

SÍNTESE HIDROTÉRMICA DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS DE ÓXIDO DE FERRO

Michelle Catarine Rodrigues Paulo¹, Juscimara Rodrigues Silva², Alexandre Correa de Lima³, Flávio Aparecido Rodrigues⁴

Estudante do Curso de Engenharia Química; e-mail: michelle.catarine14@gmail.com¹

Estudante do curso de Engenharia Química; e-mail: juscimara_14@hotmail.com²

Professor da Universidade de Mogi das Cruzes; e-mail: alexandrel@umc.br³

Professor da Universidade de Mogi das Cruzes; e-mail: flavioar@umc.br⁴

Área: Tecnologia

Palavras Chave: síntese hidrotérmica, óxido de ferro, nanopartículas magnéticas.

INTRODUÇÃO

O óxido de ferro é um dos óxidos mais estudados na literatura devido à sua importância e aplicações. Foi utilizado como pigmento por muitos séculos. O óxido de ferro de estrutura hexagonal romboédrica, conhecido como hematita, é um semicondutor do tipo n que apresenta *gap* de 2,1 eV. Em condições ambientes é o óxido de ferro mais estável quando comparado à magnetita (Fe₃O₄) e maghemita (γ-Fe₂O₃). Possui aplicações como componente ativo de sensores de gases (CH₄, C₃H₈, C₄H₈), como fotocatalisador e pigmentos na forma de óxido ou hidróxido. Vários métodos têm sido empregados para a síntese da hematita, tais como sol-gel, co-precipitação, redução solvotérmica, decomposição térmica, síntese hidrotérmica. O método mais tradicional, de co-precipitação utilizando sais de ferro com estados de oxidação mistos (+2 e +3) em meio alcalino, apresenta grande dificuldade para o controle do tamanho das partículas. Por outro lado, a redução solvotérmica e a decomposição térmica, são métodos que muitas vezes envolvem o uso de solventes orgânicos ou de precursores muito tóxicos. Alternativamente, a síntese hidrotérmica, tem sido reconhecida como um processo amigável ao ambiente. Neste trabalho será adotada a síntese hidrotérmica para a preparação de óxido de ferro. O termo hidrotérmico refere-se geralmente a qualquer reação heterogênea na presença de solvente aquoso sob condições de alta pressão e temperatura para dissolver e recristalizar materiais que são relativamente insolúveis sob condições normais.

OBJETIVOS

Sintetizar e caracterizar nanopartículas magnéticas de óxidos de ferro via síntese hidrotérmica. Otimizar o processo de síntese avaliando os seguintes parâmetros: tempo de reação, temperatura e concentração de ácido cítrico no meio reacional. Avaliar a intensidade do campo magnético das partículas.

METODOLOGIA

Inicialmente testou-se diferentes configurações de reatores visando um dispositivo de baixo custo, de fácil manuseio e limpeza, apropriado para resistir à pressão interna, cerca de 10 bar e sem vazamentos. Para sintetizar as nanopartículas magnéticas de óxido de ferro, 4,040g de nitrato de ferro III nonahidratado (Sinthy/PA) foi dissolvido em 500 mL de água destilada juntamente com 2,975g de nitrato de zinco hexahidratado (Sinthy/PA) sob agitação magnética durante 10 min. Após esse tempo, uma solução de NH₄OH a 28% foi adicionada lentamente em quantidade suficiente para atingir o valor de pH 9 (em

média 9,5 mL). A suspensão formada foi filtrada à vácuo e lavada com 6 porções de 50 mL de água destilada para eliminar o excesso de íons. O material retido no papel filtro foi transferido para o reator juntamente com 200 mL de água destilada na qual já estava dissolvido 3,8g de ácido cítrico (Synthy/PA), nos experimentos realizados com a presença desse ácido orgânico. Esse reator foi acomodado em uma estufa de circulação e renovação de ar (Marconi/ MA 035) variando-se temperatura e tempo de acordo com a matriz de planejamento, Tabela 1, e também a influência do ácido cítrico.

