

Efeito do Tratamento Térmico nas Propriedades Estruturais, Morfológicas, Magnéticas e Eletromagnéticas da Ferrita Espinélio Ni-Zn

S. K. T. Basilio^{1*}; E. Leal¹; A. C. C. Nascimento¹; M. R. Silva²; A. C. F. M. Costa¹

¹ Unidade Acadêmica de Engenharia de Materiais – Universidade Federal de Campina Grande, Av. Aprígio Veloso, 882, 58109-970, Campina Grande – PB, Brasil.

² Departamento de Física e Química, Instituto de Ciências, Universidade Federal de Itajubá/UNIFEI, Av. BPS, 1303 - Pinheirinho, 37500-903, Itajubá, MG, Brasil.

(Recebido em 02/01/2020; revisado em 13/02/2020; aceito em 23/04/2020)
(Todas as informações contidas neste artigo são de responsabilidade dos autores)

Resumo:

Este trabalho propõe avaliar a estrutura e morfologia da ferrita $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ (Ni-Zn) sintetizada por reação de combustão em escala piloto e da ferrita Ni-Zn calcinada a $1200^\circ\text{C}/1\text{h}$. As amostras das ferritas Ni-Zn como sintetizada e calcinada foram caracterizadas por difração de raios X (DRX), espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), análise textural por adsorção de nitrogênio (BET), densidade experimental por picnometria a gás hélio, medidas magnéticas e de absorção eletromagnética de micro-ondas. Por meio dos resultados, pôde-se observar que a síntese de combustão foi eficiente na produção em escala piloto da ferrita espinélio Ni-Zn, apresentando uma boa reprodutibilidade da ferrita com característica nanométrica, monofásica e mesoporosa. Além disso, foi observado que o tratamento térmico favoreceu o crescimento das partículas, e conseqüentemente, uma diminuição da área superficial e volume de poro, deixando a amostra com característica mais densa, aumentando a magnetização de saturação e a absorção eletromagnética.

Palavras-chave: ferrita Ni-Zn; combustão; escala piloto; calcinação; propriedades.

Abstract:

This work proposes to evaluate the structure and morphology of $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ (Ni-Zn) ferrite synthesized by pilot scale combustion reaction and of calcined Ni-Zn ferrite at $1200^\circ\text{C}/1\text{h}$. The samples of Ni-Zn ferrite as synthesized and calcined were characterized by X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), textural analysis by nitrogen adsorption (BET), experimental density by picnometry a helium gas, magnetic and electromagnetic absorption measurements of microwaves. Through the results, it was observed that the combustion synthesis was efficient in the pilot scale production of Ni-Zn spinel ferrite, presenting a good reproducibility of the nanometer, single phase and mesoporous ferrite. In addition, it was observed that the heat treatment favored the growth of the particles, and consequently, a decrease in the surface area and pore volume, leaving the sample with a denser characteristic, increasing saturation magnetization and electromagnetic absorption.

Keywords: Ni-Zn ferrite; combustion; pilot scale; calcinations; properties.

1. Introdução

Devido à falta de recursos naturais e à dificuldade de As ferritas são materiais cerâmicos que exibem comportamento magnético e que possui em torno de 70% de ferro na sua composição total [1]. Devido às possíveis combinações de composições químicas estruturais é possível alterar as propriedades e, conseqüentemente, ser utilizada para diversas aplicações em indústrias de alta tecnologia, por exemplo, ímãs permanentes, dispositivos eletrônicos, sistemas computacionais, carregadores de fármacos, imobilização de enzimas, pigmentos e na produção de catalisadores [2-4].

