



SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE FERRO SOB DIFERENTES ATMOSFERAS: COMPARAÇÃO ENTRE SISTEMAS COM E SEM NITROGÊNIO

Eduarda F. Franceschini¹; Maitê S. da Silva¹; Iara J. Fernandes¹.

¹Universidade do Vale do Rio dos Sinos,
franceschinieduarda@edu.unisinos.br

Palavras-Chave: Nanotecnologia, Magnetita, Coprecipitação.

Introdução

A nanotecnologia tem impulsionado o desenvolvimento de materiais com propriedades físicas e químicas diferenciadas, possibilitando aplicações em diversas áreas da ciência e da engenharia. Dentre esses materiais, as nanopartículas de óxido de ferro destacam-se devido às suas propriedades magnéticas, elevada área superficial e potencial de aplicação em áreas como medicina, remediação ambiental, catálise, sensores e desenvolvimento de materiais avançados (LAURENT et al., 2008).

Entre as diferentes fases dos óxidos de ferro, a magnetita (Fe_3O_4) desperta especial interesse devido ao seu comportamento ferrimagnético, estabilidade química e possibilidade de aplicação em sistemas tecnológicos e biomédicos. Suas propriedades dependem diretamente da composição química, do tamanho das partículas e consequentemente, das condições empregadas durante a síntese (WU; HE; JIANG, 2008).

A síntese de nanopartículas de óxido de ferro por coprecipitação de sais de ferro em solução aquosa é amplamente utilizada devido ao emprego de reagentes de baixo custo, procedimentos experimentais relativamente simples e temperaturas moderadas, além da ausência de subprodutos tóxicos significativos (BESENHARD et al., 2020). O método consiste na precipitação simultânea de íons Fe^{2+} e Fe^{3+} em meio alcalino, sendo considerado uma das rotas mais eficientes para obtenção de nanopartículas magnéticas em escala laboratorial (MASSART, 1981).

Os estudos utilizados como base para este trabalho reportam a utilização de atmosfera inerte, geralmente nitrogênio, durante a síntese, com o objetivo de minimizar a oxidação das espécies Fe^{2+} presentes em solução e favorecer a formação controlada da magnetita. A presença de oxigênio atmosférico pode alterar a estequiometria do sistema e favorecer a formação de outras fases de óxido de ferro, influenciando diretamente as propriedades magnéticas do material obtido (CORNELL; SCHWERTMANN, 2003).

Além da atmosfera reacional, outros fatores podem afetar as características das nanopartículas produzidas. Segundo Petcharoen e Sirivat (2012), o aumento da temperatura de síntese tende a promover o crescimento das partículas, influenciando diretamente propriedades físicas como comportamento magnético, área superficial e características estruturais. O controle adequado desses parâmetros é fundamental para obtenção de materiais com propriedades reprodutíveis e adequadas às aplicações desejadas.

Nesse contexto, o presente trabalho tem como objetivo reproduzir um método de síntese de nanopartículas de óxido de ferro descrito na literatura, comparando diretamente

duas condições experimentais: com e sem atmosfera de nitrogênio. Buscou-se avaliar se a utilização de atmosfera inerte é determinante para a formação do material e identificar possíveis diferenças nas características dos produtos obtidos. A relevância do estudo está associada à busca por rotas sintéticas mais simples e acessíveis, capazes de reduzir custos e complexidade experimental sem comprometer significativamente a qualidade do material produzido, contribuindo para sua viabilidade em escala laboratorial.

