras celulósicas regeneradas ou semi-sintéticas, são obtidas a partir de fibras naturais de celulose, porém foram modificadas por processos químicos. Ex.: Rayon.
- c) fibras sintéticas: elaborados a partir de polímeros derivados do petróleo. Ex.: poliamida.

Existem várias maneiras de fabricar um tecido utilizando uma variedade de fibras, atrelados a métodos de fabricação distintos capazes de produzir uma variedade de estruturas têxteis, a Figura 1 apresenta o esquema dos tradicionais tipos de estruturas têxteis (CORRADI, 2016).

Figura 1 – Esquema dos tradicionais tipos de estruturas têxteis – (a) tecido, (b) trançado, (c) malha de trama, (d) malha de urdume, (e) felpudo e (f) não tecido



Fonte: CORRADI, 2016.

1.3.2 Fibra natural - Algodão

As fibras de algodão se desenvolvem a partir de sementes de plantas do algodoeiro, especialmente, do gênero *Gossypium*. Esse gênero possui mais de 50 espécies, entretanto apenas 4 são comercialmente cultivadas: *Gossypium barbadense*, *Gossypium herbaceum*, *Gossypium arboreum* e *Gossypium hirsutum*,

sendo esta última a mais cultivada, representando mais de 90% do algodão cultivado no mundo (WAKELYN et al., 2006).

A fibra têxtil de algodão é mais consumida no mundo, sendo amplamente utilizada na confecção de artigos de vestuário, decoração, artigos para higiene (como por exemplo, cotonetes), artigos domésticos (ex.: toalhas, roupas de cama e filtros para café), artigos médicos (ex.: gazes e algodão para curativos), indústria da pesca (ex.: Redes), entre outros usos (WAKELYN et al., 2006)

Em 2020 a produção global de algodão foi de cerca de 41 milhões de toneladas, onde os principais produtores em ordem de produção são: Índia, China, Brasil e Estados Unidos (1). O algodão é uma das formas mais puras de celulose vegetal conhecidas. Além da celulose (88 a 96%), a fibra de algodão é composta por proteínas (1,0 a 1,9%), substâncias pécticas (0,4 a 1,2%), ceras (0,4 a 1,2%) entre outros componentes (0,5 a 8,0%) (3,4). A fibra de algodão possui uma alta hidrofiliade, tanto, por possuir um canal central no interior da fibra que permite a absorção de água por capilaridade, e por possuir grupamentos hidroxila (OH) em suas moléculas (GORDON; HSIEH, 2007; WAKELYN et al., 2006).

Essas características, aliadas as suas propriedades de absorção, respirabilidade e suavidade explicam o amplo uso do algodão. Entretanto, características, como baixa resistência e durabilidade, facilidade de entrar em combustão, de formar vincos, de agregar sujidades, baixa resistência a radiação ultravioleta e grande propensão ao crescimento microbiano, são consideradas negativas, mas que podem ser melhoradas e ter outras funcionalidades atribuídas por meio de tratamentos químicos e/ou físicos, entre eles a incorporação de nanomateriais (PARAMSOTHY, 2021; XUE, 2011).

1.3.3 Fibra sintética - Poliamida

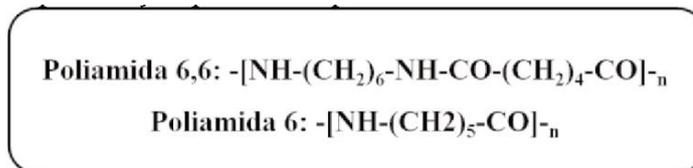
A poliamida (PA), foi desenvolvida nos anos de 1930, com o surgimento da indústria de polímeros sintéticos. Usualmente são mais utilizados no mercado dois tipos de poliamida, a (PA6,6) e a (PA 6). O elemento amida presente em sua estrutura proporciona a ligação do hidrogênio entre os grupos NH e CO, fazendo com que estas fibras apresentem excelente estabilidade. As fibras de poliamida quando comparadas

com a fibra de poliéster apresentam ainda maior interação com a umidade e possuem melhores resultados em relação a resistência e elasticidade (GUPTA, 2008)

A PA6.6 é popularmente conhecida como nylon 6.6, por ser uma fibra leve, macia, resistente e moderada absorção do suor. Quimicamente falando a PA6.6 é composta por dois monômeros de poliamida com 6 carbonos cada, daí a designação 6.6 (ASCEND PERFORMANCE MATERIALS, 2020; SILVA et al., 2021).

A PA6 é semelhante a PA6,6 em termos de textura e propriedades mecânicas. Quimicamente falando a PA6 é composta por um monômero de poliamida com 6 carbonos, daí a designação PA6 (ASCEND PERFORMANCE MATERIALS, 2020). A Figura 2 demonstra as representações químicas das fibras PA 6,6 e PA 6.

Figura 2 – Representação química das poliamidas



Fonte: MATHER; WARDMAN, 2015.

As fibras de PA são muito utilizadas na indústria têxtil para produção de roupas de banho, vestuários esportivos e moda íntima. Além de vestuário, a PA também é utilizada na indústria automotiva e na produção de eletrodomésticos. É a fibra sintética mais consumida, seguido pelo poliéster, acrílico e o polipropileno (MATHER; WARDMAN, 2015).

1.3.4 Aplicações da nanotecnologia em fibras têxteis

Produtos têxteis são utilizados em quase todas as atividades humanas, desde peças de vestuário até a indústria aeroespacial, e, também, em produtos para a saúde. Nos últimos anos tem se observado uma evolução no setor têxtil visando o desenvolvimento de fibras têxteis que possam oferecer distintas funcionalidades. Para isso, pesquisadores e empresas tem incorporado a nanotecnologia em fibras têxteis afim de proporcionar propriedades distintas quando comparados aos têxteis convencionais (BERGLIN, 2013; LAM PO TANG; STYLIOS, 2006).

Atualmente, pode-se encontrar no mercado tecidos com capacidade de autolimpeza, proteção a radiação ultravioleta, resistência a chamas, hidro repelência,

condutividade elétrica, atividade antimicrobiana e resistência mecânica, durabilidade, flexibilidade e conforto aprimorados, tendo aplicações nas áreas da saúde, esportes, indústria aeroespacial, entre outras (BERGLIN, 2013; IDUMAH, 2020; LAM PO TANG; STYLIOS, 2006).

Uma variedade de nanomateriais tem sido utilizado como óxidos metálicos, tais como o TiO₂, ZnO, CuO, SiO₂, Al₂O₃, nanotubos de carbono e nanoargila e partículas metálica como prata e ouro. Dentre estes, os tecidos impregnados com nanopartículas de prata, merece destaque, por seus atributos antivirais e antibacterianos (ZAPATA-GIRALDO et al., 2018).

1.3.5 Aplicações das AgNP em fibras têxteis e sua atividade antimicrobiana

A literatura tem apresentado possibilidades de uso importantes, assim como a efetividade dos tecidos impregnados com AgNPs na neutralização de agentes microbianos (GRANADOS; PLEIXATS; VALLRIBERA, 2021). O quadro 1 apresenta algumas aplicações do uso da AgNPs em fibras têxteis.

Os efeitos antimicrobianos das AgNPs se devem à sua grande superfície de contato, à facilidade de penetração celular e de ligação com biomoléculas, gerarem espécies reativas de oxigênio (ROS) e radicais livres, de modularem as vias de transdução de sinais e possivelmente outros mecanismos não descritos ainda. Em relação aos vírus, possivelmente as AgNPs se ligam competitivamente nos receptores celulares, impedido a adsorção viral, além de promoverem a ruptura do envelope viral. Outras nanopartículas metálicas demonstraram uma atividade microbiana maior que as AgNPs, como as nanopartículas de cobre (CuNPs) e de ouro (AuNPs). Contudo as CuNPs são mais instáveis e facilmente se oxidam, e as AuNPs não são tão eficientes quanto as AgNP para inibir o crescimento bacteriano, pois não exibem atividade antibacteriana intrínseca aparente (RAI et al., 2016; SALLEH et al., 2020).

A literatura aponta ainda que o tamanho e a forma das AgNPs são características que interferem na capacidade antiviral (PILAQUINGA et al., 2021). Partículas com dimensões inferiores a 10 nm, por possuírem superfícies de contato maiores e maior reatividade, seriam mais eficientes. O formato da AgNP afeta significativamente a capacidade antiviral, formatos como o triangular, barra ou espiral teriam uma ação antiviral direta mais significativa, enquanto partículas esféricas e

cilíndricas seriam mais facilmente fagocitadas pelas células do sistema imunológico (MARIMUTHU et al., 2020; SOIZA; DONALDSON; MYINT, 2018). No entanto, AgNPs esféricas têm se mostrado mais eficazes na diminuição da carga viral. Um estudo in vitro envolvendo a COVID-19, com células Vero infectadas pelo SARS-CoV-2, demonstrou que AgNPs com tamanho médio de 10nm e em concentrações de 0,5 a 381 $\mu\text{g m}^{-3}$, inibiram a replicação viral, associada a uma menor toxicidade. Estudos também reiteram a atividade anti-SARS-CoV-2 com AgNPs de diâmetros variando de 2 a 15 nm (JEREMIAH et al., 2020; PILAQUINGA et al., 2021).

Além disso, tecidos funcionalizados com AgNPs utilizados em máscaras cirúrgicas, inclusive poliéster, apontam que ocorreria um aumento na eficácia e segurança dessas máscaras, por conta da inativação do SARS-CoV-2 e de outros vírus (HAMOUDA et al., 2021; VALDEZ-SALAS et al., 2021). A mesma situação ocorreu no caso de máscaras do tipo N95/N99 e PFF3 tratadas com AgNPs, além de reduzir a carga viral do SARS-CoV-2 nas superfícies analisadas e assim, bloqueando a introdução do vírus (HASAN et al., 2020; KHARAGHANI et al., 2018; O'DOWD et al., 2020; RAMAIAH; TEGEGNE; MELESE, 2021).

1.3.6 Efeitos toxicológicos das nanopartículas de prata.

1.3.6.1 Riscos à saúde humana

Usualmente os nanomateriais originados de materiais de uso comum (exemplo: prata, ouro, etc.) são classificados como GRAS (Abreviatura em inglês para “Geralmente Reconhecidos como Seguros”), entretanto, essa conclusão se baseia usualmente apenas na extrapolação dos dados disponíveis desses materiais em escala convencional, inexistindo, em muitos casos, avaliações de segurança em nanoescala. De forma geral os dados sobre a biodisponibilidade e toxicocinética de nanomateriais são pouco conhecidas (AZIZI-LALABADI; GARAVAND; JAFARI, 2021).

Quadro 1 - Aplicações das AgNP em fibras têxteis com funções antimicrobianas

Aplicações das AgNP em fibras têxteis		Atividade antimicrobiana	Atividade antiviral	Comentários/ observação	Ref
Aplicação	Material				
Avental Cirúrgico	Algodão	Efeito antimicrobiano (<i>S. aureus</i> , <i>E. coli</i> e <i>C. albicans</i>)	ND	Teste de lixiviação mostrou efeito antimicrobiano após 3 dias de imersão da amostra em água.	(IRFAN et al., 2017)
Lenços umedecidos desinfetantes	Algodão Poliéster, Viscose	Todas as amostras apresentaram altos efeitos antibacteriano contra <i>S. aureus</i> , <i>B. subtilis</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Proteus mirabilis</i> Antifungica - <i>Aspergillus niger</i> , <i>Candida albicans</i>	51,7% contra Mers Cov 48,3% contra Mers Cov 0.0%	Formato da nanopartícula esférica Diâmetro principal entre 10 e 30 nm	(HAMOUD A et al., 2021)
Suéter de inverno	Fio de algodão	Efeito antibacteriano contra <i>S. aureus</i> , <i>B. subtilis</i> , <i>Escherichia coli</i> , <i>Proteus mirabilis</i> Antifungica - <i>Aspergillus niger</i> , <i>Candida albicans</i>	36,7% contra Mers Cov	Diâmetro da nanopartícula - 10 a 20 nm	(HAMOUD A et al., 2021)
Tapetes multifuncionais	Nano fibra	Alta atividade antibacteriana contra <i>S. aureus</i> e <i>E. coli</i>	Coronavírus (BCV) e parainfluenza bovina-3 (BPIV3)	Material multifuncional com possibilidade de uso para roupas de proteção	(KARAGO Z et al., 2021)
Máscaras faciais e EPI	poli / algodão Algodão e misturas Filtro de ar	ND	99,9% contra o coronavírus 95 % contra o coronavírus 92 % contra o coronavírus	AgNP em tecidos e em EPIs apresentam alta eficácia na disseminação viral	(RAMAIA H; TEGEGN E; MELESE, 2021)
Máscara facial N95	respiradores 3M 8201	ND	Alta atividade contra Sars-CoV2	AgNPs utilizadas como agente descontaminante em revestimento de N95.	(ZHONG et al., 2020)
Camisetas atléticas	Poliester	Eficácia antimicrobiano contra <i>E. coli</i> 99,9%	ND	Simulação da lavagem de roupas doméstica, com e sem detergente, não afetou sua atividade antimicrobiana	(REED et al., 2016)

Fonte: PEREIRA et al., 2022.

Legenda: ND – Dado não disponível/ Ref – Referência bibliográfica.

A prata é utilizada na área da saúde, pelo menos desde os tempos medievais, sua toxicidade é bem conhecida e seu uso considerado seguro, e a argiria (uma pigmentação cutânea acinzentada ou azul-acinzentada), causada por uma prolongada exposição a compostos de prata encontrados em medicamentos e suplementos alimentares ou a exposição direta a minerais de prata, seria sua consequência mais grave (MISIRLI; SRIDHARAN; ABRANTES, 2021).

Por outro lado, a prata sob a forma de nanopartículas, pode apresentar um perfil de toxicidade diferente daquela descrita nas formas convencionais e ainda através de mecanismos desconhecidos que precisam ser elucidados, uma vez que as AgNPs vem sendo utilizadas como agentes antimicrobianos como cremes dentais, sprays, xampus, purificadores de água, foto catalisadores, umidificadores, curativos, embalagens de alimentos (AZIZI-LALABADI; GARAVAND; JAFARI, 2021).