Dentre as diferentes composições, a ferrita $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ é um material cerâmico ferrimagnético com estrutura cristalina semelhante a do mineral espinélio do tipo inverso, ou seja, cátions 2^+ ocupam sítios octaédricos e cátions 3^+ ocupam os sítios tetraédricos [5]. Essa ferrita vem se destacando por apresentar propriedades de interesse, como magnéticas e dielétricas para uso no desenvolvimento para diversas aplicações tecnológicas, por exemplo, indutores de chips multicamadas [6], interferências eletromagnéticas (EMI) [7], sensores a gás [8], comunicação de identificação de rádio [9], catalisadores [10] e como centro de absorção de radar [3].

*Email: sabrina.trajano@gmail.com (S. K. T. Basilio)

Para melhorar o desempenho da ferrita Ni-Zn e obter propriedades superiores é necessário alterar o processamento, dopar com outros íons ou submeter a tratamento térmico. O processo de calcinação tem se tornado uma alternativa rápida e de baixo custo que pode melhorar as propriedades, tornando o material mais eficiente. Desta forma, alguns trabalhos relataram o bom desempenho das ferritas após serem submetidas a tratamentos térmicos.

Costa, Diniz [11] quando estudaram a ferrita Ni-Zn dopada com samário, observaram que as amostras dopadas com 0,05 e 0,075 mol desse metal após o processo de calcinação a temperatura de 1200 °C/2h apresentaram uma atenuação de -3 dB na faixa de frequência entre 2–12 GHz, mostrando que a ferrita Ni-Zn tem uma boa característica para aplicação como absorvedores de banda larga.

Jiang, Liu [12] sintetizaram nanopartículas de $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pelo método de citrato-gel e avaliaram o efeito da calcinação em diferentes temperaturas 400, 500, 600 e 700 °C/2h. Com isso, observaram que as amostras de Ni-Zn calcinadas a 500 °C, com tamanho de partícula em torno de 24 nm e coercividade máxima de 9,2 kA/m, apresentaram uma adsorção otimizada de proteína sérica de albumina bovina. Contudo, concluíram que a ferrita Ni-Zn é um portador em potencial para grandes biomoléculas.

Praveena, Sadhana [13] avaliaram a ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,2}\text{Mn}_{0,4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ preparada pelo método de autocombustão sol-gel e calcinada nas temperaturas de 400, 500, 600 e 700 °C/4h usando o método convencional de síntetização. Neste estudo, pôde-se concluir que a ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,2}\text{Mn}_{0,4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ aumentou a permeabilidade, a frequência de ressonância e o coeficiente de reflexão com o aumento da temperatura de calcinação. Pode-se concluir que a ferrita $\text{Ni}_{0,4}\text{Zn}_{0,2}\text{Mn}_{0,4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pode ser usada em radares de absorção de poucos MHz a 2 GHz e que esses materiais são ambientalmente seguros.

A ferrita Ni-Zn pode ser obtida por diversos métodos de síntese, como por exemplo, sol-gel [14], convencional [15], autocombustão [6], co-precipitação [16] e a reação de combustão via estado líquido [17]. Dentre estes métodos, o método de combustão via estado líquido vem se destacando por ser uma técnica segura, rápida, requer poucas etapas, possui reprodutibilidade para produção de pós cerâmicos, produz quase sempre pós nanométricos, além de apresentar características interessantes, como custo relativamente baixo, o que normalmente possibilita a produção de materiais com estrutura e composição desejadas e oferece a possibilidade de obtenção de um produto em escala piloto [18].

Assim, propõe-se neste trabalho a obtenção da ferrita $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ pelo método de combustão em escala piloto e analisar o efeito do processo de calcinação sobre as suas características estruturais, morfológicas, magnéticas e eletromagnéticas.

2. Materiais e Métodos

Para a síntese da ferrita $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ foi utilizado os nitratos metálicos $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Vetec, 99%), $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (Dinâmica, 98%) e $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$

(Dinâmica, 99%) como agentes oxidantes e fonte de cátions, e $\text{CO}(\text{NH})_2$ (Neon, 99%) como combustível e agente redutor.

