

ALBERO MAGNETICO: SINTESI DI UN OSSIDO MAGNETICO NANOSTRUTTURATO MEDIANTE METODO DI AUTOCOMBUSTIONE



Introduzione

La maggiorparte delle proprietà dei materiali dipendono dallo loro struttura atomica e quindi se si riesce a creare un materiale con una nuova struttura, è presumibile che questo esibisca proprietà inedite. C'è dunque grande interesse per le tecniche che consentono di produrre sistemi con nuove microstrutture, tali da conferire loro caratteristiche particolari. Un esempio di questi nuovi materiali sono i materiali nanostrutturati o nanomateriali.

Nanomateriale può essere definito qualunque sistema solido costituito da atomi o molecole aggregati in particelle con dimensioni che vanno da 1 a 100 nanometri [$1 \text{ nanometro (nm)} = 1 \times 10^{-9} \text{ m}$, cioè un milionesimo di metro]. Questi materiali nanostrutturati mostrano spesso proprietà diverse e molte volte migliori dal punto di vista tecnologico rispetto ai materiali convenzionali.

Nell'ultimo decennio, di pari passo con l'interesse per i nano materiali, è cresciuta notevolmente l'attività di ricerca tesa alla messa a punto di nuovi metodi di sintesi. Per la preparazione di un materiale nanostrutturato è preferibile partire da precursori atomici o molecolari, in modo da avere un miglior controllo sulle caratteristiche microscopiche del prodotto (forma e dimensioni delle particelle, distribuzione delle dimensioni) e quindi delle sue proprietà fisiche.

Nella sintesi di ossidi metallici nanodimensionati suscitano particolare interesse i metodi chimici che oltre ad essere piuttosto versatili, consentono proprio la manipolazione della materia a livello molecolare. In quest'ottica il metodo sol-gel di autocombustione ha suscitato grande interesse poiché, oltre a presentare i vantaggi tipici di un metodo chimico, è di semplice esecuzione, i precursori hanno un costo contenuto e i tempi di sintesi sono notevolmente ridotti. Con il termine sol-gel si indica il processo tramite cui una sospensione colloidale (sol) è in grado di solidificare formando un prodotto solido con caratteristiche particolari (gel). Il gel viene poi scaldato ad alte temperature, formando ossidi di elevata purezza, spesso con struttura nanometrica. Questa tecnica viene utilizzata in diversi ambiti produttivi, tra i quali la produzione di materiali ceramici e ossidi metallici, sia in forma massiva che come film sottili. In sintesi la tecnica si realizza essenzialmente in tre passaggi:

1. Preparazione di soluzioni di adatti precursori
2. Trasformazione del sol e formazione del gel
3. Trattamento termico del gel per ottenere il materiale desiderato

Esistono vari metodi di preparazione del sol-gel e uno dei più utilizzati è quello dei citrati, di cui in questa esperienza studieremo l'applicazione alla formazione di un ossido di ferro nanostrutturato a partire da opportune soluzioni di nitrato ferrico, acido citrico e ammoniaca.

Il sol è costituito da una soluzione acquosa di nitrati metallici e da un agente organico complessante come urea, acido citrico, glicina. L'acido citrico presenta diversi vantaggi rispetto agli altri complessanti in quanto oltre ad essere un composto chimicamente stabile, ha buone capacità chelanti e i suoi complessi con i metalli hanno una bassa temperatura di decomposizione. Il sol viene fatto evaporare in opportune condizioni (pH e temperatura della soluzione) fino alla formazione di un gel. Quando il gel viene sottoposto ad uno shock termico, provocato dalla fiamma di un bunsen o semplicemente dal repentino aumento della temperatura, ha inizio un rapido processo di combustione autopropagante; questo è accompagnato da un elevato sviluppo di gas non tossici (CO_2 , H_2O , N_2) e da un consistente aumento di volume del prodotto. La reazione di autocombustione provoca la rottura di tutti i legami tra i citrati metallici (ionici e ad idrogeno) e la decomposizione dei citrati metallici stessi, con la formazione del prodotto finale. Il processo di autocombustione è il risultato di una reazione autocatalitica di ossidoriduzione tra gli ioni nitrato (ossidanti) e i citrati (riducenti) presenti nel precursore.

Le particelle di ossido di ferro così ottenute, che presentano un'elevata area superficiale e mostrano proprietà magnetiche, trovano applicazione in svariati campi che vanno dalla catalisi, alla registrazione magnetica fino alla biomedicina (ad esempio trasporto di farmaci guidato da campi magnetici).

