CAPÍTULO 3

NANO-$CUFE_2O_4$ SINTETIZADAS A PARTIR DE TAPIOCA

Érica Karine Alves de Lima[1];

Universidade Federal de São Carlos (UFSCar), São Carlos, São Paulo.

http://lattes.cnpq.br/8186490901865658

Geovana Tayná Silva de Morais[2];

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

https://lattes.cnpq.br/2530512747294418

Ilana Maria Rocha Batista[3];

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/5607551430487319

Vilmaria Lima da Silva[4];

Universidade Federal do Piauí (UFPI)Teresina Piauí

https://lattes.cnpq.br/9142341376013255

José Rosa de Souza Farias[5];

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/9404467330103347

Aluska do Nascimento Simões Braga[6];

Universidade Federal de Campina Grande (UFCG), Campina Grande, Paraíba.

http://lattes.cnpq.br/2429557575387821

Valdeci Bosco dos Santos[7].

Universidade Federal do Piauí (UFPI), Teresina, Piauí.

http://lattes.cnpq.br/2429557575387821

RESUMO: As nanopartículas de ferrita de cobre ($CuFe_2O_4$) têm recebido considerável atenção para aplicações biomédicas, remediação ambiental, aparelhos eletronicos, magnéticos, dentre outros. A síntese verde oferece uma alternativa ecologicamente correta à síntese química convencional, por meio do uso de agentes naturais. Este estudo avaliou a síntese sustentável de nanopartículas de $CuFe_2O_4$ utilizando tapioca como agente quelante natural (proporções 1:1 e 2:1). As propriedades estruturais e morfológicas das amostras foram investigadas por Difração de Raios X (DRX), Espectroscopia no Infravermelho

com Transformada de Fourier (FTIR) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Os resultados de DRX confirmaram a formação predominante da fase espinélio tetragonal, com elevada cristalinidade, atingindo 93% na proporção 2:1, além de tamanho médio de cristalito de aproximadamente 48 nm. Os espectros de FTIR indicaram as bandas vibracionais associadas Fe–O e Cu–O, confirmando a formação da estrutura desejada. As imagens de MEV revelaram partículas poliédricas aglomeradas, comportamento típico de natureza magnética. Os resultados demonstram que a tapioca constitui um agente quelante eficiente, sustentável e de baixo custo para a obtenção de nanopartículas de $CuFe_2O_4$, contribuindo para o desenvolvimento de rotas de síntese alinhadas aos princípios da química verde e ampliando o potencial de aplicação desses nanomateriais em diferentes áreas tecnológicas.

PALAVRAS-CHAVE: Ferrita de cobre. Síntese verde. Propriedade estrutural e microestrutural.

NANO- $CuFe_2O_4$ SYNTHESIZED FROM TAPIOCA

ABSTRACT: Copper ferrite ($CuFe_2O_4$) nanoparticles have attracted considerable attention due to their potential applications in biomedicine, environmental remediation, electronic and magnetic devices, among other technological fields. Green synthesis has emerged as an environmentally friendly alternative to conventional chemical methods by employing natural chelating agents. This study investigated the sustainable synthesis of $CuFe_2O_4$ nanoparticles using tapioca as a natural chelating agent at tapioca-to-metal ion ratios of 1:1 and 2:1. The structural and morphological properties of the synthesized samples were characterized by X-ray Diffraction (XRD), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), and Scanning Electron Microscopy (SEM). XRD analysis confirmed the predominant formation of the tetragonal spinel phase with high crystallinity, reaching 93% for the 2:1 ratio, and an average crystallite size of approximately 48 nm. FTIR spectra revealed the characteristic Fe–O and Cu–O vibrational bands, confirming the successful formation of the desired crystal structure. SEM images showed agglomerated polyhedral particles, a typical feature of magnetic materials. The results demonstrate that tapioca is an efficient, sustainable, and low-cost natural chelating agent for the synthesis of $CuFe_2O_4$ nanoparticles, contributing to the development of environmentally friendly synthesis routes in accordance with the principles of green chemistry and expanding the potential technological applications of these nanomaterials.

