

Caracterização Magnética de Nanopartículas de Óxido de Ferro obtidas por Síntese Hidrotermal e Coprecipitação

Forte, S. K., Panta, P. C., Bergmann, C. P.

Laboratório de Materiais Cerâmicos (LACER), Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS)

INTRODUÇÃO

Óxido de Ferro
Hematita
Maghemita
Magnetita

Aplicações

- ❖ Facilidade de obtenção
- ❖ Produção em larga escala
- ❖ Técnicas simples
- ❖ Imagens de Ressonância Magnética
- ❖ Carregadores de Fármacos
- ❖ Hipertermia

OBJETIVO

- Obter nanopartículas (NP) de óxido de ferro a partir dos métodos de síntese hidrotermal e de coprecipitação;
- Variar as condições de obtenção em função do tempo, meio aquoso e temperatura de síntese;
- Comparar as nanopartículas produzidas pelos diferentes métodos de síntese;
- Avaliar as características estruturais por DRX e por espectroscopia Raman, morfológicas por microscopia eletrônica de varredura, e magnéticas por magnometria de amostra vibrante (VSM).

PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

PARÂMETROS DAS SÍNTESES

Tabela 1. Parâmetros para as Sínteses de NP de Óxido de Ferro.

Síntese	Coprecipitação	Hidrotermal
Temperatura de Síntese (°C)	60, 70 e 80	100, 150 e 200
Volume de Hidróxido de Sódio (ml)	50	50
Concentração da Solução de FeCl ₃ .6H ₂ O (g)	6	6
Concentração da Solução de FeCl ₂ .4H ₂ O (g)	3,68	3,68
Tempo de Síntese	30, 60 a 120 min	10 e 12 h
Lavagem	Água Deionizada e Etanol	Água Deionizada e Etanol

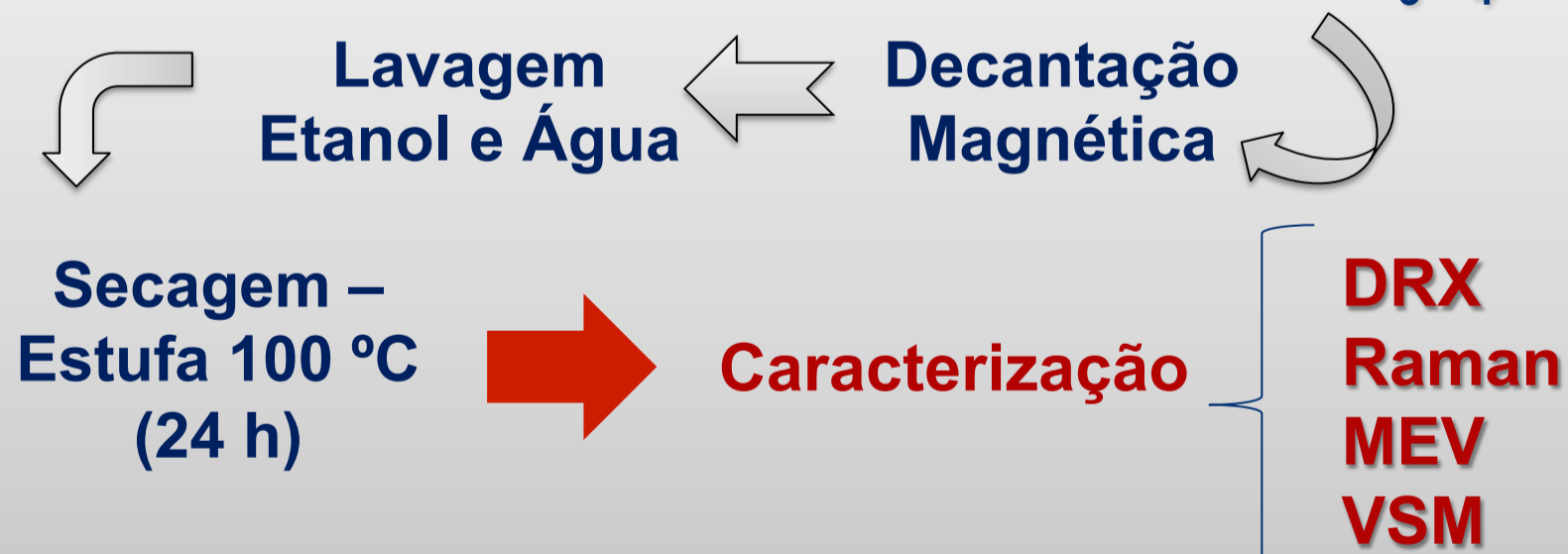
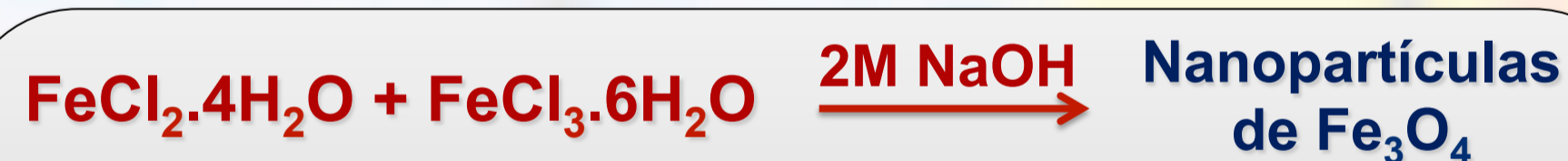