Além disso, foram descritos impactos citotóxicos e genotóxicos das AgNP em células humanas afetando a sinalização celular, interferindo em vias como JNK, EGF, PI3K e p38 MAPK (AZIZI-LALABADI; GARAVAND; JAFARI, 2021).

As dimensões das AgNPs também parecem ter influência em sua toxicidade. AgNP com diâmetro de 4 nm são especialmente danosas a macrófagos, quando comparadas com AgNP com 20 nm de diâmetro (AZIZI-LALABADI; GARAVAND; JAFARI, 2021).

As AgNPs são capazes de penetrar profundamente no tecido pulmonar, causando danos aos alvéolos em maior extensão que as formas convencionais. (MENZEL; FITTSCHEN, 2014) As AgNPs induzem ainda citotoxicidade em algumas células humanas, especialmente em tamanhos ≤ 10 nm (LIAO; LI; TJONG, 2019). Em animais (camundongos) as AgNPs foram capazes de cruzar a barreira hematoencefálica e induzir a neurotoxicidade e morte neuronal, além de acumularem no fígado, baço e rins (LIAO; LI; TJONG, 2019). A exposição oral a AgNPs causaram efeitos sobre o fígado e os rins, assim como aumentaram a expressão de citocinas inflamatórias, incluindo IL-1, IL-6, IL-12 e TGF- β em animais (AZIZI-LALABADI; GARAVAND; JAFARI, 2021).

Por outro lado, a Agência de Saúde Australiana aponta que a toxicidade da ingestão de AgNPs é baixa em animais e seria dependente do tamanho e das concentrações administradas. O tratamento de queimaduras em ratos com AgNPs não afetou os níveis de ureia, creatinina, aminotransferases, parâmetros

hematológicos e outros marcadores inflamatórios quando comparado com o grupo controle (MISIRLI; SRIDHARAN; ABRANTES, 2021). Contudo outras pesquisas para se avaliar seus limites de exposição são necessárias (MISIRLI; SRIDHARAN; ABRANTES, 2021)

Até o momento procedimentos ou limites, especialmente no que tange a preparação e a avaliação da toxicidade das AgNP não foram estabelecidos (AZIZI-LALABADI; GARAVAND; JAFARI, 2021), e carecendo de estudos sobre a exposição crônica (GALDIERO et al., 2011), exposição inalatória e de exposição dérmica, que apesar da baixa absorção cutânea dessas nanopartículas (SSCHÄFER et al., 2013), sua utilização em altas concentrações e em determinadas condições, ainda não foram devidamente avaliadas no que tange a sua segurança. Seus efeitos decorrentes da sua aplicação em fibras têxteis no meio ambiente também carecem de mais estudos (AZIZI-LALABADI; GARAVAND; JAFARI, 2021).

1.3.7 Regulação

1.3.7.1 *Legislação e normas*

O mercado da nanotecnologia pode movimentar mais de 70 bilhões de dólares até 2026, indicando um crescimento significativo desse mercado, que tem sido mais rápido que a capacidade de governos em estabelecer marcos legais e regulatórios na área (ALLAN et al., 2021; RESEARCH AND MARKETS LTD, 2022).

Apesar de algumas iniciativas, a regulação do tema ainda necessita de marcos regulatórios, o que causa preocupação, especialmente nos aspectos relativos à segurança desses produtos. Um número reduzido de países tem debatido o tema, no intuito de incluir em seu arcabouço jurídico sanitário provisões sobre o tema (ALLAN et al., 2021), conforme colocado no quadro 2. Deve-se se ressaltar que não foram consideradas aqui normas de adoção voluntária. A própria inexistência de uma definição única em relação a essas tecnologias é um exemplo dessas lacunas regulatórias. Não foi discutido aqui temas fora do escopo direto da vigilância sanitária, como por exemplo, os impactos da poluição marítima oriundos de nanopartículas de plástico.

O cenário regulatório das nanotecnologias na área da saúde, está listado no Quadro 2. No Quadro 3 foram apresentados os grupos, comitês ou iniciativas relativas a pesquisas envolvendo a regulação das nanotecnologias no que tange os aspectos da segurança sanitária.

Os quadros 2 e 3 demonstram que a regulação de nanotecnologias ainda é restrita e carecem de abordagens específicos. Isso é bem ilustrado por Tobler e Rocha (2020) que afirmam que os:

Testes toxicológicos preconizados atualmente pelas agências reguladoras dos Estados Unidos da América, da União Europeia e do Brasil, apesar de estarem alinhados, não são específicos para a avaliação de nanomedicamentos. (TOBLER; ROCHA, 2020).

Quadro 2 – Cenário global da regulação de nanotecnologias

PAÍS/BLOCO ECONÔMICO	GRUPO/ INSTITUIÇÃO	OBSERVAÇÕES
Comunidade Europeia	REACH (Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals)	O Regulamento que estabelece o sistema para o registro, avaliação, autorização e restrição de produtos químicos foi alterado em 2018 para adicionar requisitos de informação específicos para nano materiais. Essa abordagem mais específica, levou a proibição de alguns nano materiais na comunidade europeia devido a insuficiência de informação sobre sua toxicidade. (ECHA, [s.d.]).
	A Agência Europeia de Medicamentos (EMA)	Trabalha com uma definição de nano fármacos ou nano medicina que seriam sistemas projetados para aplicações clínicas que têm pelo menos um componente na escala nanométrica, com propriedades e benefícios clínicos específicos (ALLAN et al., 2021).
Estados Unidos	FDA	Considera que as regulamentações existentes seriam suficientes para garantir a segurança e eficácia desses materiais, não tendo a necessidade de se introduzir normas e regulamentações específicas para o tema (COMMISSIONER, 2019).
	EPA	Têm trabalhado com o Canadá, a OCDE e outras organizações para estabelecer regulamentos específicos para avaliação das nanotecnologias pertinentes ao seu escopo de atuação (Toxic Substances Control Act) (US EPA, 2015).
Canada	Health Canada	Segue as recomendações da OCDE para os testes de segurança e avaliação dos nano materiais e no caso de alimentos, drogas, produtos perigosos e de consumo, controle de pragas, alimentos, fertilizantes e saúde animal seguem procedimentos semelhantes aos dos EUA (CANADA, 2011; OECD, 2021a, 2021b).
Índia	National Health Authority	Estabeleceu diretrizes para a avaliação de nano fármacos (ALLAN et al., 2021).
Cingapura	Universidade Nacional de Cingapura	O governo de Cingapura provê suporte para desenvolvedores de medicamentos baseados em nanotecnologia através da Universidade Nacional de Cingapura (ALLAN et al., 2021).
Brasil	ANVISA	Possui abordagem semelhante ao FDA ao considerar que as regulamentações existentes seriam suficientes para garantir a segurança e eficácia desses materiais (AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA, 2021). Os testes toxicológicos exigidos para medicamentos e saneantes estão alinhados com a Comunidade Europeia e os Estados Unidos (TOBLER; ROCHA, 2020).

Fonte: PEREIRA et al., 2022.

Quadro 3 – Comitês e atividades científicas relativas a regulação de nanotecnologias

PAÍS/BLOCO ECONÔMICO	GRUPO/ INSTITUIÇÃO	OBJETIVO
Comunidade Europeia	Autoridade Europeia para a Segurança dos Alimentos (EFSA),	Estabeleceu uma rede científica para avaliação de risco do uso de nanotecnologias em alimentos para consumo humano e animal, um grupo de trabalho específico sobre nanotecnologias em alimentos para consumo humano e animal, e publicou um Guia sobre avaliação de risco da aplicação de nanociências e nanotecnologias na cadeia alimentar humana e animal (EUROPEAN FOOD SAFETY AUTHORITY; SCIENTIFIC COMMITTEE AND EMERGING RISKS UNIT, 2017).
	Projeto NanoReg	Projeto de pesquisa, que terminou em 2019 para regulamentação da nanotecnologia, para fornecer aos legisladores ferramentas para a regulação dessas tecnologias (EUROPEAN COMMISSION, 2021)
Estados Unidos	FDA/CORE (Oportunidades Colaborativas para Excelência em Pesquisa em Ciência)	Grupo formado para fomentar a pesquisa colaborativa e interdisciplinar na caracterização de produtos e avaliação de segurança (COMMISSIONER, 2018)
	FDA Nanotechnology Task Force	Programa de treinamento específico para capacitar suas equipes na avaliação regulatória de serviços e produtos envolvendo nanotecnologia (COMMISSIONER, 2021)
Canada	Health Canada, o Environment and Climate Change Canada, a Agriculture and Agri-Food Canada e a Canadian Food Inspection Agency	Realizam projetos para o uso seguro da nanotecnologia (ALLAN et al., 2021).
Japão	Agência de medicamentos e equipamentos médicos (PMDA)	Estabeleceu o Centro de Ciência Regulatória (que envolve outras instituições) para promover, entre outros assuntos, abordagens inovadoras para terapias e tecnologias avançadas, incluindo nanotecnologias (ALLAN et al., 2021).
Brasil	Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações (MCTIC)	Estabeleceu o Sistema Nacional de Laboratórios em Nanotecnologias (SisNANO), que é um conjunto de laboratórios direcionados à pesquisa, ao desenvolvimento e à inovação (PD&I) em nanociências e nanotecnologias (MCTIC, [s.d.])
		A Iniciativa Brasileira de Nanotecnologia (IBN), tem entre outros objetivos, promover o avanço e o fortalecimento científico, tecnológico e a inovação nacional relacionados às propriedades da matéria em escala nanométrica (BRASIL, 2019).
	Fundação Carlos Chagas Filho de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ)	Iniciativa local do Estado do Rio de Janeiro, “Contando com 28 laboratórios de universidades e centros de pesquisa, a rede atua em todas as fases de desenvolvimento de um nano produto para a regeneração de tecidos humanos e animais e tratamentos de traumas, tumores e processos infecciosos.”. O Setor de Elementos Inorgânicos (SEI/INCQS/FIOCRUZ) faz parte dessa rede (“Rede Nano Saúde”, 2022)

Fonte: Atualizado de PEREIRA et al., 2022.

Em relação a organizações não estatais, a ISO, estabeleceu o Comitê técnico ISO TC 229 que até o presente momento publicou 103 normas referentes a nanotecnologia, mas que não cobrem muitos aspectos em relação a saúde, a variedade de nano materiais e nanotecnologias disponíveis no momento (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, [s.d.]). No que tange a toxicidade, a norma ISO/TS 19337 descreve considerações ao conduzir ensaios in vitro para avaliar os nanomateriais desde que maiores que 100nm (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, [s.d.]). A parte espelho brasileira da ISO TC 229 é o grupo ABNT/TCC-089 (ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, 2023).

Em relação as fibras têxteis impregnadas com AgNP quanto sua capacidade antimicrobiana, não foram encontradas legislações ou regulamentos específicos ao tema. E conforme MACKEVICA; FOSS HANSEN, 2016, a toxicidade das fibras contendo AgNPs devem ser avaliadas por meio do contato direto através da exposição dérmica, considerando se a lavagem de têxteis contendo nanopartículas que leva à exposição à água de lavagem e contato direto com a fibra textil a partir do qual a substância pode migrar para o suor.

1.3.8 Técnicas analíticas

Relatos da literatura científica apontam que a apesar da rápida popularização da aplicação das nanopartículas de prata em fibras têxteis, questões regulatórias, como por exemplo a definição de parâmetros e limites ainda não foram definidos para estes produtos, sendo desta forma importante que sejam discutidos não somente esses parâmetros, mas também os métodos utilizados para determiná-los (RODRIGUEZ-GARRAUS et al., 2020)

Atualmente a literatura científica tem demonstrado que as técnicas de espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente (ICP OES) e a espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS) são as mais utilizadas, tanto para determinação da prata total, quanto para as AgNP. Segundo Bazílio.(BAZILIO, 2020) dentre essas o ICP-MS executada no modo de detecção individual - spICP-MS seria a mais completa e precisa para a determinação de AgNP.

1.3.8.1 Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP OES)

A espectrometria de emissão óptica (ICP OES) é uma técnica de detecção multielementar que utiliza uma fonte de alta energia, como o plasma, para converter as espécies de interesse na amostra em átomos e íons que sofrerão transições eletrônicas, gerando um espectro de emissão que é formado por fótons de luz com frequência específica e, conseqüentemente, diferentes energias. A quantidade de fótons gerados é relacionada com a concentração do analito de interesse. (KRUG et al., 2001).

1.3.8.2 Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente (ICP-MS)

A Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente (em inglês: Inductively coupled plasma mass spectrometry, ou ICP-MS) é uma técnica que envolve a ionização da amostra com plasma acoplado indutivamente, seguido pela utilização de um espectrômetro de massa. É uma técnica de multi elementar, sendo muito utilizada para detectar metais em baixas concentrações (KRUG et al., 2001). No caso das nanopartículas de prata, a operação do equipamento precisa ser adaptada, em relação a detecção de metais em soluções, para que seja possível a sua detecção e quantificação (STEPHAN; NEUBAUER, 2014) Essa adaptação consiste na detecção individualizada das AgNP (modo “single particle”), inseridas em soluções diluídas com alta frequência de leituras do detector, o que estatisticamente, faz com que apenas uma nanopartícula entre no plasma. As AgNP ao alcançarem o detector, chegam como uma massa de íons relacionadas ao seu tamanho, que ao chegar ao detector gera um impulso com intensidade superior à medição contínua do metal dissolvido (LABORDA; BOLEA; JIMÉNEZ-LAMANA, 2014; MEERMANN; NISCHWITZ, 2018; STEPHAN; NEUBAUER, 2014).