Para a realização da reação de combustão, a proporção da mistura inicial de cada reagente foi calculada de acordo com as valências dos elementos reativos estabelecidos pela estequiometria da reação de acordo com os conceitos da química dos propelentes e explosivos [19]. A mistura redox de nitratos metálicos e do combustível foi submetida ao aquecimento direto em um reator cônico de aço inox com capacidade de produção de 200 g/batelada, projetado para síntese de combustão em escala piloto [18].

O produto obtido na reação foi um pó aglomerado na forma de flocos friáveis que foi desaglomerado em almofariz e peneirado em malha ABNT 325 *mesh* (45 μm), e então, encaminhado para as caracterizações. Para garantir a formação de uma fase mais cristalina, as amostras foram calcinadas a 1200 °C/1h com taxa de 10 °C/min em um forno Jung.

Durante a síntese de reação de combustão, a temperatura de reação foi aferida em intervalos de tempo de 5 segundos, de forma *online*, utilizando um pirômetro infravermelho de marca Raytek, modelo RAYR3I $\pm 2^\circ\text{C}$. E para marcar o tempo de síntese foi utilizado um cronômetro digital de marca Technos. Os parâmetros reacionais como a temperatura máxima da chama de combustão ($T_{\text{máx}}$), temperatura inicial de ignição (T_i), tempo de ignição (t_i), tempo reacional (t_r) e tempo de chama de combustão (t) foram determinados. Os sistemas avaliados foram denominados de Ni-Zn ($\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ como sintetizada) e Ni-Zn12 ($\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ calcinada a 1200 °C/1h).

As amostras foram submetidas às seguintes caracterizações: difração de raios X (DRX) foi realizada usando o difratômetro de raios X BRUKER modelo D2 Phaser, (radiação CuK) e voltagem de 40 kV e 30 mA de corrente. O tamanho de cristalito foi calculado a partir do software DIFFRAC.EVA com base na linha de alargamento de raios x (d101) mediante a deconvolução da linha de difração secundária do cério policristalino (utilizado como padrão) utilizando a Equação de Scherrer [20]; espectroscopia na região de transformada de Fourier (FTIR) foi obtida usando um espectrômetro Shimadzu Spectrum BX, Perkin Elmer, que foi registrada na faixa de 4000 a 200 cm^{-1} , resolução de 4 cm^{-1} e 20 varreduras; análise textural por adsorção/dessorção de N_2 (BET/BJH) foi utilizado um equipamento modelo NOVA 3200. Esta técnica determina a área superficial específica dos pós obtidos da reação de combustão e o tamanho médio de aglomerados de partículas (diâmetro esférico equivalente); as análises das densidades experimentais por picnometria a gás hélio foram realizadas em um equipamento Upyc 1200e v5.04 Pycnometer, da marca Quantachrome Corporation, operando com gás hélio (He); as medidas magnéticas foram obtidas utilizando um magnetômetro de amostra vibrante (VSM), modelo 7404 da Lake Shore, com campo magnético máximo aplicado de 13700 G à temperatura ambiente e finalmente as medidas eletromagnéticas foram obtidas por guia de ondas, a partir de dados de espalhamento obtidos no analisador de redes de micro-ondas PNA-L da Keysight.

3. Resultados e Discussão

Na Figura 1 pode-se observar uma imagem da síntese de reação de combustão em escala piloto da ferrita Ni-Zn em estudo, bem como um gráfico ilustrando a variação da temperatura em função do tempo reacional coletados durante a síntese.