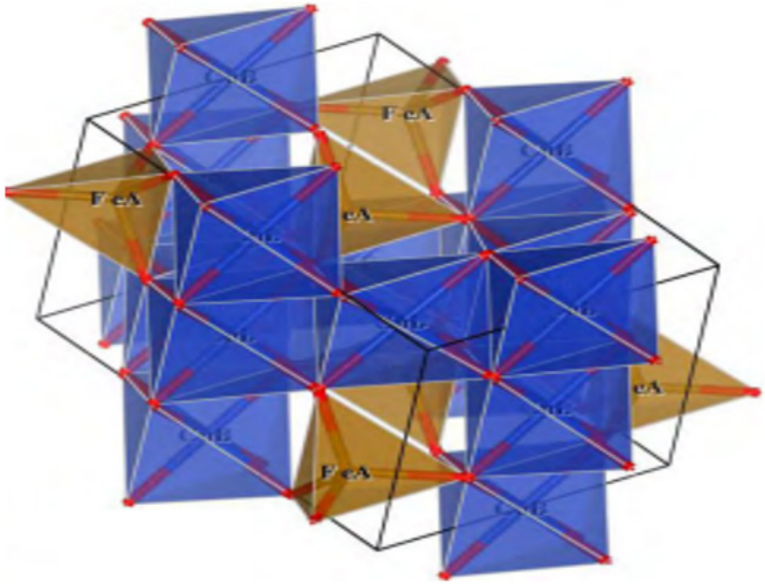
KEY-WORDS: Copper ferrite. Green synthesis. Structural and microstructural properties.

INTRODUÇÃO

As ferritas de cobre ($CuFe_2O_4$) são cerâmicos com importantes propriedades magnéticas, condutividade térmica, e estabilidade térmica, usadas em diversas aplicações

tecnológicas (eletrônica, meio ambiente e biomedicina) (Lang *et al.*, 2026; Cardoso *et al.*, 2025; El Messaoudi *et al.*, 2025). Possuem estrutura cristalina do tipo espinélio (AB_2O_4), com íons Cu^{2+} e Fe^{3+} distribuídos em sítios tetraédricos e octaédricos, influenciando suas propriedades (Figura 1).

Figura 1. Representação do CuFe2O4 com configuração cristalina tetragonal.



Fonte: Andrade, 2012.

Essa organização estrutural confere ao material comportamento ferrimagnético, caracterizado pelo alinhamento antiparalelo dos momentos magnéticos nos sítios A e B, porém com magnitudes distintas, resultando em magnetização líquida diferente de zero. Como consequência, o $CuFe_2O_4$ apresenta resposta significativa a campos magnéticos externos, o que amplia seu potencial em aplicações tecnológicas (Awad e Zhitomirsky, 2024; Callister e Rethwisch *et al.*, 2018).

Além disso, essa configuração estrutural está associada a elevada densidade, estabilidade e anisotropia magnética, podendo ser ajustada pelas condições de síntese. Por essas características, $CuFe_2O_4$ é um material versátil e amplamente estudado (El Messaoudi *et al.*, 2025; Kumar *et al.,* 2025).

Para a obtenção dessas ferritas, o método de síntese sol-gel é amplamente usado devido ao controle da composição química e da estrutura cristalina, bem como a simplicidade do processo, eficiência, baixo consumo de energia, e alta pureza do produto final (Mazurenko *et al.*, 2025; Zate *et al.*, 2020). O tamanho das partículas depende da temperatura, da taxa de evaporação e do agente quelante, permitindo obter nanomateriais com propriedades controladas (El Messaoudi *et al.*, 2025).

