Síntese de ferritas de CoFe₂-xYxO₄ , 0 ≤x ≤0,05 por reação de combustão.

Thaísa Cardoso NASCIMENTO<sup>1</sup>; Adolfo FRANCO Jr.<sup>2</sup>

Instituto de Química<sup>1,2</sup>, Instituto de Física<sup>1,2</sup> – Grupo de Física dos Materiais – UFG

Palavras chaves: Ferritas, reação de combustão, magnetismo.

#### INTRODUÇÃO

As propriedades físicas das ferritas estão intimamente ligadas aos processos de síntese. O método de síntese pode alterar; tamanho médio dos cristalitos, tamanho das partículas, distribuição dos cátions nos sítios de ocupação, etc, devido a isto, vários métodos para sintetizar as ferritas tem sido desenvolvidos (Sugimoto, 1999).

Neste trabalho, utilizamos o método da reação de combustão (Jain,R.S *et al.* 1981), para sintetizar ferritas de cobalto dopadas com ítrio,  $CoFe_{2-x}Y_xO_4$ , onde  $0 \le x \le 0,05$ . O método de reação de combustão tem se mostrado adequado para produzilas, por vários fatores como; rapidez, baixo custo e facilidade do controle estequiométrico (Sugimoto, 1999; Franco Jr. A. *et al.* 2009). A chave do processo é a auto sustentação termodinâmica, pois, a combustão da uréia libera todo o calor necessário para obtenção da fase desejada (Jain,R.S *et al.* 1981).

### **MATERIAIS E MÉTODOS**

Na síntese usamos como reagentes oxidantes: nitrato de ferro, Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O, nitrato de cobalto Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O, nitrato de ítrio Y(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O e como redutor, combustível, foi usado uréia CO(NH<sub>2</sub>)<sub>2</sub> em excesso, 300% mais que a quantidade estequiométrica calculada. A composição estequiométrica de cada mistura foi obtida com base nos cálculos da oxidação e redução total dos oxidantes e do redutor (combustível), de acordo com a química dos propelentes, os elementos H, C, Co, Fe e Y são considerados como elementos de redução e o oxigênio considerado elemento de oxidação, sendo que a valência do nitrogênio é considerada zero. Assim, a valência total do Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.9H<sub>2</sub>O é igual a 15, do

<sup>1</sup> Aluno de pós -graduação : thaisa.quimica@gmail.com

Co(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O é 10 e do Y(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O 15 que deve ser equilibrada pela valência total do combustível, que somam 6. A solução foi homogeneizada com água destilada em uma cápsula de porcelana e aquecida em uma manta térmica, após a liberação de gases, a solução sofreu uma ignição, com formação de uma chama que se propagou por toda a cápsula, formando um material com o formato de flocos porosos e frágeis, o material resultante foi moído e lavado com água deionizada, e secado em estufa à 100°C por doze horas.

#### CARACTERIZAÇÃO

A caracterização dos pós foi feito com um difratômetro SHIMADZU, modelo 6000, com radiação Cu k $\alpha$  ( $\lambda$ =1,5405). E com um magnetômetro de amostra vibrante,(VSM), em um campo de até 20k(Oe) à temperatura ambiente foi medido a magnetização o campo coercivo e a magnetização remanescente, a saturação magnética foi obtida através de extrapolação do campo magnético.

#### **RESULTADOS E DISCURSÃO**

A tabela 1 mostra a estequiometria das amostras feitas através da reação de combustão.

Os difratogramas das amostras, fig.1, apresentaram picos característicos da estrutura de espinélio da ferrita de cobalto, conforme (JCPDS PDF #22-1012), confirmando a formação de ferritas  $CoFe_{2-x}Y_xO_4$ , com a estrutura cristalina dita espinel inversa, uma vez que se os íons divalentes situam-se nos sítios octaédricos e os trivalentes nos sítios tetraédricos e octaédricos de grupo espacial Fd3m-O<sub>h</sub><sup>7</sup>.

Figura 1 Difratograma das ferritas CoFe<sub>2-x</sub>Y<sub>x</sub>O<sub>4</sub> preparadas via reação de combustão.



