

## SÍNTESE DE GEL DE FERRITA DE COBALTO (CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>)

Carolina Freire BARBOSA, Denilson RABELO  
Instituto de Química – Universidade Federal de Goiás  
[krolzinhafb@hotmail.com](mailto:krolzinhafb@hotmail.com)

Palavras-chaves: ferrita de cobalto, ferrimagnetismo, estabilização, caracterização.

### INTRODUÇÃO

As nanopartículas têm grande destaque na ciência moderna, uma vez que os nanomateriais podem ser aplicados em diversas áreas, como meio ambiente, medicina, biologia, indústria e outros. Os óxidos de ferro são amplamente aplicados na síntese de alguns nanomateriais. (DIEGUES)

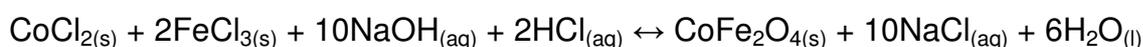
O óxido de ferro é encontrado na natureza, na forma de óxido de ferro II (Fe<sup>+2</sup>) ou óxido de ferro III (Fe<sup>+3</sup>), conhecido também como o mineral hematita. O óxido de ferro III, por sua vez, é um material magnético, pois apresenta comportamento magnético na presença de um campo externo – um ímã, por exemplo. (MACCURIE)

Existem vários tipos de materiais magnéticos. Os óxidos de ferro são classificados como materiais ferrimagnéticos, pois possuem momentos magnéticos antiparalelos alinhados, porém com intensidades diferentes de modo a não se anularem totalmente, apresentando magnetização na ausência de campo magnético aplicado. A magnetização espontânea apresentada pelos materiais ferrimagnéticos tende a diminuir até se anular na temperatura de Curie (*T<sub>c</sub>*). (MACCURIE)

Devido à grande necessidade em aplicação e à dificuldade em obter o óxido de ferro em grandes quantidades, metodologias de síntese do mesmo são desenvolvidas em laboratório. Alguns dos diversos tipos de métodos são: microemulsão, processo sol-gel, precipitação e evaporação gasosa. (DIEGUES)

O tipo de método utilizado define forma e uniformidade dos óxidos preparados. Além disso, ajustes das condições de preparo, como temperatura, velocidade de agitação, concentração de soluções e até mesmo tempo de reação, controlam algumas propriedades do produto, como a morfologia cristalina e a área superficial. (SCHWERMANN)

A equação que define a transformação química no meio reacional está descrita na Equação 1:



Equação 1: Estequiometria da formação da ferrita de cobalto

Transformações naturais como oxidação e aglomeração das partículas de óxidos e ferritas são muito comuns, devido à alta área superficial que possuem, além de terem uma composição química reativa ideal e interação de dipolo magnético. Dessa forma, para preservar propriedades magnéticas e para proteger as partículas tanto da oxidação quanto da aglomeração, técnicas de encapsulamento são realizadas, com o uso de carbono, sílica, metais preciosos, óxidos metálicos, polímeros orgânicos e surfactantes. (MARINS)

Os polímeros ou surfactantes podem estar quimicamente ligados ou fisicamente absorvidos, formando camadas simples ou duplas. Entre os tensoativos orgânicos, o ácido oleico pode ligar-se fortemente à superfície de metais com óxidos negativos por meio do grupo carboxila. É muito utilizado na síntese de ferritas. O uso de polímeros, por sua vez, tem sido cada vez mais interessantes, uma vez que os polímeros podem aumentar as forças repulsivas mais que os próprios surfactantes. Além disso, uma cobertura de polímeros sobre a superfície de certo material resulta num alto potencial de aplicação em muitos campos. (MARINS)

## MATERIAIS E MÉTODOS

A ferrita de cobalto foi sintetizada via reação de co-precipitação de uma solução contendo os sais de cloreto de ferro (III) e cloreto de cobalto (II). Foram preparadas duas soluções diferentes e em béqueres separados.

Para a síntese da solução I pesou-se 13,51 g de cloreto de ferro (III) –  $\text{FeCl}_3$  - 5,95 g de cloreto de cobalto ( $\text{CoCl}_2$ ), 100 g de água destilada e 10 mL de ácido clorídrico concentrado (HCl). Todos os reagentes foram colocados em um béquer de capacidade volumétrica de 250 mL com uma barra magnética para agitação. O sistema ficou sob agitação por 30 minutos até a total dissolução dos sais.