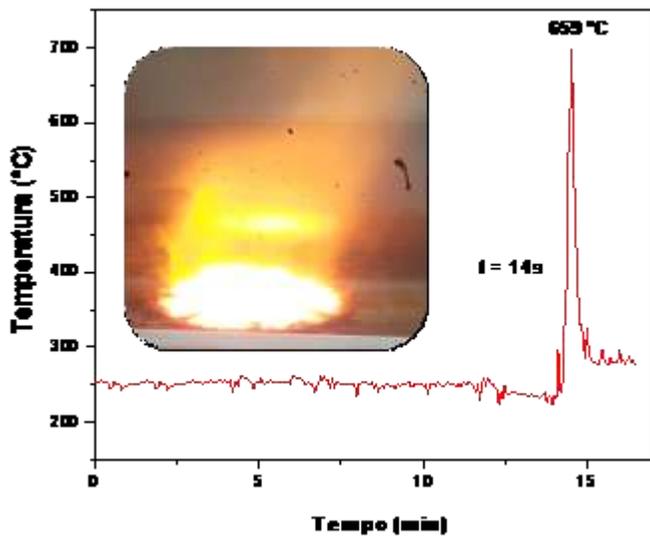


Figura 1 – Imagem da chama de combustão e a curva da temperatura em função do tempo obtidos durante a síntese da amostra de $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$.

Na curva de temperatura em função do tempo observa-se inicialmente pequenas oscilações na temperatura até atingir a temperatura de ignição. Essas oscilações se devem provavelmente ao volume de gases gerado durante a reação.

Após a ignição, observa-se um aumento brusco de temperatura atingindo a temperatura máxima de 659 °C, com presença de chamas incandescentes com duração de tempo de apenas 14 s.

Na Tabela I estão apresentadas algumas temperaturas e tempos retirados do gráfico temperatura *versus* tempo. Estes resultados foram aferidos durante as reações para obtenção da ferrita e expressam o sucesso da síntese por combustão, visto que foi possível obter o produto final de forma simples, num curto espaço de tempo, em apenas 15,3 min e em temperatura máxima relativamente branda, de 659 °C.

Na Figura 2 encontram-se os difratogramas de raios X das amostras da ferrita Ni-Zn e Ni-Zn12 bem como o padrão de referência JCPDF 52-0278.

De acordo como os difratogramas de raios X da Figura 2, pode-se dizer que as amostras cristalinas são monofásicas, ou seja, apenas a fase espinélio da ferrita $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ está presente de acordo com o padrão da ficha cristalográfica JCPDF 52-0278 da ferrita Ni-Zn. Isso mostra a coerência dos resultados e confiabilidade de reprodução desse sistema pela síntese de combustão em escala piloto.

Tabela I – Parâmetros medidos durante a reação de combustão.

Parâmetros	Ni-Zn
Temperatura ignição (Ti)	228,1 °C
Temperatura máxima (Tmáx)	659,0 °C
Tempo de ignição (ti)	13,9 min
Tempo de chama (t)	14,0 s
Tempo reacional (tr)	15,3 min

