

## Estudo da decomposição térmica de $\text{Fe}(\text{acac})_3$ para síntese de partículas de magnetita em diferentes meios.

Fernando B. Effenberger (PG)<sup>1</sup>, Ricardo A. Couto<sup>1</sup> (PG), Sueli H. Masunaga (PQ)<sup>2</sup>, Renato F. Jardim (PQ)<sup>2</sup>, Liane M. Rossi<sup>1\*</sup> (PQ) (lrossi@iq.usp.br)

<sup>1</sup>Universidade de São Paulo, Instituto de Química, Av. Prof. Lineu Prestes 748, 05508-000 São Paulo, SP, Brasi

<sup>2</sup>Universidade de São Paulo, Instituto de Física, Rua do Matão Travessa R Nr.187, 05508-090, São Paulo - Brasil

Palavras Chave: nanopartículas, magnetita, decomposição térmica.

### Introdução

A preparação de nanopartículas com propriedades magnéticas tem despertado interesse devido as suas possíveis aplicações nas áreas biomédica e tecnológica.<sup>1</sup>

A decomposição térmica produz nanopartículas de magnetita monodispersas e monocristalinas, o procedimento padrão decompõe o acetilacetato de ferro(III) em solvente orgânico em alta temperatura na presença de aditivos como oleilamina, ácido oleico e um diol<sup>2</sup>.

O papel dos aditivos na síntese ainda não foi totalmente esclarecido.

Apresentamos neste trabalho esforços para demonstrar o papel dos aditivos na morfologia final das nanopartículas através de sínteses em diferentes meios.

### Resultados e Discussão

A metodologia empregada consiste na preparação de nanopartículas magnéticas monodispersas pelo método da decomposição térmica em presença de aditivos.<sup>2</sup> Foram empregados o precursor metálico  $\text{Fe}(\text{acac})_3$ , ácido oléico, oleilamina, 1,2 – octanodiol, etilenglicol, sacarose e o solvente difenil éter. A preparação se dá em uma única etapa onde os reagentes são submetidos a refluxo a 265°C por 2 horas em atmosfera de nitrogênio sob agitação.

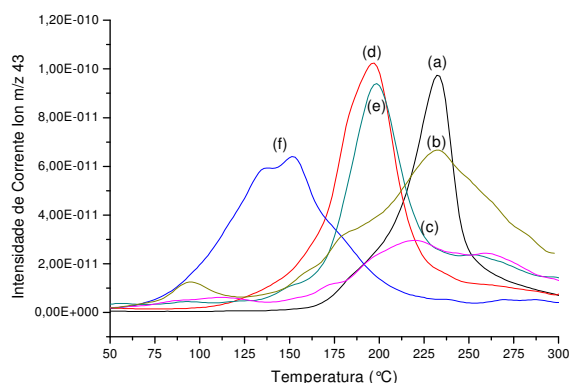
Para obtenção das partículas em pó, a solução obtida de partículas foi resfriada até temperatura ambiente e em seguida centrifugada após precipitação em etanol, o sólido composto pelas partículas pode ser disperso em tolueno ou a amostra pode ser obtida em pó, após secagem em bomba de vácuo.

As partículas tiveram suas propriedades magnéticas avaliadas com o uso de um Magnetômetro de amostra vibrante(VSM).

Experimentos de termogravimetria acoplado a um espectrômetro de massas foram realizados para avaliar a temperatura de decomposição do acetilacetato de ferro(III) na presença de diferentes aditivos e difenil éter com aquecimento.

A corrente de íons foi medida para cada m/z a partir do gás liberado durante a análise térmica, sendo proporcional à quantidade das espécies liberadas pela amostra. Na figura 1, a intensidade do íon

m/z=43, que corresponde à decomposição do acetilacetato presente na fase gasosa. Pode ser visto claramente que os aditivos usados durante a síntese podem mudar a temperatura de decomposição do acetilacetato de ferro(III). Imagens obtidas por microscopia eletrônica de transmissão (TEM) revelam a presença de partículas magnéticas com morfologia levemente cúbica à esférica com diâmetro médio da ordem de 3 a 9 nm com forte dependência do meio na qual a síntese foi realizada



**Figura 1.** Análise de massas dos gases provenientes da decomposição térmica do acetilacetato de ferro (III) (medido por TG-MS) de soluções contendo: (a) sólido, (b) DFE, AO,OAm e OC (c)DFE, AO e OAm (d) DFE (e) DFE e OAm (f) DFE (AO=ácido oleico, OAm=oleilamina, OC=1,2-octanodiol, DFE= difenil éter).

### Conclusões

Nanopartículas de magnetita foram obtidas por decomposição térmica em diferentes combinações de aditivos e somente na presença de solvente. Foi observado que nenhum aditivo tem papel específico como agente redutor, no entanto, alteram a solubilidade das espécies formadas levando à morfologias e tamanhos distintos.

### Agradecimentos

CNPq e Fapesp

<sup>1</sup> Wang, L.; Luo, L.; Fan, Q.; Suzuki, M.; Suzuki, I.S.; Engelhard, M.H.; Lin, Y.; Kim, N.; Wang, J.Q.; Zhong, C.-J. *J. Phys. Chem. B* **2005**, *109*, 21593.

<sup>2</sup> Sun, S.; Zeng, H. *J. Am. Chem. Soc.* **2002**, *124*, 8204