Figura 1. Fluxograma da Metodologia.

Síntese por Coprecipitação

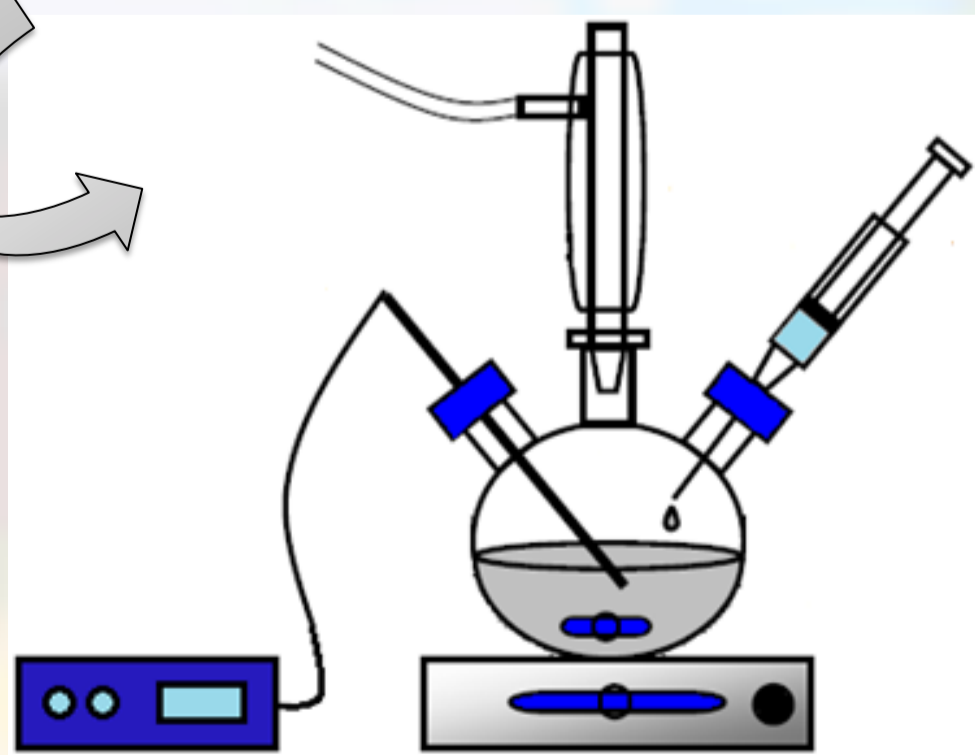


Figura 2. Aparato Experimental da Síntese por Coprecipitação

