



PREPARAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE FERRITA DE COBALTO

Maiane S. B. de Moraes^{1*}; Thallys M. da Silva¹; Dário C. O. Conceição²; Eduardo P. Hernández³.

¹ Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais, Centro de Ciências Exatas e da Natureza, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, Brasil.

² Laboratório de Preparação de Materiais Biomédicos, Faculdade Santíssima Trindade, Nazaré da Mata, PE, Brasil.

³ Departamento de Física, Centro de Ciências Exatas e da Natureza, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, Brasil.

* E-mail: maiane.bmoraes@ufpe.br

Palavras-Chave: Nanomateriais magnéticos, co-precipitação, CoFe_2O_4 .

Introdução

Nos últimos anos, há um interesse crescente em novos materiais, os nanomateriais magnéticos estão entre estes materiais, apresentando impacto significativo nas áreas de química analítica, biossensores e nanomedicina. Atualmente, as pesquisas relacionadas ao desenvolvimento de nanopartículas superparamagnéticas que possuam elevada magnetização, baixa toxicidade e uma maior facilidade de funcionalização em sua superfície com polímeros e agentes funcionalizantes têm sido o foco de várias pesquisas (Kudr J. *et al*, 2017).

Numerosos estudos enfatizaram o uso de nanopartículas magnéticas em uma variedade de domínios, como gravação magnética, fluidos magnéticos, agentes de contraste magnético para ressonâncias magnéticas, hipertermia magnética, catalisador e administração de medicamentos. Entre vários materiais magnéticos, a ferrita de cobalto (CoFe_2O_4) com estrutura de cristal espinélio recebeu muita atenção por causa de sua alta coercividade (kOe), alta anisotropia magnetocristalina, estabilidade química, magnetização de saturação e tenacidade mecânica (Saremi *et al.*, 2024).

Nanopartículas magnéticas (NPMs) apresentam um elevado potencial no que diz respeito às suas diversas aplicações, ao seu material único e às suas propriedades. As NPMs são particularmente atraentes para aplicações biomédicas, a capacidade de controlar precisamente o comportamento do material usando um campo magnético aplicado externamente tornou as NPMs promissoras, exibindo determinadas propriedades que proporcionam uma gama de aplicações tecnológicas em múltiplos segmentos, tais como: fluidos magnéticos, entrega controlada de drogas, carregador de fármacos, hipertermia magnética, dispositivo de estocagem, spintrônica, dispositivos magneto-ópticos, contraste de imagem por ressonância magnética, biossensores. (Sumithra Y Srinivasan, *et al* 2018) (Santos *et al.*, 2020).

As nanopartículas de ferrita de cobalto exibem propriedades físico-químicas únicas que as tornam adequadas para várias aplicações, incluindo armazenamento de dados e usos biomédicos. Suas propriedades podem ser significativamente influenciadas por fatores como métodos de síntese, dopagem e tratamentos pós-síntese. Normalmente possuem uma estrutura de espinélio cúbico, com tamanhos de cristalito variando de 8 a 50 nm, dependendo das condições de síntese e dos elementos de dopagem (Poon & Singh, 2024) (Ansari *et al.*, 2024) (Joshi *et al.*, 2024). A dopagem com elementos como manganês e cério altera os parâmetros



da rede e a microdeformação, aumentando a cristalinidade e a estabilidade (Ansari *et al.*, 2024) (Joshi *et al.*, 2024).

As Nanopartículas de ferrita de cobalto demonstram forte comportamento ferrimagnético, com valores de magnetização de saturação relatados entre 49 a 77,4 emu/g, influenciados por doping e modificações estruturais (Joshi *et al.*, 2024) (Anila *et al.*, 2022). A oxidação pós-síntese pode melhorar as propriedades magnéticas ao eliminar as impurezas de fase, levando a uma melhor anisotropia magnética (Poon & Singh, 2024).

O intervalo de banda óptica das nanopartículas de ferrita de cobalto varia com o doping, variando de 1,50 a 3,12 eV, permitindo aplicações ópticas ajustáveis (Ansari *et al.*, 2024) (Joshi *et al.*, 2024). A estabilidade química é mantida em vários níveis de doping, garantindo um desempenho consistente nas aplicações (Ansari *et al.*, 2024).