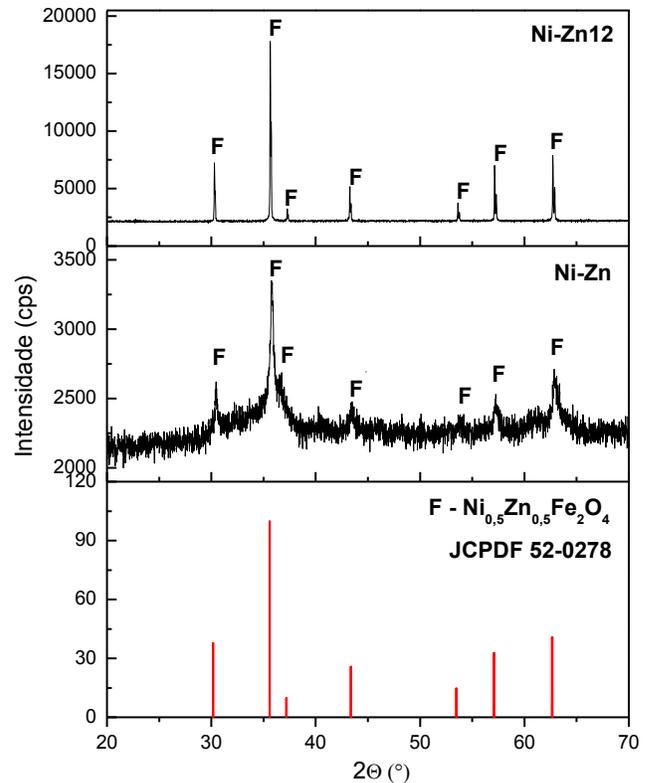


Figura 2 – Difratomogramas de raios X da ferrita Ni-Zn, Ni-Zn12 e o padrão JCPDF 52-0278.

Na Tabela II estão os valores de tamanho de cristalito (T_c) e do grau de cristalinidade (X_c) das ferritas Ni-Zn em estudo. Observa-se que o tamanho de cristalito da amostra sintetizada e calcinada são 22,97 e 88,83 nm, respectivamente. Nota-se, como esperado, que o tratamento térmico de calcinação a 1200 °C/1h, forneceu energia suficiente para o aumento do tamanho de cristalito, tornando a ferrita Ni-Zn mais cristalina quando comparada com a amostra como sintetizada.

O grau de cristalinidade da amostra sintetizada e calcinada foram de 58,4 e 82,0%, respectivamente, revelando que o processo de calcinação favoreceu a um aumento de 23,6% no grau de cristalinidade da amostra.

Tabela II – Tamanho de cristalito e grau de cristalinidade da ferrita Ni-Zn como sintetizada e calcinada a 1200°C/1h.

Amostras	Tc (nm)	Xc (%)
Ni-Zn	22,97	58,4
Ni-Zn12	88,83	82,0

Na Figura 3 encontra-se os espectros de infravermelho na faixa de 4000 a 200 cm^{-1} para a ferrita Ni-Zn e Ni-Zn12. Os espectros auxiliam na confirmação da estrutura de espinélio das amostras.

Os espectros apresentam duas bandas de absorção, ν_1 e ν_2 , identificadas abaixo de 1000 cm^{-1} que são características de ferritas cristalinas do tipo espinélio [21]. A banda ν_1 a cerca de 550 cm^{-1} pode ser atribuída às vibrações intrínsecas do grupo Fe-O localizados nos sítios tetraédricos. Segundo Houshiar and Jamilpanah [6] a banda ν_2 provavelmente é localizada em torno de 400 cm^{-1} que pode ser atribuída às vibrações intrínsecas do grupo Fe-O nos sítios octaédricos.

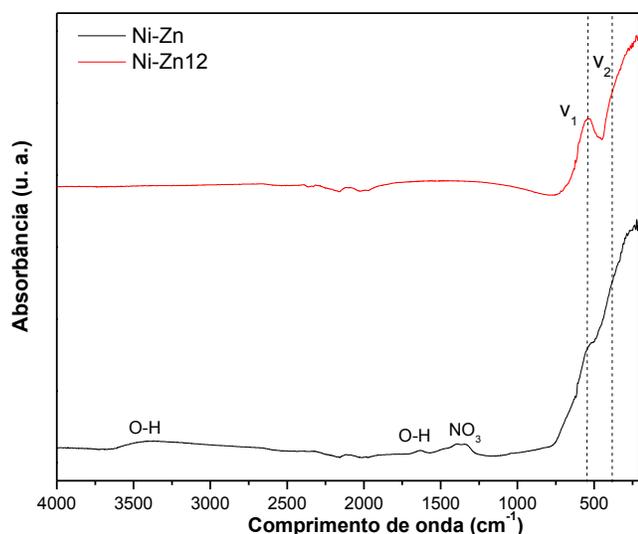


Figura 3 – Espectros de infravermelho da ferrita $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ como sintetizada e calcinada a 1200°C/1h.