Síntese Hidrotermal

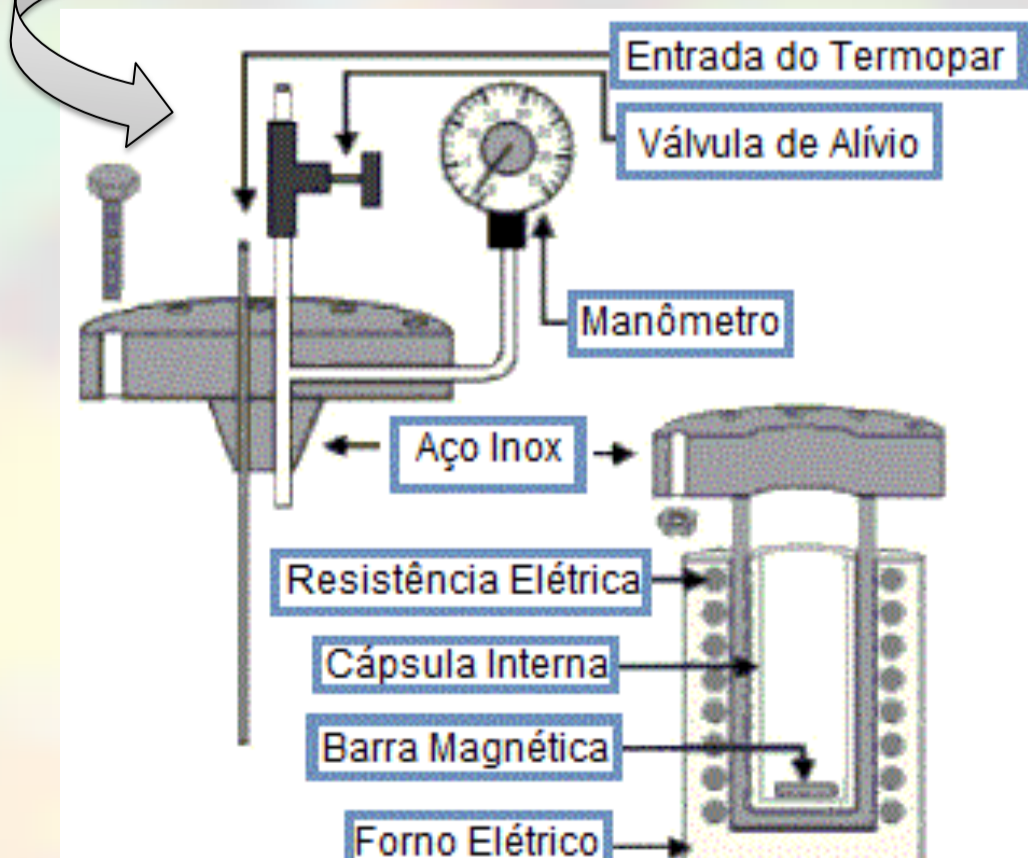
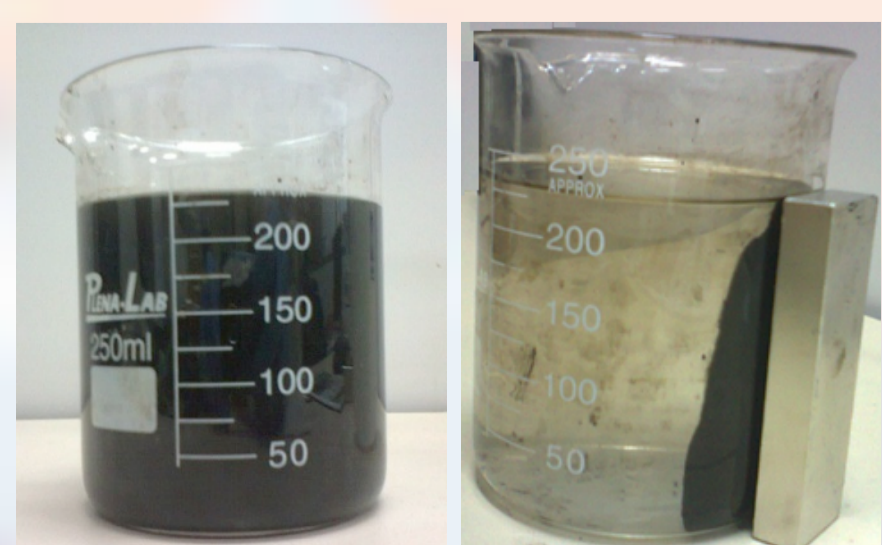


Figura 3. Aparato Experimental da Síntese Hidrotermal.



