

# Controle das condições de redução para otimização das propriedades magnéticas de nanopartículas de $\alpha$ -Fe visando aplicações biomédicas.

Beck Jr., W. <sup>1\*</sup> (PG); Marciello, M. <sup>2</sup> (PQ); Morales, M.P. <sup>2</sup> (PQ); Serna, C.J. <sup>2</sup> (PQ); Varanda, L.C. <sup>1</sup> (PQ)

<sup>1</sup>Instituto de Química de São Carlos – USP, Grupo de Materiais Coloidais, São Carlos – SP, Brasil

<sup>2</sup>Instituto de Ciencia de Materiales de Madrid (ICMM-CSIC) Nanocrystals and Chemistry Group, Madrid, Espanha

\*wbeckj@iqsc.usp.br

Palavras Chave: nanopartículas de  $\alpha$ -Fe, recobrimento com sílica, microemulsão inversa, redução térmica.

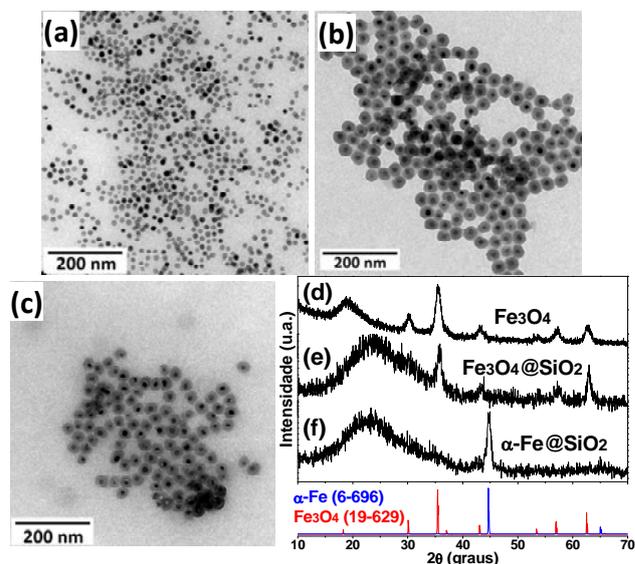
## Introdução

Nanopartículas magnéticas (NPM) apresentam grande versatilidade de recobrimento de sua superfície com compostos biofuncionais, o que lhes confere multifuncionalidade para diagnóstico e tratamento de doenças na área da biomedicina. Entretanto, tais recobrimentos tendem a diminuir a magnetização de saturação ( $M_S$ ) das NPM, dificultando sua real aplicação. Os altos valores de  $M_S$  de ferro e cobalto metálicos os tornam materiais bastante promissores na área biomédica. Neste contexto, o presente trabalho descreve o preparo de NPM de ferro metálico a partir do tratamento térmico de NPM de magnetita recobertas com sílica.

## Resultados e Discussão

NPM de magnetita com diâmetro de 15,2 nm foram sintetizadas via método de decomposição térmica de oleato férrico<sup>1</sup> (Fig.1(a) e (d)) e tiveram sua superfície recoberta com sílica via hidrólise básica de tetraetilortosilicato (TEOS) em meio de microemulsão inversa.<sup>2</sup> A espessura da camada de sílica foi variada entre 6 e 14 nm controlando-se o tempo de reação e as quantidades do precursor de silício e de NPM adicionados ao meio. Reações de 24 h com uma razão mássica  $m_{TEOS}/m_{NPM} = 12$  resultam em uma camada homogênea de sílica com 10 nm de espessura (Fig.1 (b) e (e)). Para aumentar a  $M_S$  do produto final, o que corresponde à maior composição na fase  $\alpha$ -Fe, parâmetros como temperatura de redução, fluxo de gás  $H_2$  e tempo de redução foram variados na etapa de tratamento térmico. Para a completa redução da magnetita à  $\alpha$ -Fe foram necessárias temperaturas superiores a 600 °C e fluxos de  $H_2$  de 90 L/h (Fig.1 (c) e (f)). Embora o tempo de redução não tenha mostrado grande influência sobre o processo de redução, o controle morfológico do núcleo magnético foi comprometido com o aumento deste parâmetro. A utilização de condições intermediárias de temperatura e fluxo de  $H_2$  indicam a ocorrência de uma transição cristalina entre as fases magnetita ( $Fe_3O_4$ ) e wustita (FeO), o que mostra a FeO como fase intermediária durante a redução. Análises de

VSM indicaram que a redução térmica proporcionou um ganho de 21% nos valores de  $M_S$ , sendo este o principal objetivo do trabalho. Análises de espalhamento de luz mostraram um ponto isoelétrico de 2,2 para a amostra reduzida, o que indica estabilidade coloidal em pH fisiológico (pH = 7,4), característica importante em aplicações biomédicas de NPM.



**Fig.1.** MET e DRX das amostras de NPM de magnetita (a, d), de magnetita recoberta com sílica (b, e) e de ferro metálico recoberto com sílica (c,f).

## Conclusões

O trabalho descreve um eficiente método de preparo de NPM de  $\alpha$ -Fe via redução térmica de magnetita. Um prévio recobrimento das NPM de magnetita com sílica é necessário para evitar processos de sinterização. Considerável aumento nos valores de  $M_S$  da amostra é observado após a etapa de redução térmica sem perda de sua estabilidade coloidal em pH fisiológico.

## Agradecimentos

ICMM-CSIC e IQSC-USP pela estrutura física; FAPESP, pelo apoio financeiro e bolsa concedida.

<sup>1</sup> Salas, G. et al. *J. Mater. Chem.* **2012**, 22, 21065.

<sup>2</sup> Santra, S. et al. *Langmuir* **2001**, 17, 2900.