



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DO SEMI-ÁRIDO
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA
MESTRADO EM ENGENHARIA ELÉTRICA

Ingryd Kely Cosme Melo

**Proposta de síntese ecológica de Ferritas de Cobalto via Sol-Gel Modificada
utilizando mucilagem de chia (*Salvia hispanica* L.)**

MOSSORÓ

2025

INGRYD KELY COSME MELO

**Proposta de síntese ecológica de Ferritas de Cobalto via Sol-Gel Modificada
utilizando mucilagem de chia (*Salvia hispanica* L.)**

Dissertação de mestrado apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Elétrica da Universidade Federal Rural do Semi-Árido como requisito para obtenção do título de Mestre em Engenharia Elétrica.

Linha de Pesquisa: Telecomunicações e Eletromagnetismo Aplicado

Orientador: Isaac Barros Tavares da Silva, Prof. Dr.

Co-orientadora: Samanta Mesquita de Holanda, Prof. Dra.

MOSSORÓ

2025

© Todos os direitos estão reservados a Universidade Federal Rural do Semi-Árido. O conteúdo desta obra é de inteira responsabilidade do (a) autor (a), sendo o mesmo, passível de sanções administrativas ou penais, caso sejam infringidas as leis que regulamentam a Propriedade Intelectual, respectivamente, Patentes: Lei nº 9.279/1996 e Direitos Autorais: Lei nº 9.610/1998. O conteúdo desta obra tomar-se-á de domínio público após a data de defesa e homologação da sua respectiva ata. A mesma poderá servir de base literária para novas pesquisas, desde que a obra e seu (a) respectivo (a) autor (a) sejam devidamente citados e mencionados os seus créditos bibliográficos.

M528p Melo, Ingryd Kely Cosme.
Proposta de síntese ecológica de Ferritas de Cobalto via Sol-Gel Modificada utilizando mucilagem de chia (*Salvia hispanica* L.) / Ingryd Kely Cosme Melo. - 2025.
66 f. : il.

Orientador: Isaac Barros Tavares da Silva.
Coorientadora: Samanta Mesquita de Holanda.
Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal Rural do Semi-árido, Programa de Pós-graduação em Engenharia Elétrica, 2025.

1. Sol-gel proteico. 2. Ferrita de cobalto. 3. Propriedades dielétricas. 4. Biopolímero. I. Silva, Isaac Barros Tavares da, orient. II. Holanda, Samanta Mesquita de, co-orient. III. Título.

Ficha catalográfica elaborada por sistema gerador automático em conformidade com AACR2 e os dados fornecidos pelo(a) autor(a).
Biblioteca Campus Mossoró / Setor de Informação e Referência
Bibliotecária: Keina Cristina Santos Sousa e Silva
CRB: 15/120

O serviço de Geração Automática de Ficha Catalográfica para Trabalhos de Conclusão de Curso (TCC's) foi desenvolvido pelo Instituto de Ciências Matemáticas e de Computação da Universidade de São Paulo (USP) e gentilmente cedido para o Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal Rural do Semi-Árido (SISBI-UFERSA), sendo customizado pela Superintendência de Tecnologia da Informação e Comunicação (SUTIC) sob orientação dos bibliotecários da instituição para ser adaptado às necessidades dos alunos dos Cursos de Graduação e Programas de Pós-Graduação da Universidade.

Ingryd Kely Cosme Melo

**Proposta de síntese ecológica de Ferritas de Cobalto via Sol-Gel Modificada
utilizando mucilagem de chia (*Salvia hispanica* L.)**

Dissertação de mestrado apresentada ao
Programa de Pós-graduação em Engenharia
Elétrica da Universidade Federal Rural do
Semi-Árido como requisito para obtenção do
título de Mestre em Engenharia Elétrica.

Linha de Pesquisa: Telecomunicações e
Eletromagnetismo Aplicado

Defendida em: 28 / 07 / 2025.

BANCA EXAMINADORA

Isaac Barros Tavares da Silva, Prof. Dr. (UFERSA)
Presidente - Orientador

Samanta Mesquita de Holanda, Prof. Dr. (UFERSA)
Membro Examinadora - Coorientadora

Francisco Magno Monteiro Sobrinho, Prof. Dr. (SENAI)
Membro Examinador Externo

*Ao meu avô, Leidimar Cosme de Araújo
(In Memoriam), cuja firmeza moldou
caráteres e presença faz tanta falta. Ao
senhor que sempre valorizou o estudo,
dedico esta conquista à sua memória.*

AGRADECIMENTOS

Agradeço à minha família, noivo e amigos por terem me incentivado e apoiado ao longo dessa jornada. Cada palavra de incentivo e cada abraço, nos momentos certos, fizeram toda diferença.

Agradeço aos professores Isaac Barros e Samanta Mesquita, por todo o apoio, paciência, dedicação e orientação durante a realização deste trabalho. Muito obrigada por tornarem essa caminhada mais leve e divertida.

RESUMO

Diante do avanço tecnológico e da necessidade crescente por materiais inovadores, que integrem desempenho técnico e práticas ecologicamente corretas, surge uma demanda por métodos que minimizem o impacto ambiental. Esta busca envolve a exploração de rotas de síntese alternativas que recorrem ao uso de precursores sustentáveis e renováveis, substituindo os processos convencionais baseados em reagentes químicos com elevada toxicidade. Nesse contexto, o desafio reside em conciliar inovação tecnológica e sustentabilidade, de modo a maximizar o desempenho dos materiais e garantir a integridade ecológica, assegurando um processo produtivo seguro, eficiente e ambientalmente responsável. Assim, o presente trabalho se propõe a contribuir na área a partir de sínteses de ferritas utilizando o método sol-gel modificado, com objetivo de avaliar a influência de precursores biopoliméricos na formação das fases cristalinas e propriedades dielétricas. A síntese incluiu o uso de mucilagens de sementes de chia (*Salvia hispânica L.*) como agentes reticulantes. A metodologia explorou a utilização da mucilagem tanto em sua forma integral quanto com separação das sementes, com e sem adição de ácido cítrico como agente complexante, a fim de compreender seus efeitos sobre as formações de fases cristalinas, morfologia e propriedades dielétricas dos materiais obtidos. Foram propostas duas concentrações de mucilagem de chia (2% e 4%) em conjunto com a proporção de chia:precursores para produção de 1 g e 2 g de ferrita de cobalto, além da inserção de ácido cítrico na metade das amostras. As amostras foram calcinadas a 850 °C durante 3 h, com rampa de 2 °C/min. Realizou-se caracterizações estruturais por Difratomia de Raios-X (DRX) com refinamento Rietveld para análise de fases formadas, sendo observada contribuição do ácido cítrico na cristalinidade e controle morfológico das partículas. Em seguida, as amostras foram sinterizadas nas mesmas condições da calcinação após aplicação de pressão uniaxial para formação de pastilhas. A caracterização dielétrica das pastilhas se deu por meio da técnica de sonda coaxial, na faixa de 0,2 a 8,0 GHz, e resultados sugerem correlação entre a presença de fases amorfas nas amostras e o comportamento dielétrico observado. Os resultados indicam o potencial dos materiais desenvolvidos para a aplicação em dispositivos de comunicação, demonstrando que a rota proposta é eficaz na obtenção de materiais com propriedades controláveis.

Palavras-chave: Sol-gel proteico. Ferrita de cobalto. Propriedades dielétricas. Biopolímero.

ABSTRACT

According to the technological advances and the growing need for innovative materials that integrate technical performance and environmentally friendly practices, there is a demand for methods that minimize environmental impact. That search explores alternative synthesis routes using sustainable and renewable precursors, replacing conventional processes based on highly toxic chemical reagents. In this context, the challenge lies in reconciling technological innovation and sustainability to maximize the performance of materials and guarantee ecological integrity, ensuring a safe, efficient and environmentally responsible production process. Thus, this work aims to contribute to the area by synthesizing ferrites using the modified sol-gel method, with the aim of evaluating the influence of biopolymer precursors on the formation of crystalline phases and dielectric properties. The synthesis included the use of mucilage from chia seeds (*Salvia hispanica* L.) as cross-linking agents. The methodology explored the use of mucilage both in its integral form and with separation of the seeds, with and without the addition of citric acid as a complexing agent, aiming to understand its effects on the formation of crystalline phases, morphology and dielectric properties of the materials. Two concentrations of chia mucilage (2% and 4%) were proposed together with the ratio of chia:precursors to produce 1 g and 2 g of cobalt ferrite, as well as the addition of citric acid to half of the samples. The samples were calcined at 850 °C for 3 h, with a 2 °C/min step. Structural characterization was carried out using X-ray diffraction (XRD) with Rietveld refinement to analyze the phases formed, observing the contribution of citric acid to the crystallinity and morphological control of the particles. The samples were then sintered under the same calcination conditions after applying uniaxial pressure to form pellets. The dielectric characterization of the pellets was carried out using the coaxial probe technique, in the 0.2 to 8.0 GHz range, and the results suggest a correlation between the presence of amorphous phases in the samples and the dielectric behavior observed. The results indicate the potential of the materials developed for application in communication devices, demonstrating that the proposed route is effective in obtaining materials with controllable properties.

Keywords: Protein sol-gel. Cobalt ferrite. Dielectric properties. Biopolymer.

Lista de Figuras

Figura 1 – Etapas do trabalho.	15
Figura 2 – Ilustração esquemática de classificação de nanomateriais.	19
Figura 3 – Notação de uma célula unitária.	21
Figura 4 – Retículos de Bravais.	22
Figura 5 – Representação esquemática da estrutura espinélio.	23
Figura 6 – Estruturas (a) espinélio normal e (b) inverso.	24
Figura 7 – Caracterização dielétrica de CoFe_2O_4 com (a) permissividade elétrica e (b) tangente de perdas.	25
Figura 8 – Verificação de propriedades magnéticas de Ferritas de Cobalto.	26
Figura 9 – Medição do parâmetro de reflexão.	26
Figura 10 – Etapa atual do presente trabalho.	27
Figura 11 – Fluxograma do método sol-gel.	28
Figura 12 – Sementes de chia.	29
Figura 13 - Extração aquosa de mucilagem das sementes de chia.	30
Figura 14 – Mucilagem C2 após processo de agitação com misturador, seguido de peneiramento	31
Figura 15 – Centrífuga de bancada utilizada.	32
Figura 16 – Mucilagem (a) antes e (b) depois da centrifugação	33
Figura 17 – Síntese de ferrita de cobalto por rota sol-gel.	35
Figura 18 – Síntese de ferrita de cobalto sob rota sol-gel com aplicação de ácido cítrico.	37
Figura 19 – Ilustração da DRX.	38
Figura 20 – Exemplo de difratograma de raios-X de ferrita de cobalto.	39
Figura 21 – Exemplo de MEV de nanopartículas de CoFe_2O_4	41
Figura 22 – Setup de medição para as caracterizações dielétricas	42
Figura 23 – Etapa atual de resultados.	43
Figura 24 – DRX das amostras C1 (a), C2 (b) e C4 (c).	43
Figura 25 – Permissividade relativa e tangente de perdas dos materiais.	45
Figura 26 – DRX das amostras utilizando mucilagem sem sementes e sem ácido cítrico.	46
Figura 27 – DRX das amostras com adição de ácido cítrico em rota sol-gel.	48
Figura 28 – Morfologia e distribuição de partículas de amostra sem ácido cítrico: (a) 2C0A1Fe , (b) 2C0A2Fe , (c) 4C0A1Fe e (d) 4C0A2Fe	50
Figura 29 – Morfologia e distribuição de tamanho de partículas das amostras com adição de ácido cítrico (a) 2C5A1Fe , (b) 2C5A2Fe , (c) 4C5A1Fe e (d) 4C5A2Fe	51

Figura 30 – EDS das amostras sem ácido cítrico: (a) $2C0A1Fe$, (b) $2C0A2Fe$, (c) $4C0A1Fe$ e (d) $4C0A2Fe$	52
Figura 31 – EDS das amostras com ácido cítrico: (a) $2C5A1Fe$, (b) $2C5A2Fe$, (c) $4C5A1Fe$ e (d) $4C5A2Fe$	54
Figura 32 – Caracterização dielétrica das (a) amostras sem ácido cítrico e (b) com ácido cítrico	56

Lista de Tabelas

Tabela 1 – Amostras para preparação de mucilagem de chia.....	30
Tabela 2 – Precursores para síntese de 1 g de ferrita de cobalto.	33
Tabela 3 – Especificações das amostras para síntese de ferrita de cobalto.	34
Tabela 4 – Características da amostra C2 e C4 para sínteses de ferritas de cobalto.	36
Tabela 5 – Características de amostras baseadas na C2 e C4.....	36
Tabela 6 – Refinamento Rietveld das ferritas de cobalto.....	44
Tabela 7 – Resultados de refino de fases cristalinas	47
Tabela 8 – Refinamento dos difratogramas das amostras com ácido cítrico.....	48
Tabela 9 – Composição quantitativa elementar das amostras por percentual (%) e variâncias (σ).	53
Tabela 10 – Análise quantitativa de componentes superficiais em amostras com ácido cítrico	55
Tabela 11 – Permissividade das amostras.	57
Tabela 12 – Comparativo de amostras.	58

Lista de Quadros

Quadro 1 – Sistemas cristalinos.	21
---------------------------------------	----

SUMÁRIO

1.	INTRODUÇÃO	14
1.1.	Objetivos	16
1.2.	Objetivos específicos.....	16
2.	NANOMATERIAIS	17
2.1.	Estrutura cristalina.....	20
2.2.	Ferritas.....	23
2.2.1.	Aplicações das ferritas.....	25
3.	MÉTODOS DE SÍNTESE	27
3.1.	Sol-gel proteico	27
3.2.	Proposta de aplicação de mucilagem.....	29
3.3.	Análise de proporções de sementes e separação de mucilagens	30
3.3.1.	Peneiramento da mucilagem	30
3.3.2.	Misturador doméstico.....	31
3.3.3.	Centrifugação	32
3.4.	Aplicação da mucilagem nas sínteses de ferritas de cobalto.....	33
3.4.1.	Mucilagens com sementes.....	34
3.4.2.	Mucilagens sem sementes	35
3.5.	Caracterizações.....	37
3.5.1.	Difração por Raios-X (DRX)	38
3.5.2.	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	40
3.5.3.	Caracterização dielétrica de materiais	41
4.	RESULTADOS E DISCUSSÃO	43
4.1.	Ferritas obtidas a partir de mucilagens com sementes	43
4.1.1.	Caracterizações por Difração de Raios-X	43
4.1.2.	Caracterização Dielétrica	45
4.2.	Ferritas obtidas a partir de mucilagens sem sementes.....	46

4.2.1.	Caracterizações por Difração de Raios-X	46
4.2.2.	Caracterização Morfológica	49
4.2.3.	Caracterização Dielétrica	56
5.	CONCLUSÃO	59
	REFERÊNCIAS	60

1. INTRODUÇÃO

As pesquisas relacionadas à ciência dos materiais têm recebido interesse científico significativo na área de telecomunicações, devido a possibilidade de miniaturização de dispositivos de micro-ondas, desenvolvimento de materiais com propriedades eletromagnéticas únicas e, a partir de aplicações de materiais específicos, melhorar sistemas existentes (Adersh et al., 2022; Rao et al., 2024).

O desenvolvimento de nanomateriais com características específicas requer controle apropriado de parâmetros como tamanho de grãos, temperatura e tempo de sinterização, taxa de resfriamento, entre outros (Rao et al., 2024). As condições nas quais os materiais são formados influenciam sua morfologia, dimensionalidade, distribuição de partículas, composição química e, conseqüentemente, suas propriedades (Saleh, 2020; Shende et al., 2021; Zarbin, 2007). As ferritas são exemplos de materiais cerâmicos que podem apresentar modificações em suas estruturas cristalinas e em suas propriedades elétricas e magnéticas, em decorrência das condições de síntese (Araújo et al., 2023; Channagoudra et al., 2021; Matias, 2021; Matias et al., 2021).

Há diversos métodos de síntese relatados para o desenvolvimento de nanomateriais de tamanho e estrutura específicos, os métodos mais baratos e rentáveis são os métodos químicos úmidos (Pydiraju et al., 2021). Dentre eles, o método sol-gel segue ganhando destaque na produção de partículas cristalinas com alta pureza e homogeneidade, além de ser altamente confiável e eficiente no controle do tamanho de partícula (Afshari et al., 2019; S. J. Kumar et al., 2020; Pydiraju et al., 2021).

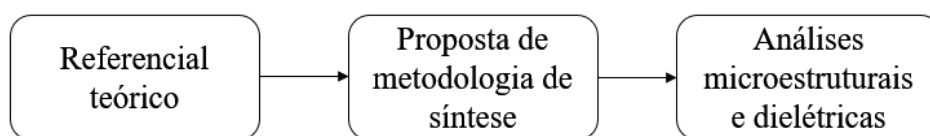
Além de exigir um número menor de etapas no processo, o método sol-gel oferece flexibilidade no uso de precursores alternativos e ecologicamente corretos, como água de coco, gelatina, goma de caju ou quitosana, caracterizando o sol-gel proteico (Matias, 2021). O uso de biopolímeros torna o esse processo mais sustentável, já que são materiais derivados de fontes naturais e não tóxicos. De modo geral, polímeros de base biológica, como polissacarídeos, lipídeos, proteínas, mucilagens ou combinações deles, são precursores promissores no desenvolvimento de filmes e compósitos com propriedades novas ou aprimoradas, comportamento térmico mais adequado e estabilidade (Ağçeli, 2022; Rabeie & Mahmoodi, 2024). Os polissacarídeos mucilaginosos, como os provenientes das sementes de chia e linhaça, apresentam propriedades químicas e físicas úteis para aplicações como agentes reticulantes,

como alta capacidade de absorção de água e formação de matriz gelificada (Allafchian et al., 2017; Mahmoodi & Javanbakht, 2021).

A ideia de utilizar precursores naturais advindos de organismos vivos, como plantas e microrganismos, para a formação de nanopartículas está ligada ao conceito conhecido como síntese verde e que, apesar de apresentar uma quantidade reduzida de pesquisas em comparação aos métodos convencionais, tem despertado interesse em diversos setores, pois permite um processo mais econômico e ambientalmente seguro (Chandrani et al., 2024; Tamboli et al., 2023). A fim de responder aos desafios modernos, é buscado o desenvolvimento de dispositivos eletrônicos baseados em materiais biodegradáveis, facilitando o gerenciamento de descarte de resíduos, reduzindo o uso de substâncias tóxicas e impulsionando a eletrônica sustentável (Li et al., 2020).

Nesse contexto, as sementes de chia apresentam um potencial a ser investigado, especificamente na rota sol-gel, para obtenção de ferrita visando aplicações em dispositivos de comunicação de micro-ondas dentro do conceito da síntese verde e eletrônica sustentável. O presente trabalho está organizado em 3 etapas principais, divididas em 4 seções. A Seção 1 contém a introdução do trabalho e seus objetivos. Na Seção 2, apresenta-se uma revisão teórica sobre nanomateriais, estruturas cristalinas como ferritas, e suas aplicações. A Seção 3, descreve detalhadamente os materiais e métodos utilizados, além das caracterizações realizadas. Na Seção 4, são discutidos os resultados das análises microestruturais e dielétricas. Para melhor visualizar o fluxo de trabalho, foi elaborado um fluxograma, apresentado na Figura 1, que resume as principais etapas.

