

Análise UV-Vis da formação de nanopartículas a base de ferro

UV-Vis analysis of the formation of iron-based nanoparticles

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

¹ Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

RESUMO

O presente estudo investigou a formação temporal de nanopartículas de ferro (FeNPs) por meio de espectroscopia UV-Vis, avaliando o comportamento de reagentes tanto isolados quanto misturados. Os resultados validaram a sensibilidade e a confiabilidade do método no monitoramento da formação das nanopartículas e da estabilidade coloidal, com alterações espectrais mínimas detectadas ao longo de quatro horas. Recomenda-se um monitoramento em longo prazo para identificar deslocamentos significativos no comprimento de onda de máxima absorção (A^{max}), os quais podem ser indicativos de alterações estruturais ou mudanças em suas composições.

Palavras chave: Síntese de nanopartículas; Espectroscopia UV-Vis; Ferro

ABSTRACT

The present study investigated the temporal formation of iron nanoparticles (FeNPs) via UV-Vis spectroscopy, evaluating the behavior of both isolated and mixed reagents. The findings validated the method's sensitivity and reliability in monitoring nanoparticle's formation and colloidal stability, with minimal spectral changes detected over four hours. Long-term monitoring is recommended to identify significant shifts in the maximum absorption wavelength (A^{max}), which may indicate additional structural or compositional changes.

Keywords: Nanoparticles synthesis; UV-Vis spectroscopy; Iron



INTRODUÇÃO

Nanopartículas (NPs) são estruturas com dimensões compreendidas entre 1 e 100 nanômetros cujas propriedades físico-químicas diferem significativamente das suas formas macroscópicas. Essas propriedades são fortemente influenciadas pelo tamanho, forma, área superficial e distribuição das partículas ^[1]. Dentre as diversas classes de nanopartículas, destacam-se as nanopartículas de ferro, que têm atraído grande interesse acadêmico e industrial devido às suas aplicações em áreas como biomedicina ^[2], ^[3], catálise ^[4], armazenamento de energia ^[5] entre outros.

Asíntese de NPs geralmente envolve o uso de precursores metálicos, como o sulfato ferroso (FeSO_4), além de agentes estabilizadores, encapsulantes e agentes redutores. Esses componentes atuam na prevenção da aglomeração e oxidação das partículas, além de permitir o controle de suas características morfológicas e dimensionais ^[6].

Para a caracterização de nanopartículas nesta faixa dimensional, a espectroscopia na região do ultravioleta-visível (UV-Vis) é considerada uma técnica menos robusta que outras, porém mostra-se rápida, eficiente e não destrutiva, amplamente utilizada para estudar sistemas contendo espécies que absorvem luz na faixa compreendida entre 200 - 800 nm do espectro eletromagnético ^[7], entretanto não é utilizada para mensurar partículas, somente sua formação.

No caso específico de nanopartículas de ferro, essa técnica permite acompanhar em tempo real a formação, concentração, estabilidade coloidal e eventuais processos de agregação das partículas, a partir da análise da posição e intensidade das bandas de absorção características no espectro obtido ^[8]. Embora técnicas como DLS (Dynamic Light Scattering) e TEM (Transmission Electron Microscopy) forneçam informações adicionais sobre distribuição de tamanho e morfologia, a espectroscopia UV-Vis oferece uma alternativa rápida, não destrutiva e econômica para o monitoramento preliminar da síntese de nanopartículas ^[9].

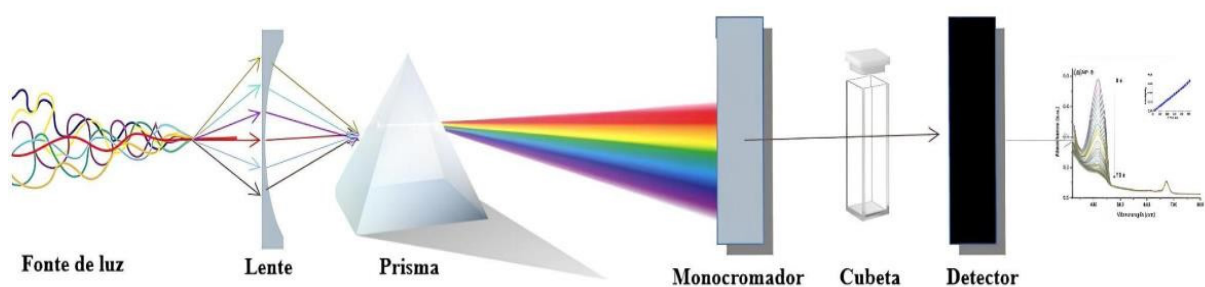
MATERIAIS E MÉTODOS

A síntese das FeNPs seguiu através do método proposto por [6] com algumas modificações. Os reagentes utilizados incluíram sulfato ferroso (FeSO_4) como precursor metálico, além de ácido ascórbico, polivinilpirrolidona (PVP) e citrato de sódio, todos em soluções aquosas.

