

## TRANSPORTORI SUPRAMOLECULARI CU PROPRIETATI MAGNETICE

Ana-Mariana NECHIFOR, Eugenia TOTU, Gh. NECHIFOR si C. LUCA  
CCMM-Bucuresti; ICM-Bucuresti; U.P.B.-Facultatea de Chimie Industriala, Catedra de Chimie Analitica si Analiza Instrumentala

Rezumat: Dezvoltarea proceselor de separare implicand membrane lichide a impus obtinerea unor transportori cu performante deosebite: compusi macrociclici, polimeri modificati, microemulsi si particule coloidale. In lucrare se prezinta obtinerea si posibilitatile de utilizare ale unor transportori supramoleculari cu proprietati magnetice obtinuti prin metoda Massart. Transportorii obtinuti au fost caracterizati prin SEM, TEM si EDAX.

### Introducere

Proprietatile deosebite ale ferofluidelor au condus la largirea necontenita a domeniilor de aplicare. Una din proprietatile care a fost mai putin folosita este capacitatea particulelor coloidale cu proprietati magnetice care compun ferofluidul de a se constitui in purtatori supramoleculari in procesele de separare.

In aceasta lucrare se prezinta modul de obtinere si caracteristicile unor particule coloidale ferroferice prin metoda Massart.

### Experimental

Metoda de obtinere a particulelor coloidale ferroferice consta in coprecipitarea ionilor ferosi si ferici in mediu amoniacal.

Clorurile ferice si ferocsa utilizate in experiente provin de la firma Merck, amoniacul solutie 17% de la Reactivul Bucuresti, iar substantele tensioactive de la Eastman.

Pentru caracterizarea particulelor obtinute s-a folosit un microscop STEREOSCAN Cambridge CM 20.

### Rezultate si discutii

Obtinerea particulelor magnetice prin metoda Massart impune realizarea mediului bazic prin introducerea amoniacului in mediul de reactie. Particulele obtinute sunt magnetice si au dimensiuni de 10-15 nm. Pentru a obtine particule de dimensiuni superioare, amoniacul trebuie introdus in sistem lent si in cantitati foarte mici lucru

difficil de realizat practic.

In aceasta lucrare se prezinta obtinerea unor particule cu dimensiuni superioare celor cunoscute prin metoda Massart, generand amoniacul in situ prin descompunerea ureei la temperaturi ce depasesc 70 °C. S-au variat urmatorii parametri: cantitatea de uree, cantitatea de amestec de ioni ferici si ferosi si natura surfactantului.

Primele experiente au urmarit influenta cantitatii de uree introdusa in mediu asupra dimensiunilor particulelor obtinute. (Tabel I)

Tabel I. Variatia cantitatii de uree introdusa in sistem si dimensiunile particulelor obtinute

Cod	Cant Uree (g)	Cant apa (g)	Vol am FeCl <sub>2</sub> /FeCl <sub>3</sub> (ml)	Temp (°C)	Diame partic (nm)	Observatii
M21	7,5	10	3	100	30-38	-brun-rosu in apa
M21 <sup>a</sup>	7,5	10	3	100		-brun-rosu in apa
M22	9	10	3	100	42	-brun in apa -nu foarte magnetic
M22 <sup>a</sup>	9	10	3	100		
M23	8,5	10	3	100	58	-brun -nu foarte magnetic
M23 <sup>a</sup>	8,5	10	3	100		
M24	6	10	3	100	26-30	-brun -nu foarte magnetic
M24 <sup>a</sup>	6	10	3	100		
M25	7	10	3	100	29-47	-brun -nu foarte magnetic
M25 <sup>a</sup>	7	10	3	100		
6	20	30	5	95	1100	

Rezultatele indicate in tabel subliniaza obtinerea unor particule cu diametrul de peste 40 nm cu proprietati magnetice reduse care se datoreaza precipitarii cu preponderenta a hidroxidului feric si nu a oxidului ferroferic (culoarea bruna a mediului de reactie). Pentru a imbunatati proprietatile magnetice ale particulelor preparate s-a trecut la cresterea treptata a cantitatii de uree introdusa in reactor. (Tabel II) Se constata ca de la 6g de uree in mediu se obtin particule negre, ferroferice.

Tabel II. Particule obținute prin variația cantității de uree introdusă în mediul de reacție

Cod	Cant. uree (g)	Cant. apa Cel.1	Cant. sol FeCl <sub>2</sub> / FeCl <sub>3</sub> Cel.1	max temp (°C)	Observații
M21t	1	10	3	84	galben roșu închis
M22t	2	10	3	84	galben/brun roșu închis
M23t	3	10	3	86	verde roșu închis
M24t	4	10	3	84	verde
M25t	5	10	3	84	verde/gri
M26t	6	10	3	84	negru
M27t	7	10	3	84	negru
M28t	8	10	3	84	negru
M29t	9	10	3	84	negru
M210t	10	10	3	84	negru
M210ts	10	10	3	84	negru

În figura 1 sunt prezentate imaginile obținute prin microscopie electronică prin transmisie pentru probele M26t, M29t și M 8.

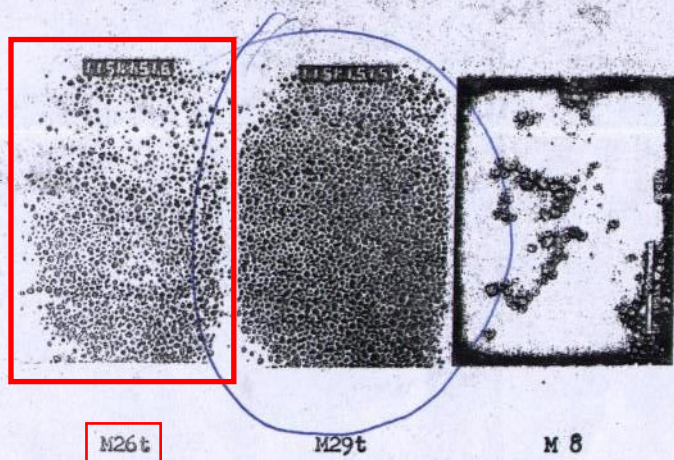


Fig.1 Microscopia electronică pentru trei probe reprezentative de particule feroferice.

Introducerea unui surfactant, bromura de trimetil cetil amoniu, in mediul de reactie (Tabel III), conduce la aparitia de particule ce au forma de bastonase (fig.2 M29S2) alaturi de particulele cristaline compacte (fig.2 M29S0).

Tabel III. Influenta surfactantilor asupra caracteristicilor particulelor feriferice

Cod	Cant. uree (g)	Cant. apa (ml)	Cant. an FeCl <sub>2</sub> / FeCl <sub>3</sub> (ml)	Conc. surf. mol/L	Temp. (°C)	Observatii
M210S0	5	5	1.5	0	82	-
M210S1	5	5	1.5	$2 \cdot 10^{-3}$	82	-
M210S2	5	5	1.5	$10^{-3}$	82	-
M210S3	5	5	1.5	$10^{-2}$	82	-
M29S0	4.5	5	1.5	0	82	-
M29S1	4.5	5	1.5	$2 \cdot 10^{-3}$	82	-
M29S2	4.5	5	1.5	$10^{-3}$	82	-
M29S3	4.5	5	1.5	$10^{-2}$	82	-

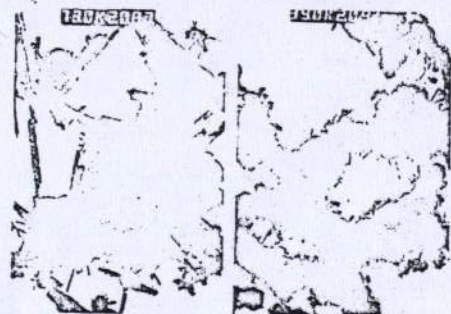


Fig.2 Microscopia electronica comparativa pentru particule obtinute in absenta M29S0 si in prezenta bromurii de trimetil cetil amoniu (M29S2).

In concluzie obtinerea unor purtatori supramoleculari cu proprietati magnetice poate fi facuta prin coprecipitarea ionilor ferici si ferosi cu uree la temperaturi de peste 70 °C. Cresterea cantitatii de uree in sistem conduce la obtinerea unor particule cu proprietati magnetice superioare, iar introducerea surfactantilor cationici scade aceste proprietati.

1. R.Massart, IEEE Transactions on Magnetism, vol. Mag., 17(2), 1981
2. Ana-Mariana Nechifor, G.Pintilescu, Gh.Nechifor, M.Pisso, G.Tutos, "Magnetofluidic Membranes for Ions Separation and Induced Phenomena" 6th International Conference on Magnetic Fluids, Paris '92