



## Síntese por reação de combustão do espinélio inverso [Zn<sup>2+</sup><sub>0,5</sub>Fe<sup>3+</sup><sub>0,5</sub>](Ni<sup>2+</sup><sub>0,5</sub>Fe<sup>3+</sup><sub>1,5</sub>)O<sub>4</sub>: avaliação da forma de aquecimento

M. C. Silva<sup>1\*</sup>, J. P. Coutinho<sup>2</sup>, A. N. Simões<sup>1</sup>, A. C. F. M. Costa<sup>1</sup>, H. L. Lira<sup>1</sup>, N. L. Freitas<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande  
Av. Aprígio Veloso, 882, CEP 58109-970, Campina Grande – PB

<sup>2</sup>Unidade Acadêmica de Engenharia de Produção – Universidade Federal de Campina Grande  
Av. Aprígio Veloso, 882, CEP 58109-970, Campina Grande – PB

(Recebido em 14/03/2011; revisado em 01/09/2011; aceito em 02/12/2011)

(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

### Resumo:

Este trabalho tem o objetivo de avaliar como a forma de aquecimento utilizada durante a síntese por reação de combustão do espinélio inverso [Zn<sup>2+</sup><sub>0,5</sub>Fe<sup>3+</sup><sub>0,5</sub>](Ni<sup>2+</sup><sub>0,5</sub>Fe<sup>3+</sup><sub>1,5</sub>)O<sub>4</sub> altera suas características estruturais e morfológicas. Utilizou-se duas formas de aquecimento: forno mufla e resistência elétrica embutida em uma base cerâmica. As amostras foram caracterizadas por DRX, análise textural, EDS, MEV e avaliação da temperatura, tempo e cor da chama durante as reações. Os resultados mostraram que as reações preparadas nas duas formas de aquecimento atingiram temperatura em torno de 1160°C. O material obtido apresentou a fase majoritária do espinélio inverso, com traços de Ni para a amostra obtida na mufla, ambos apresentaram cristalinidade, constituídos de nanopartículas, com tamanho de cristalito de 35,26 e 41,07 nm para as amostras obtidas na mufla e na resistência, respectivamente. As curvas de histerese foram do tipo H3, a área superficial variou entre 1,65 e 1,98 m<sup>2</sup>/g com presença de aglomerados em aspecto esponjoso, irregular, constituídos de partículas com e sem pré-sinterização e elevada porosidade.

**Palavras-chave:** Espinélio inverso; ferritas; forma de aquecimento; combustão.

### Abstract:

The aim of this study is to evaluate how the form of heat used during the synthesis by combustion reaction of the inverse spinel [Zn<sup>2+</sup><sub>0,5</sub>Fe<sup>3+</sup><sub>0,5</sub>](Ni<sup>2+</sup><sub>0,5</sub>Fe<sup>3+</sup><sub>1,5</sub>)O<sub>4</sub> change its structural and morphological characteristics. It was used two forms of heating: electric muffle furnace and built-in resistance on a ceramic base. The samples were characterized by XRD, textural analysis, EDS, and SEM. Also it was evaluated the temperature, time and color of the flame during the reactions. The results showed that the reactions prepared in two forms of heating reached temperature around 1160°C. The obtained material showed the majority phase of inverse spinel with traces of Ni for the sample obtained in muffle, both present crystallinity, consisting of nanoparticles with crystallite size of 35.26 and 41.07 nm for the samples obtained in the furnace and with electrical resistance, respectively. Hysteresis curves were of H3 type, the surface area changed from 1.65 to 1.98 m<sup>2</sup>/g, with the presence of irregular agglomerates with spongy appearance, consisting of particles with and without pre-sintering and high porosity.

**Keywords:** Inverse spinel; ferrites; form of heating; combustion.

## 1. Introdução

Apesar dos materiais ferrimagnéticos já serem conhecidos há décadas, nos últimos dez anos vem-se ampliando o campo de aplicação de uma fase importante desses materiais: a fase do espinélio inverso.

Dentre algumas aplicações recentes, Costa [1] sintetizou o espinélio inverso com propriedades adequadas para aplicações em dispositivos magnéticos, Santos [2] utilizou para catalisador na reação de oxidação seletiva de monóxido de carbono na presença de oxigênio, hidrogênio e carbono

alcançando 100% de conversão, Vieira [3] aplicou-os como absorvedores de energia eletromagnética, Bezerra [4] preparou compostos de poliamida6 com a fase do espinélio inverso para ser usado como absorvedores de radiação eletromagnética, Costa [5] aplicou o espinélio como pigmentos nanométricos de cor marrom para cerâmicas, Gusdek [6] preparou finas camadas desses materiais para aplicação em indutores e Subramani [7] produziu espinélio para suprimir ruídos de computador e de telefone celular.