Portanto, o objetivo deste trabalho foi descrever a síntese das NPMs de ferrita de cobalto (CoFe_2O_4) pelo método co-precipitação e caracterizar, utilizando-se de caracterizações estruturais, Difração de Raio X (DRX), Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) visando identificar características estruturais que fomentem futuras aplicações biomédicas.

Material e Métodos

As nanopartículas magnéticas de ferrita de cobalto foram sintetizadas por co-precipitação tendo como base o procedimento adotado por Thakur, *et al.*, (2022). O processo de síntese para a obtenção das nanopartículas de ferrita de cobalto envolveu a dissolução de quantidades estequiométricas (com uma razão molar de $\text{FeCl}_3/\text{CoCl}_2 = 2:1$) de 1,172 g de cloreto férrico (FeCl_3) e 0,497 g de hexaidrato de cloreto de cobalto (CoCl_2) em uma mistura de 40 ml de água deionizada, a solução foi mantida em agitação por 20 minutos a uma temperatura de 80°C, e logo em seguida foi adicionado uma solução de NaOH (4 M) gota a gota até alcançar o pH 12. Posteriormente a temperatura e a agitação foram mantidas por 1 hora. O precipitado obtido foi repetidamente lavado com água deionizada até obter uma água cristalina e foi então seco em uma estufa a 50 °C. Após secas, as partículas foram calcinadas a uma temperatura de 750°C por 4 horas em forno mufla.

As nanoesferas foram caracterizadas por Difração de Raios X (DRX) de Cu $K\alpha$, um modelo Rigaku SmartLab Detector D/Tex Ultra 250 foi usado com radiação Cu $K\alpha$ ($K\alpha = 1,54059 \text{ \AA}$). A análise por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) foi realizada no microscópio Zeiss AURIGA Compact – SEM / FIB – Sistema CrossBeam. A preparação da amostra para o MEV contou com a etapa de metalização com ouro (Au), utilizando o metalizador BAL-TEC modelo SCD 050 Sputter Coater. A análise de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi realizada com o SHIMADZU, IR Spirit com o acessório ATR (reflectância total atenuada). E a Ressonância Magnética Nuclear (RAMAN) foi feita utilizando o equipamento (VARIAN VNMRS 400 MHz).

Resultados e Discussão

A fórmula genérica $(\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x)_A(\text{Fe}_{1+x}\text{Co}_{1-x})\text{BO}_4$ explica a distribuição de cátions, onde A e B representam os sítios tetraédrico e octaédrico, respectivamente. CoFe_2O_4 pode ter um tipo estrutural de espinélio misto ou inverso, dependendo dos procedimentos de síntese. A

Figura 1 mostra o difratograma da amostra com picos bem definidos, referentes à difração da ferrita de cobalto. A análise desses picos permitiu confirmar a presença e identificar a fase do espinélio inverso com simetria cúbica de face centrada, pertencente ao grupo espacial Fd-3m na amostra. Os difratogramas foram comparados à ficha padrão, para nanopartículas de ferrita de cobalto sintetizadas pelo método de coprecipitação JCPDS 22-1086, confirmando a formação de partículas de estrutura tipo espinélio inverso.