Desta forma a principais diferença entre o modo convencional e o modo de detecção individualizada (“single particle”) é a configuração da aquisição do sinal durante o tempo analítico. Neste modo o tempo analítico é dividido pelo “dwell time” (intervalo de leitura), diferentemente do modo convencional onde o intervalo do tempo

de análise é dividido pelo “dwell time” e o “settling time” (intervalo de estabilização do sinal). Desta forma, o tempo analítico é dividido em intervalos curtos, impedindo que as AgNP alcancem o detector durante “settling time” (STEPHAN; NEUBAUER, 2014)

Após o término do tempo analítico o tamanho da AgNP é calculado através da intensidade do pulso relacionado. Para isso, uma curva padrão de metais dissolvidas é preparada, e convertida em uma curva padrão de fluxo de massa. A convenção é feita pelo volume relativo a um intervalo de leitura, fazendo assim que seja possível que seja calculado a massa de uma partícula, pois cada “dwell time” é ligado a um evento. Através da interpolação do sinal correspondente na curva de fluxo de massa, calcula-se a massa de cada partícula, que posteriormente é convertida no volume a partir da densidade do metal. Com esse volume, pode-se calcular o tamanho da partícula, considerando-a esférica (LABORDA; BOLEA; JIMÉNEZ-LAMANA, 2014; STEPHAN; NEUBAUER, 2014).

Portanto a operação do equipamento no módulo “single particle” permite aquisição de dados em tempo real e fornece informações como concentração do íon dissolvido (μgL^{-1}), média da contagem de íon dissolvido, número de nanopartículas/ml, diâmetro das partículas, distribuição de tamanho na amostra, média do tamanho, o tamanho mais frequente e o número de picos detectados no período de aquisição dos dados. Estas informações são imediatamente processadas e três tipos de histogramas fornecidos (Curva gaussiana, Logaritmo, e intensidade máxima), possibilitará a identificação e quantificação das AgNP (AZNAR et al., 2017; MACKEVICA; OLSSON; HANSEN, 2018; SANTOS et al., 2017).

1.4 Justificativa

O INCQS, unidade da FIOCRUZ tem o compromisso com a saúde coletiva e o SUS, com uma missão institucional de minimizar e reduzir os riscos provenientes de produtos de consumo, serviços e ambiente. Considerando o modelo atual de Vigilância Sanitária com foco no gerenciamento do risco, o monitoramento da qualidade sanitária dos produtos fornecidos à população torna-se indispensável para a obtenção de dados que permitam avaliar o perfil das diversas categorias de produtos, identificando os setores produtivos (regulados) que necessitam de

intervenção institucional, bem como a eventual necessidade de medidas regulatórias complementares.

Em consonância com as Políticas Públicas do Ministério da Saúde, impõe-se a necessidade de aprimorar as ações de monitoramento para além do caráter fiscalizador incorporando uma sistemática de trabalho que potencialize as ações na extensão do território nacional. O tema nanotecnologia foi incluído na agenda regulatória da Anvisa em 2016 uma vez que as nanopartículas vêm sendo utilizadas em um grande número de produtos com características distintas, tais como suplementos alimentares, embalagens, medicamentos, cosméticos, saneantes, filtros solares, corantes alimentares e produtos para a saúde, dentre outros.

Desde então, as regulamentações de nanoproductos, pouco avançaram devido a carência de estudos quanto a segurança do uso desses produtos que englobam ações durante a pesquisa, produção, desenvolvimento tecnológico, prestação de serviços e comércio dos nanomateriais.

O uso das AgNP que possuem propriedades biocidas fez com que tecidos contendo AgNPs fossem produzidos e utilizados em máscaras e vestimentas protetoras que, como barreira superficial, são capazes de eliminar os vírus SARS-CoV-2. (TREMILIOSI et al., 2020)

Estudo realizado no INCQS em amostras de máscaras de diferentes produtores contendo AgNP adquiridas no mercado da cidade do Rio de Janeiro, foram analisadas por spICP-MS no Laboratório de Metais do INCQS/FIOCRUZ e as concentrações totais de prata encontradas variaram entre 14 - 72 $\mu\text{g g}^{-1}$. Das amostras analisadas, 50% declaram utilizar nanopartículas com distribuição de tamanho que variava entre 17-57nm. Ao serem submetidas a ciclos de lavagem verificou-se diferentes perdas na concentração de Ag, o que evidencia uma grande diferença na capacidade inibidora de cada uma e levanta o questionamento quanto a durabilidade da real efetividade biocida ao longo do tempo de cada uma delas (BARATA-SILVA et al., 2021).

Devido ao potencial toxicológico representado pelos íons prata e por estas nanopartículas, e por conseguinte do material que as contêm, é necessário não apenas a otimização dos produtos, mas também o conhecimento dos possíveis impactos resultantes de seu uso.

O grande desafio para desenhar nanoproductos eficazes e seguros é entender seus complexos processos de trânsito e interações, bem como sua biodisponibilidade.

Desta forma avaliar a concentração, a distribuição, a forma e a resistência das nanopartículas de prata mediante ciclos de lavagens em fibras têxteis assim como em outros produtos de interesse a saúde é importante, especialmente em tempos de pandemia e pós pandemia. A ausência de normativas sanitárias relativas a estes parâmetros também impõe desafios ao uso das AgNP em produtos de interesse a saúde.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

- Identificar e quantificar AgNP, com finalidade antimicrobiana, utilizadas para impregnar substratos têxteis de algodão e poliamida.

2.2 Objetivos específicos

- Impregnar dois substratos têxteis, um de fibra natural e um de fibra sintética com a solução de AgNP pelo método *pad-dry-cure*;
- Determinar a concentração de prata total presente nas fibras têxteis impregnadas;
- Avaliar a impregnação da AgNP na fibra têxtil de algodão e poliamida;
- Estudar a homogeneidade da distribuição das nanopartículas no tecido de algodão por área tecidual em função da tecnologia utilizada;
- Identificar e quantificar as nanopartículas de prata presente na fibra têxtil de algodão;
- Avaliar a estabilidade da impregnação das fibras com AgNP frente a lavagem.

3 METODOLOGIA

3.1 Materiais utilizados

3.1.1 Equipamentos

Os equipamentos utilizados no desenvolvimento deste estudo foram:

- Foulard Horizontal, modelo FVH, fabricante Mathis;
- Forno Rama de Laboratório, modelo KTF-B, fabricante Mathis;
- Máquina de Canecos ATHT-1, modelo V350, fabricante Kimak;
- Balança Analítica, modelo HR-200-fabricante AND
- Forno Micro-ondas, modelo Speedwave, fabricante Berghof;
- spMS-ICP, modelo NexION 300, fabricante PerkinElmer;
- ICP OES, modelo Optima 8300 marca Perkin Elmer;
- Banho de Ultrassom, modelo 8510, fabricante Branson;
- Centrifuga, modelo Centrifuge 5804 R, fabricante Eppendorf;
- Purificador de água, modelo MILLIQ-Q(Q-POD), Molsheim,
- Balões volumétricos;
- Beckers
- Provetas;
- Funis;
- Bastão de vidro;
- Tubos falcon.

3.1.2 Padrões e Reagentes

- Solução-padrão de Ag dissolvida contendo 1 mgL^{-1} (Sigma Aldrich)
- Solução-padrão de nanopartículas de prata (AgNPs) de 50nm, contendo $3,8 \times 10^{10}$ partículas mL^{-1} (Sigma Aldrich);
- Solução padrão de nanopartículas de ouro (AuNPs) de 50 nm, contendo $1,02 \times 10^7$ partículas mL^{-1} (nanoComposix);
- Ácido nítrico 65% p.a (Supelco);

- Peróxido de hidrogênio 30 % (Merck)
- Solução F1- Solução comercial de nanopartículas de prata de 50nm contendo 1000 mgL⁻¹
- Solução F3 de nanopartículas de prata de 50 nm, sintetizada em parceria pelo INMETRO

3.2 Preparo de soluções

3.2.1 Soluções de AgNP para o ensaio de impregnação

- Solução F2 - Foi pesado uma alíquota de 2,5g da solução concentrada (F1) em uma proveta de 100 mL e em seguida foi completado o volume – concentração final 25 mg L⁻¹
- Solução F1 e Solução F3 foram utilizadas concentradas.

3.2.2 Curva analítica ICP OES

Para a confecção da curva padrão, foram preparadas soluções a partir do padrão de prata de 1mgL⁻¹ em frasco de 15 mL de acordo com a Tabela 1.

Tabela 1 - Pontos da curva analítica ICP OES

Padrão de prata de 1000µgL ⁻¹		
Soluções de trabalho	Alíquotas - (µL)	Concentração Final - (µgL ⁻¹)
S1	150	10
S2	375	25
S3	750	50
S4	1500	100
S5	3000	200

S1: Solução 1; S2: Solução 2; S3: Solução 3; S4: Solução 4; S5: Solução 5;
Fonte: A autora, 2023.

3.2.3 Curva analítica ICP-MS

Para a confecção da curva analítica foram preparadas soluções a partir do padrão de 1 mgL⁻¹ em frasco tipo falcom de 50 mL de acordo com a Tabela 2.

Tabela 2 - Pontos da curva analítica ICP-MS

Padrão de prata de 1000 μgL^{-1}		
Soluções de trabalho	Alíquotas - (μL)	Concentração Final - (μgL^{-1})
S1 ₁	50	1
S2 ₂	250	5
S3 ₃	500	10
S4 ₄	750	15
S5 ₅	1000	20

Fonte: A autora, 2023.

3.2.4 Preparo de solução da eficiência de transporte (TE)

Para cálculo da eficiência de transporte (TE) foi preparada uma solução padrão de AuNPs de 50 nm, contendo 100.000 partículas mL⁻¹.

3.3 Fibras têxteis

As fibras têxteis utilizadas foram fornecidas pelo SENAI CETIQT. Foram selecionadas dois tipos de fibra têxtil, uma natural de composição 100% algodão (AL) e uma sintética de composição poliamida 6.6 (PA6.6). As amostras apresentaram gramatura média de 14gcm⁻² cada uma e tamanho aproximado de 623,7cm² (tamanho de uma folha A4).

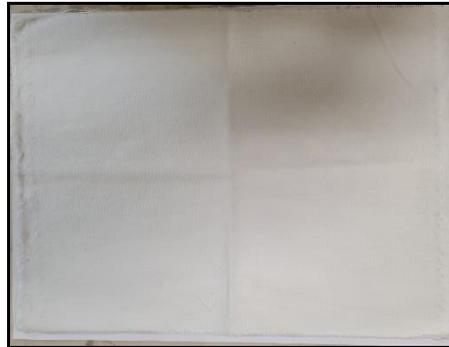
3.4 Ensaio de impregnação das fibras têxteis com solução de AgNP

Os ensaios de impregnação das fibras têxteis com as soluções de AgNP (F1, F2 e F3) foram realizados no Laboratório do SENAI CETIQT – Centro de Tecnologia da Indústria Química e Textil, localizado no Parque Tecnológico da Universidade Federal do Rio de Janeiro.

O método utilizado para a impregnação das fibras de algodão e poliamida com as soluções de nanopartículas de prata foi feito por imersão, seguido de secagem e fixação, (*pad-dry-cure*), de acordo com (SHAHID; ADIVAREKAR, 2020). Para o ensaio de impregnação com as soluções de AgNP, as fibras têxteis foram previamente medidas e cortadas em quadrantes retangulares de aproximadamente de 623,7cm².

Cada quadrante foi pesado e seu peso seco registrado. A Figura 3 representa um dos quadrantes de prova utilizados no ensaio de impregnação.

Figura 3 – Amostra de tecido 100 % algodão



Fonte: A autora, 2023.

As soluções foram vertidas uma de cada vez no interior do equipamento do banho de imersão do Foulard Horizontal utilizado no processo de impregnação das fibras. E cada quadrante de fibra têxtil foi imergido separadamente em 100mL de cada solução de nanopartículas pelo método *pad-dry-cure*. A Figura 4 apresenta o processo de impregnação das fibras têxteis.

Figura 4 – Banho de imersão – Equipamento Foulard Horizontal



Fonte: A autora, 2022.

Após a etapa de impregnação, foi avaliado o grau de uniformidade de absorção da solução (*pick-up*) na fibra têxtil impregnada, com o objetivo de atingir uma porcentagem de absorção entre 80 e 90%. Para isso, o equipamento foi ajustado para uma pressão barométrica de 3 bar e a distância entre os cilindros próximo de zero. Para a determinação do percentual de banho absorvido pela fibra têxtil (*pick-up*), as amostras foram pesadas no estado seco, antes da impregnação, e no estado úmido

após a impregnação via foulard, registrando se as respectivas massas, determinado pela Equação 1:

Equação 1 - Percentual de banho retido na amostra (pick-up)

$$\% \text{ "Pick-up"} = ((\text{PU} - \text{PS})/\text{PS}) \times 100$$

Onde,

Pick-up = % de banho retido no tecido

PU – Peso úmido após a impregnação via Foulard Horizontal

PS – Peso seco antes da impregnação

Após a determinação do pick-up, as amostras impregnadas foram levadas para secagem em forno Rama de Laboratório Figura 5, ajustado para a temperatura de 130°C por 2 min para a fixação do tratamento (cura).

Figura 5 – Forno Rama



Fonte: A autora, 2023.

3.5 Determinação da concentração de prata total por ICP OES

As amostras foram medidas e cortadas em 8 quadrantes de aproximadamente 2cm² pesando aproximadamente 100 mg. Na sequência as amostras foram transferidas para tubos de teflon para a digestão por micro-ondas. A cada tubo foi adicionado 2mL de H₂O₂ 30% e 3 mL de HNO₃ 65% Figura 6.

Figura 6 - Forno de micro-ondas



Fonte: A autora, 2023.

Sequencialmente, os tubos foram resfriados e o volume foi transferido para tubos Falcon de 15mL. Em seguida as amostras foram analisadas por ICP OES. As condições operacionais do equipamento utilizadas na análise, estão listadas na Tabela 3.