O espinélio inverso é um subgrupo das ferritas que fazem parte de uma classe de materiais representada pela fórmula

\*Email: mirelecsilva@hotmail.com (M. C. Silva)

química  $M^{2+}Fe_2^{3+}O_4$  ou  $MO.Fe_2O_3$ , onde M é um metal de transição, geralmente ( $Mn^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Ba^{2+}$ ,  $Sr^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$  e  $Zn^{2+}$ ) [8].

No que se refere à preparação desses materiais, a produção pelo método tradicional de obtenção de cerâmicas gera partículas grosseiras e com estruturas desordenadas, o que levou ao desenvolvimento de novos métodos de obtenção de pós com estrutura no tamanho de submicron e melhores características [9]. Os métodos comumente utilizados são: síntese hidrotérmica [10], *freeze drying* [11], pechini [12], sol-gel [13], decomposição térmica [14], *spray drying* [15], reação de combustão [16], etc. Dentre esses, a técnica de combustão é capaz de produzir pós ultrafinos de óxido de cerâmica em um tempo surpreendentemente curto, a uma temperatura inferior a da calcinação de pó e com melhores características. O sucesso do processo é devido a uma mistura íntima entre os componentes usando um combustível adequado em meio aquoso e uma reação redox exotérmica entre o combustível e um oxidante [17].

Baseado nessas vantagens, o processo de reação por combustão vem sendo amplamente utilizado na síntese das mais variadas classes de pós cerâmicos. Por meio desse método, Neiva [18] sintetizou suportes catalíticos de  $CeCO_2$  d, Leal [19] avaliou a atividade catalítica de pós de  $NiAl_2O_4$  para reforma a vapor do metano, Costa [20,21] sintetizou ferritas Ni-Zn nanométricas e ferritas do tipo Ni-Zn-Sm, Lima [22] obteve pós de  $CoFe_2O_4$  e Cordeiro [23] preparou aluminas para obtenção de membranas.

Na síntese pelo método de reação de combustão vários parâmetros influenciam as características do produto final. O tipo de recipiente utilizado, o agente redutor (combustível), o material e geometria do recipiente, tipo do precursor, bem como a forma de aquecimento utilizada.

A escolha da forma de aquecimento na síntese por reação de combustão mais utilizada faz uso de um forno mufla convencional. Porém nos últimos anos pesquisadores tem relatado a utilização de placa quente e energia de microondas como fonte de aquecimento externo para ativar este processo de forma a produzir a combustão [24].

Cordeiro [23] ao avaliar diferentes formas de aquecimento para síntese de aluminas verificou que os pós obtidos por forno elétrico apresentaram menor distribuição de tamanho de partícula, com estreita distribuição de tamanho de aglomerados quando comparado com o mesmo material sintetizado em microondas. Azevedo [25] também sintetizou aluminas, entretanto, utilizou forno e placa cerâmica com resistência em espiral, o autor avaliou que a maior temperatura de chama foi atingida durante a reação na placa cerâmica e nesse aquecimento a amostra proporcionou um crescimento brusco de temperatura em intervalos de tempo menores, comportamento contrário a amostra preparada na mufla. Lima [23] avaliou diferentes condições de aquecimento externo durante a síntese de ferritas, o autor concluiu que as diferentes fontes externas influenciaram na temperatura e no tempo da chama de combustão, obtendo pós monofásicos com tamanho de cristalito variando entre 33 e 50 nm. Vieira [26] obteve ferritas por reação de combustão utilizando, forno mufla, resistência elétrica e forno microondas com uréia como

combustível, seus resultados mostraram que para todas as metodologias utilizadas se obteve o espinélio inverso com tamanho médio de cristalito variando de 15 a 23 nm e área superficial entre 67 e 79  $m^2/g$ .

No que se refere ao combustível utilizado na síntese de reação por combustão, a uréia se destaca na síntese do espinélio inverso devido a excelentes resultados apresentados para diversas aplicações [5,22,27,28], entretanto, a glicina vem mostrando resultados satisfatórios nesse processo por gerar, durante a reação, presença de chamas com temperaturas elevadas, acima de 1000°C, o que contribui para a obtenção de produtos finais com ótimas propriedades morfológicas e estruturais [28-30]. Esse trabalho tem como objetivo analisar o efeito de duas formas de aquecimento, forno mufla e resistência espiral embutida em uma base cerâmica, na obtenção da fase do espinélio inverso:  $[Zn^{2+}_{0,5}Fe^{3+}_{0,5}](Ni^{2+}_{0,5}Fe^{3+}_{1,5})O_4$ , pelo método de reação de combustão utilizando glicina como combustível.

