

SÍNTESE DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA UTILIZANDO POLÍMEROS E ÁLCOOIS

¹Cíntia Aparecida Caetano da Silva, Fernando Bacci Effenberger
Centro Universitário da FEI
cintia_3899@hotmail.com

Resumo: Estudos sobre nanomateriais magnéticos tornaram-se frequentes, a fim de se obter partículas de boa qualidade quanto a faixa de distribuição de tamanho. Assim, neste trabalho, estudou-se a síntese de nanopartículas de Fe_3O_4 por meio da decomposição térmica do acetilacetato de ferro (III) em polímeros e álcoois, buscando-se detectar as influências dos diferentes tipos de reagentes. Verificou-se a eficiência da metodologia, porém, nem todos os reagentes utilizados resultaram nas partículas desejadas.

1. Introdução

Os objetos de estudo da nanociência envolvem dimensões na faixa de 1 até 100 nm ($1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$). Esta é a faixa de tamanho de muitas moléculas e vírus. Materiais nesta dimensão exibem propriedades químicas e físicas diferentes dos mesmos materiais em dimensões mássicas [1]. Nos materiais magnéticos, o principal efeito da dimensão nanométrica está no surgimento do superparamagnetismo. O magnetismo de nanopartículas ou nanomagnetismo é uma área de pesquisa que estuda as propriedades magnéticas e aplicações de objetos com dimensões na escala nanométrica, incluindo partículas, nanofios, filmes finos e multicamadas, constituídos principalmente por ferro, níquel, cobalto, bem como ligas e óxidos destes metais.

Os métodos de fabricação de nanopartículas são divididos em dois grandes grupos quanto à estratégia de formação dos materiais. Métodos “top-down” ou físicos e métodos “bottom-up” ou químicos. Esses últimos apresentam condições mais brandas de síntese e de maior controle de tamanho e forma frente aos métodos físicos [2].

Atualmente, a aplicação e estudo de nanomateriais têm crescido significativamente no Brasil e no mundo. Esses materiais podem ter aplicações biomédicas, como a hipertermia magnética, tornando-se importantes e relevantes [3]. Dessa forma, visando contribuir para essa área, realizou-se esse estudo da síntese de nanopartículas magnéticas a fim de melhorá-la, com reagentes menos dispendiosos e partículas dispersíveis em água mantendo controle de tamanho. Para isso, foi avaliada a influência da massa dos polímeros, como polietilenoglicóis, e álcoois utilizados.

2. Metodologia

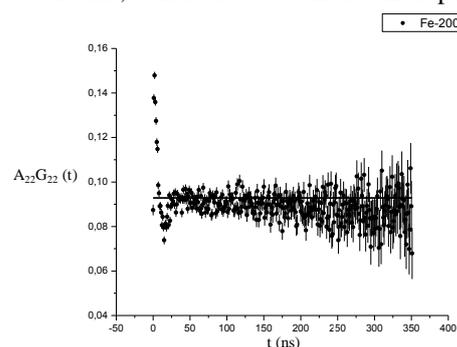
O método utilizado para a síntese de nanopartículas de magnetita foi a decomposição térmica. Esse método baseia-se no uso de aquecimento para a decomposição de um precursor metálico e, posterior conversão em outro material. Produz partículas uniformes, com alto grau de cristalinidade, controle de tamanho e forma.

A síntese das nanopartículas de magnetita foi baseada na síntese reportada por XIE et al., 2015 e consiste na decomposição térmica de 2 mmol de acetilacetato de ferro (III) na presença 15 g de polietilenoglicol e 10 mmol dos álcoois selecionados e atmosfera de nitrogênio em 4 horas de síntese variando-se os polietilenoglicóis e os álcoois. [4].

Após a obtenção dos materiais, foi realizada a análise das amostras de diferentes PEGs (200,300,600,1000 e 4000) por Espectroscopia de correlação angular gama-gama perturbada, em parceria com o IPEN. A amostra que mostrou a presença de óxido de ferro (obtida na presença de PEG 1000 e ciclohexanol) foi submetida a análise para determinação do tamanho de partícula via DLS (Espalhamento de Luz Dinâmico) utilizando o DLS Zetasizer Nanoseries Malvern em parceria com a USP (SP), após purificação via adição de etanol seguida da adição de hexano, centrifugação e secagem em estufa.

3. Resultados

Inicialmente, as nanopartículas de magnetita foram caracterizadas por correlação angular perturbada para que a presença de nanopartículas de magnetita fosse confirmada. Com base na Figura 1, é possível observar que as partículas sintetizadas com polietilenoglicol 200 e 300, apresentam espectro característico, porém sem a frequência magnética. Já as partículas sintetizadas com os outros polietilenoglicóis apresentam frequência magnética presente, portanto, maiores que 5 nm sendo, dessa forma, considerados os meios mais promissores.