Os experimentos foram conduzidos utilizando balança analítica de precisão e espectrofotômetro UV-Vis (Modelo UV-1600 Spectrophotometer), acoplado a um software de aquisição e processamento de dados espectrais (M. Wave Professional 2.0). As análises foram conduzidas no intervalo de 200 a 600 nm de comprimento de onda, com intervalos de medidas a cada 1 nm, empregando cubetas de quartzo de 1 cm de caminho óptico. A configuração instrumental e o princípio de funcionamento estão esquematizados na Figura 1, que ilustra o trajeto da luz desde a fonte, passando pelo monocromador, lente de focalização e cubeta contendo a amostra, até alcançar o detector.

Figura 1

Esquema representativo do princípio de funcionamento do espectrofotômetro UV-Vis utilizado nas análises



Inicialmente foram realizadas medidas através de espectrofotômetro UV-Vis individuais de cada reagente dissolvido, a fim de determinar o seu comprimento de onda característico de absorção e garantir a ausência de interferências no intervalo de leitura adotado. Posteriormente foram realizadas medidas após a mistura dos reagentes, com o objetivo de monitorar a formação e evolução das nanopartículas.



As amostras foram analisadas por meio de espectroscopia UV-Vis em intervalos de 1h, totalizando 4h de acompanhamento. Durante esse período, os espectros obtidos permitiram acompanhar o surgimento e a variação da banda de absorção associada à formação das FeNPs, possibilitando a avaliação do comportamento coloidal e da estabilidade do sistema ao longo do tempo.

A formação e estabilidade das NPs foram monitoradas a partir da identificação da banda de absorção característica no espectro, cuja posição e intensidade estão diretamente relacionadas às propriedades ópticas (e morfológicas) das partículas metálicas ^[10]. A absorvância máxima (A_{max}) foi determinada pela análise gráfica dos espectros, localizando-se o pico de maior intensidade.

A espectroscopia UV-Vis é uma técnica que usa luz ultravioleta (UV) e luz visível para estudar substâncias. Ela funciona medindo como a luz muda ao passar por um material, dependendo do comprimento de onda irradiado. Esse tipo de espectroscopia é usado principalmente para observar como os elétrons dentro das moléculas mudam de posição quando absorvem fótons ($h\nu$) ^[9]. Alguns exemplos dessas mudanças incluem: 1) elétrons que passam de regiões de menor energia para regiões de maior energia (estado excitado); 2) mudanças nos elétrons de íons de metais de transição (como ferro ou cobre); 3) transferência de carga entre diferentes partes da molécula ou entre diferentes moléculas e 4) em materiais semicondutores, a excitação de elétrons da banda de valência para a banda de condução ^[9].

Em um experimento simples, um feixe de luz com apenas uma cor (luz monocromática) passa por uma amostra. Um detector mede quanta luz passou (intensidade I) e compara com a luz original, antes de passar pela amostra (I_0). A razão entre essas duas medidas (I/I_0) varia com o comprimento de onda e forma o chamado espectro UV-Vis.

Na maioria dos casos, quanto mais moléculas que absorvem luz estiverem presentes, maior será a absorção. Essa relação entre a quantidade de luz absorvida e a concentração da substância é descrita pela lei de Beer-Lambert ^[9], e é o que