Visando uma abordagem mais sustentável, a síntese verde tem como objetivo produzir materiais de maneira ecologicamente correta, utilizando recursos naturais e menos agressivos ao meio ambiente (SHEENA *et al*., 2026; CARDOSO *et al*., 2025). Nesse contexto, a tapioca (amido de mandioca) (Figura 2) surge como uma alternativa promissora devido à sua abundância no Brasil, baixo custo e afinidade com íons metálicos, funcionando como agente quelante natural. Seu uso permite uma síntese mais ecológica, reduzindo o impacto ambiental e o custo final do produto, e mantendo o controle sobre a formação e propriedades das nanopartículas (De Almeida *et al*., 2020).

Figura 2. Amido de mandioca (tapioca).



Fonte: Carvalho, 2022.

Apesar das vantagens dessa abordagem, a partir de plataformas de periódicos (Tabela 1), não foram encontrados resultados sobre nanopartículas de $CuFe_2O_4$ sintetizadas pelo método sol-gel modificado por tapioca, até o presente momento. Desta forma, este trabalho teve por objetivo cooperar para a produção sustentável de nanopartículas de $CuFe_2O_4$ através da síntese sol-gel modificado usando tapioca. O efeito deste agente quelante natural, e das propriedades estruturais e microestruturais foram avaliados.

Tabela 1. Resultados das buscas de anterioridades de artigos até 31 de abril de 2026.

PALAVRAS-CHAVE	ARTIGOS	
	SCOPUS	WEB OF SCINECE
Cassava starch and sol gel	22	21
Cassava starch and sol gel and tapioca	4	4
Cassava starch and sol gel and tapioca and $CuFe_2O_4$ nanoparticles	0	0

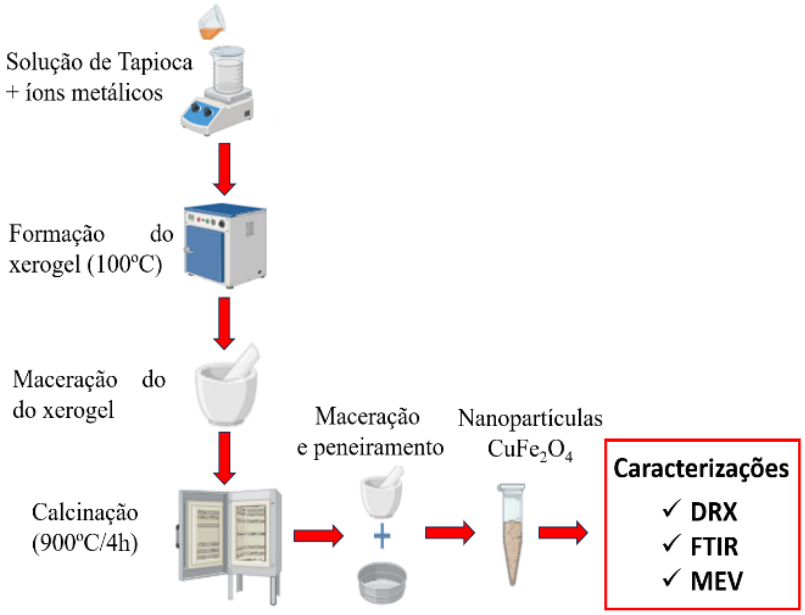
Fonte: Autoria própria, 2026.

METODOLOGIA

Como materiais de partidas para a preparação das nanopartículas de $CuFe_2O_4$, foram utilizados os reagentes químicos, Nitrato de Ferro nonahidratado ($Fe(NO_3)_3.9H_2O$) e Nitrato de Cobre trihidratado ($Cu(NO_3)_2.3H_2O$), ambos de alta pureza. Amido de mandioca (tapioca) de origem comercial, foi utilizada como agente quelante.

Para a síntese foram usadas razões de Tapioca: Metal na proporção de 1:1 e 2:1. Primeiramente, iniciou-se o processo de gelificação da tapioca sob agitação mecânica e temperatura. Em seguida, soluções de íons metálicos de cobre e ferro foram adicionados à solução precursora. A mistura obtida foi então seca, seguida por maceramento e posterior calcinação por 900ºC/4h. Por fim, o pó calcinado passou por nova maceração e peneiramento, obtendo-se o produto final. A Figura 3 mostra um resumo da preparação da ferrita de cobre.

