

# OBTENÇÃO DE NANOPARTICULAS DE HEXAFERRITA DE BÁRIO PELO MÉTODO PECHINI

*Sheila B. Galvão\*, Flavio Jr. J. Timoteo, Tércio G. Machado, Késia K.O. Souto, Neide T. Floreoto, Carlos A. Paskocimas*

*Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais  
Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal – RN. - [sheilabernhard@ufrnet.br](mailto:sheilabernhard@ufrnet.br)*

As hexaferritas de bário ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) são utilizadas em materiais que encontram aplicações em dispositivos eletrônicos, tais como, equipamentos médicos, satélites, sistemas do armazenamento de dados, sistemas de comunicação sem fio entre outros. As propriedades gerais deste sistema apresentam-se fortemente relacionadas à microestrutura e morfologia, sendo que, a diminuição no tamanho de partículas resulta em vantagens na maioria das aplicações, principalmente voltadas à miniaturização de dispositivos em tecnologias modernas. Estes materiais cerâmicos magnéticos, com estrutura do tipo perovskita, são convencionalmente preparados por mistura de óxidos. Neste trabalho estudou-se a síntese de nanopartículas de  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  pelo método sol-gel (Pechini), utilizando-se como precursores o carbonato de bário e o nitrato de ferro, sob diferentes condições de tratamento térmico. As amostras obtidas foram caracterizadas por DRX. Os resultados mostram a obtenção de um pó monofásico com tamanhos de partículas em torno de 100nm.

*Palavra-chave: Bário, domínios magnéticos, método Pechini, hexaferrita, precursores poliméricos, nanopartículas.*

## *Attainment of Barium Hexaferrite Nanoparticles by a Pechini Method*

The barium hexaferrites ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) are used as a compound of materials applied in electronic devices, as medical devices, satellites, data servers systems, wireless systems and others. The general properties are strongly related to the microstructure and morphology, and the particles size decrease results in advantages to the majority applications, mainly the high-tech thumbnail devices. These magnetic ceramic materials, with perovskite structure, are traditionally prepared by conventional oxide mixture synthesis. In this work was studied the nanoparticle synthesis of  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  by the precursors polymeric method (Pechini), using as precursors the barium carbonate and the iron nitrate, under different thermal treatment conditions. The samples were characterized by XRD, Raman spectroscopy, SEM, BET, DTA and TGA. The results presented the attainment of a monophasic powder with particles size around 100 nm.

**Keywords:** *barium, magnetic fields, method Pechini, Hexaferrite, polymeric precursors, nanoparticles.*

## **Introdução**

A ciência e a tecnologia de materiais têm contribuído com extraordinários avanços e domínio da natureza, permitindo ao homem o conhecimento das propriedades fundamentais da matéria e do uso desta em dispositivos tecnológicos. Os materiais magnéticos desempenham papel muito importante nas aplicações tecnológicas do magnetismo. As hexaferritas de bário têm sido amplamente usadas como magnetos permanentes, devido a suas excelentes propriedades magnéticas, tais como, alta temperatura de Curie, anisotropia magnética e alta coercividade<sup>1, 7,8</sup>, sua estrutura baseia-se em um empacotamento compacto de íons de oxigênio e bário com cátions férricos nas cinco posições intersticiais possíveis, como está representado na figura 1.

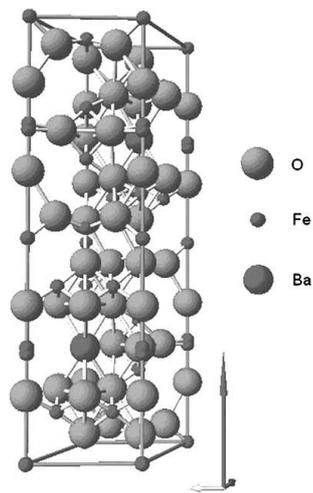


Figura 1. Representação esquemática da célula unitária da hexaferrita de Bário<sup>2</sup>