As vibrações nos sítios tetraédricos são mais intensas do que as dos sítios octaédricos, pois o comprimento da ligação é menor do que a do comprimento da ligação nos sítios octaédricos [22], conseqüentemente, reflete em uma banda de absorção (banda ν_1) mais pronunciada nos espectros.

Na amostra como sintetizada no comprimento de onda da faixa de aproximadamente de 1378 cm^{-1} , encontra-se uma banda característica que possivelmente é reflexo do grupo – NO_3 que é proveniente dos resíduos de nitratos que não entraram em combustão durante a síntese. Na faixa de 1660 cm^{-1} e 3426 cm^{-1} foram observadas bandas características do grupo O-H que se referem à água livre e/ou fisicamente adsorvida e aos grupos hidroxilas, comprovando assim a presença da água.

No processo de calcinação as amostras perdem toda a água, por isso, nos espectros não apresenta grupos hidroxilas.

Na Tabela III está descrito a área superficial (S_{BET}), tamanho de partícula (D_{BET}), volume do poro (V_p) e raio do poro (R_p) referente às amostras Ni-Zn e Ni-Zn12.

Tabela III – Valores de área superficial específica, tamanho de partícula, volume e raio de poro das amostras $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ como sintetizadas e calcinadas a 1200°C/1h.

Amostras	S_{BET} (m^2g^{-1})	D_{BET} (nm)	V_p (cm^3g^{-1})	R_p (Å)
Ni-Zn	64,341	25,9	0,059	16,755
Ni-Zn12	5,851	160,5	0,007	16,692

Os dados apresentados na Tabela III revelam que a área superficial da $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ passou de 64,341 m^2g^{-1} referente a amostra sintetizada para 5,851 m^2g^{-1} quando calcinada, isso indica que o processo de calcinação favoreceu o crescimento do tamanho de partícula, a redução do volume de poro, e conseqüentemente, a redução da área superficial da amostra.

Dantas, Elvia Leal [23] quando obteve a ferrita Ni-Zn por reação de combustão, observaram a área superficial com valor de 48,89 m^2g^{-1} . Este valor, embora seja inferior ao da amostra como sintetizada do presente estudo, está coerente, pois a amostra dos autores mencionados não sofreu processo de calcinação.

Na Tabela IV estão os valores referentes às densidades médias das amostras Ni-Zn e Ni-Zn12.

Tabela IV – Densidade média da ferrita Ni-Zn e Ni-Zn12.

Amostras	Densidade Média (g/cm^3)
Ni-Zn	$4,4507 \pm 0,0290$
Ni-Zn12	$6,6387 \pm 0,0099$

Por meio dos valores das densidades médias, contidas na Tabela IV, foi possível observar que a amostra se tornou mais densa ao ser submetido ao processo de calcinação. Isso é possível porque a calcinação favorece o crescimento das partículas e diminui o tamanho dos poros. Com base na densidade teórica da ferrita Ni-Zn, ($\rho = 5,361 \text{ g}/\text{cm}^3$), as densidades médias das amostras variam entre 16,98% menos densa e 23,80% mais densa que o valor teórico, referente a amostras Ni-Zn e Ni-Zn12, respectivamente.

Na Figura 4 estão presentes as curvas de histerese da ferrita Ni-Zn e Ni-Zn12.

As curvas de histerese apresentam dependência da magnetização (σ) em função do campo magnético aplicado (H) por meio do laço de histerese para as amostras sintetizada e calcinada a 1200 °C/1h com taxa de aquecimento de 10 °C/min. Pôde-se observar que as curvas da ferrita Ni-Zn antes e após o tratamento térmico apresentaram características de

material magneticamente mole, pois o ciclo $\sigma \times H$ compreendido pela curva de histerese é estreito, portanto, de fácil magnetização e desmagnetização. O comportamento magnético mole é característico de materiais que apresentam baixos campos coercitivos e alta permeabilidade magnética final em altas frequências (10-500 MHz) [24, 25].