Material e Métodos

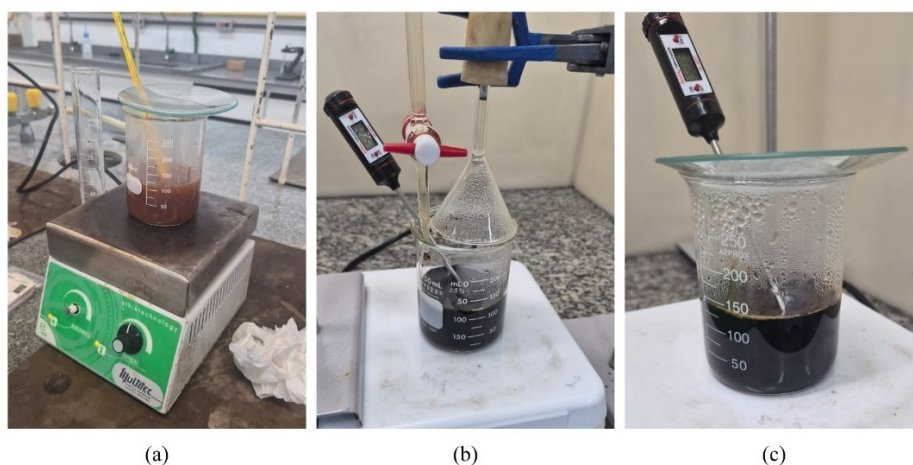
1. Sínteses

As partículas de óxido de ferro foram obtidas por coprecipitação em meio aquoso, mantendo razão molar $\text{Fe}^{3+}:\text{Fe}^{2+}$ de 2:1. Realizou-se três procedimentos com o mesmo princípio: dissolução dos sais em água deionizada sob agitação e aquecimento, seguidos da adição lenta de solução alcalina de NH_4OH até pH 9–10, promovendo a formação de precipitado negro. Após a precipitação, a suspensão foi mantida sob agitação e aquecimento por um período definido e, posteriormente, separou-se o sólido por filtração simples, lavado com água deionizada e etanol. Por fim, os sólidos foram secos em estufa.

O primeiro ensaio baseou-se em Zhu et al. (2011). Foram dissolvidos 8,6 g de $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ e 23,6 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em 0,6 L de água a 30 °C por 30 min, utilizando um agitador magnético com aquecimento (Ethik). A precipitação ocorreu com a adição de 0,2 L de NH_4OH 8 mol·L⁻¹ sob agitação vigorosa e sem atmosfera de N_2 até pH 10. Após filtração e lavagem, o material foi colocado em estufa a 60 °C por aproximadamente 12 h.

Para o segundo e o terceiro ensaios, o mesmo método foi adaptado, utilizando também elementos de Najibzadeh (2026). Dissolveram-se 2,0 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ e 3,9 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ em 100 mL de água, a 60–70 °C e 500 rpm por 15 min em agitador magnético (IKA C-MAG HS 7). Com uma bureta, lentamente adicionou-se 20 mL de NH_4OH 25% até pH 9–10. A mistura permaneceu em agitação a 60–70 °C por 30 min. O sólido foi filtrado, lavado e seco em estufa (60–80 °C, por 12–24 h). A única variação entre o segundo e o terceiro ensaio foi, respectivamente, a presença e ausência do fluxo de nitrogênio como atmosfera inerte durante a etapa de adição da solução alcalina e agitação posterior. Na figura 1, é mostrado o sistema de montagem para cada teste.

Figura 1. Sistema do primeiro (a), do segundo (b) e do terceiro (c) ensaio.



Fonte: Elaborado pelas autoras (2026).

2. Caracterizações

Para caracterização das nanopartículas, foi realizado Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FTIR), utilizando um espectrofotômetro Agilent Cary 630 FTIR equipado com cristal de diamante (ATR). Adicionalmente, a Análise Termogravimétrica (TGA) foi conduzida em um analisador térmico STA 8000 Lab System (PerkinElmer). As amostras foram aquecidas de 25 a 800 °C a uma taxa de aquecimento de 10 °C min⁻¹, sob atmosfera de nitrogênio. Ainda, para caracterização morfológica, o ensaio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizado em um equipamento TM3030 Tabletop (Hitachi). A composição elementar foi investigada por espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX) acoplada ao microscópio.

Resultados e Discussão

1. Resultados Visuais

As amostras obtidas apresentaram diferenças visuais e magnéticas marcantes, indicando a possível formação de fases distintas de óxidos de ferro. Conforme apresentado na Figura 2, a Amostra A (1º ensaio) apresentou coloração alaranjada-avermelhada e ausência de resposta magnética quando submetida à aproximação de um ímã. Em contraste, as Amostras B e C (2º e 3º ensaios) apresentaram coloração preta a cinza-escura e comportamento magnético ativo.

Figura 2. Aspecto visual e comportamento magnético das amostras sintetizadas sob diferentes condições experimentais.



