

EFEITO DO COMBUSTÍVEL NAS CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICA E ESTRUTURAL DE FERRITAS MN-ZN SINTETIZADAS POR REAÇÃO DE COMBUSTÃO

Rafaela Luiz Pereira Santos, raffitasantos8@hotmail.com¹
Débora Albuquerque Vieira, deboralbq@hotmail.com¹
Alline Thamyres Costa Silva, alline_ep@yahoo.com.br¹
Ruth Herta G. Aliaga Kiminami, ruth@power.ufscar.br²
Ana Cristina F. Melo Costa, anacristina@dema.ufcg.edu.br¹
Clodomiro Alves Júnior, clodomiro.jr@hotmail.com³
José Marcos Sasaki, sasaki@fisica.ufc.br⁴

¹Universidade Federal de Campina Grande, Departamento de Engenharia de Materiais, CEP 58429 - 900, Campina Grande - PB, Brasil.

²Universidade Federal de São Carlos, Departamento de Engenharia de Materiais, CEP 13565-905, São Carlos - SP, Brasil.

³Universidade Federal do Rio Grande do Norte – Departamento de Engenharia Mecânica – CEP 59072-970 Natal – RN.

⁴Universidade Federal do Ceará, Departamento de Física, CEP: 60455-760, Fortaleza – CE, Brasil.

Resumo: As ferritas são classificadas em três famílias, de acordo com a composição química e estrutura cristalina: espinélio, hexagonal e garnetes. Entre as três classes, a família do tipo espinélio é a mais usada mundialmente. As ferritas com estruturas cristalinas pertencentes à classe do mineral espinélio ($MgFe_2O_4$), são compostos químicos representados pela fórmula geral MFe_2O_4 , onde M representa um íon metálico divalente ou a combinação de mais de um destes íons, como ocorre com a ferrita mista Mn-Zn. A ferrita Mn-Zn é um dos materiais cerâmicos do tipo espinélio que vêm sendo mais estudados cientificamente nos últimos anos devido às inúmeras aplicações que apresentam em função das suas propriedades magnéticas em baixas e elevadas frequências de trabalho. Portanto, o objetivo deste trabalho é avaliar o efeito dos combustíveis uréia e glicina calculados de acordo com parâmetros estequiométricos tomando $\phi = 1$, observando-se as características estruturais e morfológicas de ferrita $Mn_{0,65}Zn_{0,35}Fe_2O_4$ obtidos por reação de combustão, utilizando técnicas de difratometria de raios-X (DRX), medidas de tempo e temperatura, medição da área superficial (BET), análise granulométrica, e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados de DRX mostraram a formação da fase cúbica do espinélio aleatório da ferrita Mn-Zn com traços de Fe_2O_3 como segunda fase. As micrografias obtidas por MEV revelaram que os pós obtidos com a uréia são compostos por um aglomerado de partículas primárias sem a presença de pré sinterização enquanto que os pós obtidos com a glicina apresentam partículas secundárias com a presença de pré sinterização. Os pós obtidos utilizando-se a uréia como combustível apresentaram uma área superficial específica de $10,19 \text{ m}^2/\text{g}$ devido às baixas temperaturas e curtos tempos de combustão, resultando na formação da fase espinélio Mn-Zn juntamente com uma fase secundária, a hematita. Já para os pós obtidos com combustível glicina obteve-se valores de área superficial específica menor $3,82 \text{ m}^2/\text{g}$. Com as reações de combustão, de uma forma geral, foi possível a obtenção de ferritas cristalinas, por meio da utilização de diferentes combustíveis obteve-se ferritas com diferentes características físicas e micro-estruturais. As reações de combustão utilizando a uréia como combustível resultaram em pós de forma similar a uma espuma porosa, pouco volumosa e de coloração cinza escuro, enquanto que as reações utilizando como combustível a glicina resultaram em pós de forma similar aos obtidos com a uréia, porém muito volumosos e de coloração marrom escuro. Através da variação do tipo de combustível na síntese por reação de combustão nas ferritas de Mn-Zn, mostrou-se que a síntese é eficaz na produção de pós nanométricos utilizando uréia e glicina como combustíveis, viabilizando sua produção e aplicação no âmbito industrial e tecnológico.

Palavras-chave: Ferritas Mn-Zn; reação de combustão; glicina; uréia; caracterização.

