Síntese e caracterização de nanopartículas de FeGd obtidas via modificações no processo poliol

Giselle Giovanna do Couto (PG)*, Laudemir Carlos Varanda (PQ), Miguel Jafelicci Júnior (PQ)
*ggcouto@iq.unesp.br

Instituto de Química de Araraquara, UNESP, LaMMC – CP 355, Araraquara 14801-970, SP - Brasil.

Palavras Chave: processo poliol, nanopartículas magnéticas, FeGd, efeito magnetocalórico

Introdução

Nanopartículas (NP) magnéticas apresentam, quando expostas a um campo magnético variável, um efeito de aquecimento e/ou resfriamento conhecido como efeito magnetocalórico (EMC). O efeito pode ser compreendido como a transformação de energia magnética em energia térmica.¹ O EMC é intrínseco a todo material magnético, sendo intensificado em materiais contendo terras raras, como gadolínio, por exemplo.² Entretanto a estabilização de algumas fases metálicas torna-se, ainda um desafio, o qual pode ser contornado utilizando a propriedade de NP para estabilizar fases não usuais. Um método muito versátil para a síntese de NP magnéticas é o processo poliol. Este foi descrito primeiramente por Fievèt e colaboradores³ e consiste na redução do metal por um diol, por exemplo, etileno glicol. Os objetivos deste trabalho estão centrados na síntese e caracterização de nanopartículas magnéticas de ferro contendo gadolínio, através de modificações no método poliol.

Resultados e Discussão

A síntese das NP foi realizada sob atmosfera de nitrogênio e consistiu em adicionar a um balão de três bocas os precursores metálicos $\text{Fe}(\text{acac})_3$ (0,5 mmol) e $\text{Gd}(\text{acac})_3$ (0,5 mmol); seguido da adição de 20 mL de tetraetileno glicol, ácido oléico (0,5 mmol) e oleilamina (0,5 mmol). O balão, sob vigorosa agitação, foi conectado a um sistema de refluxo e a temperatura elevada até 327°C, com uma taxa de aquecimento de 3°C min⁻¹. Tanto agitação quanto aquecimento foram mantidos por 180 minutos. Passados esse tempo o aquecimento e a agitação foram desligados e as partículas foram lavadas utilizando etanol, secas e analisadas. Adicionalmente as partículas foram submetidas a um tratamento térmico em atmosfera de hidrogênio a 400°C por 120 minutos com taxa de aquecimento de 20°C min⁻¹. Ao término do tratamento térmico a amostra foi resfriada sob atmosfera de nitrogênio.

Os dados de difratometria de raios X, da amostra recém sintetizada, indicam a formação de uma mistura constituída por óxido de ferro e gadolínio. Os picos apresentam-se alargados indicando a formação de partículas com tamanho reduzido. As imagens de

microscopia confirmam a obtenção de nanopartículas isoladas inferindo que o ácido oléico e a oleilamina estão presentes na superfície da partícula, dado o caráter disperso da amostra magnética. A composição das nanopartículas foi estimada por espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX), através de uma sonda acoplada ao microscópio de transmissão. Os resultados indicam a composição de $\text{Fe}_{45}\text{Gd}_{55}$ para as amostras como sintetizadas e tratadas termicamente em atmosfera de hidrogênio. Embora a composição estimada por EDX encontre-se muito próxima na composição nominal de 50:50, a rota de síntese deve ser adequada para que não ocorra perda da incorporação de ferro na liga, uma vez que a propriedade magnetocalórica é fortemente dependente da composição da liga. Ainda, cabe ressaltar que a presença de óxido de ferro na amostra como sintetizada foi eliminada no processo de redução resultando na formação de nanopartículas metálicas de FeGd. Também, não foi verificada alteração no tamanho das nanopartículas tratadas termicamente e não há evidências que processos de sinterização tenham ocorrido.

Conclusões

Nanopartículas magnéticas contendo óxido de ferro e gadolínio foram obtidas por modificações no processo poliol. A formação de nanopartículas metálicas com composição $\text{Fe}_{45}\text{Gd}_{55}$ foi constatada após o processo de recozimento em atmosfera de hidrogênio sem prejuízo de alterações de tamanho da nanopartícula e na ausência de processos de sinterização da amostra.

Agradecimentos

À Fapesp, CNPq e CAPES pelo suporte financeiro.

¹ Pecharsky, V. K., Gschneider JR, K. A. *J. Magn. Mater.* **1999**, *200*, 44.

² Gschneider JR, K. A; Pecharsky, V. K. *Annu. Rev. Mater. Sci.* **2000**, *30*, 387.

³ Fievèt, F., Lagier, J.P., Filgarz, M., *Mater. Res. Bull.*, **1989**, *32-33*, 29.