Fonte: Elaborado pelas autoras (2026).

A diferença de coloração observada sugere a formação de diferentes fases de óxido de ferro. De acordo com Cornell e Schwertann (2003), materiais com coloração avermelhada são frequentemente associados à presença de hematita (α -Fe₂O₃) ou oxi-hidróxidos de ferro, enquanto a coloração preta/cinza-escuro é característica de fases como magnetita (Fe₃O₄) e maghemita (γ -Fe₂O₃), amplamente reconhecidas por suas propriedades ferrimagnéticas. Dessa

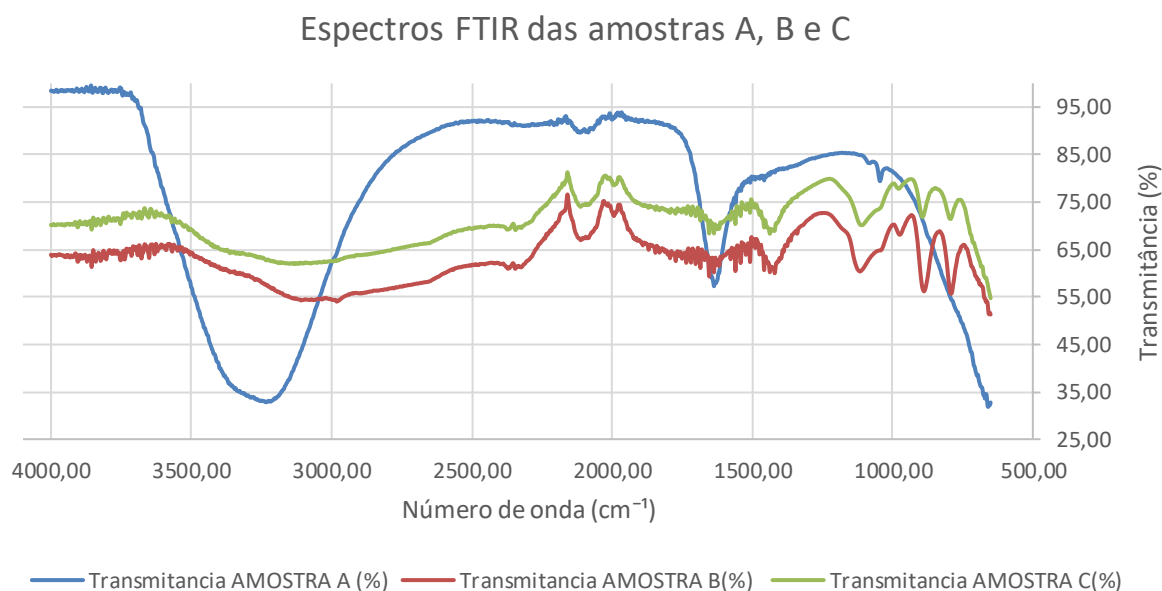
forma, as observações visuais e magnéticas indicam que os reagentes e condições da síntese influenciam significativamente as características dos materiais obtidos.

1. Resultados das Caracterizações

Os espectros de FTIR das Amostras A, B e C são apresentados na Figura 3. Em todas as amostras foi observada uma banda larga na região entre 3200 e 3500 cm^{-1} , atribuída ao estiramento das ligações O–H provenientes de grupos hidroxila superficiais e moléculas de água adsorvidas. Também foram identificadas bandas próximas a 1630 cm^{-1} , associadas à deformação angular das moléculas de água adsorvidas.

Na região abaixo de 700 cm^{-1} foram observadas bandas atribuídas às vibrações das ligações Fe–O, características de materiais à base de óxidos de ferro (NANDI et al., 2019). As Amostras B e C apresentaram perfis espectrais bastante semelhantes, indicando a formação de materiais com composição química semelhante. Por outro lado, a Amostra A apresentou diferenças em relação às demais, corroborando as observações visuais, magnéticas e térmicas que sugerem a formação de uma fase distinta.

Figura 3. Espectros de FTIR das amostras A, B e C obtidas por coprecipitação.