Tabela 1 – Matriz de planejamento fatorial 2^3 utilizada na otimização.

EXPERIMENTO	ÁCIDO CÍTRICO	TEMPO (hora)	TEMPERATURA(°C)
1	AUSENTE	5	85
2	3,8g	5	85
3	AUSENTE	20	85
4	3,8g	20	85
5	AUSENTE	5	180
6	3,8g	5	180
7	AUSENTE	20	180
8	3,8g	20	180

Após o tempo de reação estipulado para cada experimento (de 1 a 8 – Tabela 1), o reator foi retirado da estufa. Ao atingir a temperatura ambiente o reator foi então aberto e as partículas foram transferidas para tubos de ensaio e separadas com uso de uma barra magnética (20G).

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os experimentos exibidos na matriz de planejamento fatorial foram realizados. Os experimentos 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 e 8, resultou em partículas magnetizadas uma vez que foram atraídas por um ímã de 20G. A quantidade de partículas obtida variou entre os experimentos, assim como a granulometria. Para estimar o magnetismo das partículas sintetizadas, realizou-se um experimento descrito por Toma (2000): fixou-se uma extremidade de um bastão de vidro sobre o prato de uma balança analítica (GEHAKA 2000), na outra extremidade acomodou-se uma tampa de garrafa pet a qual serviu de porta amostra. Este estava sobre um ímã o qual atraiu as amostras magnéticas e o deslocamento foi registrado pelo sensor da balança analítica, é possível observar que a atração magnética foi maior no experimento com as partículas obtidas nas condições do experimento 7 mostraram-se mais magnéticas se comparadas as demais cuja massa de atração foi de 5,4822g. Observa-se também que ao se alterar o tempo de 5h para 20h

provoca um aumento de 0,79g no deslocamento do sistema de amostra sobre a balança analítica. Ao alterar a temperatura do valor de 85°C para 180°C há um aumento significativo de 2,19g na resposta medida.

CONCLUSÕES

Foi possível construir um reator de baixo custo, de fácil manuseio e limpeza, resistente à pressão em torno de 10 bar e com ótima vedação. Os materiais sintetizados nas condições descritas na matriz de planejamento fatorial, apresentaram características magnéticas. As características magnéticas foram analisadas através de um sistema tendo como referência as análises feitas por Toma (2000). Neste experimento foi possível observar que na amostra 7A obteve-se partículas mais magnéticas se comparada as demais da matriz de planejamento. Também foi possível verificar que na amostra mais magnética (7A), a área superficial avaliada no equipamento microscopia de força atômica, possui partículas cujo tamanho variam entre 100 a 500 nm.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BEHSHID BEHDADFAR, A., AHMAD KERMANPUR A., HOJJAT SADEGHI-ALIABADI, B., MARIA DEL PUERTO MORALES, M., MORTEZA MOZAFFARI, D., Synthesis of aqueous ferrofluids of $Zn_xFe_{3-x}O_4$ nanoparticles by citric acid assisted hydrothermal-reduction route for magnetic hyperthermia applications, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*(2012).

REZA, M., KASHEF, G. M. AND JAAFARI, M. R., Optimizing and modeling of effective parameters on the structural and magnetic properties of Fe_3O_4 nanoparticles synthesized by coprecipitation technique using response surface methodology, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 409 (2016) 134–142.

TEJA, A. S., KOH, P. Y. Synthesis, properties, and applications of magnetic iron oxide nanoparticles, *Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials*, 55 22, 45 (2009).

VALLADARES, L. S., FELIX, L. L., SUAREZ, S. M. E., DOMINGUEZ, A.G. B. T., HOLMES, M. S., MORENO, N.O, AGUIAR, J. A. AND BARNES, C.H.W., Preparation and crystallization of hollow α - Fe_2O_3 microspheres following the gas-bubble template method, *Materials Chemistry and Physics*, 169, 21-27 (2016).