A solução II – solução de hidróxido de sódio a 3,0 M - foi preparada por 12 g de hidróxido de sódio (NaOH) e 100 g de água destilada, em um béquer de capacidade de 1000 mL. Da mesma forma que a solução I, a solução II também ficou sob agitação magnética até a total dissolução do hidróxido de sódio.

Ao final do tempo de dissolução certificou-se de que a solução II estava sob aquecimento e atingira a temperatura de 70 °C. Assim, a solução I foi gotejada lentamente sobre a solução II, com o auxílio de um balão de adição de capacidade volumétrica de 250 mL.

Após a total adição da solução I sobre a solução II, adicionou-se cerca de 400 mL de água destilada ao sistema e deixou-o em agitação e sob temperatura de 85 a 90 °C por 2 horas. Adicionou-se, então, 10 mL de ácido oléico, lentamente e em agitação constante. Após essa adição, observou-se a constante precipitação do gel no fundo do béquer e a separação de fase do sistema.

Para a purificação do gel formado, utilizou-se apenas água destilada e álcool etílico. Adicionou-se 200 mL de água destilada e deixou em agitação e aquecimento a 70 °C por trinta minutos. Decantou magneticamente o material e trocou-se a água. Repetiu essa etapa por três vezes. A purificação com álcool etílico foi feita adicionando-se 50 mL de álcool, agitando e decantando magneticamente. Repetiu essa etapa por três vezes.

Após a purificação do gel, filtrou-o á vácuo e levou-se o mesmo para estufa, por 24 horas e sob temperatura de, aproximadamente, 60 °C. Após a secagem, retirou-se o material da estufa e caracterizou-o pelas técnicas de Espectroscopia de Absorção da Região do Infravermelho (FTIR) e Difração de Raio-X (DRX).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A solução I disponibiliza os íons de ferro (III) e os íons de cobalto (II) para a precipitação em meio básico. O valor de pH na solução I, devido à presença do ácido clorídrico, apresentava-se igual a 2, enquanto que a solução II (hidróxido de sódio), apresentava pH igual a 14. Após a mistura das duas soluções observou-se pH entre 7 e 8, o que é ideal para a formação de ferrita, pois esse óxido é instável em meios ácidos e básicos. (MARINS)

As primeiras precipitações da ferrita foram observadas após as duas horas em agitação que o sistema ficara. Isso aconteceu, uma vez que a interação dos íons de ferro e cobalto necessitava do tempo e da temperatura para formarem a ferrita. Observou-se também a existência do magnetismo no material. Lavou-se a ferrita formada com porções de água destilada, de modo que a cada porção, decantava-se todo material e trocava-se a água.

Após a purificação da ferrita, iniciou-se o processo de recobrimento da mesma com ácido oléico. O ácido oléico é um excelente agente de estabilização, assim liga-se fortemente á superfície de metais. O que garante grande estabilidade dessa ligação é a presença de ligações duplas de carbonos na estrutura do ácido oléico (C=C), que podem ajudar na formação de camadas densamente formadas

nas superfícies. Além disso, devido à existência dessas duplas ligações em ácidos olefínicos, é possível a formação de géis magnéticos por polimerização e ligação cruzada das ligações duplas durante a evaporação do solvente.

Observou-se, através dos resultados de DRX e FITR – Figura 1 e Figura 2 - que quanto mais lavava-se o composto, mais pura ficava a ferrita. Isso acontecia, pois retirava-se, além de sais não reagidos, porções significantes de cloreto de sódio (NaCl) formados, que tem capacidade de diminuir o tamanho das partículas formadas e, assim, diminuir também a magnetização de saturação.

No gráfico de DRX – Figura 1 -, os picos que não apresentam a letra F (correspondente aos picos de ferrita), são possíveis impurezas.

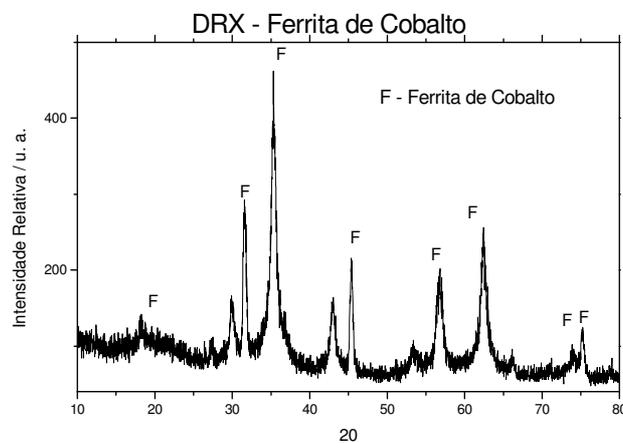


Figura 1: DRX de ferrita de cobalto

Essa análise foi comparada à carta cristalográfica da ferrita.