## 2. Materiais e Métodos

### 2.1. Materiais

Para a síntese do espinélio inverso foram utilizados os seguintes reagentes: nitrato de níquel hexahidratado (Vetec), nitrato de zinco hexahidratado (Aldrich), nitrato de ferro nonahidratado (Aldrich) e glicina (Aldrich) como combustível, todos de pureza igual a 98%.

### 2.2. Métodos

A porcentagem dos reagentes foi calculada de acordo com a teoria dos propelentes e explosivos [31]. Os reagentes foram misturados em um cadinho de sílica vítrea e submetidos ao aquecimento sobre uma placa de aquecimento suportada em uma resistência elétrica (600°C) com geometria em espiral embutida em um invólucro cerâmico para dissolução e homogeneização dos mesmos. Para a síntese utilizando a resistência elétrica como aquecimento, o cadinho com os reagentes já dissolvidos e homogeneizados, permaneciam sobre a mesma até atingir a ignição e a posterior combustão, enquanto que, para a síntese utilizando a mufla como aquecimento, depois de dissolvidos e homogeneizados os reagentes na placa, o cadinho era transferido para a mufla (500°C) para ocorrência da combustão.

O produto da combustão permanecia na mufla durante 5 min para eliminação de possíveis voláteis ainda presentes na amostra. Os pós obtidos foram desaglomerados em peneira ABNT n°325 para posteriores caracterizações.

Durante a síntese foram medidos os parâmetros tempo e temperatura de reação. A temperatura foi medida utilizando um pirômetro infravermelho (Raytek, modelo RAYR31  $\pm 2^\circ C$ ) e para o tempo utilizou-se cronômetro, marca Technos.

Os pós obtidos foram caracterizados por: difração de raios X em um difratômetro da Shimadzu LAB 6000, radiação  $CuK\alpha$  ( $\lambda=1,5418\text{Å}$ ). Para identificação das fases utilizou-se o programa (Pmgr) da Shimadzu. O tamanho médio de cristalito foi calculado a partir do alargamento do pico de difração 311,

e corrigido pelo alargamento instrumental obtido a partir de uma amostra de silício policristalino (utilizado como padrão) utilizando-se a equação de Scherrer [32]. A análise textural foi realizada através do método de adsorção de nitrogênio/hélio desenvolvido por Brunauer, Emmett e Teller (BET), utilizando um porosímetro modelo ASAP 2010, marca micromeritics. Esta técnica também foi usada para determinar o tamanho de partículas por meio da seguinte equação [33]:

$$D_{BET} = \frac{6}{D_t S_{BET}}$$

em que:

$D_{BET}$  = diâmetro esférico equivalente (nm);

$D_t$  = densidade teórica ( $g/cm^3$ );

$S_{BET}$  = área superficial ( $m^2/g$ ).

Foi realizada a análise semi-quantitativa dos elementos presentes nos espinélios por espectroscopia de fluorescência de raios X por energia dispersiva, modelo EDX-720, da marca shimadzu e foi feita a análise do aspecto morfológico dos pós por (MEV) em um microscópio eletrônico de varredura, marca Philips, modelo XL30 FEG.

### 3. Resultados e Discussão

A Figura 1 apresenta a variação da temperatura em função do tempo de reação durante a combustão.

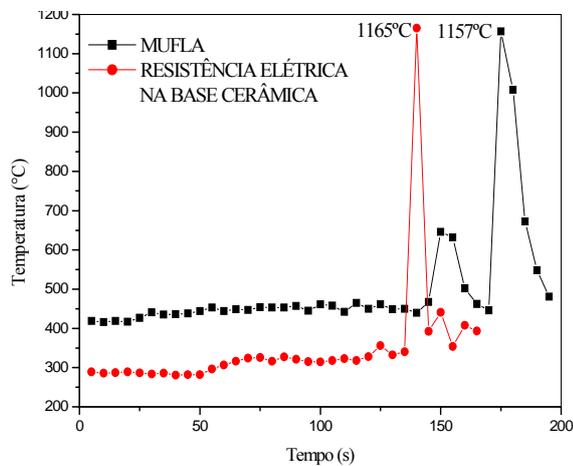


Figura 1. Variação da temperatura em função do tempo de reação durante a síntese do espinélio inverso em duas formas de aquecimento

Pode-se observar que as temperaturas máximas detectadas durante as reações utilizando as duas fontes de aquecimentos foram próximas. A reação na mufla atingiu 1157°C em torno dos 190s e a reação na resistência elétrica 1165°C ocorrendo aos 175s. Quanto ao tempo total de reação, para a mufla foram necessários 195s e para a resistência elétrica 165s.

A temperatura máxima atingida na combustão durante uma reação é função das características do combustível utilizado, como por exemplo: tamanho da cadeia orgânica, peso molecular e valência [31], isso justifica a diferença mínima, de apenas 8°C entre as temperaturas atingidas pelas reações quando varia a fonte de aquecimento, mas fixa-se o combustível, nesse caso, a glicina.

As características físicas apresentadas pelo material durante as reações de combustão também contribuem para as características do produto final. Nesse caso, o comportamento das reações utilizando as duas formas de aquecimento foi semelhante. Ocorre elevado borbulhamento após a dissolução dos reagentes, a queima é uniforme no sentido da esquerda para a direita do cadinho, com uma brasa intensa de cor vermelha por baixo do material com o surgimento de chama contínua, leve, de cor azul, com permanência de 17s. O produto final formado é semelhante a um amontoado de flocos de cor escura com aspecto de fácil desaglomeração.

A Figura 2 apresenta as imagens do momento em que surge a chama durante a reação de combustão.

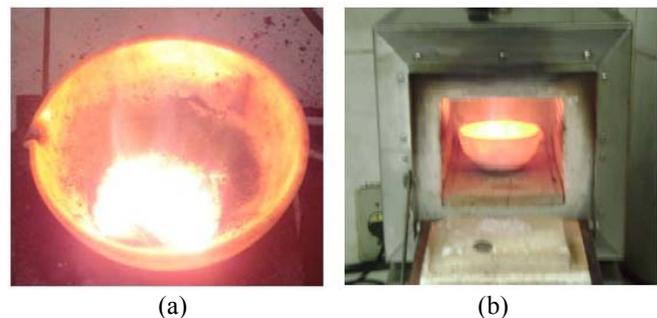


Figura 2. Imagens das chamas ocorridas durante as reações: (a) mufla e (b) resistência elétrica

A Figura 3 ilustra os difratogramas obtidos por difração de raios X dos espinélios inversos preparados por reação de combustão.

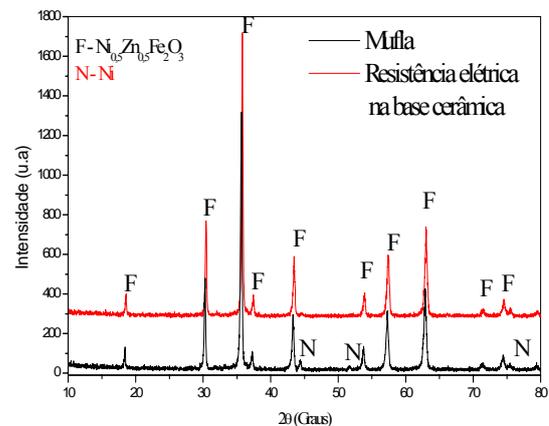


Figura 3. Difratogramas dos pós obtidos por reação de combustão na mufla e na resistência

Pode-se observar que as duas formas de aquecimento produziram a fase majoritária do espinélio inverso  $\text{Ni}_{0,50}\text{Zn}_{0,50}\text{FeO}_4$  (JCPDS 52-0278). A composição do pó preparado no forno mufla apresentou-se monofásica, ou seja, ocorreu apenas à presença da fase majoritária do espinélio inverso, enquanto que o pó preparado na resistência elétrica apresentou traços da segunda fase de Ni (JCPDF 04-0850).

Os difratogramas apresentaram picos de difração bem definidos e bom alargamento das linhas de difração, indicando assim boa cristalinidade do material obtido. O tamanho médio de cristalito calculado para o espinélio preparado na mufla foi de 35,26 e 41,07 nm para o espinélio preparado na resistência. Isso, segundo Zhang e Stangle [34] é devido ao valor da temperatura de chama ter sido praticamente o mesmo, uma vez que ela é a responsável pela força motriz necessária para o crescimento do cristalito.

Hwang [29] também sintetizou a fase do espinélio utilizando glicina como combustível em termopares e uma placa quente como a fonte de aquecimento, ele obteve os picos característicos da fase espinélio e tamanho de cristalito de 34,6 nm. Uskokovic e Drogenik [35] também encontraram a fase do espinélio quando sintetizaram ferritas NiZn pelo processo de precipitação em micelas reversas em microemulsão, como por precipitação em solução aquosa.

A Figura 4 apresenta as isotermas adsorção/dessorção de  $\text{N}_2$  dos espinélios.

Para as amostras avaliadas, os perfis das isotermas segundo a classificação da BDDT Gregg e Sing [36] são do tipo III, ou seja, ocorrem quando o calor de adsorção entre as moléculas adsorventes é menor do que o calor de liquefação. Desse modo, as moléculas do gás adsorvido têm maior afinidade umas com as outras do que com a superfície do sólido, prejudicando a análise de área superficial e da porosidade.

De acordo com a classificação da IUPAC (*International Union of Pure and Applied Chemistry*) a histerese é do tipo H3, onde os poros apresentam formato de cunhas, cones e/ou placas paralelas.

Essa histerese é típica de materiais contendo poros entre 2,5 e 50 nm, denominados mesoporos [37].

