

Síntesis y caracterización de nanopartículas magnéticas basadas en la MnFe_2O_4 tipo espinela

A. Alvarez-Paneque ^{a†}, S. Díaz ^a, P. Santiago-Jacinto ^b, y E. Reguera ^{a,c}

a) Instituto de Ciencias y Tecnología de Materiales, Universidad de La Habana, Cuba; paneque@imre.oc.uh.cu

b) Instituto de Física, Universidad Nacional Autónoma de México, México, D.F., México

c) Centro para las Ciencias Aplicadas y Tecnologías Avanzadas del IPN, México D.F., México

†autor para la correspondencia

Recibido el 15/05/08. Aprobado en versión final el 15/07/2008.

Sumario. Se describe un método de síntesis por microemulsión en micelas inversas en el sistema agua/tolueno usando dodecilsulfonato de sodio (NaDBS) como surfactante para sintetizar nanopartículas (NPs) superparamagnéticas (SPM) de ferrita de manganeso (MnFe_2O_4). Se introdujo una variación al método de síntesis reportado en la literatura, siendo esta realizar un tratamiento térmico a reflujo antes del tratamiento en atmósfera inerte. Esto permitió obtener un material con una cristalinidad adecuada y un comportamiento SPM. Se caracterizó el producto obtenido por difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de transmisión (TEM) y magnetometría vibracional. El patrón de DRX de polvo reveló la formación de la fase MnFe_2O_4 , tipo espinela, de grupo espacial $Fd3m$, acompañada de la fase secundaria hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) de grupo espacial $R-3c$. El tamaño de las nanopartículas fue estimado a partir del ajuste del perfil del patrón de polvos, obteniéndose tamaños promedios que variaron entre 5 y 25 nm en dependencia del tratamiento térmico a que fueron sometidas. La magnetometría vibracional mostró que las NPs de MnFe_2O_4 de menor tamaño, preparadas siguiendo esta ruta de síntesis presentaron un comportamiento SPM a temperatura ambiente. Se estimó además el grosor de la capa magnéticamente inactiva, de alrededor de 0,9 nm, responsable de la disminución de los valores de magnetización de saturación (σ_s) al disminuir el tamaño de partículas.

Abstract. An inverse micelle preparative technique in water/toluene system using sodium NaDBS as surfactant that lead to magnetic materials with nanometer dimensions is described. Superparamagnetic spinel type manganese ferrite (MnFe_2O_4) was prepared by the method. A modification to the preparative technique reported in the literature was applied, which was to make a reflux before the thermal treatment in an inert atmosphere. With this variation an optimal crystallinity and superparamagnetic behavior was observed. The product obtained was then characterized from X-ray diffraction, transmission electron microscopy and vibrational magnetometry. The powder X-ray diffraction pattern revealed that the MnFe_2O_4 nanocrystals had an $Fd3m$ cubic spinel structure, accompanied by $R-3c$ spatial group hematite ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) as secondary phase. By means of the powder pattern profile fitting, average particles size between 5 and 25 nm were estimated, depending on the thermal treatment applied. The vibrational magnetometry showed that the smaller MnFe_2O_4 nanoparticles prepared according to that synthetic route were found to have a superparamagnetic behavior at room temperature. Also, from the collected magnetic data, the “dead layer” was estimated to be 0.9 nm. This magnetically inactive layer is found to be responsible of the saturation magnetization decrease with smallest nanoparticles sizes.

Palabras clave. Ferrite, 75.50.Gg, magnetic nanoparticles, 75.50.Tt, superparamagnetism 75.50.Vv.

1 Introducción

Las nanotecnologías involucran el estudio, control y ma-

nipulación de materiales en la escala nanométrica, es decir, con dimensiones por debajo de los 100 nm. El reciente interés por los nuevos materiales nanoestructura-