Secagem



RESULTADOS E DISCUSSÃO

DIFRAÇÃO DE RAIOS X

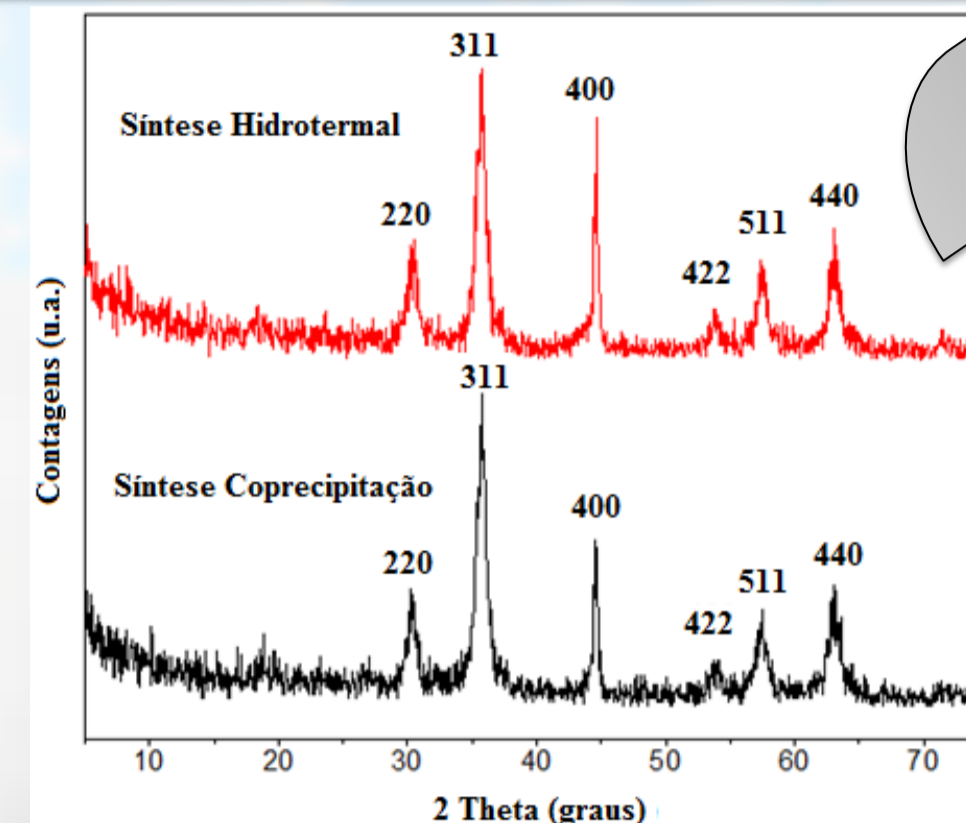


Figura 4. Difratogramas de raios X mostram a presença de óxido de ferro.

Pelo padrão JCPDS 85-1436, os picos característicos indicam a magnetita e maghemita. Os picos apresentam maior cristalinidade quando produzidos pela Síntese Hidrotermal do que pela Coprecipitação.