Figura 3. Fluxograma geral da produção da $CuFe_2O_4$.



Fonte: Autoria própria, 2026.

Nesse trabalho a Difração de raios X (DRX) foi utilizada para caracterizar a estrutura cristalina dos pós de $CuFe_2O_4$, assim como estimar o tamanho de cristalito e taxa de cristalinidade. Foi usado um difratômetro de raios X (Shimadzu XRD-6000), com velocidade de varredura de 2°/min, ângulo 20 = 5° a 80°, tensão de 40 KV, e com corrente de 30 mA. O software HighScore em conjunto ao banco de dados cristalográficos do JCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards) foram utilizados para a identificação das fases cristalinas presentes na amostra. O cálculo do tamanho do cristalito foi baseado na "Equação de *Scherrer*" (1) (Ghobashy *et al*., 2024), usando o pico de difração de maior intensidade (100 %).

$$D = \frac{K.\lambda}{\beta.Cos\,\theta} \quad (1)$$

Onde D é o tamanho do cristalito (nm); k = 0,91 é a constante de Scherrer; λ = 1,5406 Å é o comprimento de onda dos raios-X; β é a largura à meia altura do pico de difração (em radianos); e θ é o ângulo de difração. Para o cálculo de taxa de cristalinidade (Du *et al*., 2024), foi utilizada a Equação (2):

$$Xc = \frac{\Sigma\, Ic}{\Sigma\,(Ic\, +\, Ia)}\, x\, 100 \quad (2)$$

Sendo, Xc igual a taxa de cristalinidade (%); Ic correspondendo à soma das intensidades integradas dos picos de difração das fases cristalinas; e Ia é a intensidade integrada da dispersão amorfa.

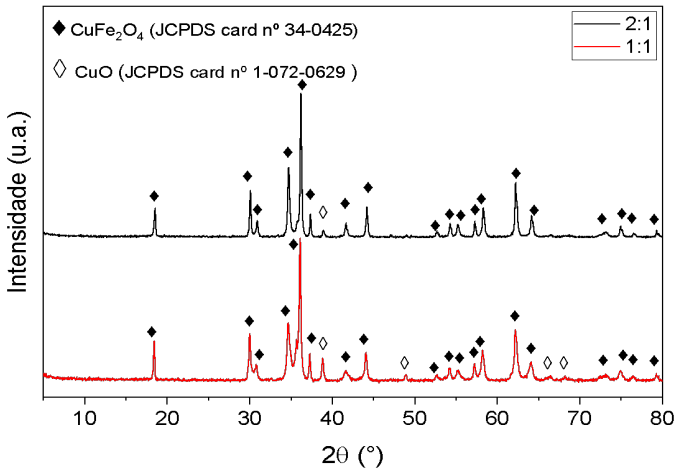
A análise de espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) foi realizada com o objetivo de identificar e avaliar os grupos funcionais presentes nos materiais estudados. Para isso, as amostras foram preparadas na forma de pastilhas contendo brometo de potássio (KBr), utilizado como matriz para dispersão do material e aumento da transmitância do feixe de radiação. As medições foram conduzidas em um espectrômetro modelo IRSpirit (Shimadzu), operando no modo de transmitância, na faixa espectral de 400 a 4000 cm^{-1}.

A morfologia superficial do nanopó de ferrita de cobre foi analisada através de microscópio eletrônico de varredura (MEV, marca TESCAN – MIRA3 LMH). A metalização da amostra ocorreu com deposição de ouro.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 4 apresenta os difratogramas de raios X das amostras de $CuFe_2O_4$ calcinadas a 900 °C por 4 h, para as proporções 1:1 e 2:1 (agente quelante: íons metálicos). Observa-se a presença de picos, correspondentes às reflexões das redes cristalinas características do material. Os resultados indicam a formação predominante da fase tetragonal de $CuFe_2O_4$, conforme a ficha cristalográfica JCPDS nº 034-0425. Além disso, como fase secundária apenas o CuO (óxido de cobre, JCPDS nº 1-072-0629) foi formado. A presença desse segundo composto também foi observada em outros trabalhos tais como o de Siqueira *et al.* (2026), Cui *et al.* (2022) que produziram ferrita de cobre sob parâmetros semelhantes.