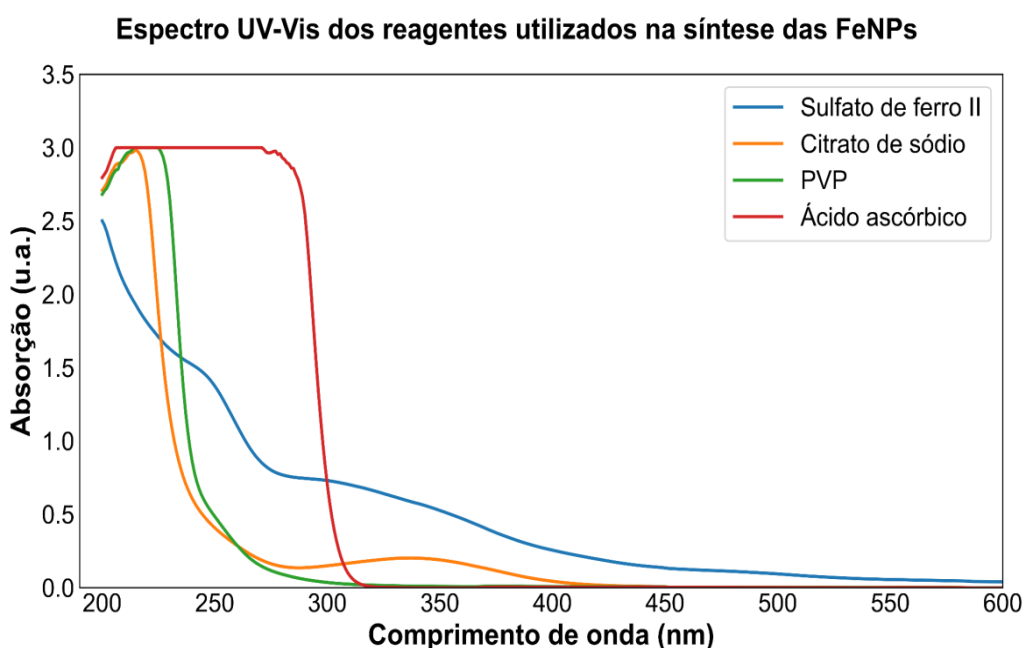
permite usar essa técnica para fazer análises quantitativas (ou seja, medir quanto de uma substância está presente em uma amostra).

A absorvância obtida serve, portanto, como parâmetro qualitativo e comparativo, permitindo acompanhar a evolução da formação e a estabilidade coloidal das nanopartículas ao longo do tempo. A estabilidade das dispersões foi avaliada observando-se a manutenção da posição e intensidade da banda de absorção nas medições realizadas ^[9].

RESULTADOS

Figura 2

Resultado da análise UV-Vis dos reagentes utilizados na síntese de FeNPs no instante inicial (hora 0)



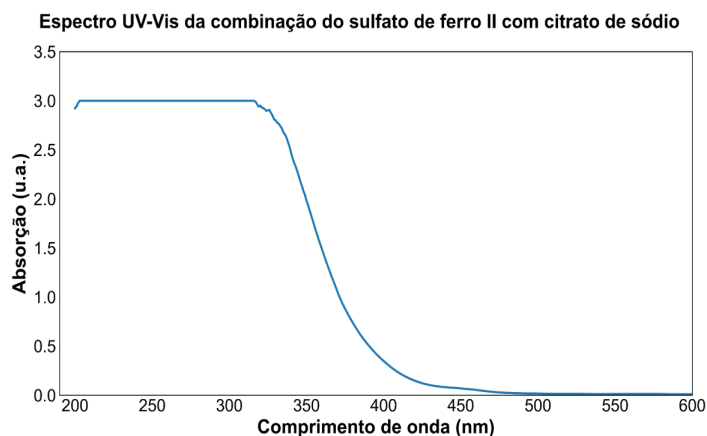
O ácido ascórbico apresenta absorção característica na região UV (200 - 300 nm) devido a transições de grupos carbonila e hidroxila conjugados, conforme observado em estudos de antioxidantes ^[11]. O citrato de sódio mostra absorção abaixo de 250 nm, similar ao resultado obtido para o PVP. Tratando do sulfato de ferro II, o qual exibe absorção fraca no UV (200 - 350 nm). Podemos inferir que a ausência de picos no



visível confirma a inexistência de nanopartículas metálicas, sendo necessário a síntese dos demais reagentes para que isso fosse possível.