Tabela 1 Composição estequiométrica e estrutural das ferritas CoFe<sub>2-x</sub>Y<sub>x</sub>O<sub>4</sub>

Composição				
CoFe <sub>2</sub> YO <sub>4</sub>				
$CoFe_{1,99}Y_{0.01}O_4$				
CoFe <sub>1,97</sub> Y <sub>0,03</sub> O <sub>4</sub>				
CoFe <sub>1,95</sub> Y <sub>0,05</sub> O <sub>4</sub>				

As curva de magnetização das amostras, representada na figura 2, mostra que a medida que aumenta a quantidade do dopante, ítrio como substituto do ferro, ocorre uma variação na magnetização das ferritas, que é melhor apresentado na figura 3, onde apresentamos os gráficos da coercividade, magnetização de saturação e remanescente pela concentração de ítrio.

Figura 2 Magnetização das ferritas  $CoFe_{2-x}Y_xO_4$  em um campo de 20K(Oe) em temperatura ambiente.



Figura 3 Magnetização de saturação e remanescente e coercividade das ferritas  $CoFe_{2-x}Y_xO_{4,}$ em um campo de 20K(Oe) em temperatura ambiente, pela concentração do dopante.



Os valores da magnetização das ferritas em temperatura ambiente o campo coercitivo e a magnetização remanescente estão no tabela 2.

A saturação magnética das ferritas em temperatura ambiente, mostra que a medida que substituímos ferro pelo ítrio ocorre uma diminuição, do mesmo modo ocorre com a magnetização remanescente, além de um aumento significativo da coercividade da ferrita com o aumento da concentração do dopante, essas variações em virtude da ocupação do ítrio, uma vez que é um íon com raio muito maior que o do ferro, pode ocasionar uma distorção do cristal.

Embora consideremos de modo geral que a saturação magnética e remanescente diminua e a coercividade aumente, podemos observar pelas tabelas que há variações que podem ser atribuídas às oscilações característica do material.

Dessa forma temos que a magnetização de saturação aumenta com a concentração de ítrio de x=0,00 para x=0,01 e diminui com x=0,01 para x=0,03, semelhante a remanescente aumenta com x=0,00 para x=0,01 e diminui com x=0,01 para x=0,03 e a mesma oscilação ocorre com campo coercivo.

Tabela 2 Características estruturais e magnéticas das ferritas CoFe<sub>2-x</sub>Y<sub>x</sub>O<sub>4</sub> preparadas via reação de combustão.

CoFe <sub>2-x</sub> Y <sub>x</sub> O <sub>4</sub>	Saturação (emu/g)	Magnetica	Campo coercitivo H(Oe)	Magnetização remanescente (emu/g)
X= 0,00	46,51990		1047,02	17,50308
X= 0,01	46,87664		1563,42	19,50131
X= 0,03	42,15226		1374,95	16,39171
X= 005	35,71618		1463,09	13,48954

#### CONCLUSÃO

O método de reação de combustão se mostrou eficiente na síntese da ferritas de  $CoFe_{2-x}Y_xO_4$  com estrutura tipo espinélio típicas tanto da MgFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> e ZnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

Propriedades magnéticas, como magnetização, magnetização remanescente e campo coercitivo medidos à temperatura ambiente se mostraram dependentes da estequiometria. Estes resultados podem ser explicados em termos da redistribuição dos cátions de ferro, írio e cobalto.

# REFERENCIAS

Franco Junior A., et al.; Enhanced Magnetization of nanoparticles of  $Mg_xFe_{(3-x)}O_4$  (0,5  $\ge x \ge 1,5$ ) synthesized by combuston reaction. Applied Physics A (2009) 94 : 131-137.

Jain, S. R.; Adiga, K. C.; Pai Verneker, V., A, New approach to thermochemical calculations of condensed fuel – oxidier mixture. Combustion and Flame , v. 40, p 71-79, (1981).

Sherrer, P. Nachr. Cöttinger Gesell 2, 98 (1918).

Sugimoto, M The Past, Present, and Future of Ferrites *J Am Cerum* Soc, 82 121 269-80 (1999)

Warren, B.E. X-Ray Diffraction (Dover, New York, 1990).

# Este Trabalho tem o Suporte Financeiro:

