

## **INFLUÊNCIA DA FORMA DE AQUECIMENTO EXTERNO UTILIZADA NA SÍNTESE POR REAÇÃO DE COMBUSTÃO DE FERRITA Ni-Zn**

**Débora Albuquerque Vieira, deboralbq@hotmail.com<sup>1</sup>**  
**Verônica Cristhina S. Diniz, veronicacristhina@hotmail.com<sup>1</sup>**  
**Ruth Herta G. Aliaga Kiminami, ruth@power.ufscar.br<sup>2</sup>**  
**Ana Cristina F. Melo Costa, anacristina@dema.ufcg.edu.br<sup>1</sup>**  
**Tatiana Silva Barros, tatinha-sb@hotmail.com<sup>1</sup>**  
**José Marcos Sasaki, sasaki@fisica.ufc.br<sup>3</sup>**

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

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

<sup>3</sup>Universidade Federal do Ceará, Departamento de Física, CEP: 60455-760, Fortaleza – CE, Brasil.

**Resumo:** *O método de combustão é auto-sustentável após o início da reação 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. Sendo assim considerado simples, o método de combustão não envolve muitas etapas e produz pós com elevado grau de pureza, homogeneidade química e quase sempre em escala nanométrica. Na síntese por combustão a forma de aquecimento mais utilizada é um forno mufla convencional, porém outras formas de aquecimento podem ser utilizadas como, por exemplo: placa aquecedora, resistência espiral, manta aquecedora e energia microondas. Assim, o presente trabalho avalia as condições de aquecimento externo utilizado durante a síntese por reação de combustão usando uréia como combustível para a obtenção de ferrita Ni-Zn. As amostras foram preparadas de acordo com a teoria dos propelentes e explosivos utilizando como recipiente um cadinho de sílica vítrea, e aquecimento externo uma resistência elétrica espiral embutida em base cerâmica e um forno microondas na potência de 900 Watts e tempo de exposição 10 minutos. As amostras sintetizadas foram caracterizadas por, DRX, EDX, MEV e adsorção de nitrogênio (BET). Os difratogramas de raios X das amostras mostraram a formação da fase desejada  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$  em ambos os casos, com a presença da fase ZnO para os pós de ferrita obtidos na resistência elétrica, o tamanho médio de cristalito e a área superficial foi de 15 e 23 nm, e 67 e 79 m<sup>2</sup>/g, respectivamente. As amostras sintetizadas por ambas as formas de aquecimento mostraram a formação de aglomerados de formato esférico e distribuição larga. Os resultados mostraram que a forma de aquecimento externo utilizada para síntese de ferritas Ni-Zn influenciou significativamente as características morfológica e estrutural.*

**Palavras-chave:** *Ferrita Ni-Zn; reação de combustão; resistência espiral; forno microondas*

### **1. INTRODUÇÃO**

Ferritas são materiais cerâmicos compostos por uma mistura de óxidos metálicos, em que 30% de sua composição é de óxido de ferro (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) que exibem uma indução magnética espontânea na ausência de um campo magnético externo e formam uma classe predominante entre as cerâmicas magnéticas (Rane et al, 1999). Estes materiais apresentam propriedades magnéticas e elétricas muito úteis para a indústria de materiais eletrônicos de alta tecnologia, medicina, aeronáutica, telecomunicações, catalise, entre outras. Porém estas propriedades são dependentes do tipo de estrutura cristalina, da composição química, do nível e tipo de dopante e do método de processamento utilizado para sua obtenção.

As ferritas Ni-Zn destacam-se entre as ferritas do tipo espinélio por apresentarem excelentes propriedades, tais como alta resistividade elétrica, baixa coercividade magnética, baixas perdas por histerese e corrente parasita para níveis de operações em altas frequências (10-500 MHz), dureza mecânica, estabilidade química, alta resistência à corrosão (Tsay, et al, 2000) e custo relativamente baixo (Ishino and Narumiya, 1987; Sugimoto, 1999) que dependem principalmente do tipo e pureza da matéria-prima utilizada, do método de obtenção, e das condições de sinterização.