Na análise por FTIR obteve-se os gráficos da ferrita de cobalto e do gel de ferrita correspondente:

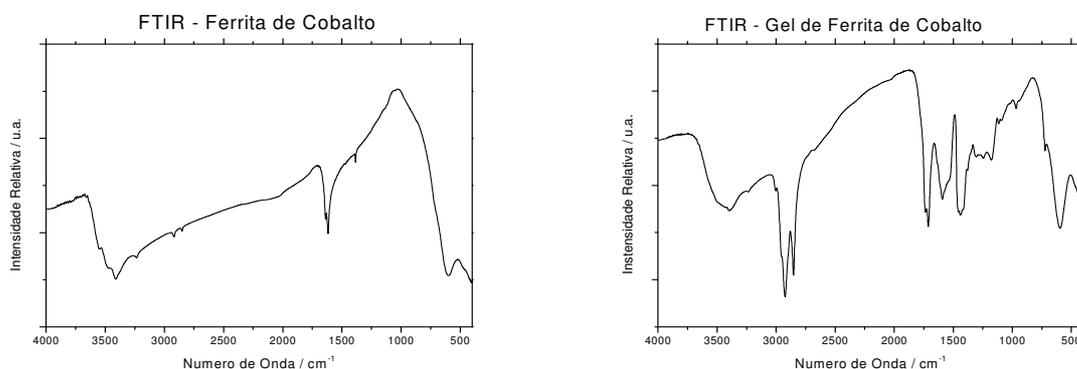


Figura 2 – FTIR do óxido de ferro, antes da recobertura com ácido oléico – ferrita de cobalto – e após – gel de ferrita.

Na Figura 2, pode-se observar que as bandas próximas a 3500 cm<sup>-1</sup>, características de presença de água na matriz, estão presentes tanto na ferrita

quanto no gel de ferrita. Além disso, esse pico é característico de deformação axial da hidroxila do ácido oléico – faixa de 3500  $\text{cm}^{-1}$  a 2300  $\text{cm}^{-1}$ . Os picos em 1600  $\text{cm}^{-1}$  e em 600  $\text{cm}^{-1}$  também são característicos de água na matriz. Já aqueles em 2950  $\text{cm}^{-1}$  2850  $\text{cm}^{-1}$ , por sua vez, caracterizam os estiramentos das ligações C-H. O pico em 1711  $\text{cm}^{-1}$  corresponde à deformação axial das ligações tipo C=O. Em 1413  $\text{cm}^{-1}$  observa-se estiramentos da deformação angular do plano C-O-H. E o estiramento de pequena intensidade verificado em 110  $\text{cm}^{-1}$  está relacionado à deformação angular fora do plano de OH. (SILVERSTEIN)

## CONCLUSÃO

A síntese de gel de ferrita de cobalto é de grande importância para vários campos de pesquisa. Isso devido à capacidade magnética desses materiais e à facilidade de estabilização das mesmas, seja por uso de surfactantes ou por polímeros. A ferrita foi obtida através de uma metodologia simples o que também facilita o seu uso em outros processos, permitindo a sua aplicação em inúmeras linhas de pesquisa. Além disso, o recobrimento com outros materiais, o que aumenta a resistência do gel de ferrita, possibilita a aplicação do material no ramo industrial, por exemplo.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- MACCURRE, R.A. *Ferromagnetic Materials – Structure and Properties*, ed. Academic Press, 1994, United State;
- SCHWERMANN, U. CORNELL, R.M. *Iron Oxides in the Laboratory*, Second edition, ed. Wileyvch, 2000, Germany;
- GUIEDES, T.G. *et al. Síntese e Caracterização de Nanopartículas Magnéticas de Ferrita de Manganês Dopadas com  $\text{Eu}^{3+}$* . 17º CBECIMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, Novembro de 2006, Foz do Iguaçu, Paraná;
- MARINS, S.S. *Síntese de Ferrita de Manganês e Zinco por Moagem Quimicamente Assistida e Calcinação*, Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2005. Disponível em: <[teses.ufrj.br/COPPE\\_D/SandraDaSilvaMarins.pdf](http://teses.ufrj.br/COPPE_D/SandraDaSilvaMarins.pdf)>. Acesso em: 25/05/2011;
- SILVERSTEIN, R.M *et al. Identificação espectrométrica de Compostos Orgânicos*, 5ª edição, Guanabara Koogan, Faculdade Federal de Alfenas, Minas Gerais, Brasil, 2006.