



AVALIAÇÃO DA VIABILIDADE DA SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE COBRE VIA REDUÇÃO AQUOSA SEM ATMOSFERA INERTE

Carlos E. Accorsi¹; Helena M. Souza²; Milena V. Schneider³; Iara J. Fernandes⁴

^{1,2,3,4} Curso de Engenharia Química. Universidade do Vale do Rio dos Sinos (Unisinos).

Palavras-Chave: Nanotecnologia, materiais metálicos, oxidação.

Introdução

Nos últimos anos, o interesse no desenvolvimento e na fabricação controlada de nanomateriais metálicos cresceu devido às suas propriedades ópticas, catalíticas, elétricas e térmicas únicas. A nanotecnologia tem contribuído significativamente para o avanço científico e tecnológico, ampliando continuamente o número de aplicações em diversos setores. Nesse contexto, as nanopartículas de cobre destacam-se pela sua grande versatilidade e têm sido estudadas como substitutas promissoras para metais nobres como a prata e o ouro, principalmente por serem abundantes na crosta terrestre e apresentarem um custo de produção significativamente menor (KHAN et al., 2016). Entre suas principais aplicações, destacam-se a atividade antimicrobiana e antiviral (CRISAN; MOCAN; MOCAN, 2022), o potencial para atuar como sistemas carregadores de fármacos (VODYASHKIN; STOINOVA; KEZIMANA, 2024) e a sua utilização na formulação de tintas condutivas para dispositivos eletrônicos (ZHANG et al., 2025).

Apesar do seu vasto potencial, a síntese de CuNPs enfrenta como obstáculo a alta instabilidade termodinâmica do cobre na presença de oxigênio. Conforme discutido por Batey et al. (2025), o oxigênio atmosférico degrada rapidamente as propriedades plasmônicas dessas nanopartículas através da oxidação. Quando exposto ao ar, o cobre metálico tende a se decompor de forma espontânea, gerando fases de óxidos mais estáveis, como o óxido cuproso. Aguilar, Esparza e Rosas (2019) pontuam que essa oxidação altera drasticamente as propriedades morfológicas e ópticas do material. Por essa razão, a obtenção de nanopartículas puras de cobre frequentemente requer sistemas de purga complexos e o uso de atmosferas inertes.

No entanto, de acordo com Khan et al. (2016), o desenvolvimento de estratégias capazes de gerar nanopartículas de cobre sem a proteção de gases inertes é uma alta prioridade para o avanço da ciência e tecnologia de materiais. No estudo, eles propuseram uma metodologia para sintetizar CuNPs por meio de redução química em meio aquoso, operado a baixa temperatura e em condições atmosféricas normais. Os autores buscaram validar o uso do amido como um agente de capeamento eficaz para impedir a aglomeração rigorosa das partículas e mitigar o seu alto potencial de oxidação frente ao ar (KHAN, et al,



2016). Como resultado, obtiveram nanopartículas de cobre com diâmetro cristalino da partícula médio de aproximadamente 28,73 nm utilizando uma rota com ácido ascórbico como agente redutor e amido como polímero protetor sob baixa temperatura.

Outros trabalhos investigaram a combinação de outros tipos de agentes. Segundo Granata, Onoguchi e Tokoro (2019), a síntese de CuNPs em meio aquoso alcalino utilizando D-glicose como redutor e polivinilpirrolidona (PVP) como agente de capeamento permitiu a formulação de pastas de cobre que, após sinterizadas a 300°C, atingiram uma excelente resistividade elétrica de 36 $\mu\Omega$ cm. Adicionalmente, Aguilar, Esparza e Rosas (2019) avaliaram o impacto da variação da razão molar entre o agente redutor e o sal precursor (RA/PS) utilizando borohidreto de sódio e PVP à temperatura ambiente, demonstrando que a manipulação dessas proporções controla diretamente o tamanho e a transição morfológica das nanopartículas, revelando espectros de UV-Vis com picos simultâneos de cobre metálico a 569 nm e óxido cuproso 485 nm.

Investigar os mecanismos cinéticos da síntese é fundamental para o aprimoramento dessas técnicas. Através de análises avançadas de estrutura fina de absorção de raios-X, Granata, Onoguchi e Tokoro (2019) demonstraram que a reação em meio aquoso ocorre de maneira irreversível em duas etapas consecutivas. A primeira etapa é a redução de CuO para o intermediário Cu₂O e ocorre de forma extremamente rápida, enquanto a conversão subsequente de Cu₂O para cobre metálico, segunda etapa, é a etapa lenta e limitante do processo.

