

Ferritas de gadolínio: síntese, caracterização e propriedades magnéticas

Giselle Giovanna do Couto (PG)*, Ricardo Gentil (IC), Miguel Jafelicci Junior (PQ)

*ggcouth@iq.unesp.br

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

Palavras Chave: ferritas de gadolínio, materiais magnéticos, processo poliol.

Introdução

Nanopartículas (NP) magnéticas apresentam, quando expostas a um campo magnético externo, 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 Fievet e colaboradores³ e consiste na redução do metal por um diol, por exemplo, etileno glicol. Os objetivos deste trabalho estão focados na síntese e caracterização de nanopartículas magnéticas de óxido de ferro contendo gadolínio, através de modificações no método poliol.

Resultados e Discussão

A síntese das NP foi realizada sob atmosfera ambiente e consistiu em adicionar os precursores metálicos $\text{Fe}(\text{acac})_3$ e $\text{Gd}(\text{acac})_3$ em diferentes composições, em um balão de três bocas, visando a obter nanopartículas de $\text{Gd}_x\text{Fe}_{100-x}\text{O}_4$, com $x = 5, 10, 30$ e 50 . Em seguida foi feita a adição de 25 mL de tetraetileno glicol. O balão, sob vigorosa agitação, foi conectado a um sistema de refluxo e a temperatura elevada até 110°C , com uma taxa de aquecimento de 3°C min^{-1} , foi então adicionado ácido oléico e oleilamina. A temperatura foi elevada até 327°C . Tanto agitação quanto aquecimento foram mantidos por 30 minutos. Passados esse tempo o aquecimento e a agitação foram desligados e as partículas foram lavadas utilizando acetona, secas e analisadas.

Os dados de difratometria de raios X para todas as amostras apresentam picos referentes à magnetita, entretanto tem-se o deslocamento de todos os picos para menor valor de 2θ , isso indica que está havendo a inserção de átomos maiores na estrutura cristalina do óxido de ferro, portanto está havendo a formação da ferrita de

gadolínio, para as amostras $\text{Gd}_{10}\text{Fe}_{90}\text{O}_4$, $\text{Gd}_{30}\text{Fe}_{70}\text{O}_4$ e $\text{Gd}_{50}\text{Fe}_{50}\text{O}_4$, nota-se também a presença do halo amorfo que pode ser devido à formação de óxido de gadolínio amorfo. As imagens de MET mostram partículas isoladas e irregulares, sem forma definida. A distribuição de tamanho está bem larga, sendo que o tamanho varia de 3 a 10 nm, tendo uma média em torno de 6,5 – 7 nm. A presença de Gd na formação do material foi confirmada por análises de EDX, no qual aparecem bandas nas energias características de Fe (6063 e 6729 eV) e de Gd (6406 e 7083 eV). As curvas de histerese magnética inferem comportamento superparamagético, entretanto, percebe-se a presença de campo coercivo e remanência, que indicam a existência de um momento magnético residual nas amostras em comportamento que a princípio estaria em contradição para o esperado em amostras com monodomínios. No entanto, o resultado pode ser explicado levando-se em consideração a proximidade entre as nanopartículas monodomínios, fazendo com que ocorram acoplamentos dipolo-dipolo (magnético) entre partículas vizinhas. A partir das curvas FC (*field cooling*) e ZFC (*zero field cooling*) foi possível obter a temperatura de bloqueio do material, a qual se encontra na faixa de 32 K. Esse valor na T_B pode ser atribuído ao tamanho das partículas na ordem de nanômetro.

Conclusões

Ferritas de gadolínio em tamanho nanométrico foram obtidas através de modificações no processo poliol, em diferentes composições. Ácido oléico e oleilamina conferem estabilidade às nanopartículas. As medidas magnéticas mostram que as partículas apresentam altos valores de magnetização de saturação, característica importante para o estudo de EMC.

Agradecimentos

À Fapesp, CNPq e CAPES pelo suporte financeiro

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

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

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