

## Síntese e caracterização de nanopartículas de ferritas $MFe_2O_4$ (M = Fe, Co e Ni).

Flávia Bianconi<sup>1\*</sup> (IC), Karine P. Naidek<sup>1</sup> (IC), Túlio C.R. Rocha<sup>2,3</sup> (PG), Daniela Zanchet<sup>3</sup> (PQ), Herbert Winnischofer<sup>1\*</sup> (PQ)

1. Universidade Federal do Paraná, Setor de Ciências Exatas, Departamento de Química, Jd. das Américas - Centro Politécnico, Curitiba - PR - Brasil - CEP 81.531-990. \* e-mail: flaviabianconi@yahoo.com.br

2. Instituto de Física 'Gleb Wataghin', Universidade Estadual de Campinas, C.P. 6165, Campinas, SP, 13083-970, Brasil.

3. LNLS – Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, C.P. 6192, Campinas, SP, 13084-971, Brasil

Palavras Chave: Nanopartículas, magnéticas, ferritas

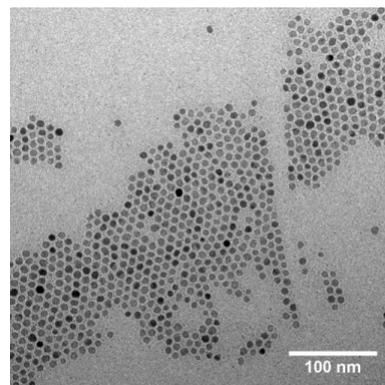
### Introdução

Nanopartículas (NP) magnéticas vem sendo foco de intensa investigação devido a potenciais aplicações em biomedicina e em dispositivos. Nesses sistemas, propriedades estruturais, eletrônicas e magnéticas dependem do volume dessas nanoestruturas. Deste modo, metodologias de síntese de NP com real controle sobre o tamanho médio, dispersão de tamanhos, estrutura interna e composição química tornam-se bastante interessantes. No presente trabalho são descritas sínteses de NP de magnetita e  $MFe_2O_4$  (M = Co e Ni) em meio orgânico e a caracterização por microscopia de transmissão de elétrons (TEM), difração de raio-X, espectroscopia Raman e espalhamento dinâmico de luz (DLS).

### Resultados e Discussão

Nesse estudo foram utilizados como precursores de NP sais de acetato de metais de transição. O acetato de ferro (III) possui estrutura trinuclear oxocentrada de fórmula  $[Fe_3O(ac)_6(H_2O)_3]^+$  (ac = acetato). Para se obter nanopartículas de  $MFe_2O_4$  (M = Co e Ni) foram preparados precursores análogos contendo estrutura central  $Fe_2NiO^{6+}$  e  $Fe_2CoO^{6+}$ , seguindo procedimentos descritos na literatura<sup>1</sup>. NP de  $Fe_3O_4$  (I) foram sintetizadas a partir de 1,44 g de acetato de ferro (III), 1,19 mL de ácido oléico, 1,93 mL de oleilamina e 30 mL de benziléter. Sob atmosfera de nitrogênio, o sistema foi então aquecido até 200 °C. Foram adicionados 2,1 g de 1,2-dodecanodiol e deixado nessa temperatura por 30 min. Em seguida, o sistema foi aquecido até refluxo por mais 30 min. Após resfriamento, as NP foram precipitadas com etanol e separadas por centrifugação. Para se obter NP de  $CoFe_2O_4$  (II) e  $NiFe_2O_4$  (III) foram utilizados 1,33 g de  $[Fe_2CoO(ac)_6(H_2O)_3]$  e  $[Fe_2NiO(ac)_6(H_2O)_3]$ , respectivamente. Paralelamente, NP de  $CoFe_2O_4$  (IV) e  $NiFe_2O_4$  (V) foram obtidas utilizando misturas de sais de  $Co(ac)_2$  e  $Fe(acac)_3$  (acac = acetilacetato), e  $Ni(ac)_2$  e  $Fe(acac)_3$ , em proporções estequiométricas (2:1). As NP resultantes são solúveis em solventes apolares e exibem comportamento superparamagnético. Os resultados de TEM e DLS indicaram que as amostras possuem

diâmetros médios entre 15 a 20 nm ( $\sigma \sim 15 - 20 \%$ ), com exceção da amostra V que exibiu um diâmetro médio de 23 nm. As curvas de difração de raio-X exibem picos característicos de ferritas, com



projeção 311 em  $2\theta$  ( $\lambda = 1,77 \text{ \AA}$ ) =  $41^\circ$ .

Fig. 1. Imagem obtida por TEM de NP de  $Fe_3O_4$  sintetizadas a partir de precursor de acetato de Fe(III).

Os espectros Raman exibem perfis característicos de ferritas. A NP de  $Fe_3O_4$  exibiu banda mais intensa  $A_{1g}$  em  $667 \text{ cm}^{-1}$  e bandas  $T_{2g}$  e  $E_g$  em  $540$  e  $314 \text{ cm}^{-1}$  respectivamente. Com a substituição do íon  $Fe^{2+}$  por  $Ni^{2+}$  ou  $Co^{2+}$ , a banda  $A_{1g}$  aparece deslocada  $16 \text{ cm}^{-1}$  em região de maior energia e outra banda  $T_{2g}$  em  $465 \text{ cm}^{-1}$  é intensificada<sup>2</sup>.

### Conclusões

NP de  $Fe_3O_4$  e ferritas de Ni e Co na faixa de 15 a 20 nm foram obtidas pela redução em meio orgânico. Os resultados obtidos foram coerentes com os esperados e sugerem que a redução de complexos heterotrinucleares e mistura de sais precursores levam amostras de composição e estrutura interna muito similar, porém as misturas levam a NP de diâmetros maiores e uma maior dispersão de tamanhos.

### Agradecimentos

A Fundação Araucária (PPP/2006), ao Centro de Microscopia Eletrônica / UFPR, e aos professores H.E.Toma, K. Araki, A.J.G. Zarbin e M.P.Araujo.

<sup>1</sup>. Vrubel, H.; Hasegawa, T.; de Oliveira, E.; Nunes, F. S., *Inorg. Chem. Commun.* **2006**, 9, 208.

<sup>2</sup>. Shebanova, O. N.; Lazor, P., *J. Solid State Chem.* **2003**, 174, 424.