

## Scheda 1: “Albero magnetico”: sintesi di un ossido magnetico nanostrutturato mediante un metodo sol-gel di autocombustione

---

Sintesi di un ossido di ferro magnetico mediante un metodo sol-gel di autocombustione.

### Responsabile

Prof.ssa Carla Cannas – [ccannas@unica.it](mailto:ccannas@unica.it)

### Breve descrizione degli scopi dell’esperimento

Nanomateriale può essere definito qualunque sistema costituito da un gruppo di atomi o molecole della dimensione da 1 a 100 nanometri. E’ ormai appurato che i materiali nanostrutturati mostrano proprietà generalmente diverse, e spesso migliorate rispetto ai materiali convenzionali. Questa esperienza mostra un metodo semplice e di grande effetto per ottenerli.

Gli studenti prepareranno un ossido nanostrutturato mediante una metodologia di sintesi nota come “sol-gel di autocombustione”. Sintetizzeranno nanoparticelle di ossido di ferro a partire da opportune soluzioni di nitrato ferrico, acido citrico e ammoniaca. Osserveranno la transizione sol-gel e seguiranno il decorso del processo di autocombustione che converte direttamente il gel in una polvere nanostrutturata ad elevata area superficiale. Queste polveri magnetiche nanostrutturate trovano applicazione in svariati campi che vanno dalla catalisi, alla registrazione magnetica fino alla biomedicina (es. trasporto di farmaci guidato da campi magnetici)

---

### Fasi

- 1) Descrizione dei materiali nanostrutturati
- 2) preparazione delle soluzioni
- 3) formazione del sol
- 4) transizione sol- gel
- 5) autocombustione che porta all’ossido nanostrutturato finale

---

Tutore: Davide Peddis [dpeddis@hotmail.com](mailto:dpeddis@hotmail.com)

# I nanomateriali e la loro sintesi

## Introduzione e background

La maggior parte delle proprietà dei materiali dipendono dalla loro struttura atomica; quindi, se si riesce a creare un materiale con una nuova struttura, è presumibile che questo esibisca inedite proprietà. Si capisce perché esista un crescente interesse sulla possibilità di ottenere sistemi con nuove microstrutture, tali da conferire caratteristiche particolari. Tra questi si annoverano i nanomateriali.

Nanomateriale può essere definito qualunque sistema costituito da un gruppo di atomi o molecole della dimensione da 1 a 100 nanometri (1 nanometro (nm) =  $1 \times 10^{-9}$  m un miliardesimo di metro). E' ormai appurato che i materiali nanostrutturati mostrano proprietà generalmente diverse, e spesso migliorate rispetto ai materiali convenzionali.

Nell'ultimo decennio l'interesse per i nanomateriali è cresciuto notevolmente e con esso, si è sviluppata un'intensa 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, risulta essere di semplice esecuzione, i precursori hanno un costo contenuto e i tempi di sintesi sono notevolmente ridotti.

La figura 1 riporta un diagramma a blocchi in cui è schematizzata la sintesi di un generico ossido metallico secondo il processo sol gel di autocombustione.