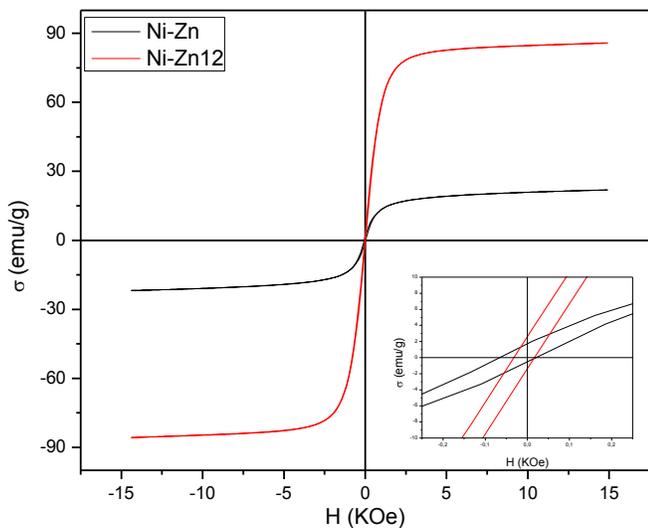


Figura 4 – Curvas de histerese das amostras Ni-Zn e Ni-Zn12.

Observou-se que a amostra que foi submetida ao tratamento térmico apresentou aumento na magnetização de saturação quando comparada ao sistema Ni-Zn. Esse comportamento pode ser atribuído ao tratamento térmico que favoreceu o crescimento das partículas, e consequentemente, diminuiu os domínios magnéticos, dessa forma, facilitando o alinhamento dos spins.

Caizer and Stefanescu [26] observaram que ao submeter a amostra ao tratamento térmico favoreceu a obtenção de partículas com maior tamanho de cristalito. Além disso, verificou-se o aumento da magnetização de saturação e a diminuição do campo coercitivo em função do aumento do tamanho de cristalito, decorrente do tratamento térmico.

Na Figura 5 estão ilustradas as curvas de refletividade versus frequência para as amostras Ni-Zn e Ni-Zn12.

Nota-se que o comportamento da curva de refletividade em função da frequência sofreu alterações devido ao processo de calcinação. A ferrita Ni-Zn apresentou refletividade próxima de -2 dB na faixa de frequência de 8,5 - 11 GHz e a ferrita Ni-Zn12 com refletividade -2 dB na faixa de frequência de 8,5 - 10,5 GHz. As amostras, sintetizada e calcinada, apresentaram absorção da radiação incidente inferior a 50%.

Costa *et al.* [11] obtiveram resultados semelhantes de refletividade em função da frequência para ferrita Ni-Zn dopada com samário. Para $x = 0,05$ mol de Sm a refletividade foi de aproximadamente -2 dB e frequência de 8-12 GHz.

Assim, diante dos resultados alcançados, confirma-se o potencial da ferrita Ni-Zn para as aplicações mencionadas nesse trabalho, especialmente como possíveis absorvedores eletromagnéticos, em vista de suas propriedades inerentes.