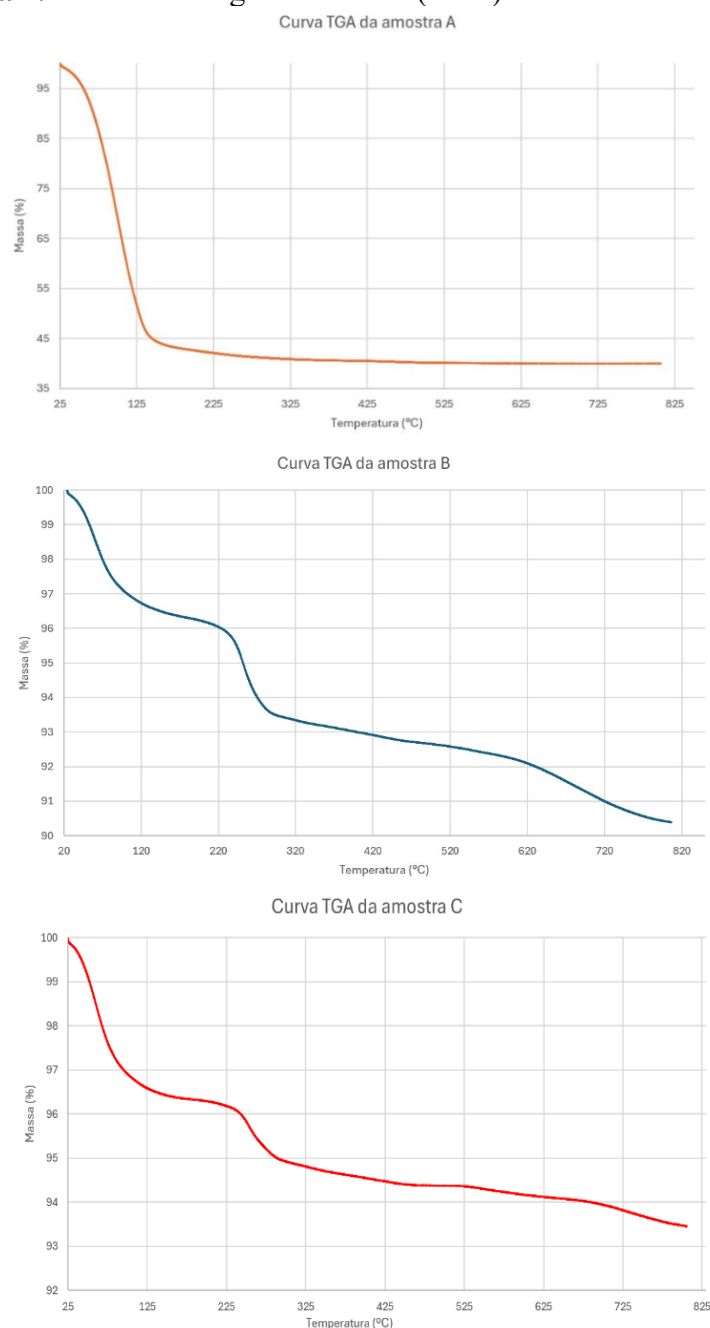


Fonte: Elaborado pelas autoras (2026).

Os resultados de FTIR confirmam a formação de compostos contendo ferro nas três amostras sintetizadas. Entretanto, essa técnica não permitiu identificar de forma conclusiva as fases cristalinas presentes, uma vez que diferentes óxidos de ferro podem apresentar bandas vibracionais em regiões semelhantes. Dessa forma, os resultados espectroscópicos foram analisados em conjunto com as observações visuais, magnéticas e térmicas para auxiliar na interpretação dos materiais obtidos.

As curvas termogravimétricas das Amostras A, B e C são apresentadas na Figura 4. A Amostra A apresentou perda de massa total de aproximadamente 59,94%, caracterizando um material com elevada quantidade de espécies hidratadas e hidroxiladas, que sofrem processos intensos de desidratação e desidroxilação durante o aquecimento (GOTIĆ; MUSIĆ, 2007).

Figura 4. Curvas termogravimétricas (TGA) das Amostras A, B e C.