A Tabela 1 apresenta os resultados da análise textural dos pós produzidos.

Pode-se observar que o espinélio obtido na mufla apresentou maior diâmetro de partícula com 680 nm e conseqüentemente menor valor de área superficial, 1,65  $\text{m}^2/\text{g}$ .

O mesmo espinélio obtido na resistência elétrica apresentou 564 nm de diâmetro de partícula e 1,98  $\text{m}^2/\text{g}$  de área superficial.

O volume de poro foi constante para as amostras obtidas sob as duas formas de aquecimento, atingindo 0,002  $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ , e no que se refere aos valores de diâmetro de poro, o espinélio preparado na resistência apresentou um valor de 0,03 nm maior do que o espinélio preparado na mufla que alcançou os 4,65 nm.

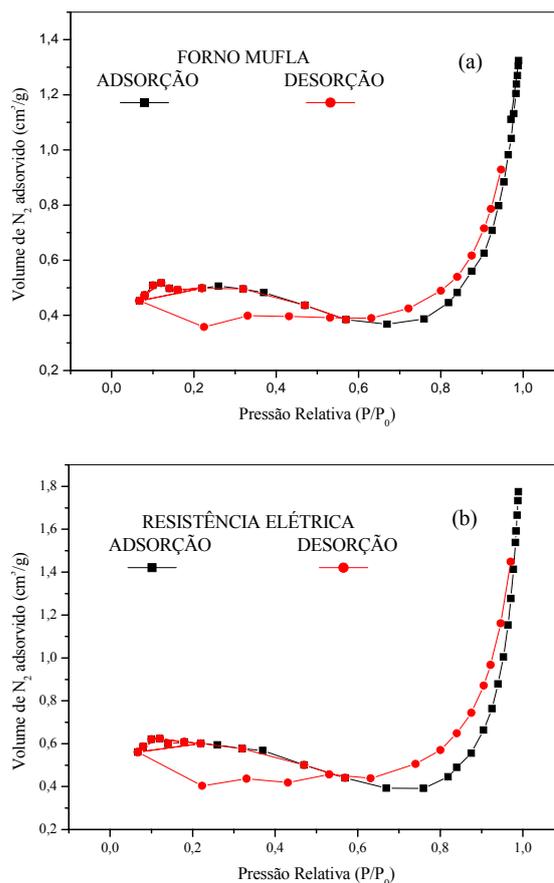


Figura 4. Isotermas dos espinélios obtidos por reação de combustão (a) mufla e (b) resistência

Tabela 1. Análise textural dos espinélios obtidos por reação de combustão em forno mufla e em resistência elétrica

	Área superficial (BET) ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Volume de poro ( $\text{cm}^3 \cdot \text{g}^{-1}$ )	Diâmetro de poro (nm)	Diâmetro de partícula (nm)
Mufla	1,65	0,002	4,65	680
Resistência	1,98	0,002	4,68	564

As características do pó como tamanho de cristalito, área superficial, a extensão e a natureza (rígido ou mole) dos aglomerados dos pós são regidos pela entalpia ou temperatura da chama gerada durante a combustão, que por sua vez é dependente da natureza do combustível e da relação combustível-oxidante. Isso justifica a pouca variação nos

resultados encontrados na análise textural dos espinélios quando variado apenas a forma de aquecimento durante o seu processo de sintetização mantendo o mesmo combustível [17].

A Tabela 2 ilustra os dados de fluorescência de raios X por energia dispersiva, das amostras obtidas pelas duas formas de aquecimento avaliadas nesse trabalho.

Tabela 2. Composição química dos espinélios obtidos e na mufla e na resistência elétrica

	Composição (wt%)		
	NiO	ZnO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Resistência elétrica	19,8	3,6	75,4
Mufla	18,6	11,3	70,1

Com base nos dados das massas molares de cada componente, calculou-se a massa molecular total do espinélio,  $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ , 237,74 g. O espinélio preparado na mufla apresentou maior percentual de óxido de zinco e menores percentuais para o óxido de níquel e de ferro.

Na reação dentro da mufla a forma de aquecimento é mais uniforme quando comparada com a reação na placa. Dessa forma, a má distribuição do aquecimento durante a síntese na placa acarreta em material retido nas bordas do cadinho, sem que esse entre em combustão, ou seja, perde-se material. Já na mufla, como todas as paredes possuem termopares que indicam praticamente a mesma temperatura ao longo do cadinho, o material é completamente sintetizado, formando o ZnO em maior quantidade.

As Figuras 5 e 6 apresentam as micrografias das amostras.

