

## Efeito da temperatura de calcinação sobre as propriedades estruturais, morfológicas e magnéticas de nanopartículas de níquel sintetizadas pelo método de co-precipitação

### RESUMO

**Rodrigo Ono**

[rodrigoono\\_178@hotmail.com](mailto:rodrigoono_178@hotmail.com)

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil

**Walmir Eno Pottker**

[walmir@utfpr.edu.com](mailto:walmir@utfpr.edu.com)

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil

**Nathalia Guari**

[nathaliaguari@gmail.com](mailto:nathaliaguari@gmail.com)

Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, Paraná, Brasil

Nanopartículas de ferrita de níquel foram sintetizadas pelo método de co-precipitação à temperatura de reação de 80 °C por 120 min e posteriormente submetido à calcinação a 700, 800, 900 e 1000 °C com o objetivo de analisar a influência da temperatura de calcinação sobre as propriedades estruturais, morfológicas e magnéticas. Difractogramas das amostras apresentaram uma estrutura de espinélio inverso com tamanho médio de partícula variando de 12 a 42 nm com o aumento da temperatura de calcinação. Através da análise das curvas de histerese as amostras apresentaram um comportamento ferrimagnético, com aumento do campo de saturação e coercivo de 8,2 – 13,2 meV/g e 39,7 – 178,9 Oe respectivamente, com o aumento do tamanho dos cristalitos e temperatura.

**PALAVRAS-CHAVE:** Co-precipitação. Ferrita de Níquel. Nanopartículas.

## 1 INTRODUÇÃO

Ferritas de níquel com excelentes propriedades elétricas e magnéticas atualmente são um tema de grande interesse dentro do escopo da nano-ciência devido suas potenciais aplicações como: dispositivos fotoelétricos, sensores e pigmentos magnéticos. As ferritas apresentam a fórmula  $MFe_2O_4$  onde M representa o íon metálico bivalente, que tem suas propriedades fortemente dependentes no tamanho da partículas e/ou na relação área superficial/volume. Os nanomateriais se comportam de forma diferente quando comparados ao *bulk* devido aos efeitos de superfície e quântico, afetando sua reatividade química e propriedades físicas [1,2].

As ferritas de níquel possuem uma estrutura de espinela inversa, no qual oito unidades de  $NiFe_2O_4$  estão presentes dentro de célula unitária, onde os íons férricos estão igualmente distribuídos em sítios octaédricos e tetraédricos, enquanto os íons de níquel são apenas distribuídos em sítios octaédricos. Atualmente existem diversos métodos de síntese, como sol-gel, co-precipitação, micro emulsão e solvotérmica, apresentando diferentes propriedades estruturais e morfológicas. Dessa forma, buscou-se as melhores formas de sínteses para obter as especificidades de uma determinada aplicação [3-6].

Neste trabalho foi analisado o efeito da temperatura de calcinação sobre as propriedades estruturais, morfológicas e magnéticas de nanopartículas de níquel sintetizadas pelo método de co-precipitação.

## 2 METODOLOGIA

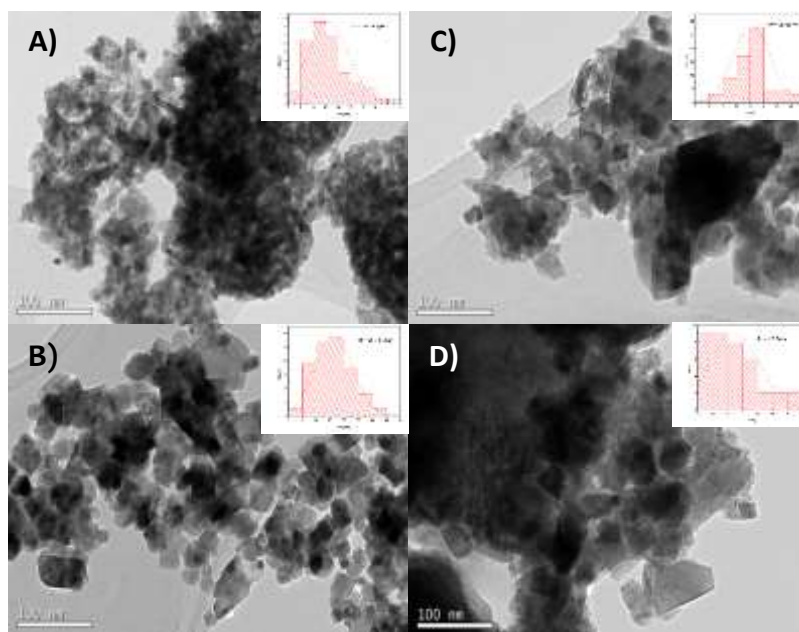
Nanopartículas de  $NiFe_2O_4$  foram preparadas seguindo o protocolo padrão de co-precipitação; 2,5 mmol de  $NiCl_2 \cdot 6H_2O$  foi dissolvido em 50 ml de água em contrapartida dissolveu-se 5 mmol de  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  em 50 ml de água. Ambas as soluções são aquecidas a 50 °C e misturadas a uma proporção estequiométrica ( $Ni^{2+}: Fe^{3+}$ ) de 1:2. Foi utilizada uma solução de 100 ml de NaOH (3M) a 95 °C como agente precipitante. As soluções de cloreto metálico e hidróxido de sódio foram adicionados gota a gota a partir de duas buretas separadas em um recipiente contendo 100 ml de água destilada para obter uma distribuição de tamanho de partícula uniforme. A temperatura de síntese é mantida constante a 80 °C durante 120 minutos sob agitação magnética. Logo após a mistura é resfriada até atingir temperatura ambiente e separada magneticamente e lavada várias vezes com água destilada sob sonicação. Em seguida a temperatura foi elevada até 90 °C para remover a água e se obter o precursor sólido seco. Finalmente, o precursor seco foi calcinado em um forno a quatro temperaturas diferentes 700, 800 900 e 1000 °C durante 2 horas no ar.

