

Nanopartículas de óxido de ferro: Efeitos da temperatura de calcinação e agitação no tamanho de partícula.

Gabriel H. Freire^{1*}(IC), Leonardo M. dos Santos^{1,2}(IC), Camila D. Franzoi¹(IC), Rosane Ligabue^{1,2}(PQ), Sandra Einloft^{1,2}(PQ), Vladimir Lavayen¹(PG)

¹Faculdade de Química – PUCRS, ²Programa de Pós-graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais – PGTEMA

*gabriel.freire@acad.pucrs.br

Av. Ipiranga, 6681 - Partenon - Porto Alegre/RS - CEP: 90619-900

Palavras Chave: óxido de ferro, nanopartículas, infravermelho.

Introdução

A magnetita (Fe_3O_4) e maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) são duas fases diferentes de óxido de ferro^{1,4}, que estão entre os melhores candidatos para aplicações biomédicas^{1,2}, além de serem cargas em nanocompósitos magnetizáveis⁴. O controle da oxidação da magnetita a temperatura ambiente e hematita a temperaturas mais altas continuam sendo uma questão-chave na síntese de nanopartículas de óxido de ferro. Um dos métodos usados na formação de partículas e a precipitação/co-precipitação, onde se tem partículas com diâmetro entre 20-40 nm^{2,3}. Variando parâmetros como: pH, velocidade de agitação, relação $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$, assim como, tempo e temperatura de calcinação é possível regular tamanho e fase dos compostos nanoestruturados.

Neste trabalho partículas de óxido de ferro < 150 nm foram sintetizadas pelo método de co-precipitação convencional⁴ e mudando variáveis como: i) temperatura de calcinação (200 a 600°C) e ii) agitação (80 a 700 rpm). As características de absorção foram medidas mediante espectroscopia vibracional, absorção eletrônica e a morfologia e os tamanhos de partículas foram avaliados por microscopia eletrônica.

Resultados e Discussão

Nanopartículas (< 150 nm) de magnetita preparadas pelo método de co-precipitação⁴ mostram que transições indiretas fracas na região do visível (d→d), Fig. 1. Além de transições diretas do orbital 2p do O^{2-} desde a banda de valência até a borda da banda de condução no intervalo 257-413 nm¹. Partículas de magnetita apresentam absorção perto de 460 nm (Fig. 1) atribuída à transferência eletrônica de oxigênio para o metal. Caracterização vibracional (Fig. 2) das amostras calcinadas mostra modos reticulares Fe-O da maghemita (~530, 624, 996 cm⁻¹). As amostras não calcinadas apresentam a 560 cm⁻¹ a banda da magnetita (fônons)². Observa-se nas bandas do espectro infravermelho, um deslocamento a números de onda maiores (região violeta ao azul) devido a efeitos de agitação e de temperatura nas partículas^{1,3}.

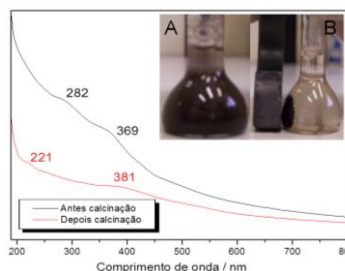


Figura 1. Espectro de absorção de partículas de óxido de ferro (10^{-3} M) feitas a 400 RPM. Banda a ~220 nm e da fase $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$. Sendo ilustradas, imagens de uma suspensão de partículas Fe_3O_4 antes (A) e depois da influência de um campo magnético (B).

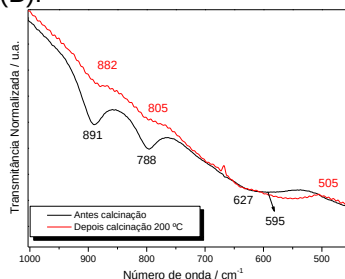


Figura 2. Espectro infravermelho de nanopartículas de Fe_3O_4 (antes), 400 RPM, e $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (depois) calcinação feita a 200 °C.

Conclusões

Deslocamento de bandas na região visível azul é observado pelos efeitos da agitação e temperatura. Análise de microscopia eletrônica mostra um diâmetro de partículas menores a 150 nm além de uma grande homogeneidade.

Agradecimentos

Os Autores agradecem a CNPq, Fapergs, e a Faculdade de Química

¹Santoyo Salazar, J.; Perez L.; Abril, O. de; Phuoc, L. T.; Ihiwakrim, D.; Vazquez, M.; Greneche, J. M.; Colin, S. B.; Pourroy, G.; *Chem. Mater.*, **2011**, 23 (6), pp 1379–1386.

²Chamritski, I.; e Burns, G.; *J. Phys. Chem. B.*, **2005**, 109, 4965-4968.

³Devaraj, N. K.; e Ong, B. H.; *AIP Conf. Proc.*, **2010**, 1328, 288-290; doi:10.1063/1.3573756. Malaysia Annual Physics Conference, 2010 (PERFIK-2010).

⁴Lopes M.C.; de Souza Jr. F.G.; Oliveira G.E.; *Polimeros*, **2010**, 20, 359-365.