Dessa forma, as nanopartículas de cobre representam uma alternativa promissora para o desenvolvimento de tecnologias inovadoras em áreas como saúde, eletrônica e materiais avançados. Assim, o objetivo desta pesquisa foi realizar a síntese aquosa de nanopartículas de cobre em atmosfera não inerte, através do controle do pH, da temperatura e do uso de PVP em excesso. O ajuste do pH em meio alcalino é estratégico, pois promove a formação inicial de hidróxido de cobre e faz com que as espécies de cobre reajam na forma de óxidos insolúveis no próprio meio aquoso (GRANATA; ONOGUCHI; TOKORO, 2019). Paralelamente, o controle térmico fornece a energia necessária para superar a redução do óxido cuproso para cobre metálico, etapa lenta e limitante do processo em água (GRANATA; ONOGUCHI; TOKORO, 2019). Por fim, o emprego do PVP em excesso atua como o fator determinante para viabilizar a rota aquosa em contato direto com o ar, gerando uma barreira ao redor dos núcleos metálicos nascentes que bloqueia a difusão do oxigênio e retarda a oxidação do cobre em condições ambientais (GRANATA; ONOGUCHI; TOKORO, 2019).

Material e Métodos

O procedimento prático iniciou-se com os preparos das soluções de CuSO₄.5H₂O 0,5 mol/L e glicose 1 mol/L, utilizando água desmineralizada. Nessa situação, o sulfato de cobre age como agente precursor e a glicose como agente redutor. Para evitar a oxidação do cobre em óxido de cobre, utilizou-se excesso de polivinilpirrolidona (PVP) K-30 como agente

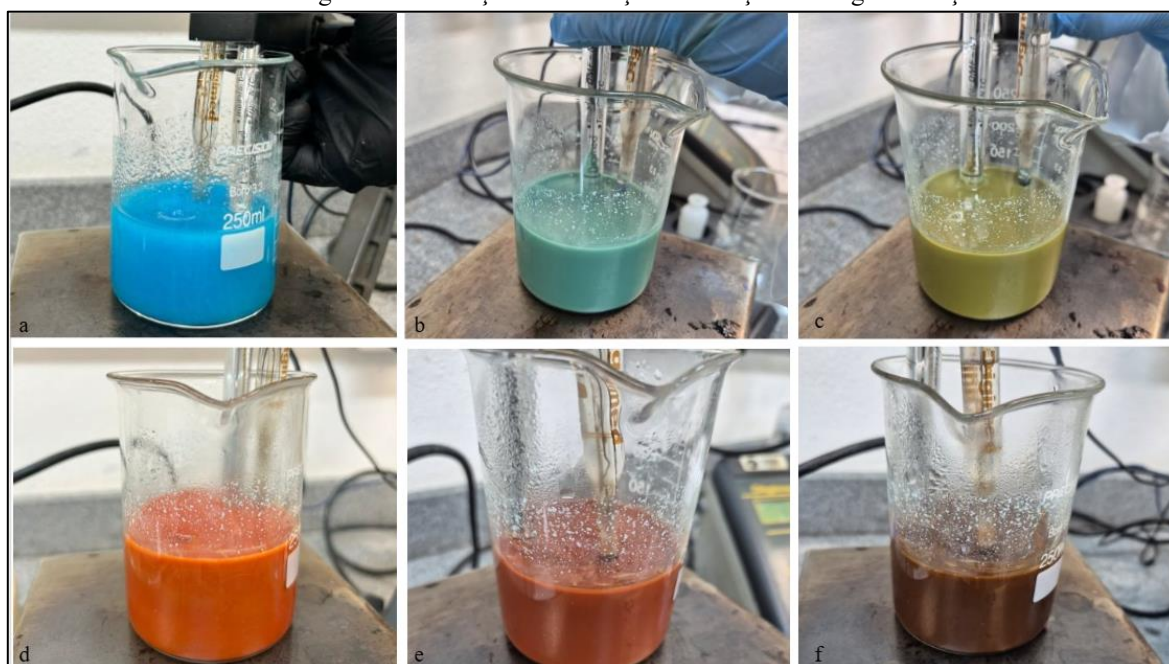
surfactante, conforme indicado por Aguilar, Esparza e Rosas (2019). Assim, a cada uma das soluções separou-se uma alíquota de 50 mL e adicionou-se 2 g de PVP.

