



**UNIVERSIDADE FEDERAL
DO MARANHÃO**

CENTRO DE CIÊNCIAS DE SÃO BERNARDO - CCSB

UNIVERSIDADE FEDERAL DO MARANHÃO

EDITAL AGEUFMA Nº 21/2023

PIBIC/CNPq/ CNPq-AF/FAPEMA/UFMA/VOLUNTÁRIO 2023-2024

**NANOPARTÍCULAS DE FERRITA DE
COBRE, NÍQUEL E MANGANÊS VIA DE
MÉTODO DE COPRECIPITAÇÃO E SOL-GEL
PROTEÍCO: ESTUDO DAS
CARACTERÍSTICAS ESTRUTURAIS,
MORFOLÓGICO, ELETRICAS E
MAGNETICAS.**

Prononente: <Prof. Dr. Thiago Targino Gurgel>

São Bernardo - MA

Março - 2023

SUMÁRIO

1.	Identificação da proposta	1
2.	Justificativa voltada para Desenvolvimento Tecnológico e Inovação	1
3.	Objetivo	2
4.	Métodologia	2
5.	Resultados e impactos esperados	5
6.	Mecanismos de transferência de resultados	Erro! Indicador não definido.
7.	Cronograma	6
8.	Infraestrututa para o desenvolvimento do projeto	Erro! Indicador não definido.
9.	Envolvimento com Empresas Privadas e/ou Públicas	Erro! Indicador não definido.
10.	Referências bibliográficas	7
11.	Referências de patentes	Erro! Indicador não definido.

1. IDENTIFICAÇÃO DA PROPOSTA

Título: NANOPARTÍCULAS DE FERRITA DE COBRE, NÍQUEL E MANGANÊS VIA DE MÉTODO DE COPRECIPITAÇÃO E SOL-GEL PROTEÍCO: ESTUDO DAS CARACTERÍSTICAS ESTRUTURAIS, MORFOLÓGICO, ELETRICAS E MAGNETICAS.

Edital: EDITAL AGEUFMA Nº 21/2023

PIBIC/CNPq/ CNPq-AF/FAPEMA/UFMA/VOLUNTÁRIO 2023-2024

Proponente: Thiago Targino Gurgel

Contato: (84)997032008 tt.gurgel@ufma.br

1.1. Equipe Executora do projeto

Thiago Targino Gurgel – docente - 1185550

Franceline Silva de Sousa Araujo – discente - 2020032032

Silvana Araujo Rodrigues – discente - 2018034826

Mayke Santos Abreu – discente - 2019037303.

2. JUSTIFICATIVA VOLTADA PARA DESENVOLVIMENTO TECNOLÓGICO E INOVAÇÃO

O estudo das ferritas tipo espinélio, tais como as ferritas de cobre, níquel e manganês, tem atraído ultimamente grande atenção devido a uma série de aplicações que abrangem os campos da ciência e da tecnologia (XUAN et al., 2010; LAURENT et al., 2008; SUCHANEK, 2009).

De acordo com Xu e colaboradores, tais ferritas são materiais de interesse não só para a pesquisa básica em magnetismo, mas também pelo seu potencial em futuras aplicações tecnológicas. Esses materiais dependendo da forma como foi processado pode estar adequados às diversas aplicações como, materiais magnéticos, sensores de gás, catalisadores, foto catalisadores e materiais absorventes entre outros.

Utilizando rotas de sínteses diferentes e alterando as variáveis de produção, é possível ajustar as propriedades químicas, elétrica, magnética e mecânica das ferritas de cobre, níquel e manganês, de forma a melhorar estas ou aquelas características desejáveis.

3. OBJETIVO

3.1 Objetivo geral

Investigar os processos de sínteses por coprecipitação e Sol-gel protéico como alternativa para obtenção de nanopartículas das ferritas de cobre, níquel e manganês, avaliando o impacto dessas rotas nas características estruturais, morfológicos, elétricos e magnéticos.

