OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS DE ÓXIDO DE COBALTO PELO MÉTODO PECHINI

Mahmud Hussein El Farou (ICV-UNICENTRO), Luiz Fernando Cótica, Ricardo Yoshimitsu Miyahara (Orientador), e-mail: mahmudfarou@yahoo.com.br.

Universidade Estadual do Centro-Oeste/Departamento de Física, Guarapuava, PR.

Ciências Exatas e da Terra – Física – 1.05.00.00-6

Palavras-chave: materiais magnéticos, nanopartículas, precursores poliméricos.

Resumo:

A pesquisa sobre materiais nanoestruturados tem ganhando cada vez mais destaque, devido à sua variada gama de aplicações. Em seu estudo, observa-se um grande interesse pelas propriedades elétricas e magnéticas destes materiais. Neste trabalho, foram produzidas nanopartículas magnéticas de óxido de cobalto, através do Método Pechini. Também estudou-se suas características estruturais e suas aplicações nos mais diversos campos.

Introdução

Recentemente, a pesquisa e produção de materiais em escala nanométrica têm recebido grande atenção. Vários métodos foram desenvolvidos para a síntese desses materiais, especialmente óxidos de metais de transição, pois eles apresentam características únicas, principalmente em termos magnéticos e elétricos.

O óxido de cobalto (II, III), Co_3O_4, bem como outras nanopartícuas que possuam cobalto em sua composição, têm despertado interesse devido à sua interessante dependência entre forma e tamanho no que remete às suas propriedades (Bhatt, 2011). Além disso, essa classe de materiais possui aplicações em sensores eletroquímicos e filmes finos, mas o que tem atraído mais atenção é a possibilidade de aplicações na medicina, atuando em um sistema “delivery” de drogas, contrastes de imagens ou em tratamento de câncer, através da hipertermia. Sabe-se também que o óxido de cobalto é um material antiferromagnético que exibe o fenômeno do tunelamento quântico da magnetização (Papis, 2009).

A síntese desse material se deu através do chamado Método Pechini (Pechini, 1967), também chamado de método dos precursores poliméricos, sendo ele uma rota sol-gel que apresenta grandes vantagens na síntese de materiais nanoestruturados, pois possibilita uma síntese a temperaturas baixas, num processo que apresenta baixa contaminação e possibilidade de obtenção de materiais homogêneos e nanoestruturados (Lena, 2008).

Neste trabalho, procurou-se sintetizar nanopartículas magnéticas de óxido de cobalto utilizando o Método Pechini, bem como caracterizar o material e posteriormente estudar suas possibilidades de aplicações.

Materiais e métodos

Para a preparação do material, foi utilizada uma variação do Método Pechini.

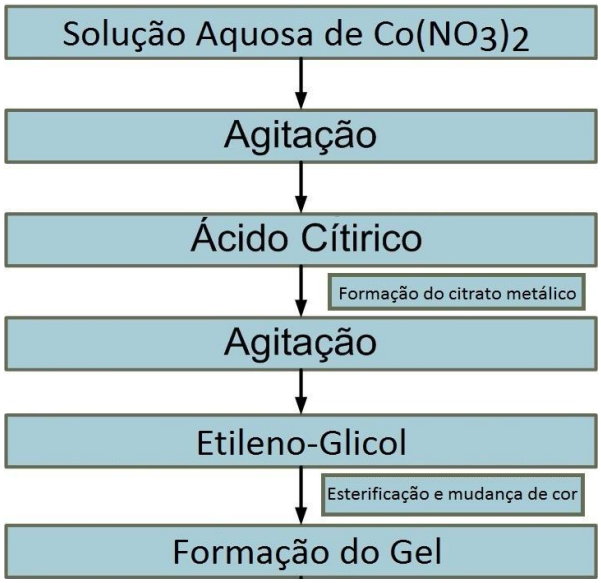

Figura 1 – esquema para a preparação do gel através do Método Pechini.

A Figura 1 mostra um esquema através de fluxograma da metodologia empregada na preparação do gel, base para a produção do material. A escolha do sal foi feita levando-se em conta que o Co forma a rede desejada. Além disso, os materiais indesejáveis que seriam formados, tais como os nitratos, eram facilmente removidos com uma calcinação a uma temperatura moderada.

O processo teve início a partir de uma solução aquosa de nitrato de cobalto homogeneizada e mantida sob agitação e temperatura constante de

80°C. A esta solução, foram adicionados ácido cítrico para a formação de um citrato metálico, e etilenoglicol, seguido de agitação.

O gel obtido foi seco em estufa para remoção do excesso de água. Então, o material passou por uma calcinação a 300°C. Esse aquecimento causou a expansão do material por aprisionamento de gases, resultando desta pirólise um material frágil, semelhante a uma espuma, denominado "puff". O "puff" foi moído, obtendo-se um pó finamente dividido. Este pó foi novamente calcinado, em diferentes temperaturas, por 2 horas, para finalizar a produção do composto esperado. O material resultante foi analisado através de Dynamic Light Scattering (DLS) e Difração de Raios X (DRX).