Para a síntese das nanopartículas de cobre, as soluções resultantes de 50 mL de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,5 mol/L + PVP e de 50 mL de glicose 1 mol/L + PVP foram misturadas sob agitação vigorosa, temperatura controlada em 85 °C e pH 10, durante 1 hora. O pH foi ajustado, quando necessário, com solução de NaOH 5 mol/L, da marca *Synth*. Após o término da síntese, o material final foi centrifugado, em centrífuga Combi-514R, por 10 minutos a 10000 rpm. O sobrenadante foi descartado e o precipitado foi lavado com etanol PA. O produto resultante foi seco em estufa a vácuo por 24 horas e 50 °C e, na sequência, caracterizado. A caracterização abrangeu as análises de UV-visível, realizada em equipamento *Shimadzu UV-2600*, análise em FRX modelo *Epsilon-1*, FTIR em espectrofotômetro *Bruker-Alpha II*, Análises Termogravimétrica em TAQ50 com rampa de 10°C/min até 1000°C e análise de tamanho de partícula em *Mastersizer Malvern*. A morfologia e distribuição de tamanho das partículas foram avaliadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), utilizando equipamento Hitachi Tabletop TM3030, no modo de elétrons retroespalhados (BSE).

Resultados e Discussão

Ao longo da síntese, a coloração da solução foi alterando conforme demonstrado na Figura 1.

Figura 1 – Alteração da coloração da solução ao longo da reação



Fonte: Os Autores (2026).



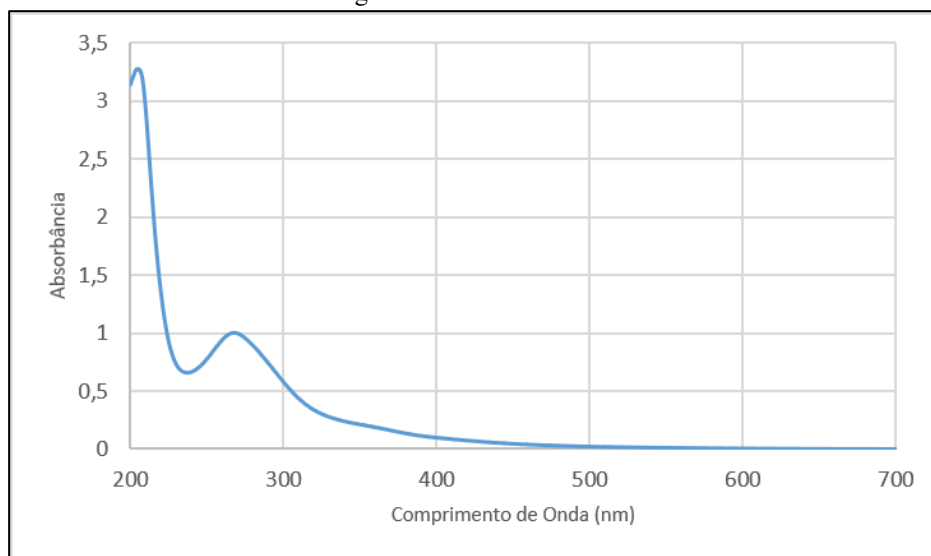
De acordo com Granata, Onoguchi e Tokoro (2019), a solução deve mudar de amarelo para laranja, vermelho e, finalmente, vermelho-escuro, indicando a formação de cobre. O procedimento realizado iniciou-se em azul bebê (a), passou por verde-água (b), verde-oliva (c), laranja (d), terracota (e) e, finalmente, marrom (f). Essa etapa pode indicar uma possível não formação das nanopartículas de cobre, uma vez que as cores divergem do esperado.

Em relação à análise de Espectroscopia no UV-Visível, a solução formada após a síntese foi diluída na proporção de 1:20 e submetida para análise no equipamento *Shimadzu UV-2600*. Segundo Ismail (2020), a absorbância de CuNP se dá, em maior intensidade, no comprimento de onda de 560 nm, representando a banda característica de ressonância plasmônica de superfície do material. Portanto, realizou-se uma varredura de 200 nm a 700 nm e interpretou-se a curva de saída do equipamento, representada na Figura 2.