Figura 3

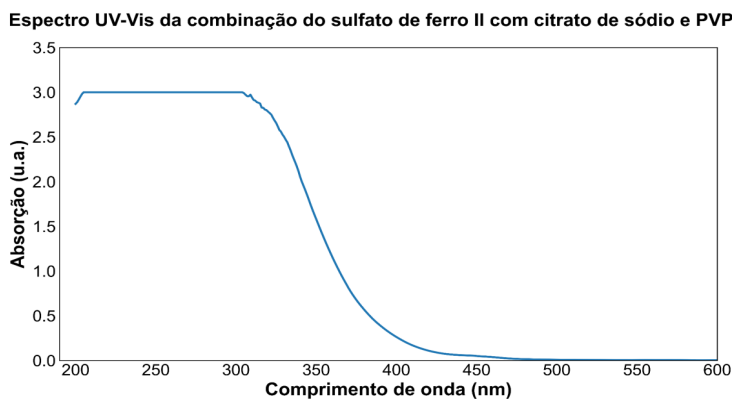
Resultado da análise UV-Vis da síntese de sulfato de ferro II com citrato de sódio



A formação de um complexo Fe^{2+} - citrato é evidenciada por deslocamentos ou novos picos entre 250 - 400 nm. A ausência de um pico característico sugere que não há formação de nanopartículas metálicas, indicando que o citrato, sozinho, pode não ser suficiente para reduzir completamente o Fe^{2+} a Fe^0 em condições padrão ^[12].

Figura 4

Resultado da análise UV-Vis da síntese de sulfato de ferro II com citrato de sódio e PVP



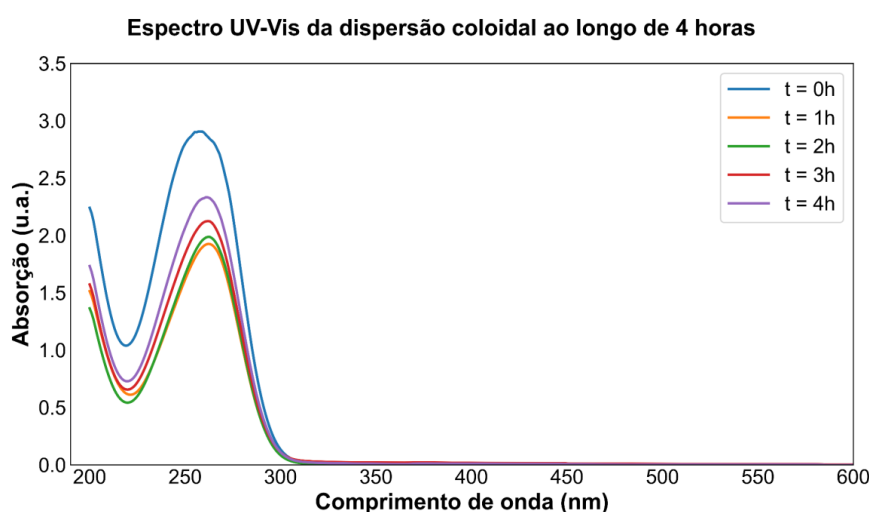
A adição de PVP pode alterar o espectro, possivelmente reduzindo a agregação ou modificando o ambiente químico do ferro. Se houver um leve deslocamento ou



alargamento de bandas, isso pode indicar a estabilização de espécies intermediárias. Contudo, devido ao amplo comprimento de onda, ainda não podemos inferir a formação completa de FeNPs.

Figura 5

Espectro uv vis ao longo de 4h a partir do momento de mistura dos reagentes (t=0h)



O acompanhamento durante quatro horas de reação revelou que nesse intervalo as variações espectrais foram discretas, sugerindo que a nucleação e a formação destas partículas ocorrem majoritariamente nos primeiros momentos da reação ^[13]. No entanto, para avaliar a estabilidade coloidal e eventuais alterações na estrutura ou agregação das nanopartículas ao longo do tempo, seria necessário um monitoramento estendido, em intervalos diários ou semanais. Resultados semelhantes foram observados por ^[14], ao sintetizar nanopartículas de ferro utilizando diferentes precursores bioativos. Nesse estudo, os autores relataram que algumas formulações apresentaram estabilidade coloidal e comportamento espectral constante por até 48 horas, enquanto outras mostram sinais de agregação a partir das primeiras 24 horas, evidenciando a importância do tipo de agente redutor e estabilizante na estabilidade e comportamento óptico das nanopartículas ao longo do tempo ^[14].



CONCLUSÃO

A espectroscopia UV-Vis demonstrou ser uma ferramenta prática, acessível e adequada para o monitoramento inicial da formação de nanopartículas de ferro em meio aquoso. O método permitiu detectar mudanças espectrais associadas à interação entre os reagentes e aos estágios iniciais de nucleação e crescimento das partículas, mesmo na ausência de sinais claros de plasmon ressonância, típicos de nanopartículas metálicas.