1. INTRODUÇÃO

As ferritas são classificadas em três famílias, de acordo com a composição química e estrutura cristalina: espinélio, hexagonal e garnetes. Entre as três classes, a família do tipo espinélio é a mais usada mundialmente. As

ferritas com estruturas cristalinas pertencentes à classe do mineral espinélio ($MgFe_2O_4$), são compostos químicos representados pela fórmula geral MFe_2O_4 , onde M representa um íon metálico divalente ou a combinação de mais de um destes íons, como ocorre com a ferrita mista Mn-Zn (Goldman 2006). Entre as ferritas espinélio, a ferrita Mn-Zn é um dos materiais cerâmicos mais estudados cientificamente nos últimos anos devido às inúmeras aplicações que apresentam em função das suas propriedades magnéticas extrínsecas, tais como permeabilidade, coercividade, perdas magnéticas (perdas por histerese e corrente parasita), possuem grande influência no que diz respeito a sua microestrutura, ou seja, do contorno de grão, do seu tamanho médio e de sua porosidade. A microestrutura pode ser controlada pela variação no processamento, isto é, preparação do pó, calcinação, moagem e condições de sinterização (temperatura, tempo e atmosfera) (Pyun, 1985). Podendo ser usadas em diversas aplicações, como transformadores e indutores de alta frequência utilizados em equipamentos eletrônicos, dispositivos de microondas, aparelhos de telecomunicação, circuitos de computadores, geradores, fontes de potência, indutores e transformadores, filtros de frequência variável, supressores de ruído, em cabeça de gravação magnética, e como absorvedores de radiação eletromagnética. (Rezende et al., 1991).

No campo da ciência básica as ferritas vêm sendo estudadas com resultados promissores para aplicações como pigmentos, processos químicos diversos, absorvedores de radiação eletromagnética e catalisadores heterogêneos o que por sua vez é um grande desafio, já que, procuram-se novos materiais, que apresentem alta atividade e estabilidade catalítica, objetivando a formação de fases altamente dispersas e ativas na superfície, com partículas metálicas de tamanho nanométrico (Souza 2004.; Costa et al, 2006.; Silva et al., 2007).

No âmbito industrial, o processamento de ferritas do tipo espinélio é feita pelo método convencional de mistura de óxidos, envolvendo a mistura mecânica de pós-precursores, seguida de reações no estado sólido a altas temperaturas ($>1200^\circ\text{C}$) entre os óxidos ou carbonatos constituintes (Kumar 1996). Apesar de ser um método relativamente econômico, não permite o controle da homogeneidade e pureza, advindas principalmente da utilização em processos de mistura e moagem. Nos últimos anos várias pesquisas têm buscado o aperfeiçoamento dos métodos de síntese já existentes (por exemplo, síntese hidrotérmica, sol-gel, précursores poliméricos, reação de combustão, etc.) para estes materiais ou tentado desenvolver novos métodos químicos, que possam obter as ferritas com características morfológicas e estruturais adequadas para diferentes aplicações tecnológicas (Lima et al., 2006).

O processo de síntese por reação de combustão tem sido empregado com sucesso para a obtenção de diversos tipos de materiais, visto que possibilitam a obtenção de pós com partículas nanométricas, elevada área superficial e um alto grau de pureza. O método de combustão é auto-sustentável após o início da reação e atinge altas temperaturas, que garantem a cristalização e formação de pós em curto período de tempo, com liberação de grande quantidade de gases, o que tende a minimizar o estado de aglomeração das partículas que se formam (Fumo, 1997). A síntese por reação de combustão convencional (combustão por solução) tem sido empregada com sucesso para a obtenção de diversos tipos de materiais, visto que possibilita a obtenção de pós com partículas nanométricas, elevada área superficial, alta homogeneidade química e elevada pureza (Aruna, 1996). A base da técnica de síntese através da reação de combustão deriva dos conceitos termodinâmicos usados na química dos propelentes e explosivos (Jain et al, 1981).

A técnica é simples e utiliza uma reação química muito rápida e exotérmica para formar o material. A característica chave do processo é que o calor necessário para conduzir a reação é fornecido pela própria reação e não a partir de uma fonte externa (Zhang, 1994). Além das vantagens acima citadas, o método de combustão apresenta ainda características interessantes como simplicidade (uma vez que não necessita de múltiplas etapas), custo relativamente baixo, permite a obtenção de pós com tamanho de partícula nanométrico, e normalmente leva a produtos com estruturas e composição desejadas, devido à elevada homogeneização favorecida pela solubilidade dos sais em água (Aruna, 1996).

