

# Propriedades de compostos trinucleares de cromo: efeito do confinamento em matrizes mesoporosas e seu emprego como precursor de nanopartículas magnéticas

Diego Roberto Silva<sup>1,3</sup> (IC), Fanny Béron<sup>2</sup> (PG), Surender Kumar Sharma<sup>2</sup> (PG), Kleber Roberto Pirola<sup>2</sup> (PQ), André Luiz Barboza Formiga<sup>1</sup> (PQ), Italo Odone Mazali<sup>3</sup> (PQ)

<sup>1</sup>Laboratório de Química de Coordenação – IQ/Unicamp, <sup>2</sup>Laboratório de Materiais e Baixas Temperaturas – IFGW/Unicamp, <sup>3</sup>Laboratório de Materiais Funcionais – IQ/Unicamp Universidade Estadual de Campinas. E-mail: formiga@iqm.unicamp.br

Palavras chave: trinuclear de Cromo, nanopartículas, magnetismo, efeito de tamanho, Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

## Introdução

Compostos trinucleares de metais de transição conhecidos como “acetatos básicos” têm sido estudados por apresentarem propriedades eletroquímicas, espectroscópicas e magnéticas únicas dentre os compostos polinucleares de metais de transição. Este trabalho tem como objetivo realizar uma nova rota de síntese para obtenção do complexo [Cr<sub>3</sub>O(CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>)<sub>6</sub>(H<sub>2</sub>O)<sub>3</sub>]<sup>+</sup> - denominado Cr<sub>3</sub>O - e estudar o efeito do seu confinamento espacial no vidro poroso Vycor (PVG), bem como a avaliação deste trinuclear como precursor *single-source* para a obtenção de nanopartículas de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> *in situ* na estrutura porosa com tamanho de cristalito controlado. Para obter as nanopartículas empregou-se a metodologia de ciclos de impregnação-decomposição (CID) alternados. Os sistemas obtidos foram caracterizados por UV-Vis, IR, TGA, XRD, CHN e por medidas magnéticas.

## Resultados e Discussão

As figuras 1A e 1B mostram a análise termogravimétrica do complexo Cr<sub>3</sub>O e o XRD desse resíduo, respectivamente, os quais comprovam, estequiometricamente, a fórmula molecular do complexo e a obtenção do óxido de cromo III a partir do mesmo.

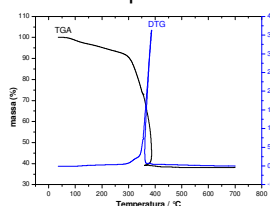


Figura 1A. TGA do Cr<sub>3</sub>O.

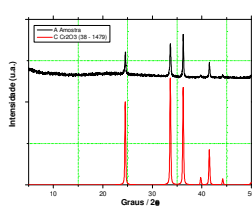


Figura 1B. XRD do resíduo do TGA.

A Figura 2 mostra as análises de IR do Cr<sub>3</sub>O livre e impregnado no (PVG), em ambas as amostras podemos observar as bandas em 1626 cm<sup>-1</sup>, 1452 cm<sup>-1</sup> as quais são atribuídas aos modos de estiramento assimétrico e simétrico, respectivamente, dos grupos carboxilatos presentes nos acetatos coordenados, o que comprova a presença do complexo no interior da matriz porosa (PVG) formando assim o sistema integrado PVG/Cr<sub>3</sub>O.

34<sup>a</sup> Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

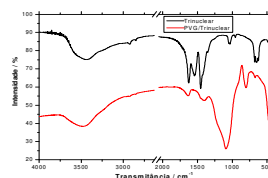


Figura 2. IR do Cr<sub>3</sub>O livre e do PVG/Cr<sub>3</sub>O

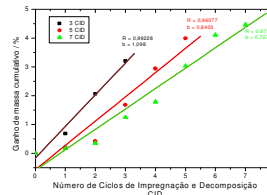


Figura 3. CID do PVG/Cr<sub>3</sub>O

Os resultados indicam a obtenção de nanopartículas de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> *in situ* na estrutura porosa, através do uso da metodologia de CID e as curvas de ganho de massa (Figura 3), evidenciaram que para 3, 5 e 7 CID os sistemas apresentaram um ganho cumulativo de massa de 3,2%, 4,0% e 4,5% (PVG/Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), respectivamente.

A caracterização das nanopartículas foi feita por XRD e TEM. A caracterização magnética foi realizada em 2,5-350K usando um magnetômetro SQUID e PPMS montado com a cabeça de vibração da amostra magnetômetro. Tanto o Campo zero da curva de resfriamento, bem como curvas de histereses até 10 T, foram registrados. Para todo o tipo de ciclos, o comportamento magnético permanece típico de antiferromagnético. Não demonstrando nenhuma transição superparamagnética bloqueada.

## Conclusões

A nova rota de síntese para a obtenção do Cr<sub>3</sub>O mostrou-se eficaz, pois este foi obtido com alta pureza e rendimento, além disso, comprovou-se que este trinuclear pode ser empregado como precursor *single-source* para a obtenção de nanopartículas de Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> *in situ* na estrutura porosa com tamanho de cristalito controlado.

## Agradecimentos

Ao CNPq, Fapesp, LMBT e INOMAT.

Vrubel, H.; Hasegawa, T.; de Oliveira, E.; Nunes, F. S. *Inorganic Chemistry Communications*, v. 9, p. 208 – 211, 2006

Bard, A. J., *Integrated chemical systems – A chemical approach to nanotechnology*. New York : John Wiley & Sons, 1994, 324p.