O gráfico encontrado demonstra picos nos comprimentos de onda de 204,5 nm e de 267,5 nm, que apresentam absorbâncias de 1,002 e 3,279, respectivamente. Como decorrido por Skoog et al. (2006), os desvios decorrentes da luz espúria em uma análise por espectroscopia são mais significativos para os valores altos de absorbância, podendo indicar erro de análise, em função de uma amostra muito concentrada e/ou um caminho óptico inadequado. Além disso, pela relação entre absorbância e transmitância dada pela Equação 1, para uma absorbância de 3,279, tem-se uma transmitância de 0,0526%. Isso significa que somente 0,0526% da luz atinge o detector do equipamento, o que é um baixo valor percentual. Por essas razões, descartou-se os valores de $\lambda = 204,5$ nm e $A = 3,279$.

$$A = -\log(T) \quad (\text{Equação 1})$$

Figura 2 – Análise UV-Vis



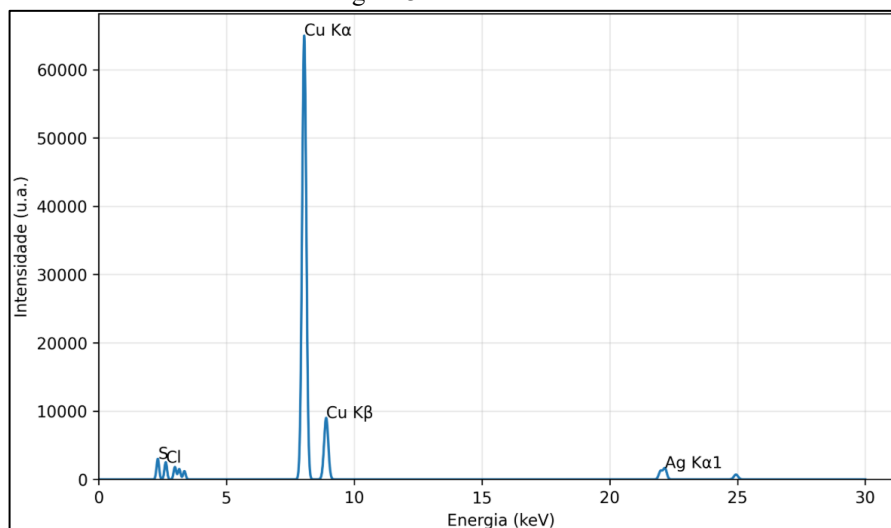
Fonte: Os Autores (2026).

O segundo pico, no comprimento de onda de 267,5 nm, diverge do valor esperado de 560 nm para caracterizar nanopartículas de cobre. De acordo com Barag, Shtewi e Tarroush

(2021), nanopartículas de óxido de cobre apresentam maior absorbância em um comprimento de onda de 262 nm, que é muito próximo ao valor encontrado. Assim, evidencia-se que a síntese de CuNP realizada nesse trabalho pode ter resultado, na verdade, em óxido de cobre. No entanto, vale destacar que, somente pela análise de Espectroscopia no UV-Visível, não é possível determinar se as partículas de óxido de cobre sintetizadas são nanopartículas ou não.

Para caracterizar o precipitado obtido, foi realizada a análise de Fluorescência de Raios-X (FRX), cujo resultado encontra-se na Figura 3. Essa análise demonstrou uma composição majoritária de cobre. Os demais elementos identificados no espectro, como enxofre (S), cloro (Cl) e prata (Ag), apresentaram intensidades de pico irrelevantes, sendo classificados como elementos traço. Essa presença minoritária pode ser atribuída a pequenos contaminantes residuais do processo de síntese ou purificação. É importante ressaltar que a FRX possui limitações na detecção quantitativa de elementos ultraleves, e, portanto, componentes como carbono, nitrogênio e oxigênio, que estariam presentes na capa de PVP da nanopartícula, não puderam ser caracterizados por essa técnica, sendo caracterizados via análise de FTIR.

Figura 3 – Análise FRX



Fonte: Os Autores (2026).