Os combustíveis utilizados na reação de combustão são de suma importância, pois propiciam a criação de diferentes sistemas cerâmicos (Zhiyuan et al., 2000). O sucesso do processo ocorre devido a uma mistura íntima entre os componentes usando um combustível adequado ou agente complexante (por exemplo, ácido cítrico, uréia, glicina, etc) em um meio aquoso, através de uma reação exotérmica redox entre o combustível e um oxidante (ou seja, nitratos) (Selvan, 2003). As características do pó como tamanho do cristalino, área superficial, e natureza da aglomeração das partículas é primordialmente regidos por entalpia e temperatura da chama gerada durante a combustão, que por sua vez é dependente da natureza do combustível e da relação agente oxidante/agente redutor. Assim, o objetivo deste trabalho é avaliar o efeito dos combustíveis uréia e glicina nas características estruturais, morfológicas de ferritas $Mn_{0,65}Zn_{0,35}Fe_2O_4$ obtidos por reação de combustão.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os pós de ferritas Mn-Zn de composição nominal $Mn_{0,65}Zn_{0,35}Fe_2O_4$, foram obtidos por meio da mistura dos reagentes químicos, nitrato de manganês II, zinco II, ferro III (agentes oxidantes), glicina e uréia (agente redutor) de modo a formar uma solução redox. A composição inicial da mistura foi calculada baseada na valência total dos reagentes oxidantes e redutores utilizando conceitos da química dos propelentes e explosivos (Jain, 1981). Utilizando a concentração de cada elemento determinou-se a quantidade estequiométrica (em gramas) dos reagentes, multiplicando-se a quantidade (em mols), pelo peso molecular do seu respectivo reagente, obtendo-se uma quantidade total de reagentes de 1432,2850 g. Porém, a capacidade do cadinho de sílica vítrea utilizado para a realização da reação é de 200 mL, sendo então utilizado apenas 2% da quantidade de reagentes total, de forma a não haver desperdício de material.

Sequencialmente, o cadinho contendo a mistura dos reagentes foi colocado sobre uma base cerâmica com uma resistência espiral (temperatura máxima em torno de 600°C), onde se formou uma solução. Com o aquecimento ocorreu

um aumento da viscosidade, formando bolhas e dando início à volatilização de gases até ocorrer à ignição (combustão). Ao término da reação de combustão, o produto da mesma (flocos porosos de coloração cinza escuro - grafite) foi mantido no forno a 500°C por 5 minutos. Depois, o produto da combustão foi desaglomerado em um almofariz e peneirado em peneira 325 mesh (45 µm) para serem caracterizados. De acordo com o combustível utilizado, as amostras em forma de pó foram designadas MU00 e MG00, respectivamente.

A temperatura da reação de combustão foi realizada a medição por um pirômetro óptico infravermelho (Raytek, modelo RAYR3I ± 2°C). O tempo de combustão foi medido por um cronômetro digital, marca Technos. A temperatura de reação foi medida em um intervalo de tempo de 5 e 5 segundos entre cada medição de forma *on-line*, usando uma média de quatro reações. O início da medição da temperatura da reação foi realizado logo após os reagentes no cadinho tornarem-se líquidos, e o final da medição da temperatura de reação, ocorreu após a chama de combustão ter cessado. O pirômetro possui precisão para medir temperatura no intervalo de 250°C a 1700°C e o mesmo registra automaticamente a máxima temperatura alcançada durante a combustão. Os pós resultantes da combustão foram caracterizados quanto à estrutura por difração de raios-X (DRX). A determinação das fases presentes, parâmetros de rede e o tamanho de cristalito foram determinados a partir dos dados de difração utilizando um difratômetro de raios-X SHIMADZU (modelo XRD 6000, radiação Cu K). O tamanho médio de cristalito foi calculado a partir da linha de alargamento de raios-X (d_{311}) por meio da deconvolução da linha de difração secundária do silício policristalino (utilizado como padrão) utilizando-se a equação de Scherrer. Os parâmetros de rede foram obtidos por meio da rotina DICVOL91 for Windows, disponível no pacote de programas FullProff, usando a lei de Vegard's para as misturas sólidas. Os aspectos morfológicos dos pós de ferritas Mn-Zn resultantes da reação de combustão foram analisados por meio da microscopia eletrônica de varredura (MEV) marca Philips, modelo XL30 FEG. Para determinação da área superficial das amostras pelo método de adsorção de nitrogênio/hélio utilizou-se um porosímetro modelo NOVA 3200, marca Quantachrome. Com os dados de área superficial foi calculado o tamanho de partículas por meio da equação (1) considerando as partículas como esferas (Reed et al., 1995)

