

## Preparação de nanopartículas de óxido de níquel em solução

Leonardo V. Bromberg (IC),<sup>1</sup> Audrey S. Rodrigues (TC),<sup>1</sup> Pedro K. Kiyohara(PQ),<sup>2</sup> Renato F. Jardim (PQ),<sup>2</sup> Liane Marcia Rossi<sup>1\*</sup> (PQ) (lrossi@iq.usp.br)

<sup>1</sup>Universidade de São Paulo, Instituto de Química, Av. Prof. Lineu Prestes 748, 05508-000 São Paulo, SP, Brasil

<sup>2</sup>Universidade de São Paulo, Instituto de Física, CP 66318, 05315-970, São Paulo, SP, Brasil

Palavras Chave: óxido de níquel, nanopartículas, magnetização

### Introdução

O interesse na preparação de nanopartículas (NP) de óxido de níquel tem origem nas propriedades magnéticas e propriedades óticas não lineares destes materiais quando em tamanho uniforme e nanométrico.<sup>1</sup> Estas propriedades, que são função principalmente do tamanho e morfologia das NP, podem ser modeladas pelas condições de síntese empregadas. Desta forma, novas rotas sintéticas para a preparação de materiais monodispersos via reações em solução estão em desenvolvimento.

### Resultados e Discussão

A metodologia empregada para a preparação de nanopartículas de NiO é simples, versátil e resulta em NP de tamanho uniforme e redispersíveis em solventes orgânicos. Nesta metodologia empregou-se nitrato de Nquel(II), oleilamina e um solvente de alto ponto de ebulição, que em condição de refluxo irá definir a temperatura de decomposição do precursor metálico. O solvente escolhido foi o difenil éter (p.e. 257°C) e o agente estabilizante a oleilamina. A preparação se dá em uma única etapa onde os reagentes são submetidos a refluxo por 3 horas. As NP são separadas por precipitação com álcool etílico e centrifugadas. O sólido obtido é totalmente redispersível em tolueno.

O material foi caracterizado por microscopia eletrônica de transmissão (MET), difração de elétrons (SAD) e difração de raios X (DRX). Na figura 1 é apresentada uma imagem de MET que revela a presença de NP com morfologia esférica, diâmetro médio de ~ 6,4 nm e polidispersão de 0,21.

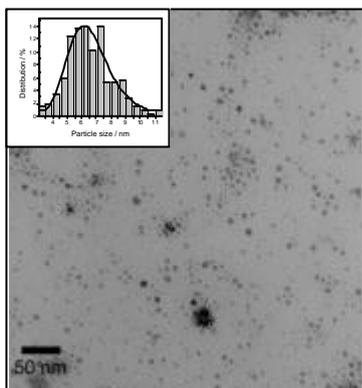


Figura 1. MET de nanopartículas de NiO.

30ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química

A presença de quatro anéis de Debye com  $d$   $hkl$  = 2,40, 200, 1,45 e 1,18Å que podem ser atribuídos aos planos (111), (200), (220) e (222) de NiO (PDF # 78-0643) confirmam a presença de NP de NiO com simetria cúbica. As propriedades magnéticas foram investigadas via medidas de magnetização versus temperatura nos modos Field-Cooled (FC) e Zero-Field-Cooled (ZFC), como mostrado na figura 2. A curva ZFC revela a presença de dois máximos. O primeiro, que ocorre ao redor de  $T_{b1} = 22,5$  K, é a assinatura de uma temperatura de bloqueio, onde as NP de NiO, que são superparamagnéticas acima de  $T_{b1}$ , não competem mais com a energia térmica. Uma estimativa do volume  $V$  das NP usando  $T_b \sim KV/30k_B$ , onde  $K$  é a constante de anisotropia magnetocristalina e  $k_B$  a constante de Boltzmann, resulta em NP com raio médio ~ 3,1 nm. O outro máximo, muito menos pronunciado, ocorre em  $T_{b2} \sim 70$  K, sugerindo a existência de NP com raios maiores. Esses resultados apresentam excelente concordância com os valores obtidos por MET.

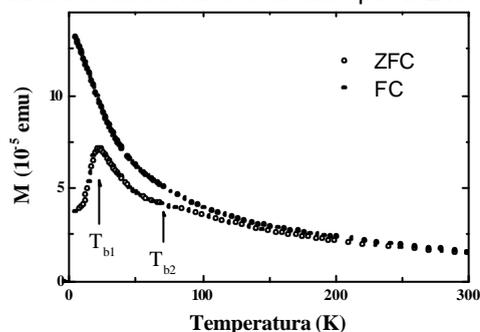


Figura 2. Curvas ZFC e FC de NP de NiO.

### Conclusões

Nanopartículas de NiO foram preparadas através de tratamento térmico em solução em presença de um agente estabilizante. Os resultados obtidos nas medidas estruturais apresentam boa concordância quando comparados com os estimados via medidas magnéticas. Essas últimas também indicam superparamagnetismo acima de 20 K nesses materiais.

### Agradecimentos

CNPq e Fapesp.

<sup>1</sup>Ghosh, M.; Biswas, K.; Sundaresan, A.; Rao, C. N. R. *J. Mater. Chem.* **2006**, *16*, 106. Tao, D.; Wei, F. *Materials Letters* **2004**, *58*, 3226.