Figura 4. DRX das nanopartículas de $CuFe_2O_4$.

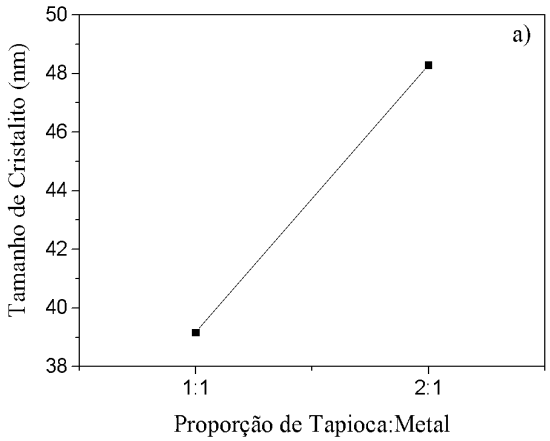


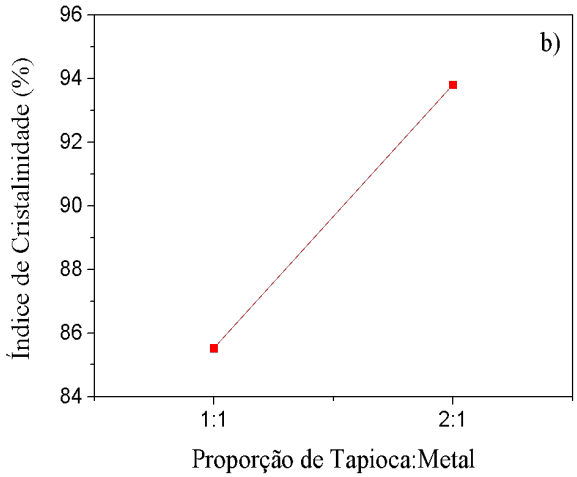
Fonte: Autoria própria, 2026.

É possível observar picos cristalinos bem mais definidos na curva referente à amostra de 2:1, com diminuição da quantidade e intensidade de picos que representam as segundas fases (CuO), indicando que houve um aumento no controle e na estabilização íons metálicos dentro da estrutura, assim como na cristalinidade do material.

A Figura 5 (a, b) mostra que com o aumento da concentração de agente quelante (Tapioca), é possível observar diferença considerável nos tamanhos de cristalitos (39,2 nm e 48,3 nm, respectivamente, proporção 1:1 e 2:1), assim como nas taxas de cristalinidade (85,5% - proporção 1:1 e 93,1% - proporção 2:1).

Figura 5. a) Tamanho de cristalito; b) Taxa de cristalinidade das amostras de $CuFe_2O_4$..





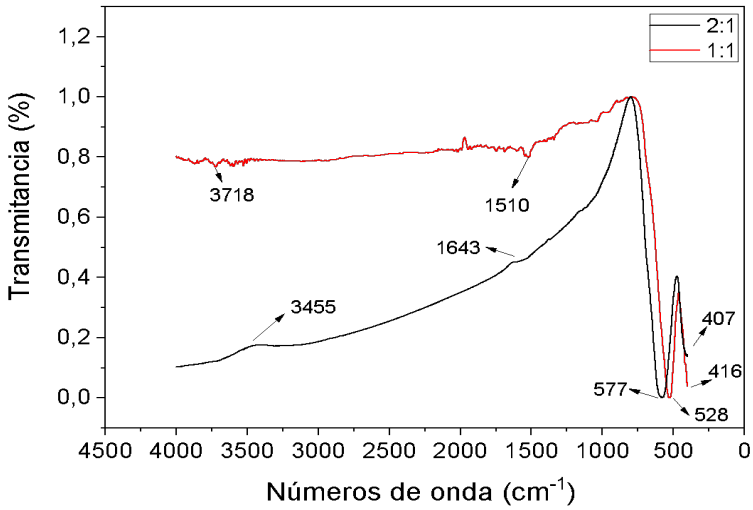
Fonte: Autoria própria, 2026.

