

Impacto do pH na Síntese de Nanopartículas de Ferro: um estudo experimental

Impact of pH on the Synthesis of Iron Nanoparticles: an experimental study

Larissa Friedrich¹ , Arthur Batista Bromirsky¹ ,
Glauber Rodrigues de Quadros¹ , Lucas Alves Lamberti¹ , Luísa Dias Lopes¹ ,
Marcus Paulo de Oliveira¹ , Maria Cecília Caldeira Vieira¹ ,
Matheus Amancio Correa Neres¹ , Patrícia Regina Ebani¹ , Jocenir Boita¹ 

¹ Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, RS, Brasil

RESUMO

O presente estudo tem como objetivo apresentar os resultados obtidos por meio de um estudo experimental, com relação a formação de nanopartículas de ferro a partir de sulfato ferroso, no qual foram analisados o pH e a condutividade elétrica dos reagentes, da mistura destes e da formação das nanopartículas.

Palavras chave: Nanopartículas; Ferro; pH

ABSTRACT

The present study aims to introduce the results obtained from an experimental investigation regarding the formation of iron nanoparticles from ferrous sulfate, in which the pH and electrical conductivity of the reagents, their mixture, and the nanoparticle formation were analyzed.

Keywords: Nanoparticles; Iron; pH

1 INTRODUÇÃO

As nanoestruturas são partículas na escala de nanômetros ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$) que apresentam características distintas de suas versões macroscópicas, o que as torna



materiais de grande relevância científica e tecnológica. Contudo, faz-se necessária a investigação do comportamento dessas partículas e de sua aplicabilidade, o que favorece o desenvolvimento de novos materiais e a exploração de fenômenos antes não quantificados. O interesse crescente pelas nanopartículas tem suscitado diversos questionamentos quanto às suas diferenças em relação às estruturas macroscópicas ^[1].

Atualmente, diversos estudos abordam a aplicabilidade das nanoestruturas. O estudo de Kremer et al. (2024) ^[2], por exemplo, apresenta a possibilidade de utilização de nanopartículas de sulfato ferroso II (FeSO_4) no desenvolvimento de um gerador híbrido de energia elétrica, utilizando resíduos de casca de arroz em sua fabricação. Gurav et al. (2014) ^[3] propõem o uso de um nanofluido de sulfato de cobre (CuSO_4), preparado em batelada com ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) e polivinilpirrolidona ($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}$)_n, para melhorar a transferência de calor e o escoamento de fluidos, por meio da dispersão da mistura e da redução na aglomeração de partículas. Já Vinícius-Araújo et al. (2024) ^[4] sugerem a utilização de nanopartículas à base de óxido de ferro para diagnosticar e tratar diversas doenças, sendo empregadas em ressonâncias magnéticas, tratamento de anemia, nanocarreadores magnéticos (utilizados para transportar fármacos e melhorar a circulação sanguínea), hipertermia magnética (tratamento para o câncer), terapia fototérmica e imageamento por partículas magnéticas.

De acordo com Marić et al. (2025) ^[5], a escolha de uma determinada nanopartícula depende de propriedades como superfície, tamanho, morfologia e composição de fases. Portanto, tanto o método de síntese quanto o controle de suas características são fundamentais para uma seleção adequada da nanopartícula nas mais diversas aplicações.

No artigo de Gontijo et al. (2020) ^[6], os autores observaram que, durante o estudo de nanopartículas de prata, a variação do pH da mistura provocou alterações no tamanho das nanoestruturas formadas, o que também influencia sua estabilidade e agregação. Alzoubi et al. (2023) ^[7] investigam nanopartículas de óxido de ferro em relação ao pH da solução e suas implicações sobre o tamanho, a forma e a carga superficial da nanoestrutura, com o objetivo de determinar sua viabilidade como agente de contraste em ressonância magnética.