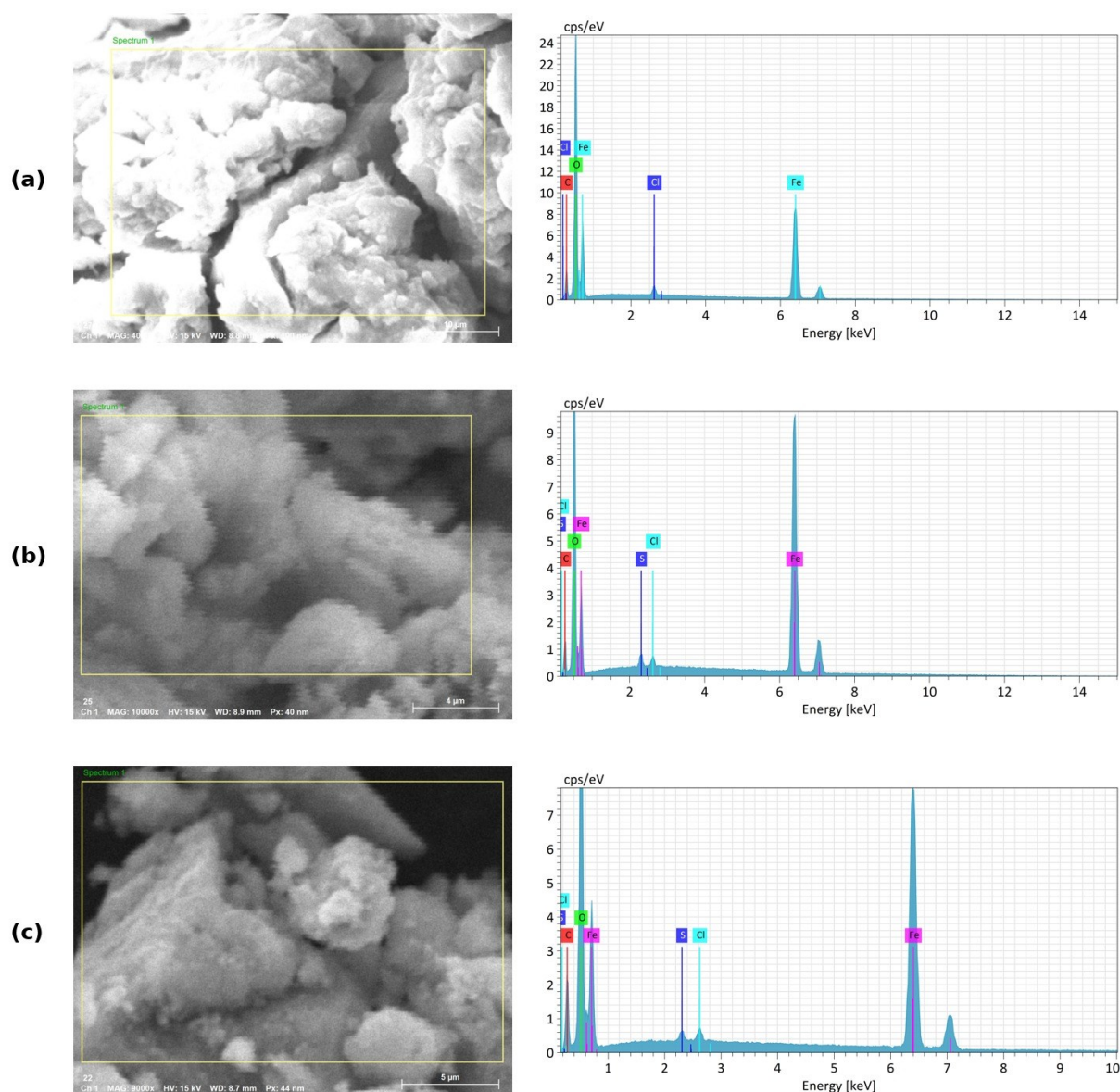


Fonte: Elaborado pelas autoras (2026).

Em contrapartida, as Amostras B e C demonstraram estabilidade térmica significativamente superior. A Amostra B registrou perda de massa total de 9,50%, enquanto a Amostra C apresentou perda de apenas 6,55%. Ao final do ensaio termogravimétrico, a Amostra C manteve aproximadamente 93,45% de sua massa inicial, estabilizando-se próximo de 805 °C. Esses resultados evidenciam que as Amostras B e C possuem menor quantidade de

água adsorvida e grupos hidroxilados, além de maior estabilidade estrutural quando comparadas à Amostra A.