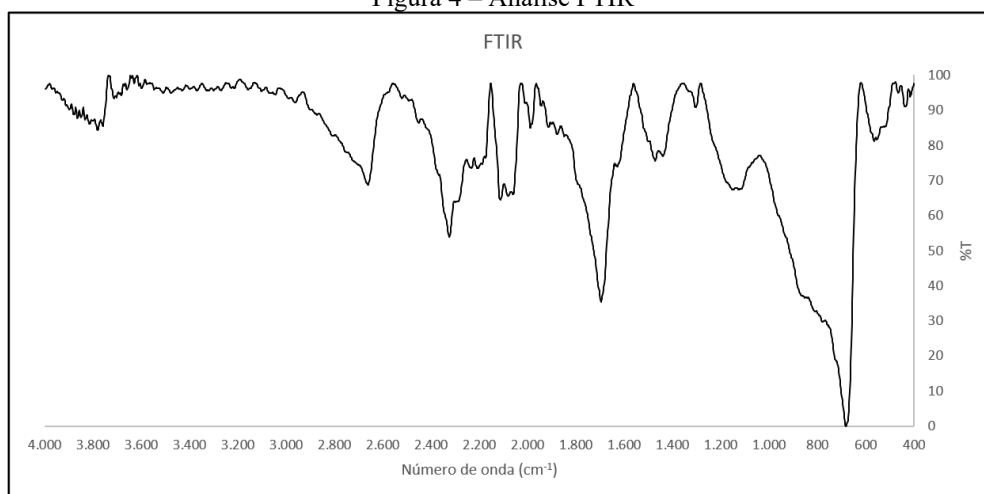
A análise de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR) foi realizada nas nanopartículas sintetizadas pelo método de pó solto em Reflectância Total Atenuada (ATR). O espectro resultante está demonstrado na Figura 4.

Nessa análise, os sinais localizados em 1391 cm^{-1} , 1421 cm^{-1} e 1659 cm^{-1} são característicos dos estiramentos das ligações C-H, C-N e C=O, respectivamente, confirmando

a presença do PVP como agente estabilizante (GRANATA; ONOGUCHI; TOKORO, 2019). A presença de uma banda na região de 676 cm^{-1} , referente à ligação Cu-O, segundo Elango et al. (2017), evidencia a ocorrência de oxidação na superfície das partículas. Essa oxidação pode ter ocorrido devido à falta de controle da agitação, apesar de seguir o apontado em outras literaturas (AGUILAR, ESPARZA, ROSAS, 2019). Para esse projeto, não houve o controle exato da velocidade de agitação durante a síntese, o que pode ter promovido zonas de baixa agitação que não promoveram o encontro das cadeias do PVP com as partículas de cobre, impossibilitando assim sua proteção e permitindo sua oxidação.

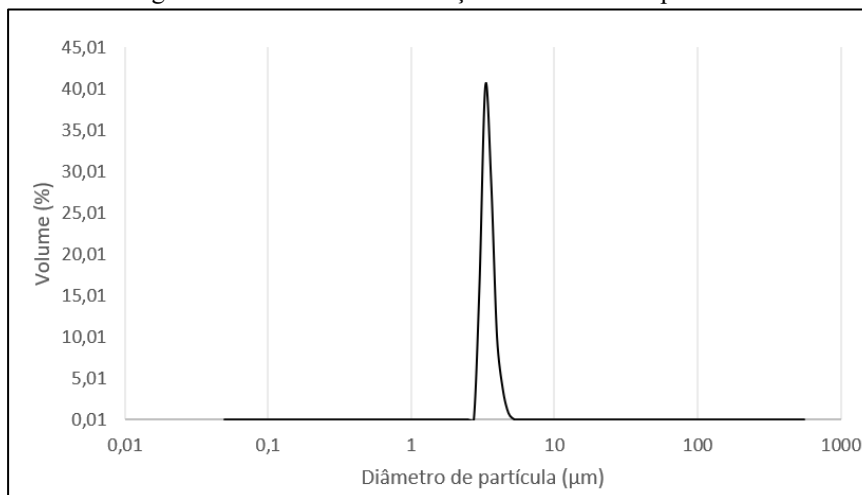
A análise de tamanho de partícula em *Mastersizer Malvern* teve comportamento descrito na Figura 5. O tamanho médio de partícula encontrado foi de $3,64\text{ }\mu\text{m}$. A curva de distribuição estreita atesta a alta homogeneidade do sistema e a eficácia em inibir a formação de macroprecipitados. No contexto de sistemas nanométricos, esse diâmetro micrométrico reflete o tamanho hidrodinâmico dos aglomerados coloidais formados e não a partícula isolada (EL-KATTANN et al., 2025).

