

Síntese e análise de nanopartículas magnéticas de CoFe_2O_4

Hugo Araújo dos Santos e Tatiane da Silva Nascimento Sales
Instituto de Pesquisas Energéticas Nucleares (IPEN)

Os nanomateriais, especialmente as nanopartículas magnéticas (MNPs), têm potencial para revolucionar setores como eletrônica, farmácia, agricultura e medicina, devido à sua manipulação por campos magnéticos externos. A ferrita de cobalto (FeCo_2O_4) se destaca por alta coercividade, magnetização moderada, alta temperatura de Curie (793 °C) e estabilidade estrutural, sendo sintetizada de forma simples e econômica via coprecipitação. As MNPs são promissoras para terapias não convencionais como hipertermia e drug delivery no tratamentos de tumores, por serem da ordem de nano (1 - 100 nm) penetrando facilmente nas células devido ao seu tamanho reduzido. As MNPs possuem fórmula geral MFe_2O_4 , onde M pode ser um ou mais metais. Neste contexto, elementos que são tóxicos, como o cobalto (Co^{2+}), mas apresenta uma boa resposta ao campo magnético, podem ser recobertos com Al_2O_3 e pode inibir os efeitos tóxicos [1-2].

Com perspectiva de aplicação o conhecimento sobre propriedades estruturais e magnéticas são essenciais. As técnicas como difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de transmissão (MET) e termogravimetria (TGA) permite um estudo sobre a estrutura, fase cristalina, tamanho e estabilidade térmica do material. Mas, investigação sobre propriedades pontuais podem ser realizadas utilizando um núcleo sonda ($^{111}\text{In} \rightarrow ^{111}\text{Cd} + \gamma$), que fornecerá informações sobre os dopantes, vacâncias de oxigênio e defeitos estruturais. Assim, a técnica de Correlação Angular gama-gama perturbada (CAP) é essencial, pois fornece os valores das interações hiperfinas[3].

OBJETIVO

A produção e caracterização de uma nanopartícula magnética (FeCo_2O_4) que

permita futuras aplicações em drug delivery e hipertermia.

As nanopartículas magnéticas (MNPs) de FeCo_2O_4 foram sintetizadas por coprecipitação, misturando cloreto de ferro e cloreto de cobalto com hidróxido de amônio em água deionizada com pH ajustado para 10. Após agitação e precipitação, o pó marrom escuro obtido foi lavado com água e acetona e seco a vácuo.

METODOLOGIA

Para caracterização com técnicas convencionais, foram utilizadas difração de raios-X (DRX) com equipamento Rigaku SmartLab, microscopia eletrônica de transmissão (MET) com o JEM 2100 e termogravimetria (TGA) com o SDT 2960. A técnica de Correlação Angular gama-gama Perturbada (CAP) analisou as interações hiperfinas do núcleo sonda $^{111}\text{In} (^{111}\text{Cd})$, o aparato experimental é composto por quatro detectores cintiladores compostos por LaBr_3 , posicionados no plano a 90° entre si, os sinais são digitalizados através do digitalizado da CAEN-6751.

RESULTADOS

As análises de difração pós-síntese indicaram que a amostra era amorfa. Após tratamento térmico a 500 °C por 4 horas, o difratograma confirmou a formação da estrutura de espinélio cúbico de face centrada (grupo espacial Fd-3m) para as MNPs de FeCo_2O_4 . Na figura 1 é possível observar os resultados da termogravimetria (TGA), eles são estão divididos em três perdas de peso: i) em torno de 70°C, atribuída à desorção de água; ii) próxima de 335°C, associada à cristalização da estrutura; e iii) em 460°C, relacionada à transição estrutural do produto final. Não houve perda de peso além de 500°C, confirmando a formação de FeCo_2O_4 , como indicado pelo DRX.

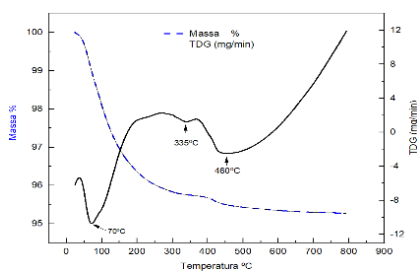


Fig. 1- A análise termogravimétrica (TGA) revela as etapas de formação da estrutura da ferrita CoFe_2O_4 .

Na figura 2 é exibido os resultados de MET, as MNPs forma homogênea arredondada. No entanto, em seu diâmetro não é possível afirmar a mesma homogeneidade.

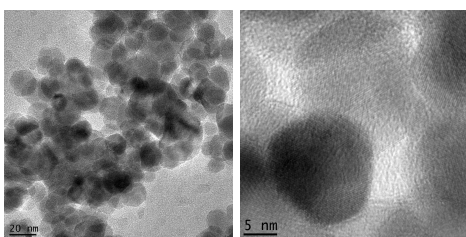


Fig.2- Imagens de MET das MNPs CoFe_2O_4 pós síntese.

Os resultados da Correlação Angular Perturbada (CAP) mostraram que a amostra pós-síntese (representada pela linha verde) apresentou baixa interação hiperfina, indicando que a estrutura ainda não estava formada. Após o tratamento térmico (linha vermelha), observou-se uma interação mais evidente, sugerindo uma estrutura cristalina definida. Esses dados permitiram determinar o valor aproximado do campo hiperfino magnético (ω_L).

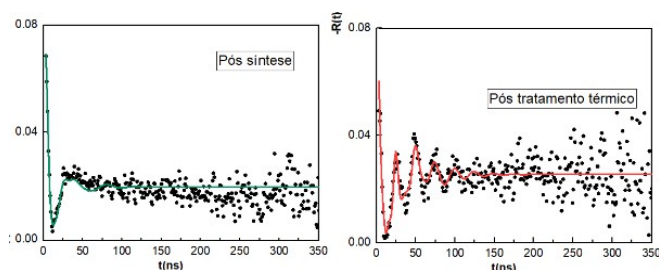


Fig.3- Resultado de CAP em que mostra a linha verde o fit dos dados experimentais pós síntese e a linha vermelha o fit do dados experimentais após tratamento térmico.

CONCLUSÕES

Nos resultados apresentados até o momento foi possível afirmar que a metodologia de coprecipitação foi adequada para produção das MNPs de FeCo_2O_4 , como apresentado nas imagens de MET que o diâmetro formado é da ordem de nano. As análises de DRX indicaram que a amostra pós síntese é amorfa, e corroboram com o TGA que evidenciou a transição para formação da estrutura inicial por volta de 70°C . Resultados esses condizentes com as medidas CAP em que não apresenta frequência para as medidas hiperfinas, indicando que a sonda não está em uma

estrutura cristalina. Após o tratamento térmico foi possível observar uma frequência relacionada a estrutura formada, como também apresentado nos resultados de DRX e TGA. Por fim, para formação da estrutura desejada foi necessário um tratamento térmico de 500°C em vácuo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] L. Shanshan, et al., Simple Preparation of Porous FeCo_2O_4 Microspheres and Nanosheets for Advanced Asymmetric Supercapacitors, *ACS Appl. Energy Mater.* V. 3, 11, pg. 11307–11317, (2020).

[2] S. Fariborz, et al., “Magnetic CoFe_2O_4 nanoparticles doped with metal ions: A review,” *Ceram. Int.* vol. 46, pp. 18391-18412, (2020).

[3] G. A. Cabrera-Pasca, et al., “Local inspection of magnetic properties in GdMnIn by measuring hyperfine interactions” *AIP Advances.* Vol.11, pp. 015322, (2021).

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

Os autores agradecem o apoio financeiro do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), Brasil.