

## OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAIS NANOESTRUTURADOS FERRIMAGNÉTICOS

SILVANA KIMURA NUNES<sup>1</sup>; VINÍCIUS EGÍDIO CORATTO<sup>2</sup>; SILVANA DA DALT<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Pelotas – silvanakn@gmail.com

<sup>2</sup>Centro de Engenharias – Universidade Federal de Pelotas – silvana.da.dalt@ufrgs.br

### 1. INTRODUÇÃO

As ferritas nanoestruturadas em geral, apresentam grande relevância na aplicação de tecnologias modernas: materiais para aplicações magnéticas (HUANG *et. al.* 2006), sensores (LIU *et. al.* 2005), catalisadores (COQUAY *et. al.* 2002), pigmentos (CANDEIA *et. al.* 2006), etc. As propriedades estruturais e morfológicas dos materiais nanoestruturados são influenciados diretamente pelo método de síntese adotado. Neste trabalho, optou-se por um processo de síntese que consista na produção de pós altamente puros, que apresentem pequeno tamanho de partícula e sejam produzidos a baixo custo. A síntese por combustão em solução (SCS) mostra-se promissora na obtenção de pós nanoestruturados de ferritas, a partir da qual pode-se obter o controle de características como pureza, homogeneidade e tamanho de partículas (VERMA *et. al.* 2000). O objetivo deste trabalho é investigar a obtenção e caracterização estrutural de ferritas,  $AFe_2O_4$ , onde *A* pode ser substituído por íons de Mg, Zn e Cu, a partir da síntese por combustão em solução (SCS), utilizando nitratos metálicos como precursores inorgânicos e combustíveis.

### 2. METODOLOGIA

Os materiais utilizados como precursores para formação dos pós nanoestruturados foram: nitrato de ferro nonahidratado p.a.; nitrato de magnésio hexahidratado p.a.; nitrato de zinco hexahidratado p.a. e nitrato de cobre trihidratado p.a.; glicina; anidrido maleico; ácido cítrico, todos produzidos pela Vetec Química Fina Ltda – Brasil. Os nitratos foram aplicados na proporção 2:1, misturados em *becher* de vidro com pequena quantidade de água deionizada (suficiente para dissolução dos nitratos). A solução formada foi submetida a agitação e aquecimento, aproximadamente 60°C, e em seguida foi adicionado o combustível, permanecendo ainda sob essa temperatura e agitação durante alguns minutos para homogeneização da mistura. As reações de combustão ocorreram em placa elétrica aquecida à 350°C. As fases cristalinas obtidas, assim como a estimativa do tamanho de cristalito, foram obtidas a partir de difração de raio X (DRX) em um difratômetro Philips, modelo X'Pert MPD operado a 40 kV e 40 mA. Os tamanhos de cristalito das amostras foram obtidos a partir do programa *Win Fit* com auxílio do difratograma. A caracterização morfológica foi obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (TEM), a partir dos equipamentos Jeol 6060 e Jeol 1200-120 kV, respectivamente.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 representa a coloração dos pós sintetizados. Tons mais escuros podem ser atribuídos à permanência de resíduo de carbono oriundo do

combustível, o qual não sofre decomposição completa devido à baixa temperatura.

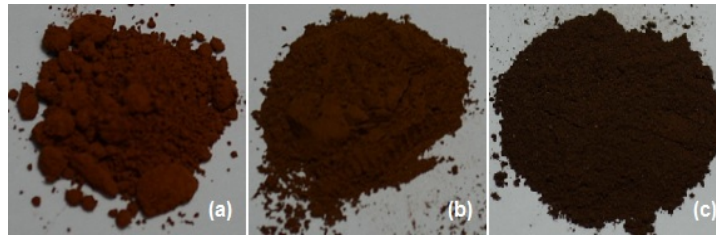


Figura 1 – Coloração das amostras de  $ZnFe_2O_4$  obtidas dos combustores: (a) glicina, (b) anidrido maleico e (c) ácido cítrico.

A Figura 2 apresenta os difratogramas das amostras da ferrita de zinco ( $ZnFe_2O_4$ ), da ferrita de cobre ( $CuFe_2O_4$ ) e da ferrita de magnésio ( $MgFe_2O_4$ ), obtidas a partir de diferentes combustíveis. Pode-se identificar as fases cristalinas formadas com maior intensidade nas amostras obtidas com glicina (ZG, CG e MG), por este motivo estas amostras foram escolhidas para serem analisadas morfologicamente.

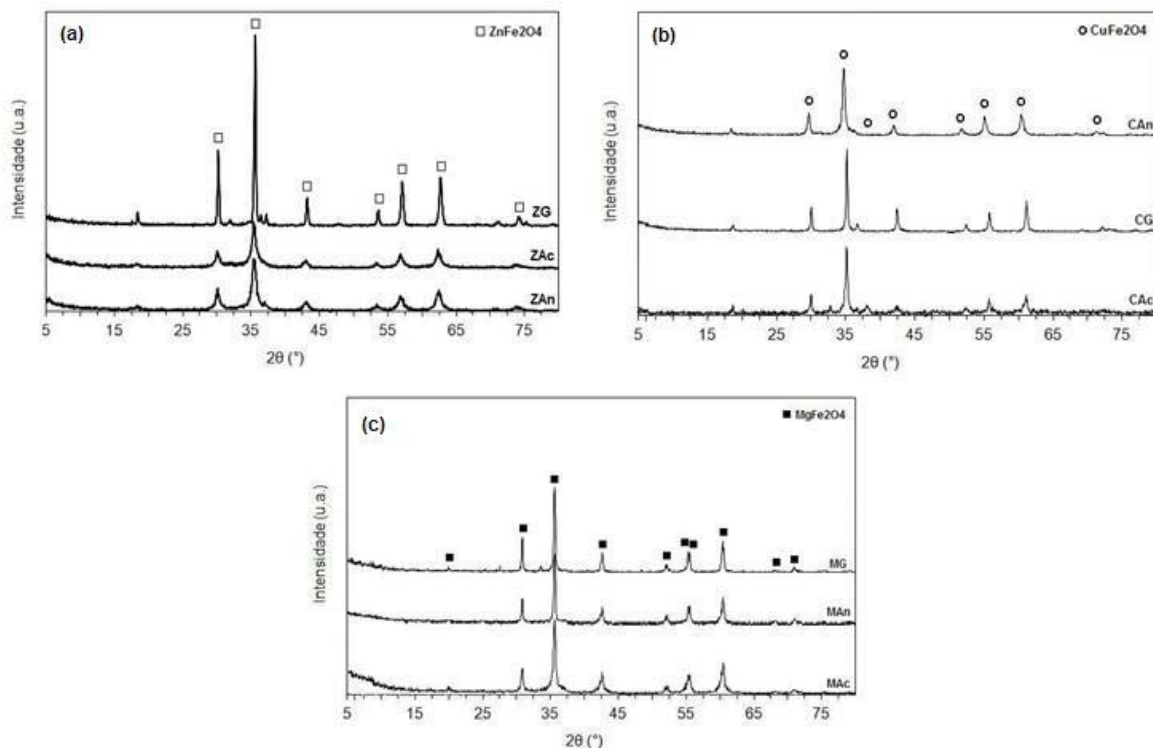


Figura 2 – DRX das amostras obtidas por SCS a partir de diferentes combustíveis: (a)  $ZnFe_2O_4$  com glicina (ZG), com ácido cítrico (ZAc) e anidrido maleico (ZAn); (b)  $CuFe_2O_4$  com glicina (CG), com ácido cítrico (CAc) e anidrido maleico (CAn); (c)  $MgFe_2O_4$  com glicina (MG), com ácido cítrico (MAc) e anidrido maleico (MAn).

Na Figura 3, pode-se observar a partir da análise por MEV a morfologia aglomerada das amostras de ferritas obtidas com glicina. A formação de grandes sistemas aglomerados, como neste caso, é típico de partículas nanoestruturadas. Na Figura 4, a imagem obtida por MET permitiu analisar além das características morfológicas, o tamanho médio de cristalito, das amostras de ferritas. A amostra

ZG, apresenta cerca de 55 nm, enquanto as amostras MG e CG apresentam 45 e 30nm, respectivamente. Estes valores corroboram com o valor estimado pelo método *Single Line* por DRX conforme Figura 5.

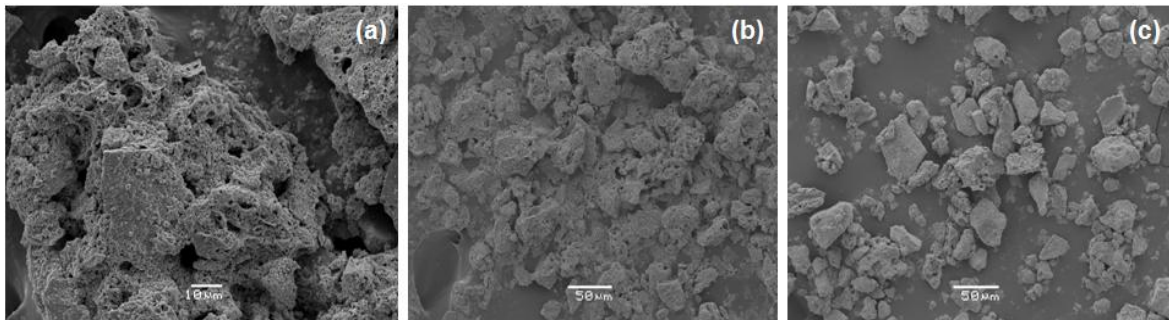


Figura 3 – Microscopia eletrônica de Varredura (MEV) de ferrita de zinco ( $ZnFe_2O_4$ ) produzida por SCS na reação estequiométrica com glicina (amostra ZG).

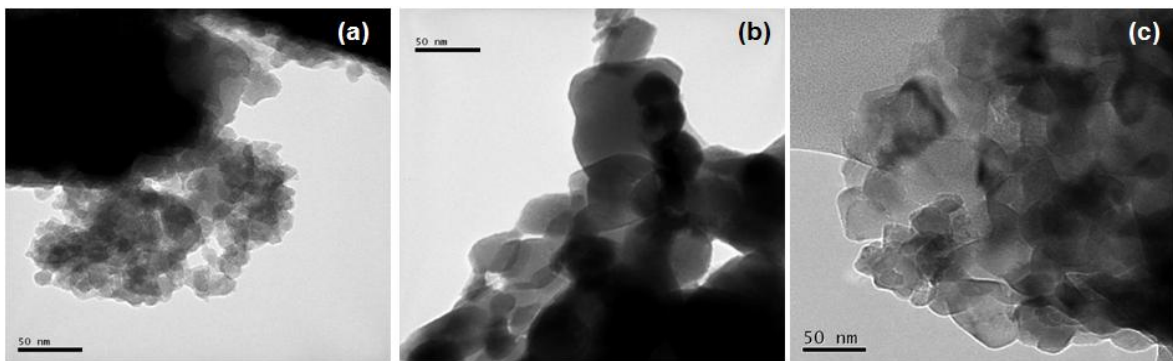


Figura 4 – Microscopia eletrônica de transmissão (MET) de ferrita de zinco ( $ZnFe_2O_4$ ) produzida por SCS na reação estequiométrica com glicina (amostra ZG).

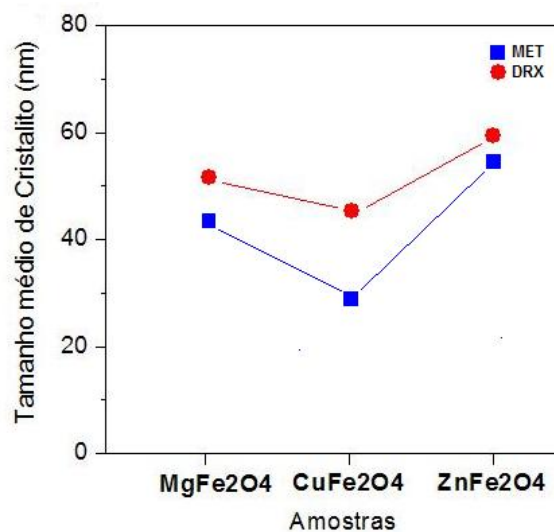


Figura 5 – Relação entre tamanho médio de cristalito, calculado por *Single-line* com auxílio de DRX e MET, e amostras de ferritas obtidas com glicina via SCS.

#### 4. CONCLUSÕES

Foi possível obter as ferritas nanoestruturadas a partir da reação de combustão em chapa aquecida, utilizando ácido cítrico, anidrido maleico e glicina, separadamente, como combustíveis. Os difratogramas das amostras obtidas com glicina apresentaram satisfatória cristalinidade, por esse motivo foram analisadas morfológicamente. O maior tamanho de cristalito foi da amostra ZG, 55-60nm, enquanto o menor foi da amostra CG, 30-45 nm. Também foi observado que a morfologia do pó sintetizado é composta de aglomerados e poros micrométricos. A caracterização morfológica e estrutural condiciona o material obtido não somente para aplicações como material magnético, mas também como material para pigmentos, devido à sua coloração homogênea.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

HUANG, Y.; TANG, Y.; WANG, J.; CHEN, Q. Synthesis of  $MgFe_2O_4$  nanocrystallites under mild conditions. **Materials Chemistry and Physics**, v. 97, p. 394-397, 2006.

LIU, Y. L.; LIU, Z. M.; YANG, Y.; YANG, H. F.; SHEN, G. L.; YU, Q. R. Simple synthesis of  $MgFe_2O_4$  nanoparticles as gas sensing materials. **Sensors and Actuators B: Chemical**, v. 107, p. 600-604, 2005.

COQUAY, P.; PEIGNEY, A.; DE GRAVE, E.; VANDENBERGHE, R. E.; LAURENT, C. Carbon nanotubes by a CVD method. Part II: Formation of nanotubes from (Mg, FeO) catalysts. **Journal of Physical and Chemistry B**, v.106, p. 13199- 13210, 2002.

CANDEIA, R. A.; SOUZA, M. A. F.; BERNARDI, M. I. B.; MAESTRELLI, S. C.; SANTOS, I. M. G.; SOUZA, A. G.; LONGO, E.  $MgFe_2O_4$  pigment obtained at low temperature. **Materials Research Bulletin**, v. 41, p. 183-190, 2006.

VERMA, A.; GOEL, T.C.; MENDIRATTA, R.G.; KISHAN, P. Magnetic properties of nickel–zinc ferrites prepared by the citrate precursor method. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 208, p. 13-19, 2000.