



Incorporação de nanopartículas de hexaferrita de bário em matrizes poliméricas eletrofiadas de poli(ϵ -caprolactona): preparação e caracterização

Wisley Prata Lima^{1*}, José Victor Bezerra Teixeira¹, Célio dos Santos Almeida¹, Maria Gabriele Meirellis dos Santos¹, Fidel Guerrero Zayas¹, Marcos Marques da Silva Paula¹

¹Universidade Federal do Amazonas, Departamento de Física de Materiais, Laboratório de Materiais Nanoparticulados, Av. Rodrigo Otávio Jordão Ramos, 6200, Coroado I, 69080-900, Manaus AM, Brasil.

*wisleyprata@gmail.com

Palavras-Chave: membranas eletrofiadas; poli(ϵ -caprolactona); hexaferrita de bário; nanopartículas magnéticas; caracterização de materiais.

Introdução

As matrizes poliméricas eletrofiadas possuem uma elevada área superficial e alta porosidade e têm ganhado destaque nos últimos anos devido suas aplicações em biotecnologia, engenharia de tecidos, filtração e sensores [1]. Entre os polímeros utilizados, a poli (ϵ -caprolactona) (PCL) destaca-se por sua boa miscibilidade ou compatibilidade com outros polímeros ou componentes inorgânicos, e pela facilidade em incorporar diferentes tipos de cargas, como nanopartículas metálicas, cerâmicas, agentes bioativos ou biominerais. Essa versatilidade permite modificação de propriedades mecânicas, térmicas e funcionais do material, ampliando seu potencial tecnológico [2]. A incorporação de nanopartículas magnéticas ou metálicas em matrizes de poli(ϵ -caprolactona) (PCL) eletrofiadas tem sido amplamente estudada por possibilitar a introdução de novas funcionalidades, como resposta magnética, aquecimento por hipertermia e propriedades elétricas e ópticas aplicáveis a biossensores. Contudo, o desempenho das fibras depende diretamente da dispersão e compatibilização das nanopartículas na matriz, pois a aglomeração pode comprometer a uniformidade morfológica e gerar defeitos estruturais [3]. Nesse contexto, a hexaferrita de bário ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) destaca-se como material promissor devido às suas propriedades magnéticas, alta estabilidade química e elevada anisotropia, tornando-se adequada para o desenvolvimento de membranas eletrofiadas multifuncionais de PCL. Assim, este estudo tem como objetivo preparar e caracterizar membranas de poli(ϵ -caprolactona) (PCL) eletrofiadas com diferentes concentrações de hexaferrita de bário dopada com titânio ($\text{BaFe}_{12-x}\text{Ti}_x\text{O}_{19}$), analisando os efeitos da incorporação dessas nanopartículas nas propriedades morfológicas e estruturais das fibras. A dopagem com titânio é empregada por sua capacidade de modificar as propriedades magnéticas e estruturais da hexaferrita, favorecendo sua estabilidade e dispersão na matriz polimérica.

Material e Métodos

As soluções de poli(ϵ -caprolactona) (PCL) foram preparadas em N,N-dimetilformamida (DMF) e tetrahydrofurano (THF) (1:1 v/v), com adição de ($\text{BaFe}_{12-x}\text{Ti}_x\text{O}_{19}$) em 1%, 3% e 6% (m/m). A eletrofição foi realizada a 13 kV, distância ponta-coletor de 15 cm e fluxo de 100 $\mu\text{L}/\text{min}$. As membranas, tanto de PCL puro quanto PCL contendo hexaferrita de bário, foram caracterizadas por MEV e DRX nos laboratórios do

CMABIO/UEA e IFAM-CMC, permitindo análise morfológica e estrutural.

Resultados e Discussão

A seguir, são apresentados os resultados das análises morfológicas e estruturais das membranas, visando compreender os efeitos das adições de hexaferrita às matrizes poliméricas.

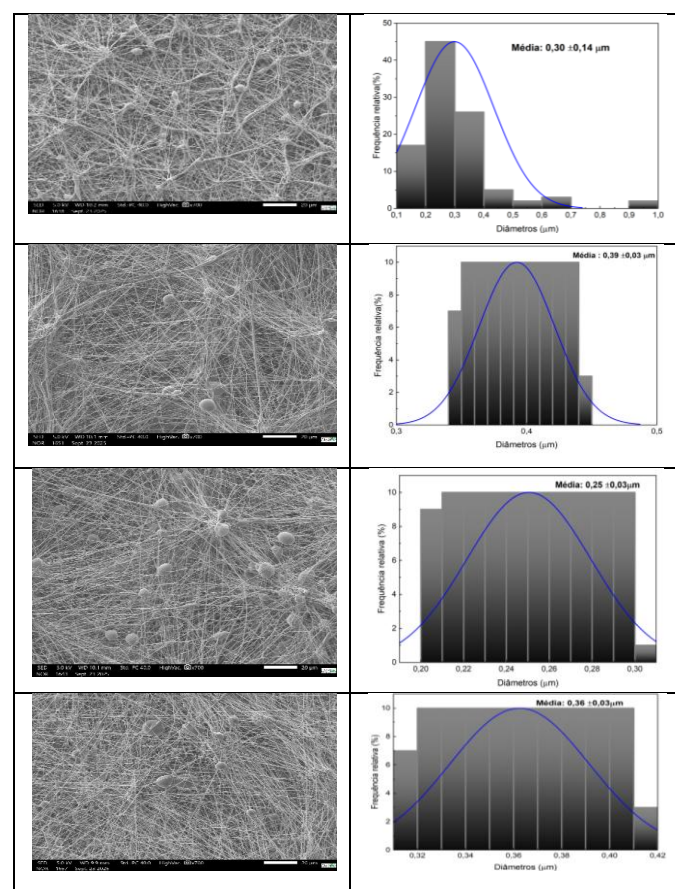


Figura 1 – Micrografias de fibras de PCL eletrofiadas contendo diferentes concentrações de hexaferrita de bário ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$).

