

SÍNTESE COM TAMANHO CONTROLADO DE NANOPARTÍCULAS DE NiO E Mn_xO_y EM SÍLICA MESOPOROSA E ESTUDO DA FORMAÇÃO DE SOLUÇÃO SÓLIDA

Nathália Medeiros Carneiro (IC) e Italo Odone Mazali (Orientador)

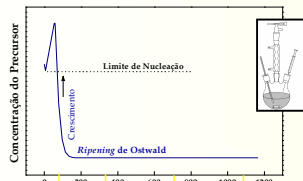
Instituto de Química – IQ, SAE/UNICAMP

g045543@iqm.unicamp.br, mazali@iqm.unicamp.br

Palavras-Chave: Nanopartícula – Semicondutor – Híbrido Inorgânico

Introdução

Nos últimos anos há um interesse crescente no desenho e síntese de nanomateriais com propriedades físicas e químicas ajustáveis em função do tamanho. Propriedades sinérgicas derivadas da combinação de nanopartículas semicondutoras, óxidos, como o de manganês, que possui vários estados de oxidação e o de níquel, muito utilizados em catálise, filmes eletrocromáticos e materiais magnéticos, abrem caminho através dessa concepção, desde a formação de solução sólida, até a possível obtenção de nanopartículas casca-caroco.



Matriz Porosa

“Template” → controle do tamanho da partícula
“Microrreatores” → síntese em ambiente confinado

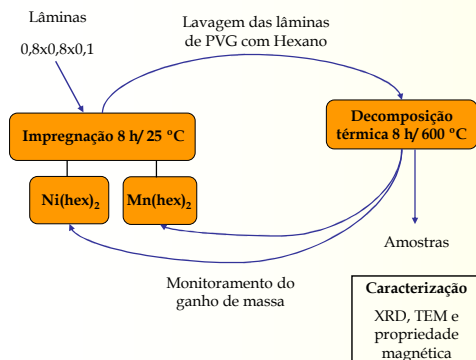
O foco principal de estudo deste trabalho visa avaliar a formação de solução sólida, a estrutura cristalina e morfologia de sistemas combinados através da síntese e decomposição de misturas dos compostos metalorgânicos.

Metodologia

2ª Etapa: Obtenção das soluções sólidas NiO- Mn_2O_3

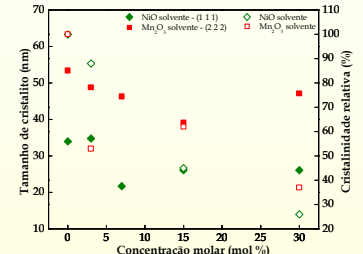
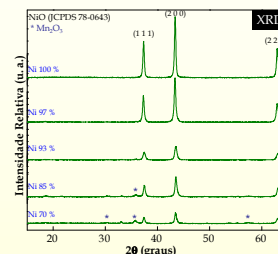
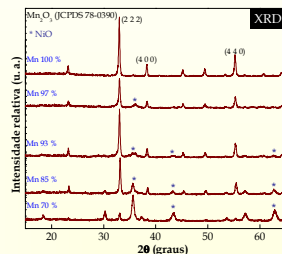
O sistema NiO- Mn_2O_3 foi estudado para proporções 3, 7, 15 e 30 mol%, obtidas por meio da decomposição de misturas dos precursores metalorgânicos sendo ambos os óxidos ora solvente ora soluto. A decomposição foi conduzida a 600 °C durante 2h em forno mufla, em atmosfera de ar estático. As amostras foram caracterizados por XRD e SEM.