Figura 1 – Etapas do trabalho.



1.1. Objetivos

Este trabalho tem como principal objetivo propor uma modificação na técnica sol-gel, baseada na utilização de mucilagens de sementes de chia, para a obtenção de ferritas de cobalto com potencial aplicação em dispositivos de comunicação, contribuindo para o avanço de alternativas ecológicas em nanomateriais dielétricos.

1.2. Objetivos específicos

Para alcançar o objetivo geral, as seguintes metas detalhadas foram estabelecidas:

- Determinar a rota de síntese a ser utilizada;
- Aplicar a proposta de mucilagem na rota de síntese escolhida;
- Sintetizar ferritas de cobalto;
- Realizar a caracterização estrutural para comprovação de formação de fases de ferritas;
- Preparar as pastilhas dos materiais desenvolvidos;
- Realizar a caracterização dielétrica para mensurar a permissividade relativa dos materiais desenvolvidos;
- Analisar a morfologia dos materiais;
- Avaliar como as propostas de síntese influenciaram as propriedades dos materiais produzidos;
- Propor aplicações para os materiais de acordo com suas propriedades.

2. NANOMATERIAIS

Os materiais podem ser descritos como substâncias, ou misturas de substâncias, que possuem características (magnéticas, mecânicas, catalíticas, elétricas, entre outros.) que os tornam úteis em produtos, dispositivos, estruturas e máquinas (ZARBIN, 2007). Nanomateriais (NM) são definidos como materiais compostos por um conjunto de substâncias no qual apresentam ao menos uma dimensão em escala nanométrica (<100 nm) (ASHA e NARAIN, 2020). A dimensão de um sólido específico influencia significativamente o comportamento dos átomos que o constituem (LOOS, 2014). Além disso, algumas propriedades que são observadas em nanomateriais, podem ser compreendidas a partir do estudo da relação estrutura-propriedade (ZARBIN, 2007). Os estudos acerca desses materiais contribuem para o surgimento de pesquisas em diversas áreas, além de fomentar o avanço da Nanociência e Nanotecnologia (ZARBIN, 2007).

A Nanociência consiste na interpretação dos fenômenos e na manipulação de materiais em escala atômica, enquanto a Nanotecnologia compreende o desenvolvimento, caracterização e aplicação de materiais e dispositivos, adaptando suas dimensões e formas para nanoescala (KOLAHALAM et al., 2019; MATIAS, 2021; SALEH, 2020). A principal diferença entre ambos é que a Nanociência é responsável por fornecer o conhecimento sobre o arranjo atômico e suas propriedades básicas em nanoescala, ao passo que a Nanotecnologia se refere à tecnologia empregada para manipular a matéria, visando a produção de nanomateriais com características específicas (KOLAHALAM et al., 2019).

O conhecimento sobre materiais, com suas propriedades macroscópicas, depende fundamentalmente da análise e entendimento de sua estrutura microscópica, demonstrando a direta relação entre química e materiais (MATIAS, 2021). A área da química que se dedica a compreensão de propriedades e aplicações de materiais é chamada de Química dos Materiais, e abrange quatro elementos essenciais para o desenvolvimento de destes (MATIAS, 2021; ZARBIN, 2007):

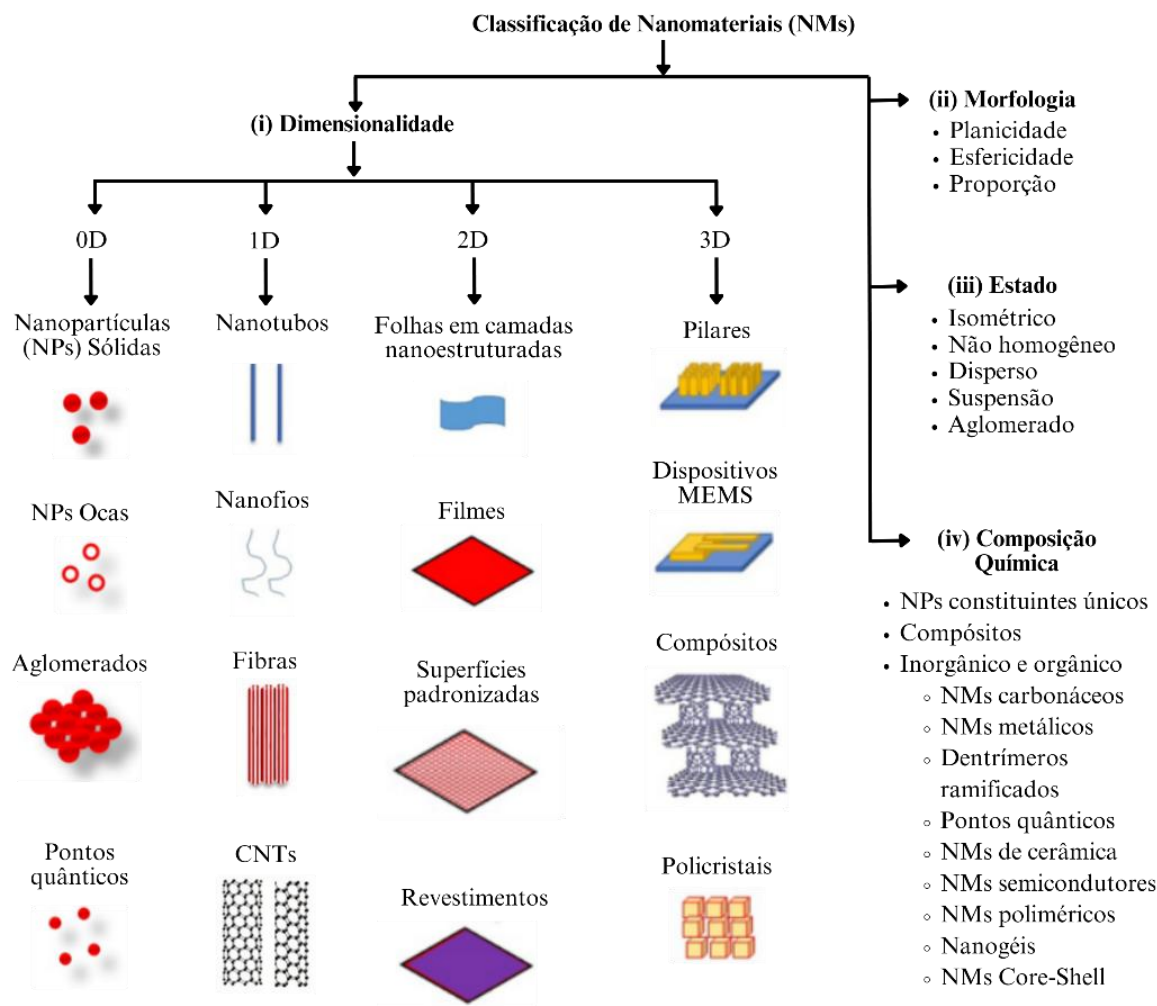
(I) síntese/preparação - que se caracteriza pela compreensão das reações químicas e metodologias que levam à produção de determinados materiais, estudo de diferentes reagentes e precursores, desenvolvimento de novas rotas de preparação e modificação e aprimoramento de rotas já existentes, otimização e planejamento de processos que levem à produção de diferentes materiais. Um controle sintético permite a obtenção de materiais com diferentes graus de pureza, cristalinidades e estruturas cristalinas, tamanhos de partículas, reatividades superficiais, além da produção de novos materiais, com composições e estruturas inéditas; **(II)**

caracterização - que lança mão da utilização de técnicas químicas e físicas para compreensão de diferentes aspectos relacionados à composição (relação estequiométrica, presença de defeitos, estados de oxidação, etc.) e estrutura (amorfo ou cristalino, fase cristalina, ligações químicas, etc.) de materiais, além de interações específicas entre fases (para materiais multifásicos), tamanhos e formas de partículas, etc.; **(III) estudo de propriedades e relação estrutura-propriedade** - que visa a determinação das diferentes propriedades dos materiais (elétricas, óticas, magnéticas, catalíticas, mecânicas etc.), o mecanismo pelo qual estas propriedades se manifestam, e as relações existentes entre uma propriedade específica e a estrutura/composição do material; **(IV) aplicações** - que aproveita uma propriedade específica de um material para sua utilização como componente ativo em dispositivos, máquinas, sistemas etc. (ZARBIN, 2007, p. 1469-1471).

A Nanociência e a Nanotecnologia apoiam-se no fato de que as propriedades dos materiais são influenciadas pelo tamanho das partículas, o que possibilita o desenvolvimento de novos materiais, novas propriedades e aplicações (SALEH, 2020; ZARBIN, 2007). Ou seja, é possível modular as propriedades de diferentes classes de materiais (metais, semicondutores, cerâmicas, polímeros, compósitos), sem necessariamente alterar sua composição química ou estrutura tridimensional, por meio do controle do tamanho e formato das partículas (ZARBIN, 2007).

Além da relação com o tamanho das partículas, os nanomateriais (NMs) são categorizados também por sua morfologia, propriedades e natureza dos seus constituintes, podendo ser apresentados como, por exemplo, nanopartículas metálicas, nanomateriais à base de carbono ou lipídeos, nanomateriais semicondutores, nanomateriais poliméricos (KOLAHALAM et al., 2019; SALEH, 2020) entre outros. Os nanomateriais são divididos de acordo com alguns critérios, em relação a sua dimensionalidade, categorizam-se em quatro classes, como observado na Figura 2.

Figura 2 – Ilustração esquemática de classificação de nanomateriais.



Fonte: Adaptado de Saleh (2020)

Na classificação 0D, os NMs apresentam as três dimensões em nanoescala e, geralmente, são nanopartículas; Já na unidimensional (1D), encontram-se os nanomateriais que possuem apenas uma dimensão em nanoescala, onde os nanobastões, nanotubos e nanofios estão relacionados à essa classificação; Bidimensional (2D) são os nanomateriais que apresentam duas de suas dimensões em nanoescala, sendo representados como filmes finos, por exemplo; Tridimensional (3D) ou sólido massivo (“*bulk*”) é a classificação dada aos nanomateriais onde nenhuma de suas dimensões está em nanoescala, combinam-se vários nanocristais em diferentes direções, como espumas, policristais, fibras, feixe de nanofios, feixe de nanotubos, etc (KOLAHALAM et al., 2019; SALEH, 2020; VOLLATH, 2013).

A utilização de diferentes parâmetros, como variações em rotas de sínteses e de temperatura, permite um controle do tamanho de partículas dos nanomateriais (KOLAHALAM et al., 2019). Os métodos de síntese de nanopartículas apresentam diferentes abordagens,

incluindo as abordagens *top-down* e *bottom-up* (SALEH, 2020; SHENDE et al., 2021). A primeira abordagem consiste na obtenção de partículas menores de um material sólido através da aplicação de força externa, enquanto na segunda abordagem a produção de nanopartículas ocorre a partir de átomos de líquido ou gás com base na transformação à nível atômico (SHENDE et al., 2021; VOLLATH, 2013). A preferência pela abordagem *bottom-up* é um dos vieses que distinguem a nanotecnologia das tecnologias convencionais (VOLLATH, 2013).

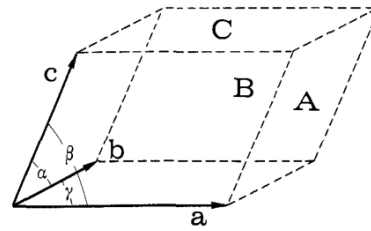
As condições experimentais influenciam significativamente a morfologia, o tamanho e, conseqüentemente, as propriedades das nanopartículas, o que torna a seleção da rota de síntese uma etapa crucial para definição das características e aplicabilidade do nanomaterial a ser desenvolvido (SALEH, 2020; SHENDE et al., 2021; ZARBIN, 2007). As nanopartículas são sintetizadas principalmente por métodos físicos, químicos e biológicos, sendo os métodos químicos de síntese amplamente utilizados (SHENDE et al., 2021). Os métodos de síntese química incluem a técnica sol-gel, deposição química de vapor, hidrólise, método químico úmido, eletrodeposição e outros (EDELSTEIN e CAMMARATRA, 1998; KUPPUSAMY et al., 2016).

No geral, os métodos de síntese de nanopartículas não são ecologicamente sustentáveis, uma vez que utilizam produtos químicos tóxicos para o fim, podendo resultar na toxicidade durante o processo e na aplicação dos subprodutos (KUPPUSAMY et al., 2016). Neste contexto, torna-se necessário compreender assim a importância de pesquisas que abranjam novas perspectivas a partir de sínteses verdes e a motivação na investigação de métodos alternativos no desenvolvimento de nanomateriais cristalinos seguros e ecologicamente viáveis.

2.1. Estrutura cristalina

A disposição espacial dos átomos, moléculas ou íons em um material sólido determina a relação entre sua estrutura e propriedades, podendo este ser amorfo (partículas não apresentam arranjo geométrico definido) ou cristalinos (possui arranjo geométrico bem definido) (MATIAS, 2021). Os materiais cristalinos têm ordem de longo alcance, uma vez que são formados pelo empilhamento de cópias idênticas de uma célula unitária (menor parte da sequência tridimensional), sendo assim, qualquer ponto de um cristal é idêntico ao arranjo em outro ponto qualquer equivalente (MATIAS, 2021; TILLEY e ANDRADE, 2014). Portanto, a célula unitária descreve a simetria, geometria e arranjo espacial atômico do cristal (MATIAS, 2021). A Figura 3 representa de forma gráfica uma célula unitária, demonstrando os ângulos α , β e γ , arestas a , b e c e as faces A, B e C.

Figura 3 – Notação de uma célula unitária.



Fonte: Giacovazzo (2002).

As células unitárias são apresentadas em três principais configurações, sendo estas: Cúbica Simples ou Primitiva (átomos nas extremidades de um cubo simples), Cúbico de Corpo Centrado (átomos nos cantos e no centro de um cubo), Cúbico de Face Centrada (átomos nas extremidades, no centro e em cada face de um cubo) (MATIAS, 2021).

Assim, a forma e o arranjo das fases dos cristais os distinguem – redes Bravais - e são utilizados para classificá-los em famílias e classes cristalinas (SILVA, 2019; TILLEY e ANDRADE, 2014), conforme apresentado no Quadro 1.

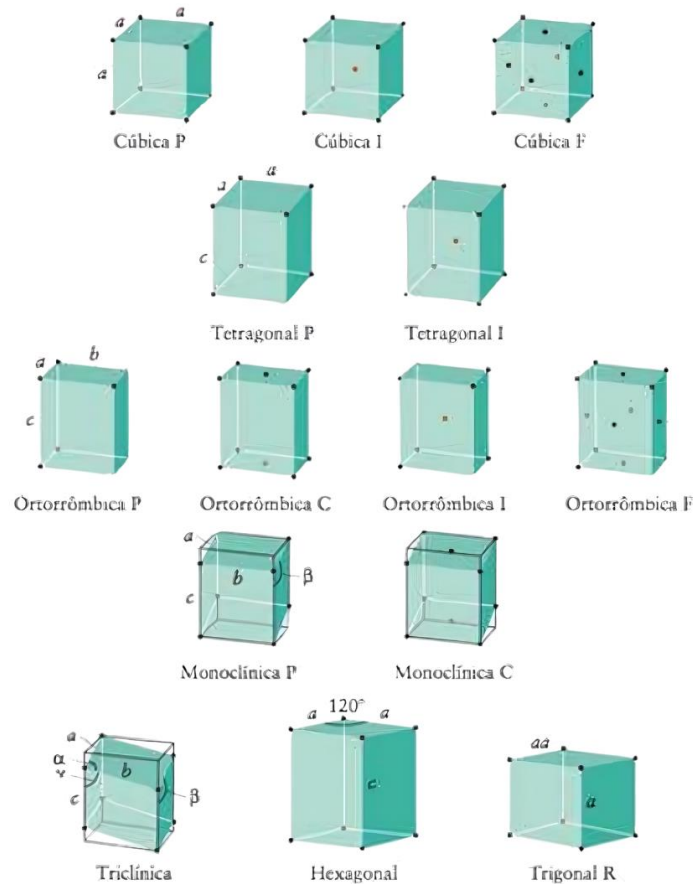
Quadro 1 – Sistemas cristalinos.

Família cristalina	Sistema cristalino	Relações axiais
Isométrica	Cúbico	$a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Tetragonal	Tetragonal	$a = b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Ortorrômbica	Ortorrômbico	$a \neq b \neq c$, $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$
Monoclínica	Monoclínico	$a \neq b \neq c$, $\alpha = 90^\circ, \beta \neq 90^\circ, \gamma = 90^\circ$
Anórtica	Triclínico	$a \neq b \neq c$, $\alpha \neq 90^\circ, \beta \neq 90^\circ, \gamma \neq 90^\circ$
Hexagonal	Hexagonal	$a = b \neq c$, $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$
Conjunto de eixos hexagonais	Trigonal ou romboédrico	$a = b = c$, $\alpha = \beta = \gamma$ ou $a' = b' \neq c'$, $\alpha' = \beta' = 90^\circ, \gamma' = 120^\circ$ (eixos hexagonais)

Fonte: Tilley e Andrade (2014).

As famílias e sistemas cristalinos são classificados conforme a relação de ângulos entre arestas (α, β e γ , dados em valores absolutos) e comprimento das arestas (a, b e c , dados em valores relativos), sendo estes parâmetros chamados de rede cristalina ou parâmetros de rede (MATIAS, 2021; TILLEY e ANDRADE, 2014). Suas configurações sendo representadas graficamente na Figura 4.

Figura 4 – Retículos de Bravais.



Fonte: Atkins, Jones e Laverman (2018).

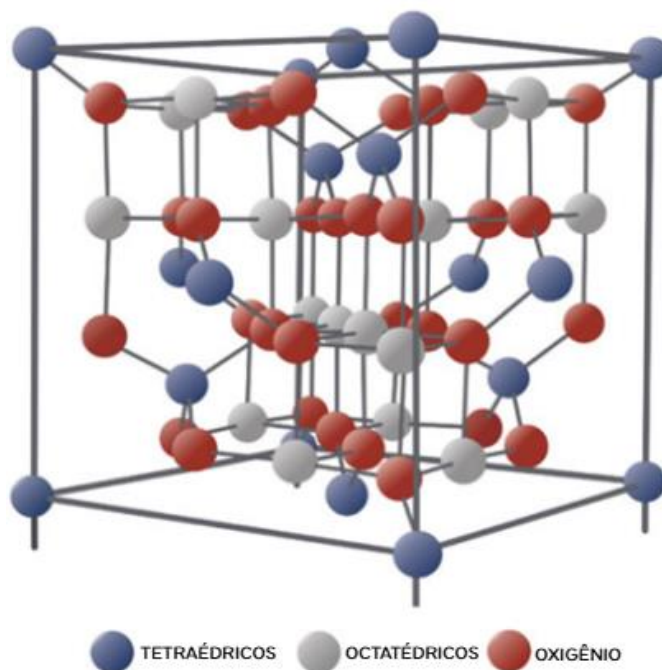
Na Figura 4, é possível visualizar as Redes de Bravais das 7 células unitárias simples perante suas configurações. As estruturas cristalinas podem ser expressas em termos de 14 padrões básicos, nomeados de retículos de Bravais, onde P significa primitiva; I, corpo centrado; F, faces centradas; C, com um ponto reticular em faces opostas; R, romboédrico (romboedro é um paralelepípedo oblíquo de lados iguais) (ATKINS, JONES e LAVERMAN 2018).