Estas propriedades das ferritas Ni-Zn, agregadas a sua obtenção por métodos de processamento economicamente viáveis e com características nanoestruturadas, faz deste material um grande atrativo em aplicação nas áreas de bioquímica, química e engenharia, diante da possibilidade de produção de materiais portadores de agentes terapêuticos, fluidos magnéticos, tintas magnéticas, catalisadores e fluidos magnetos-reológico, dispositivos magnéticos moles de alta potência para níveis de frequência elevados, como matérias absorvedores de radiação eletromagnética (Paulo, 2006, Costa et al, 2009), como catalisadores para decomposição de CO<sub>2</sub> (Ma et al, 2009), uso como pigmentos marrons (Costa et al, 2008).

Assim como a maioria das cerâmicas comerciais, as ferritas Ni-Zn ainda são industrialmente produzidas pelo método cerâmico de mistura de óxidos, que, apesar de ser o método mais comum de preparação, devido ao baixo custo e à possibilidade de produção de pós em larga escala, leva a preparação de pós com pequenas contaminações e excessivo dispêndio de energia para sinterização do produto final (Mahata et al, 2005; Costa et al, 2003). Desta forma, nas últimas décadas alguns métodos de síntese vem sendo testado para produção destes materiais visando não apenas a melhoria das suas propriedades, mais também a possibilidade de seu uso industrialmente. Entre estes métodos a síntese por reação de combustão tem se destacado como um método alternativo, e viável economicamente por possibilitar a produção de pós com reprodutibilidade em grande escala usando precursores de pureza 98% PA e em nanoescala (Ramalho et al, 2007). A base da técnica de síntese por reação de combustão deriva dos conceitos termodinâmicos usados na química dos propelentes e explosivos, envolvendo a reação de uma mistura redox (exotérmicas), contendo os íons metálicos de interesse como reagentes oxidantes, em um combustível como reagente redutor. Os nitratos metálicos são dentre as fontes de íons, os sais mais usados por serem solúveis em água, e baixas temperaturas são suficientes para fundi-los, garantindo uma excelente homogeneização da solução (Jain et al, 1981).

Na reação por combustão, as alterações no método, tais como o tipo e teor do combustível utilizado, o tipo e forma do recipiente e o tipo de aquecimento externo usado alteram a cinética da reação, e conseqüentemente influenciam a temperatura e o tempo da chama de combustão, parâmetros estes que definem as características estruturais e morfológicas dos pós sintetizados (Costa et al., 2007; Costa et al., 2003; Barros et al., 2006). Dentre as formas de aquecimento utilizado a resistência elétrica em espiral embutida em um invólucro cerâmico tem se mostrado vantajoso devido à sua simplicidade, pequeno tempo de duração entre a preparação de reagentes e o produto final, produto final não necessitar de etapas intermediárias de tratamento térmico subseqüentes, devido as altas temperaturas atingidas durante a reação, produção em grande quantidade, além de obter partículas nanométricas e baixos consumos de energia envolvida durante o processo (Barros, 2008). Por outro lado, a síntese destes materiais com auxílio da energia de microondas (Vieira, 2009) promove maior homogeneidade estrutural e menor tamanho médio das partículas e uma distribuição mais estreita, em comparação com aquecimento em forno convencional. A energia de microondas transforma-se em calor dentro do material, o que resulta em regra geral, em significante economia de energia e redução do tempo de processamento, o que vem mostrando ser o fator decisivo na aceitação do uso das microondas em muitas aplicações industriais. Estes benefícios fazem com que vários processos baseados no aquecimento por microondas encontrem aplicações industriais (Cheng et al, 2002; Brosnan et al, 2003; Menezes et al, 2007).

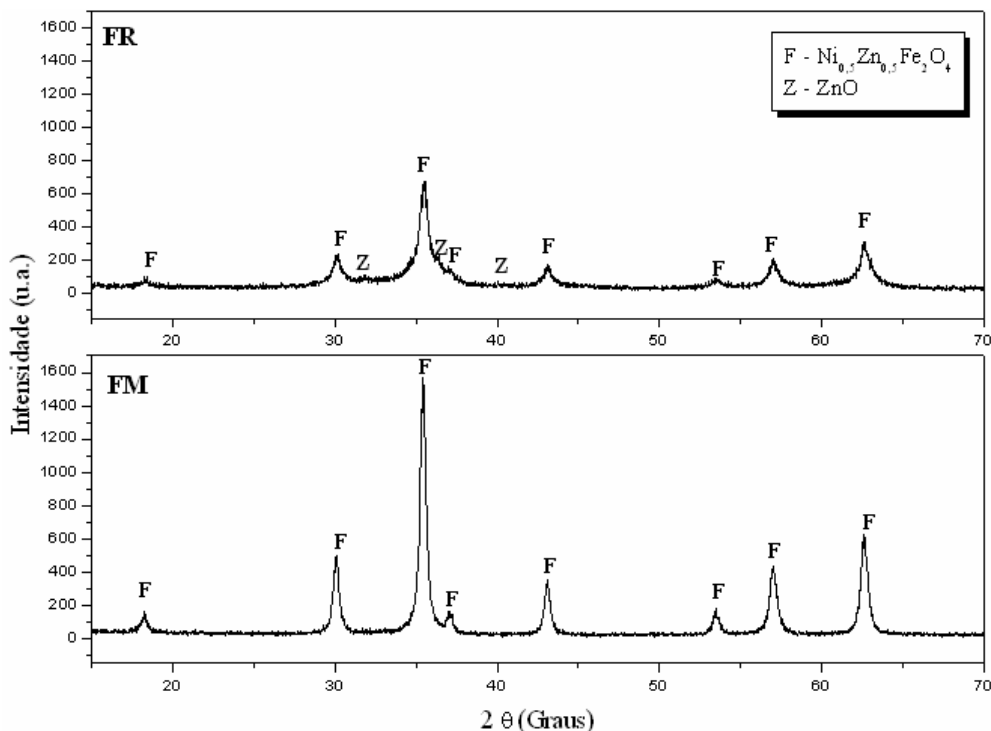
Desta forma, este trabalho propõe avaliar a influência das formas de aquecimento externo (resistência elétrica e energia de microondas) na síntese por reação de combustão de ferritas Ni<sub>0,5</sub>Zn<sub>0,5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, e na estrutura e morfologia.

## 2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Os reagentes utilizados para a síntese dos pós de Ni<sub>0,5</sub>Zn<sub>0,5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, foram o nitrato de zinco Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O (ALDRICH), nitrato de níquel Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O (VETEC), nitrato de ferro Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O (ALDRICH) e uréia CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> (VETEC). Todos os reagentes possuem pureza igual a 98%. A proporção dos reagentes foi calculada de acordo com a estequiometria estabelecida seguindo os conceitos da química dos propelentes e explosivos (Jain et al, 1981), para  $\phi = 1$  (relação estequiométrica). Os reagentes (nitratos + combustível) foram misturados em um cadinho tipo sílica vítrea, aquecidos em uma resistência elétrica em forma de espiral inserida em uma placa cerâmica (temperatura máxima da resistência  $\approx 600^\circ\text{C}$ ), em seguida foram utilizados dois procedimentos: I) a ignição (combustão) dos reagentes ocorreu na resistência até a obtenção de flocos poroso na forma de pó, e no procedimento, II) a combustão ocorreu em forno microondas modelo ME27S, marca Eletrolux pré-programado com potência de 900Watts e tempo de exposição de 10 minutos.. Os pós obtidos foram desaglomerados em peneira ABNT n° 325 para posterior caracterização. Os pós obtidos em resistência elétrica e forno microondas foram nomeados FR e FM, respectivamente. Os dados de difração de raios X dos pós foram obtidos em um difratômetro marca SHIMADZU modelo 6000, com radiação Cu K $\alpha$ . Os espectros de fluorescência e a análise semi-quantitativa dos óxidos e elementos presentes nos pós de ferritas Ni-Zn obtidos foram determinados por espectroscopia de fluorescência de raios X por energia dispersiva, modelo EDX-720, da marca SHIMADZU. Os aspectos morfológicos dos pós, a microestrutura e nanoestrutura das ferritas foram analisadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) usando um microscópio eletrônico de varredura, marca Philips, modelo XL30 FEG do. A determinação da área superficial dos pós foi realizada pelo método de adsorção de nitrogênio/hélio desenvolvido por Brunauer, Emmett e Teller (BET) visando determinar a área superficial específica dos pós obtidos por reação de combustão. Foi utilizado um porosímetro modelo ASAP 2000, marca micromeritics.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de raios-X obtidos mostram que os pós obtidos por meio das duas formas de aquecimento estudadas apresentaram a formação da fase cristalina do espinélio inverso ferrita Ni-Zn (JCPDS 52-0278), sendo possível verificar a presença de segunda fase de ZnO (óxido de zinco) (JCPDS 36-1451), nos pós obtidos na resistência elétrica (FR) que apresentaram baixa intensidade e a formação de 8 picos principais da fase ferrita. Verificou-se ainda, que os pós obtidos no forno microondas (FM) apresentaram elevada intensidade dos picos característicos da fase ferrita Ni-Zn, indicando, assim, que os pós tornam-se mais cristalinos, isto se deu provavelmente a uma maior temperatura atingida durante a síntese no forno microondas, cuja mesma não pode ser verificada devido a placa de protetora Faraday do forno microondas, impedir que o laser do pirômetro penetre o seu interior atingindo a chama de combustão, e a indisponibilidade de verificar a temperatura. Além disso, pode-se verificar que nos difratogramas dos pós obtidos na resistência elétrica apresentaram espectro de difração com um maior alargamento, indicando, assim, a natureza nanométrica das partículas desses pós, o que pode ser comprovado no cálculo de tamanho médio de partícula.



**Figura 1. Difratograma de raios X dos pós de Ferrita Ni-Zn obtidas na resistência elétrica (FR) e no forno microondas (FM).**

A Tabela 1 apresenta os valores de tamanho médio de cristalito determinado usando a equação Scherrer (Klung, 1962) e os parâmetros de rede determinados através da rotina do DICVOL9 for Windows, obtido pelo pacote de programas FullProf (Louer & Roisnel, 1993) usando a Lei de Vegard's para a mistura de cátions. Os parâmetros de rede obtidos estão em acordo com os valores disponíveis na literatura ( $a = b = c = 8.3827$ , ficha JCPDS 52-0278).

**Tabela 1. Resultados de tamanho médio de cristalito e parâmetros de rede dos pós obtidos na resistência elétrica (FR) e forno microondas (FM).**

Procedimento	Tamanho médio de Cristalito (nm)	Parâmetro de Rede (Å)
Resistência elétrica (FR)	15	8,39
Forno microondas (FM)	23	8,38

Como o pó obtido na resistência elétrica (FR) apresentou um maior alargamento tem-se um menor tamanho de cristalito em comparação ao pó obtido no forno microondas (FM). Isto foi a uma provável consequência da maior temperatura da chama de combustão alcançada com esta forma de aquecimento. Neste caso foram obtidas partículas com maior cristalinidade que apresentaram uma intensidade maior que o pó obtido na resistência elétrica (FR). Como o pó obtido na resistência elétrica (FR) apresentou um maior alargamento tem-se um menor tamanho de cristalito.

Para avaliar os dados de EDX, se fez necessário o conhecimento dos valores nominais em porcentagem dos óxidos individuais que constitui a composição estequiométrica em mol (Russell, 1994) do espinélio  $Ni_{0.5}Zn_{0.5}Fe_2O_4$ . Com o auxílio de uma tabela periódica calculou-se a massa molecular total da ferrita e de cada óxido presente, e usando regra

de três se obteve as porcentagens teóricas para  $0,5\text{NiO}$ ,  $0,5\text{ZnO}$  e  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ , que correspondem a 15,7; 17,1 e 67,2%, respectivamente. A partir destes cálculos, verifica-se que o ferro se encontra em maior quantidade devido maior numero de moles, em relação ao zinco e o níquel na composição estudada.

