

## Estudo do efeito da variação da força iônica do meio reacional sobre o diâmetro e defeitos de nanocristalitos de magnetita

\*Thiago de Melo Lima<sup>1</sup> (IC), Patrícia P. Confessori Sartoratto<sup>1</sup> (PQ), Andris Figueroa Bakuzis<sup>2</sup> (PQ)

melo\_thiago@hotmail.com

<sup>1</sup>Instituto de Química, Universidade Federal de Goiás, C.P. 131, cep 74001-970, Goiânia-GO.

<sup>2</sup>Instituto de Física, Universidade Federal de Goiás, cep 74001-970, Goiânia-GO.

Palavras Chave: força iônica, defeito cristalino, magnetita.

### Introdução

A formação de nanopartículas de magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) a partir de íons ferro em meio aquoso alcalino segue um modelo para o qual é necessário que uma concentração de supersaturação crítica seja atingida de forma que se inicie a formação dos núcleos que posteriormente crescerão por fenômenos secundários. A nucleação acontece quando a supersaturação alcança certo valor de solubilidade que corresponde à barreira de energia para a formação dos núcleos<sup>1</sup>. Esta barreira de energia pode diminuir significativamente com a redução da tensão interfacial, resultando na formação de partículas de menor tamanho<sup>2</sup>. Tal redução da tensão interfacial pode ser conseguida adicionando-se um eletrólito ao meio reacional.

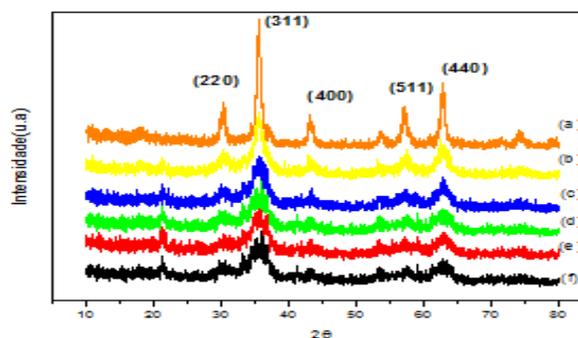
Neste trabalho, seis amostras de magnetita foram preparadas utilizando-se meios reacionais com diferentes forças iônicas. O diâmetro e os defeitos dos nanocristalitos foram avaliados pela análise dos seus difratogramas de raios X (DRX), utilizando-se o método de Williamson-Hall<sup>3</sup>.

### Resultados e Discussão

As nanopartículas foram sintetizadas pela coprecipitação dos cloretos de  $\text{Fe}^{2+}$  e  $\text{Fe}^{3+}$  em meio aquoso de NaOH (pH14) numa proporção molar  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  de 0,5. A força iônica do meio reacional foi ajustada com  $\text{NaNO}_3$  entre 1 e 12  $\text{mol.L}^{-1}$ . Todos os outros parâmetros de síntese foram mantidos constantes. Os difratogramas de raios X pelo método do pó foram obtidos no modo "step scan" com velocidade de varredura de 0,004<sup>o</sup>/s. Todos os sólidos obtidos apresentaram o padrão da estrutura cúbica do tipo espinélio inverso e parâmetros de rede entre 8,336 Å e 8,389 Å. Entretanto, observou-se um alargamento dos picos de DRX para os sólidos sintetizados em meios de maior força iônica (figura 1), podendo indicar uma redução tanto do tamanho como da cristalinidade dos cristalitos. Para o cálculo dos defeitos (strain), mediu-se a largura a meia altura ( $\beta$ ) dos picos (311), (400), (511) e (440) e fez-se um gráfico de  $\beta\cos\theta/\lambda$  vs.  $\text{sen}\theta/\lambda$ . Pelo ajuste linear dos dados, obteve-se uma reta cuja inclinação corresponde aos defeitos (strain)<sup>3</sup>. Observou-se que quanto maior foi a força iônica do meio reacional (redução da tensão interfacial),

32<sup>o</sup> Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

menor foi o tamanho dos cristalitos (Tabela 1), o que está de acordo com a teoria de minimização da barreira energética para nucleação. Porém, a redução do tamanho foi acompanhada pelo aumento de defeitos.



**Figura 1.** Difratogramas de raios X das magnetitas obtidas utilizando-se meios reacionais de força iônica igual a 1,5(a), 3,5(b), 5,5(c), 7,5(d), 9,5(e) e 11,5  $\text{mol.L}^{-1}$ (f).

**Tabela 1.** Diâmetro e defeito dos cristalitos de magnetita sintetizada em meios de diferentes forças iônicas.

Força Iônica ( $\text{mol.L}^{-1}$ )	Defeitos (strain)	Diâmetro (nm)
11,5	$7,4 \times 10^{-2}$	3,1
9,5	$6,7 \times 10^{-2}$	3,5
7,5	$5,3 \times 10^{-2}$	4,2
5,5	$5,0 \times 10^{-2}$	5,0
3,5	$1,9 \times 10^{-2}$	5,3
1,5	$2,1 \times 10^{-3}$	10,5

### Conclusões

A força iônica do meio reacional é um parâmetro que pode ser variado para se modular o tamanho dos cristalitos de magnetita. Entretanto, há um aumento dos defeitos cristalinos à medida que a força iônica aumenta e cristalitos menores são formados.

### Agradecimentos

Finep, Scitech- Produtos Médicos, Funape- UFG.

<sup>1</sup>LaMer, V.K.; Dinegar, R.H. *J. Am. Chem. Soc.* **1950**, *72*, 4847.

<sup>2</sup>Vayssieres, L. *Int. J. Nanotechnology*. 2005, *2*, 411.

<sup>3</sup>Williamson, G.K.; Hall, W.H. *Acta Metall.*, **1953**, *1*, 22.