$$D_{BET} = \frac{6}{S_{BET} \cdot \rho} \quad (1)$$

Onde, D_{BET} é diâmetro médio equivalente (nm), S_{BET} é área superficial determinada pelo método BET (m^2/g) e ρ é densidade teórica (g/cm^3). A densidade teórica utilizada foi de 5,13 g/cm^3 obtida a partir da ficha JCPDF 89-7554 do pacote de dados do programa da SHIMADZU.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O tempo e a temperatura de chama de combustão são parâmetros importantes que controlam a transformação de fase durante o processo de síntese por reação de combustão. A Figura 1 ilustra o comportamento da temperatura versus tempo da reação de combustão para o sistema ferrita $Mn_{0,65}Zn_{0,35}Fe_2O_4$ utilizando como combustíveis uréia e glicina, respectivamente.

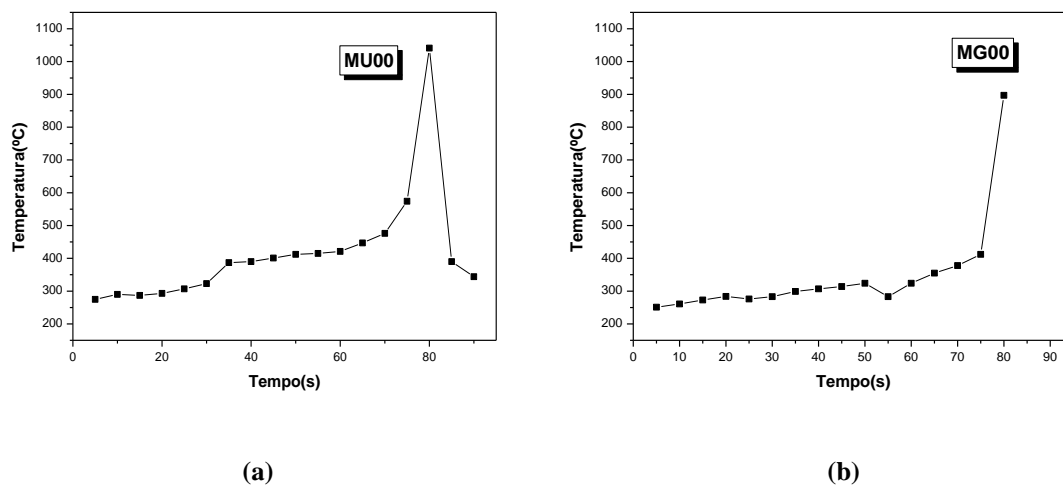


Figura 1. Medidas de temperatura e tempo para as reações utilizando como combustíveis (a) uréia (MU00) e (b) glicina (MG00) respectivamente.

De acordo com os resultados podemos observar que houve um aumento quase que exponencial da temperatura de reação, ocorrendo de forma rápida desde a liberação de gases até alcançar a, chama de combustão. O tempo da reação foi de aproximadamente 1 minuto e 15 segundos e 1 minuto e 20 segundos para as reações utilizando uréia e glicina, respectivamente. As reações utilizando os diferentes combustíveis resultaram em pós de forma similar a uma espuma porosa. Para a uréia este pó apresentou-se em pouco volume e coloração cinza escuro, enquanto que a reação utilizando como combustível a glicina obteve um pó bastante volumoso e de coloração distinta ao sistema anterior, sendo esta marrom escura. O valor médio determinado a partir de quatro reações para temperatura máxima da chama de combustão para o sistema $Mn_{0,65}Zn_{0,35}Fe_2O_4$ foi de 1041°C e 897°C para os combustíveis uréia e glicina, respectivamente.

A Figura 2 ilustra os difratogramas de raios-X dos pós de ferrita $Mn_{0,65}Zn_{0,35}Fe_2O_4$ para as amostras MG00 e MU00, utilizando a uréia e glicina como combustíveis respectivamente.