**Tabela 2. Composições químicas dos pós de ferrita Ni-Zn obtidos na resistência elétrica (FR) e no forno microondas (FM).**

Procedimento	Composição (wt%)			Impurezas
	NiO	ZnO	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	
Resistência elétrica (FR)	18,4	15,5	66,1	-
Forno microondas (FM)	18,3	15,8	64,7	1,2
Valores Calculados	15,7	17,1	67,2	0,0

É possível observar através dos dados da Tab. 2 que os valores encontrados por meio da análise de EDX para os pós sintetizados por meio das duas forma de aquecimento externo utilizadas foram próximos aos valores teóricos calculados. Para ambos os pós analisados, não houve variação significativa das quantidades de NiO, ZnO se comparados entre si, ocorrendo uma pequena variação, ou seja, uma redução de aproximadamente 2,1%, do  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dos pós obtidos no forno microondas em comparação aos pós obtidos na resistência elétrica. Os valores encontrados experimentalmente foram aproximadamente 14,7% maiores que o valor calculado teoricamente para o NiO, enquanto que para os valores de ZnO foram 7,6% menores que o valor teórico calculado.

A Tabela 3 mostra os dados de área superficial e tamanho de partícula dos pós obtidos na resistência elétrica e no forno microondas.

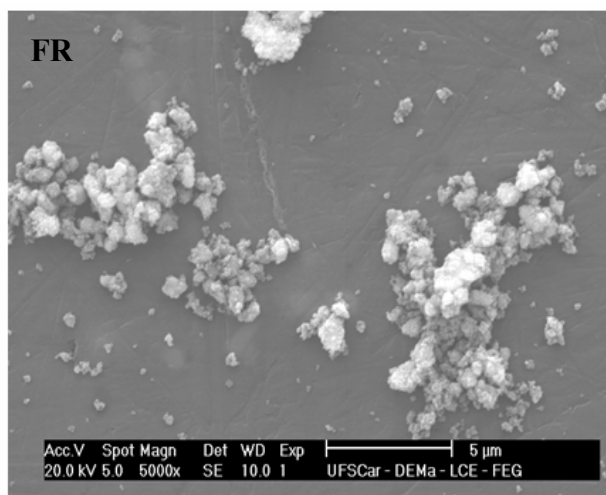
**Tabela 3. Área superficial e tamanho de partícula, dos pós de ferrita Ni-Zn obtidos na resistência elétrica (FR) e no forno microondas (FM).**

Procedimento	Área Superficial ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Tamanho de partícula (nm)
Resistência elétrica (FR)	67	17
Forno microondas (FM)	38	29

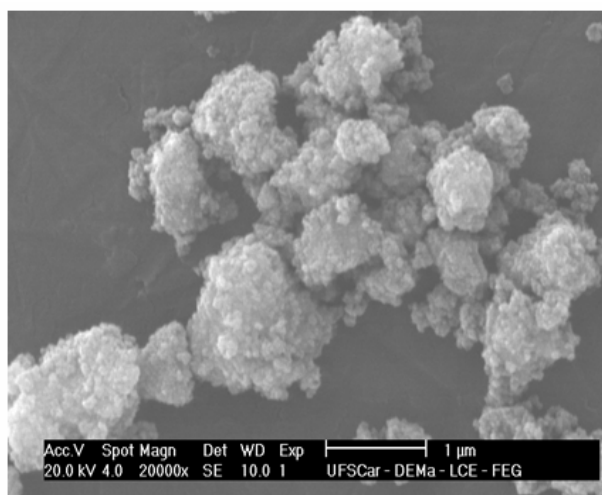
Os valores de área superficial e tamanho de partícula revelam que os pós obtidos na resistência elétrica apresentaram maior área superficial consequentemente com uma menor tamanho de partícula, aproximadamente 41,4%.

É de conhecimento literário que temperaturas mais elevadas induzem a uma maior energia de ativação favorecendo a uma maior cristalinidade e consequentemente formação de pós com partículas maiores, reforçando a suposição de que a síntese em forno microondas favoreceu a maiores temperaturas de combustão.