2.2 Objetivos específicos

Avaliar as alterações sofridas nas propriedades das das ferritas de cobre, níquel e manganês . Determinar as melhores condições de calcinação da fase de cada ferrita, a depender do método usado. Analisar a variação do tamanho médio de cristalito, microdeformação e parâmetros de rede da fase de ferrita de zinco obtida, procurando correlacionar tais possíveis alterações com o método de síntese. Observar a influência do processo proposto sobre a morfologia ferritas. Estudar as propriedades morfológicas, estruturais, elétricas e magnéticas dos novos materiais produzidos. Caracterizar as propriedades físicas dos materiais novos de fato que evidenciem resposta magnetoelétrica: magnetização, histerese magnética, relaxação magnética, resistividade elétrica, magnetorresistência, calor específico, polarização elétrica e histerese ferroelétrica. Determinação de propriedades dielétricas, através de espectroscopia de impedância, dos materiais objetos de estudo desta proposta.

4. METODOLOGIA

4.1 Técnica Coprecipitação:

Na literatura, o termo coprecipitação é utilizado para designar o método de preparação de pós precursores, no qual a solução contendo a mistura de cátions é condicionada para que estes precipitem juntos. Portanto, o método de coprecipitação, é o da precipitação simultânea . Para este método, acredita-se que inicialmente ocorra a formação de hidróxidos ou oxihidróxidos dos metais, onde esta fase seria formada de partículas coloidais sólidas pela coprecipitação dos cátions metálicos no meio alcalino.

O processo de coprecipitação homogênea à temperatura ambiente resulta na formação de sólidos, cristalinos ou amorfos, nos quais as propriedades químicas e magnéticas dependem das condições do processo no qual foram formados. Para garantir uma boa reprodutibilidade e bom desempenho do produto final, o controle cuidadoso de algumas variáveis é muito importante. As variáveis que devem ser controladas com maior cuidado são: pH final da solução de precipitação, tipo de ânion, ordem de adição dos reagentes, concentração dos metais, razão molar dos metais, temperaturas de precipitação e calcinação, velocidade de agitação, e outras. Estas variáveis afetam de forma significativa a natureza, a homogeneidade, o tamanho, o comportamento magnético e a energia da superfície das partículas resultantes.

Este método consiste em dois processos: a nucleação (formação de centros de cristalização) e o crescimento subsequente das partículas. As taxas relativas destes dois processos determinam o tamanho e a polidispersão das partículas obtidas. O controle do tamanho das partículas é estabelecido na etapa de coprecipitação. Desta forma, para que os resultados sejam reprodutíveis é importante que as condições experimentais já citadas acima sejam fixadas. Sabe-se que quanto maior a velocidade de agitação da solução, menor é o diâmetro médio das partículas, este comportamento indica que o mecanismo de crescimento das partículas em função da velocidade de agitação por reação de condensação química é dominante, sobretudo, pela difusão de nanopartículas através do meio.

4.2 Método sol-gel proteico

Primeiramente, realizaram-se cálculos estequiométricos envolvendo os reagentes. Para a síntese, foram utilizados 6 g de ZnFe_2O_4 e 6 g de ZnO com o volume da solução de concentração 3,58 g/L da pectina.

Com o auxílio de uma pipeta graduada foram adicionados 49,8 mL de solução pectina à concentração de 3,58 g/L em um béquer de 250 mL. Em seguida foram adicionadas a essa solução as massas de 20,13 g de nitrato de ferro III nonahidratado e 7,46 g de nitrato de zinco hexahidratado, previamente medidas em balança analítica. Tais quantidades

obedecem à proporção molar dos íons metálicos de 2:1, necessários para a formação da ferrita, respectivamente. A mistura foi homogeneizada sobre agitação em um agitador magnético.

Procedimento similar se empregou para a síntese de ZnO, porém a massa de nitrato de zinco hexahidratado e o volume da solução da pectina foram 22,08 g e 147,4 mL, respectivamente. Posteriormente, transferiram-se essas amostras para uma estufa e submetidas a uma temperatura de 373 K por um período de 24 h.

4.3 Difração de raios X (DRX)

As medidas de difração de raios X na forma de pó foram realizadas em difratômetro Xpert MPD (PANalytical) usando radiação de $\text{CoK}\alpha$ ($\lambda = 1,7889 \text{ \AA}$) operado a 40 kV e 40 mA localizado no laboratório de raios X do Departamento de Física da Universidade Federal do Ceará. A DRX de alta-resolução foi obtida com um monocromador híbrido de feixe paralelo, formado por um espelho e dois cristais de Ge cortados na direção (200), produzindo um feixe paralelo altamente monocromático. Os dados foram coletados com o detector de estado sólido Pixel utilizando 255 canais, com passo mínimo de varredura de $0,013^\circ$ em intervalo angular 2θ de 10° a 100° , com o tempo de contagem de 150 segundos. Uma fenda de $1/4^\circ$ foi usada para limitar o feixe incidente sob as amostras. O tipo de varredura de todas as medidas foi theta-theta (θ/θ), representada na Figura 8. As amostras foram preparadas utilizando uma placa de Silício monocristalino chamada zero-background nas dimensões de 25 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, possuindo uma cavidade de 0,2 mm de profundidade e 10 mm de diâmetro. A identificação das fases presentes foi realizada utilizando o software Xpert HighScore da PANalytical (DEGEN et al., 2014). O refinamento estrutural e análise quantitativa das nanopartículas foram realizados pelo método de Rietveld (RIETVELD, 1967, 1969) utilizando pacote de software GSAS (LARSON; DREELE, 2004) com a interface EXPGUI (TOBY, 2001).

4.4 Microscopia eletrônica de varredura

As imagens de microscopia eletrônica de varredura (do inglês: Scanning electron Microscopy- SEM) foram realizadas no equipamento modelo Quanta 450 FEG-FEI operando sob tensão de 20 kV em módulo SE, pertencente a Central Analítica da UFC, localizado no

Departamento de Física. As amostras sem magnetismo aparente foram preparadas utilizando fita de carbono dupla face fixada sobre suporte de alumínio. Para as amostras com magnetismo aparente, cola de prata coloidal foi utilizada em substituição da fita de carbono de dupla face.

4.5 Análises magnéticas

O comportamento magnético das amostras foi analisado utilizando um sistema de medição de propriedades físicas (do inglês: Physical Property measurement System - PPMS), operando no módulo magnetômetro de amostra vibrante (do inglês: Vibrating Sample Magnetometer - VSM), da Quantum Designs modelo Dynacool, USA, localizado no Departamento de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Norte. As Medidas magnéticas de resfriamento a campo zero (do inglês: Zero Field Cooling – ZFC) e resfriamento em campo (do inglês: Field Cooling - FC) foram realizadas em um intervalo de temperatura de entre 5 K e 300K aplicando-se campo de exploração de 200 Oe. Curvas de magnetização isotérmicas, com campos magnéticos no valor de até 100 kOe foram adquiridas nas temperaturas de 5 K, 50 K, 100 K, 200 K e 300 K

4.6 Espectroscopia de Impedância

Para as medidas de espectroscopia de impedância, faremos pastilhas cerâmicas que serão polidas com pó de alumínio. O contato elétrico será feito aplicando tinta ou pasta de Platina nas faces paralelas dos discos para posteriormente colocarmos no forno a 700oC por 30 minutos aproximadamente.

As medidas serão executadas na região de frequência de 5 Hz até 13 MHz, com um potencial aplicado de 500 mV, usando um Analisador de Impedância Solartron 1260 controlado por um software não comercial via computador pessoal.

As medidas de ac serão feitas isotermicamente, a temperaturas de 15 K até 295 K usando um criostato ou dedes 300 K até 850 K utilizando um forno acoplado à amostra.

5. RESULTADOS E IMPACTOS ESPERADOS

Indicadores de resultados ao final do projeto:

Trabalhos apresentados em congressos regionais e nacionais.

Monografia de Graduação.

Projetos de iniciação científica.

Artigos científicos.

2 trabalhos apresentados em congressos nacionais ou encontros internacionais

3 monografia de Graduação.

3 projetos de iniciação científica

3 artigos científicos submetidos

Com a formação de recursos humanos nesta área, o Estado passa a ter influência e impacto no contexto nacional, de forma a atrair contatos e colaboradores na mesma. Isto trará mais subsídios para formação de pessoal, tais como bolsas de pesquisa e pós-graduação. As publicações obtidas surtirão o mesmo efeito acima, além da valorização e reconhecimento do Estado do Maranhão pela comunidade científica como presente no setor científico-tecnológico. Isto levará a participações em eventos de projeção nacional e internacional.

6. CRONOGRAMA

Atividades	2023					2024						
	AGO	SET.	OUT.	NOV.	DEZ.	JAN.	FEV.	MAR.	ABR.	MAIO	JUN.	JUL.
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA DAS FERRITAS NA LITERATURA	X	X										
PREPARAÇÃO DAS PRIMEIRAS AMOSTRAS VIA SÍNTESE DE COPRECIPITAÇÃO E SOL-GEL PROTÉICO			X	X								
CARACTERIZAÇÃO DAS AMOSTRAS POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X E DTA					X	X	X					
MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO DC COMO FUNÇÃO DA TEMPERATURA, DO CAMPO MAGNÉTICO NAS AMOSTRAS								X				

SINTETIZADAS												
REUNIÕES SEMANAIS COM O ORIENTADOR E PARTICIPAÇÃO DE SEMINÁRIO DE GRUPO								X	X			
PREPARAÇÃO E APRESENTAÇÃO DE TRABALHOS EM CONGRESSOS									X	X		
ESCRITA E SUBMISSÃO DE ARTIGOS										X	X	X
RELATORIO FINAL DO PROJETO											X	X

7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. L.G. Tejuca, J.L.G. Fierro, Properties and applications of perovskite-type oxides, Marcel Dekker Inc.,1993.
2. H. Rogalla, D.H. Blank, Applied Superconductivity, Institute of Physics Publishing, 1997.
3. T.A. Kaplan, S.D. Mahanti, Physics of manganites, Kluwer Academic, 1999.
4. M.S. Park, S.K. Kwon, S.J. Youn, B.I. Min, Half-metallic electronic structures of giant Magnetoresistive spinels: $\text{Fe}_{1-x}\text{Co}_x\text{Cr}_2\text{S}_4$ ($x = 0.0, 0.5, 1.0$), Phys. Rev. B59,10018 (1999).
5. J.F. Scott, Ferroelectric memories, Springer, 2000.
6. K. Uchino, Piezoelectric actuators, Kluwer Academic, 1997.
7. T.G. Nenov, Ceramic sensors, Technomic, 1996.
8. L.L. Hench, J.K. West, Principles of electronic ceramics, John Wiley & Sons, 1990.
9. W. Wong-Ng, T. Holesinger, G. Riley, R. Guo, Perovskite oxides for electronic energy conversion, American Ceramic Society, 2000.
10. E. Iguchi, T. Itoga, H. Nagatsugawa, F. Munakata, K. Furuya, J. Phys. D: Appl. Phys. 34, 1017 (2001)
11. T.W. Noh, J.H. Jung, H.J. Lee, K.H. Kim, J. Yus, E.J. Choi, Y. Morimoto, Optical properties of perovskite, J. Korean Phys. Soc. 36, 392 (2000).
12. M. Fiebig, T. Lottermoser, D. Fröhlich, A. V. Goltsev, and R. V. Pisarev, Nature (London) 419, 818 (2002).

13. J. Wang, J. B. Neaton, H. Zheng, V. Nagarajan, S. B. Ogale, B. Liu, D. Viehland, V. Vaithyanathan, D. G. Schlom, U. V. Waghmare, et al., Science 299, 1719 (2003).
14. T. Kimura, S. Kawamoto, I. Yamada, M. Azuma, M. Takano, and Y. Tokura, Phys. Rev. B 67, 180401(R) (2003).
15. T. Kimura, T. Goto, H. Shintani, K. Ishizaka, T. Arima, and Y. Tokura, Nature (London) 426, 55 (2003).