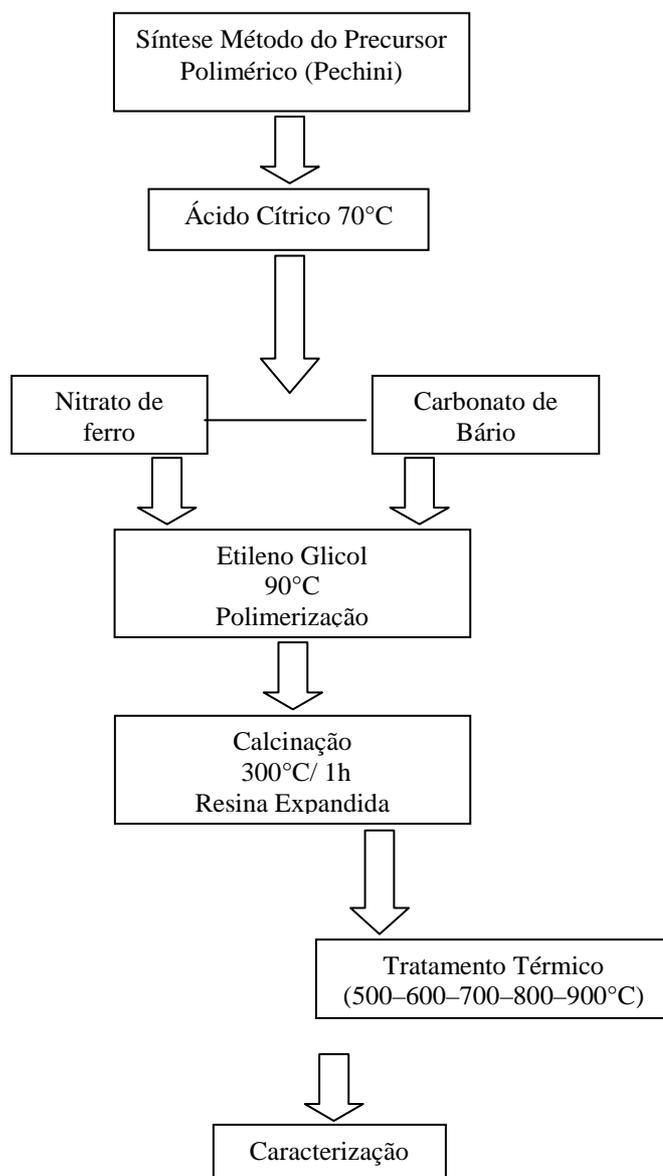
As hexaferritas de bário ( $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ ) são utilizadas em materiais que encontram aplicações em dispositivos eletrônicos, tais como, equipamentos médicos, satélites, sistemas do armazenamento de dados, sistemas de comunicação sem fio entre outros<sup>9,10</sup>. As propriedades gerais deste sistema apresentam-se fortemente relacionadas à microestrutura e morfologia, sendo que, a diminuição no tamanho de partículas resulta em vantagens na maioria das aplicações, principalmente voltadas à miniaturização de dispositivos em tecnologias modernas. Estes materiais cerâmicos magnéticos, com estrutura do tipo perovskita<sup>3</sup>, são convencionalmente preparados por mistura de óxidos. As perovskitas representam uma parte importante das atuais pesquisas tanto em física do estado sólido, quanto em química e materiais. Uma destas linhas de pesquisa envolve especial interesse na família de perovskitas<sup>3</sup> duplas  $\text{A}_2\text{FeMoO}_6$  com  $\text{A} = \text{Sr}, \text{Ba}$  e  $\text{Ca}$ .

Neste trabalho foi estudado a síntese de nanopartículas de  $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$  pelo método sol gel (Pechini)<sup>4</sup>, sendo um processo que muito contribuiu para o avanço da síntese de materiais homogêneos em escala atômica foi descrito em 1967 por Maggio P. Pechini, no qual descreve a rota de obtenção de cerâmicas por reações entre um ácido alfa-carboxílico e um glicol, em quantidades estequiométricas, com isso, uma série de novas possibilidades de aplicações tecnológicas se tornou possível. Foi utilizando como precursores o carbonato de bário e o nitrato de ferro, sob diferentes condições de tratamento térmico.

## Experimental

Foram utilizados reagentes de grau analítico e água destilada na preparação dos Pós de hexaferrita de bário. Os precursores utilizados foram o nitrato de ferro,  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  (Vetec, 99%), Carbonato de Bário  $\text{BaCO}_3$  (Vetec, 99%), ácido cítrico (Synth, 99%) e etileno glicol (Synth).