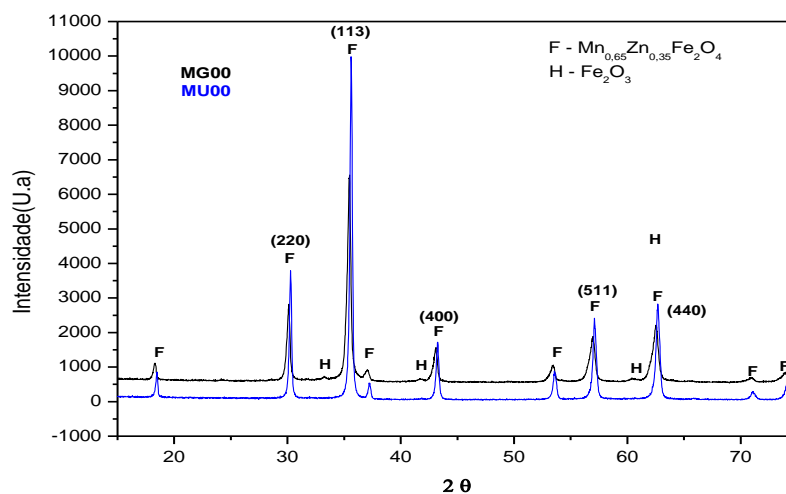


Figura 2 Difratograma de raios-X do sistema obtido com uréia (MU00) e glicina (MG00) como combustíveis.

Podemos observar através dos espectros de difração que houve a formação da fase única do espinélio aleatório ferrita Mn-Zn (ficha JCPDF 89-7554) para o pó utilizando como combustível uréia, já para a reação utilizando a glicina como combustível resultou em pós com fase secundária hematita. Estes resultados se distinguem do trabalho reportado por Diniz 2005, quando relatou a obtenção deste mesmo sistema utilizando uréia e glicina, porém em condições de aquecimento externo diferente do apresentado neste trabalho. Segundo Diniz 2005, para ambos os tipos de combustíveis a síntese da ferrita Mn-Zn usando uma placa quente (em torno de 600°C), mostrou a formação de segunda fase hematita. A formação da fase única da ferrita só foi observada por Diniz 2005, quando realizou a síntese da ferrita com glicina com diluição na proporção de 1:14 de água destilada:reagentes total. Neste trabalho a síntese foi realizada utilizando como fonte de aquecimento uma resistência em espiral com temperatura em torno de 600°C. A partir dos espectros de raios-X, também se pode observar uma considerável largura nos picos de difração o que é um indicativo da natureza nanométrica das partículas destes pós. O tamanho médio de cristalito determinado foi de 24 e 38 nm para as amostras MU00 e MG00, respectivamente. Os valores de área superficiais e tamanhos de partícula calculados a partir dos dados de BET foram 10,20 m²/g e 114 nm; e 3,82 m²/g e 306 nm, para os pós MU00 e MG00, respectivamente. Pode-se observar que a diferença no tamanho de partícula entre os pós MU00 e MG00 é expressiva, em dados percentuais o pó utilizando como combustível a glicina obteve um tamanho de partícula 62,8% maior que o pó utilizando a uréia como combustível.

A Figura 4 mostra os valores de diâmetro esférico equivalente em função da massa cumulativa para os pós de ferrita Mn-Zn obtidos por reação de combustão, através do aquecimento de uma resistência elétrica, utilizando uréia (MU00) e glicina (MG00) como combustíveis.

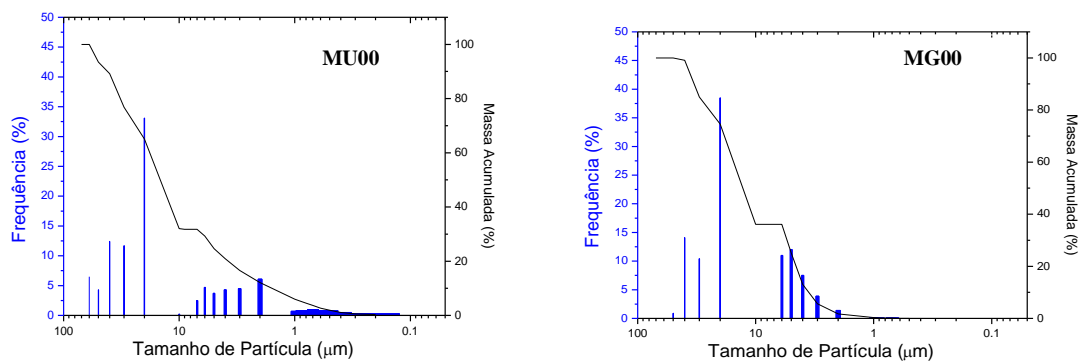


Figura 4 -Distribuição granulométrica para os pós de ferrita Mn-Zn, utilizando como combustíveis uréia (MU00) e glicina (MG00), respectivamente.