Figura 4 – Análise FTIR



Fonte: Os Autores (2026).

Figura 5 – Análise da distribuição de tamanho de partícula

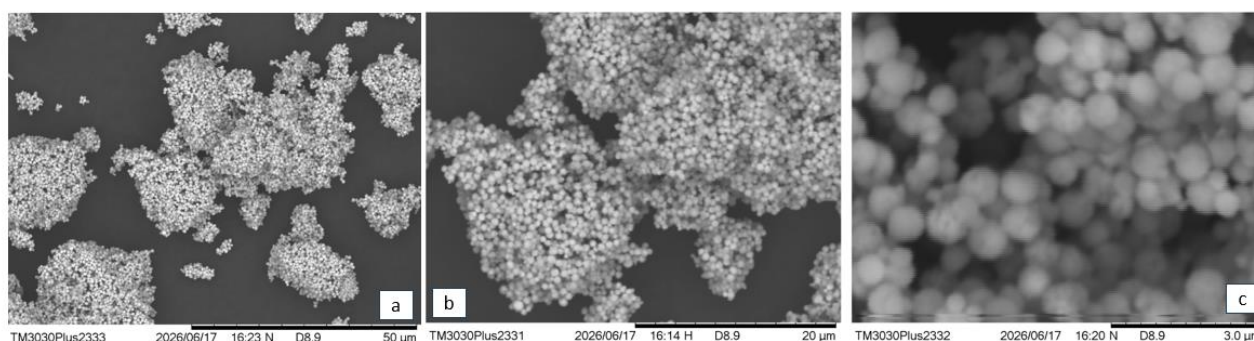


Fonte: Os Autores (2026).

A morfologia e a distribuição de tamanho das partículas de cobre foram avaliadas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), como apresentado na Figura 6. A figura 6a indica uma ampliação de 1800x, a 6b de 4000x e a figura 6c de 20000x. As micrografias de menor ampliação original revelam que o material é predominantemente constituído por aglomerados tridimensionais de tamanho micrométrico e formato irregular. Esse fenômeno de aglomeração é frequentemente observado em sistemas particulados de alta energia superficial, em que as forças de atração de Van der Waals tendem a minimizar a área superficial total.

Em maior aumento observa-se que esses aglomerados são formados por partículas individuais com morfologia esférica e uma distribuição de tamanho homogênea. O diâmetro médio das esferas individuais situa-se na ordem de 300 nm a 800 nm.

Figura 6 – Morfologia por Microscopia Eletrônica de Varredura

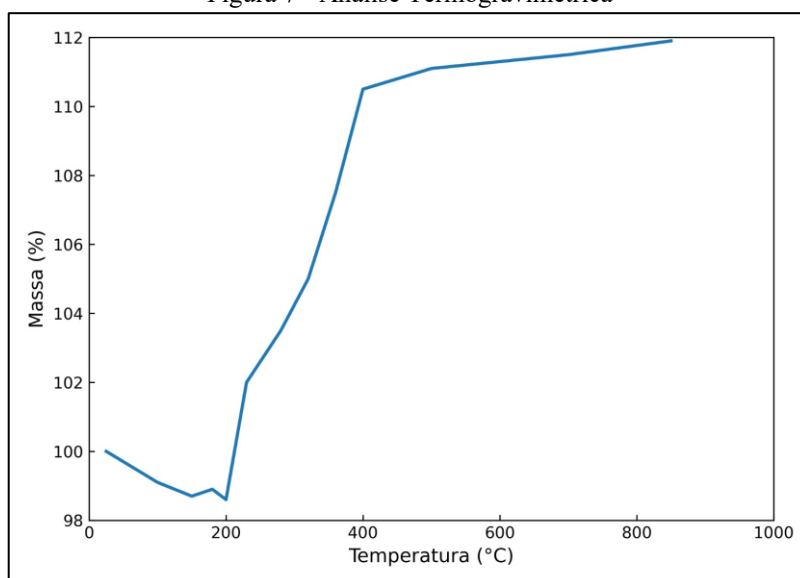


Fonte: Os Autores (2026).