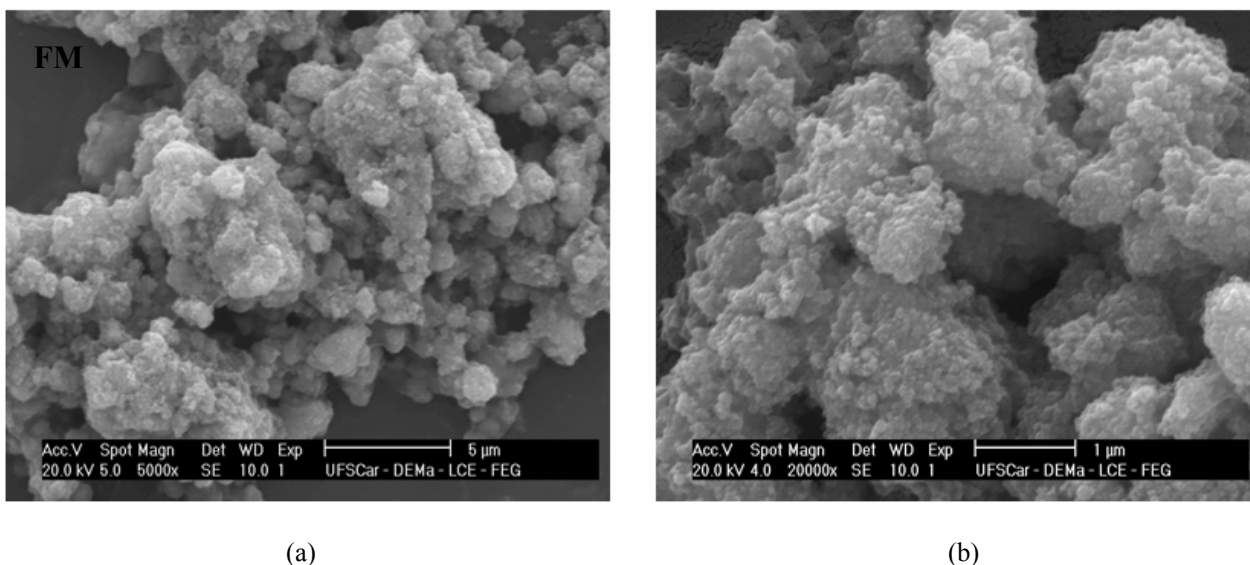
A Figura 2 apresenta as micrografias dos pós de ferrita Ni-Zn obtidas na resistência elétrica e no forno microondas.



(a)



(b)



**Figura 2. Microscopia eletrônica de varredura dos pós obtidos na resistência elétrica (FR) e no forno microondas (FM), com aumentos de (a) 5K e (b) 20K.**

Por meio das micrografias, verifica-se de maneira geral, que os pós obtidos, pelas duas formas de aquecimento, apresentam características semelhantes, ou seja, formação de aglomerados de formato aproximadamente esférico, com aspecto de novelos (flocos porosos), não densos e com uma distribuição larga de tamanho, os pós obtidos na resistência elétrica apresentaram a formação de aglomerados menores que  $0,1 \mu\text{m}$  e com tamanho máximo em torno de  $2 \mu\text{m}$ , constituídos de nanopartículas ligadas fracamente, o que os caracteriza como aglomerados como moles, de fácil desaglomeração. Sendo que os pós obtidos no forno microondas apresentam partículas de tamanho maior que dos pós obtidos na resistência elétrica porém com mesmo aspecto. Um leve aumento no tamanho de aglomerados foi observado na morfologia dos pós obtidos no forno microondas.

#### 4. CONCLUSÕES

O método de síntese por reação de combustão em resistência elétrica (FR) e em forno microondas (FM) pode ser recomendado como um método promissor visto que a ferrita Ni-Zn foi obtida com sucesso, na forma de pós nanométricos e cristalinos mais rápido e mais simples que de outras formas de síntese. Os pós produzidos por reação de combustão no forno microondas, foram monofásicos com a presença de fase ferrita Ni-Zn, enquanto os pós obtidos na resistência elétrica mostrou a formação da fase ferrita Ni-Zn, como fase majoritária e traços de ZnO (óxido de zinco) como fases secundárias. Os resultados demonstraram alterações nas características finais dos obtidos dependendo da forma de aquecimento externo.