Pode-se atribuir essas diferenças a quantidade de agente quelante dentro do processo, tendo em vista que ambas amostras foram submetidas aos mesmos parâmetros de calcinação, corroborando que a função do agente quelante é controlar e estabilizar os íons metálicos permitindo um controle refinado durante a síntese (El Messaoudi *et al*. 2025; De Almeida *et al*., 2020).

Nota se a proficiência do amido de mandioca como substituto do reagente de grau analítico, em comparação com o extrato da folha *Morus alba L*. usado para a síntese verde de nanopartículas de $CuFe_2O_4$ com valores de tamanho de cristalito de 20-40 nm (Cahyana *et al*., 2021). Da mesma forma, com o estudo de Yadav *et al.* (2017), que gerou nanopartículas de $CuFe_2O_4$ com tamanho de cristalito de 43 nm, utilizando glicose e frutose, ou seja, mel.

A Figura 6 apresenta os espectros de FTIR das amostras de $CuFe_2O_4$ calcinadas, para as proporções 1:1 e 2:1 (agente quelante: íons metálicos). Nos espectros, as bandas entre 400 e 600 cm^{-1}, são atribuídas às vibrações de estiramento das ligações metal–oxigênio (M–O), que são características da estrutura espinela (Kumar *et al*., 2025; Nikam *et al*., 2024). As amostras com proporção 1:1 e 2:1, apresentam uma banda absorção predominante em 528,53 cm^{-1} e 577,36 cm^{-1}, respectivamente. São bandas associadas às ligações Fe–O e Cu–O nos sítios tetraédricos presentes na estrutura espinela da ferrita de cobre (Ramadan e El-masry, 2023). Na banda em torno de ~400 cm^{-1} é tipicamente atribuída às vibrações de alongamento dos cátions metálicos que ocupam sítios octaédricos. Estes resultados corroboram com aqueles obtidos por DRX (Figura 4).

Figura 6. FTIR das nanopartículas de $CuFe_2O_4$.



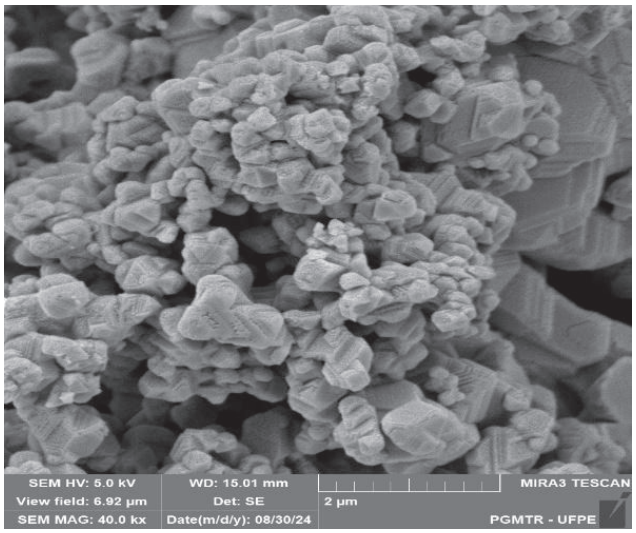
Fonte: Autoria própria, 2026.

Em relação ao deslocamento para frequências mais elevadas na formulação com maior quantidade de agente quelante (2:1), pode ser atribuído à formação de uma rede cristalina mais ordenada e compacta, fruto de uma complexação mais eficaz dos íons metálicos pela tapioca durante o processo sol-gel (Rotjanasuworapong *et al*., 2021).