Figura 5. Micrografias eletrônicas de varredura (MEV) da região analisada por EDX e respectivos espectros de energia dispersiva de raios-X: (a) Amostra A (4000x); (b) Amostra B (10000x); (c) Amostra C (9000x).

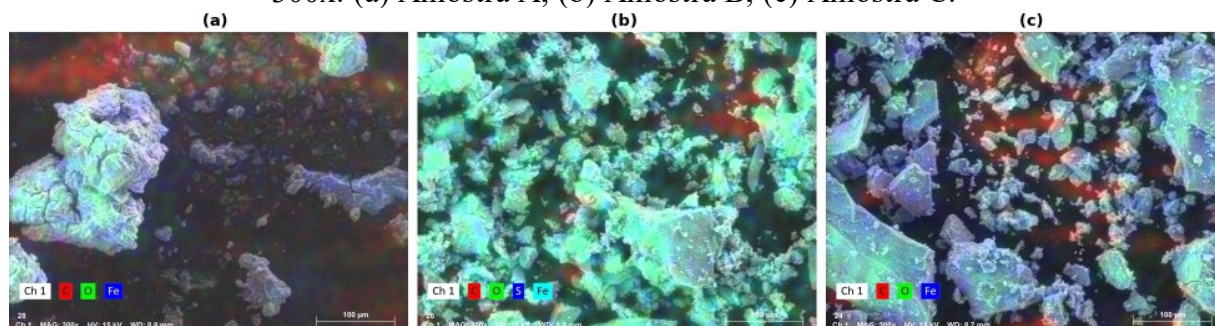


Fonte: Elaborado pelas autoras (2026).

Os espectros de EDX (Figura 5) confirmam a presença de ferro (Fe) e oxigênio (O) em todas as amostras, compatível com a formação de óxidos de ferro. Foi também identificado carbono (C), atribuído a resíduos orgânicos superficiais e ao suporte utilizado na análise, além de cloro (Cl), proveniente dos precursores clorados (FeCl_2 e FeCl_3) e de possíveis resíduos da

etapa de lavagem. Nas Amostras B e C, diferentemente da Amostra A, foi detectado enxofre (S), decorrente da utilização de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ como precursor de Fe^{2+} nessas sínteses. A presença consistente de Fe e O nas três amostras reforça, em conjunto com os resultados de FTIR e TGA, a formação de fases de óxido de ferro, ainda que a técnica de EDX não permita distinguir entre as diferentes fases cristalinas (magnetita, maghemita ou hematita).

Figura 6. Mapeamento elementar por EDX sobreposto às micrografias obtidas em MAG: 300x: (a) Amostra A; (b) Amostra B; (c) Amostra C.



Fonte: Elaborado pelas autoras (2026).

Os mapas elementares apresentados na Figura 6 evidenciam a distribuição espacial dos elementos identificados nos espectros de EDX, mostrando que o ferro se encontra disperso de forma relativamente homogênea ao longo dos aglomerados de partículas nas três amostras, sem indícios de segregação preferencial de regiões ricas em ferro na superfície analisada.

Os resultados obtidos por FTIR, TGA e observação visual mostraram-se complementares. A Amostra A apresentou coloração avermelhada, ausência de resposta magnética e elevada perda de massa, características compatíveis com fases mais oxidadas ou hidratadas de ferro. Em contraste, as Amostras B e C apresentaram coloração escura, comportamento magnético evidente e elevada estabilidade térmica, características frequentemente associadas à formação de óxidos de ferro ferrimagnéticos, como magnetita e/ou maghemita.

Particularmente, a Amostra C apresentou comportamento muito semelhante ao da Amostra B, mesmo tendo sido sintetizada sem a utilização de atmosfera inerte de nitrogênio. Esse resultado indica que, nas condições experimentais empregadas, a ausência do fluxo de N_2 não impediu a obtenção de um material com propriedades magnéticas e estabilidade térmica comparáveis às observadas na síntese conduzida sob atmosfera controlada.

Conclusões

O presente estudo atingiu o objetivo de reproduzir e avaliar diferentes rotas sintéticas para obtenção de nanopartículas de óxidos de ferro por coprecipitação. As variações metodológicas empregadas resultaram em produtos com características significativamente distintas.