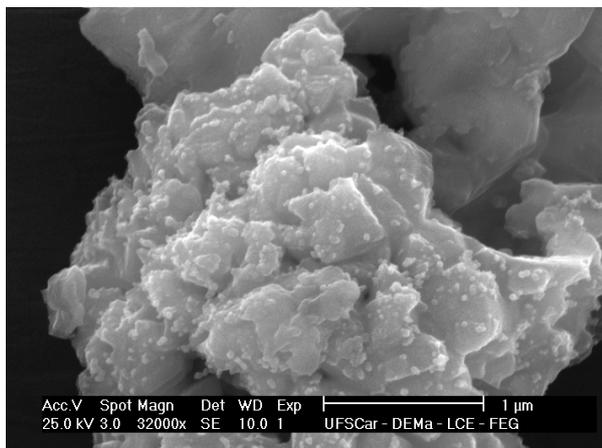
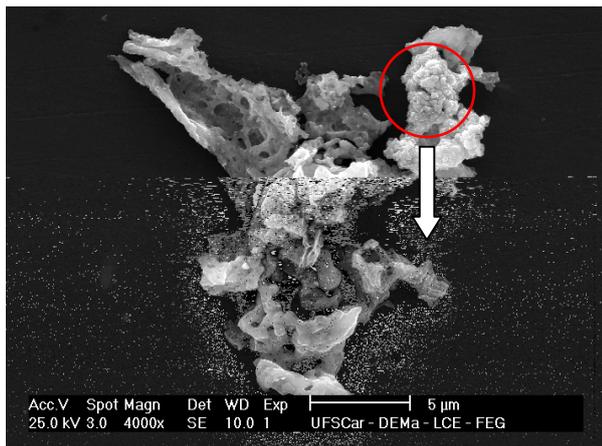


Figura 5. Micrografias do espinélio obtido por reação de combustão na mufla

Pode-se observar por meio das micrografias, aglomerados com formato esponjoso, irregulares, constituídos de partículas com e sem pré-sinterização e com muita porosidade proveniente da eliminação dos gases durante a reação. Comparando as duas micrografias verifica-se que o espinélio preparado na resistência elétrica apresentou maior quantidade de partículas pré-sinterizadas e tamanhos maiores de aglomerados.

A rápida evolução do grande volume de produtos gasosos durante a combustão dissipa o calor de combustão e limita o aumento da temperatura, reduzindo assim a possibilidade de evolução de gases e contribui para limitar o contato interpartículas resultando em produtos mais facilmente desaglomeráveis [17].

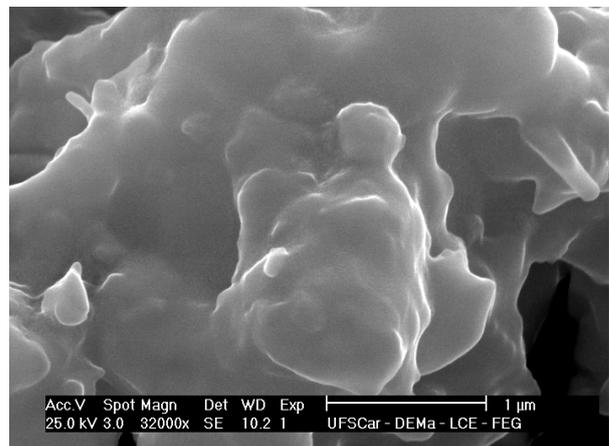
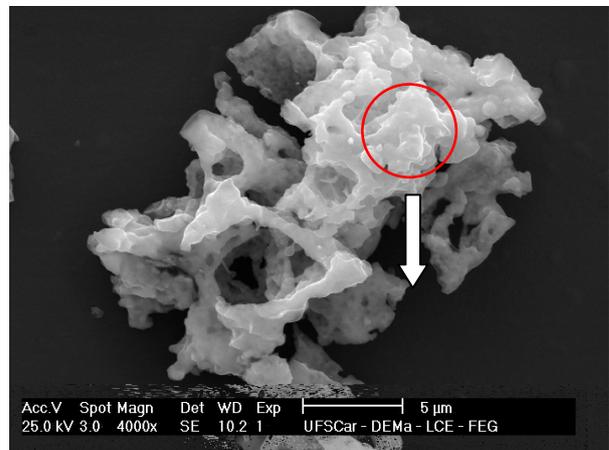


Figura 6. Micrografias do espinélio obtido por reação de combustão na base cerâmica com resistência espiral

#### 4. Conclusões

Pode-se concluir através dos dados apresentados que: a síntese por reação de combustão foi eficiente na obtenção da fase do espinélio inverso utilizando as duas formas de aquecimento avaliadas nesse trabalho;

alterando-se a forma de aquecimento na síntese da fase do espinélio inverso pelo método de reação de combustão, mas mantendo-se o mesmo combustível, a temperatura máxima atingida durante as reações não diferencia de forma significativa, o que acarreta em resultados semelhantes no que se refere as características estruturais e morfológicas dos espinélios obtidos.

### Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq pelo apoio financeiro.

### Referências

- [1] Costa, A.C.F.M.; Silva, V.J.; Xin, C.C.; Vieira, D.A.; Cornejo, D.R.; Kiminami, R.H.G.A. Effect of urea and glycine fuels on the combustion reaction synthesis of Mn–Zn ferrites: Evaluation of morphology and magnetic properties. *Journal of Alloys and Compounds*. v.495, n.2, 2010.
- [2] Santos, P.T.A.; Lira, H.L.; Gama, L.; Argolo, F.; Andrade, H.M.C.; Costa, A.C. F.M. Evaluation of NiFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Spinel, Synthesized by Combustion Reaction, as a Catalyst for Selective CO Oxidation. *Materials Science Forum*. v.7, n.1, 2010.
- [3] Vieira D.A.; Silva, V.C.; Lira, H.L.; Kiminami, R.H.G.A.; Cornejo, D.; Costa, A.C.F.M. Ni-Zn Nanoferrites Synthesized by Microwave Energy: Influence of Exposure Time and Power. *Materials Science Forum*. v.7, n.1, 2010.
- [4] Bezerra, D.C.; Gouveia T.R.; Araújo, E.M.; Paz, R.A.; Costa, A.C.F.M. Development of Polyamide 6/Ferrite Composites for Absorbers of Electromagnetic Radiation. *Materials Science Forum*.v.7, n.1, 2010.
- [5] 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, n.10, 2008.
- [6] Guzdek, P.; Kulawik, J.; Zaraska, K. Bieńkowski, A. NiZnCu ferrite applied for LTCC microinductor. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. v.332, n.19, 2010.
- [7] Subramani, A.K.; Kondo, K; Tada, M.; Abe, M.; Yoshimura, M.; Matsushita, N. Spinel ferrite films by a novel solution process for high frequency applications *Materials Chemistry and Physics*. v.123, n.1, 2010.
- [8] Brito, V.L.O. Ferritas Ni-Zn: breve revisão sobre o processo convencional de fabricação e as propriedades permeabilidade magnética e constante dielétrica. *Cerâmica*. v.52, n.1, 2006.
- [9] Rezlescu, N.; Poa, P.D.; Rezlescu, E. Nanoparticles of high-frequency ferrites obtained by self-combustion method. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. v.272-276, n.1, 2004.
- [10] Xiong, Z.X. Huang, J.R.; Fang, C.; Pan, Z.Y. Hydrothermal synthesis of (Zr,Sn)TiO<sub>4</sub> nano-powders for microwave ceramics. *Journal of the European Ceramic Society*. v.23, n.14, 2003.
- [11] Bermejo, E.; Querton, M.; Lacour, C. Solid state synthesis and sintering below 1000°C of lithium ferrite freeze-dried powders. *Materials Research Bulletin*. v.29, n.9, 1994.
- [12] Simões, A.N.; Vieira, D.A.; Silva, M.C.; Gama, L.; Costa, A.C.F.M.; Kiminami, R.H.G.A. Obtenção de Ferritas Ni-Zn por reação de combustão e método Pechini. *Revista Eletrônica de Materiais e Processo*. v.4, n.2, 2009.
- [13] Azadmanjiri, J. Structural and electromagnetic properties of Ni–Zn ferrites prepared by sol–gel combustion method. *Materials Chemistry and Physics*. v.109, n.1, 2008.
- [14] Angermann, A.; Töpfer, J. Synthesis of nanocrystalline Mn–Zn ferrite powders through thermolysis of mixed oxalates. *Ceramics International*. v.37, n.3, 2011.
- [15] Suárez, G.M.; Huacuz, J.C.C.; Garcia, M.E.C.; Medina, H.J. Magnetic properties of BaFe<sub>11.6–2x</sub>CoxTi<sub>x</sub>O<sub>19</sub> particles produced by sol–gel and spray-drying. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. v.234, n.1, 2001.
- [16] Costa, A.C.F.M.; Junior, P.S.; Vieira, D.A.; Silva, V.J.; Barros, T.S.; Cornejo, D.R.; Kiminami, R.H.G.A. Síntese, por reação de combustão em forno de microondas, de nanoferritas de níquel dopadas com cromo. *Cerâmica*. v.55, n.1, 2009.
- [17] Purohit, R.D.; Sharma, B.P.; Pillai, K.T.; Tyagi, A. K. Ultrafine ceria powders via glycine-nitrate combustion. *Materials Research Bulletin*. v.36, n.15, 2001.
- [18] Neiva, L.S.; Leal, E.; Costa, A.C.F.M.; Mascarenhas, A.J.S.; Andrade, H.M.C.; Gama, L. Evaluation of the Cu Doping Effects in CeO<sub>2</sub> Catalytic Supports Obtained by Combustion Reaction. *Materials Science Forum*. v.7, n.1, 2010.
- [19] Leal, E.; Neiva, L.S.; Sousa, J.P.L.; Argolo, F.; Andrade, H. M.C.; Costa, A. C.F.M.; Gama, L. Evaluation of Glycine Excess over NiAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Catalysts Prepared by Combustion Reaction for Steam Methane. *Materials Science Forum*. v.7, n.1, 2010.
- [20] Costa, A.C.F.M.; Silva, V.J.; Ferreira, H.S.; Costa, A.A.; Cornejos, D.R.; Kiminami, R.H.G.A.; Gama, L. Structural and magnetic properties of chromium-doped ferrite nanopowders. *Journal of Alloys and Compounds*. v.483, n.1, 2009.
- [21] Costa, A.C.F.M.; Vieira, D.A.; Silva, V.J.; Diniz, V.C.S.; Kiminami, R.H.G.A. Gama, L. Synthesis of the Ni–Zn–Sm ferrites using microwaves energy. *Journal of Alloys and Compounds*.v.483, n.1-2, 2009.
- [22] Lima, A.M.S.; Sousa, J.P.L.; Vieira, D.A.; Lira, H.L.; Sasaki, J.M.; Costa, A.C.F.M. Morphologic and Structural Characterization of the CoFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> Synthesized by Combustion Reaction. *Materials Science Forum*. v.7, n.1, 2010.
- [23] Cordeiro, V.V.; Freitas, N.L.; Viana, K.M.S.; DIAS, G.; Costa, A.C.F. M.C.; Lira, H.L. Influence of the External Heating Type in the Morphological and Structural Characteristics of Alumina Powder Prepared by Combustion Reaction. *Materials Science Forum*. v.58, n.1, 2010.

