

Controle da morfologia e propriedades de nanopartículas de óxido de ferro obtidas a partir de síntese hidrotérmica

Nathália M. Carneiro* (PG), Fernando A. Sigoli, Italo O. Mazali (PQ)

nathaliacarneiro@iqm.unicamp.br

Laboratório de Materiais Funcionais- LMF - Instituto de Química, Universidade Estadual de Campinas, CEP 13083-970, Campinas, SP

Nanopartícula, Semicondutor, Óxido

Introdução

A obtenção de materiais com morfologias e tamanhos diferentes abre novas perspectivas quanto a propriedades e nanossistemas aplicados a partir de diversas técnicas. Estas permitem o controle da distribuição de tamanho e morfologia de partículas através da manipulação de fatores cinéticos que controlam a dinâmica de aproximação no equilíbrio termodinâmico do sistema no processo de crescimento. Para produzir nanopartículas estáveis utilizam-se reagentes protetores de superfície, como ligantes orgânicos, materiais de encapsamento inorgânicos, matriz orgânica ou polímeros durante a reação.

Neste trabalho realizou-se um estudo do controle do tamanho e da morfologia de nanopartículas de óxido de ferro obtidas através de reação hidrotérmica a partir duas fontes precursoras diferentes de ferro para posterior análise de suas propriedades e aplicações catalítica e magnética.

Resultados e Discussão

A síntese das nanopartículas de óxido de ferro consistiu na dissolução de FeA (onde A corresponde ao íon nitrato ou cloreto) e trietilamina em água deionizada com posterior agitação durante 5 min. A mistura foi então transferida para uma autoclave de teflon de 50 mL, a qual foi preenchida até o volume de 40 mL e tratada a 160°C durante 10-24 h sem agitação. O sólido obtido foi lavado e centrifugado sucessivamente com água deionizada e etanol anidro e seco sob vácuo a 60 °C por 6 h. As amostras obtidas foram caracterizadas por difração de raios X, espectroscopia de infravermelho e Raman, microscopia eletrônica de varredura e medidas magnéticas. Os picos de difração de raios X encontrados para a síntese a partir de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ podem ser indexados à uma mistura das fases α -hematita - Fe_2O_3 e goetita - $\text{FeO}(\text{OH})$ com picos em 33,2°, 35,7°, 54,2° (JCPDS 330664) e picos em 21,2°, 36,6°, 53,2° (JCPDS 810464), respectivamente. Para o reagente de partida FeCl_3 se obteve unicamente os picos de difração referentes à α -hematita. Os tamanho de cristalito calculados pela Lei de Scherrer,

$(k.\lambda/B.\cos\theta)$ mostram que apenas a mudança do contra-íon nas mesmas condições de síntese gera partículas de tamanhos diferentes. O óxido de ferro obtido a partir de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ apresenta um tamanho médio de cristalito de 53 nm enquanto que este valor é praticamente o dobro quando se utiliza FeCl_3 , 130 nm. A influência da trietilamina como agente direcionador de crescimento e protetor de superfície e a morfologia das amostras foram observadas por microscopia eletrônica de varredura. Esta apresenta nanopartículas com morfologia bem definida de cubos e bastões de Fe_2O_3 para a síntese com cloreto e uma não uniformidade na morfologia das partículas com síntese a partir de nitrato. Os espectros de infravermelho para ambos os casos apresentam bandas em torno de 420 cm^{-1} e 576 cm^{-1} atribuídas à ligação Fe-O do Fe_2O_3 e bandas referentes à trietilamina remanescente na superfície das partículas com atribuição relativa à deformação C-H fora do plano em torno de 899 cm^{-1} e 803 cm^{-1} , vibração da ligação C-N em 1629 cm^{-1} e vibração N-H na região de 3134 cm^{-1} . A banda na região de 3448 cm^{-1} é atribuída à água absorvida na superfície. Medidas magnéticas realizadas apresentam respostas diferentes do comportamento magnético da curva ZFC em relação às duas amostras.

Conclusões

Através de síntese hidrotérmica foi possível obter nanopartículas de óxido de ferro com morfologias diferentes. Observou-se que há um efeito do contra-íon sobre o produto final formado, sendo que o uso de nitrato de ferro leva a mistura das fases α -hematita e goetita com tamanho médio de cristalito de 53 nm e o uso de cloreto leva a formação apenas da fase α -hematita com tamanho de 130 nm. Estes efeitos se refletem no comportamento magnético das amostras.

Agradecimentos

Os autores agradecem à CAPES, CNPq, FAPESP e Inomat.

¹ Burda, C.; Chen, X.; Narayanan, R.; El-Sayed, M. A. *Chem. Rev.* **2005**, 105, 1025.