Diante das diversas aplicações mencionadas e dos estudos que investigam a influência de parâmetros, como o pH da solução, sobre as propriedades das nanopartículas, o presente estudo tem como objetivo determinar o pH e a condutividade dos componentes da nanopartícula de sulfato ferroso II (FeSO_4), produzida pelo método poliol, bem como da mistura entre eles, monitorando ainda a variação do pH das nanopartículas ao longo do tempo.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

A síntese das nanopartículas de ferro foi realizada no Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCnano) - Universidade Federal de Santa Maria (Campus Cachoeira do Sul), pelo método poliol, conforme descrito no estudo de Kremer et al. (2024)^[2]. Os materiais utilizados incluíram béqueres de 25 ml, água deionizada, balança analítica com incerteza de 0,0001 g (marca Urano, modelo UA220), agitadores magnéticos com aquecimento (Warmnest, HJ-4), um pHmetro com resolução de 0,01 (marca SATRA, modelo PHS-3E-BI), um condutivímetro com precisão de $\pm 0,5\%$ (ION, DDS-307A, faixa de medição: 0 a 100 mS/cm (miliSiemens por centímetro)) e os reagentes. Foram utilizados os seguintes reagentes: sulfato ferroso II (FeSO_4), citrato de sódio ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$), atuando como agente estabilizante; polivinilpirrolidona ($\text{C}_6\text{H}_9\text{NO}$)_n (PVP), funcionando como agente encapsulante; e ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$), utilizado como agente redutor. As proporções de cada reagente estão apresentadas na Tabela 1.

Reagentes	Concentração
FeSO_4	0,004 mol
$\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$	0,002 mol
$(\text{C}_6\text{H}_9\text{NO})_n$	0,007 mol
$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$	0,006 mol

Tabela 1 – Reagentes e suas concentrações utilizados na síntese

Fonte: Kremer et al (2024)



Inicialmente, realizou-se a pesagem de cada reagente individualmente, utilizando béqueres de 20 mL. Em seguida, adicionaram-se 4 mL de água deionizada ao sulfato, ao citrato e ao PVP. Já o ácido ascórbico foi diluído em 8 mL de água deionizada. Todos os reagentes foram submetidos a agitação leve por 5 minutos, utilizando uma barra magnética cilíndrica no fundo de cada béquer e agitadores magnéticos para homogeneização.

Após a agitação, foram realizadas medições de pH e condutividade dos reagentes e da água deionizada de forma individual. Para medir a condutividade do sulfato ferroso II e do citrato de sódio, foi necessário realizar diluições na proporção de 1:10, devido à faixa de medição do equipamento utilizado.

As misturas foram realizadas na seguinte ordem: sulfato com citrato; sulfato e citrato com PVP; e, por fim, sulfato, citrato e PVP com ácido ascórbico. Em cada etapa, as soluções permaneceram sob agitação, e foram feitas as medições de pH e condutividade. Todas as medições de condutividade exigiram diluição prévia na mesma proporção mencionada anteriormente. O tempo de mistura não foi cronometrado, porém o processo foi realizado de forma sequencial: mistura dos reagentes, medição do pH, retirada de pequena fração para diluição em água deionizada, medição da condutividade e posterior mistura com o próximo reagente.

Após a obtenção da solução final contendo as nanopartículas, monitorou-se a variação do pH e da condutividade ao longo do tempo, com medições realizadas a cada hora. Também nesse processo foi necessária a diluição das amostras para medição da condutividade.

3 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Com relação às medidas de pH, as tabelas 2, 3 e 4 apresentam todos os resultados.