Conclusões

As micrografias obtidas por MEV (Figura 1) revelam que as fibras de PCL eletrofiadas apresentam morfologia heterogênea, caracterizada por distribuição irregular dos diâmetros e presença de gotículas ao longo das fibras. A incorporação de hexaferrita de bário não alterou de forma marcante a estrutura fibrilar, embora, em concentrações mais elevadas, sejam observadas pequenas aglomerações de partículas, o que contribui para uma maior variação nos diâmetros médios das fibras. Ao lado das micrografias, apresenta-se o histograma correspondente, que evidencia a distribuição dos diâmetros das fibras.

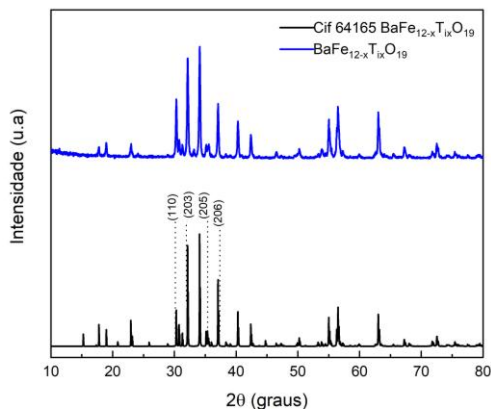


Figura 2 Difratograma da amostra de $BaFe_{12-x}Ti_xO_{19}$ em comparação com os dados cristalográficos do CIF 64165.

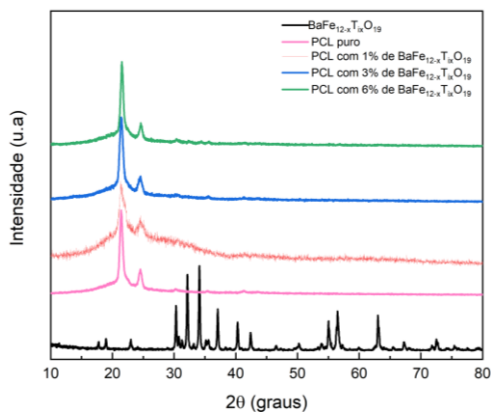


Figura 3 - Difratogramas das membranas eletrofiadas de PCL contendo 1%, 3% e 6% de $BaFe_{12-x}Ti_xO_{19}$

O difratograma de raios-X da amostra de $BaFe_{12-x}Ti_xO_{19}$ (Figura 2) está muito próximo com o padrão cristalográfico da hexaferrita do tipo M (CIF 64165), confirmando a formação da fase desejada. Os picos característicos em torno de $2\theta = 30,2^\circ$, $32,2^\circ$, $35,7^\circ$ e $37,1^\circ$ correspondem, respectivamente, aos planos (110), (203), (205) e (206), (grupo espacial $P6_3/mmc$) [4]

O difratograma apresentado na Figura 3 não evidencia variações expressivas entre as diferentes concentrações de hexaferrita de bário dopada com titânio (1%, 3% e 6%). Os picos característicos da fase magnética são pouco definidos, dificultando a identificação clara da incorporação do material na matriz polimérica.

As fibras de PCL eletrofiadas apresentaram morfologia heterogênea, com diâmetros irregulares e presença de gotículas característica que se manteve após a adição da hexaferrita de bário dopada com titânio. Nas imagens de MEV, não foi possível visualizar diretamente as partículas magnéticas; contudo, observou-se uma redução no diâmetro das fibras com o aumento da concentração de hexaferrita. A análise por difratometria de raios X também não apresentou picos bem definidos da fase magnética, possivelmente devido à baixa concentração do material ou à sua dispersão na matriz polimérica. Esses resultados sugerem que a hexaferrita foi incorporada à matriz de PCL, embora em quantidade ou distribuição que dificultam sua detecção direta pelas técnicas aplicadas.

Agradecimentos

À CAPES pelo suporte financeiro; ao Laboratório Central Analítica do IFAM-CMC e ao CMABIO/UEA pela realização das caracterizações; aos laboratórios LAMAN e NANOPOL pelo suporte técnico; e à Universidade Federal do Amazonas (UFAM) e ao Programa de Pós-Graduação em Física (PPGFIS/ICE-UFAM) pelo suporte institucional.

Referências

- [1] Y. Jia *et al.*, “A review on electrospun magnetic nanomaterials: methods, properties and applications,” *J Mater Chem C Mater*, vol. 9, no. 29, pp. 9042–9082, 2021, doi: 10.1039/D1TC01477C.
- [2] S. Nuthana Kalva *et al.*, “Effect of Mg incorporation on the properties of PCL/Mg composites for potential tissue engineering applications,” *Front Mater*, vol. 11, Apr. 2024, doi: 10.3389/fmats.2024.1294811.
- [3] K. N. Robles, F. tuz Zahra, R. Mu, and T. Giorgio, “Advances in Electrospun Poly(ϵ -caprolactone)-Based Nanofibrous Scaffolds for Tissue Engineering,” *Polymers (Basel)*, vol. 16, no. 20, p. 2853, Oct. 2024, doi: 10.3390/polym16202853.
- [4] M. N. Sanda, M. Hakimi, M. R. Samadzadeh Yazdi, and H. Karimi, “Effect of Drying Temperature on the Magnetic and Microstructural Properties of $BaFe_{12}O_{19}$ Synthesized by Coprecipitation Method,” *Advances in Materials Science and Engineering*, vol. 2021, no. 1, Jan. 2021, doi: 10.1155/2021/5884308.