Além das bandas citadas, há também bandas secundárias em torno de 3500-4000 cm^{-1}, relacionadas as vibrações de estiramento da ligação O–H, indicando a presença de água adsorvida ou hidroxilas superficiais. As bandas de ~1510 e 1630 cm^{-1}, referem-se à vibração angular da molécula de H_2O (Goli *et al*., 2025).

Na análise morfológica (Figura 7) das nanopartículas de ferrita de cobre (proporção 2:1) calcinada à 900ºC, é observado partículas em estado aglomerado, possivelmente pela natureza magnética das mesmas, além de morfologia poliédrica (Kiani *et al*., 2022).

Figura 7. MEV das nanopartículas de $CuFe_2O_4$.



Fonte: Autoria própria, 2026.

CONCLUSÃO

Os resultados de DRX confirmaram a formação predominante da fase tetragonal característica do material, com menor presença de fases secundárias na proporção 2:1, evidenciando maior controle na estabilização dos íons metálicos. Observou-se que a razão mais elevada de agente quelante (2:1) proporcionou aumento na cristalinidade (93,1%) e no tamanho de cristalito (48,3 nm), em comparação à razão 1:1.

As análises de FTIR confirmaram a presença das ligações metal-oxigênio típicas da estrutura espinela, com deslocamento das bandas para frequências mais altas na formulação com maior teor de tapioca, indicando uma rede cristalina mais ordenada. A morfologia observada por MEV revelou partículas poliédricas com tendência ao aglomeramento, comum em materiais com características magnéticas.

Dessa forma, este trabalho evidencia o potencial do uso da tapioca como alternativa sustentável e de baixo custo na síntese de ferritas, contribuindo para o desenvolvimento de processos mais ecológicos e alinhados com os princípios da química verde. Além disso, os resultados obtidos abrem caminho para futuras aplicações das nanopartículas de $CuFe_2O_4$ em diferentes áreas tecnológicas, incluindo eletrônica, catálise e sistemas de armazenamento de energia.

DECLARAÇÃO DE INTERESSES

Nós, autores deste artigo, declaramos que não possuímos conflitos de interesses de ordem financeira, comercial, político, acadêmico e pessoal.

REFERÊNCIAS

ANDRADE, J. M. **Ferritas de cobre e zinco do tipo espinélio sintetizadas pelos métodos: hidrotermal assistido por micro-ondas, precursores polímericos, reação de estado sólido e decomposição térmica**. Tese de Mestrado - Universidade Federal da Paraíba, Paraíba, 2012.

AWAD, M; ZHITOMIRSKY, I. Magnetic $CuFe_2O_4$ spinel–polypyrrole pseudocapacitive composites for energy storage. **Materials,** v. 17, n. 21, p. 5249, 2024.

CAHYANA, A. H *et al*. Green synthesis of $CuFe_2O_4$ nanoparticles mediated by Morus alba L. leaf extract: crystal structure, grain morphology, particle size, magnetic and catalytic properties in Mannich reaction. **Ceramics International**, v. 47, n. 15, p. 21373-21380, 2021.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G**. Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos Editora Ltda, v. 9, 2018.

CARDOSO, Beatriz *et al*. Green synthesis of copper ferrite-based nanofluids using Chlorella vulgaris for heat transfer enhancement. Journal of Molecular **Liquids,** v. 428, p. 127498,

2025.

CARVALHO. T. **Tapioca-mandioca**. Clinica de Nutrição, 2022. Disponível em: https://www.nutricionistaesportiva.com/como-fazer-tapioca/farinha-e-mandioca/. Acesso em: 31 de março de 2026.

CHALA, S. *et al*. Enhanced visible-light-response photocatalytic degradation of methylene blue on Fe-loaded $BiVO_4$ photocatalyst. **Journal of Alloys and Compounds,** v. 597, p. 129-135, 2014.

CUI, K. *et al*. Facile solid-state synthesis of tetragonal CuFe2O4 spinels with improved infrared radiation performance. **Ceramics International,** v. 48, n. 8, p. 10555-10561, 2022.