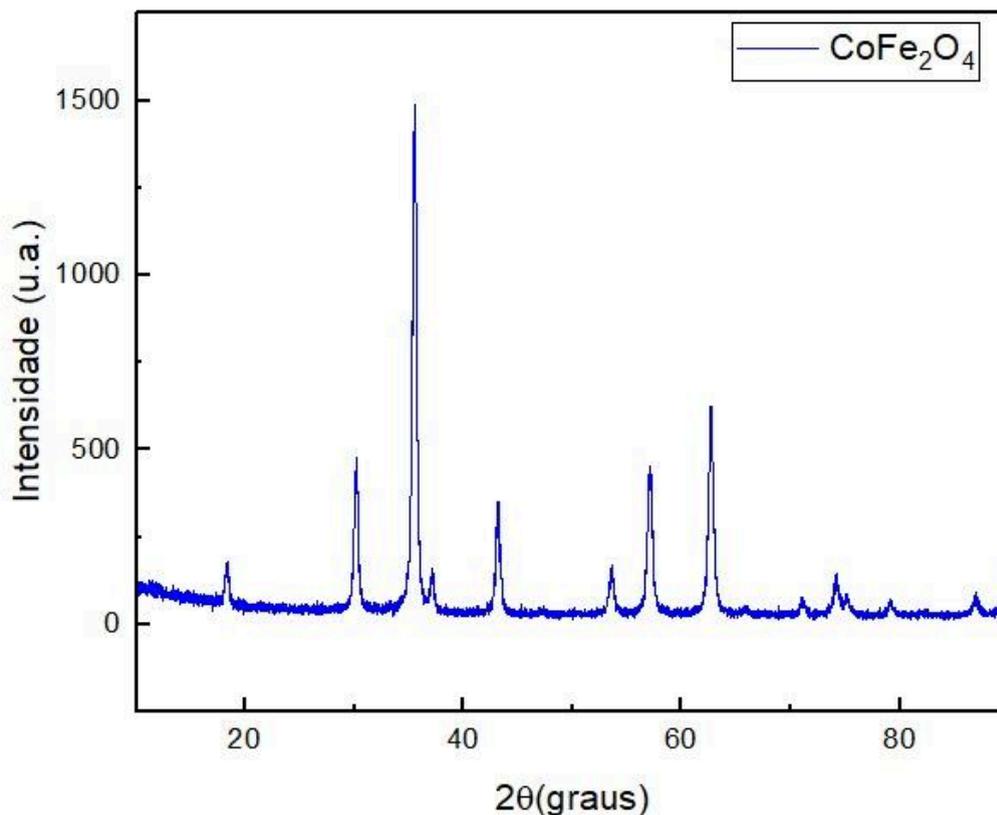


Figura 1. DRX nanopartículas magnéticas de CoFe₂O₄.

Para analisar a morfologia das partículas, foi usada a microscopia eletrônica de varredura (MEV). A Figura 2 corresponde a imagem obtida por MEV da Ferrita de Cobalto sintetizada por meio de coprecipitação. É possível observar pequenos grânulos de formato uniforme e de formato esférico. De acordo com o histograma apresentado o tamanho médio das partículas foi calculado em 22 nm aproximadamente, levando em consideração que para melhor visualizar no microscópio eletrônico de varredura, foi feita a metalização nas nanopartículas (Pereira et al., 2013).

