

## Propriedades estruturais e morfológicas das nanopartícula de ferrita de cobalto $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ sintetizada pelos métodos de co-precipitação e sol-gel.

### RESUMO

**Nathália Maria Costa Guari**  
[nathaliaguari@gmail.com](mailto:nathaliaguari@gmail.com)  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR, Londrina, PR, Brasil

**Walmir Enno Pottker**  
[walmir@utfpr.edu.br](mailto:walmir@utfpr.edu.br)  
Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR, Londrina, PR, Brasil

**OBJETIVO:** Neste estudo investigamos as propriedades estruturais e morfológicas das nanopartículas de ferrita de cobalto  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ . Sintetizadas por sol-gel e co-precipitação, calcinadas nas temperaturas 700 °C, 800 °C, 900 °C e 1000 °C no ar por 2 horas. A difração de raios X (DRX) mostra que todas as amostras apresentaram a estrutura de uma ferrita tipo espinela, independente do método de síntese adotado; com tamanho do cristal calculado no intervalo: 23,99 - 43,94 nm e 15,58 - 36,28 nm para sol-gel e co-precipitação respectivamente. As imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) revelam formas alongadas com grande aglomeração para ambas as sínteses, na faixa de 18,1 - 230,9 nm e 14,6 - 38,8 nm para sol-gel e co-precipitação respectivamente. A partir das técnicas de DRX e MET constatou-se que a síntese por sol-gel apresenta nanopartículas com maior tamanho de cristal e grão.

**PALAVRAS-CHAVE:** Ferrita de cobalto. Nanopartículas. Métodos químicos de Síntese.

## 1. INTRODUÇÃO

As nanopartículas de ferrita são conhecidas como  $MFe_2O_4$  onde M é um metal de transição como:  $Ni^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ . Este estudo se restringiu a ferrita de cobalto que possui estrutura cubica de corpo centrado CCC do tipo espinela. A análise das nanopartículas de ferrita de cobalto, em especial, foi voltada para as propriedades estruturais e morfológicas [1].

Entre as aplicações da  $CoFe_2O_4$ , destaca-se sua aplicação em gravação magneto-óptica e armazenamento de dados de alta densidade, mas para tais aplicações a estabilidade das nanopartículas devem se controladas e analisadas. Na atualidade existem várias técnicas que podem ser usadas para sintetizar as nanopartículas, como: sol-gel, co-precipitação, hidrotermal, pirólise a laser e métodos de microemulsão. Dessa forma, buscou-se as melhores formas de sínteses para obter as especificidades de uma determinada aplicação [2-3].

A obtenção das nanopartículas de ferrita de Cobalto, restringiu-se as sínteses por sol-gel e co-precipitação. Sendo que, ambos os processos são químicos, o que torna a síntese mais econômica resultando em um controle maior das propriedades físicas e químicas das partículas, porém pode conter impurezas no produto final. [4]

## 2. METODOLOGIA

As nanopartículas de  $CoFe_2O_4$  foram obtidas a partir das sínteses por sol-gel e co-precipitação, utilizando os seguintes reagentes sem purificação adicional: Cloreto de cobalto (II) hexahidratado (99%), cloreto de ferro (III) hexahidratado (97%), nitrato de cobalto (hexahidrato de nitrato) (98,5%), ferro (III) nitrato enahidratado (98%) de Sigma Aldrich. O hidróxido de sódio (nota analítica) é adquirido da Merck.[5-6]

Utilizou-se o raios-X (DRX) para identificar a estrutura e o tamanho médio dos cristais, em um difractômetro PANalytical X'Pert Pro MPD que opera na geometria de Bragg-Bretano com usando radiação  $CuK\alpha$ . Coletou-se os difratogramas à temperatura ambiente no intervalo de  $10^\circ$  a  $100^\circ$  em um passo de  $0,03^\circ$ . Para identificar as fases cristalográficas e quantificar a composição química das amostras, utilizou-se dados estruturais do Centro Internacional de Dados de Difração (ICDD. Com o auxílio do software X'Pert HighScore Plus e do software OriginPro foi possível tratar os dados obtidos no difractômetro.