Tamanho de Cristalito

Equação de Scherrer

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\beta \cdot \cos \theta}$$

$$D_H = 20,8 \text{ nm}$$

$$D_C = 13,4 \text{ nm}$$

ESPECTROSCOPIA RAMAN

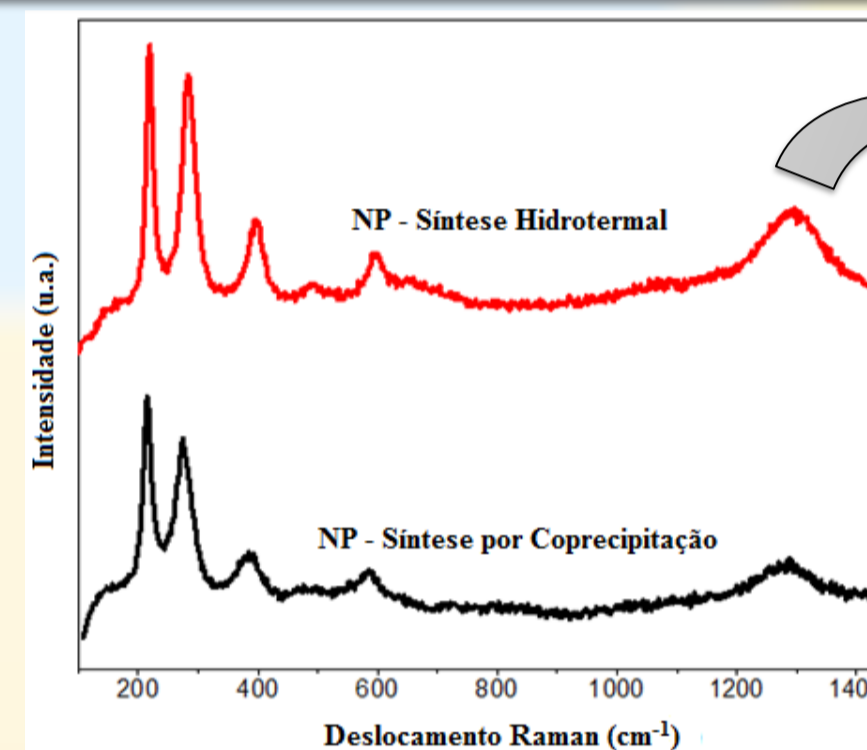


Figura 5. Espectros de Raman das NP de óxido de ferro.

Modos de vibração coincidem com a magnetita tanto para a Síntese Hidrotermal como para Síntese por Coprecipitação.

MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

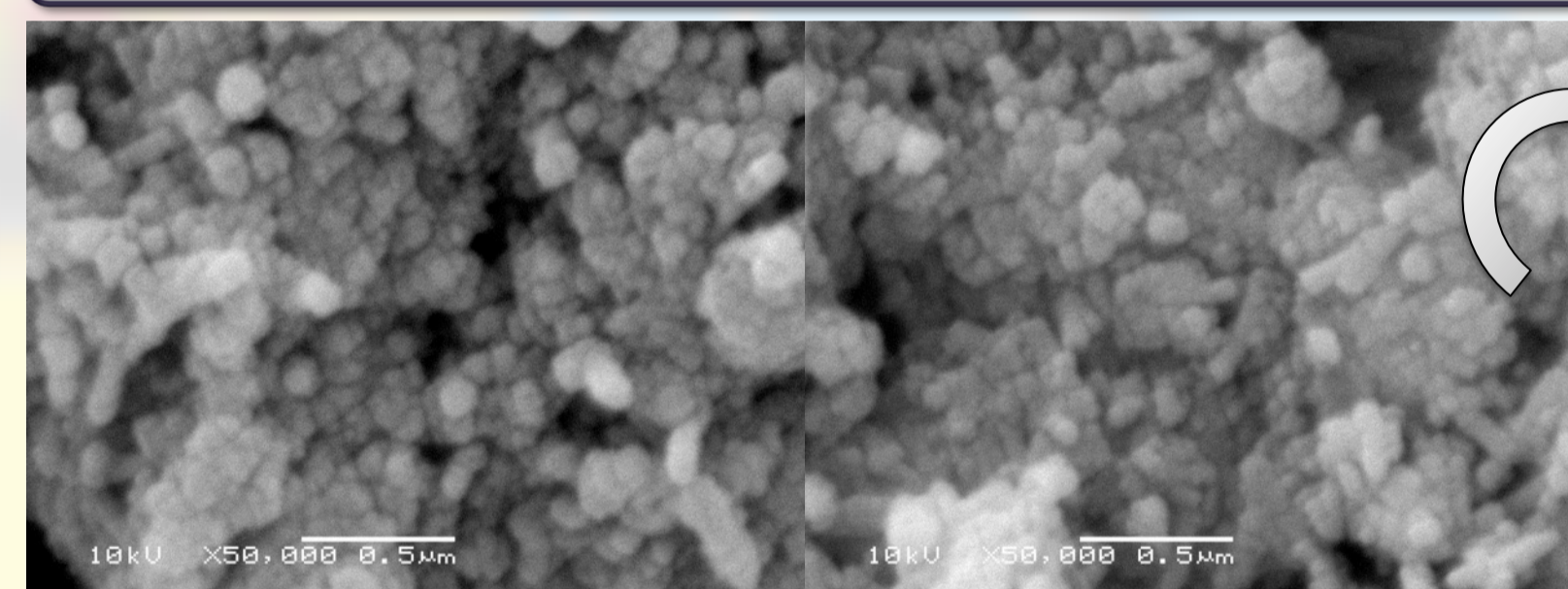


Figura 6. Micrografias mostram a morfologia dos pós de magnetita sintetizados: coprecipitação (a) e hidrotermal (b).

Morfologia semelhante e aglomeração entre as NP devido a contribuição magnética entre elas.

MAGNETOMETRIA DE AMOSTRA VIBRANTE

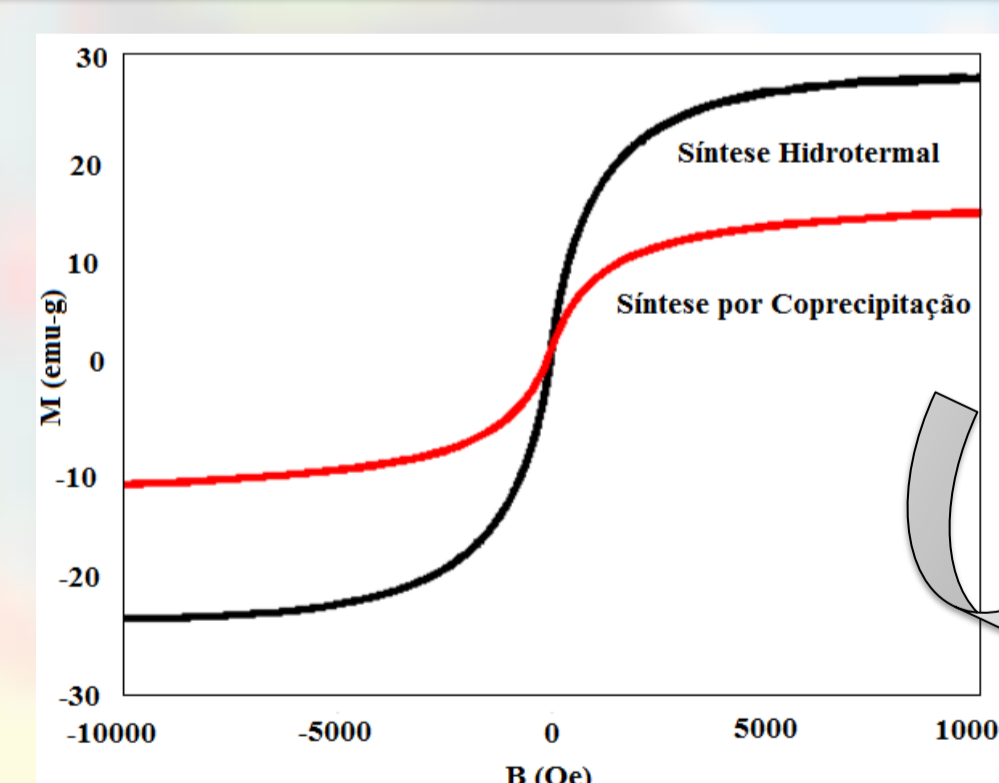


Figura 7. Curvas de histerese.

Comportamento magnético apresenta ausência de histerese a temperatura ambiente demonstrando caráter superparamagnético.

CONCLUSÃO

As NP de óxido de ferro são tipicamente magnetita (Fe₃O₄), com um tamanho de cristalito entre 13,4 e 20,8 nm (DRX). Elas apresentam comportamento superparamagnético a temperatura ambiente conforme a magnometria de amostra vibrante (VSM).

AGRADECIMENTOS

Ao PRONEX/FAPERGS/CNPq pelo apoio financeiro.