A ausência de picos na região visível nos espectros individuais dos reagentes confirmou que a formação de FeNPs ocorreu somente após a mistura dos componentes, evidenciando a eficiência do protocolo experimental empregado. A adição sequencial de ácido ascórbico, citrato de sódio e PVP resultou em modificações sutis nos espectros, refletindo tanto a formação de complexos ferrosos quanto a estabilização de espécies intermediárias. Contudo, ainda não foi possível identificar a formação completa de nanopartículas metálicas, sugerindo a necessidade de otimização de parâmetros como concentração dos reagentes, tempo de reação e condições de pH e temperatura.

O acompanhamento ao longo de quatro horas revelou poucas alterações espectrais, indicando que os processos de nucleação e crescimento ocorrem rapidamente, sendo concentrados nos primeiros minutos da reação. Para avaliar a estabilidade coloidal e possíveis transformações estruturais ao longo do tempo, recomenda-se estender o monitoramento por dias ou semanas, com análise periódica dos espectros.

Embora este estudo não tenha incluído cálculos do tamanho médio das partículas com base na posição e largura das bandas de absorção, essa abordagem foi considerada viável e será explorada em investigações futuras. Além disso, sugere-se a aplicação de técnicas complementares, tais como difração de raios X (XRD), microscopia eletrônica de transmissão (TEM), microscopia eletrônica de varredura (SEM), espalhamento dinâmico de luz (DLS) e medida de potencial zeta, para obtenção de informações detalhadas sobre morfologia, distribuição de tamanho, cristalinidade e carga superficial das nanopartículas sintetizadas.



Em suma, conclui-se que a espectroscopia UV-Vis é uma técnica sensível e prática para o monitoramento inicial da síntese de nanopartículas metálicas, especialmente em ambientes de pesquisa onde a simplicidade e o baixo custo são fatores determinantes. Sua integração com outras metodologias analíticas permite uma caracterização mais robusta e confiável, essencial para aplicações em áreas como biomedicina, catálise e remediação ambiental.

REFERÊNCIAS

- [1] ARAE, Karina Sanae Palace. *Síntese e caracterização de nanopartículas de óxido de ferro*. 2020. 49 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química) – Universidade de Brasília, Brasília, 2020. Disponível em: https://bdm.unb.br/bitstream/10483/29780/1/2020_KarinaSanaePalaceArae_tcc.pdf. Acesso em: 1 maio 2025.
- [2] GUPTA, Ajay Kumar; GUPTA, Mona. Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications. *Biomaterials*, v. 26, n. 18, p. 3995-4021, 2005. DOI: 10.1016/j.biomaterials.2004.10.012. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0142961204009317>. Acesso em: 17 maio 2025.
- [3] MENG, Yan-Qing et al. Recent trends in preparation and biomedical applications of iron oxide nanoparticles. *Journal of Nanobiotechnology*, v. 22, n. 1, p. 24, 2024. DOI: 10.1186/s12951-023-02235-0. Disponível em: <https://jnanobiotechnology.biomed-central.com/articles/10.1186/s12951-023-02235-0>. Acesso em: 17 maio 2025.
- [4] SHEN, Zhuqi; YIN, Guochuan. The reactivity of the active metal oxo and hydroxo intermediates and their implications in oxidations. *Chemical Society Reviews*, v. 44, n. 4, p. 1083-1100, 2015. DOI: 10.1039/C4CS00244J. Disponível em: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2015/cs/c4cs00244j>. Acesso em: 19 maio 2025.
- [5] POIZOT, P. et al. Nano-sized transition-metal oxides as negative-electrode materials for lithium-ion batteries. *Nature*, v. 407, p. 496-499, 2000. DOI: 10.1038/35035045. Disponível em: <https://www.nature.com/articles/35035045>. Acesso em: 20 maio 2025.
- [6] KREMER, Ingrid dos Santos et al. Hybrid electricity generation through residue-based nanogenerator. *Renewable Energy*, 185, p. 1-12, 2024. DOI: 10.1016/j.renene.2021.12.056. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0960148121017858>. Acesso em: 1 maio 2025.
- [7] ZIELINSKA, A. et al. Nanotechnology in modern pharmaceutical industry: drug delivery applications, toxicity, and safety challenges. *Pharmaceutics*, v. 12, n. 5, p. 465, 2020. Disponível em: <https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC7339788>. Acesso em: 23 maio 2025.