A Amostra A apresentou coloração avermelhada, ausência de resposta magnética e baixa estabilidade térmica, com perda de massa de 59,94%, características compatíveis com a formação de fases mais oxidadas ou hidratadas, possivelmente hematita ou oxi-hidróxidos de ferro.



Por outro lado, as Amostras B e C apresentaram coloração escura, resposta magnética evidente e elevada estabilidade térmica, características típicas de óxidos de ferro ferrimagnéticos. O resultado mais relevante deste trabalho foi observado para a Amostra C, sintetizada sem a utilização de atmosfera inerte de nitrogênio. Essa amostra apresentou comportamento magnético semelhante ao da Amostra B e estabilidade térmica ainda superior, registrando apenas 6,55% de perda de massa.

Esses resultados demonstram que, nas condições avaliadas, a ausência de atmosfera controlada não impediu a formação do material magnético de interesse. Tal constatação sugere a possibilidade de simplificação operacional da rota sintética, com potencial redução de custos e maior facilidade de implementação em escala laboratorial.

Por fim, os resultados obtidos demonstram o potencial da rota sintética empregada para a obtenção de óxidos de ferro magnéticos, inclusive sem a utilização de atmosfera inerte. Contudo, técnicas complementares de caracterização, como a difração de raios X (DRX), são recomendadas em trabalhos futuros para a identificação precisa das fases cristalinas formadas e para uma compreensão mais aprofundada da influência das condições de síntese sobre as propriedades dos materiais obtidos.

Agradecimentos

Agradecemos ao Itt Chip e ao Laboratório de Química e Farmácia da Unisinos pela disponibilização de reagentes, equipamentos e infraestrutura e ao LCVMat pelo auxílio nos ensaios de caracterização.

Referências

- BESENHARD, Maximilian O. et al. Co-precipitation synthesis of stable iron oxide nanoparticles with NaOH: new insights and continuous production via flow chemistry. *Chemical Engineering Journal*, v. 399, 2020, 125740.
- CORNELL, R. M.; SCHWERTMANN, U. The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses. 2. ed. Weinheim: Wiley-VCH, 2003.
- GOTIĆ, M.; MUSIĆ, S. Mössbauer, FT-IR and FE SEM investigation of iron oxides precipitated from FeSO₄ solutions. *Journal of Molecular Structure*, Amsterdam, v. 834-836, p. 445-453, 2007.
- LAURENT, S.; FORGE, D.; PORT, M.; ROCH, A.; ROBIC, C.; ELST, L. V.; MULLER, R. N. Magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterizations, and biological applications. *Chemical Reviews*, Washington, v. 108, n. 6, p. 2064-2110, 2008.
- MASSART, R. Preparation of aqueous magnetic liquids in alkaline and acidic media. *IEEE Transactions on Magnetism*, New York, v. 17, n. 2, p. 1247-1248, 1981.
- NAJIBZADEH, Masoumeh; MIRHOSEINI, Farid; KAZEMI, Ali. Methylcellulose coating markedly reduces tissue bioaccumulation of Fe₃O₄ nanoparticles in the green toad (*Bufo tigris*). *Aquatic Toxicology*, v. 295, p. 107823, 2026.
- NANDI, S.; HAZRA, C.; GHOSH, S. et al. Synthesis and characterization of iron oxide nanoparticles by FTIR, XRD and magnetic measurements. *Materials Today: Proceedings*, Amsterdam, v. 18, p. 2189-2196, 2019.
- PETCHAROEN, K.; SIRIVAT, A. Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles via the chemical co-precipitation method. *Materials Science and Engineering B*, Amsterdam, v. 177, n. 5, p. 421-427, 2012.
- WU, W.; HE, Q.; JIANG, C. Magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis and surface functionalization strategies. *Nanoscale Research Letters*, London, v. 3, p. 397-415, 2008.



ZHU, H.; JIA, S.; WAN, T. et al. Biosynthesis of spherical Fe_3O_4 /bacterial cellulose nanocomposites as adsorbents for heavy metal ions. *Carbohydrate Polymers*, Amsterdam, v. 86, n. 4, p. 1558-1564, 2011.