Tabela 3 - Condições operacionais do ICP OES

Condições operacionais	
Radio Frequência (RF)	1400 W
Plasma	15 L min ⁻¹
Auxiliar	0,2 L min ⁻¹
Nebulizador	0,55 L min ⁻¹
Replicata	3
Comprimento de onda	328,068 nm
Modo de aquisição	axial

Fonte: A autora, 2023.

3.6 Avaliação da homogeneidade

Para avaliar a homogeneidade da distribuição das AgNP impregnadas nas fibras têxteis, foram analisados os quadrantes presentes na extensão das fibras, buscando sempre compreender as extremidades e a região central da amostra. Os quadrantes foram então selecionados de forma que os resultados obtidos representassem a homogeneidade da AgNP presente em toda a área da fibra têxtil. Em seguida as amostras foram analisadas por ICP-MS.

3.7 Identificação e quantificação das nanopartículas de prata presentes na fibra têxtil de algodão

3.7.1 Extração de nanopartículas de prata

A extração das AgNP nos substratos têxteis impregnados na fibra de algodão foi realizada com água deionizada, conforme (BARATA-SILVA et al., 2021).

Dessa forma, os quadrantes foram transferidos para tubos Falcon de 50ml, em cada tubo foi adicionado 5ml de água deionizada e levados para banho de ultrassom por 2h. Após a sonificação, as amostras foram centrifugadas por 30 min, a 5000 rpm a 8°C e filtradas com filtro de porosidade de 0.22 µm, antes de cada diluição e da análise por spICP-MS. As amostras foram agitadas em vórtex por 1 min.

3.7.2 Condições operacionais para determinação de AgNP por spICP-MS

A tabela 4 descreve as condições operacionais do equipamento para determinação de AgNP por spICP-MS. (BAZILIO et al., 2021).

Tabela 4 - Condições operacionais para determinação de AgNP por spICP-MS

Condições operacionais	
Radio Frequência (RF)	1600 W
Fluxo de Argônio	
Plasma	13 L min ⁻¹
Auxiliar	0,7 L min ⁻¹
Nebulizador	1,1 L min ⁻¹
Fluxo da amostra	0,4 mL min ⁻¹
Parâmetro de aquisição	Partícula única
Varredura	1
Dwell Time	50 µs
Replicatas	200.000
Tempo de integração	100 s

Fonte: A autora, 2023.

3.7.3 Determinação do tamanho de AgNP nas fibras têxteis impregnadas.

O tamanho das AgNP presentes nas fibras têxteis impregnadas foi determinado por spICP-MS utilizando a Equação 2 (BAZILIO et al., 2021).

Equação 2 – Cálculo do diâmetro das partículas

$$d = \sqrt[3]{\frac{6m_p}{\pi\rho}} \times 10^7$$

Onde:

d = diâmetro da partícula em nm,

$\pi = 3,1416$

m_p - massa da partícula

ρ = Densidade da prata = $10,49 \text{ g cm}^{-3}$

3.7.4 Determinação do número de nanopartículas de prata por mL

O cálculo para determinar o número de nanopartículas de prata por mL na solução foi feito a partir do número de eventos determinado para cada faixa de tamanho, levando em consideração o volume total de solução aspirado durante o tempo de análise, calculada através da Equação 3.

Equação 3 – Cálculo da concentração em número de partículas por mL

$$N = \frac{n}{F \cdot t_a} \times \frac{100}{TE}$$

Onde:

N = Concentração em número de partículas por mL (partículas mL^{-1}),

n= Número de partículas (eventos),

TE = eficiência de transporte em %,

F = fluxo de amostragem em mL ms^{-1} ,

t_a = tempo de análise em ms.

3.8 Solidez a Lavagem

O ensaio de solidez é realizado através da lavagem. O ensaio foi realizado no Laboratório do SENAI CETIQT, de acordo com a norma ABNT NBR ISO 105 – C06 (Têxteis - Ensaio de solidez da cor Parte C06: solidez da cor a lavagem doméstica e comercial). O objetivo do ensaio foi verificar a durabilidade das soluções de AgNP impregnadas nas fibras têxteis em relação a resistência a lavagem. As fibras têxteis impregnadas foram imersas em uma solução contendo detergente específico para ensaios têxteis, preparado na concentração 4gL^{-1} . O ensaio foi realizado em uma máquina de canecos, sendo vertido em cada caneco 50 esferas metálicas, 150 mL da solução de detergente preparada a uma condição operacional de 50°C de temperatura e tempo de 45 minutos para cada ciclo de lavagem com o intuito de simular a lavagem doméstica. Após esta etapa, as amostras foram enxaguadas em água corrente em temperatura ambiente e secas em forno tipo Rama a temperatura de 120°C por 3 minutos Figura 7. As amostras foram submetidas à 5 ciclos de lavagens, sendo cada ciclo correspondente a cinco lavagens domésticas.

Figura 7 - Ensaio de solidez a lavagem



Fonte: A autora, 2023.

Ao final do ensaio de solidez, as fibras têxteis submetidas aos 5 ciclos de lavagens foram analisadas por ICP OES para determinar a concentração de Ag total, e os resultados comparados às fibras têxteis impregnadas sem a lavagem.

3.9 Controle de qualidade analítico

O método foi otimizado conforme as recomendações do DOQ-CGCRE-008 (INMETRO, 2020). Foram realizadas as curvas analíticas e determinados os parâmetros de linearidade, Limite de detecção (LD), Limite de Quantificação (LQ), precisão e exatidão. Todos os cálculos foram feitos utilizando-se o software Excel – Microsoft 365.

3.9.1 Linearidade da curva analítica

A linearidade dos métodos ICP OES e spICP-MS foram determinados utilizando as 5 concentrações em triplica. A linearidade do método foi avaliada por meio do teste F (F-Snedecor) na análise da variância (ANOVA)

3.9.2 Limite de detecção (LD)

O LD foi determinado pela relação sinal ruído, onde o LD é 3 vezes o valor do desvio padrão das leituras dos brancos analíticos usando a seguinte equação (Equação 5):

Equação 4 – Cálculo do Limite de detecção

$$LD = (3,3 \times s)/b$$

Onde:

s = desvio-padrão das leituras de amostras em branco

b = coeficiente angular da curva analítica

3.9.3 Limites de Detecção (LD) para AgNP

Dois LDs para nanopartículas foram calculados; para o tamanho (LD_t referente o diâmetro de NPs sólidas) e para concentração do número de NPs (LD_{np}). Estes foram calculados pela leitura do branco ($n = 8$), utilizando a Equação 4.

3.9.4 Limite de quantificação (LQ)

O LQ foi determinado para prata total e para o número de partículas por mL (LQ_{np}) pela relação sinal ruído, onde o LQ é 10 vezes o valor do desvio padrão das leituras dos brancos analíticos usando a seguinte equação (Equação 5):

Equação 5 – Cálculo do limite de quantificação

$$LQ = (10xs)/b$$

Onde:

s = Desvio-padrão das leituras de amostras em branco

b = coeficiente angular da curva analítica

3.9.5 Precisão (Repetibilidade)

Para avaliar a repetibilidade do método para determinação de prata total a solução F1 (800 mg L^{-1}) e a solução F3 (12 mg L^{-1}) foram digeridas e analisadas seis vezes de forma independentes. Os ensaios foram realizados por um único analista, em um único dia, utilizando os mesmos equipamentos e instrumentos de medição. Para avaliar os resultados foram utilizados os critérios de aceitação de acordo com a faixa de trabalho ($10 - 25 - 50 - 100 - 200 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$) que corresponde ao DPR de 15% Tabela 5 (INMETRO, 2020).

Tabela 5 – Critérios de aceitação para repetibilidade

Analito %	Fração Mássica (C)	Unidade	DPR, %
100	1	100%	1,3
10	10 ⁻¹	10%	1,9
1	10 ⁻²	1%	2,7
0,1	10 ⁻³	0,1%	3,7
0,01	10 ⁻⁴	100 ppm (mg/kg)	5,3
0,001	10 ⁻⁵	10 ppm (mg/kg)	7,3
0,0001	10 ⁻⁶	1 ppm (mg/kg)	11
0,00001	10 ⁻⁷	100 ppb (µg/kg)	15
0,000001	10 ⁻⁸	10 ppb (µg/kg)	21
0,0000001	10 ⁻⁹	1 ppb (µg/kg)	30

Fonte: AOAC, 2016

3.9.6 Exatidão

Para avaliação da recuperação da prata total, duas amostras foram analisadas por ICP OES, adicionadas com uma concentração conhecida de prata (50 µgL⁻¹), sendo uma amostra de tecido e uma amostra da água utilizada para lavagem dos tecidos contendo sabão. O valor da recuperação foi comparado com os critérios de aceitação Tabela 6 do INMETRO na faixa de trabalho que corresponde a 100 ppb (80-110)%.

Para avaliar a recuperação do número de partículas mL⁻¹, uma concentração conhecida de nanopartícula de prata foi adicionada em uma amostra de tecido de algodão e o resultado foi avaliado comparando com outros estudos.

Tabela 6 – Critérios de aceitação para recuperação

Analito, %	Fração Mássica (C)	Unidade	Recuperação média, %
100	1	100%	98 – 102
10	10 ⁻¹	10%	98 – 102
1	10 ⁻²	1%	97 – 103
0,1	10 ⁻³	0,1%	95 – 105
0,01	10 ⁻⁴	100 ppm (mg/kg)	90 – 107
0,001	10 ⁻⁵	10 ppm (mg/kg)	80 – 110
0,0001	10 ⁻⁶	1 ppm (mg/kg)	80 – 110
0,00001	10 ⁻⁷	100 ppb (µg/kg)	80 – 110
0,000001	10 ⁻⁸	10 ppb (µg/kg)	60 – 115
0,0000001	10 ⁻⁹	1 ppb (µg/kg)	40 – 120

Fonte: AOAC, 2016

Para calcular a exatidão (recuperação) dos resultados das medições, foi utilizada a seguinte equação (Equação 6):

Equação 6 – Cálculo da recuperação

$$\text{Recuperação (\%)} = \left(\frac{C_1 - C_2}{C_3} \right) \times 100$$

Onde:

C1: concentração do analito na amostra fortificada.

C2: concentração do analito na amostra não fortificada.

C3: concentração do analito adicionado à amostra fortificada.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

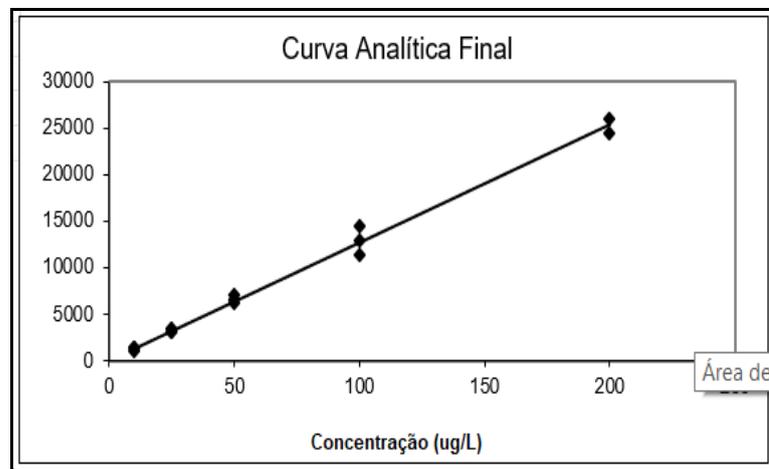
4.1. Prata

4.1.1 Determinação de Prata total por ICP OES

A) Linearidade

Para a avaliação da linearidade foi calculada a Anova Tabela 7, os resultados obtidos demonstram que a regressão é significativa pois o valor calculado ($p= 3,83E^{-14}$) é menor que valor tabelado ($p < 0,001$) e não há desvio de linearidade, pois o resultado encontrado de ($p=9,85E^{-01}$) é maior que o valor tabelado ($p > 0,05$). A Figura 8 apresenta a curva de calibração da avaliação da linearidade determinada através da Anova.

Figura 8 – Avaliação da linearidade da curva de calibração de prata dissolvida ICP OES



Fonte: A autora, 2023.

A Tabela 7 apresenta os resultados da ANOVA calculados para a regressão e teste de desvio de linearidade.

Tabela 7 – Avaliação da linearidade da curva de calibração de prata dissolvida ICP OES

fonte	G.L.	SQ	MQ	F	p
regressão	1	8,70E+08	8,70E+08	1,60E+03	3,83E-14
resíduos	12	6,52E+06	5,43E+05		
Ajuste	4	2,66E+05	6,64E+04	8,49E-02	9,85E-01
erro puro	8	6,26E+06	7,82E+05		
total	13	8,77E+08			

Fonte: A autora, 2023.

B) Limite de detecção (LD), Limite de quantificação (LQ),

A Tabela 8 apresenta os resultados obtidos para LD e LQ do método utilizado

Tabela 8 – Figuras de mérito para determinação de prata por ICP OES

Elemento	LD	LQ
Ag	3,1 $\mu\text{g L}^{-1}$	9,3 $\mu\text{g L}^{-1}$

Fonte: A autora, 2023.

Os limites obtidos são adequados para o estudo.

c) Precisão

A Tabela 9 apresenta o desvio padrão relativo, RSD, para as soluções F1 e F3 (n= 6).

Tabela 9 – Resultados obtidos para o desvio padrão relativo – Soluções F1 e F3

Solução	Concentração da Solução – mg L^{-1}	% RSD Precisão
F1	800	8
F2	12	5

Fonte: A autora, 2023.

d) Exatidão

A Tabela 10 apresenta os valores obtidos para avaliar a recuperação e DPR para prata total.