- [8] KHADKA, D. et al. Evaluating the photocatalytic activity of green synthesized iron oxide nanoparticles. *Catalysts*, v. 14, n. 11, p. 751, 2024. Disponível em: <https://www.mdpi.com/2073-4344/14/11/751>. Acesso em: 24 maio 2025.
- [9] QUEVEDO, A. C. et al. UV-Vis spectroscopic characterization of nanomaterials in aqueous media. *Journal of Visualized Experiments*, n. 176, e61764, 2021. Disponível em: <https://www.jove.com/pt/t/61764/uv-vis-spectroscopic-characterization-nanomaterials-aqueous>. Acesso em: 24 maio 2025.
- [10] KELLY, K. Lance et al. The Optical Properties of Metal Nanoparticles: The Influence of Size, Shape, and Dielectric Environment. *The Journal of Physical Chemistry B*, v. 107, n. 3, p. 668-677, 2003. DOI: 10.1021/jp026731y. Disponível em: <https://pubs.acs.org/doi/10.1021/jp026731y>. Acesso em: 3 maio 2025.
- [11] PADAYATTY, S. J. et al. Vitamin C as an antioxidant: evaluation of its role in disease prevention. *The American Journal of Clinical Nutrition*, v. 77, n. 1, p. 25-27, 2003. Disponível em: <https://pubmed.ncbi.nlm.nih.gov/12569111/>. Acesso em: 23 maio 2025.
- [12] TARTAJ, P.; MORALES, M. P.; GONZÁLEZ-CARREÑO, T.; VEINTEMILLAS - VERDAGUER, S.; SERNA, C. J. The preparation of magnetic nanoparticles for applications in biomedicine. *Journal of Physics D: Applied Physics*, v. 36, n. 13, p. R182-R197, 2003. DOI: <https://doi.org/10.1088/0022-3727/36/13/202>. Acesso em: 22 maio 2025.
- [13] CHEN, Y.; ZHANG, J.; WANG, Z.; ZHOU, Z. Solvothermal synthesis of size- controlled monodispersed superparamagnetic iron oxide nanoparticles. *Applied Sciences*, v. 9, n. 23, p. 5157, 2019. DOI: <https://doi.org/10.3390/app9235157>. Acesso em: 22 maio 2025.
- [14] BEGUM, S. et al. Fabrication of iron nanoparticles using different bioactive precursors, their characterization and bioactivity evaluation. *Sustainable Chemistry for the Environment*, v. 6, p. 100100, 2024. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2949839224000439>. Acesso em: 24 maio 2025.

Sobre os autores:

Arthur Batista Bromirsky

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

Email: arthur.bromirsky@acad.ufsm.br - <https://orcid.org/0009-0002-9438-7535>

Larissa Friedrich

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

Email: larissa.friedrich@acad.ufsm.br - <https://orcid.org/0009-0004-2409-2429>

Glauber Rodrigues de Quadros

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

Email: glauber.quadros@ufsm.br - <https://orcid.org/0000-0002-6182-7525>



Patrícia Regina Ebani

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

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

Marcus Paulo de Oliveira

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

Email: marcus.oliveira@acad.ufsm.br - <https://orcid.org/0009-0004-8237-0845>

Luisa Dias Lopes

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

Email: lopes.luisa@acad.ufsm.br - <https://orcid.org/0009-0003-2055-5564>

Maria Cecília Caldeira Vieira

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

Email: vieiraceci4@gmail.com - <https://orcid.org/0009-0005-5856-2852>

Matheus Amâncio Correa Neres

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

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

Lucas Alves Lamberti

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

Email: lucas.lamberti@ufsm.br - <https://orcid.org/0000-0002-5004-5288>

Jocenir Boita

Universidade Federal de Santa Maria, Cachoeira do Sul, RS, Brasil

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

Como citar este artigo

Bromirsky, A. B., Friedrich, L., Quadros, G. R. de, Ebani, P. R., Oliveira, M. P. de, Lopes, L. D., Vieira, M. C. C., Neres, M. A. C., Lamberti, L. A., & Boita, J. (2026). Análise UV-Vis da formação de nanopartículas a base de ferro. *JESTA*, Cachoeira do Sul, (4) e92183, Disponível em: <https://periodicos.ufsm.br/JESTA/article/view/92183/version/92183>.