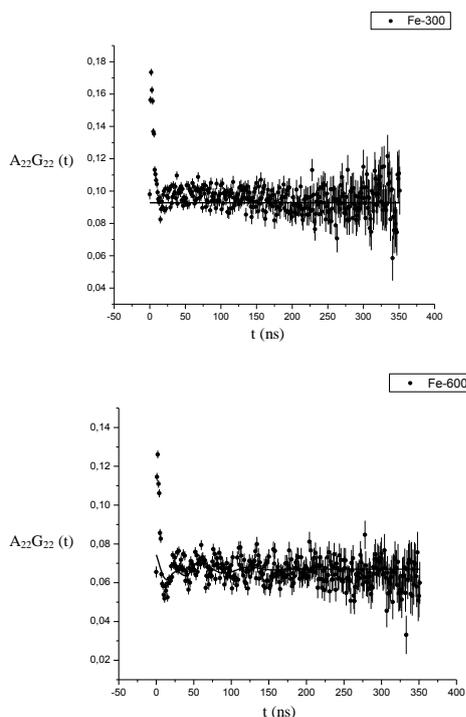


Figura 1- Espectros de correlação angular perturbada

Através das análises das sínteses por espectroscopia de correlação angular, determinou-se que os diferentes pesos moleculares dos polietilenoglicóis são eficazes para a produção de nanopartículas e na síntese de magnetita influenciam no tamanho- devido sua temperatura de refluxo.

Levando-se em consideração esses resultados obtidos, as misturas sintetizadas foram submetidas a etapa de purificação através da lavagem com etanol e hexano, seguida da centrifugação e secagem sendo verificado que, somente a amostra obtida utilizando-se PEG 1000 e ciclohexanol mostrou a presença de partículas magnéticas.

Assim, essa amostra foi submetida a análise via DLS sendo verificada a presença de nanopartículas com tamanho de 16,75 nm (Figura 2) mostrando ser esse o melhor meio para a realização de trabalhos futuros de obtenção de nanopartículas.

Verificou-se que a natureza da cadeia do solvente e sua temperatura de refluxo não causam grande impacto para os diferentes polímeros utilizados em metais que tem sua temperatura de fusão modificada pelo estado nanométrico.

	Size (d.n...	% Number:	St Dev (d.n...
Z-Average (d.nm): 107,6	Peak 1: 16,75	100,0	5,993
Pdl: 0,295	Peak 2: 0,000	0,0	0,000
Intercept: 0,956	Peak 3: 0,000	0,0	0,000

Result quality Good

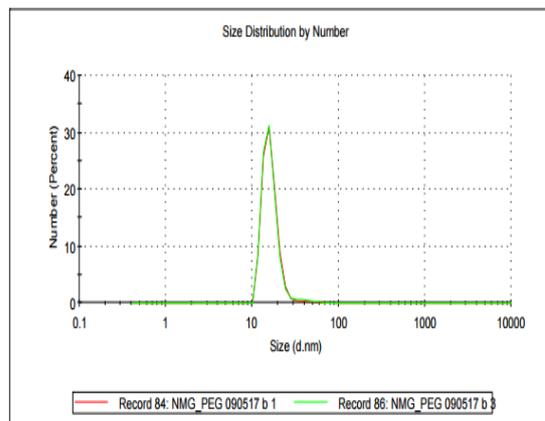


Figura 2- Distribuição de tamanho de partícula obtido para o Fe_3O_4 obtido na presença de PEG 1000 e ciclohexanol

Também foi possível inferir que as amostras obtidas na presença de PEG 300 e álcool esteárico, bem como a obtida na presença de PEG 4000 e octanodiol não reagiram e que a coloração foi devida somente a degradação do polímero, sendo a mistura entre o PEG 1000 e o ciclohexanol a exceção (dentre as analisadas).

4. Conclusões

Os resultados mostraram que o método utilizado é de simples execução e, em realizações futuras, seria possível otimizar algumas etapas.

5. Referências

- [1] C.P. Bean et al. Journal of Applied Physics, 30 (1959) S120-S129.
- [2] C. Burda et al. Chemical Reviews, 105 (2005) 1025-1102.
- [3] F.B. Effenberger et al. Journal of nanoparticle research, 16 (2014): p. 2588.
- [4] S. Xie et al. Applied Surface Science, 326 (2015) 32-38.

Agradecimentos

À instituição Centro Universitário da FEI pela permissão para a realização da síntese das amostras em seus laboratórios e empréstimo de equipamentos. Aos professores, Andreia Morandim-Giannetti e Marcos Makoto, pelo auxílio na análise das amostras e finalização do projeto.

¹ Aluno de IC do Centro Universitário FEI. Projeto com vigência de 08/16 a 07/17.