Tabela 10 – Resultados obtidos para recuperação do método para determinação de prata por ICP OES

Amostra	Concentração Inicial - μgL^{-1}	Concentração adicionada μgL^{-1}	Concentração determinada μgL^{-1}	% Recuperação	%RSD
Tecido	28,6	50	70,4	84	14
Água de lavagem	< LQ	50	48,2	96	3

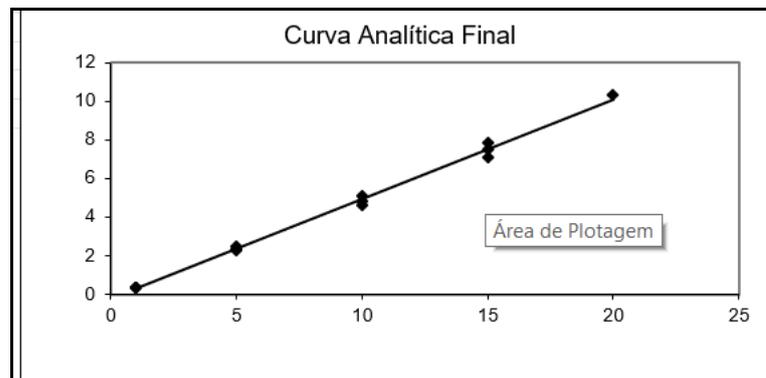
Fonte: A autora, 2023.

4.1.2 Determinação da AgNP

A) Linearidade

De acordo com a Anova, a avaliação da linearidade a regressão é significativa pois o valor calculado ($p= 1,74\text{E}^{-14}$) é menor que valor tabelado ($p < 0,001$) e não há desvio de linearidade, pois o resultado encontrado de ($p=8,33\text{E}^{-01}$) é maior que o valor tabelado ($p > 0,05$). A Figura 9 apresenta a curva de calibração da avaliação da linearidade determinada através da Anova.

Figura 9 – Avaliação da linearidade da curva de calibração de prata dissolvida ICP MS



Fonte: A autora, 2023.

A Tabela 11 apresenta os resultados da ANOVA calculados para avaliar a linearidade.

Tabela 11 – Avaliação da linearidade da curva de calibração de prata dissolvida ICP OES

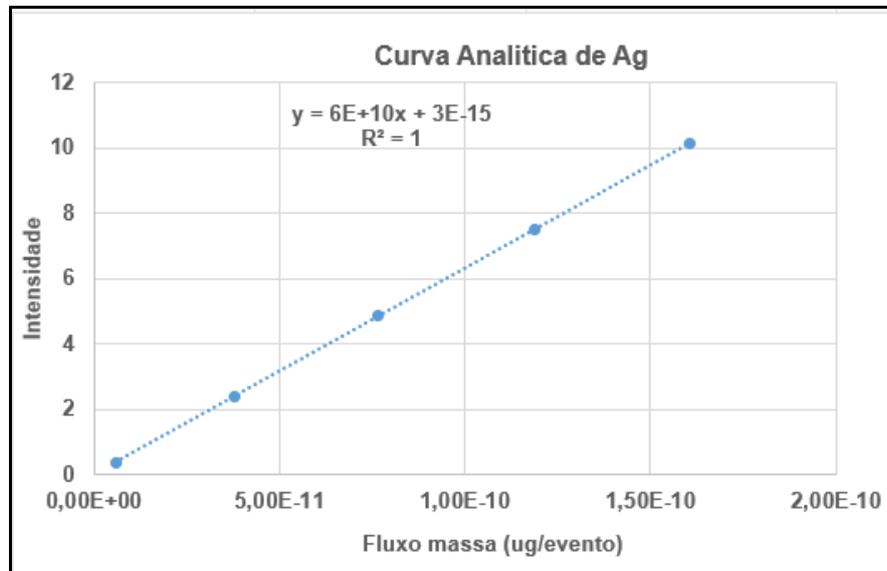
fonte	G.L.	SQ	MQ	F	p
regressão	1	1,25E+02	1,25E+02	2,68E+03	1,74E-14
resíduos	11	5,15E-01	4,68E-02		
Ajuste	4	8,68E-02	2,17E-02	3,55E-01	8,33E-01
erro puro	7	4,28E-01	6,11E-02		
total	12	1,26E+02			

Fonte: A autora, 2023.

Desta forma, a identificação e quantificação das AgNP por spICP-MS nas fibras têxteis de algodão impregnadas com as soluções (F1, F2, F3), foi feita através da conversão da curva de prata dissolvida preparada em água deionizada, em uma curva de fluxo de massa Figura 10. Onde as concentrações das soluções padrões (S1₁, S2₂, S3₃, S4₄, S5₅) de prata dissolvida foram convertidas em massa por evento (fluxo de massa). A Tabela 12 apresenta os resultados obtidos. O fluxo medido foi de 0,4 mL min⁻¹ e a TE calculada foi de 4,75%.

A Figura 10 apresenta a curva analítica do fluxo de massa em relação ao fluxo e a TE calculados.

Figura 10 – Curva analítica de fluxo de massas



Fonte: A autora, 2023.

Tabela 12 – Conversão da concentração da curva de prata dissolvida em fluxo de massa

Concentração inicial das soluções de trabalho - ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Concentração da solução de trabalho ($\mu\text{g L}^{-1}$)	Fluxo de massa ($\mu\text{g evento}^{-1}$)
1	$1,21 \times 10^{-10}$	$5,76 \times 10^{-12}$
5	$7,95 \times 10^{-10}$	$3,78 \times 10^{-11}$
10	$1,61 \times 10^{-9}$	$7,67 \times 10^{-11}$
15	$2,50 \times 10^{-9}$	$1,19 \times 10^{-10}$
20	$3,85 \times 10^{-9}$	$1,61 \times 10^{-10}$

Fonte: A autora, 2023.

B) Limite de detecção (LD), Limite de quantificação (LQ)

A tabela 13 apresenta os limites de detecção e quantificação

Tabela 13 – Limites de detecção e quantificação do tamanho e do número de AgNP por spICP-MS

LD_t (nm)	LD_{np} (nº de nanopartículas mL^{-1})	LQ_{np} (nº de nanopartículas mL^{-1})
20	$1,7 \times 10^4$	$5,8 \times 10^4$

Fonte: A autora, 2023.

LD_t : limite de detecção de tamanho; LD_{np} : limite do número de nanopartículas mL^{-1} ; LQ_{np} : limite de quantificação do número de nanopartículas mL^{-1} .

C) Precisão e exatidão

Para avaliar a precisão e exatidão da metodologia uma amostra AL foi adicionada com uma concentração conhecida de AgNP. A Tabela 14 apresenta os resultados da exatidão e precisão.

Tabela 14 - Resultados da recuperação e DPR para nanopartícula de prata (AgNP) por spICP-MS

Amostra	Valor do tecido sem adição	Valor adicionado partículas mL^{-1}	Valor determinado partículas mL^{-1}	%Rec partículas mL^{-1}	%RSD
AL	$< 5,8 \times 10^4$	$2,27 \times 10^9$	$1,85 \times 10^9$	81	2

Fonte: A autora, 2023.

Rec: recuperação; RSD: desvio padrão relativo.

Os resultados encontrados indicam que a metodologia utilizada é adequada para avaliar as amostras do estudo. Somando-se a isso, os resultados encontrados da avaliação de recuperação e a repetibilidade estão próximos aos valores encontrados por (BARATA-SILVA et al., 2021; BAZILIO et al., 2021).

4.2 Impregnação das fibras têxteis com AgNP

4.2.1 Determinação da concentração de prata total por ICP OES

As concentrações de Ag total presentes nas soluções de impregnação estão apresentadas na Tabela 15.

Tabela 15 – Concentração de Ag total presente nas soluções de impregnação

Soluções AgNP	Descrição da solução	Concentração (mgL ⁻¹)
F1	Solução comercial concentrada	782,77
F2	Solução comercial diluída	20,69
F3	Solução Inmetro concentrada	12,64

Fonte: A autora, 2023.

4.2.2 Absorção da solução de Prata (Pick up)

A impregnação das fibras têxteis AL e PA6.6 foi realizada utilizando as soluções de AgNP (F1, F2, F3) impregnadas nas fibras de algodão e poliamida. O objetivo foi avaliar o grau de absorção e a sua uniformidade nas fibras têxteis impregnadas. A Tabela 16 apresenta os resultados de pick-up para cada fibra impregnada.

Os resultados do percentual de solução absorvido pelas fibras têxteis (pick-up) após o ensaio de impregnação via foulard com as soluções de nanopartículas, variaram de 84 a 95%. Em geral, um percentual de retenção em torno de 85% é considerado adequado, desta forma o procedimento empregado neste trabalho é adequado.

Tabela 16 - %Pick-up após a etapa de impregnação com as soluções de AgNP nas fibras têxteis de algodão e poliamida

Fibra têxtil	Solução de AgNP	Pick-up (%)
PA6.6	F2	90,8
AL	F2	91,7
AL	F1	84,3
AL	F3	87,9

Fonte: A autora, 2023.

AgNP = Nanopartículas de prata; PA6.6 = Poliamida 6.6; AL = Algodão

4.2.3 A Concentração de Ag total nas fibras têxteis

A concentração de Ag total presente nas fibras têxteis de algodão e poliamida estão apresentadas na Tabela 17.

Tabela 17 – Concentração de Ag total presente nas fibras têxteis de algodão e poliamida

Fibra têxtil impregnada	Solução de AgNP	Concentração de Ag total ($\mu\text{g g}^{-1}$)	Concentração de Ag total (ug/cm^2)
AL	F2	$20,8 \pm 0,02$	$0,6 \pm 0,02$
PA6.6	F2	$22,7 \pm 1,1$	$0,7 \pm 0,06$

Fonte: A autora, 2023.

PA66 = Poliamida 6.6; AL = Algodão.

Na impregnação das fibras AL e PA6.6 com a solução F2, buscou-se quantificar a Ag total impregnada nas fibras têxteis. Ao avaliar os resultados obtidos através do teste t, observou que os valores são estatisticamente iguais.

Tal comportamento pode estar associado as características intrínsecas das fibras de algodão e poliamida, observa se que as duas fibras apresentaram boa uniformidade na adsorção de AgNP. As fibras de algodão e de poliamida possuem uma alta hidrofiliidade, o que poderia explicar o referido comportamento apresentado pelas fibras (GORDON; HSIEH, 2007; WAKELYN et al., 2006). Em função desses resultados optamos por trabalhar somente com a fibra de algodão, uma vez que é a mais utilizada na área da saúde.

4.2.4 Quantificação das nanopartículas de prata presentes na fibra de algodão

A fibra têxtil de algodão foi impregnada via foulard com as mesmas condições operacionais já descritas. Assim as soluções (F1-F2-F3) foram utilizadas para impregnar a fibra de algodão (F1-C; F2-D; F3-I). Estas soluções foram analisadas por spICP-MS. A Tabela 18 apresenta os resultados do tamanho mais frequente, a média do tamanho e o número de AgNP mL⁻¹.

Tabela 18 - Resultados obtidos para as soluções de AgNP

Solução de AgNP	Tamanho mais frequente (nm)	Tamanho médio(nm)	Número de AgNP mL ⁻¹
F1	59 ± 1	67 ± 2	1,85x10 ⁹
F3	71± 1	78 ± 1	2,4x10 ⁷

Fonte: A autora, 2023.

F1: Solução comercial concentrada; F3: Solução Inmetro concentrada.

As Tabelas 19 e 20 e as Figuras 11 e 12 apresentam a distribuição de tamanho das soluções F1 e F3.

Tabela 19 - Resultados obtidos para faixa de tamanho mais frequente da solução (F1)

Faixa de distribuição de tamanho	Tamanho mais frequente (nm)	%NPs
0-20	0	0
21-40	37	4
41-60	55	43
61-80	63	37
81-100	87	12
> 100	107	4

Fonte: A autora, 2023.

NP: nanopartículas.

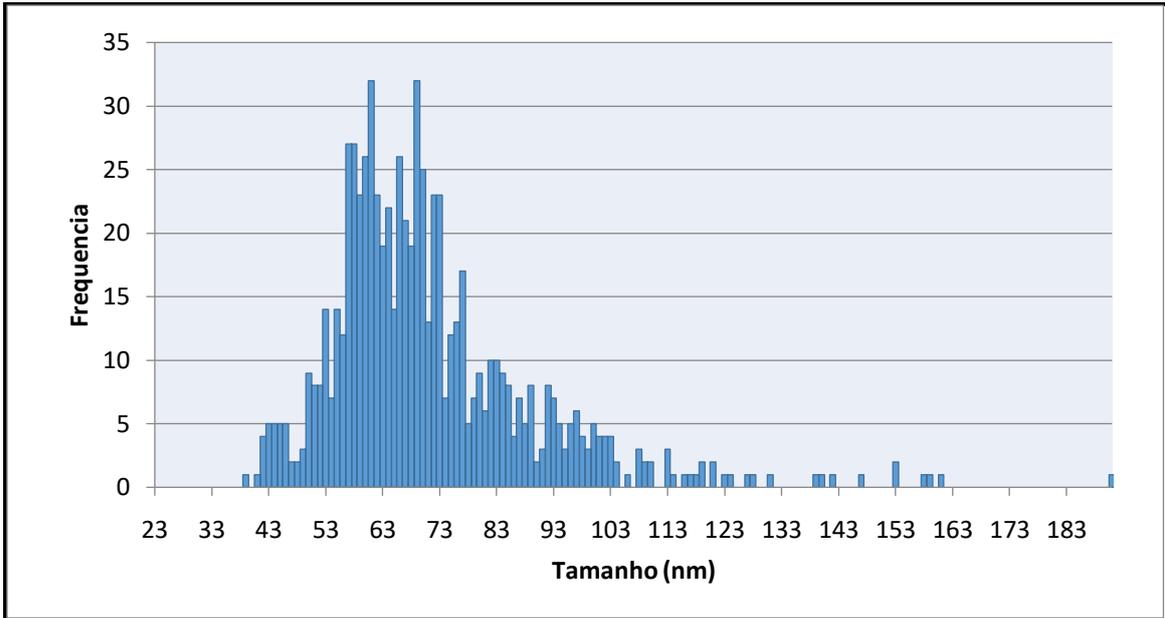
Tabela 20 - Resultados obtidos para faixa de tamanho mais frequente da solução (F3)

Faixa de distribuição de tamanho	Tamanho mais frequente (nm)	%NPs
0-20	0	0
21-40	0	0
41-60	56	11
61-80	69	45
81-100	84	29
> 100	101	16

Fonte: A autora, 2023.