Pós de hexaferrita de bário foram obtidos mediante o método de Pechini, segundo a estequiometria do material. O método Pechini, também conhecido como método dos complexos poliméricos, é utilizado na obtenção de pós cerâmicos por síntese química. O processo foi originalmente desenvolvido por Pechini, com o intuito de desenvolver pós de óxidos multicomponentes, materiais dielétricos com estequiometria controlada, o que, através do método convencional, é bastante difícil. A idéia fundamental do método Pechini é obter uma distribuição randômica dos cátions, em escala atômica, em uma resina sólida e reduzir a individualidade dos diferentes íons metálicos<sup>9,10</sup>. A imobilização de complexos metálicos em uma rede polimérica orgânica rígida pode reduzir a segregação dos metais garantindo, deste modo, a homogeneidade química. O método de síntese é representado na figura 2. No final da reação, um gel de cor amarelo transparente foi formado. O gel foi então calcinado a uma temperatura de 350°C, por 1 hora, para que o óxido desejado fosse obtido.

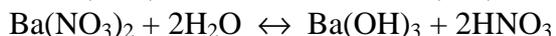
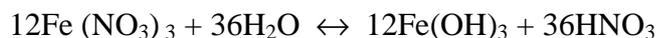


2. Fluxograma para a preparação da hexaferrita de bário.

## Resultados e Discussão

A síntese química para hexaferrita de bário pode ser expressa da seguinte maneira:

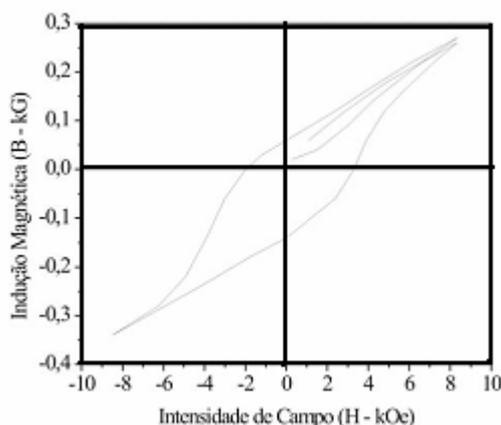
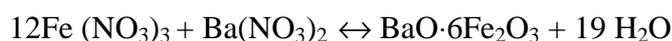
### Hidrólise e Desidratação



### Reação principal



### Reação Química



3. Curva de histerese das amostras da hexaferrita de bário sinterizadas.

A figura 3 ilustra as curvas de histerese magnética de todas as amostras sinterizadas obtidas pelo permeâmetro magnético. Observa-se que a curva de histerese das amostras apresenta boas propriedades magnéticas.

## Conclusões

Um método de síntese que utiliza baixas temperaturas (método dos precursores poliméricos) foi aplicado com sucesso para a síntese de hexaferrita de bário. Foram produzidas partículas ultrafinas, uniforme, em fase única, e distribuídas de forma restrita, devido as suas propriedades. A caracterização dos compostos obtidos no tratamento térmico mostrou que o processo de formação do citrato metálico através do uso de um agente quelante (ácido cítrico), e sua posterior polimerização, permitem a distribuição com homogeneidade dos átomos metálicos.

## **Agradecimentos**

Os autores agradecem o suporte financeiro prestado pela agência de fomento CAPES e ao Programa de Pós Graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais da UFRN.

## **Referências Bibliográficas**

1. Z.A, Munir; J.B. Holt; J. Mater.Sci. 1987; 22(2):710-714.
2. R.Valenzuela;Magnetic Ceramics, Chemistry of Solid State Materials e serie. Cambridge, 1994, p. 33.
3. L.T.C.Bohórquez, Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Pernambuco, 2006.
4. Kakihana, M.J. Sol-Gel Sci. Tech. 1996, 6(7), 55.
5. M. P. Pechini, US Patent 3.330.697 (1967).
6. M. Kakihana, J. Sol-Gel Sci. Techn. 6 (1996) 7.
7. J. Huang, H. Zhuang, W. Li, Mater. Res. Bull. 38 (2003) 149-159.
8. L. L. Hench, J. K. West, Principles of Electronic Ceramics, John Wiley & Sons, New York (1990) 305-309.
9. E. P. Wohlfarth, Magn. Mater. North-Holland (1987) 3.
10. L. Folks, R. C. Woodward, J. Magn. Mater. 190 (1998) 28-41.