3ª etapa: Preparação de nanopartículas de NiO e Mn_xO_y no interior do PVG



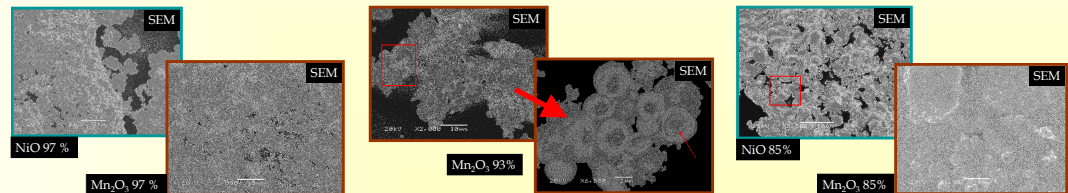
Resultados e Discussão

2ª Etapa: Obtenção das soluções sólidas NiO- Mn_2O_3

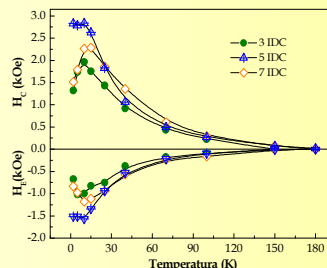
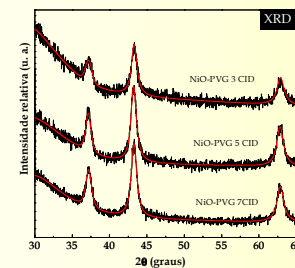
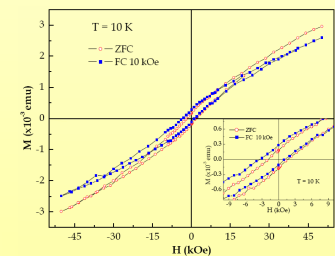
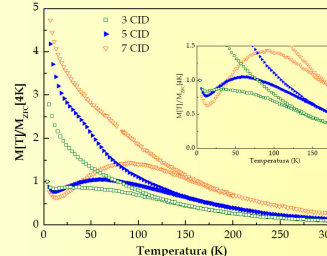
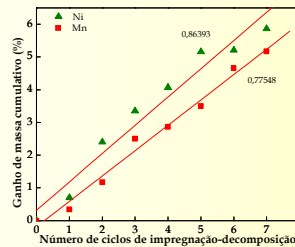


Com o aumento da dopagem há diminuição do tamanho de cristalito e a segregação de fase torna-se visível a partir da dopagem com 3 mol% de NiO em Mn_2O_3 e de 15 mol% de Mn_2O_3 em NiO. O efeito de redução do tamanho e a diminuição da cristalinidade contribuem simultaneamente para a redução da intensidade e alargamento dos picos de difração de raios X. Os resultados obtidos para soluções sólidas são coerentes com as regras de Hume-Rothery.

As imagens de SEM apresentam partículas agregadas e de morfologia esférica. A composição de Mn_2O_3 -NiO (93%-7%) apresentou, em especial, uma morfologia de esferas ocas bem definidas com segregação de fases. Observa-se também o efeito de coalescência das partículas.



3ª etapa: Preparação de nanopartículas de NiO e Mn_xO_y no interior do PVG



Conclusão

O aumento da concentração de soluto nas soluções sólidas NiO- Mn_2O_3 conduz a uma redução na cristalinidade e no tamanho de cristalito. O baixo limite de solubilidade abre a possibilidade da obtenção de sistemas nanoestruturados tipo casca-caroco entre o NiO e Mn_2O_3 . A obtenção individual de NiO e Mn_2O_3 no PVG mostrou um ganho de massa linear em função do número de CID, associado a um aumento no tamanho de cristalito. Para as nanopartículas de NiO dispersas no PVG observou-se alta coercividade e deslocamento do campo da curva de histerese em função do número de CID. Os resultados experimentais sugerem que a forma e o tamanho do cristalito, determinados pelo número de CID, são os principais parâmetros que afetam o comportamento magnético, que se mostrou consistente com uma configuração magnética casca-caroco com clusters de NiO ferromagnéticos na casca e NiO antiferromagnético no caroco.

Medidas magnéticas realizadas para o sistema PVG/NiO mostraram que a coercividade e o “loop shift” apresentaram um máximo em torno de 10 K, o qual decresce com o aumento da temperatura tendendo a zero próximo da temperatura de irreversibilidade entre as curvas ZFC e FC.