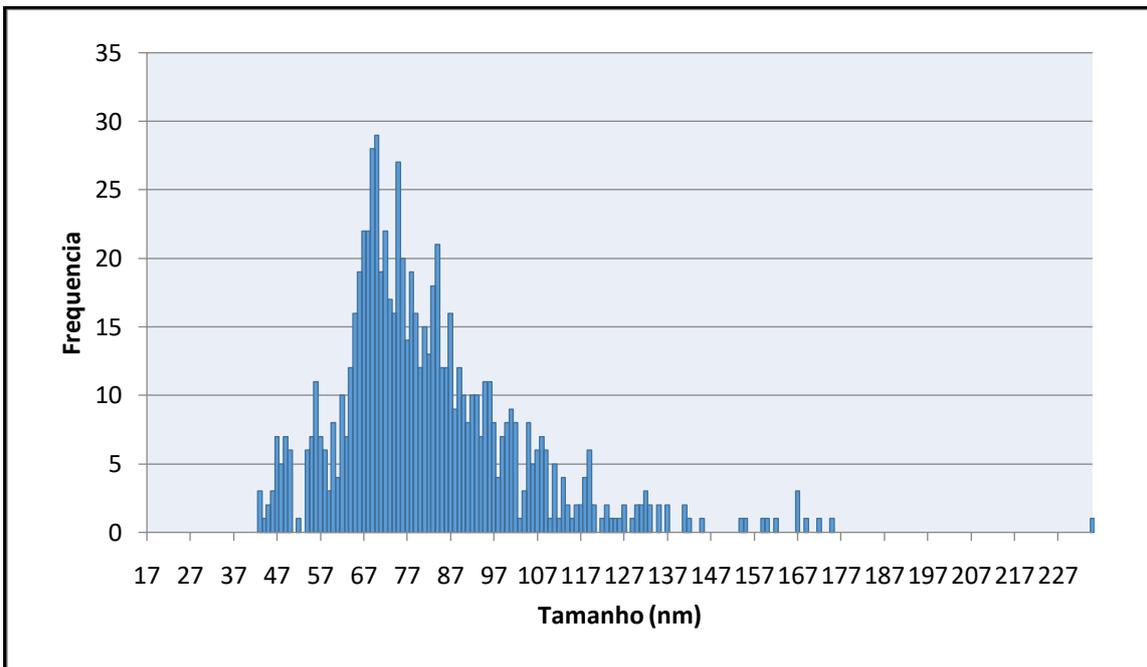
NP: nanopartículas.

Figura 11 - Histograma da distribuição de tamanho de partículas da solução (F1)



Fonte: A autora, 2023.

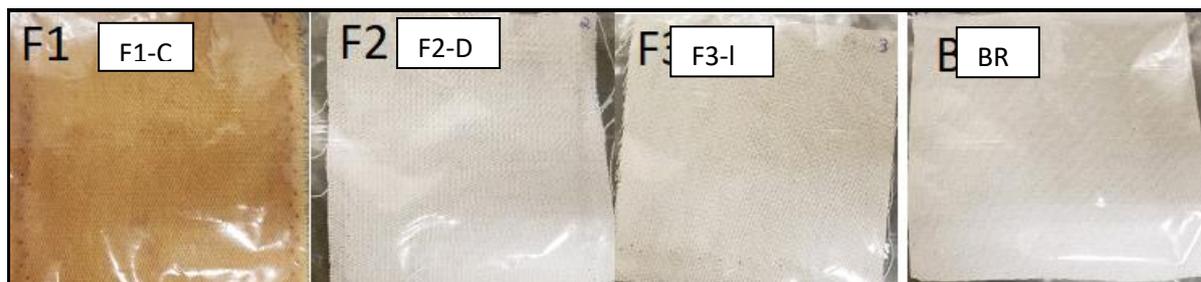
Figura 12 - Histograma da distribuição de tamanho de partículas da solução (F3)



Fonte: A autora, 2023.

A Figura 13 representa os quadrantes de algodão impregnados com as soluções de AgNP (F1-F2-F3).

Figura 13 – Fibras de algodão impregnadas com diferentes concentrações de AgNP



Fonte: A autora, 2023.

(F1-C): Fibra de algodão impregnada com a solução comercial concentrada; (F2-D): Fibra de algodão impregnada com a solução industrial diluída 40X; (F3-I) Fibra de algodão impregnada com a solução concentrada Inmetro, (BR) branco.

Observa-se que as amostras de algodão impregnadas com diferentes concentrações de Ag e a consequente impregnação por AgNP, mudou de coloração mais clara (branco) para marrom após tratamento via foulard. Tal fenômeno pode estar associado com o aumento da concentração do íon de prata das diferentes concentrações das soluções indicando que mais AgNPs são absorvidas (FAN et al., 2019). Considerando que a coloração (marrom) da amostra (F1-C) na concentração mais alta da Ag total apresentou uma característica indesejada para a amostra de algodão, por esta razão optou-se por usar a solução F2 de forma que o material obtido tivesse características mais adequadas do ponto de vista comercial.

Na Tabela 21 estão apresentados os resultados encontrados para a caracterização e quantificação das AgNPs impregnadas nos quadrantes das fibras de algodão.

Tabela 21- Resultados obtidos para a caracterização e quantificação das AgNP impregnadas na fibra de algodão

Fibra têxtil impregnadas com as Soluções de AgNP	Tamanho médio da AgNP (nm)	Número de partículas por mL ⁻¹
F1- C	27± 2	1,67x10 ⁹ ± 9,8 x10 ⁵
F2- D	44± 3	7,4x10 ⁹ ± 4,4 x10 ⁵
F3-I	67± 5	7,9x10 ⁷ ± 5,0 x10 ⁵

Fonte: A autora, 2023.

Os resultados indicaram que o tamanho das AgNP variou entre as fibras de algodão impregnadas com as diferentes soluções. Ao compararmos os dados encontrados com a literatura, observa-se que os tamanhos encontrados, possuem

atividade antimicrobiana descrita, mas, contudo, especialmente as AgNP encontradas nas soluções F2 e F3, de acordo com estudos poderiam ter uma atividade antimicrobiana menor, em função do tamanho, quando comparada com a solução F1. (JEREMIAH et al., 2020; MARIMUTHU et al., 2020; PILAQUINGA et al., 2021; SOIZA; DONALDSON; MYINT, 2018). Além disso podemos observar que o tamanho na solução F1 foi menor do que a média na solução, essa diferença pode ser explicada pelo fato de que nanopartículas menores tem uma melhor aderência ao tecido. As Tabelas 22 e 23 as Figuras 14 e 15 mostram a distribuição das AgNP nas amostras F1- C e F3- I

Tabela 22 - Resultados obtidos para faixa de tamanho mais frequente da AgNP impregnada na fibra de algodão – Amostra (F1-C)

Faixa de distribuição de tamanho	Tamanho mais frequente (nm)	%NPs
0-20	0	0
21-40	37	71
41-60	41	27
61-80	61	2
81-100	81	0
> 100	114	0

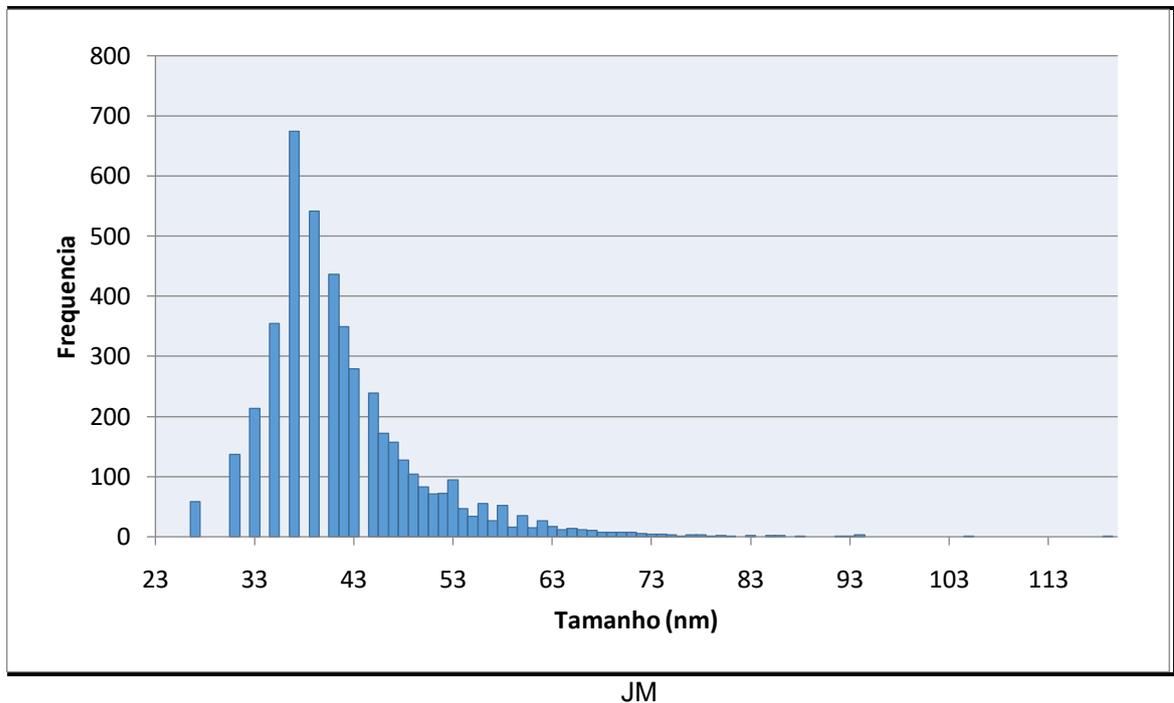
Fonte: A autora, 2023.
NP: nanopartículas.

Tabela 23 - Resultados obtidos para faixa de tamanho mais frequente da AgNP impregnada na fibra de algodão – Amostra (F3-I)

Faixa de distribuição de tamanho	Tamanho mais frequente (nm)	%NPs
0-20	0	0
21-40	0	0
41-60	57	8
61-80	76	34
81-100	85	42
> 100	109	15

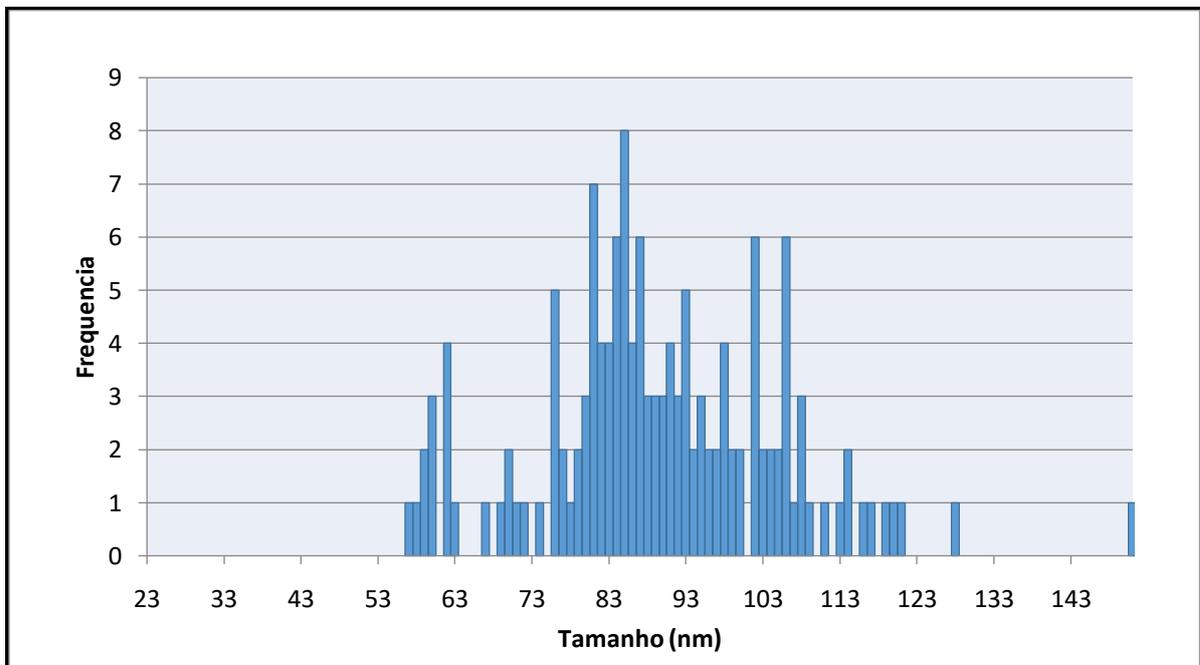
Fonte: A autora, 2023.
NP: nanopartículas.

Figura 14 - Histograma da distribuição de tamanho de partículas na fibra têxtil de algodão – Amostra (F1-C)



Fonte: A autora, 2023.

Figura 15 - Histograma da distribuição de tamanho de partículas na fibra têxtil de algodão – Amostra (F3-I)



Fonte: A autora, 2023.

4.2.5 Solidez a lavagem

Os resultados para o ensaio da solidez realizados nas fibras de algodão e poliamida estão listados na Tabela 24.