Algumas técnicas, como Difractometria por Raios-X (DRX) e a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), são utilizadas para as caracterizações microestruturais de materiais. Essas abordagens são essenciais para investigar a relação entre estrutura e propriedades. São amplamente utilizadas em diversos trabalhos, incluindo a caracterização de materiais cerâmicos e complexos como ferritas (RANI et al., 2022; SILVA, 2019). Estes materiais apresentam características interessantes para aplicação em micro-ondas e serão abordados com mais detalhes nos tópicos seguintes.

2.2. Ferritas

As ferritas são materiais cerâmicos magnéticos de diferentes estruturas cristalinas (espinélio, granada, magnetoplumbita e perovskita), nas quais apresentam particularidades e propriedades distintas (SILVA, 2019). A estrutura espinélio é definida por um óxido ternário cuja fórmula molecular geral é MFe_2O_4 , onde M é um metal divalente, como Zinco (Zn^{2+}), Níquel (Ni^{2+}), Cobalto (Co^{2+}), entre outros (SILVA, 2019; SUTKA e MEZINSKIS, 2012). Sua célula unitária possui oito MFe_2O_4 , nas quais 32 íons de oxigênio formam uma estrutura compacta cúbica resultando em 96 sítios intersticiais disponíveis, onde 64 são tetraédricos e 32 são octaédricos (PRASAD et al., 2019). É possível observar na Figura 5 a disposição dos átomos bi e trivalentes da estrutura espinélio.

Figura 5 – Representação esquemática da estrutura espinélio.



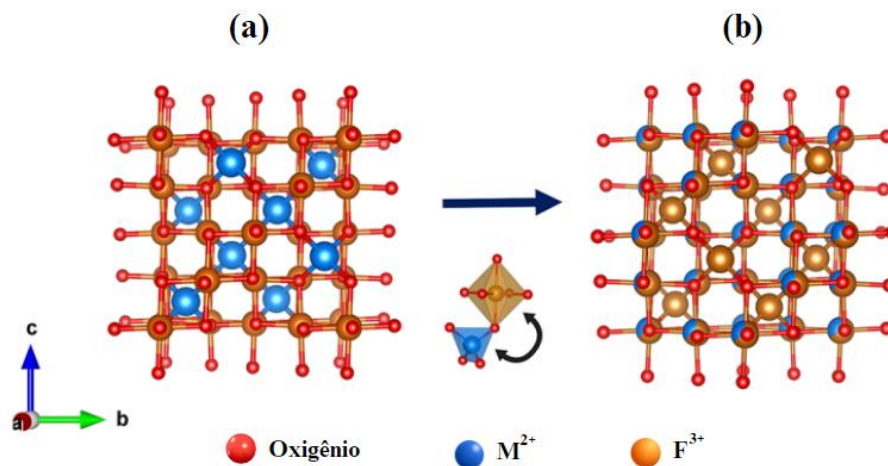
Fonte: Adaptado de Sutka e Mezinskis (2012).

No arranjo, os sítios tetraédricos são ocupados pelos cátions bivalentes, enquanto os sítios octaédricos são ocupados pelos cátions trivalentes (SILVA, 2019). Com base na ocupação do cátion em locais intersticiais, a estrutura espinélio é classificada em três principais tipos: espinélios normais, espinélios invertidos e mistos (MANJUNATHA et al., 2019).

No espinélio normal, cátions bivalentes (M^{2+}) ocupam sítios tetraédricos e cátions trivalentes (Fe^{3+}) ocupam sítios octaédricos, enquanto na estrutura de espinélio inverso, metade dos íons Fe^{3+} ocupam os sítios tetraédricos e o restante ocupa os sítios octaédricos

(PRASAD et al., 2019; MANJUNATHA et al., 2019; SILVA, 2019; NARANG; PUBBY, 2021). As ferritas de espinélio misto são aquelas com ocupação intermediária entre espinélios normais e inversos (MANJUNATHA et al., 2019). As representações ilustrativas dessas estruturas são apresentadas na Figura 6.

Figura 6 – Estruturas (a) espinélio normal e (b) inverso.



Fonte: Adaptado de Sanchez-Lievanos; Stair; Knowles (2021).

O tipo de estrutura determinará as propriedades que serão apresentadas pelo material. As ferritas estão entre as nanopartículas que possuem propriedades magnéticas e elétricas, tornando-se úteis em sensoriamento de gás, dispositivos de armazenamento de energia, entre outros (PRASAD; RAMESH; SRINIVAS, 2019).

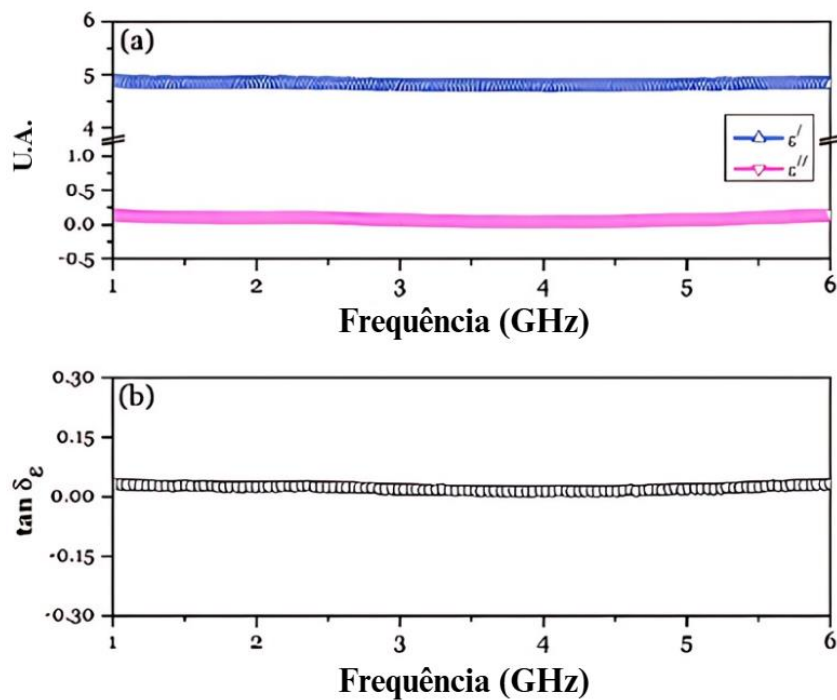
As características estruturais desses materiais dependem da etapa de calcinação, na qual consiste em remover os compostos orgânicos provenientes da rota de síntese utilizada, além de atuar como um processo de coalescimento dos grãos, mas sem o objetivo de formar um sólido, como na sinterização (SILVA, 2019). Em alguns trabalhos, como Ounacer et al. (2020) e Purnama e Wijayanta (2019), a ferrita de estrutura espinélio cúbica obteve boa cristalização entre 800 e 900 °C, variando a duração utilizada, para controlar a pureza das fases e o tamanho do cristalito desejado, entre 2 e 6h.

Em Rana et al. (2015), para esse mesmo tipo de estrutura, o método utilizado foi o precursor de citrato, no qual é baseado na complexação de íons metálicos com ácido cítrico. Nesse estudo, os materiais foram pré-sinterizadas a 700 °C e a faixa de temperatura utilizada para a calcinação foi entre 900 e 1100 °C, durante 3h. A amostra sinterizada a 700 °C e calcinada a 900 °C apresentou $\alpha - Fe_2O_3$ como fase secundária. Nesse processo, a temperatura de calcinação, o tempo de duração e taxa de aquecimento são parâmetros de grande importância para a obtenção de produtos com baixo teor de impurezas.

2.2.1. Aplicações das ferritas

As ferritas são materiais utilizáveis em uma gama de aplicações, pois possuem propriedades elétricas e magnéticas que os tornam úteis em diferentes configurações. Possuem grande reconhecimento, principalmente, em aplicações envolvendo a otimização de características de antenas de microfita, como apresentado por Naagar et al. (2021) que sintetizou e caracterizou ferrita de cobalto (CoFe_2O_4). Neste trabalho foram realizadas investigações para obter caracterizações elétricas, como visualizado na Figura 7.

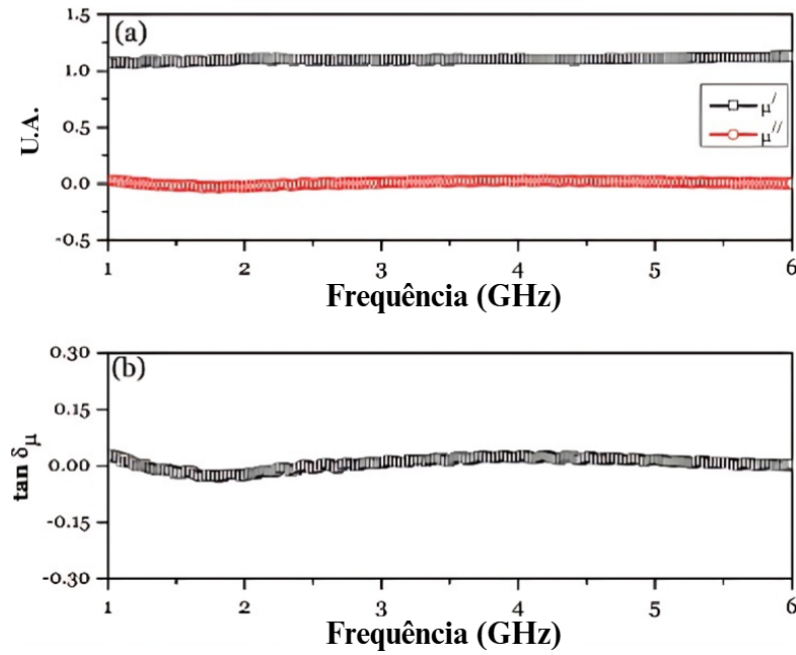
Figura 7 – Caracterização dielétrica de CoFe_2O_4 com (a) permissividade elétrica e (b) tangente de perdas.



Fonte: Naagar et al. (2021).

As nanopartículas apresentaram comportamento dielétrico estável ao longo da faixa de frequência estudada. Além disso, foi verificado também suas propriedades magnéticas, como apresentado na Figura 8.

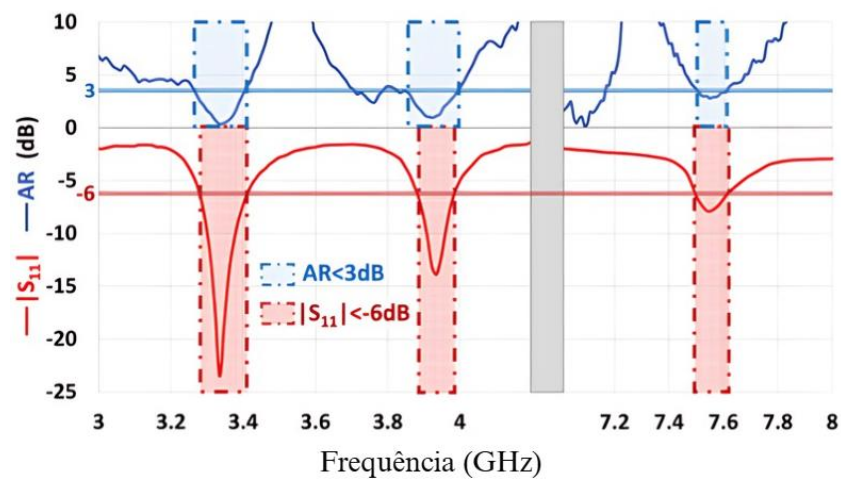
Figura 8 – Verificação de propriedades magnéticas de Ferritas de Cobalto.



Fonte: Naagar et al. (2021).

Foi observado baixos valores de tangentes de perdas (na ordem de 10^{-2} e 10^{-3}) acompanhados de comportamento magnético e dielétrico na faixa de 1 GHz a 6 GHz. Essas características tornam as ferritas atrativas às aplicações em antenas de microfita. Jemmeli et al. (2020) validou uma antena tipo *patch* operando em três bandas de frequência (3,3, 3,7 e 7,54 GHz) com substrato baseado em ferrita, o resultado do bom casamento de impedância nas três faixas pode ser visualizado na Figura 9.

Figura 9 – Medição do parâmetro de reflexão.



Fonte: Jemmeli et al. (2020).

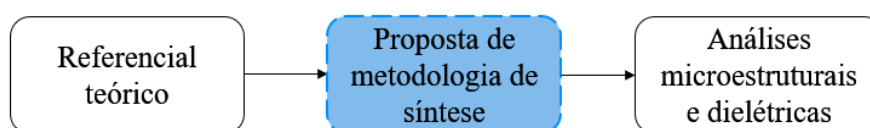
O dispositivo apresentou resposta satisfatória, o que foi evidenciado através da alta eficiência de radiação nas frequências de operação. Além disso, houve significativa redução das dimensões físicas da antena, confirmando a viabilidade de aplicar ferritas de cobalto em aplicações de miniaturização de dispositivos de comunicação sem comprometer seu desempenho.

Em aplicações na biomedicina, ferritas de cobalto de estrutura espinélio cúbica foram sintetizadas por síntese verde por Dhanda et al. (2023), utilizando aloe vera como combustível. Essas nanopartículas foram avaliadas quanto sua capacidade de inibir o crescimento do fungo *Candida albicans* e apresentaram resultado satisfatório ao indicar ação antimicrobiana.

3. MÉTODOS DE SÍNTESE

Os materiais podem apresentar determinadas propriedades, em maior ou menor intensidade, em decorrência do método de preparação. Existem diversos métodos de síntese relatados na literatura, objetivando tamanhos reduzidos de cristalitos, como o método cerâmico, coprecipitação, síntese de combustão, hidrotérmico, sol-gel, entre outros (PRASAD et al., 2019). Há evidências crescentes que o método sol-gel produz materiais melhores, dentre eles cerâmicas de maior qualidade, e que permanecerá possuindo um papel crucial no desenvolvimento de materiais avançados (EDELSTEIN e CAMMARATRA, 1998). A Figura 10 representa a etapa atual deste trabalho.

Figura 10 – Etapa atual do presente trabalho.

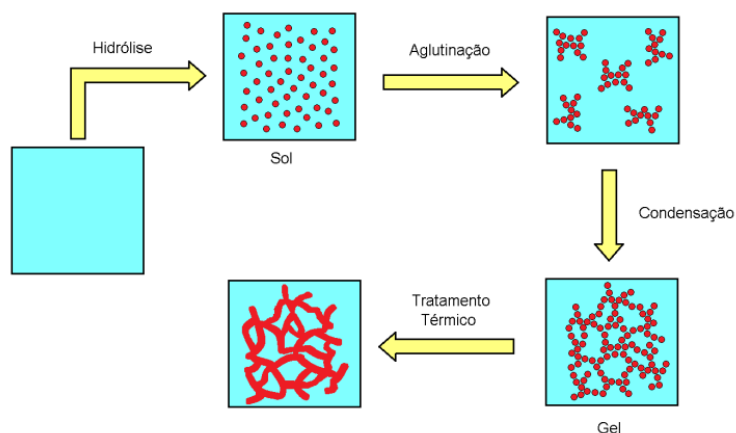


3.1. Sol-gel proteico

O método sol-gel foi primeiramente proposto por Hench e West (1990). Na terminologia utilizada, “sol” refere-se ao estado líquido onde ocorre uma dispersão de partículas coloidais, enquanto “gel” é o termo que define o sistema com estrutura sólida resultante (SILVA, 2019). Consiste em um método para sintetizar diversas nanoestruturas, no qual ocorre a formação de uma rede de óxidos com reações gradualmente condensadas de precursores moleculares em um meio fluido, sob calor e agitação (ALABADA et al., 2023; MERSAGH DEZFULI e SABZI, 2019).

Para a obtenção da fase final, é necessário atravessar três processos sucessivos: hidrólise, aglutinação e condensação (SILVA, 2019). A Figura 11 esquematiza a técnica, junto com o tratamento térmico.

Figura 11 – Fluxograma do método sol-gel.



Fonte: Holanda (2015).

Na hidrólise, moléculas precursoras, como alcóxidos metálicos, reagem com água substituindo grupos alcoxi (-OR, sendo R uma variável referente aos diferentes tipos de cadeias de carbono ligados ao oxigênio) por grupos hidroxila (-OH), havendo a formação de pequenas partículas suspensas; Em seguida, ocorre a aglutinação, onde as moléculas hidrolisadas se aproximam e formam pequenas redes, dando início a polimerização; Por fim, ocorre a condensação, no qual as partículas interagem, formando ligações e resultando em uma estrutura tridimensional porosa (BOKOV et al., 2021).

Na literatura, o método sol-gel é tratado como o mais confiável para produção de materiais, uma vez que resulta em materiais mais homogêneos e de tamanho controlado, além de ser uma das rotas de sínteses menos demoradas entre os métodos químicos úmidos (PRASAD et al., 2019). Esse método exige um número menor de etapas no processo e permite variações, como o uso de precursores ricos em proteínas ecologicamente corretas (água de coco, gelatina, goma de caju, quitosana, entre outros) como substitutos para os alcóxidos convencionais, sendo o chamado sol-gel proteico (MATIAS, 2021).

A quitosana é um biopolímero que atua como agente reticulante na sol-gel, sendo utilizada, por exemplo, na formação de materiais cerâmicos e filmes finos. De modo geral, polímeros de base biológica, como polissacarídeos, lipídeos, proteínas, mucilagens ou combinações deles, são promissores para o desenvolvimento de filmes finos (AĞÇELI, 2022). Nesse contexto, pesquisas sobre a utilização de mucilagens especificamente na rota sol-gel para

síntese de materiais possuem caráter inovador e disruptivo, sendo esta proposta apresentada em detalhes no próximo tópico.

3.2. Proposta de aplicação de mucilagem

Savia hispanica é o nome científico para chia, uma espécie vegetal pertencente à família *Laminacae*, originária do Sul do México, amplamente conhecida por seus benefícios nutricionais (WOOD ET AL., 2022). As sementes de chia podem ser visualizadas na Figura 12.

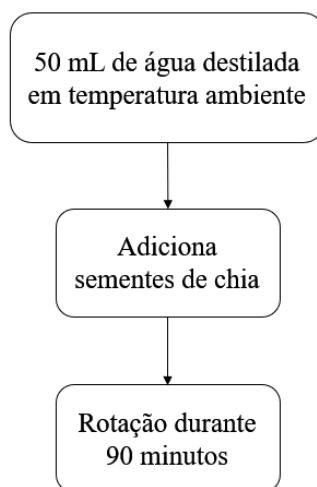
Figura 12 – Sementes de chia.



As sementes de chia apresentam tendência de aumentar seu volume em resposta ao aumento da umidade relativa do ar ou quando são imersas em solução durante algum tempo (90-120 minutos), em decorrência de capacidade de absorver água (LOPES, 2017; MUÑOZ-TÉBAR et al., 2022). Quando postas em ambiente aquoso durante um tempo, produz um gel de mucilagem transparente composto de polissacarídeos, fato esse que desperta o interesse na utilização como agentes espessantes, gelificantes e estabilizantes, tornando-se útil na síntese de filmes e revestimentos ecológicos (AĞÇELI, 2022; CUOMO et al., 2020).

A proposta deste trabalho consiste na aplicação de mucilagem, proveniente de sementes de chia, como agente reticulante na síntese por sol-gel para a produção de ferrita de cobalto. O processo utilizado para as obtenções das mucilagens neste trabalho consiste na hidratação das sementes, como relatado por Lopes (2017), e é descrito na Figura 13.

Figura 13 - Extração aquosa de mucilagem das sementes de chia.



3.3. Análise de proporções de sementes e separação de mucilagens

Foram realizadas variações na quantidade de massa das sementes para verificação da quantidade de mucilagem obtida, sendo essas variações categorizadas em amostras e apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Amostras para preparação de mucilagem de chia.

Quantidades		
Amostra	Água destilada (mL)	Massa de sementes (g)
C1	50	1
C2	50	2
C4	50	4

Após a hidratação das sementes de chia, foram realizadas tentativas de separação da mucilagem das sementes, o primeiro método foi o de peneiramento simples.

3.3.1. Peneiramento da mucilagem

Embora tenham sido utilizadas peneiras e tecidos de diferentes malhas, o processo demonstrou ser ineficaz para a separação total, devido a mucilagem apresentar comportamento reológico complexo. A mucilagem apresentou capacidade de reorganizar sua estrutura diante da aplicação de forças de cisalhamento, o que comprometeu a fluidez da mucilagem e dificultou sua passagem através das malhas da peneira. Além disso, observou-se possível comportamento tixotrópico do material, evidenciado a partir da redução temporária de viscosidade sob agitação mecânica e pela subsequente recuperação da viscosidade original após um tempo em repouso.

Em decorrência dessa observação, foi avaliado também o comportamento das mucilagens submetidas à ação de um misturador doméstico, com objetivo de verificar se haveria alteração mais significativa de viscosidade em comparação à agitação mecânica empregada apenas com o peneiramento.

3.3.2. Misturador doméstico

As mucilagens obtidas a partir do mixer Philco MX900PI, apresentaram melhores repostas em comparação ao uso apenas da peneira, fato que confirma a presença de tixotropia, uma vez que elas apresentaram redução acentuada de viscosidade durante o uso do misturador, seguida da recuperação gradual das características reológicas iniciais após o repouso. A Figura 14 apresenta o resultado das mucilagens ao peneiramento após uso do misturador.

Figura 14 – Mucilagem C2 após processo de agitação com misturador, seguido de peneiramento



Embora não tenha possibilitado a apresentação de fase homogênea - havendo, inclusive, impurezas suspensas, devido a fragmentação de algumas sementes pelo contato com as hélices do misturador - o processo permitiu entender o comportamento das mucilagens sob agitação mecânica. Além disso, os aspectos reológicos identificados foram determinantes para a escolha do método alternativo de separação, mais adequado às propriedades físico-químicas do material.

3.3.3. Centrifugação

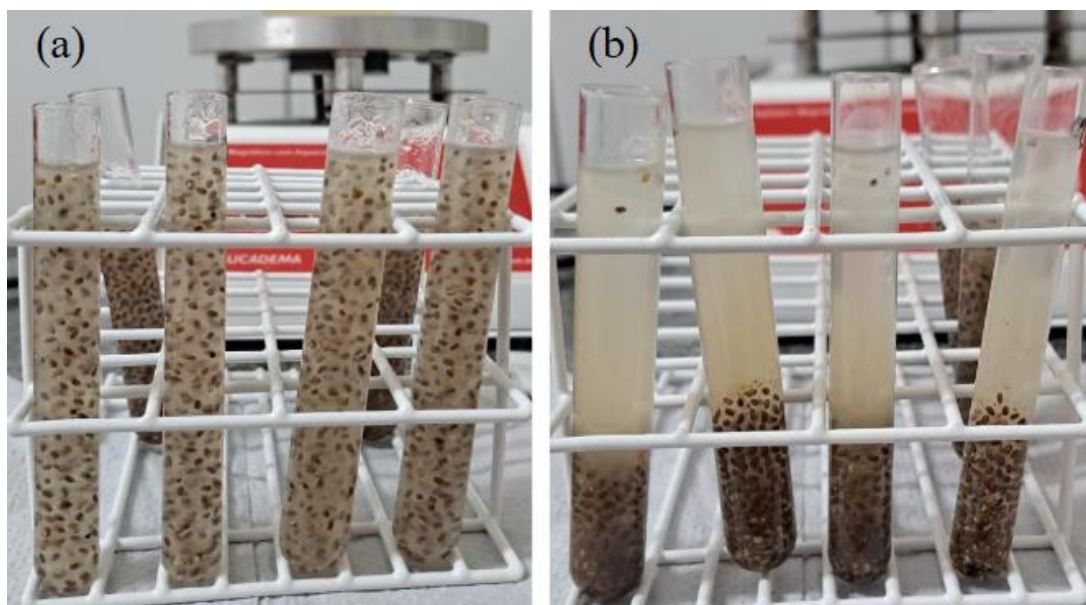
Considerando as limitações dissertadas anteriormente, decorrentes da aplicação do peneiramento e da agitação com o misturador para separação, optou-se pelo método de centrifugação. A configuração de rotação e tempo foi definida com base em testes preliminares de separação, sendo adotada aquela que apresentou melhor desempenho. Foi utilizada centrífuga de bancada EEQ-9004/B a 2000 rpm durante 30 minutos, observada na Figura 15.

Figura 15 – Centrífuga de bancada utilizada.



As amostras C1 e C4 não apresentaram resultados satisfatórios de separação de sementes e consistência de mucilagem. A amostra C1, em decorrência da quantidade menor de sementes de chia utilizada, apresentou-se em estado mais líquido, enquanto a amostra C4 com maior massa de chia apresentou maior resistência à separação das sementes. Portanto, foi aplicado os parâmetros da amostra C2 e C4 para o desenvolvimento da segunda etapa de sínteses do trabalho. Na Figura 16, é possível verificar o resultado da centrifugação da amostra C2 em relação a separação de mucilagem das sementes de chia.

Figura 16 – Mucilagem (a) antes e (b) depois da centrifugação



Além da separação de fases entre mucilagem e sementes, é possível observar também que o método de centrifugação possibilitou em um resultado mais límpido em comparação ao obtido a partir da separação com agitação mecânica por misturador e peneiramento, como demonstrado anteriormente na Figura 14. A mucilagem separada foi coletada por meio de pipeta para posterior processo de síntese.

3.4. Aplicação da mucilagem nas sínteses de ferritas de cobalto

As mucilagens obtidas foram utilizadas para a sintetização de ferritas de cobalto. A escolha do nitrato de cobalto, $Co(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, e nitrato de ferro, $Fe(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, como precursores ocorreu, além da disponibilidade, devido a ampla documentação científica em estudos voltados à obtenção desse tipo de estrutura cristalina, cujas propriedades estruturais têm sido extensivamente investigadas. Foram realizados cálculos estequiométricos para a determinação das quantidades de precursores na síntese de 1 g de ferrita de cobalto, observados na Tabela 2.

Tabela 2 – Precursores para síntese de 1 g de ferrita de cobalto.

Produto	Quantidades
Mucilagem	50 g
Nitrato de Cobalto	1,24 g
Nitrato de Ferro	3,44 g

3.4.1. Mucilagens com sementes

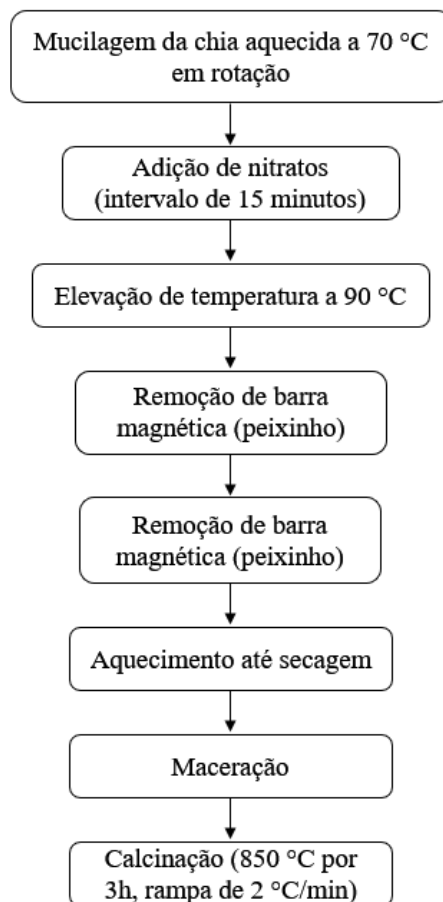
Embora o método mais eficiente de separação de mucilagem tenha sido definido, optou-se por realizar a síntese com a mucilagem que possuía sementes para avaliar o nível de influência que as sementes podem causar no resultado final do pó após a calcinação. Foram realizadas variações na quantidade de massa das sementes para verificação da viscosidade de mucilagem obtida, sendo essas variações categorizadas em amostras e apresentadas na Tabela 1 do tópico 3.3. Baseado nas Tabelas 1 e 2, os 50 mL de água destilada foram mantidos como referência, enquanto as massas de ferrita de cobalto e sementes de chia foram variados proporcionalmente, conforme apresentado na Tabela 3.

Tabela 3 – Especificações das amostras para síntese de ferrita de cobalto.

Amostra	Quantidades				Proporção (Água:Chia:Ferrita)
	Água destilada (mL)	Massa de sementes (g)	Nitrato de Cobalto (g)	Nitrato de Ferro (g)	
C1	50	1	1,24	3,44	1:1:1
C2	50	2	2,48	6,88	1:2:2
C4	50	4	4,96	13,76	1:4:4

As amostras, com suas respectivas especificações, foram utilizadas nas sínteses de ferrita de cobalto por rota sol-gel. As sínteses foram realizadas dentro de uma capela com exaustor acoplado e houve intervalos de 15 minutos entre as adições dos nitratos de cobalto e ferro, respectivamente, para melhor dissolução. Após alcançar a homogeneidade, a temperatura foi elevada a 90 °C. Ao ser observada uma considerável redução no volume da solução, a rotação foi interrompida e a barra magnética foi retirada. O aquecimento foi cessado quando se verificou seca a superfície da solução. O produto final da sol-gel foi macerado utilizando um almofariz de ágata com intuito de homogeneizar o pó e reduzir as partículas. O pó resultante foi calcinado a 850 °C durante 3 h, com taxa de aquecimento de 2 °C/min, para a obtenção das fases de ferrita e, conforme observado por Ounacer, Sajieddine e Essoumhi (2020), para essa temperatura de calcinação são esperados cristalitos com tamanhos próximos a 50 nm. A metodologia empregada para obtenção das ferritas de cobalto a partir das mucilagens está descrita no fluxograma apresentado na Figura 17.

Figura 17 – Síntese de ferrita de cobalto por rota sol-gel.



Em seguida, as amostras foram prensadas a 277,6 MPa por, aproximadamente, 1 h em prensa hidráulica com matriz cilíndrica de 15 mm de diâmetro, para formação de pastilhas. Posteriormente, foram sinterizadas, sob as mesmas condições de calcinação, de forma a possibilitar o coalescimento dos grãos. Após a sinterização, foram realizadas as caracterizações dielétricas para investigação das permissividades e tangente de perdas das amostras. As caracterizações microestruturais das amostras foram obtidas através da Difractometria por Raios-X (DRX), juntamente com refinamento Rietveld realizado por meio do software GSAS-II, para avaliação das fases formadas.

3.4.2. Mucilagens sem sementes

Conforme descrito no tópico 3.3.3, a proporção utilizada na amostra C2 e C4 foram consideradas adequadas para a realização da nova etapa de sínteses, sem a presença de sementes em sua mucilagem. Adaptando-se a Tabela 3, foram mantidos 50 g de mucilagem como referência enquanto as massas dos nitratos foram alteradas proporcionalmente para a utilização

das amostras C2 e C4, na qual utiliza-se 1 e 2 g de massa de sementes de chia, conforme apresentado na Tabela 4.

Tabela 4 – Características da amostra C2 e C4 para sínteses de ferritas de cobalto.

Amostra	Quantidades			Proporção (Mucilagem:Chia:Ferrita)
	Mucilagem (g)	Nitrato de Cobalto (g)	Nitrato de Ferro (g)	
C2	50	2,48	6,88	1:2:2
C4	50	4,96	13,76	1:4:2

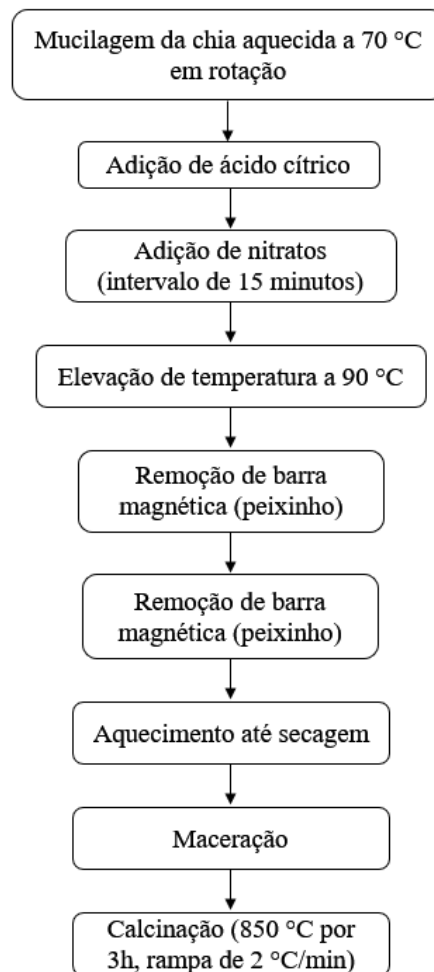
Algumas das sínteses foram realizadas, para fins comparativos, utilizando ácido cítrico como agente complexante e de hidrólise, associado às mucilagens extraídas conforme a proporção empregada nas amostras C2 e C4. A escolha do ácido cítrico se deu devido a sua estrutura multicarboxílica que, conforme Książek (2023), justifica sua compatibilidade com diversos polissacarídeos e sua capacidade de se ligar aos íons metálicos, favorecendo maior estabilidade na síntese. A Tabela 5 apresenta as características finais das amostras.

Tabela 5 – Características de amostras baseadas na C2 e C4

Amostra	Ferrita (g)	Chia (%)	Ácido cítrico (%)
2C0A1Fe	1	2	0
2C0A2Fe	2	2	0
4C0A1Fe	1	4	0
4C0A2Fe	2	4	0
2C5A1Fe	1	2	5
2C5A2Fe	2	2	5
4C5A1Fe	1	4	5
4C5A2Fe	2	4	5

O processo de síntese de ferrita de cobalto foi semelhante adotado às primeiras sínteses realizadas com presença de sementes, descrito na Figura 16 do tópico anterior, havendo a adição de ácido cítrico à rota. A Figura 18 apresenta o fluxograma do processo.

Figura 18 – Síntese de ferrita de cobalto sob rota sol-gel com aplicação de ácido cítrico



Em seguida, as amostras foram prensadas a 332,9 MPa por, aproximadamente, 30 minutos em prensa hidráulica com matriz cilíndrica de 15 mm de diâmetro, para formação de pastilhas. Posteriormente, foram sinterizadas, sob as mesmas condições de calcinação, de forma a possibilitar o coalescimento dos grãos. Após a sinterização, foram realizadas as caracterizações dielétricas para investigação das permissividades e tangente de perdas das amostras. As caracterizações mencionadas são descritas no tópico 3.3.

3.5. Caracterizações

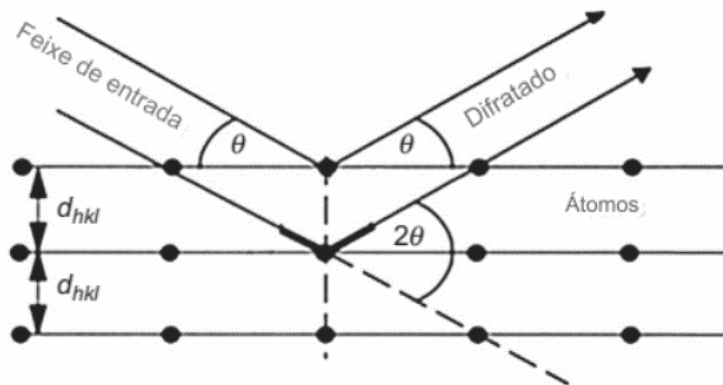
As caracterizações realizadas nos materiais sintetizados foram divididas entre caracterizações microestruturais e dielétricas. Os tópicos seguintes contêm uma breve fundamentação teórica acerca das técnicas empregadas.

3.5.1. Difração por Raios-X (DRX)

A técnica mais utilizada para determinar parâmetros cristalográficos é a Difração por Raios-X (DRX), baseada nas descobertas do físico alemão Wilhelm Conrad Röntge, sobre produção e detecção de raios-X (Matias, 2021; Silva, 2019). A metodologia consiste em direcionar um feixe de raios-X ao cristal e, a partir da dispersão desses raios em diferentes direções, gerar um padrão de difração característico que representa a distribuição dos átomos dentro do cristal (SILVA, 2019).

Essa radiação, com comprimento de onda na ordem de $1 \text{ \AA}$ (10^{-10} m), é produzida a partir de uma partícula de alta energia cinética devido a colisão desta em um anteparo metálico, geralmente feito de cobre e com comprimento de onda $\lambda_{\text{Cu}} = 1,5402 \text{ \AA}$ (SILVA, 2019). A dispersão, ou difração, ocorre devido os planos atômicos no cristal que agem como redes de difração para os raios-X, uma vez que o campo elétrico oscilante da onda interage com os elétrons na matéria, causando o espalhamento (FULTZ e HOWE, 2012; JENKINS e SNYDER, 1996). Seguindo o princípio de Huygens, sabe-se que cada ponto de espalhamento atua como uma nova fonte de ondas esféricas, onde as ondas espalhadas entre dois objetos serão expandidas no espaço ao redor destes até que interfiram entre si, produzindo interferências construtivas ou destrutivas (FULTZ e HOWE, 2012). A representação da técnica de DRX é representada na Figura 19.

Figura 19 – Ilustração da DRX.



Fonte: Adaptado de Epp (2016).

Os resultados provenientes do DRX dependem de fatores como angulação de difração para interferência construtiva, distância de espalhamento e comprimento de onda da radiação, sendo baseado na Lei de Bragg, apresentada na Equação 1 – descreve as condições para a ocorrência de difração em interferência construtiva (FULTZ e HOWE, 2012; SILVA, 2019).

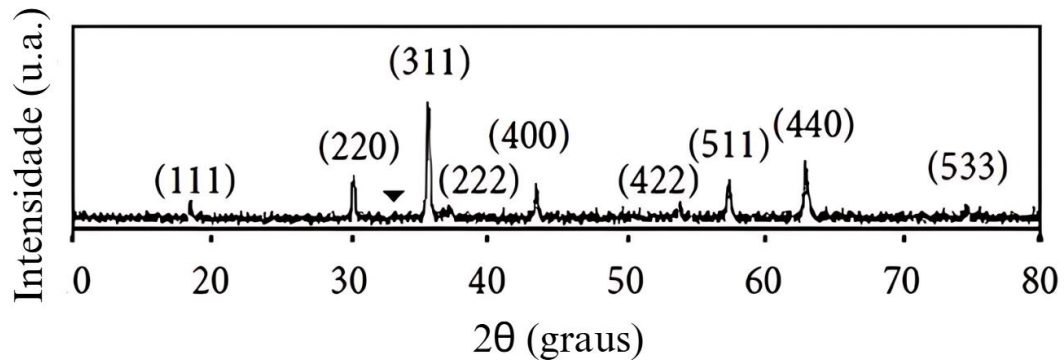
$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin(\theta) \quad (1)$$

Onde n é a ordem da reflexão (número inteiro qualquer), θ é o ângulo do feixe difratado e d_{hkl} o espaçamento entre os planos – a depender da estrutura analisada, descrito pela Equação 2 (SILVA, 2019).

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2)$$

Sendo a o valor referente ao tamanho da aresta da célula unitária e os termos h, k e l os índices de Miller dos picos de difração, que são números inteiros usados para descrever a orientação de planos atômicos em relação aos eixos da célula unitária (x, y, z) (JENKINS e SNYDER, 1996; MATIAS, 2021; SILVA, 2019). O difratômetro de raios-X baseia-se no conceito da lei de Bragg para reconhecer os ângulos de difração dos materiais, onde cada pico de intensidade detectado corresponde a uma identificação de radiação da DRX na estrutura cristalina (SILVA, 2019), exemplificada na Figura 20.

Figura 20 – Exemplo de difratograma de raios-X de ferrita de cobalto.



Fonte: Silva (2019).

Os índices de Miller são representados através dos números inteiros entre parênteses (SILVA, 2019). A análise do padrão cristalográfico fornece informações importantes sobre a estrutura cristalina, onde é possível obter a concentração de massa relativa de fases, parâmetros de rede e tamanho do cristalito das fases (MATIAS, 2021). Além disso, é possível aplicar os resultados da DRX na equação de Scherrer, apresentada na Equação 3, para obtenção do tamanho médio das partículas do material analisado (PERVEEN et al., 2023; SILVA, 2019).

$$\bar{D} = \frac{k\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (3)$$

Onde $\bar{D}$ é o tamanho médio das partículas; k é o fator de forma, no qual depende da estrutura das partículas analisadas; λ é o comprimento de onda da radiação utilizada; β é a largura do ponto de meia intensidade. O tamanho das partículas pode interferir na obtenção de

resultados claros pela DRX, tornando difícil a análise de parâmetros como indexação e análise qualitativa de fases cristalinas e refinamento da célula unitária (SILVA, 2019).

O Método Rietveld é aplicado para sanar essas questões anteriores. Trata-se de uma modelagem matemática, na qual analisa simultaneamente todos os picos do padrão medido, refinando-o com um padrão calculado e levando em consideração vários parâmetros estruturais, microestruturais e experimentais (EPP, 2016). Assim, o método dos mínimos quadrados é aplicado com o objetivo de reduzir ao máximo a diferença entre os parâmetros observados e os calculados, resultando em uma descrição mais precisa da estrutura cristalina do material (SILVA, 2019).

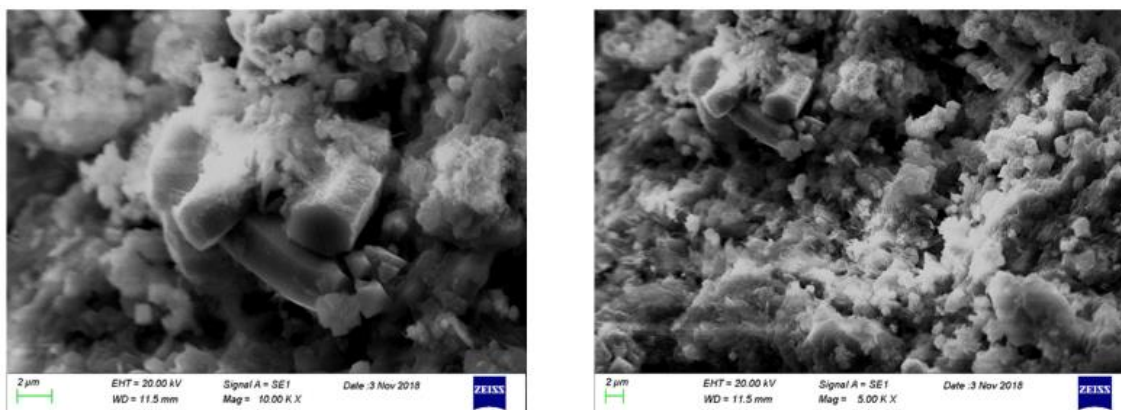
Neste trabalho, foram utilizados dois difratômetros diferentes, de acordo com a disponibilidade de cada um. Primeiramente, foi utilizado o difratômetro PROTO AXRD-Benchtop com radiação de cobre $\text{CuK}\alpha$ e, posteriormente, o difratômetro Rigaku Miniflex II, também com radiação de cobre $\text{CuK}\alpha$.

3.5.2. Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é um dos métodos de microscopia comumente utilizado para estudar amostras sólidas, fornecendo informações complexas como a morfologia dos cristais e permitindo a observação destas amostras em altíssima ampliação (RACEK; HUPÁKOVÁ, 2019).

Nesse método são criadas imagens da superfície da amostra escaneando-a com feixes de elétrons em um padrão de varredura, onde os elétrons interagem com os átomos do material analisado, produzindo sinais que contêm informações sobre a topografia da superfície da amostra, composição e outras propriedades, como condutividade elétrica (LIU et al., 2024), conforme exemplificado na Figura 21.

Figura 21 – Exemplo de MEV de nanopartículas de $CoFe_2O_4$.



Fonte: Islam et al. (2022).

Alguns parâmetros importantes para caracterização de materiais podem ser exibidos por meio do MEV, como escala para estimar o tamanho das partículas das amostras, ampliação de imagem, tensão de aceleração, distância de trabalho (SILVA, 2019). Para este trabalho, foi utilizado um microscópio de alta resolução que utiliza o princípio do MEV, porém com melhor imagem: *Field Emission Scanning Electron Microscope* (FESEM), TESCAN modelo Mira3 com Espectroscopia de Energia Dispersiva (*Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* – EDS) acoplado.

3.5.3. Caracterização dielétrica de materiais

O método da sonda coaxial permite a obtenção da permissividade e é frequentemente utilizado para a caracterização de propriedades dielétricas de micro-ondas de materiais de alta permissividade e condutividade devido às vantagens inerentes, incluindo requisitos mínimos de preparação de amostra e capacidade de medição em banda larga (AYDINALP et al., 2022; SILVA, 2019).

Nessa técnica, o campo eletromagnético se propaga ao longo da linha coaxial e, quando o campo encontra uma incompatibilidade de impedância entre a sonda e o material, a reflexão ocorre e os sinais refletidos em diferentes frequências são medidos e convertidos por software para valores complexos de permissividade (GONZÁLEZ-TERUEL et al., 2021; LA GIOIA et al., 2018).

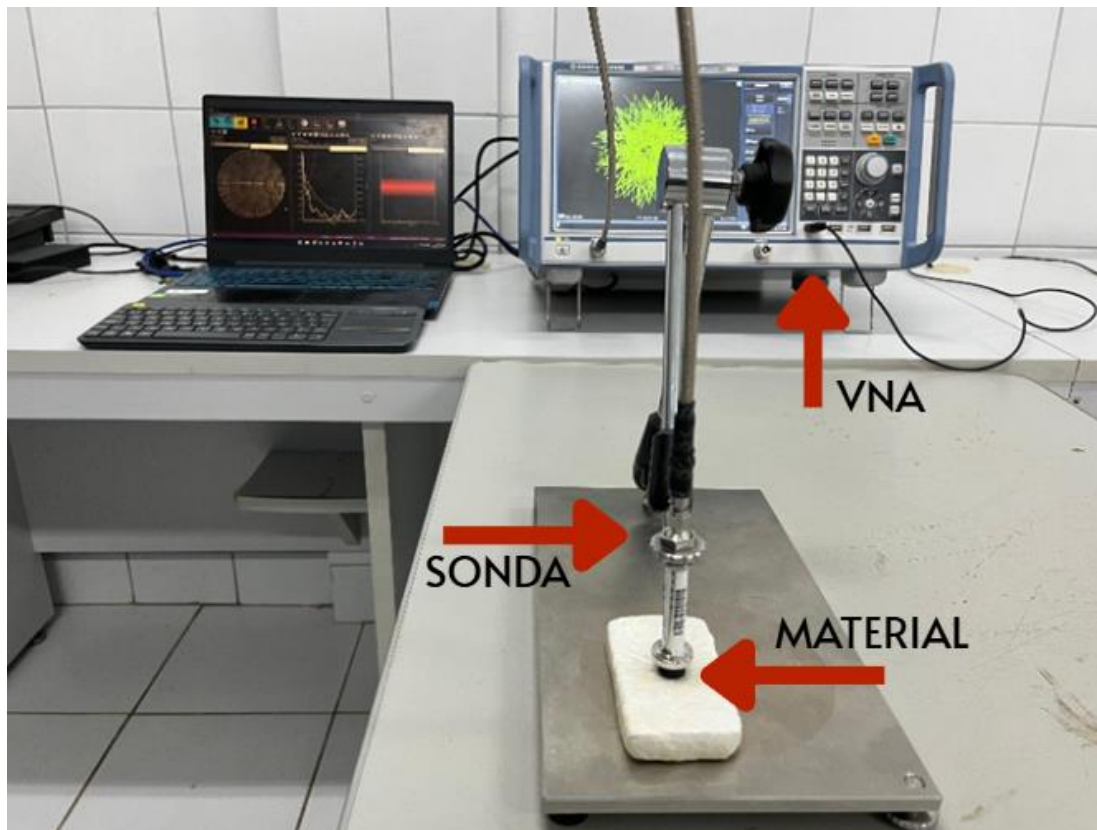
Os parâmetros dielétricos de interesse nesta técnica incluem a permissividade dielétrica complexa (ϵ^*), com seus valores reais (ϵ') e imaginários (ϵ''), e a tangente de perdas dielétricas ($\tan \delta_\epsilon = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}$). Onde ϵ' representa a energia armazenada em materiais dielétricos e ϵ'' reflete a

perda ou ganho dielétrico, devido ao movimento de íons ou moléculas em decorrência ao campo elétrico aplicado (NAAGAR et al., 2021). Os valores de permissividade complexa se apresentam em função da frequência do material e podem ser expressos como a relação na Equação 4.

$$\varepsilon^* = \varepsilon' + j\varepsilon'' \quad (4)$$

As caracterizações dielétricas foram realizadas pelo método da sonda coaxial, utilizando o equipamento *Vector Network Analyzer* (VNA) *Rohde & Schwarz ZND 100 kHz - 8,5 GHz*, juntamente com o kit de medição de permissividade *SPEAG DAK-3.5* (200 MHz – 20 GHz) em uma faixa de frequência de 1,0 GHz a 8,5 GHz. A Figura 22 apresenta o setup de medição utilizado.

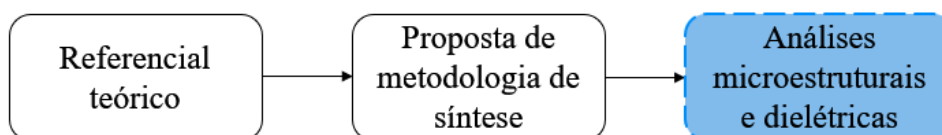
Figura 22 – Setup de medição para as caracterizações dielétricas



4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos a partir das caracterizações dos materiais sintetizados por meio da aplicação da mucilagem de chia com e sem sementes estão dispostos em suas respectivas seções. A Figura 23 apresenta a etapa atual do trabalho.

Figura 23 – Etapa atual de resultados.



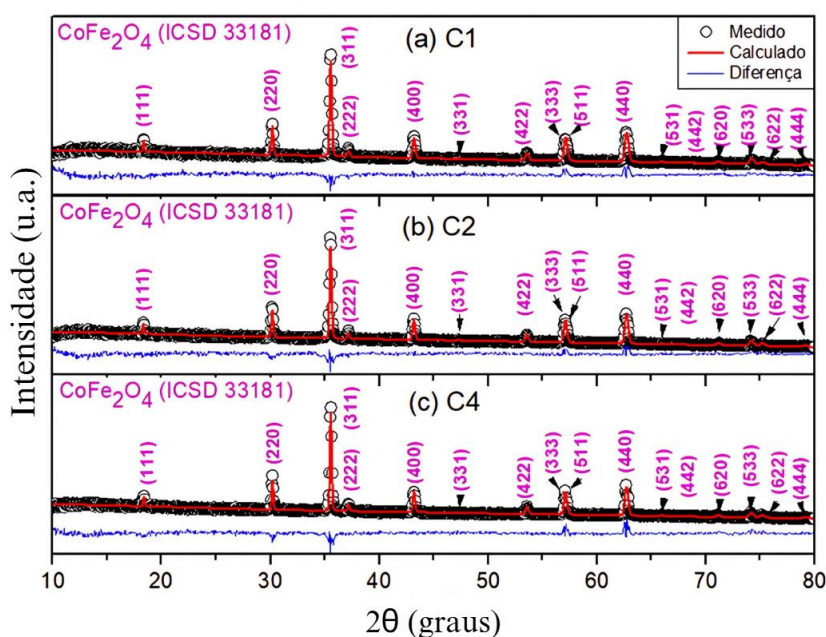
4.1. Ferritas obtidas a partir de mucilagens com sementes

Neste tópico, serão apresentados e discutidos os resultados provenientes das caracterizações realizadas nas amostras C1, C2 e C4 com sementes.

4.1.1. Caracterizações por Difração de Raios-X

Os pós obtidos a partir das sínteses de sol-gel utilizando as mucilagens de chia com sementes, para desenvolvimento de ferritas de cobalto, foram caracterizados por difração de raios-X. Na Figura 24 são apresentadas as difratometrias das amostras normalizadas através de seus valores máximos para melhor análise.

Figura 24 – DRX das amostras C1 (a), C2 (b) e C4 (c).



O processo de refinamento foi realizado utilizando uma carta do banco de dados cristalográficos para a fase de ferrita de cobalto (ICSD 33181). Todas as amostras analisadas apresentaram picos de difração (hkl) iguais, sendo o pico (311) de maior intensidade - característica correspondente a ferrita de estrutura espinélio (W. Zhang et al., 2020), e condizentes com resultados obtidos por Islam et al. (2022) e Silva (2019). Nenhum pico extra foi observado no padrão DRX, o que configura a fase cristalina única de $CoFe_2O_4$. A inclinação observada nos *backgrounds* das amostras sugere a formação de fase amorfa que, diferente das fases cristalinas, não apresentam padrão de reflexão. As fases amorfas produzem bandas largas com baixas intensidades nos padrões de DRX (Rowe & Brewer, 2018).

A fase amorfa é proveniente da própria mucilagem (Allafchian et al., 2017) e do carbono advindo da queima das sementes que não foram totalmente separadas das mucilagens. Durante os refinamentos das amostras, foi verificado que a amostra C1 apresentou maior concentração de carbono, seguida da amostra C2 e C4, iniciando os valores de intensidade observados em 69,08, 67,29 e 65,5, respectivamente. A Tabela 6 apresenta os parâmetros de rede das amostras.

Tabela 6 – Refinamento Rietveld das ferritas de cobalto

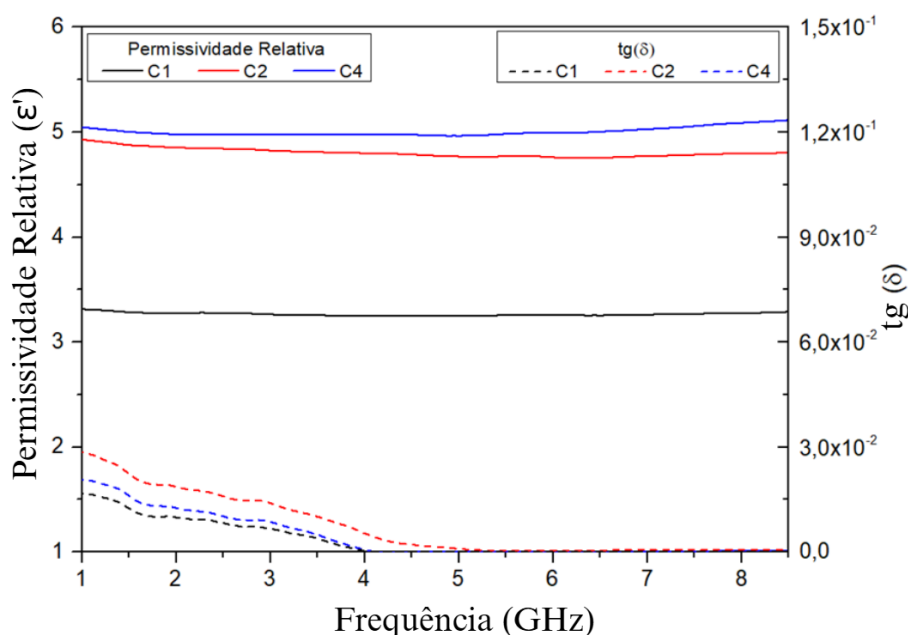
	C1	C2	C4
Parâmetros de Rede (Å)	$a = 8,37711$	$a = 8,37748$	$a = 8,37451$
GoF	0,20	0,18	0,20

Os parâmetros de rede correspondem com o esperado para ferritas ($a = b = c$), sendo aproximadamente 8,38 Å para o material cristalizado na estrutura espinélio cúbica (W. Zhang et al., 2020). Os valores de *Goodness-of-Fit* (GoF) indicam a proximidade do modelo teórico com os dados experimentais, conforme Zhang et al. (2022), indicando um bom ajuste. A amostra C4 apresentou mucilagem mais densa em comparação com as demais em decorrência da maior massa de sementes de chia utilizadas, enquanto que na amostra C1 foi utilizado menor massa de sementes e, portanto, apresentou menos mucilagem. No entanto, todas as amostras formaram fases cristalinas únicas de $CoFe_2O_4$, demonstrando que as mucilagens presentes, independente da massa de sementes de chia utilizada, foram úteis para as sínteses de ferritas de cobalto.

4.1.2. Caracterização Dielétrica

As medições dielétricas foram realizadas dentro da faixa de frequência de 1,0 a 8,5 GHz. O comparativo de valores de permissividade e tangente de perdas podem ser observados na Figura 25.

Figura 25 – Permissividade relativa e tangente de perdas dos materiais.



As amostras C1, C2 e C4 apresentaram permissividades relativas de aproximadamente 3,27, 4,82 e 5,01, respectivamente. Os materiais analisados apresentaram baixos valores de perdas, na ordem de 10^{-2} . A variação da frequência dentro do intervalo de medição não ocasionou variações significativas nas permissividades dos materiais, fato que possibilita redução de perdas e estabilidade em aplicações de radiofrequência e micro-ondas, tornando o desempenho previsível e confiável de dispositivos.

A amostra C1 apresentou o menor valor de permissividade, podendo relacionar esse comportamento em decorrência de um quantitativo maior de fase amorfa, identificado durante a etapa de análises das difratometrias por raios-x, sugerindo que uma maior presença de carbono reduz a permissividade desses materiais.

Entende-se que a mucilagem da chia atua nas sínteses como um agente complexante, ajudando a organizar a estrutura durante a transição sol para gel. No caso da amostra C1, temos mais água que sementes de chia, então temos uma mucilagem mais diluída em água. Assim, a quantidade de moléculas funcionais, que interagem com os íons metálicos, é reduzida.

Consequentemente, teremos menos interações orgânicas, que auxiliam na formação da estrutura cristalina, e assim a estrutura resultante apresenta maior fase amorfa.

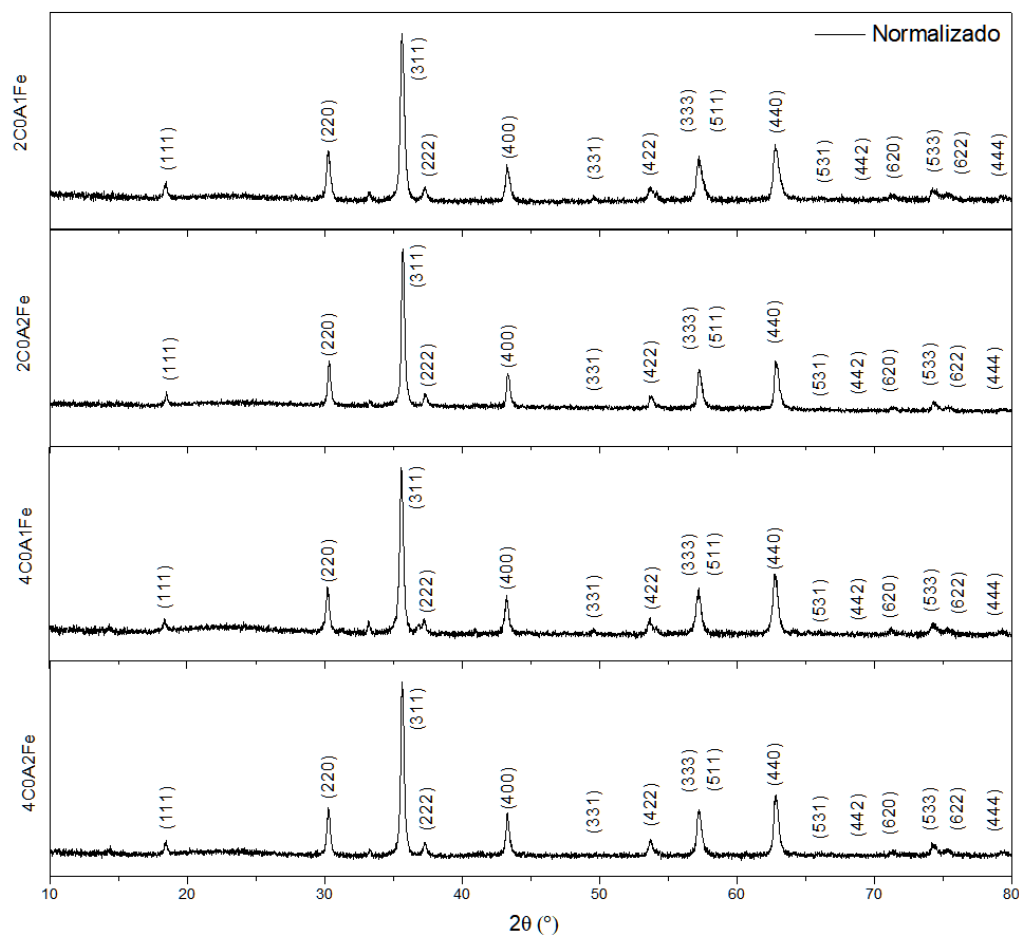
4.2. Ferritas obtidas a partir de mucilagens sem sementes

Serão apresentadas as caracterizações dos materiais desenvolvidos a partir da amostra C2, separado através de centrifugação e especificados na Tabela 5.

4.2.1. Caracterizações por Difração de Raios-X

As amostras em pó obtidas por meio da rota sol-gel, utilizando mucilagens de chia sem sementes, foram caracterizadas por difração de raios-x (DRX) com o objetivo de identificar as fases cristalinas formadas. Os difratogramas das amostras serão apresentados com intensidades foram normalizadas em relação aos picos máximos, de modo a facilitar a comparação entre perfis e a identificação das fases presentes. A Figura 26 apresenta os padrões obtidos a partir das amostras sintetizadas sem ácido cítrico.

Figura 26 – DRX das amostras utilizando mucilagem sem sementes e sem ácido cítrico.



Utilizou-se a carta ICSD 184063 do banco de dados cristalográficos para a fase de ferrita de cobalto ($CoFe_2O_4$) e a ICSD 22505 para a fase secundária α - Fe_2O_3 (hematita). Os picos observados correspondem, predominantemente, com os planos cristalográficos obtidos a partir de ferrita de cobalto. O percentual de fase (%wt), parâmetros de rede (a , b e c) e parâmetros estatísticos de qualidade de ajuste, como fator de perfil ponderado (Rwp) e qualidade do ajuste (GoF), são apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 – Resultados de refino de fases cristalinas

Amostra	Fase	Código ICSD	%wt	a (Å)	b (Å)	c (Å)	Rwp	GoF
2C0A1Fe	Ferrita de Cobalto	184063	93,8	8,3681	8,3681	8,3681	2,725	3,89
	$\alpha - Fe_2O_3$	22505	6,2	5,04663	5,04663	13,732		
2C0A2Fe	Ferrita de Cobalto	184063	74,3	8,37243	8,37243	8,37243	3,096	3,76
	$\alpha - Fe_2O_3$	22505	25,7	4,93236	4,93236	13,4487		
4C0A1Fe	Ferrita de Cobalto	184063	96,4	8,37115	8,37115	8,37115	2,921	3,63
	$\alpha - Fe_2O_3$	22505	3,6	5,02835	5,02835	13,75041		
4C0A2Fe	Ferrita de Cobalto	184063	84,9	8,37081	8,37081	8,37081	2,816	3,63
	$\alpha - Fe_2O_3$	22505	15,1	5,01455	5,01455	13,7888		

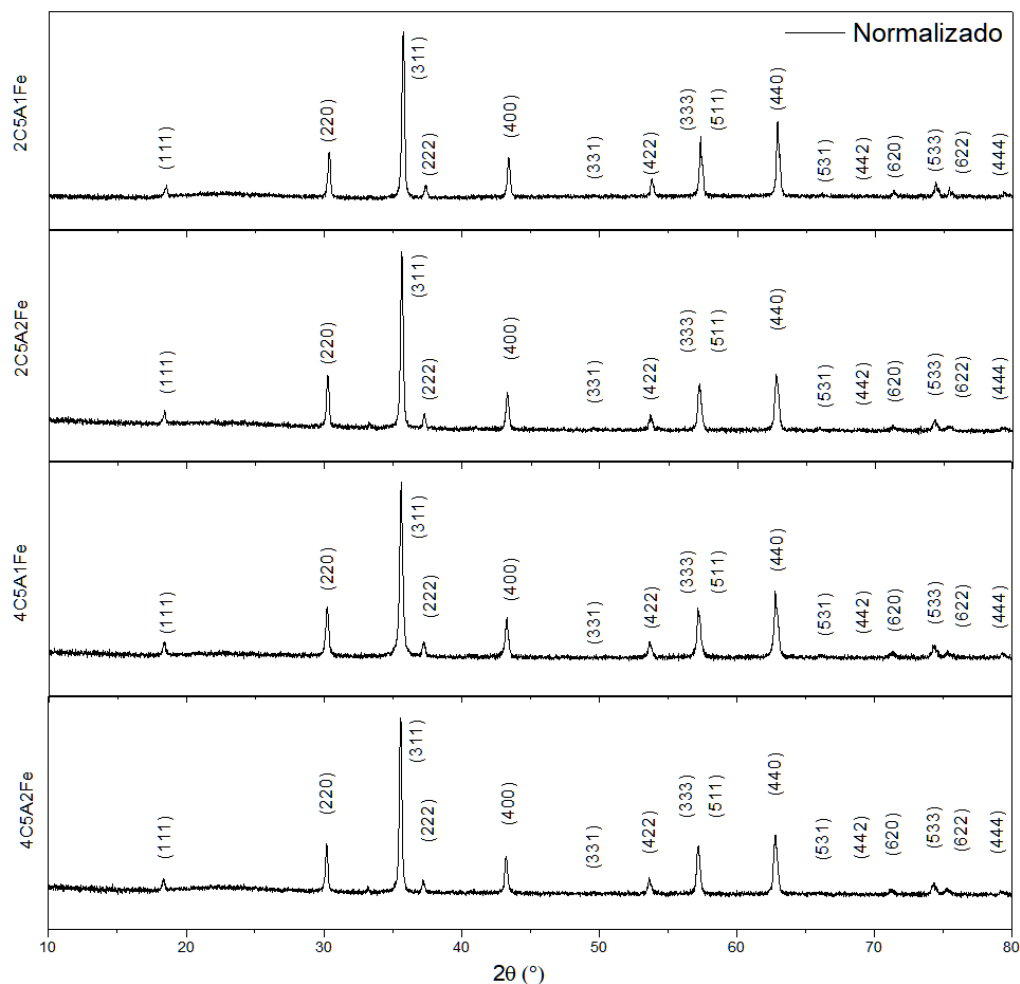
Os parâmetros de rede analisados são consistentes com a estrutura a estrutura cúbica esperada, e os valores baixos de Rwp e GoF em todas as amostras indicam bom ajuste do modelo cristalográfico aos dados experimentais. Foram observadas variações importantes no conteúdo de fase secundária entre as amostras, evidenciando o efeito das condições de síntese sobre a pureza estrutural dos pós. As amostras **2C0A1Fe** e **2C0A2Fe**, preparadas com menor proporção de mucilagem, apresentaram quantidades superiores de $\alpha - Fe_2O_3$, atingindo 6,2% e 25,7%, respectivamente. A amostra **2C0A2Fe** na qual foi sintetizada 2 g de ferrita, mostrou a menor fração de $CoFe_2O_4$ e maior teor de fase hematita, indicando incompleta formação da estrutura espinélio.

Em contrapartida, as amostras sintetizadas sob maior concentração de mucilagem, **4C0A1Fe** e **4C0A2Fe**, apresentaram maior pureza de fases, com 96,4% e 84,9% de ferrita de cobalto, respectivamente. Esses resultados indicam que o aumento de concentração de mucilagem de chia na matriz sol-gel contribuiu na formação de fase desejada, inibindo a segregação em fases de óxidos de ferro, como a hematita. Desse modo, a mucilagem não apenas atua como agente gelificante, mas também promove um ambiente reacional favorável a formação da estrutura espinélio.

Considerando o bom desempenho obtido com o aumento da mucilagem, foram realizadas também sínteses complementares adicionando ácido cítrico como agente complexante. A introdução do ácido cítrico tem como objetivo potencializar a complexação de

íons metálicos (RANA et al., 2015). A Figura 27 apresenta os difratogramas obtidos para as amostras com adição de ácido cítrico na rota-sol gel.

Figura 27 – DRX das amostras com adição de ácido cítrico em rota sol-gel.



Assim como nos difratogramas analisados na Figura 26, as amostras com adição de ácido cítrico em rota de síntese apresentaram formação de ferritas de cobalto, dadas as coincidências de picos com o padrão proposto pela carta ICSD 184063. A Tabela 8 dispõe os resultados obtidos através do refinamento desses difratogramas.

Tabela 8 – Refinamento dos difratogramas das amostras com ácido cítrico.

Amostra	Fase	Código ICSD	%wt	A	B	C	Rwp	GoF
2C5A1Fe	Ferrita de Cobalto	184063	100	8,36572	8,36572	8,36572	2,986	3,89
2C5A2Fe	Ferrita de Cobalto	184063	97,7	8,36724	8,36724	8,36724	3,096	3,83
	$\alpha - Fe_2O_3$	22505	2,3	5,04021	5,04021	13,7102		
4C5A1Fe	Ferrita de Cobalto	184063	100	8,36755	8,36755	8,36755	2,77	3,77
4C5A2Fe	Ferrita de Cobalto	184063	96,1	8,36933	8,36933	8,36933	2,783	3,71
	$\alpha - Fe_2O_3$	22505	3,9	5,02661	5,02661	13,75453		

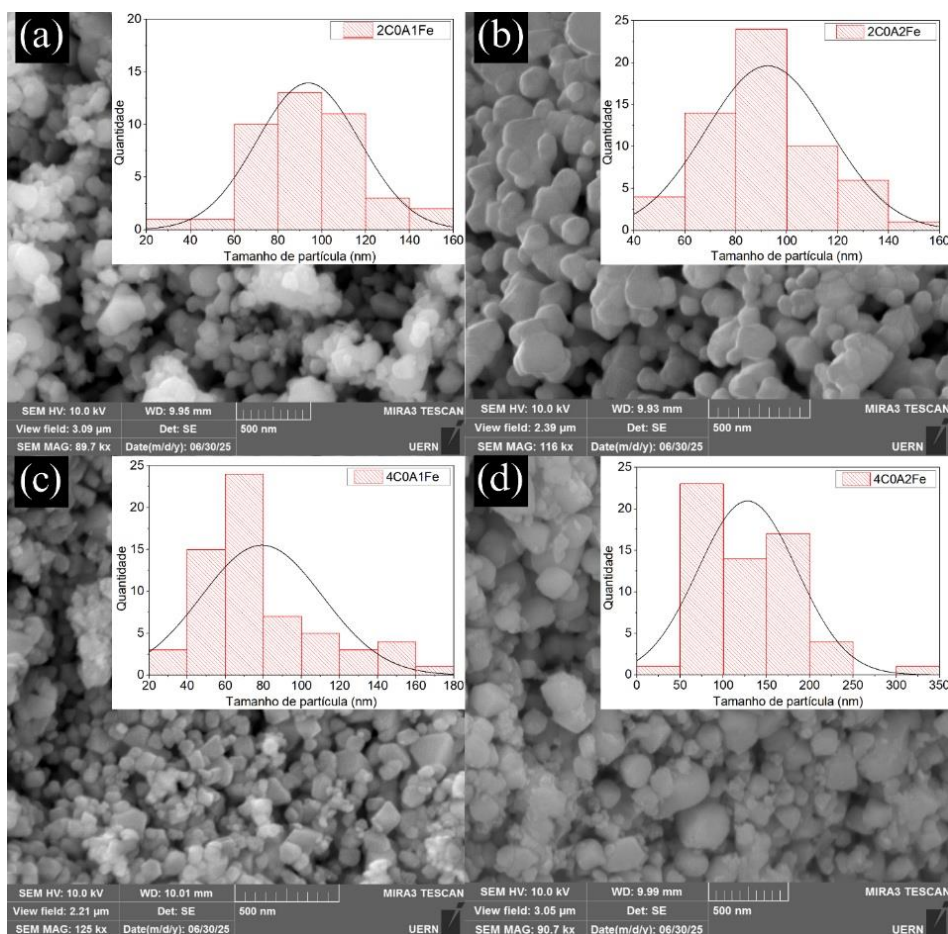
Os resultados do refinamento Rietveld apresentados na Tabela 8 confirmam a formação majoritária de fase espinélio de ferrita de cobalto em todas as amostras analisadas. A presença de ácido cítrico associado à mucilagem de chia nas amostras possibilitou a formação de pós de elevada pureza de fase $CoFe_2O_4$, variando entre 96,1% a 100%. A fase secundária de $\alpha - Fe_2O_3$ foi presente, em proporções inferiores a 4%, nas amostras $2C5A2Fe$ e $4C5A2Fe$. Em comum, essas amostras foram desenvolvidas para 2 g de ferrita, o que resulta em maior densidade de matéria durante a secagem e calcinação. A maior quantidade de material pode ter levado a uma distribuição térmica de calor menos eficiente durante a calcinação, o que favoreceu a formação de pequenas frações de hematita. Ainda assim, o grau de pureza das amostras com ácido cítrico adicionado à rota sol-gel para a formação de ferritas de cobalto foi superior.

4.2.2. Caracterização Morfológica

A morfologia das amostras foi revelada a partir da caracterização por MEV, na qual esses materiais foram submetidos. A Figura 28 contém as micrografias acompanhadas dos histogramas de distribuição do tamanho de partículas das amostras $2C0A1Fe$, $2C0A2Fe$, $4C0A1Fe$ e $4C0A2Fe$ - todas ferritas de cobalto, sintetizadas com mucilagem sem sementes e sem ácido cítrico, variando a proporção de precursores para a formação de 1 g e 2 g de material.

Figura 28 – Morfologia e distribuição de partículas de amostra sem ácido cítrico:

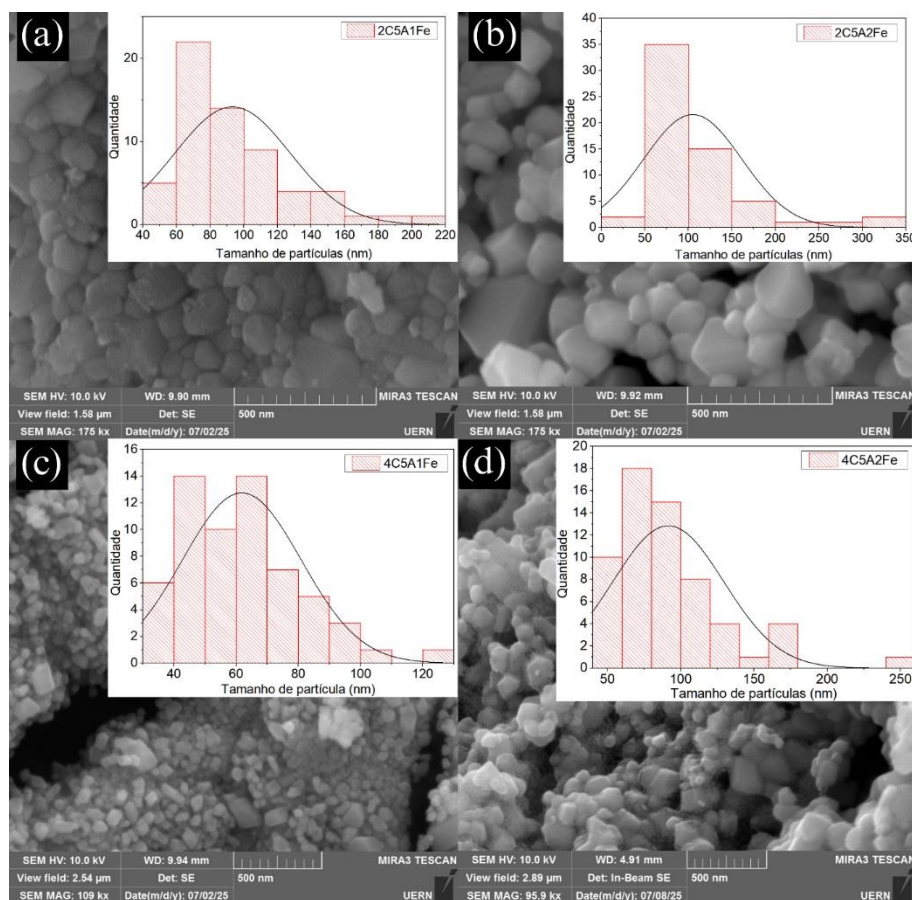
(a) 2CoA1Fe , (b) 2CoA2Fe , (c) 4CoA1Fe e (d) 4CoA2Fe .



As amostras com menor massa (1 g) apresentaram partículas menores e mais homogêneas, com distribuições concentradas entre 60 e 100 nm. Enquanto as amostras (b) e (d), produzidas com maior massa (2 g), apresentaram maior crescimento de grãos, especialmente 4CoA2Fe , na qual resultou em distribuição assimétrica e partículas superiores a 200 nm. Não coincidentemente, as amostras que apresentaram maior dispersão no tamanho de partícula, também foram as que exibiram menor teor de pureza de fase CoFe_2O_4 , de acordo com os resultados do refinamento Rietveld.

Também foram analisadas morfologicamente as amostras obtidas por meio da adição de ácido cítrico à rota sol-gel. As micrografias por MEV e os histogramas de distribuição de tamanho de partículas dessas amostras, permitiram a comparação entre os efeitos do agente complexante sobre a morfologia dos pós obtidos das amostras. É possível constata-las na Figura 29.

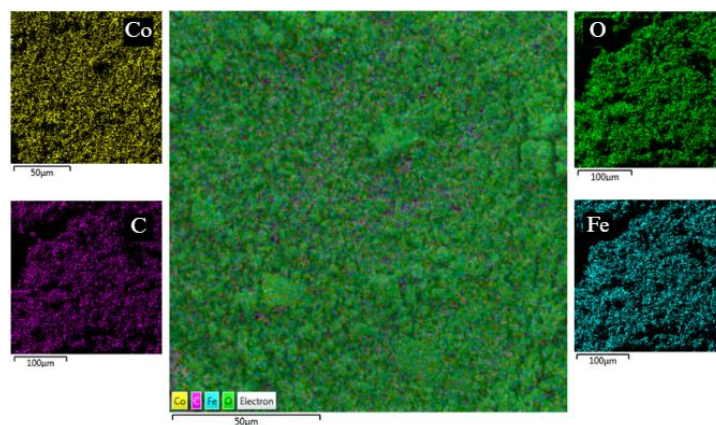
Figura 29 – Morfologia e distribuição de tamanho de partículas das amostras com adição de ácido cítrico (a) 2C5A1Fe, (b) 2C5A2Fe, (c) 4C5A1Fe e (d) 4C5A2Fe.



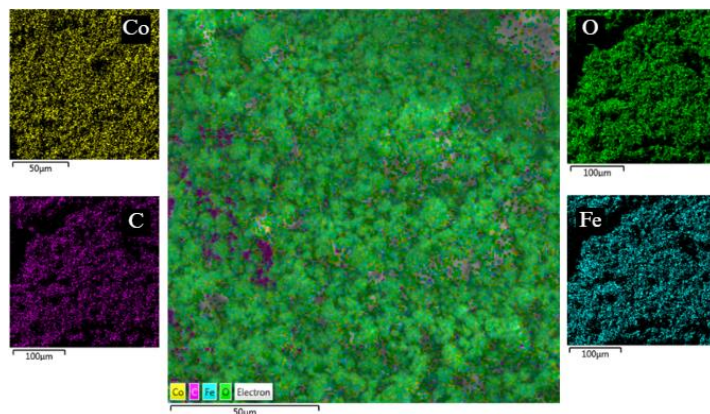
A morfologia das amostras sintetizadas com a adição de ácido cítrico demonstra que há uma forte influência da quantidade de material calcinado sobre o tamanho e a uniformidade das partículas. As amostras com menor massa (1 g) apresentaram tamanho de partícula reduzido e distribuição mais homogênea. Assim, verifica-se que o ácido cítrico contribuiu no retardo do crescimento dos grãos. As amostras com maior massa (2 g) mostraram mais aglomerados, o que pode ser explicado pela coalescência dos grãos de forma mais intensa com um volume de material maior durante a calcinação.

Dessa forma, os resultados confirmam que o uso de ácido cítrico é eficaz na limitação do crescimento de partículas, especialmente quando associado a massa controlada, sendo determinante para obtenção de ferritas com maior grau de pureza de fase, microestrutura mais homogênea e nanopartículas. Na Figura 30 apresentam-se os espectros de EDS correspondentes às imagens anteriores, evidenciando a composição superficial das amostras.

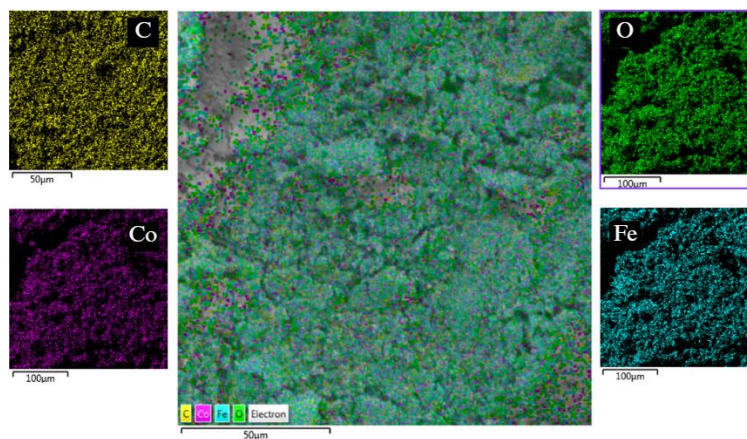
Figura 30 – EDS das amostras sem ácido cítrico:
 (a) $2C0A1Fe$, (b) $2C0A2Fe$, (c) $4C0A1Fe$ e (d) $4C0A2Fe$.



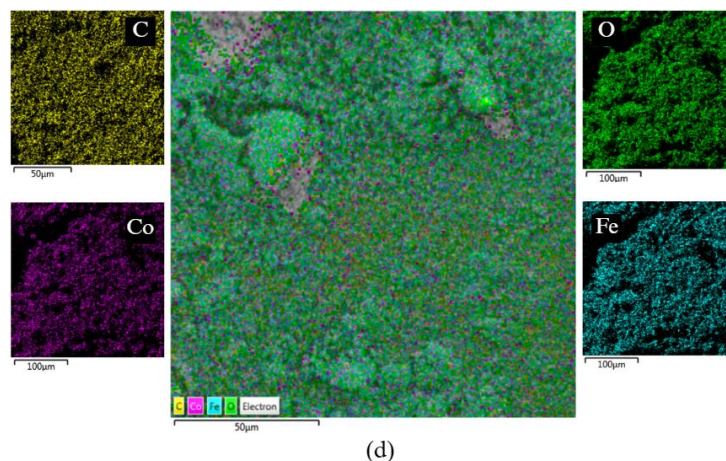
(a)



(b)



(c)



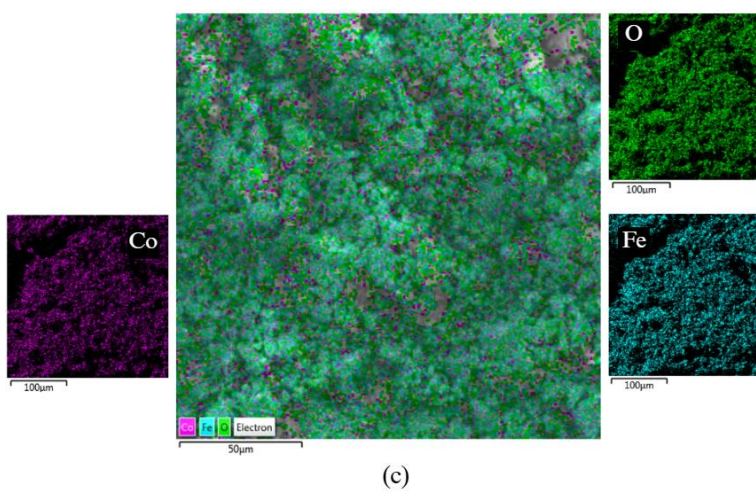
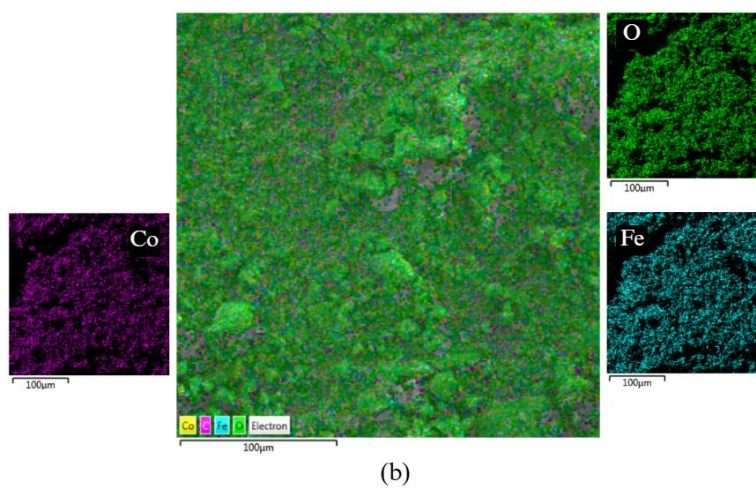
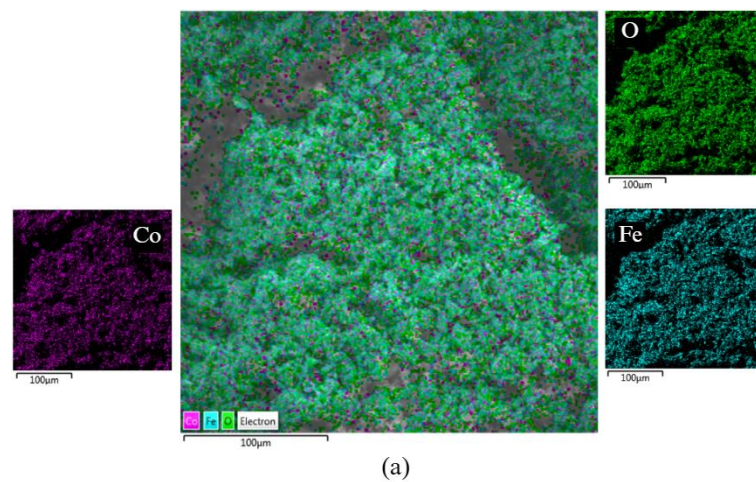
No geral, as amostras apresentaram os resultados esperados, com distribuição quase homogênea dos elementos nas partículas. A amostra 2C0A2Fe apresentou maior quantidade de carbono, representando menor cristalinidade, condizente com a difratometria de raios-x obtida e apresentada na Tabela 7. A Tabela 9 apresenta o quantitativo de elementos presentes nas amostras.

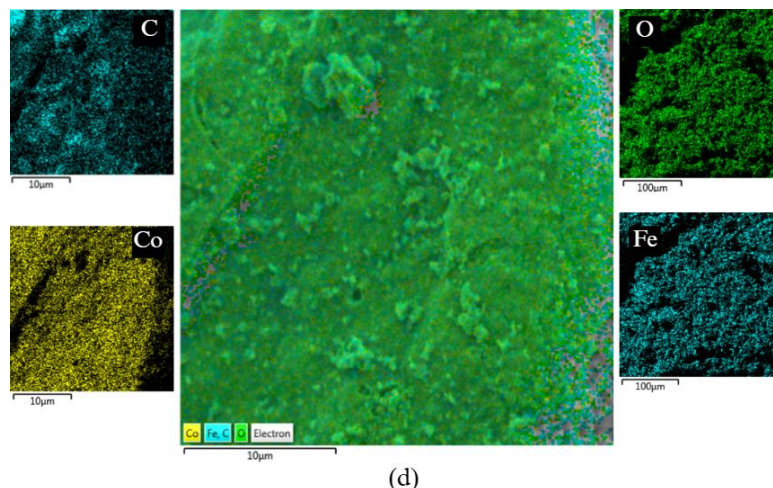
Tabela 9 – Composição quantitativa elementar por percentual (%) e variâncias (σ).

Amostras	Elementos	%	σ
2C0A1Fe	Fe	41,1	0,5
	Co	29,1	0,6
	O	25,8	0,3
	C	3,8	0,2
2C0A2Fe	Fe	43,5	0,5
	Co	30,4	0,5
	O	21,9	0,2
	C	4,2	0,1
4C0A1Fe	Fe	44,8	0,4
	Co	28,8	0,4
	O	22,5	0,2
	C	3,8	0,2
4C0A2Fe	Fe	41,9	0,5
	Co	25,9	0,6
	O	25,6	0,3
	C	6,4	0,3

Foi observado a presença de carbono em todas as amostras analisadas. Para as amostras com ácido cítrico, o resultado da investigação superficial das amostras pode ser verificado na Figura 31.

Figura 31 – EDS das amostras com ácido cítrico:
 (a) $2C5A1Fe$, (b) $2C5A2Fe$, (c) $4C5A1Fe$ e (d) $4C5A2Fe$.





As amostras apresentaram boa dispersão de elementos. A Tabela 10 apresenta de forma quantitativa os componentes presentes na superfície das amostras.

Tabela 10 – Análise quantitativa de componentes superficiais em amostras com ácido cítrico

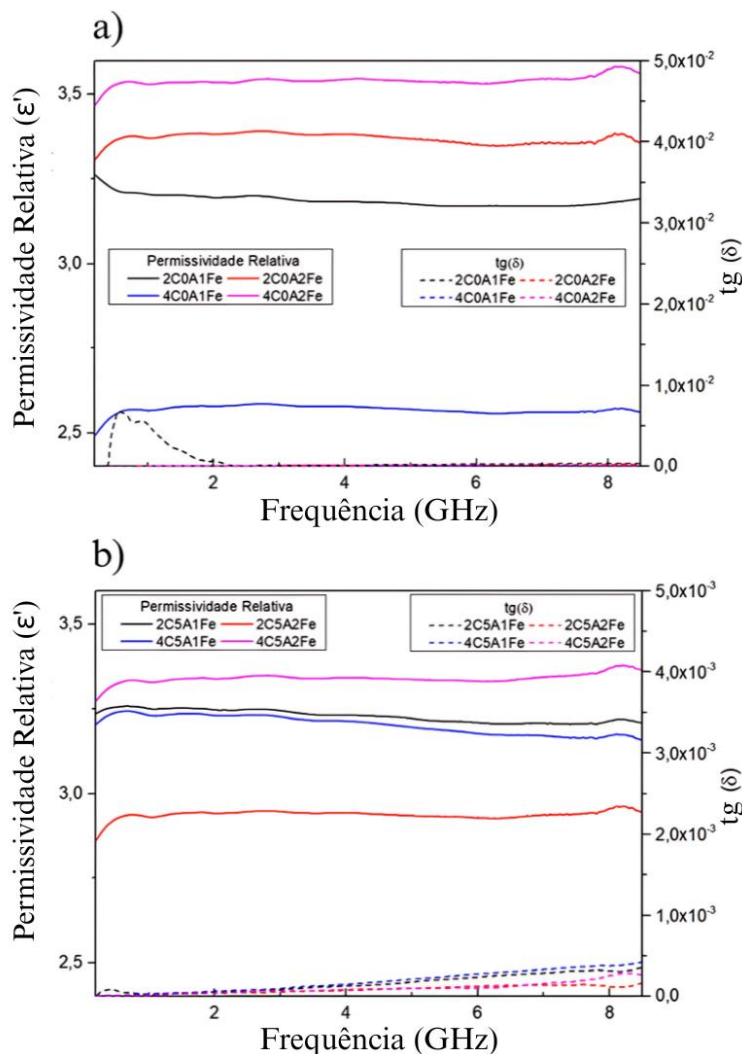
Amostras	Elementos	%	σ
2C5A1Fe	Fe	47,5	0,5
	Co	32,3	0,6
	O	20,2	0,2
2C5A2Fe	Fe	44,5	0,5
	Co	28,3	0,5
	O	23	0,2
	C	4	0,1
4C5A1Fe	Fe	47,4	0,5
	Co	31,5	0,6
	O	20,5	0,2
4C5A2Fe	Fe	37,3	0,4
	Co	23,5	0,5
	O	28,5	0,2
	C	10,7	0,2

As amostras com ácido cítrico apresentaram pouco ou nenhum carbono em sua composição. Reforçando a eficiência do composto como agente complexante e auxílio na degradação de matérias orgânicas durante o processo de calcinação, confirmando o aumento de cristalinidade, verificado na Tabela 8.

4.2.3. Caracterização Dielétrica

Foram realizadas as caracterizações dielétricas das amostras com o intuito de observar o comportamento da permissividade relativa (ϵ') e tangente de perdas ($\tan(\delta)$) desses materiais em função da frequência. Na Figura 32, apresentam-se os resultados dessa caracterização.

Figura 32 – Caracterização dielétrica das (a) amostras sem ácido cítrico e (b) com ácido cítrico



As permissividades das amostras apresentaram estabilidade para a faixa de frequência analisada, com baixos valores de perdas. Foi observado que as amostras com ácido cítrico, na qual tiveram maior controle na limitação do tamanho de partícula, apresentaram valores de permissividade ligeiramente mais baixos. A Tabela 11 apresenta os valores de permissividade média para cada uma das amostras.

Tabela 11 – Permissividade das amostras.

Amostra		Permissividade
Sem Ácido Cítrico	2C0A1Fe	3,12
	2C0A2Fe	3,37
	4C0A1Fe	2,57
	4C0A2Fe	3,54
Com Ácido Cítrico	2C5A1Fe	3,23
	2C5A2Fe	2,94
	4C5A1Fe	3,20
	4C5A2Fe	3,34

Uma das amostras beneficiadas com a inserção de ácido cítrico foi a 4C0A1Fe que apresentou 2,57 de permissividade e, ao adicionar ácido cítrico em sua síntese (4C5A1Fe), elevou o valor para 3,20. O MEV dessa amostra demonstrou redução de tamanho, que antes era na faixa entre 60 nm e 140 nm (Figura 28), para tamanhos de partículas entre 40 nm e 80 nm. Conforme Kumar et al. (2020), a redução do tamanho médio de partícula leva a um aumento no número de grãos e contornos, permitindo que, até certo tamanho, a constante dielétrica seja maior devido à distribuição homogênea na formação de grãos. Nos demais casos, fica visível que, embora o aumento do número de grãos normalmente possa favorecer a constante dielétrica, quando os grãos se tornam muito pequenos, a polarização interfacial é reduzida, afetando os valores de permissividade. A Tabela 12 expõe um comparativo de todas as amostras sintetizadas.

Tabela 12 – Comparativo de amostras.