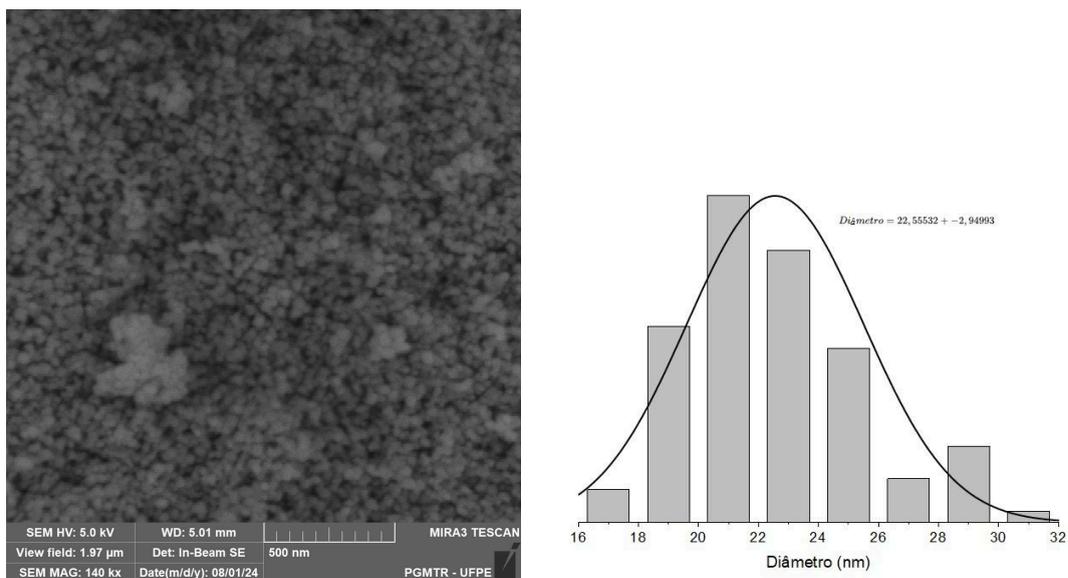


Figura 2. Imagem de MEV e histograma da distribuição do tamanho de partícula da ferrita de cobalto de CoFe_2O_4 .

A espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) é uma técnica crucial para analisar os picos característicos da ferrita de cobalto (CoFe_2O_4), revelando informações sobre suas propriedades estruturais e químicas. Normalmente exibem bandas de absorção significativas que correspondem aos modos vibracionais das ligações metal-oxigênio na estrutura do espinélio. Os espectros vibracionais na região do infravermelho para estas amostras estão mostrados na Figura 3.

A ferrita de cobalto apresenta fortes picos de absorção em torno de 590 cm^{-1} , indicativos das vibrações de alongamento do metal-oxigênio, confirmando a presença de CoFe_2O_4 (Kharat et al., 2022) (Hutamaningtyas et al., 2016). A banda de absorção de aproximadamente 590 cm^{-1} é atribuída às vibrações intrínsecas dos complexos tetraédricos na ferrita de cobalto (Hutamaningtyas et al., 2016) (Pathan et al., 2014).

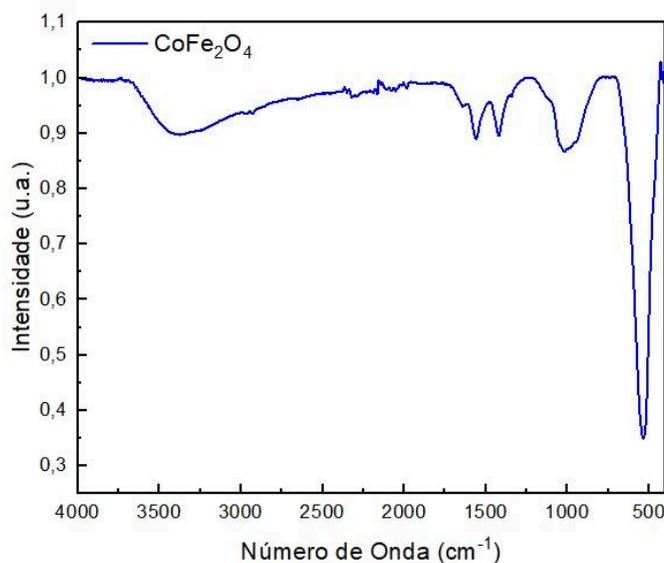


Figura 3. FTIR nanopartículas magnéticas de CoFe_2O_4 .



Conclusões

Nanopartículas de CoFe_2O_4 foram sintetizadas com sucesso usando o método de coprecipitação, de modo que o difratograma foi correspondente aos dados cristalográficos da ferrita de cobalto, bem como representou estruturas esféricas com tamanho médio aproximado de 44 nm, mediante a análise das imagens obtidas pela técnica de MEV. Os Resultados de DRX e FTIR indicaram que a amostra é ferrita de cobalto do tipo espinélio inverso com número de onda em torno de 590 cm^{-1} expressivo confirmando o mesmo. Os achados deste trabalho são encorajadores, novos estudos envolvendo as nanopartículas de ferrita cobalto produzidas neste trabalho, são o ponto de partida para novas investigações, visando novas aplicações para área biomédica.

Agradecimentos

À Universidade Federal de Pernambuco (UFPE), à Central Multiusuário do Departamento de Física da UFPE, ao laboratório MesoMag da UFPE, ao LPMB da FAST, e à CAPES, pelo incentivo e recursos.