#### 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

- Barros, T. S., 2008, "Influência do combustível na síntese por reação de combustão de ferritas Ni-Zn", Dissertação de Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais, Campina grande, PB, Brasil.
- Barros, T. S., Barros, B. S., Costa, A. C. F. M. and Gama, L., 2006, "Preparação de ZnO via reação de combustão utilizando diferentes condições de aquecimento", 17º CBECIMat – Congresso Brasileiro De Engenharia E Ciência Dos Materiais, Foz do Iguacu, Paraná, Brasil, p. 2241-2250.
- Brosnan, K. H., Messing, G. L., Agrawal, D. K., 2003, "Influence of Interfacial Roughness on Fiber Sliding in Oxide Composites with La-Monazite Interphases", Journal of the American Ceramics Society. Vol. 86, p. 305-316.
- Cheng, J., Agrawal, D., Zhang, Y. and Roy, R., 2002, "Microwave sintering of transparent alumina", Materials Letters. Vol. 56, p. 587-592.
- Costa, A. C. F. M., Diniz, A. P., Silva, V. J., Kiminami, R. H. G. A., Cornejo, D. R., Gama, A. M., Rezende, M. C. and Gama, L., 2009, "Influence of calcination temperature on the morphology and magnetic properties of Ni-Zn ferrite applied as an electromagnetic energy absorber", Journal of Alloys and Compounds, Vol. 483, p. 563-565.

- Costa, A. C. F. M., Leite, A. M. D., Ferreira, H. S., Kiminami R. H. G. A., Cavac, S. and Gama L., 2008, "Brown pigment of the nanopowder spinel ferrite prepared by combustion reaction", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 28, p. 2033–2037.
- Costa, A. C. F. M., Morelli, M. R.; Kiminami, R. H. G. A., 2003, "Microestrutura e propriedades magnéticas de ferritas Ni-Zn-Sm", *Cerâmica*, Vol. 49, p. 168-173.
- Costa, A. C. F. M., Silva, V. J., Diniz, A. P., Kiminami, R. H. G. A., Cornejo, D. R., Gama, A. M., Rezende, M. C. and Gama, L., 2007, "Ferritas Ni-Zn para uso em materiais absorvedores de radiação eletromagnética: influência do tratamento térmico", 9º Simpósio de Guerra Eletrônica (SIGE), São José dos Campos, São Paulo, Brasil, p. 1-5.
- Cullity, B. D., 1972, "Introduction to magnetic materials", Addison Wesley publishing Company.
- Guimarães A. P., 2000, "Propriedades Magnéticas de Sistemas Granulares", *Revista Brasileira de Ensino de Física*, Vol. 22, No 3.
- Ishino, K. and Narumiya, Y., 1987, "Development of magnetic ferrites: control and application of losses", *Ceramic Bulletin*, Vol. 66, No. 10, p. 1469-1474.
- Jain, S. R., Adiga, K. C. and Pai Verneker, V., 1981, "A new approach to thermo chemical calculations of condensed fuel-oxidizer mixture", *Combustion. Flame*, Vol.40, p. 71-79.
- Klung, H., and Alexander, L., 1962, *X-ray diffraction procedures*, Wiley. New York, EUA.
- Louer, D. and Roisnel, T., 1993, *DICVOL91 for Windows*, Laboratoire de Cristallographie, Université de Rennes I, Campus de Beaulieu, France.
- Ma, L., Chen, L. and Chen, S., 2009, "Study on the characteristics and activity of Ni-Cu-Zn ferrite for decomposition of CO<sub>2</sub>", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 114, p. 692–696.
- Mahata, T., Das, G., Mishra, R. K. and Sharma, B. P., 2005, "Combustion synthesis of gadolinia doped ceria powder", *Journal of Alloys and Compounds*, Vol. 391, p. 129–135.
- Menezes, R. R., Souto, P. M. and Kiminami, R. H. G. A., 2007, "Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte I: Aspectos fundamentais", *Cerâmica*. Vol. 53, p. 1-10.
- Paulo, E. G., 2006, "Síntese e Caracterização de Ferrita de Níquel e Zinco Nanocristalina por Combustão, para Aplicação em Compósito Elastomérico Absorvedor de Microondas", *Dissertação de Mestrado Engenharia de Materiais e Metalurgia*, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Brasil.
- Ramalho, M. A. F., Costa, A. C. F. M., Miola, E. J., Kiminami, R. H. G. A., Paiva-Santos, C. O. and Gama, L. *Análise estrutural e morfológica de nanopós de ferrita de níquel*. 51º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Salvador, Brasil, 2007. CD-R.O.W.
- Rane, K. S., Vernekar, V. M. S. and Sawant, P. Y., 1999, "Hydrazine method of synthesis of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> useful in ferrites preparation", *Journal of Materials Science Materials Electronics*, Vol. 10, p. 133-140.
- Russell, J. B., 1994, "Química Geral", Vol. 1, 2ª Ed. São Paulo, Brasil.
- Sugimoto, M., 1999, "The Past, Present, and Future of Ferrites" *Journal American Ceramic Society*, Vol. 82, p. 269-280.
- Tsay, C. Y., Liu, K. S., Lin, T. F. and I. N. Lin., 2000, "Microwave sintering of NiCuZi ferrites and multilayer chip inductors", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 209, p. 189-192.
- Vieira, D. A., 2009, "Síntese por energia de microondas de ferritas Ni-Zn", *Dissertação de Mestrado em Ciências e Engenharia de Materiais*, Universidade Federal de Campina Grande, Campina grande, PB, Brasil.