	Água Deionizada	Sulfato Ferroso	Citrato de Sódio	PVP	Ácido Ascórbico
pH	6,60	3,09	7,89	3,55	2,23

Tabela 2 – pH dos reagentes ($\pm 0,01$)

Fonte: Autores

	Sulfato ferroso + Citrato de Sódio	Sulfato ferroso + Citrato de Sódio + PVP	Todos os reagentes (hora 0)
pH	4,73	4,74	3,58

Tabela 3 – pH das misturas ($\pm 0,01$)

Fonte: Autores

	Hora 1	Hora 2	Hora 3	Hora 4	Hora 5
pH	3,58	3,58	3,57	3,58	3,58

Tabela 4 – pH da nanopartícula de ferro ($\pm 0,01$)

Fonte: Autores

Os dados de pH dos reagentes, apresentados na Tabela 2, mostram valores coerentes com a literatura e com o comportamento químico esperado dos compostos utilizados. O sulfato ferroso apresentou pH ácido ($3,09 \pm 0,01$), enquanto o citrato de sódio apresentou caráter básico ($7,89 \pm 0,01$), comportamento típico de um sal derivado de um ácido fraco e uma base forte. A polivinilpirrolidona (PVP) e o ácido ascórbico também apresentaram valores ácidos, refletindo suas características estruturais. A água deionizada, com pH $6,60 \pm 0,01$, confirmou sua relativa neutralidade, ainda que levemente ácida por absorção de CO_2 atmosférico.

Na Tabela 3, observa-se que a mistura de sulfato ferroso com citrato de sódio levou a um aumento no pH ($4,73 \pm 0,01$), indicando um possível efeito tamponante gerado pela interação entre os íons dessas espécies. A adição de PVP não causou alteração significativa no pH ($4,74 \pm 0,01$), sugerindo que este polímero tem efeito neutro sob essas condições. Com a adição do ácido ascórbico, o pH reduziu para $3,58 \pm 0,01$, refletindo seu caráter fortemente ácido, que supera o efeito estabilizante das etapas anteriores.



A estabilidade do pH ao longo do tempo (Tabela 4) indica a estabilização do sistema após a síntese, sugerindo que o ambiente químico das nanopartículas permanece inalterado por pelo menos cinco horas. Esta constância pode estar associada à estabilidade morfológica e de carga das nanopartículas, inferindo-se que o crescimento e a aglomeração das mesmas foram controlados, o que é desejável para aplicações que exigem uniformidade estrutural.

	Água Deionizada	Sulfato Ferroso	Citrato de Sódio	PVP	Ácido Ascórbico
Condutividade (mS/cm)	0,26	80,40*	96,20*	0,80	23,00

*para uma diluição de 10 vezes.

Tabela 5 – Condutividade dos reagentes ($\pm 0,5\%$)

Fonte: Autores

	Sulfato ferroso + Citrato de Sódio	Sulfato ferroso + Citrato de Sódio + PVP	Todos os reagentes (hora 0)
Condutividade (mS/cm)	74,00*	56,50*	31,40*

*para uma diluição de 10 vezes.

Tabela 6 – Condutividade das misturas ($\pm 0,5\%$)

Fonte: Autores

	Hora 1	Hora 2	Hora 3	Hora 4	Hora 5
Condutividade (mS/cm)	31,60*	37,20*	33,00*	33,20*	32,10*

*para uma diluição de 10 vezes.

Tabela 7 – Condutividade da nanopartícula de ferro ($\pm 0,5\%$)

Fonte: Autores

Quanto à condutividade (Tabelas 5 a 7), os resultados também estão alinhados com a literatura. O citrato de sódio apresentou maior condutividade entre os reagentes (96,20 mS/cm), seguido do sulfato ferroso (80,40 mS/cm), ambos expressos com



diluição 1:10, devido às limitações do equipamento. O PVP, como esperado, teve baixa condutividade (0,80 mS/cm), dado seu caráter polimérico orgânico não-iônico.

A adição sequencial dos reagentes gerou uma tendência decrescente na condutividade (Tabela 6), o que pode ser atribuído à diluição de espécies iônicas ativas e à presença crescente de componentes não-iônicos. O valor final (31,4 mS/cm) é coerente com o sistema resultante de uma mistura heterogênea contendo nanopartículas estabilizadas.

