

## Síntese de nanopartículas magnéticas por coprecipitação homogênea em estado sólido.

Juliana Moreno de Paiva<sup>1</sup> (IC)\*, Flávio Junior Caires (PG)<sup>2</sup>, Rodolfo Debone Piazza (PG)<sup>1</sup>, Massao Ionashiro (PQ)<sup>2</sup>, Miguel Jafellicci Junior<sup>1</sup> (PQ), Rodrigo Fernando Costa Marques<sup>1</sup> (PQ).  
E-mail: paiva.jm91@yahoo.com.br

<sup>1</sup>Departamento de Físico Química, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Instituto de Química, CEP 14800-900, Araraquara – SP.

<sup>2</sup>Departamento de Química Analítica, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Instituto de Química, CEP 14800-900, Araraquara – SP.

Palavras Chave: coprecipitação homogênea; nanopartículas magnéticas; decomposição da ureia

### Introdução

O método mais simples atualmente para sintetizar óxidos de ferro é por coprecipitação simples. Neste, adiciona-se uma base a uma solução aquosa de sais de  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$  sob atmosfera inerte, podendo a temperatura ser ambiente ou elevada.<sup>1</sup> Durante a síntese uma variedade de fatores podem controlar o tamanho, características magnéticas, e/ou as propriedades de superfície. A adição de agentes complexantes de superfície polimérica, por exemplo, ajudam a controlar o tamanho das nano partículas (NPs), inibindo o crescimento do núcleo, e assim as tornando menores. Eles também estabilizam estericamente as NPs evitando processos de aglomeração.<sup>2</sup>

O objetivo do trabalho consiste em investigar a coprecipitação de Magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) em meio sólido por meio de difração de raios-x (DRX), microscopia eletrônica de varredura com fonte de emissão efeito de campo (FEG), análise gravimétrica (TG) e análise térmica diferencial (DTA) em um filme previamente preparado com polivinilpirrolidona (PVP), ureia e solução de ferro ( $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ ). O método proposto consiste na decomposição térmica do filme de ureia contendo precursores de ferro separados por PVP.

### Resultados e Discussão

A amostra foi preparada com solução contendo  $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$ , ureia e PVP e seca a temperatura ambiente até formar um filme. Este foi aquecido em estufa em temperatura média de 90°C. Durante o aquecimento observou-se a cristalização da ureia e a mudança de cor do filme (de amarelo para marrom alaranjado) (Figura 1), evidenciando a formação de óxido de ferro. O pó resultante apresenta atração por campo magnético, indicando a formação de magnetita e/ou maghemita. As caracterizações das NPs magnéticas foram feitas por DRX, FEG, TG e DTA. O difratograma da amostra apresentou picos cujas distância interplanares correspondem a fase de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  (PDF2 nº 75\_1609) (Figura 2). Análises das micrografias

eletrônicas de varredura (FEG) sugerem a presença de NPs menores que 4 nm. Observou-se por TG e DTA a influência da taxa aquecimento e o comportamento dos percussores e da mistura. Sendo a decomposição térmica da ureia responsável pela precipitação dos íons de ferro no meio sólido.



Figura 1: Formação do óxido de ferro no filme de PVP após o aquecimento.

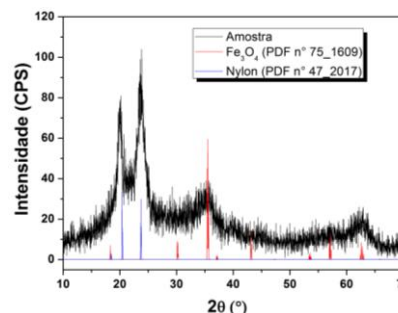


Figura 2: Difratograma da amostra contendo óxido de ferro.

### Conclusões

O método proposto é inédito na literatura pesquisada e possibilitou a obtenção de NPs magnéticas com tamanho menor que 4 nm.

### Agradecimentos

As agências de fomento à pesquisa CAPES, CNPQ e FAPESP. Ao LMA-IQ pela disponibilidade de utilização do microscópio eletrônico de varredura.

<sup>1</sup> Schüth, F. et al. *Angewandte Chemie.* 2007, 46, 1228

<sup>2</sup> Laurent, S. et al. *Chemicals reviews.* 2008, 108, 2064