- [24] Menezes, R.R. Desenvolvimento de sistemas susceptores para sinterização de cerâmicas em microondas. 2005. 166f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Coordenação de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.
- [25] Azêvedo, V.V.C. Obtenção de alumina por Síntese de Combustão para preparação de Membranas Assimétricas. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais). Coordenação de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade Federal de Campina Grande, UFCG, Campina Grande- PB, 2010.
- [26] Vieira, D.A.; Diniz, V.C.S.; Freitas, N. L.; Silva, M.C.; Costa, A.C.F.M.; Kiminami, R.H.G.A. Avaliação das formas de aquecimento para obtenção de Ferritas Ni-Zn por reação de combustão. Anais do 54º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Foz do Iguaçu, PR, Brasil, 2010.
- [27] Freitas, N.L.; Coutinho, J.P.; Silva, M.C.; Lira, H.L.; Kiminami, R.H.G.A.; Costa, A.C.F.M. Synthesis of NiZn ferrite catalysts by combustion reaction using different fuels. Materials Science Forum. v.660-661, 2010.
- [28] Qiu, J.; Liang, L.; Gu, M. Nanocrystalline structure and magnetic properties of barium ferrite particles prepared via glycine as a fuel. Materials Science and Engineering A. v.393, n.1, 2005.
- [29] Hwang, C.-C.; Tsai, J.-S.; Huang, T.-H. Combustion synthesis of Ni-Zn ferrite by using glycine and metal nitrates—investigations of precursor homogeneity, product reproducibility, and reaction mechanism Materials Chemistry and Physics. v.93, n.1, 2005.
- [30] Kikukawa, N.; Takemori, M.; Nogano, Y.; Sugawara, M.; Kobayashi, S. Synthesis and magnetic properties of nanostructured spinel ferrites using a glycine-nitrate process. Journal of Magnetism and Magnetic Materials. v.284, n.1, 2004.
- [31] Klung H., and Alexander L., in X-ray diffraction procedures. Wiley, New York, EUA, (1962), p. 491.
- [32] Jain, S. R.; Adiga, K. C.; Verneker, V. P. A new approach to thermo chemical calculations of condensed fuel – oxide mixture. Comb. Flame. v.40, p.71-79, 1981.
- [33] Reed, J. S. Principles of Ceramics Processing; New York; John Wiley & Sons; 1996.
- [34] Zhang, Y.; Stangle, Y.C.C. Preparation of line multicomponent oxide ceramic powder by a combustion synthesis process. Journal Materials. v.9, n.1, 1994.
- [35] Uskoković, V.; Drofenik, M. A mechanism for the formation of nanostructured NiZn ferrites via a microemulsion-assisted precipitation method. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. v.266, n.1-3, 2005.
- [36] Gregg, S.J.; Sing, K.S.W. Adsorption, Surface and Porosity. 2ª Edition, Academic Press, London, 1982.
- [37] Viana, M.M. Materiais Porosos. Monografia, Departamento de Química, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte – MG, 2004.