Observando a Figura 4, pode-se verificar que ambos os pós obtidos apresentaram distribuição relativamente larga, assimétrica, e heterogênea, sendo essa característica mais predominante na amostra MG00. O tamanho de aglomerado D(50) foi 14,34 e 12,36 μm para os pós MU00 e MG00, respectivamente. Pode-se também observar que o diâmetro mediano sofreu uma pequena diminuição de aproximadamente 13,8% para os pós produzidos com uréia em relação aos pós produzidos com a glicina. Fazendo um estudo comparativo das curvas de distribuição granulométrica, pode-se observar que os pós preparados utilizando uréia como combustível, resultaram em uma distribuição de aglomerados mais larga quando comparado a distribuição apresentada nos pós sintetizados com glicina. Para os pós sintetizados com glicina, os aglomerados se concentram em uma maior frequência com maior valor de massa cumulativa. Já para os pós utilizando a uréia, os aglomerados se encontram distribuídos em menor frequência com menor valor de massa cumulativa.

A Figura 3 ilustra a morfologia do pó para o sistema $Mn_{0,65}Zn_{0,35}Fe_2O_4$ sintetizado por reação de combustão com o combustível uréia. As micrografias ilustram a formação de pós com aspecto poroso, constituídos de aglomerados irregulares, de morfologia aproximadamente esférica, e com tamanhos variados na ordem de micrômetros e nanômetros, com larga distribuição.

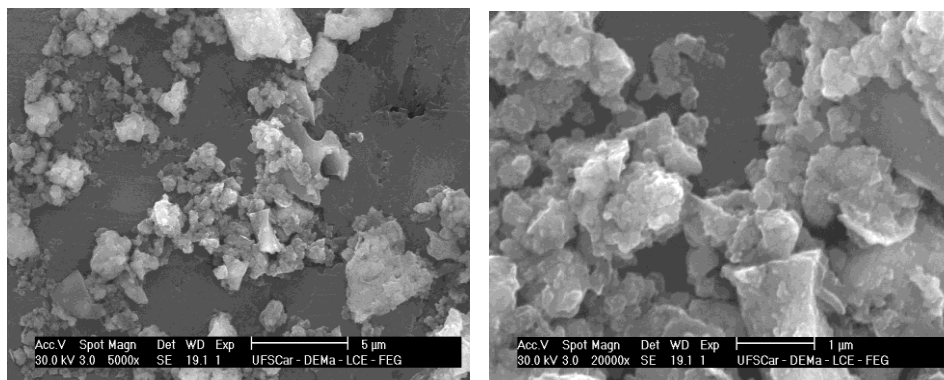


Figura 3. Morfologia dos pós obtidos por reação de combustão com uréia MU00 (a) aumento de 5.000 vezes e (b) aumento de 20.000 vezes.

A Figura 4 mostra que os pós obtidos via reação de combustão utilizando a glicina como combustível apresentam aglomerados formados por partículas finas com pré sinterização, com valores da ordem 15 μm e com aspecto de esponja porosa de formato irregular. Esta característica é devida ao grande despreendimento de gases liberados durante a síntese.

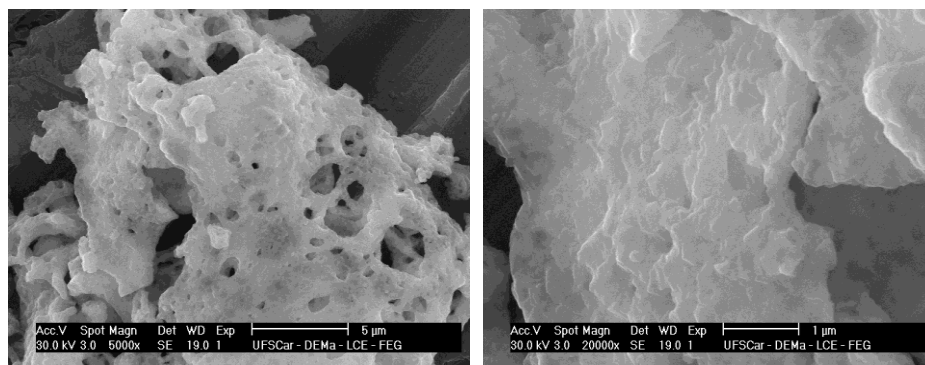


Figura 4 - Morfologia dos pós obtidos por reação de combustão com glicina MG00 (a) aumento de 5.000 vezes e (b) aumento de 20.000 vezes.

4. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos verifica-se que a síntese foi eficaz na produção de pós nanométricos utilizando uréia e glicina como combustíveis. Para ambos os combustíveis, apresentando houve um aumento quase que exponencial da temperatura em função do tempo, observou-se uma diferença de temperatura de 144°C quando da mudança dos combustíveis uréia em relação a glicina. Os difratogramas indicam a formação de fase majoritária de Mn-Zn para ambos pós obtidos utilizando uréia e glicina como combustíveis, porém para a glicina houve a formação de fase secundária (hematita), com formação de cristalito da ordem de 24 e 38 nm para os respectivos combustíveis. Na síntese utilizando uréia, os pós apresentaram-se com aspecto poroso, constituídos de aglomerados irregulares, de morfologia aproximadamente esférica, e com tamanhos variados na ordem de micrômetros e nanômetros, com larga distribuição. Para os pós sintetizados com glicina, apresentaram aglomerados formados por partículas finas com pré sinterização, com valores da ordem 15 µm e com aspecto de esponja porosa de formato irregular.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao CNPq/Multi-usuários, processo: 402561/2007-4 ao PROCAD/NF-CAPES, PRO-Engenharia-CAPES e RENAMI-CNPq, CAPES e CNPq pelo auxílio financeiro.

6. REFERÊNCIAS

- Aruna, S.T., Patil, K.C. Synthesis and properties of nanosize titania. *Journal of Materials Synthesis and Processing*, v. 4, n. 3, p. 175-179, 1996.
- Costa, A. C. F. M. et al. Effect of heating conditions during combustion synthesis on the characteristics of $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ nanopowders. *Journal of Materials Science*, v. 37, p. 1-4, 2002.
- Costa, A. C. F. M., Vieira D. A., Lula R.T., Barros B.B., L. Gama, Santos P. T. A., Jesus A. A., Andrade H.C.M. Catalisadores $ZnFe_2O_4$ e $NiFe_2O_4$ Preparados por Reação de Combustão para Reação de Deslocamento do Gás de Vapor D'água (WGS). *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, v 1, 2 (2006) 01-08.
- Costa, A. C. F. M., Leite, A. M. D., Ferreira, H. S., Kiminami, R. H. G. A., Cava, S., Gama, L. Brown pigment of the nanopowder spinel ferrite prepared by combustion reaction. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 28, p. 2033-2037, 2008.
- Diniz, A. P. A. Análise por difração de raios-x de pós de ferrita Mn-Zn obtidos por reação de combustão através de diferentes rotas de síntese. II Congresso de Iniciação Científica da Universidade Federal de Campina Grande. 2005.
- Fumo, D.A., Cimentos em betões refratários LCC e ULCC: síntese mecanismo de hidratação e interação com os microenchedores. Aveiro, Portugal, 1997. 157p. Dissertação (Doutorado em Ciências e Engenharia Cerâmica) – Departamento de Engenharia Cerâmica e Vidro, Universidade de Aveiro.
- Goldman, A. *Modern Ferrite Technology*. Pittsburgh: Springer, 2006. 445p.
- Hetting G. F., Worl H., Weiter H. H., Anorg Z., *Allg. Chem.* 283 (1956) 207.
- Jain, S. R., Adiga, K.C. A new approach to thermochemical calculation of condensed fuel-oxider mixture. *Combustion and Flame*, v. 40, p. 71-79, 1981.
- Kato, Y., Takei, T. Japan Patent, 98844, 1932, In: T, OHIAI, Current Status of Soft Ferrite in Japan. *Journal Physical IV*, France, Cl-27, 1997.
- Kumar, P. S. A. Low temperature synthesis of $Ni_{0,8}Zn_{0,2}Fe_2O_4$ powder and its characterization. *Materials Letters*, v. 27, p. 293-296, 1996.
- Lima, U. R., Bezerra, M. J. O. S., Pessoa, R. C., Nasar, M. C., Nasar, R. S., Resende, M. C. Síntese da Ferrita de Níquel Zinco pelo método dos Citratos Precursores. 17 °Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2006, Foz do Iguaçu-PR.

