



Efeitos da agitação e temperatura no tamanho e fase das nanopartículas de óxido de ferro feitos pelo método de precipitação.

Gabriel H. Freire^{1*} (IC), Leonardo M. dos Santos² (IC), Jeane Dullius^{1,2} (PQ), Sandra Einloft^{1,2} (PQ), Vladimir Lavayen¹ (PG), Rosane Ligabue^{1,2} (PQ)

¹Faculdade de Química – PUCRS, ²Programa de Pós-graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais – PGTEMA Av. Ipiranga, 6681 - Partenon - Porto Alegre/RS - CEP: 90619-900.

Resumo

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. Variáveis como: i) temperatura de calcinação (200 a 900°C) e ii) agitação (80 a 700 rpm), mostram um deslocamento nas 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 são observados modos reticulares Fe-O da maghemita ($\sim 530, 624, 996 \text{ cm}^{-1}$) e magnetita, que tem uma estrutura tipo espinela inversa, com modo infravermelho ativos

nos intervalos $600\text{--}550\text{ cm}^{-1}$ ($M_T\text{--}O\text{--}M_O$), 470 cm^{-1} ($M_O\text{--}O$), e $350\text{--}400\text{ cm}^{-1}$ ($M_T\text{--}M_O$), onde M_T e M_O correspondem ao ferro ocupando posições tetraédricas e octaédricas, respectivamente.

Análise por microscopia eletrônica mostra que as amostras têm uma grande homogeneidade, com presença de aglomerados $< 70\text{ nm}$; com uma relação Fe/O perto de um. Curvas de transmissão das 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 e a velocidade de sedimentação. Conseqüentemente foi determinada a melhor condição de síntese em função do i) tamanho e ii) fase das partículas de óxido de ferro. Finalmente medições de refletância difusa mostram que as transições de energia na região visível não houve uma grande variação.

Palavras Chave: óxido de ferro, nanopartículas, infravermelho.

Os Autores agradecem a CNPq, Fapergs e a Faculdade de Química/PUCRS.

¹Santoyo Salazar, J.; Perez L.; Abril, O. de; Phuoc, L. T.; Ihiawakrim, 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.