

Efeitos da agitação e temperatura no tamanho e fase de nano/micro partículas de óxido de ferro feito pelo método de precipitação.

Gabriel H. Freire¹ (IC), Leonardo M. dos Santos² (PG), Rosane Ligabue^{1,2} (PQ), Jeane Dullius^{1,2} (PQ), Sandra Einloft^{1,2} (PQ), Vladimir Lavayen^{1,3} (PQ)*.

¹Faculdade de Química – PUCRS, ²Programa de Pós-graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais – PGTEMA – PUCRS, Porto Alegre/RS. ³Departamento de Física, Universidad Técnica Federico Santa María, Chile.

*vlavayen@hotmail.com

Palavras Chave: óxido de ferro, nanopartículas, infravermelho.

Introdução

Nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4) e maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$) são duas fases diferentes de óxido de ferro¹⁻⁴, que são considerados entre os melhores candidatos para diagnóstico médico, como agentes de contraste em imagiologia por ressonância magnética além atuar como cargas inorgânicas nos nanocompositos^{1,2}. Um dos métodos mais usados na formação de partículas é a precipitação/co-precipitação, onde é possível ter partículas entre 20-40 nm de diâmetro^{2,3}.

Variáveis como pH, nível de agitação, relação $\text{Fe}^{3+}/\text{Fe}^{2+}$ assim como tempo e temperatura de calcinação são possíveis controlar em função do tamanho, carga eletrônica, e fase das partículas. Neste trabalho partículas de óxido de ferro < 70 nm foram sintetizadas pelo método de co-precipitação⁴. Onde variáveis como: i) temperatura de calcinação (200 a 600°C) e ii) agitação (80 a 700 RPM) foram usadas pra poder obter partículas de maghemita.

Resultados e Discussão

Espectros de UV-VIS mostram na região visível bandas de absorção eletrônica perto de 460 nm com um deslocamento a números de onda maiores (região violeta ao azul) nas diversas condições de síntese. Transições indiretas fracas na região do visível ($d \rightarrow d$) 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 são também observados.

O seguimento da presença de cada uma das fases é observado mediante espectroscopia vibracional. Assim modos reticulares Fe-O da maghemita (~530, 624, 996 cm^{-1}) e magnetita, que tem uma estrutura tipo espinela inversa, com modo infravermelho ativos nos intervalos 600-550 cm^{-1} ($\text{M}_T\text{-O-M}_O$), 470 cm^{-1} ($\text{M}_O\text{-O}$), e 350-400 cm^{-1} ($\text{M}_T\text{-M}_O$), onde M_T e M_O correspondem ao ferro ocupando posições tetraédricas e octaédricas, respectivamente.

Análise por microscopia eletrônica de varredura (< 70 nm) mostram uma grande homogeneidade, com uma relação Fe/O perto de um. Curvas de transmissão nas dispersões usando o equipamento

LUMiSizer - determina o tamanho das partículas mediante o método STEP (Space and Time resolved Extinction Profiles) – foram usados para observar como as variáveis da síntese influenciam a estabilidade além qual e a melhor condição de síntese em função do tamanho e fase nas partículas de óxido de ferro. Finalmente medições de refletância difusa (Figura 1) em nanopartículas aquecidas a diferentes temperaturas mostram que as transições de energia na região visível não tinham uma grande variação.

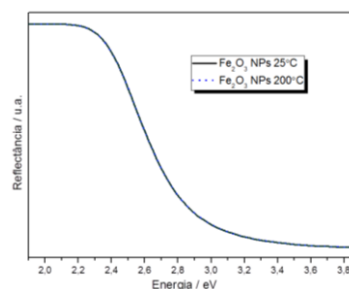


Figura 1. Espectro de refletância das micro/nanopartículas de ferro.

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 70 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.; Ithiawakrim, D.; Vazquez, M.; Greneche, J. M.; Colin, S. B.; Pourroy, G.; *Chem. Mater.*, **2011**, 23, 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.; e Oliveira G.E.; *Polimeros*, **2010**, 20, 359-365.