- Mauzczok, R., Zaspalis, V.T.; *Binder burnout-material-process interaction during sintering of MnZn-ferrites*; Journal of the European Ceramic Society 20 (2000) 2121-2127; Pun S. I., J. T. Baek, Am. Ceram. Soc. Bull. 64, 4 (1985) 602-605.
- Reed, J. S. Principles of Ceramics Processing. 2.ed. New York: John Wiley & Sons, Inc. 1995.
- Rezende, S. M., A física de materiais e dispositivos eletrônicos. Recife: Editora da Universidade Federal de Pernambuco, p. 392-396, 1998. Selvan R.K., C.O. Augustin, L.J. Berchmans, R. Saraswathi, Mater. Res. Bull. 38 (2003) 41.
- Souza, M.M.V.M., Geração de Hidrogênio a partir do Gás Natural para Células Combustíveis, Prêmio Mercosul de Ciência e Tecnologia, 2004.
- Zhang, Y., and Stangle, G. C., Preparation of fine multicomponent oxide ceramic powder by a combustion synthesis process. Journal Materials Research, 9, No. 8, 1997-2004, 1994.
- Zhiyuan, L., Maoren, X., Qingqiu, Z. Effects of iron deficiency on magnetic properties of $Ni_{0,76}Zn_{0,24}O(Fe_2O_3)_{0,575}$ ferrite. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol. 219, pp. 9-14, 2000.

7. DIREITOS AUTORAIS

Os autores são os únicos responsáveis pelo material incluído impresso neste jornal.

EFFECT OF FUEL ON THE MORPHOLOGICAL AND STRUCTURAL CHARACTERISTICS OF MN-ZN FERRITES SYNTHESIZED BY COMBUSTION REACTION

Rafaela Luiz Pereira Santos, raffitasantos8@hotmail.com¹

Débora Albuquerque Vieira, deboralbq@hotmail.com¹

Alline Thamyres Costa Silva, alline_ep@yahoo.com.br¹

Ruth Herta G. Aliaga Kiminami, ruth@power.ufscar.br²

Ana Cristina F. Melo Costa, anacristina@dema.ufcg.edu.br¹

Clodomiro Alves Júnior, clodomiro.jr@hotmail.com³

José Marcos Sasaki, sasaki@fisica.ufc.br⁴

¹Federal University of Campina Grande, Department of Materials Engineering, CEP 58429 - 900, Campina Grande - PB, Brazil.

²Federal University of São Carlos, Department of Materials Engineering, CEP 13565-905, São Carlos - SP, Brazil.

³Federal University of Rio Grande do Norte - Department of Mechanics Engineering, CEP 59072 - 970, Natal - RN, Brazil.

⁴Federal University of Ceará, Department of Physics, CEP: 60455-760, Fortaleza - CE, Brazil

Abstract: The ferrites are classified into three families, according to the chemical composition and crystal structure: spinel, garnet and hexagonal. Among the three classes, the family of spinel type is the most widely used. The ferrites with crystal structures belonging to the class of mineral spinel ($MgFe_2O_4$) are chemical compounds represented by general formula MFe_2O_4 , where M represents a divalent metal ion or a combination of more than one of these ions, as with the mixed ferrite Mn-Zn. The Mn-Zn ferrite is a ceramic materials of spinel type which have been most studied scientifically in recent years because of the many applications that have depending on their magnetic properties at low and high frequencies of work. Therefore, the objective of this study is to evaluate the effect of glycine and urea fuels calculated according to stoichiometric parameters taking $\phi = 1$, observing the structural and morphological characteristics of ferrite $Mn_{0,65}Zn_{0,35}Fe_2O_4$ obtained by combustion reaction, using techniques -ray diffraction (XRD), measures of time and temperature, measurement of surface area (BET), particle size analysis and scanning electron microscopy (SEM). The results of XRD show the formation of cubic phase of spinel random Mn-Zn ferrite with traces of Fe_2O_3 as a second phase. The micrographs obtained by SEM revealed that the powders obtained by urea are composed of a cluster of primary particles without the presence of pre-sintering while the powders with glycine present secondary particles in the presence of pre-sintering. The powders obtained using urea as fuel showed a specific surface area of $10.19 \text{ m}^2/\text{g}$ due to low temperatures and short burning times, resulting in the formation of the Mn-Zn espinélia with a secondary phase hematite. As for the powders with fuel glycine obtained values were less specific surface area $3.82 \text{ m}^2/\text{g}$. With the combustion reactions, in general, it was possible to obtain ferrite crystal, through the use of different fuels was obtained ferrites with different physical characteristics and micro-structural. The combustion reactions using urea as the fuel resulted in powder form similar to a porous foam, a little bulky and dark gray color, while the reactions using glycine as fuel resulted in post similarly to those obtained with urea, but very large and dark brown. By varying the type of fuel in the synthesis by combustion reaction in ferrites Mn-Zn, it was shown that the

synthesis is effective in producing nanosized powders using urea and glycine as fuel, making its production and application in the industrial and technological .

Keywords: *Mn-Zn ferrite; combustion reaction; glycine, urea, characterization.*