Para analisar o comportamento térmico do material, realizou-se a Análise Termogravimétrica (TGA), cujo resultado encontra-se na Figura 7. O comportamento inicial

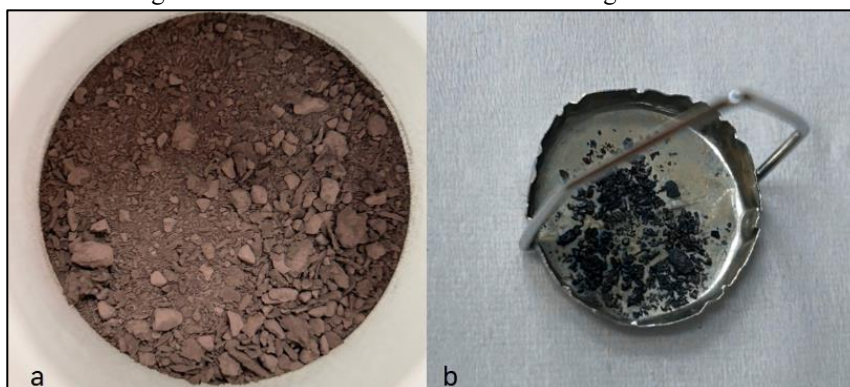
de perda de massa (1,5%) na faixa de 25–220 °C corresponde à evaporação das moléculas de água adsorvidas no material. Na sequência, houve o aumento de massa (12,5%) entre 230 e 800 °C, caracterizado pela oxidação gradual do Cu_2O a CuO , uma vez que a reação envolvida é $\text{Cu}_2\text{O} + \frac{1}{2}\text{O}_2 \rightarrow 2\text{CuO}$, cuja proporção estequiométrica é 1 mol de Cu_2O para 2 moles de CuO . Como decorrido por Tong et al. (2024), Cu_2O pode oxidar a CuO na presença de O_2 e sob temperaturas elevadas. Nesse estudo, a análise foi realizada em atmosfera inerte de nitrogênio, mas constata-se que houve oxigênio residual no equipamento para justificar a oxidação observada. A Figura 8 reforça a oxidação, pois o material passou de uma coloração marrom avermelhada antes da análise, característica do óxido cuproso (Cu_2O), para uma coloração preta pós análise, característica do óxido cúprico (CuO).

Figura 7 - Análise Termogravimétrica



Fonte: Os Autores (2026).

Figura 8 - Material Pré e Pós Análise Termogravimétrica



(a) Amostra pré-análise (b) Amostra pós-análise

Fonte: Os Autores (2026).



Conclusões

A síntese aquosa de nanopartículas de cobre em atmosfera não inerte, empregando glicose como redutor e polivinilpirrolidona (PVP) como estabilizante, não foi comprovada. A caracterização de espectroscopia UV-Vis e FTIR evidenciaram que as condições reacionais adotadas resultaram, na verdade, na formação de óxido de cobre. A análise de UV-Vis confirmou a ausência da banda característica de ressonância plasmônica de superfície do cobre metálico (~ 560 nm), exibindo um pico proeminente em 267,5 nm que indica a fase oxidada. Esse resultado foi corroborado pelo espectro de FTIR, que apresentou uma banda atenuada de estiramento Cu-O em 676 cm^{-1} . A análise de FRX comprovou a presença de cobre no precipitado e a TGA indicou a sua oxidação. Ainda, embora a análise de tamanho de partícula tenha revelado um diâmetro médio volumétrico de $3,64\text{ }\mu\text{m}$ com uma distribuição estreita, o que atestaria a eficiência do PVP em estabilizar o sistema coloidal e evitar macroprecipitados, o método mostrou-se insuficiente para conter a oxidação frente ao ar. Esse valor micrométrico de diâmetro reflete o tamanho hidrodinâmico de aglomerados em solução, o qual foi confirmado via microscopia eletrônica de varredura (MEV-BSE). As micrografias atestaram que o material é composto por partículas individuais submicrométricas de 300 nm a 800 nm com morfologia estritamente esférica, que tendem a formar clusters tridimensionais densos. Diante disso, conclui-se que o emprego de meio aquoso alcalino e o excesso de estabilizante em sistema aberto não foram capazes de mitigar a alta energia superficial e a instabilidade do cobre metálico, resultando no processo de aglomeração observado. Como projetos futuros, sugere-se o estudo da influência da variação da agitação do sistema sobre o tamanho final das esferas, bem como o uso de atmosferas inertes durante a síntese para avaliar o impacto na oxidação e no grau de aglomeração das partículas.