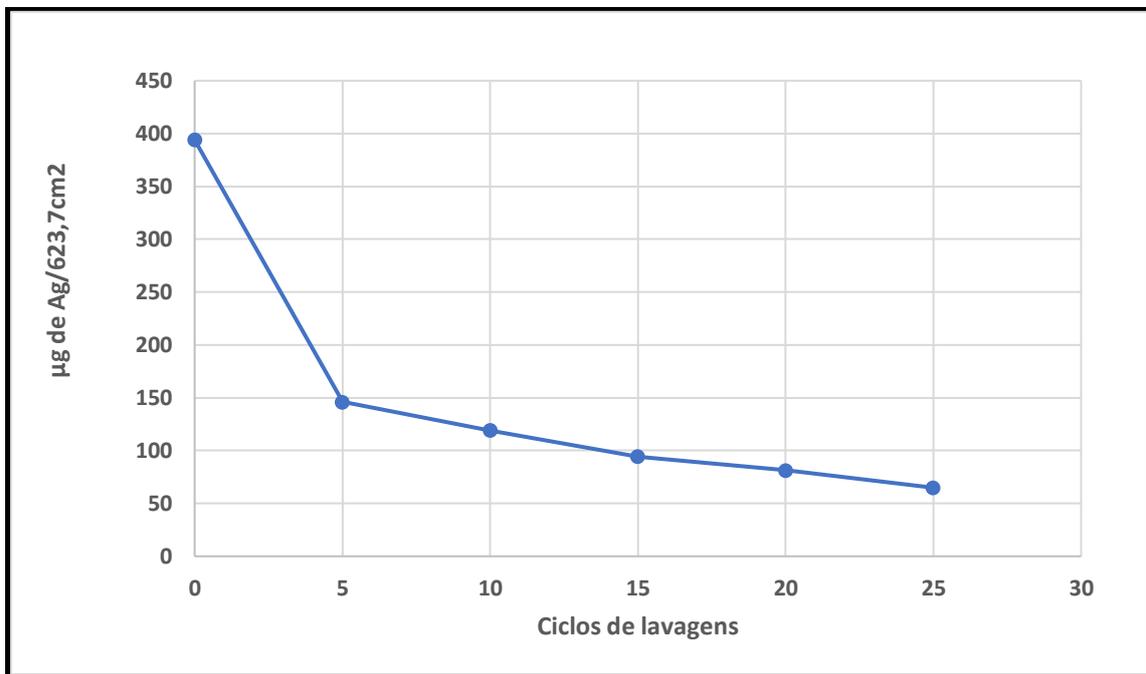
Tabela 24 – Concentração de Ag total nas fibras de algodão e poliamida após a solidez a lavagem

Fibra têxtil	Solução de AgNP	μg de Ag/623,7 cm^2 antes da lavagem	μg de Ag/623,7 cm^2 após 25 lavagens	%Perda
AL	F2	394,8 \pm 35,0	60,7 \pm 7,2	84,6%
PA66	F2	417,9 \pm 39,9	31,9 \pm 16,7	92,3%

Fonte: A autora, 2023.

A concentração de Ag total relacionados aos ciclos de lavagens da fibra têxtil de algodão está demonstrada na Figura 16.

Figura 16 – Ciclos de lavagens da fibra têxtil de algodão



Fonte: A autora, 2023.

O quadrante da fibra têxtil de algodão de tamanho aproximado de 623,7 cm^2 (tamanho de uma folha A4), foi avaliado em relação a resistência a ciclos de lavagens e foi observado que logo nos 1 primeiros ciclos de lavagem, que corresponde a 5 lavagens caseira, ocorre uma perda significativa de Ag quando comparado com a

concentração de Ag total presente na fibra antes do ensaio de solidez. Estes resultados indicaram que a lavagem impõe significativas perdas das Ag, indicando que o processo de impregnação utilizado não seria suficiente para fixar as nanopartículas na matriz têxtil e que novas tecnologias poderiam melhorar a fixação diante ciclos de lavagens (BARATA-SILVA et al., 2021).

Os resultados apresentados em outros estudos (FAN et al., 2019; MALAPIT; BACULI, 2022), revelaram que quando aplicada a impregnação utilizando a tecnologia do plasma atmosférico nas fibras têxteis tanto de origem natural ou sintética, as AgNPs demonstraram alta capacidade de fixação na fibra. Esta abordagem na aplicação do método de plasma a frio, pode ser benéfica para fixar AgNPs em materiais sensíveis ao calor e principalmente permitir melhor fixação da nanopartícula de prata em relação durabilidade à solidez.

5. CONCLUSÃO

O desenvolvimento de novos materiais com capacidade antimicrobiana e a implementação de novas metodologias que verifiquem a qualidade desses produtos podem ser ferramentas uteis para o enfrentamento das emergências de saúde pública, como a pandemia de SARS-COV-2 e outras que ainda podem surgir.

O estudo da impregnação de AgNP nas fibras têxteis de algodão e poliamida pelo método *pad-dry-cure* foi capaz de demonstrar a presença de nanopartículas de prata impregnadas nas duas fibras avaliadas.

A técnica de ICP OES utilizada para a determinação da prata total e a técnica de spICP-MS para determinação das AgNPs impregnadas nas fibras têxteis estudadas foram adequadas para este tipo de estudo e similares com resultados encontrados na literatura.

O ensaio de solidez à lavagem demonstrou baixa fixação da AgNP impregnadas tanto na fibra têxtil de algodão e de poliamida, sugerindo que outras vias tecnológicas são necessárias para melhorar a durabilidade em relação a fixação da nanopartícula diante ciclos de lavagens. Uma possibilidade, de acordo com a literatura científica, seria, o método de plasma atmosférico como uma via tecnológica benéfica para o tratamento da matriz têxtil com objetivo de melhorar a fixação da AgNP no que tange a resistência à solidez e proporcionar a produção de fibras têxteis com atividade antimicrobiana.

Os métodos utilizados nesse trabalho podem ser uma opção metodológica para o controle de qualidade dessas matrizes impregnadas com AgNP. A definição de parâmetros mínimos de qualidade para a impregnação de AgNP em fibras têxteis e de metodologias para a garantia de qualidade é necessária, considerando que poucas autoridades de saúde estabeleceram parâmetros e metodologias dessa natureza e que a regulação global das nanotecnologias não tem acompanhado a entrada no mercado de seus produtos, isso sem considerar que o crescimento desse mercado tende a se acelerar nos próximos anos.

A continuidade de estudos que avaliassem todo espectro da capacidade antimicrobiana dessas fibras impregnadas com AgNP seria recomenda. Pesquisas pertinentes a implementação das novas vias tecnológicas e outras matrizes têxteis também seriam desejáveis.

REFERÊNCIAS

- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT/CEE-089:** Nanotecnologia. Rio de Janeiro, [20--]. Disponível em: <http://www.abnt.com.br/temas-estrategicos/nanotecnologia>. Acesso em: 4 maio. 2023.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas.** Disponível em: <https://www.abnt.org.br/busca360/ABNT%20NBR%2012744/1>. Acesso em: 27 jan. 2023.
- AHIRE, S. A. *et al.* The Augmentation of nanotechnology era: a concise review on fundamental concepts of nanotechnology and applications in material science and technology. **Results in Chemistry**, v. 4, p. 100633, 1 jan. 2022.
- ALLAN, J. *et al.* Regulatory landscape of nanotechnology and nanoplastics from a global perspective. **Regulatory Toxicology and Pharmacology**, v. 122, p. 104885, 1 jun. 2021.
- AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA (Brasil). **Nota Técnica 20/2021 - COSAN/GHCOS/DIRE3/ANVISA — Português (Brasil).** Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/centraisdeconteudo/publicacoes/saneantes/notas-tecnicas/nota-tecnica-20-2021-cosan-ghcos-dire3-anvisa/view>. Acesso em: 19 set. 2021.
- ASCEND PERFORMANCE MATERIALS. **The Difference Between Nylon 6.6 and Nylon 6.** Disponível em: <https://www.servicethread.com/blog/the-difference-between-nylon-6.6-and-nylon-6>. Acesso em: 2 maio. 2023.
- AZIZI-LALABADI, M.; GARAVAND, F.; JAFARI, S. M. Incorporation of silver nanoparticles into active antimicrobial nanocomposites: Release behavior, analyzing techniques, applications and safety issues. **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 293, p. 102440, jul. 2021.
- AZNAR, R. *et al.* Quantification and size characterisation of silver nanoparticles in environmental aqueous samples and consumer products by single particle-ICPMS. **Talanta**, v. 175, p. 200-208, 1 dez. 2017.
- BARATA-SILVA, C. *et al.* Avaliação da qualidade das máscaras comercializadas no Brasil em tempos de pandemia da COVID-19 quanto à presença de prata e de nanopartículas de prata. **Vigilância Sanitária em Debate: Sociedade, Ciência & Tecnologia (Health Surveillance under Debate: Society, Science & Technology)**, v. 9, n. 1, p. 29–35, 26 fev. 2021.
- BAZILIO, F. S. **Controle sanitário de materiais plásticos, com ação antimicrobiana pela adição de nanopartículas de prata, destinados ao contato com alimentos.** Tese (Doutorado em Vigilância Sanitária) - Rio de Janeiro: Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde / FIOCRUZ, 2020.

BAZILIO, F. S. *et al.* DETECÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE PRATA POR spICP-MS. **Química Nova**, v. 44, p. 868-873, 3 set. 2021.

BERGLIN, L. **Smart Textiles and Wearable Technology**. 2013. Disponível em: <https://www.semanticscholar.org/paper/Smart-Textiles-and-Wearable-Technology-Berglin/7a0b01c5aaec9fb2e66821abe5df688297e9888d>. Acesso em: 2 maio 2023.

BRASIL. Portaria nº 3.459, de 26 de julho de 2019. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, n. 152, p. 286, 8 ago. 2019. Disponível em: <https://www.in.gov.br/web/dou>. Acesso em: 13 out. 2021.

BRUMBY, A. *et al.* Silver, Silver Compounds, and Silver Alloys. *In: Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. [S.l.] John Wiley & Sons, Ltd, 2008.

CANADA, H. **Policy Statement on Health Canada's Working Definition for Nanomaterial**. Disponível em: <https://www.canada.ca/en/health-canada/services/science-research/reports-publications/nanomaterial/policy-statement-health-canada-working-definition.html>. Acesso em: 19 set. 2021.

COMMISSIONER, O. THE Office of the Commissioner Nanotechnology Programs. **FDA**, 11 mar. 2018.

COMMISSIONER, O. THE. FDA's Approach to Regulation of Nanotechnology Products. **FDA**, 21 mar. 2019.

COMMISSIONER, O. OF THE. Nanotechnology Task Force. **FDA**, 23 fev. 2021.

CORRADI, A. C. **Teciteca**: formação de um acervo básico como ferramenta de pesquisa dos alunos de moda para o conhecimento dos substratos têxteis. Dissertação (Mestrado em Têxtil e Moda) - São Paulo: Universidade de São Paulo, 22 ago. 2016.

ECHA. **Nanomaterials - ECHA**. Disponível em: <https://echa.europa.eu/regulations/nanomaterials>. Acesso em: 19 set. 2021.

EUROPEAN COMMISSION. **Horizon 2020**: development and implementation of Grouping and Safe-by-Design approaches within regulatory frameworks. NanoREG II Project. Disponível em: <https://cordis.europa.eu/project/id/646221>. Acesso em: 16 out. 2021.

EUROPEAN COMMISSION. **Catalogue of nanomaterials used in cosmetic products placed on the market**. Disponível em: <https://ec.europa.eu/docsroom/documents/38164>. Acesso em: 23 abr. 2023.

EUROPEAN FOOD SAFETY AUTHORITY; SCIENTIFIC COMMITTEE AND EMERGING RISKS UNIT. **Nanonetwork**. 2017. Disponível em: <https://www.efsa.europa.eu/sites/default/files/Nanonetwork.pdf>. Acesso em: 21 set. 2021.

FAN, Z. *et al.* A Surface Dielectric Barrier Discharge Plasma for Preparing Cotton-Fabric-Supported Silver Nanoparticles. **Nanomaterials**, v. 9, n. 7, p. 961, jul. 2019.

FEYNMAN, R. P. **There's Plenty of Room at the Bottom**. In: AMERICAN PHYSICAL SOCIETY MEETING. California Institute of Technology (CalTech), 29 dez. 1959. Disponível em: https://media.wiley.com/product_data/excerpt/53/07803108/0780310853.pdf. Acesso em: 23 abr. 2023.

GALDIERO, S. *et al.* Silver nanoparticles as potential antiviral agents. **Molecules (Basel, Switzerland)**, v. 16, n. 10, p. 8894-8918, 24 out. 2011.

GORDON, S.; HSIEH, Y. L. (eds.). **Cotton: Science and Technology**. 1. ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 2007.

GRANADOS, A.; PLEIXATS, R.; VALLRIBERA, A. Recent Advances on Antimicrobial and Anti-Inflammatory Cotton Fabrics Containing Nanostructures. **Molecules (Basel, Switzerland)**, v. 26, n. 10, p. 3008, 18 maio 2021.

GUPTA, B. S. (ed.). **Friction in Textile Materials**. 1. ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 2008.

HAMOUDA, T. *et al.* Preparation of cellulose-based wipes treated with antimicrobial and antiviral silver nanoparticles as novel effective high-performance coronavirus fighter. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 181, p. 990-1002, 30 jun. 2021.

HASAN, J. *et al.* Antiviral Nanostructured Surfaces Reduce the Viability of SARS-CoV-2. **ACS Biomaterials Science & Engineering**, v. 6, n. 9, p. 4858-4861, 14 set. 2020.

IDUMAH, C. I. Influence of nanotechnology in polymeric textiles, applications, and fight against COVID-19. **The Journal of The Textile Institute**, v. 112, n. 12, p. 1-21, 23 dez. 2020.

INMETRO. Coordenação Geral de Acreditação. **Orientação sobre validação de métodos analíticos**: documento de caráter orientativo. Rev. 8. Rio de Janeiro, 2020. (DOQ-CGCRE-008). Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/Sidoq/Arquivos/Cgcre/DOQ/DOQ-Cgcre-8_08.pdf. Acesso em: 23 abr. 2023.

INMETRO. **Legislação Inmetro**. Rio de Janeiro, 2021. Disponível em: http://www.inmetro.gov.br/legislacao/detalhe.asp?seq_classe=1&seq_ato=2713. Acesso em: 26 jan. 2023.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO/TS 80004**: nanotechnologies - vocabulary - part 1: core terms. Switzerland, 2015. Disponível em: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:ts:80004:-1:ed-2:v1:en>. Acesso em: 1 maio. 2023.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO/TS 19337**: nanotechnologies - characteristics of working suspensions of nano-objects for in vitro assays to evaluate inherent nano-object toxicity. Switzerland, 2016. Disponível em: <https://www.iso.org/standard/64652.html>. Acesso em: 27 jun. 2023.