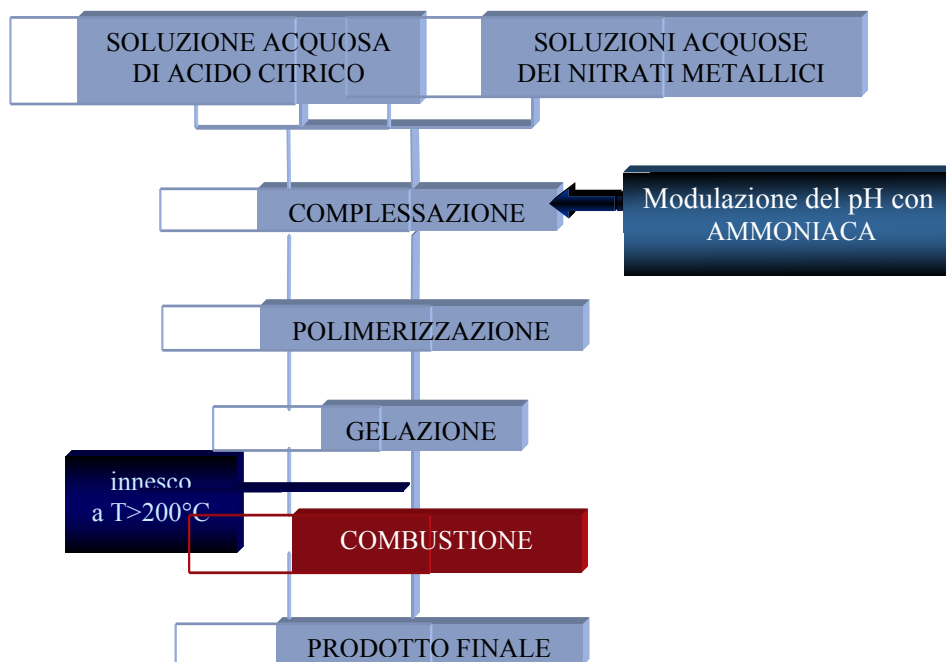


Figura 1. Rappresentazione schematica di una sintesi di un ossido metallico mediante metodologia sol-gel di autocombustione

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 ed 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 di temperatura, ha inizio un rapido processo di combustione autopropagante; questo è accompagnato da un elevato sviluppo di gas non tossici ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{N}_2$ ) e da un consistente aumento di volume del prodotto. La reazione di autocombustione provoca la rottura di tutti legami tra i citrati metallici (ionici e a 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) ed i citrati (riducenti) presenti nel precursore.

## Lavoro Sperimentale

### Reattivi e strumenti

- $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
- Acido Citrico
- Ammoniaca (30% w/w)
- acqua distillata
- Beaker da 250 mL
- Pipetta di Pasteur
- pH-metro
- Piastra Scaldante

### Procedura

10 mL di una soluzione acquosa di nitrato di ferro ( $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) 1M (1 mL) e 10 mL di una soluzione acquosa di acido citrico ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ ) 1M vengono miscelati in un beaker da 250 mL. La soluzione, che si presenta di colore arancio marron, ha un  $\text{pH} < 1$  e viene neutralizzata aggiungendo circa 80 gocce di  $\text{NH}_4\text{OH}$  al 30 %. Durante questa operazione, effettuata tenendo la soluzione sotto costante agitazione e monitorando il pH in modo continuo, si osserva una progressiva variazione cromatica del sol che, a  $\text{pH} = 7$ , appare di colore marron scuro. (Figura 2)

Utilizzando una piastra scaldante la soluzione, mantenuta sempre sotto continua agitazione, viene fatta evaporare (temperatura della soluzione tra gli  $80^\circ\text{C}$  e i  $90^\circ\text{C}$ ) e si osserva un aumento di viscosità che, nel giro di circa 90 minuti, porta alla formazione di un gel. (Figura 3)

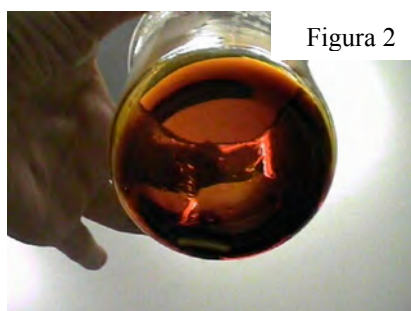


Figura 2

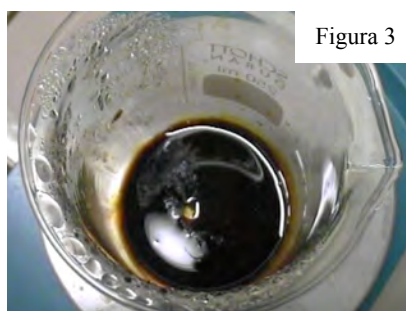


Figura 3

Il gel, saldamente aderente alle pareti del beaker, 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 controllato termicamente.

Per osservare il decorso dell'autocombustione si può allestire un esperimento in cui la reazione viene innescata e condotta su una piastra scaldante: 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 becher a contatto con la piastra (zona più calda), provocando una rapida trasformazione del gel simile all'eruzione di un vulcano.(figura 4)

Durante questo processo il precursore amorfo viene trasformato in una polvere, che si organizza in una struttura ramificata (figura 5), simile ai "rami di un pino"(figura 6).

