

Preparação e caracterização de nanopartículas de magnetita

Natália Martins do Nascimento e Artur Wilson Carbonari
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN

INTRODUÇÃO

As nanopartículas possuem aplicações biomédicas, tais como, a hipertermia, “*drug-delivery*” e bio-sensores, e tecnológicas, tal como, o armazenamento de dados em dispositivos magnéticos de memória. Dentre todas essas propriedades a que desperta grande interesse no setor biomédico e tecnológico é o seu comportamento magnético [1].

Dentre as nanopartículas magnéticas, aquelas de magnetita (Fe_3O_4) tem sido extensivamente estudadas devido a sua característica de biocompatibilidade e propriedades magnéticas. Fe_3O_4 é um óxido de ferro, pelo qual é composto 31% de FeO e 69% de Fe_2O_3 , e apresenta três íons de ferro e quatro íons de oxigênio [2].

OBJETIVO

Sintetizar amostras de nanopartículas de Fe_3O_4 por meio dos métodos de decomposição térmica e co-precipitação para análise pelos métodos de Difração de Raios-X (DRX) e Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET).

METODOLOGIA

Síntese por Co-precipitação é considerado como um método clássico e simples, no qual é feito o crescimento do núcleo das partículas por reações homogêneas de precipitação. Para a síntese são utilizados 200 ml de água deionizada e desaerada com gás de nitrogênio por 10 min, a essa solução adiciona-se, na proporção de 1:2, $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ e $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (pureza de 99%) e uma solução de 10% de hidróxido de amônio [3]. Toda essa mistura fica sob atmosfera de nitrogênio dentro de um balão

volumétrico em aquecimento e agitação mecânica por 30 minutos. Após esse tempo a amostra se torna preta e é separada com o auxílio de um ímã. Em seguida é lavada 4 vezes com água deionizada.

A síntese por decomposição térmica se baseia na redução de sais metálicos ou em sua decomposição com o uso de um solvente com alto ponto de ebulição na presença de aditivos. Para essa síntese utiliza-se um condensador resfriado com água a 18°C e um balão volumétrico sob aquecimento. No balão é adicionado 2 mmol de acetilacetato de ferro (III), 20 ml de éter difenílico, 6 mmol de ácido oleico, 4 mmol de oleilamina e 10 mmol de 1,2 octanodiol [4]. Ao início da fervura, a

solução fica por 2 horas em temperatura constante. Após seu resfriamento as partículas devem ser precipitadas por centrifugação e lavadas com etanol.

Para a realização do DRX e MET, as amostras são secadas por 24 horas em baixa pressão. Para o DRX uma parte da amostra é mascerada e o pó é colocado em um substrato de silício. Já para o MET as amostras são dispersas em tolueno e é feita a deposição em uma grade de cobre.

RESULTADOS

A Figura 1 mostra o difratograma de raios X das amostras de Fe_3O_4 produzidas pelas duas sínteses. Pelo resultado pode-se dizer que as amostras estão na estrutura cristalina cúbica de corpo centrado correspondente ao grupo espacial Fd-3m que pertence ao Fe_3O_4 . A largura dos picos evidencia que as partículas possuem tamanhos nanométricos, pois o fato dos picos possuírem a base larga ou estreita está relacionado com os tamanhos das

partículas.

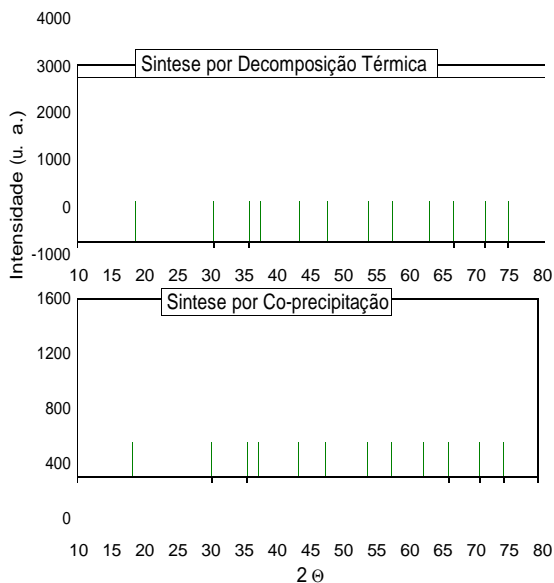


Figura 1: DRX de Fe_3O_4 Sintetizadas pelos Dois Métodos. As linhas em verde são os picos teóricos referente a estrutura cúbica de corpo centrado.

A MET das nanopartículas de Fe_3O_4 (Figura 2) mostra grande diferença ao se comparar os métodos de co-precipitação e decomposição térmica. Pode-se perceber na Figura 2-A um comportamento não monodisperso que é uma característica do método de co-precipitação. Enquanto que a Figura 2-B mostra um comportamento monodisperso obtido através da decomposição térmica.

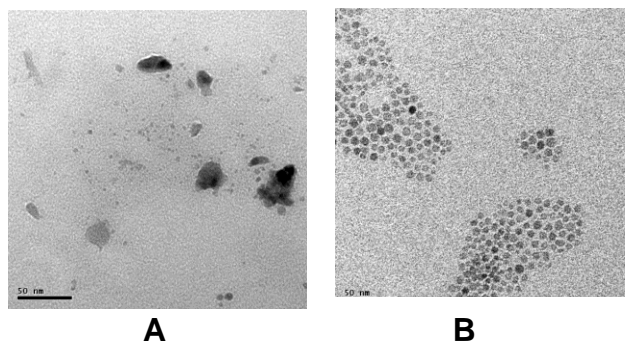


Figura 2: Imagens da Microscopia Eletrônica de Transmissão das Nanopartículas de Fe_3O_4 . (A) Síntese por co-precipitação (B) Síntese por

decomposição térmica. Escala de 50 nm.

Observa-se que na Figura 2-A as partículas estão aglomeradas impedindo que seja definido o seu tamanho, ao contrário do que se observa na Figura 2-B, a qual apresenta partículas uniformes e dispersas e com isso pode-se medir com exatidão o tamanho das partículas, que nesse caso possuem de 3 – 5 nm.

CONCLUSÕES

Ambos os métodos de síntese testados nesse trabalho, pode-se observar pelo difratogramas de raio X que se obteve uma única fase cristalina correspondente ao composto Fe_3O_4 . Pode-se observar também que os picos de DRX são largos indicando partículas de tamanho pequeno. Já pelos resultados de MET observa-se que a síntese realizada pelo método de decomposição térmica produziu partículas uniformes em tamanho e forma, e a síntese realizada pelo método de co-precipitação produziu partículas de tamanho variável e forma não uniforme. Assim pode-se concluir que o método de decomposição térmica é melhor para obter partículas uniformes e de alto grau de cristalinidade.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Kolhatkar, A. G., Jamison, A. C., Litvinov, D., Willson, R. C., Lee, T. R. *Int. J. Mol. Sci.*, 14, 15977, 2013.
- [2] Figueiredo, A. S, *Uso de Compositos Magnetizáveis Baseados em Poli (Succinato de Butileno) para a Remoção de Petróleo*; Rio de Janeiro, 2015.
- [3] Qu, H., Caruntu, D., *et. al.* *Langmuir*, 27, 2271 – 2278, 2011;
- [4] Effenberger, F. B. *Nanomateriais magnéticos para aplicação em terapia e imagem*. Tese: IPEN/USP – SP, 2012.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq e FAPESP