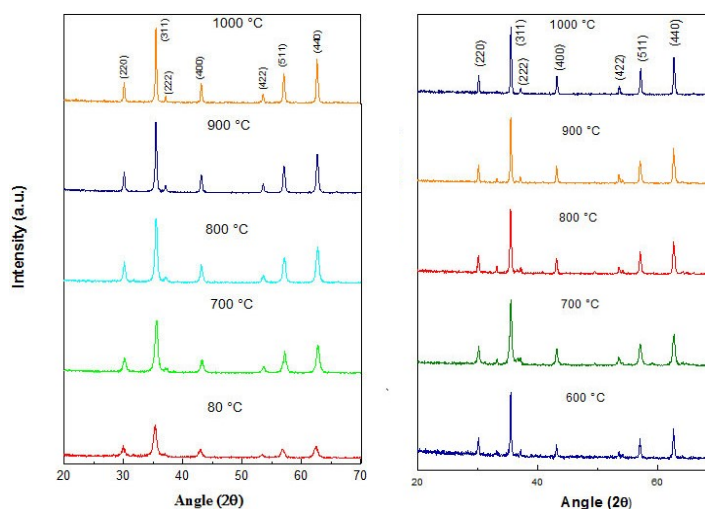
Para a análise do tamanho e forma das nanopartículas, utilizou-se o microscópio eletrônico de transmissão JOEL JEM 2100F (TEM) operando a 220 keV.

## 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os padrões de difração de raios-X são apresentados na Figura 1, para as nanopartículas sintetizadas pelos métodos de sol-gel e co-precipitação revelam um aumento das intensidades dos picos com a temperatura de calcinação entre

700°C a 1000°. Um dos possíveis motivos para este acréscimo é devido a uma maior cristalinidade e tamanho da partícula durante o processo de calcinação. E como esperado, os difratogramas para ambas as sínteses são idênticos, visto que, independente do processo de formação da nanopartícula sua estrutura cristalina deve permanecer a mesma. Os padrões de difração das amostras  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  apontam para a formação de uma fase com estrutura de espinélio (JCPDS 02-1045).

Figura 1 - Difratograma da  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$ , síntese por Co-precipitação a esquerda e por Sol-gel a direita.



Fonte: Autoria própria (2017).

Para determinar o tamanho médio do grão, utilizou-se o microscópio eletrônico de transmissão (MET), após a captura das imagens as mesmas foram analisadas no software ImageJ para medir o tamanho de cada grão, em seguida

O tamanho e a distribuição média das partículas, obtidos no microscópio eletrônico de transmissão (MET), são avaliadas medindo mais de 100 partículas por meio do software ImageJ. Posteriormente, os dados são ajustados para uma distribuição gaussiana para obter o tamanho médio (d). Os valores referentes ao tamanho médio do cristal e tamanho médio do grão estão expressos na Tabela 1.

**Tabela 1 – Características estruturais das partículas sintetizadas por Co-precipitação e Sol-gel.**

Temperatura (°C)	Tam. Cristal CP (nm)	Tam. Cristal SG (nm)	Tam. Médio grão CP (nm)	Tam. Médio grão SG (nm)
700	15,58	23,99	14,58 ± 0,69	18,06 ± 0,73
800	19,42	37,61	19,03 ± 0,52	38,02 ± 1,09
900	30,37	43,94	27,63 ± 0,54	57,13 ± 0,26
1000	36,28	38,47	38,76 ± 0,82	230,92 ± 0,41

Fonte: Autoria própria (2017).

Legenda:

Tam. = Tamanho; CP = Método por Co-precipitação; SG = Método por Sol-gel

#### **4. CONCLUSÃO**

As nanopartículas de  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  foram sintetizadas com sucesso pelos métodos de co-precipitação e sol-gel. As partículas calcinadas na faixa de temperatura de 700-1000 °C apresentaram uma estrutura de ferrite de espinélio, com tamanho do cristal calculado no intervalo: 23,99 - 43,94 nm e 15,58 - 36,28 nm para sol-gel e co-precipitação respectivamente. As imagens de microscopia eletrônica de transmissão (MET) revelam formas alongadas com grande aglomeração para ambas as sínteses, na faixa de 18,1 - 230,9 nm e 14,6 - 38,8 nm para sol-gel e co-precipitação respectivamente. A partir desta análise evidencia-se a necessidade de investigar as propriedades magnéticas e ópticas para elucidar suas aplicabilidades em função do tipo de síntese.