## 7. DIREITOS AUTORAIS

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

## INFLUENCE OF THE EXTERNAL SOURCE OF HEATING USED IN SYNTHESIS BY REACTION COMBUSTION OF Ni-Zn FERRITE

Débora Albuquerque Vieira, [deboralbq@hotmail.com](mailto:deboralbq@hotmail.com)<sup>1</sup>  
Verônica Cristhina S. Diniz, [veronicacristhina@hotmail.com](mailto:veronicacristhina@hotmail.com)<sup>1</sup>  
Ruth Herta G. Aliaga Kiminami, [ruth@power.ufscar.br](mailto:ruth@power.ufscar.br)<sup>2</sup>  
Ana Cristina F. Melo Costa, [anacristina@dema.ufcg.edu.br](mailto:anacristina@dema.ufcg.edu.br)<sup>1</sup>  
Tatiana Silva Barros, [tatinha-sb@hotmail.com](mailto:tatinha-sb@hotmail.com)<sup>1</sup>  
José Marcos Sasaki, [sasaki@fisica.ufc.br](mailto:sasaki@fisica.ufc.br)<sup>4</sup>

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

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

<sup>3</sup>Federal University of Ceará, Department of Physics, CEP: 60455-760, Fortaleza - CE, Brazil

**Abstract:** *The method of combustion is self-sustaining after the start of the reaction and reaches high temperatures, which ensure the formation and crystallization of the powder after a short period of time. This occurs with the release of large amounts of gas, which tends to minimize the state of agglomeration of particles formed. The combustion method is considered simple and does not involve many steps, produces powders with high purity, chemical homogeneity and in nanometer scale. In combustion synthesis the most used heating system is a conventional muffle furnace, but other ways of heating can be used, for example, hot-plate, coil resistance heater blanket, and microwave energy. So, the present study evaluates the external heating conditions used during the synthesis by combustion reaction using urea as fuel for obtaining Ni-Zn ferrite. Samples were prepared according to the theory of propellants and explosives using silica glass crucible as a container. It was used two different external heating, an electrical resistance coil in a ceramic base and a microwave oven with 900 Watts of power and exposure time of 10 minutes. The synthesized samples were characterized by, XRD, EDX, SEM and nitrogen adsorption (BET). The X-ray diffraction of the samples showed the formation of the desired phase of  $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  in both cases. Also show the presence of ZnO phase for the ferrite powders obtained in electrical resistance. The crystallite size and surface area for the powders prepared with electrical resistance and microwave oven were 15 and 23 nm, and 67 and 79  $\text{m}^2/\text{g}$ , respectively. The samples prepared by both forms of heating showed the formation of clusters with spherical shape and size with wide distribution. The results showed that the external heating used for the synthesis of Ni-Zn ferrite produced significantly effect in the morphological and structural features of the powders.*

**Keywords:** *Ni-Zn ferrite; combustion reaction, spiral resistance; microwave.*