Referências

- ANILA, B.B. *et al.*. Preparation, physicochemical characterization, and AC induction heating properties of colloidal aggregates of ferrimagnetic cobalt ferrite nanoparticles coated with a bio-compatible polymer. *Ceramics International*, 49(10):15183-15199. 2023, doi: 10.1016/j.ceramint.2023.01.101.
- ANSARI M. S. ; YESSAPPA D. P. *et al.* Effect of Manganese-Doping on the chemical and optical properties of cobalt ferrite nanoparticles. 2024, doi: 10.1016/j.mseb.2023.117134.
- HUTAMANINGTYAS E., SUHARRYANA U. *et al.*, FTIR and structural properties of co-precipitated cobalt ferrite nano particles. (2016).;776(1):012023-. doi: 10.1088/1742-6596/776/1/012023
- JOSHI C. S., SRIVASTAVA R. C., AMIT J. Structural, magnetic and dielectric properties of cerium-doped manganese – cobalt ferrite nanoparticles. *Materials Science and Technology*, 2024, doi: 10.1177/02670836241234197. JCPDS (1971) Comitê Conjunto sobre Padrões de Difração de Pó (JCPDS), JCPDS (cartão nº: 00-022-1086).
- KUDR J, HADDAD Y, *et al.* Magnetic Nanoparticles: From Design and Synthesis to Real World Applications. *Nanomaterials*. 2017; 7(9):243. <https://doi.org/10.3390/nano7090243>.
- KHARAT B., MAGAR V. J. *et al.*, Studies on Structural, Infrared and Optical Properties of Cobalt Ferrite Thin Film Grown by Spray Pyrolysis Technique. *Advanced Materials Research*, (2022).;1169:43-48. doi: 10.4028/p-f41120
- POON K.; SINGH G. Enhancing Crystallinity and Magnetic Properties of Cobalt Ferrite Nanoparticles via Thermal Oxidation. *ChemNanoMat*, 2024. doi: 10.1002/cnma.202400168.
- PATHAN A. T., MATHAD A. N., SHAIKH A. M. Infrared spectral studies of nanostructured Co^{2+} -substituted Li-Ni-Zn ferrites. *International Journal of Self-propagating High-temperature Synthesis*, (2014).;23(2):112-117. doi: 10.3103/S1061386214020083
- PEREIRA, E.; SILVA, I. J.; da COSTA, M. R. M. M. PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS PARA ANÁLISE EM MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA EM INTERFACES DE REVESTIMENTOS CERÂMICOS. *Revista de Engenharia e Tecnologia*, 5(1), 2013.
- SAREMI A. MIRKAZEMI S. M. *et al.*. Controlling magnetic and surface properties of cobalt ferrite nanoparticles: A comparison of co-precipitation and solvothermal synthesis methods, *Solid State Sciences*, Volume 148, 2024, 107432, ISSN 1293-2558, <https://doi.org/10.1016/j.solidstatedciences.2023.107432>.
- SILVA R. F. A Difração de Raios X: uma Técnica de Investigação da Estrutura Cristalina de Materiais. (2020).;14(27):73-82. doi: 10.19142/RPQ.V14I27.577



63º Congresso Brasileiro de Química
05 a 08 de novembro de 2024
Salvador - BA

SUMITHRA Y. S.; KISHORE M. P. *et al.* Applications of cobalt ferrite nanoparticles in biomedical nanotechnology. *Nanomedicine* 2018, 1221-1238.

SANTOS A. L., RAMOS A. B. *et al.*, Síntese e caracterização morfológica e estrutural de nanopartículas magnéticas de ferrita de cobalto / Synthesis, morphological and structural characterization of cobalt ferrite magnetic nanoparticle. (2020).;6(6):39371-39378. doi: 10.34117/BJDV6N6-471

THAKUR P. *et al.*,. Structural, morphological, and magnetic properties of CoFe₂O₄ nano-ferrites synthesized via Co-precipitation route. *Materials Today: Proceedings*, (2022). doi: 10.1016/j.matpr.2022.12.233