## Structural and Morphological Properties of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Nanoparticles Synthesized by Co-precipitation and Sol-Gel Method.

### ABSTRACT

**OBJECTIVE:** In this study, we investigated the structural and morphological properties of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> cobalt ferrite nanoparticles. Synthesized by sol-gel and co-precipitation, calcined at temperatures of 700 ° C, 800 ° C, 900 ° C and 1000 ° C in air for 2 hours. X-ray diffraction (XRD) shows that all samples had the structure of a spinel-type ferrite, independent of the synthesis method adopted; With crystal size calculated in the range: 23.99 - 43.94 nm and 15.58 - 36.28 nm for sol-gel and co-precipitation respectively. Transmission electron microscopy (TEM) images reveal elongated forms with large agglomeration for both syntheses, in the range of 18.1-230.9 nm and 14.6-38.8 nm for sol-gel and co-precipitation respectively. From the techniques of XRD and MET it was verified that the synthesis by sol-gel presents nanoparticles with a larger size of crystal and grain.

**KEYWORDS:** Cobalt ferrite. Nanoparticles. Chemical Methods of Synthesis.

## AGRADECIMENTOS

Agradecemos a Universidad Complutense de Madrid pelo apoio na realização das sínteses e das medidas de DRX e MET. A UTFPR pelo incentivo através da Iniciação Voluntária deste trabalho e aos colegas do laboratório de NanoQC.

## REFERENCIAS

- [1] AYYAPPAN, S. et al. A facile method to control the size and magnetic properties of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles. **Materials Chemistry and Physics**, Amsterdã, 8 fev. 2009. V. 115, p. 712-717.
- [2] RAI, R.C. et al. Optical and electronic properties of NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> thin films. **Applied Physics A: Materials Science & Processing**, Berlim, 27 ago. 2011. V. 106, p. 207-211.
- [3] WANG, J. et al. Synthesis and characterization of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> magnetic particles prepared by co-precipitation method: Effect of mixture procedures of initial solution. **Journal of Alloys and Compounds**, Amsterdã, 23 fev. 2007. V. 450, p. 532-539.
- [4] HANKARE, P.P. et al. Synthesis and characterization of nickel substituted cobalt ferrite nanoparticles by sol-gel auto-combustion method. **Journal of Alloys and Compounds**, Amsterdã, 7 dez. 2012. V. 553, p. 383-388.
- [5] KIM YI, KIM D, Lee C: Synthesis and characterization of CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles prepared by temperature-controlled coprecipitation method. **Physical B**. Amestherdam, 22 abril 2003.V. 337, p. 43-51.
- [6] HOUSHIAR, M. et al. Synthesis of cobalt ferrite (CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) nanoparticles using combustion, coprecipitation, and precipitation methods: A comparison study of size, structural, and magnetic properties. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Amsterdã, 21 jul. 2014. V. 371, p. 43-48.

**Recebido:** 31 ago. 2017.

**Aprovado:** 02 out. 2017.

**Como citar:**

GUARI, N. M. C. et al. Propriedades estruturais e morfológicas das nanopartícula de ferrita de cobalto  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  sintetizada pelos métodos de co-precipitação e sol-gel. In: SEMINÁRIO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA E TECNOLÓGICA DA UTFPR, 22 out. 2017, Londrina. **Anais eletrônicos...** Londrina: UTFPR, 2017. Disponível em: <<https://eventos.utfpr.edu.br/sicite/sicite2017/index>>. Acesso em: XXX.

**Correspondência:**

Nathália Maria Costa Guari  
Avenida dos Pioneiros, 3131, Londrina, Paraná, Brasil.

**Direito autoral:**

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