Amostra	DRX		Permissividade	MEV	
	Fase	Wt%		Elementos	%
C1	Ferrita de Cobalto	100	3,27	-	-
C2	Ferrita de Cobalto	100	4,82	-	-
C4	Ferrita de Cobalto	100	5,01	-	-
2C0A1Fe	Ferrita de Cobalto	93,8	3,12	Fe	41,1
				Co	29,1
	$\alpha - Fe_2O_3$	6,2		O	25,8
				C	3,8
2C0A2Fe	Ferrita de Cobalto	74,3	3,37	Fe	43,5
				Co	30,4
	$\alpha - Fe_2O_3$	25,7		O	21,9
				C	4,2
4C0A1Fe	Ferrita de Cobalto	96,4	2,57	Fe	44,8
				Co	28,8
	$\alpha - Fe_2O_3$	3,6		O	22,5
				C	3,8
4C0A2Fe	Ferrita de Cobalto	84,9	3,54	Fe	41,9
				Co	25,9
	$\alpha - Fe_2O_3$	15,1		O	25,6
				C	6,4
2C5A1Fe	Ferrita de Cobalto	100	3,23	Fe	47,5
				Co	32,3
				O	20,2
2C5A2Fe	Ferrita de Cobalto	97,7	2,94	Fe	44,5
				Co	28,3
	$\alpha - Fe_2O_3$	2,3		O	23
				C	4
4C5A1Fe	Ferrita de Cobalto	100	3,20	Fe	47,4
				Co	31,5
				O	20,5
4C5A2Fe	Ferrita de Cobalto	96,1	3,34	Fe	37,3
				Co	23,5
	$\alpha - Fe_2O_3$	3,9		O	28,5
				C	10,7

A Tabela 12 evidencia que as amostras C2 e C4, as quais obtiveram ferrita de cobalto como fase única, apresentaram maiores valores de permissividade dielétrica, sendo a amostra C4 a de maior valor de permissividade verificado com 5,01. Isso sugere que a pureza da fase influencia diretamente as propriedades dielétricas. Além disso, foi observado que as próprias sementes de chia auxiliaram na sintetização de fase de ferrita de cobalto, uma vez que as amostras com sementes C1, C2 e C4 formaram materiais de fase única $CoFe_2O_4$.

As amostras sem sementes, em que houve a inserção de ácido cítrico, obtiveram redução ou extirpação da presença de carbono em sua composição, como verificado nas amostras $2C5A1Fe$ e $4C5A1Fe$. O ácido cítrico aplicado possibilitou também o aumento na pureza de fase, nas quais os teores de fase de ferrita de cobalto das amostras variaram entre 97,1 e 100%. As amostras que apresentaram eliminação de carbono de sua composição, apresentaram fase única de ferrita de cobalto.

5. CONCLUSÃO

A formação de fase cristalina de Ferrita de Cobalto em todas as amostras sintetizadas, sob diferentes proporções, confirma a viabilidade de mucilagem de sementes de chia como agente complexante no desenvolvimento de nanomateriais a partir de técnica sol-gel modificada. As amostras que foram sintetizadas com sementes de chia associadas à mucilagem, apresentaram a fase cristalina única de $CoFe_2O_4$. As fases amorfas presentes nessas amostras, estão relacionadas à presença de carbono decorrente das sementes e da mucilagem, sendo necessário investigar porosidade e demais características mecânicas.

As análises por difratometria de raios-x das amostras sintetizadas com mucilagem de chia, havido a separação das sementes, apresentaram fases cristalinas secundárias. Sugerindo que, os polissacarídeos presentes nas cascas das sementes, também auxiliam na formação estrutural cristalina. Além disso, verificou-se que a adição de ácido cítrico à mucilagem, permite maior pureza de fase $CoFe_2O_4$ e controle no crescimento de tamanho médio de partícula, resultando em partículas menores, como evidenciado pelas micrografias de MEV.

Todas as amostras apresentaram estabilidade de permissividade na faixa de frequência analisada e baixos valores de perdas. Foi observado que as amostras com ácido cítrico apresentaram valores ligeiramente mais baixos de constante dielétrica, o que pode estar associado à redução no tamanho de partícula e ao aumento do número de contorno de grãos.

Os resultados demonstraram que o uso da mucilagem de chia é promissor como alternativa sustentável, funcional e de baixo custo para as rotas de síntese sol-gel de nanomateriais dielétricos. Associado ao ácido cítrico, esse biopolímero favoreceu a formação de fases mais puras, promoveu a redução de tamanho de partícula e influenciou nas propriedades estruturais e dielétricas dos materiais. A combinação desses agentes complexantes naturais permitiu melhor controle de morfologia e da microestrutura das amostras, refletindo em valores estáveis na faixa de micro-ondas. Tornando os nanomateriais desenvolvidos hábeis para aplicação em dispositivos de comunicação, absorvedores de micro-ondas e substratos.

REFERÊNCIAS

- Adersh, V., Rajan, A., & Ganesanpotti, S. (2022). MgFe₁. 98O₄–BaFe₁₂O₁₉ magneto-dielectric composites based ferrite resonator antenna for super-high frequency applications. *Ceramics International*, 48(17), 24531–24539.
- Afshari, M., Rouhani Isfahani, A., Hasani, S., Davar, F., & Jahanbani Ardakani, K. (2019). Effect of apple cider vinegar agent on the microstructure, phase evolution, and magnetic properties of CoFe₂O₄ magnetic nanoparticles. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 16(4), 1612–1621.
- Ağçeli, G. K. (2022). A new approach to nanocomposite carbohydrate polymer films: Levan and chia seed mucilage. *International Journal of Biological Macromolecules*, 218, 751–759.
- Alabada, R., Kadhimi, M. M., Sabri Abbas, Z., Rheima, A. M., Altimari, U. S., Dawood, A. H., Abed, Z. T., Radhi, R. S., Jaber, A. S., & Hachim, S. K. (2023). Investigation of effective parameters in the production of alumina gel through the sol-gel method. *Case Studies in Chemical and Environmental Engineering*, 8, 100405.
- Allafchian, A., Jalali, S. A. H., Hosseini, F., & Massoud, M. (2017). Ocimum basilicum mucilage as a new green polymer support for silver in magnetic nanocomposites: production and characterization. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 5(6), 5912–5920.
- Araújo, A. L. M., Silva, I. B. T., Matias, J. A. L., & Silva, L. G. M. (2023). Bismuth and Cobalt Multiphasic System: Synthesis and Application as Microstrip Patch Antenna Substrate. *Journal of Electronic Materials*, 52(10), 6594–6601.
- Asha, A. B., & Narain, R. (2020). Nanomaterials properties. In *Polymer science and nanotechnology* (pp. 343–359). Elsevier.
- Atkins, P., Jones, L., & Laverman, L. (2018). *Princípios de Química-: Questionando a Vida Moderna e o Meio Ambiente*. Bookman Editora.
- Aydinalp, C., Joof, S., Dilman, I., Akduman, I., & Yilmaz, T. (2022). Characterization of open-ended coaxial probe sensing depth with respect to aperture size for dielectric property measurement of heterogeneous tissues. *Sensors*, 22(3), 760.
- Bokov, D., Turki Jalil, A., Chupradit, S., Suksatan, W., Javed Ansari, M., Shewael, I. H., Valiev, G. H., & Kianfar, E. (2021). Nanomaterial by sol-gel method: synthesis and application. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2021(1), 5102014.
- Chandrani, D. N., Ghosh, S., & Tanna, A. R. (2024). Green synthesis for fabrication of cobalt ferrite nanoparticles with photocatalytic dye degrading potential as a sustainable effluent

treatment strategy. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 34(7), 3100–3114.

Channagoudra, G., Saw, A. K., & Dayal, V. (2021). Role of structure and cation distribution on magnetic and electrical properties in inverse spinel copper ferrite. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 154, 110086.

Cuomo, F., Iacovino, S., Cinelli, G., Messina, M. C., Marconi, E., & Lopez, F. (2020). Effect of additives on chia mucilage suspensions: A rheological approach. *Food Hydrocolloids*, 109, 106118.

Dhanda, N., Thakur, P., & Thakur, A. (2023). Green synthesis of cobalt ferrite: a study of structural and optical properties. *Materials Today: Proceedings*, 73, 237–240.

Edelstein, A. S., & Cammaratra, R. C. (1998). *Nanomaterials: synthesis, properties and applications*. CRC press.

Epp, J. (2016). X-ray diffraction (XRD) techniques for materials characterization. In *Materials characterization using nondestructive evaluation (NDE) methods* (pp. 81–124). Elsevier.

Fultz, B., & Howe, J. M. (2012). *Transmission electron microscopy and diffractometry of materials*. Springer Science & Business Media.

Giacovazzo, C. (2002). *Fundamentals of crystallography* (Vol. 7). Oxford university press, USA.

González-Teruel, J. D., Jones, S. B., Giménez-Gallego, J., Robinson, D. A., Lozano-Guerrero, A. J., & Torres-Sánchez, R. (2021). Evaluating a low-cost self-manufactured Coaxial Open-Ended Probe for the Measurement of the Complex Permittivity of Granular Media. *2021 13th International Conference on Electromagnetic Wave Interaction with Water and Moist Substances (ISEMA)*, 1–6.

Hench, L. L., & West, J. K. (1990). The sol-gel process. *Chemical Reviews*, 90(1), 33–72.

Islam, M. B., Pavel, M. R., Islam, M. R., & Haque, M. J. (2022). Synthesis of Cobalt Ferrite Nanoparticles using microemulsion method: structure, morphology, and magnetic properties. *Journal of Engineering Science*, 13(1), 81–87.

Jemmeli, S., Monediere, T., Arnaud, E., & Huitema, L. (2020). Design of a miniature circularly polarized antenna operating in three frequency bands using a polarized ferrite material. *IEEE Transactions on Antennas and Propagation*, 69(8), 4304–4312.

Jenkins, R., & Snyder, R. L. (1996). *Introduction to X-ray powder diffractometry* (Vol. 138). Wiley Online Library.

- Kolahalam, L. A., Viswanath, I. V. K., Diwakar, B. S., Govindh, B., Reddy, V., & Murthy, Y. L. N. (2019). Review on nanomaterials: Synthesis and applications. *Materials Today: Proceedings*, 18, 2182–2190.
- Książek, E. (2023). Citric acid: properties, microbial production, and applications in industries. *Molecules*, 29(1), 22.
- Kumar, S. J., Prameela, P., Rao, K. S., Kiran, J. N., & Rao, K. H. (2020). Structural and magnetic properties of copper-substituted nickel–zinc nanoparticles prepared by sol-gel method. *Journal of Superconductivity and Novel Magnetism*, 33(3), 693–705.
- Kumar, S., Supriya, S., Pradhan, L. K., Pandey, R., & Kar, M. (2020). Grain size effect on magnetic and dielectric properties of barium hexaferrite (BHF). *Physica B: Condensed Matter*, 579, 411908.
- Kuppusamy, P., Yusoff, M. M., Maniam, G. P., & Govindan, N. (2016). Biosynthesis of metallic nanoparticles using plant derivatives and their new avenues in pharmacological applications—An updated report. *Saudi Pharmaceutical Journal*, 24(4), 473–484.
- La Gioia, A., Porter, E., Merunka, I., Shahzad, A., Salahuddin, S., Jones, M., & O'Halloran, M. (2018). Open-ended coaxial probe technique for dielectric measurement of biological tissues: Challenges and common practices. *Diagnostics*, 8(2), 40.
- Li, W., Liu, Q., Zhang, Y., Li, C., He, Z., Choy, W. C. H., Low, P. J., Sonar, P., & Kyaw, A. K. K. (2020). Biodegradable materials and green processing for green electronics. *Advanced Materials*, 32(33), 2001591.
- Liu, M., Wang, C., Wu, X., Shen, J., Gao, T., Chen, X., Hu, X., & Zhuang, N. (2024). Greatly Enhanced Magnetic and Magneto-Optical Properties of Bismuth Iron Oxide Sillenite Crystal with Cobalt–Iron Codoping. *Advanced Optical Materials*, 12(10), 2302235.
- Loos, M. R. (2014). *Nanociência e nanotecnologia: compósitos termofixos reforçados com nanotubos de carbono*. Interciência.
- Lopes, A. C. (2017). *Mucilagem de chia e sua utilização no processamento de biscoito salgado isento de glúten*.
- Mahmoodi, M., & Javanbakht, V. (2021). Fabrication of Zn-based magnetic zeolitic imidazolate framework bionanocomposite using basil seed mucilage for removal of azo cationic and anionic dyes from aqueous solution. *International Journal of Biological Macromolecules*, 167, 1076–1090.

- Manjunatha, M., Reddy, G. S., Damle, R., Mallikarjunaiah, K. J., & Ramesh, K. P. (2019). Estimation of structural composition of the inverse spinel ferrites using ^{57}Fe -Zero Field Nuclear Magnetic Resonance. *Ceramics International*, 45(7), 9245–9253.
- Matias, J. A. L. (2021). *Materials Chemistry applied to bismuth cobaltite-rich nanocomposites with sillenite crystal structure*. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.
- Matias, J. A. L., Silva, I. B. T., Sousa, M. E. T., Oliveira, J. B. L., Morales, M. A., & da Silva, D. R. (2021). $(\text{Bi}_{13}\text{Co}_{11})\text{Co}_2\text{O}_4\text{--Co}_3\text{O}_4$ nanocomposites: synthesis, characterization and application as substrate for microstrip patch antenna. *Ceramics International*, 47(15), 21530–21535.
- Mersagh Dezfuli, S., & Sabzi, M. (2019). Deposition of self-healing thin films by the sol–gel method: A review of layer-deposition mechanisms and activation of self-healing mechanisms. *Applied Physics A*, 125(8), 557.
- Muñoz-Tébar, N., Carmona, M., Ortiz de Elguea-Culebras, G., Molina, A., & Berruga, M. I. (2022). Chia seed mucilage edible films with organum vulgare and satureja montana essential oils: characterization and antifungal properties. *Membranes*, 12(2), 213.
- Naagar, M., Chalia, S., Thakur, P., Hermosa, G. C., Sun, A.-C. A., & Thakur, A. (2021). Low-loss characteristics and sustained magneto-dielectric behaviour of cobalt ferrite nanoparticles over 1–6 GHz frequency range. *Ceramics International*, 47(15), 22164–22171.
- Narang, S. B., & Pubby, K. (2021). Nickel spinel ferrites: a review. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 519, 167163.
- Ounacer, M., Sajieddine, M., & Essoumhi, A. (2020). Annealing effect on cobalt-iron oxide: structural and hyperfine investigations. *2020 IEEE 6th International Conference on Optimization and Applications (ICOA)*, 1–6.
- Perveen, S., Hafeez, S., Rashid, S., Asad, S. U., Khan, M. Z., & Azad, F. (2023). A strategy to improve dielectric permittivity of Mg–Zn ferrite by using silver nanoparticles. *Materials Chemistry and Physics*, 297, 127303.
- Prasad, B. V., Ramesh, K. V., & Srinivas, A. (2019). Structural and magnetic studies on Co–Zn nanoferrite synthesized via sol-gel and combustion methods. *Materials Science-Poland*, 37(1), 39–54.
- Purnama, B., & Wijayanta, A. T. (2019). Effect of calcination temperature on structural and magnetic properties in cobalt ferrite nano particles. *Journal of King Saud University-Science*, 31(4), 956–960.

- Pydiraju, T. R. K., Rao, K. S., Rao, P. A., Varma, M. C., Kumar, A. S., & Rao, K. H. (2021). Co-Cd nanoferrite for high frequency application with phenomenal rise in DC resistivity. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 524, 167662.
- Rabeie, B., & Mahmoodi, N. M. (2024). Green and environmentally friendly architecture of starch-based ternary magnetic biocomposite (Starch/MIL100/CoFe₂O₄): Synthesis and photocatalytic degradation of tetracycline and dye. *International Journal of Biological Macromolecules*, 274, 133318.
- Racek, M., Racek, J., & Hupáková, I. (2019). Scanning electron microscopy in analysis of urinary stones. *Scandinavian Journal of Clinical and Laboratory Investigation*, 79(3), 208–217.
- Rana, K., Thakur, P., Sharma, P., Tomar, M., Gupta, V., & Thakur, A. (2015). Improved structural and magnetic properties of cobalt nanoferrites: influence of sintering temperature. *Ceramics International*, 41(3), 4492–4497.
- Rani, S., Shekhar, M., Kumar, P., & Prasad, S. (2022). Study on quantitative Rietveld analysis of XRD patterns of different sizes of bismuth ferrite. *Applied Physics A*, 128(12), 1046.
- Rao, P. A., Rao, K. S., Samatha, K., Raju, M. K., Ramesh, S., Varma, M. C., & Rao, K. H. (2024). Magnetic and dielectric properties of Co–Zn nanoferrites for high-frequency miniaturized antennas. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 35(7), 462.
- Rowe, M. C., & Brewer, B. J. (2018). AMORPH: A statistical program for characterizing amorphous materials by X-ray diffraction. *Computers & Geosciences*, 120, 21–31.
- Saleh, T. A. (2020). Nanomaterials: Classification, properties, and environmental toxicities. *Environmental Technology & Innovation*, 20, 101067.
- Sanchez-Lievanos, K. R., Stair, J. L., & Knowles, K. E. (2021). Cation distribution in spinel ferrite nanocrystals: characterization, impact on their physical properties, and opportunities for synthetic control. *Inorganic Chemistry*, 60(7), 4291–4305.
- Shende, S. S., Rajput, V. D., Gorovtsov, A. V., Minkina, T. M., & Sushkova, S. N. (2021). *Microbial Synthesis of Nanomaterials*. Nova Science Publishers.
- Silva, I. B. T. da. (2019). *Desenvolvimento de material ferrimagnético do tipo NiFe₂O₄ para aplicação em sistemas de comunicação de micro-ondas*. Universidade Federal do Rio Grande do Norte.
- Sutka, A., & Mezinskis, G. (2012). Sol-gel auto-combustion synthesis of spinel-type ferrite nanomaterials. *Frontiers of Materials Science*, 6, 128–141.

- Tamboli, Q. Y., Patange, S. M., Mohanta, Y. K., Sharma, R., & Zakde, K. R. (2023). Green synthesis of cobalt ferrite nanoparticles: an emerging material for environmental and biomedical applications. *Journal of Nanomaterials*, 2023(1), 9770212.
- Tilley, R. J. D., & Andrade, F. R. D. de. (2014). *Cristalografia: cristais e estruturas cristalinas*.
- Vollath, D. (2013). *Nanomaterials: an introduction to synthesis, properties and applications*. John Wiley & Sons.
- Wood, J. R. I., Bedolla Garcia, B. Y., Pink, L., & King, C. (2022). 1028. SALVIA HISPANICA: Lamiaceae. *Curtis's Botanical Magazine*, 39(2), 359–378.
- Zarbin, A. J. G. (2007). Química de (nano) materiais. *Química Nova*, 30, 1469–1479.
- Zhang, H., Wang, W., Yuan, L., Wei, Z., Zhang, H., & Zhang, W. (2022). Quantitative phase analysis of Ti-3Al-5Mo-4.5 V dual phase titanium alloy by XRD whole pattern fitting method. *Materials Characterization*, 187, 111854.
- Zhang, W., Sun, A., Zhao, X., Pan, X., Han, Y., Suo, N., Yu, L., & Zuo, Z. (2020). Structural and magnetic properties of Ni–Cu–Co ferrites prepared from sol-gel auto combustion method with different complexing agents. *Journal of Alloys and Compounds*, 816, 152501.