A análise estrutural e morfológica foi realizada através de resultados obtidos pela difração de raios-x (DRX) e imagens de microscópio eletrônico de transmissão (MET). A caracterização magnética foi realizada através das curvas de histerese gerada pelo magnetômetro por efeito Hall.

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na Figura 1 é apresentado imagens de microscopia eletrônica de transmissão das amostras das nanopartículas de níquel com suas respectivas distribuições de tamanho.

Figura 1 – Imagens de MET das nanopartículas de níquel A) 700 °C, B) 800 °C, C) 900 °C e D) 1000 °C



Fonte: Autoria própria (2017)

É possível observar que com o aumento da temperatura de calcinação há um aumento do tamanho de partícula, com mudança na sua morfologia partindo de uma morfologia esférica para uma irregular. O aumento de temperatura leva a ocorrência de aglomerados mais ocorrentes a altas temperaturas.

Os padrões de picos dos difractogramas das amostras (Figura 2) indicaram que todas as amostras apresentavam uma única fase de espinélio. O acréscimo na intensidade dos picos com o aumento da temperatura de 700 °C para 100 °C é devido ao aumento da cristalinidade e tamanho de partícula durante o processo de calcinação, que é observado na Tabela 1.

Nas amostras sintetizadas pelo método de co-precipitação, o tamanho de cristalito  $\langle D_{311} \rangle$  é menor que o maior tamanho de partícula nas diferenças de ambas as técnicas de caracterização: XRD e TEM. As primeiras medidas medem o tamanho da faixa de difração coerente; Quanto maior o tamanho do cristalito, mais intensos são os picos de difração e, assim, o tamanho médio do cristalito tem contribuição diferente das partículas pequenas e grandes. Além disso, TEM pode discriminar os diferentes tamanhos de partículas. Portanto, no caso de distribuição heterogênea, o tamanho de cristalito é a média dos tamanhos de partículas maiores e menores, e pode ser menor que o maior tamanho de partícula. Assim, a variação e o controle do tamanho foram alcançados pelo método de síntese e as condições de calcinação.

Figura 2 – Difractograma para as amostras de ferrita de níquel calcinadas a 700, 800, 900 e 1000 °C.

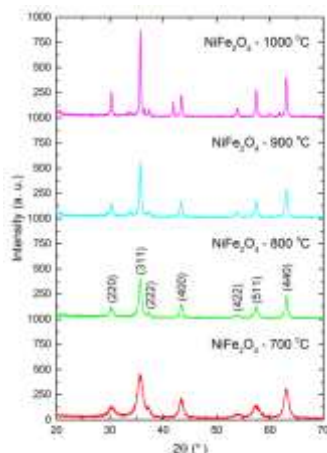


Tabela 1 – Tamanhos dos cristalitos D <311> e tamanho de partícula médio para as amostra de nanopartículas de níquel.

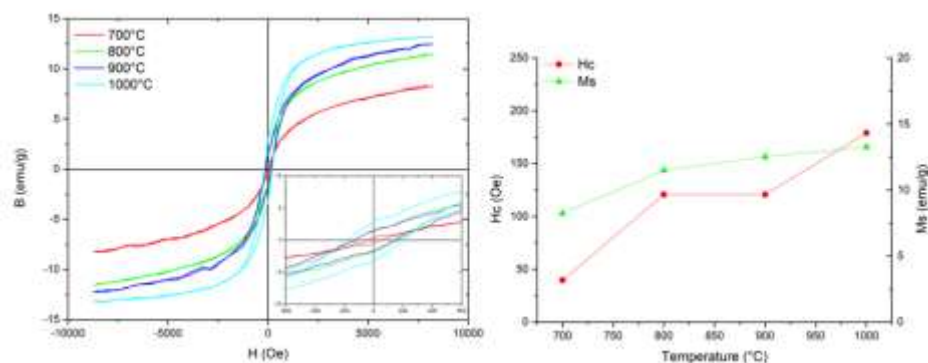
| Amostra | Tamanho do cristalito D <311> (nm) | Tamanho médio de partícula (nm) |
|---------|------------------------------------|---------------------------------|
| 700 °C  | 7,4                                | 12,4                            |
| 800 °C  | 13,7                               | 25,4                            |
| 900 °C  | 19,7                               | 26,0                            |
| 1000 °C | 30,1                               | 42,3                            |

Fonte: Autoria própria (2017).