Resultados e Discussão

Inicialmente, observou-se o tempo para que ocorresse a esterificação da solução. A solução apresentava uma coloração avermelhada e adquiriu coloração arroxeada, tornou-se mais viscosa e a sua temperatura aumentou para valores entre 90°C e 110°C. A mudança de coloração e viscosidade da solução sinalizou que a esterificação foi realizada com sucesso. A secagem em estufa ocorreu com temperatura de 100°C, formando uma resina que posteriormente foi calcinada e preparada para as análises.

Observa-se na Figura 2 que as amostras analisadas através de DRX apresentam um comportamento semelhante, e indicam a fase desejada do óxido de cobalto.

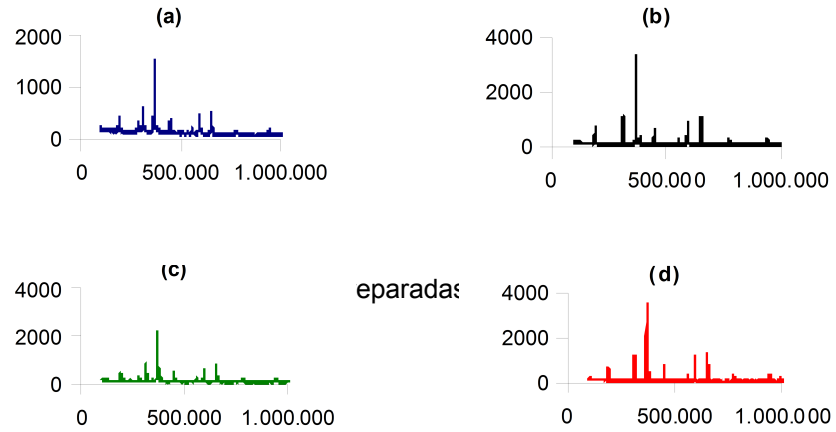

Figura 2: eparadas °C e (d) 600°C.

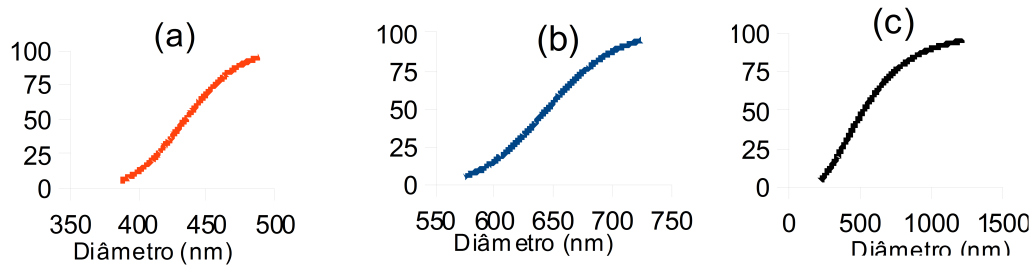

Figura 3: Gráficos da distribuição de diâmetros, em nanômetros, das nanopartículas. Em (a) a análise foi feita com diluição da amostra em etanol, em (b) utilizou-se o metanol para diluição e em (c) a amostra foi diluída em água.

Em etanol, observou-se um diâmetro médio de 435,4 nm. Em metanol, o diâmetro médio foi de 649,4 nm e em água, foi de 529,5 nm, conforme indicam os gráficos da Figura 3.

Conclusões

Utilizar o Método Pechini, dentro dessa variação para a produção de nanopartículas de óxido de cobalto, provou ser um método rápido, eficaz e de alto aproveitamento.

Observou-se que a distribuição das nanopartículas mostrou-se mais homogênea quando diluídas em um álcool do que em água, porém, foi observada uma grande variação nos diâmetros entre as três análises realizadas. De forma geral, observa-se uma distribuição heterogênea dos tamanhos para amostras diluídas em líquidos diferentes, o que podemos atribuir à aglomeração dos pós, devido à interações magnéticas, influenciando nas medidas de DLS.

Verificou-se também um comportamento semelhante das amostras analisadas, com indicação da fase desejada do material preparado, bem como indícios de fases amorfas.

Esse material pode ser aplicado na eletroquímica, no campo de sensores e catalisadores. Na medicina, o que ganha destaque é a ferrita de cobalto ($CoFe_2O_3$), que pode ser produzida através da mesma metodologia.

Agradecimentos

Ao Laboratório de Nanotecnolgia (DEFAR – UNICENTRO) e ao Laboratório de Raios X (Departamento de Física - UEM).

Referências

BHATT, A.S; BHAT, D.K; TAI, C; SANTOSH, M.S. Microwave-assisted synthesis and magnetic studies of cobalt oxide nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics.* 2011, 125, 347-350.

PAPIS, E; ROSSI, F; RASPANTI, M; DALLE-DONNE, I; COLOMBO, G; MILZANI, A; BERNARDINI, G; GORNATI, R. Egineered cobalt oxide nanoparticles readily enter cells. *Toxicology Letters*. 2009, 189, 253-259.

PECHINI, M.P. U.S. Patent 3 330 697, 1967.

LENA, E., SOCHODOLAK, P. V., CÓTICA, L.F., FREITAS, V. F., MIYAHARA, R. Y. STRUCTURAL AND MICROSTRUCTURAL PROPERTIES OF BIFEO3 THIN FILMS IN: *VII ENCONTRO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE PESQUISA EM MATERIAIS - SBPMAT*, 2008, GUARUJÁ, SP.