Agradecimentos

Agradecemos à disciplina de Materiais Nanoestruturados do curso de Engenharia Química da Unisinos pela oportunidade e suporte disponibilizados para o desenvolvimento do presente estudo.

Referências

- AGUILAR, M. S.; ESPARZA, R.; ROSAS, G. **Synthesis of Cu nanoparticles by chemical reduction method.** *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, v. 29, n. 7, p. 1510-1515, 2019.
- BARAG, Wedad M.; SHTEWI, Fatma A.; TARROUSH, Awatif A. **Green synthesis, structural and optical properties of copper oxide nanoparticles using Malva parviflora.** *Sebha University Journal of Pure & Applied Sciences*, Sebha, v. 20, n. 1, p. 25–29, 2021.
- CRISAN, M. C.; MOCAN, T.; MOCAN, L. **Copper nanoparticles: synthesis and characterization, physiology, toxicity and antimicrobial applications.** *Applied Sciences*, Basel, v. 12, n. 1, p. 141, 2022. DOI: 10.3390/app12010141.
- ELANGO, M. et al. Synthesis, Characterization, and Antibacterial Activity of Polyindole/Ag–Cu Nanocomposites by Reflux Condensation Method. **Polymer-Plastics Technology And Engineering**, [S.L.], v. 57, n. 14, p. 1440-1451, 13 dez. 2017. Informa UK Limited. <http://dx.doi.org/10.1080/03602559.2017.1410832>.



EL-KATTAN, N.; IBRAHIM, M. A.; EMAM, A. N.; METWALLY, K.; YOUSSEF, F. S.; NASSAR, N. A.; MANSOUR, A. S. Evaluation of the antimicrobial activity of chitosan- and curcumin-capped copper oxide nanostructures against multi-drug-resistant microorganisms. *Nanoscale Advances*, v. 7, n. 10, p. 2988-3007, 2025. DOI: <https://doi.org/10.1039/D4NA00955J>.

GRANATA, G.; ONOBUCHI, A.; TOKORO, C. **Preparation of copper nanoparticles for metal-metal bonding by aqueous reduction with D-glucose and PVP.** *Chemical Engineering Science*, v. 209, p. 115210, 2019.

ISMAIL, M. I. M. **Green synthesis and characterizations of copper nanoparticles.** *Materials Chemistry and Physics*, v. 240, p. 122283, 2020. DOI: 10.1016/j.matchemphys.2019.122283. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0254058419310983>. Acesso em: 13 jun. 2026.

KHAN, A. *et al.* **A chemical reduction approach to the synthesis of copper nanoparticles.** *International Nano Letters*, [S. l.], v. 6, n. 1, p. 21-26, 2016.

SKOOG, Douglas A. *et al.* **Fundamentos de Química Analítica.** [Tradução da 8. ed. norte-americana]. São Paulo: Editora Thomson, 2006.

TONG, Zhuang; LIU, Yunliang; WU, Xin; *et al.* **Carbon Quantum Dots/Cu₂O Photocatalyst for Room Temperature Selective Oxidation of Benzyl Alcohol.** *Nanomaterials*, Basel, v. 14, n. 2, p. 212, 2024. DOI: <https://doi.org/10.3390/nano14020212>.

VODYASHKIN, Andrey; STOINOVA, Anastasia; KEZIMANA, Parfait. **Promising biomedical systems based on copper nanoparticles: synthesis, characterization, and applications.** *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, v. 237, p. 113861, maio 2024. DOI: 10.1016/j.colsurfb.2024.113861.

ZHANG, Peng; SUN, Qinghua; FANG, Shiyao; GUO, Hui; LIU, Kang; ZHANG, Linfu; ZHU, Qiang; WANG, Min. **Fabrication of nano copper highly conductive and flexible printed electronics by direct ink writing.** *ACS Applied Materials & Interfaces*, v. 17, n. 1, p. 1847–1860, jan. 2025. DOI: 10.1021/acsami.4c14225.