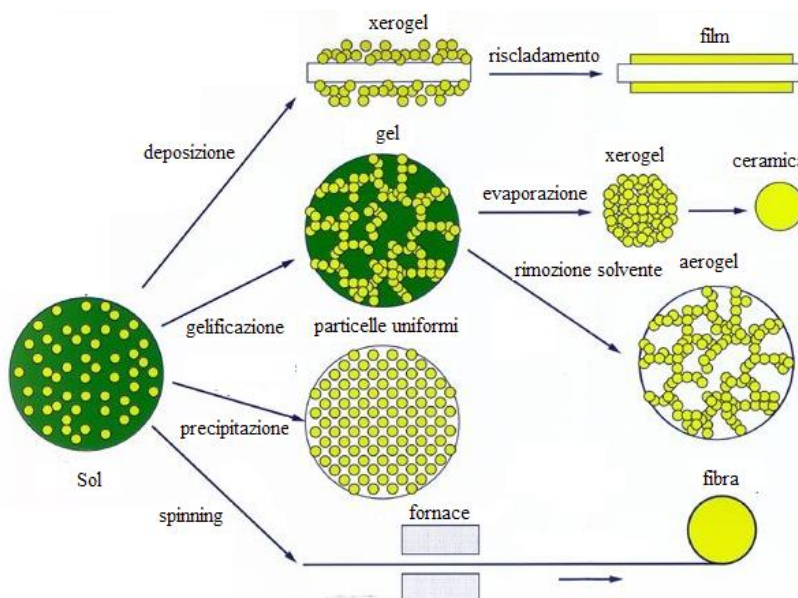


Figura 1 *Differenti prodotti ottenibili con il metodo sol-gel*

Lavoro Sperimentale

Reattivi e strumenti

- $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- Acido Citrico
- Ammoniaca (30% in peso)
- Acqua distillata
- Beker da 250mL
- Pipetta Pasteur
- pH-metro
- piastra riscaldante

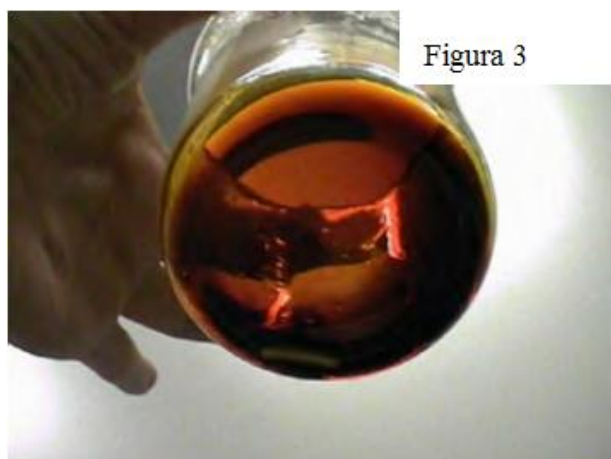


Figura 2. Diagramma a blocchi per la sintesi dell'ossido di ferro secondo il processo sol gel di autocombustione.

Procedura

10mL di una soluzione acquosa di nitrato di ferro $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 1M (1mL) e 10mL di una soluzione acquosa di acido citrico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) 1M vengono miscelati in un becher da 250 mL. La soluzione, che si presenta di colore arancio marrone, ha un $\text{pH} < 1$ e viene neutralizzata aggiungendo circa 80gocce di NH_4OH al 30%. Durante questa operazione, effettuata mantenendo la soluzione in costante agitazione e monitorando in modo continuo il pH, si osserva una progressiva variazione cromatica del sol che a $\text{pH} = 7$, appare di colore marrone scuro (Figura 3).

Utilizzando una piastra riscaldante, la soluzione mantenuta sempre in agitazione viene fatta evaporare (temperatura della soluzione tra 80°C e 90°C) e si osserva un aumento di viscosità che nel giro di circa 90 minuti porta alla formazione di un gel (Figura 4).



Il gel, saldamente aderente alle pareti del beker, viene messo in un forno preriscaldato alla temperatura di 300°C, per circa 7 minuti, fino alla formazione dell'ossido metallico. L'utilizzo del forno consente di innescare il processo di autocombustione ad una temperatura costante e soprattutto permette di condurre la reazione in un ambiente controllabile termicamente. Per osservare il decorso dell'autocombustione si può allestire un esperimento in cui la reazione viene innescata e condotta su una piastra riscaldante: inizialmente si osserva un rigonfiamento del gel e lo sviluppo di una grande quantità di fumi bianchi, in seguito inizia l'autocombustione vera e propria. La reazione, che avviene senza fiamma, con consistente sviluppo di gas, comincia nella parte del beker a contatto con la piastra (zona più calda) provocando una rapida trasformazione del gel simile all'eruzione di un vulcano (figura 5). Durante questo processo il precursore amorfo viene trasformato in una polvere, che si organizza in una struttura ramificata (figura 6), simile ai rami di pino o a un corallo (figura 7).