A caracterização magnética de todas as amostra foram realizadas através de um manômetro de Hall a temperatura ambiente com a aplicação de um campo magnético de 9 kOe como é mostrado na Figura 3.

A variação da magnetização de saturação (Ms) e coercividade (Hc) é mostrada na Figura 3, que mostram claramente o comportamento da magnetização e coercividade com o aumento do aumento da temperatura de calcinação e tamanho da partícula. Todas as amostras apresentam comportamento ferrimagnético. O valor da magnetização de saturação é baixo (8,2 – 13,2 emu/g) em comparação com a magnetização da saturação da temperatura ambiente com o bulk  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  (55 emu/g) e baixa coercitvidade (34,6 – 177,1 Oe) que aumentou com o acréscimo da temperatura de calcinação. É atribuído à cristalização incompleta dos cristalitos menores, o que leva a uma desordem estrutural na superfície das nanopartículas, uma vez que o distúrbio do spin é alto, quando a relação superfície / volume é grande. Isso ocorre porque a superfície pode se comportar como uma camada inativa, consequentemente, a magnetização nesta camada é insignificante.

Figura 3 – Curvas de histerese das amostras de ferrita de níquel e efeito da temperatura sobre Ms e Hc.



Fonte: Autoria própria (2017)

#### 4 CONCLUSÃO

Os resultados evidenciaram que o aumento de temperatura de calcinação afeta no crescimento dos tamanhos de partícula e cristalito assim como a formação de aglomerados, porém não ocorre mudança em sua estrutura ou comportamento magnético uma vez que todas as amostras apresentarem uma estrutura de espinélio inverso e comportamento ferrimagnético.

## Annealing temperature effect upon structural, morphological and magnetic properties of nickel ferrites nanoparticles synthesized via co-precipitation method

### ABSTRACT

Nickel ferrite nanoparticles were synthesized via co-precipitation method at reaction temperature of 80 °C for 120 min and further exposed to annealing at 700, 800, 900 and 1000 °C in order to analyze the influence of annealing temperature upon structural, morphological and magnetic properties. XRD patterns of the samples showed an inverse spinel structure with average particle size between 12 and 42 nm with varying the annealing temperature. An analysis over hysteresis loops showed a ferrimagnetic behavior the saturation magnetization and coercivity field increase from 8.2 to 13.2 emu/g and 39.7 – 178.9 Oe respectively, with the crystallites size and temperature increase.

**KEYWORDS:** Co-precipitation. Nickel ferrites. Nanoparticles.

---

## REFERÊNCIAS

- [1] Q. Chen, P. Du, W. Huang, L. Jin, W. Weng, G. Han, Ferrite with extraordinary electric and dielectric properties prepared from self combustion technique, Appl. Phys. Lett. 90 (2007).
- [2] J. Jacob, M. Abdul Khadar, VSM And Mössbauer study of nano structured hematite, J. Magn. Magn. Matter. 322 (2010)
- [3] A. Alarifi, N.M. Deraz, S. Shaban, Structural, morphological and magnetic properties of  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  nano-particles J. Alloy. Compd 486 (2009)
- [4] Hocheplid JF, Bonville P, Pileni MP: Nonstoichiometric Zinc Ferrite Nanocrystals: Syntheses and Unusual Magnetic Properties. J Phys Chem. 2000, B 104
- [5] Feltin N, Pileni MP: New Technique for Synthesizing Iron Ferrite Magnetic Nanosized Particles. Langmuir. 1997, 13
- [6] Shi Y, Ding J, Liu X, Wang J:  $\text{NiFe}_2\text{O}_4$  ultrafine particles prepared by co-precipitation/mechanical alloying. J Magn Magn Mater. 1999, 205.

**Recebido:** 31 ago. 2017.

**Aprovado:** 02 out. 2017.

**Como citar:**

ONO, R.; POTTKER, W.E.; GUARI N. Efeito da temperatura de calcinação sobre as propriedades estruturais, morfológicas e magnéticas de nanopartículas de níquel sintetizadas pelo método de co-precipitação. In: SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DA UTFPR, 22., 2017, Londrina. **Anais eletrônicos...** Londrina: UTFPR, 2017. Disponível em: <<https://eventos.utfpr.edu.br/sicite/sicite2017/index>>. Acesso em: XXX.

**Correspondência:**

Rodrigo Ono

Rua Professor Samuel Moura, número 400, Jardim Judith, Londrina, Paraná, Brasil.

**Direito autoral:**

Este resumo expandido está licenciado sob os termos da Licença Creative Commons-Atribuição-NãoComercial 4.0 Internacional.