A Tabela 7 evidencia flutuações discretas nos valores de condutividade ao longo do tempo, possivelmente atribuíveis a variáveis experimentais como temperatura ambiente, incerteza nas diluições ou mesmo à redistribuição de cargas na suspensão coloidal. A manutenção geral dos valores entre 31,40 e 37,20 mS/cm reforça a estabilidade elétrica da solução, apontando para um sistema coloidal com carga superficial relativamente constante.

Esses dados combinados reforçam a importância do controle do pH e da condutividade durante a síntese de nanopartículas, pois estes parâmetros afetam diretamente a estabilidade, o tamanho e a morfologia final das nanoestruturas. A metodologia aplicada permitiu avaliar a formação e a evolução do sistema, mostrando-se útil para futuras sínteses com controle reprodutível de propriedades físico-químicas.

4 CONCLUSÃO

O presente estudo confirmou a importância do pH e da condutividade elétrica como parâmetros centrais no monitoramento da síntese de nanopartículas de ferro pelo método poliol. Os dados mostraram que os reagentes apresentaram pH compatível com suas características químicas, destacando-se o caráter ácido do sulfato ferroso ($3,09 \pm 0,01$) e o básico do citrato de sódio ($7,89 \pm 0,01$). Durante a preparação da solução, observou-se um comportamento tamponante entre os reagentes, com estabilização final do pH em $3,58 \pm 0,01$ após adição do ácido ascórbico.

A estabilidade do pH em $3,58 \pm 0,01$ ao longo de cinco horas indica que o sistema coloidal manteve um ambiente químico constante, favorecendo a manutenção de um



sistema estabilizado sem crescimento ou agregação significativa das nanopartículas. De forma semelhante, a condutividade apresentou valores compatíveis com a literatura, com queda progressiva após a mistura dos reagentes (valor final: 31,40 mS/cm), e manteve-se dentro de uma faixa estreita (31,40–37,20 mS/cm) ao longo do tempo, indicando a permanência das espécies iônicas e da carga superficial das partículas, o que é essencial para aplicações em fluidos magnéticos, terapias magnéticas e sistemas híbridos de geração de energia.

Embora pequenas flutuações tenham sido registradas, estas são atribuídas a limitações instrumentais e operacionais, não comprometendo a validade dos resultados. A metodologia empregada, baseada em medidas simples, rápidas e de baixo custo, apresentou-se eficiente no controle da síntese, podendo ser aplicada em estudos mais complexos que envolvam funcionalização de nanopartículas ou testes em meios biológicos.

Dessa forma, conclui-se que o controle do pH e da condutividade não apenas assegura a reprodutibilidade da síntese, mas também possibilita a customização de propriedades para aplicações específicas. Recomenda-se, portanto, a continuidade deste estudo com a caracterização morfológica e estrutural das nanopartículas (por técnicas como MEV, DLS, XRD), bem como com ensaios de aplicação que comprovem sua funcionalidade nos contextos propostos.

REFERÊNCIAS

- [1] Antônio, B.; Júnior, & Alegre, P. (2024) Universidade Federal Do Rio Grande Do Sul Instituto De Física Engenharia Física Síntese Verde e Caracterização de Nanopartículas de Cobre. [s.l.: s.n.]. Disponível em: <https://lume.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/240861/001113517.pdf?sequence=1>. Acesso em: 18 maio.
- [2] Dos Santos Kremer, I. et al. (2024) Hybrid electricity generation through residue-based nanogenerator. *Renewable Energy*, v. 221, p. 119870, fev. .
- [3] Gurav, P. et al. (2014.)Stable colloidal copper nanoparticles for a nanofluid: Production and application. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 441, p. 589–597,