DE ALMEIDA, W. L. *et al*. Environmentally friendly and low-cost synthesis of zno nanopowders by tapioca-assisted sol-gel route. **Ceramics International,** v. 46, n. 8, p. 10835-10842, 2020.

DU, J. *et al*. Synthesis and characterization of absorption-enhanced alumina solid particle materials for direct irradiation solar-thermal conversion. **Solar Energy Materials and Solar Cells**, v. 272, p. 112853, 2024.

EL MESSAOUDI, N. *et al*. Green synthesis of $CuFe_2O_4$ nanoparticles from bioresource extracts and their applications in different areas: a review. **Biomass Conversion and Biorefinery**, v. 15, n. 1, p. 99-120, 2025.

GHOBASHY, M. M. *et al*. Investigating the impact of electron beam irradiation on electrical, magnetic, and optical properties of XLPE/Co_3O_4 nanocomposites. **Scientific Reports,** v. 14, n. 1, p. 4829, 2024.

KIANI, A; DAVAR, F; BAZARGANIPOUR, M. Influence of verjuice extract on the morphology, phase, and magnetic properties of green synthesized $CoFe_2O_4$ nanoparticle: its application as an anticancer drug delivery**. Ceramics International,** v. 48, n. 23, p. 34895-34906, 2022.

KUMAR, N. *et al*. $CuFe_2O_4$ nanoparticles as a potential electrode material for asymmetric supercapacitor applications. **Journal of Power Sources,** v. 642, p. 236-960, 2025.

LANG, Q; FENG, R; SHI, B. Facile calcination-free synthesis of magnetically separable nano-CuFe2O4: Activating peroxymonosulfate to degrade organic contaminants. **Journal of Water Process Engineering,** v. 82, p. 109465, 2026.

MAHHOUTI, Z. *et al*. Structural and magnetic properties of $Co_{0.7}Ni_{0.3}Fe_2O_4$ nanoparticles synthesized by sol-gel method. **Applied Physics** A, v. 122, n. 7, p. 651, 2016.

MAZURENKO, J. *et al*. Synthesis and characterization of copper ferrite nanoparticles for efficient photocatalytic degradation of organic dyes. **Journal of Nanotechnology,** v. 2025, n. 1, p. 8899491, 2025.

NIKAM, P. N. *et al*. Synthesis and characterization of $CuFe_2O_4$ spinel ferrite for supercapacitor application. **Journal of the Indian Chemical Society**, v. 101, n. 10, p. 101277, 2024.

RAMADAN, R; EL-MASRY, M. M. Effect of (Co and Zn) doping on structural, characterization and the heavy metal removal efficiency of $CuFe_2O_4$ nanoparticles. **Journal of the Australian Ceramic Society**, v. 60, n. 2, p. 509-524, 2024.

ROTJANASUWORAPONG, K; LERDWIJITJARUD, W; SIRIVAT, A. Synthesis and characterization of $Fe_{0.8}Mn_{0.2}Fe_2O_4$ ferrite nanoparticle with high saturation magnetization via the surfactant assisted co-precipitation. **Nanomaterials,** v. 11, n. 4, p. 876, 2021.

SHEENA, T. V.; JYOTHISH, B.; JACOB, J. Green synthesis and characterization of nanocrystalline Ni-Co spinel ferrites using Vitex negundo leaf extract for biomedical applications. **Next Materials**, v. 11, p. 101717, 2026.

SIQUEIRA, C. *et al*. $CuFe_2O_4$ nanoparticles via thermal decomposition as recyclable magnetic catalysts for perimidine synthesis. **Scientific Reports**, 2025.

YADAV, R. S. *et al*. Structural, dielectric, electrical and magnetic properties of $CuFe_2O_4$ nanoparticles synthesized by honey mediated sol–gel combustion method and annealing effect. **Journal of Materials Science: Materials in Electronics,** v. 28, n. 8, p. 6245-6261, 2017.

ZATE, M. K. *et al*. Ferrite nanostructures: Synthesis methods. In: Spinel ferrite nanostructures for energy storage devices. **Elsevier**, 2020. P. 13-34.