IRFAN, M. *et al.* Antimicrobial functionalization of cotton fabric with silver nanoclusters/silica composite coating via RF co-sputtering technique. **Cellulose**, v. 24, n. 5, p. 2331–2345, 1 maio 2017.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO/TC 229**: nanotechnologies. 2005. Disponível em: <https://www.iso.org/cms/render/live/en/sites/isoorg/contents/data/committee/38/19/381983.html>. Acesso em: 19 set. 2021.

JEREMIAH, S. S. *et al.* Potent antiviral effect of silver nanoparticles on SARS-CoV-2. **Biochemical and Biophysical Research Communications**, v. 533, n. 1, p. 195-200, 26 nov. 2020.

JR, C. P. P. **Encyclopedic Dictionary of Condensed Matter Physics**. [S.l.] Academic Press, 2004.

KARAGOZ, S. *et al.* Antibacterial, Antiviral, and Self-Cleaning Mats with Sensing Capabilities Based on Electrospun Nanofibers Decorated with ZnO Nanorods and Ag Nanoparticles for Protective Clothing Applications. **ACS applied materials & interfaces**, v. 13, n. 4, p. 5678-5690, 3 fev. 2021.

KHARAGHANI, D. *et al.* Preparation and In-Vitro Assessment of Hierarchical Organized Antibacterial Breath Mask Based on Polyacrylonitrile/Silver (PAN/AgNPs) Nanofiber. **Nanomaterials (Basel, Switzerland)**, v. 8, n. 7, p. E461, 25 jun. 2018.

KRUG, F. J. *et al.* **Guia prático de perguntas e respostas sobre ICP-OES, ICP-MS e preparo de amostras**. EMBRAPA, , 2001. Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/122472/1/digitalizar0014.pdf>. Acesso em: 1 maio. 2023.

LABORDA, F.; BOLEA, E.; JIMÉNEZ-LAMANA, J. Single Particle Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry: A Powerful Tool for Nanoanalysis. **Analytical Chemistry**, v. 86, n. 5, p. 2270-2278, 4 mar. 2014.

LAM PO TANG, S.; STYLIOS, G. K. An overview of smart technologies for clothing design and engineering. **International Journal of Clothing Science and Technology**, v. 18, n. 2, p. 108-128, 1 jan. 2006.

LIAO, C.; LI, Y.; TJONG, S. C. Bactericidal and Cytotoxic Properties of Silver Nanoparticles. **International Journal of Molecular Sciences**, v. 20, n. 2, p. E449, 21 jan. 2019.

LIDE, D. R. **CRC handbook of chemistry and physics**: a ready-reference book of chemical and physical data. Boca Raton: CRC Press, 2004.

MACKEVICA, A.; OLSSON, M. E.; HANSEN, S. F. Quantitative characterization of TiO₂ nanoparticle release from textiles by conventional and single particle ICP-MS. **Journal of Nanoparticle Research**, v. 20, p. 6, 1 jan. 2018.

MALAPIT, G. M.; BACULI, R. Q. Bactericidal efficiency of silver nanoparticles deposited on polyester fabric using atmospheric pressure plasma jet system. **The Journal of The Textile Institute**, v. 113, n. 9, p. 1878-1886, 2 set. 2022.

MARIMUTHU, S. *et al.* Silver nanoparticles in dye effluent treatment: A review on synthesis, treatment methods, mechanisms, photocatalytic degradation, toxic effects and mitigation of toxicity. **Journal of Photochemistry and Photobiology. B, Biology**, v. 205, p. 111823, abr. 2020.

MARTÍNEZ-ABAD, A. *et al.* Evaluation of silver-infused polylactide films for inactivation of Salmonella and feline calicivirus in vitro and on fresh-cut vegetables. **International Journal of Food Microbiology**, v. 162, n. 1, p. 89-94, 1 mar. 2013.

MATHER, R. R.; WARDMAN, R. H. **The Chemistry of Textile Fibres**. 2. ed. [S.l.] Royal Society of Chemistry, 2015.

MCTIC. **Ministerio da Ciencia, Tecnologia e Inovação**. Disponível em: https://antigo.mctic.gov.br/mctic/opencms/tecnologia/incentivo_desenvolvimento/sisano/sisnano.html. Acesso em: 13 out. 2021.

MEDICI, S. *et al.* Medical Uses of Silver: History, Myths, and Scientific Evidence. **Journal of Medicinal Chemistry**, v. 62, n. 13, p. 5923-5943, 11 jul. 2019.

MEERMANN, B.; NISCHWITZ, V. ICP-MS for the analysis at the nanoscale - a tutorial review. **Journal of Analytical Atomic Spectrometry**, v. 33, n. 9, p. 1432-1468, 30 ago. 2018.

MEISLER, A. **A tempest on a tea cart**. Disponível em: <https://www.latimes.com/archives/la-xpm-2005-dec-18-tm-dragee51-story.html>. Acesso em: 23 abr. 2023.

MENZEL, M.; FITTSCHEN, U. E. A. Total reflection X-ray fluorescence analysis of airborne silver nanoparticles from fabrics. **Analytical Chemistry**, v. 86, n. 6, p. 3053-3059, 18 mar. 2014.

MISIRLI, G. M.; SRIDHARAN, K.; ABRANTES, S. M. P. A review on nanostructured silver as a basic ingredient in medicine: physicochemical parameters and characterization. **Beilstein Journal of Nanotechnology**, v. 12, p. 440-461, 2021.

NATIONAL NANOTECHNOLOGY INITIATIVE. **What Is Nanotechnology?** Disponível em: <https://www.nano.gov/nanotech-101/what/definition>. Acesso em: 23 abr. 2023.

O'DOWD, K. *et al.* Face Masks and Respirators in the Fight against the COVID-19 Pandemic: A Review of Current Materials, Advances and Future Perspectives. **Materials (Basel, Switzerland)**, v. 13, n. 15, p. E3363, 29 jul. 2020.

OECD. **Key nanotechnology indicators - OECD**. Disponível em: <https://www.oecd.org/sti/emerging-tech/nanotechnology-indicators.htm>. Acesso em: 19 set. 2021a.

OECD. **Publications in the Series on the Safety of Manufactured Nanomaterials - OECD**. Disponível em: <https://www.oecd.org/chemicalsafety/nanosafety/publications-series-safety-manufactured-nanomaterials.htm>. Acesso em: 19 set. 2021b.

PARAMSOTHY, M. Nanotechnology in Clothing and Fabrics. **Nanomaterials**, v. 12, n. 1, p. 67, 28 dez. 2021.

PEREIRA, R. A. *et al.* O uso de fibras têxteis impregnadas com nanopartículas de prata para enfretamento de doenças infecciosas, seus riscos à saúde e a sua regulação sanitária. **Research, Society and Development**, v. 11, n. 6, p. e7311628704–e7311628704, 20 abr. 2022.

PILAQUINGA, F. *et al.* Silver nanoparticles as a potential treatment against SARS-CoV-2: A review. **Wiley Interdisciplinary Reviews. Nanomedicine and Nanobiotechnology**, p. e1707, 27 fev. 2021.

POLITANO, A. D. *et al.* Use of Silver in the Prevention and Treatment of Infections: Silver Review. **Surgical Infections**, v. 14, n. 1, p. 8-20, fev. 2013.

PORTAL SENAI. **Manuais Técnicos**. São Paulo. Disponível em: <https://textil.sp.senai.br/3905/manuais-tecnicos>. Acesso em: 27 jan. 2023.

PROVIDENT METAS. **Bullion VS. numismatic coins**: difference between bullion and numismatic coins. Disponível em: <https://www.providentmetals.com/knowledge-center/precious-metals-resources/bullion-vs-numismatic-coins.html>. Acesso em: 23 abr. 2023.

RAI, M. *et al.* Metal nanoparticles: The protective nanoshield against virus infection. **Critical Reviews in Microbiology**, v. 42, n. 1, p. 46-56, 2016.

RAMAIAH, G. B.; TEGEGNE, A.; MELESE, B. Developments in Nano-materials and Analysing its role in Fighting COVID-19. **Materials Today. Proceedings**, 9 maio 2021.

REDE NANO SAÚDE. **Rede Nano Saúde**, 2022. Disponível em: <https://redenanosauade.com.br/>. Acesso em: 4 maio. 2023.

REED, R. B. *et al.* Potential Environmental Impacts and Antimicrobial Efficacy of Silver- and Nanosilver-Containing Textiles. **Environmental Science & Technology**, v. 50, n. 7, p. 4018-4026, 5 abr. 2016.

RESEARCH AND MARKETS LTD. **Nanotechnology**: Global Market Trajectory & Analytics. [S.l.: s.n.]. Disponível em:

https://www.researchandmarkets.com/reports/338364/nanotechnology_global_market_trajectory_and. Acesso em: 23 abr. 2023.

RODRIGUEZ-GARRAUS, A. *et al.* Genotoxicity of Silver Nanoparticles. **Nanomaterials**, v. 10, n. 2, p. 251, fev. 2020.

SALLEH, A. *et al.* The Potential of Silver Nanoparticles for Antiviral and Antibacterial Applications: A Mechanism of Action. **Nanomaterials**, v. 10, n. 8, p. 1566, 9 ago. 2020.

SANTOS, L. M. G. dos *et al.* Arsenic, cadmium and lead concentrations in Yerba mate commercialized in Southern Brazil by inductively coupled plasma mass spectrometry. **Ciência Rural**, v. 47, p. e2170202, 7 dez. 2017.

SARVATE, S. **Are we being poisoned by our favorite Indian sweets?** Disponível em: https://web.archive.org/web/20090214002122/http://indiacurrents.com/news/view_article.html?article_id=b8b860cc0946bef1dbe95caddfe4bcaa. Acesso em: 23 abr. 2023.

SCIENTIFIC COMMITTEE ON EMERGING AND NEWLY IDENTIFIED HEALTH RISKS. **modified Opinion (after public consultation) on The appropriateness of existing methodologies to assess the potential risks associated with engineered and adventitious products of nanotechnologies**. Brussels, Belgium: European Commission DG Health & Consumers, 2006. Disponível em: https://ec.europa.eu/health/ph_risk/committees/04_scenihr/docs/scenihr_o_003b.pdf. Acesso em: 23 abr. 2023.

SHAHID, M.; ADIVAREKAR, R. (eds.). **Advances in Functional Finishing of Textiles**. 20. ed. [S.l.]: Springer, 2020.

SILVA, M. C. *et al.* Digital Sublimation Printing on Knitted Polyamide 6.6 Fabric Treated with Non-Thermal Plasma. **Polymers**, v. 13, n. 12, p. 1969, jan. 2021.

SIM, W. *et al.* Antimicrobial silver in medicinal and consumer applications: a patent review of the past decade (2007–2017). **Antibiotics**, v. 7, n. 4, p. 93, 26 out. 2018.

SOIZA, R. L.; DONALDSON, A. I. C.; MYINT, P. K. The pale evidence for treatment of iron-deficiency anaemia in older people. **Therapeutic Advances in Drug Safety**, v. 9, n. 6, p. 259-261, jun. 2018.

SPORN, T. A. Mineralogy of asbestos. **Recent Results in Cancer Research. Fortschritte Der Krebsforschung. Progres Dans Les Recherches Sur Le Cancer**, v. 189, p. 1-11, 2011.

SSCHÄFER, B. *et al.* State of the art in human risk assessment of silver compounds in consumer products: a conference report on silver and nanosilver held at the BfR in 2012. **Archives of Toxicology**, v. 87, n. 12, p. 2249–2262, dez. 2013.

STEPHAN, C.; NEUBAUER, K. **Single Particle Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry : Understanding How and Why**. 2014. Disponível em:

https://theanalyticalscientist.com/fileadmin/tas/issues/App_Notes/NanoSingleParticle/CPMSTheory.pdf. Acesso em: 1 maio. 2023.

TOBLER, J. P.; ROCHA, H. V. A. Bases regulatórias para a avaliação da segurança de medicamentos à base de nanotecnologia. **Vigilância Sanitária em Debate: Sociedade, Ciência & Tecnologia (Health Surveillance under Debate: Society, Science & Technology)**, v. 8, n. 2, p. 64–74, 28 maio 2020.

TREMILIOSI, G. C. *et al.* Ag nanoparticles-based antimicrobial polycotton fabrics to prevent the transmission and spread of SARS-CoV-2. **bioRxiv**, p. 2020.06.26.152520, 26 jun. 2020.

US EPA, O. **Control of Nanoscale Materials under the Toxic Substances Control Act**. Collections and Lists. Disponível em: <https://www.epa.gov/reviewing-new-chemicals-under-toxic-substances-control-act-tsca/control-nanoscale-materials-under>. Acesso em: 19 set. 2021.

VALDEZ-SALAS, B. *et al.* Promotion of Surgical Masks Antimicrobial Activity by Disinfection and Impregnation with Disinfectant Silver Nanoparticles. **International Journal of Nanomedicine**, v. 16, p. 2689-2702, 2021.

WAKELYN, P. J. *et al.* **Cotton Fiber Chemistry and Technology**. Boca Raton: CRC Press, 2006.

XUE, C. H. 14 - Improving superhydrophobic coatings for textiles through chemical modifications. *In*: PAN, N.; SUN, G. (eds.). **Functional Textiles for Improved Performance, Protection and Health**. [S.l.]: Woodhead Publishing, 2011. p. 320-338.

ZAPATA-GIRALDO, J. *et al.* TEXTILES FUNCIONALES COMO BARRERA DE PROTECCIÓN ANTE INFECCIONES ASOCIADAS A LA ATENCIÓN EN SALUD. **Revista EIA**, v. 15, n. 29, p. 13-29, jun. 2018.

ZHONG, H. *et al.* Plasmonic and Superhydrophobic Self-Decontaminating N95 Respirators. **ACS nano**, v. 14, n. 7, p. 8846-8854, 28 jul. 2020.