- [4] Vinícius-Araújo, M., Rocha, J. V. R., & Bakuzis, A. F. (2024) Nanopartículas Magnéticas à Base de Óxido de Ferro: Propriedades Magnéticas e Aplicações na Medicina. Revista Brasileira de Ensino de Física, v. 46, n. suppl 1.
- [5] Marić, I. et al. (2025) Radiolytic synthesis of magnetic iron oxide nanoparticles: A study on the importance of controlling precursor concentration, pH, polymer concentration and polymer molecular mass. Radiation Physics and Chemistry, 235, 112842.
- [6] Gontijo, L. A. P. et al. (2020) pH effect on the synthesis of different size silver nanoparticles evaluated by DLS and their size-dependent antimicrobial activity. Matéria (Rio de Janeiro), 25, 11.
- [7] Alzoubi, F. Y. et al. (2023) Exploring the impact of pH on the properties of citric acid-coated iron oxide nanoparticles as high-performance T2 contrast agent for MRI applications. Results in Engineering, 18, 101206–101206, 1.

Contribuição de autoria

1 - Larissa Friedrich

Discente de Engenharia Agrícola, Universidade Federal de Santa Maria - Campus Cachoeira do Sul.
<https://orcid.org/0009-0004-2409-2429> • larissa.friedrich@acad.ufsm.br
Contribuição: Escrita · primeira redação, Investigação

2 - Arthur Batista Bromirsky

Discente de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Maria - Campus Cachoeira do Sul.
<https://orcid.org/0009-0002-9438-7535> • arthurbromirsky@gmail.com
Contribuição: Supervisão, Investigação

3 - Glauber Rodrigues de Quadros

Doutor em Matemática, professor adjunto da Universidade Federal de Santa Maria - Campus Cachoeira do Sul.
<https://orcid.org/0000-0002-6182-7525> • glauber.quadros@ufsm.br
Contribuição: Supervisão

4 - Lucas Alves Lamberti

Doutor em Engenharia Civil, professor adjunto da Universidade Federal de Santa Maria - Campus Cachoeira do Sul.
<https://orcid.org/0000-0002-5004-5288> • lucas.lamberti@ufsm.br
Contribuição: Supervisão

5 - Luísa Dias Lopes

Discente de Engenharia Elétrica, Universidade Federal de Santa Maria - Campus Cachoeira do Sul.
<https://orcid.org/0009-0003-2055-5564> • lopes.luisa@acad.ufsm.br
Contribuição: Supervisão

6 - Marcus Paulo de Oliveira

Discente de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Maria - Campus Cachoeira do Sul.
<https://orcid.org/0009-0004-8237-0845> • marcus386paulo@gmail.com
Contribuição: Supervisão



7- Maria Cecília Caldeira Vieira

Discente de Engenharia Elétrica, Universidade Federal de Santa Maria - Campus Cachoeira do Sul.

<https://orcid.org/0009-0005-5856-2852> • vieira.maria@acad.ufsm.br

Contribuição: Supervisão

8 - Matheus Amâncio Correa Neres

Discente de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Maria - Campus Cachoeira do Sul.

<https://orcid.org/0009-0009-8921-3910> • matheus.neres@acad.ufsm.br

Contribuição: Supervisão

9 - Patrícia Regina Ebani

Doutora em Físico – Química.

<https://orcid.org/0000-0002-5235-1692> • patricia.ebani@ufsm.br

Contribuição: Supervisão

10 – Jocenir Boita

Doutor em Física, professor adjunto da Universidade Federal de Santa Maria - Campus Cachoeira do Sul.

<https://orcid.org/0000-0002-1433-3610> • jocenir.boita@ufsm.br

Contribuição: Conceituação, Escrita – revisão e edição

Como citar este artigo:

Friedrich, L.; Bromirsky, A. B.; Quadros, G. R. de; Lamberti, L. A.; Lopes, L. D. .; Oliveira, M. P. de; Vieira, M. C. C.; Neres, M. A. C.; Ebani, P. R.; Boita, J. . Impacto do pH na Síntese de Nanopartículas de Ferro: um estudo experimental. Journal Of Exact Sciences and Technological Applications, e92171. <https://doi.org/10.5902/2965694X92171>