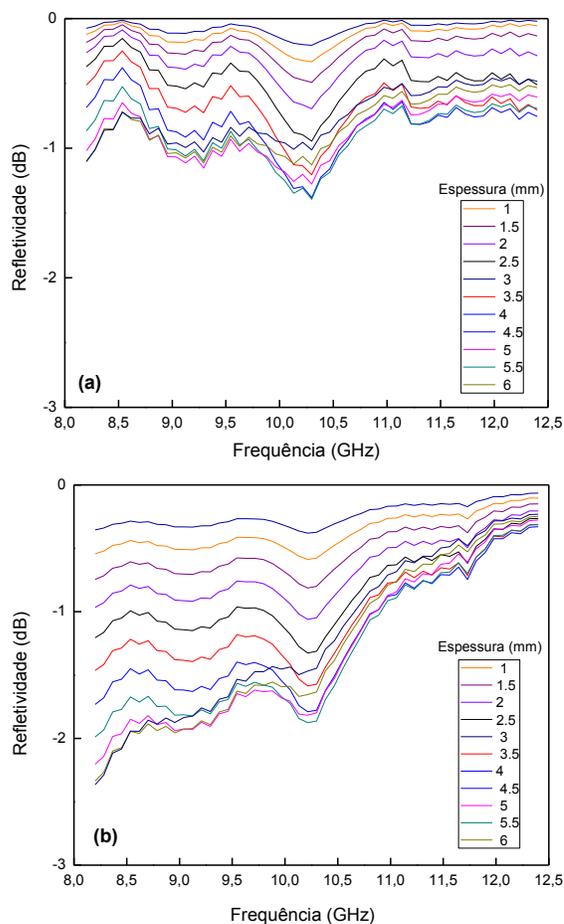


Figura 5 – Curvas de refletividade versus frequência das amostras Ni-Zn (a) como sintetizada e (b) calcinada a 1200 °C/1h.

Conclusão

O método de reação de combustão foi eficiente na obtenção em escala piloto da fase desejada da ferrita $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_4$ com característica nanométrica e mesoporosa. A difração de raios X confirmou a presença de uma fase de espinélio com o tamanho de cristalito de 22,97 nm. A calcinação contribuiu de forma efetiva para o crescimento das partículas, levando a uma diminuição considerável da área superficial e redução do volume de poros, tornando a amostra mais densa e cristalina. Como consequência do aumento das partículas ocorreu o aumento da magnetização de saturação e absorção eletromagnética na amostra submetida ao tratamento térmico, resultados estes que são interessantes para aplicações como futuros absorvedores eletromagnéticos.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CTA-Divisão de Materiais pelos ensaios de atenuação, e ao CNPq, INCT-INAMI, RENAMI-CNPq pelo financiamento da pesquisa.

Referências

- [1] GOMIDE, G.S., Propriedades magnéticas intrínsecas e coletivas de nanopartículas de ferritas mistas de Zn-Mn. 2013, Universidade de Brasília: Brasília.
- [2] Dantas, J., et al., Biodiesel production evaluating the use and reuse of magnetic nanocatalysts $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ synthesized in pilot-scale. *Arabian Journal of Chemistry*, 2018.
- [3] Ali, N.N., et al., Comparative Study of microwave absorption characteristics of (Polyaniline/NiZn Ferrite) nanocomposites with different ferrite percentages. *Materials Chemistry and Physics*, 2018.
- [4] Leal, E., et al., Effect of the surface treatment on the structural, morphological, magnetic and biological properties of MF_2O_4 iron spinels (M= Cu, Ni, Co, Mn and Fe). *Appl. Surface Science*, 2018. 455: p. 635-645.
- [5] Choi, E.J., Y. Ahn, and K.-C. Song, Mössbauer study in zinc ferrite nanoparticles. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 2006. 301(1): p. 171-174.
- [6] Houshiar, M. and L. Jamilpanah, Effect of Cu dopant on the structural, magnetic and electrical properties of Ni-Zn ferrites. *Materials Research Bulletin*, 2018. 98: p. 213-218.
- [7] Wu, X., et al., Influence of particle size on the magnetic spectrum of NiCuZn ferrites for electromagnetic shielding applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2016. 401: p. 1093-1096.
- [8] Thomas, J.J., et al., Cation distribution and micro level magnetic alignments in the nanosized nickel zinc ferrite. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013. 546: p. 77-83.
- [9] Yang, H., et al., Effects of Co_2O_3 concentration on high Q-factor NiCuZn ferrites for 13.56 MHz radio identification communication. *Ceramics International*, 2016. 42(12): p. 13830-13833.
- [10] Chen, C.-C., et al., Magnetic recyclable photocatalysts of Ni-Cu-Zn ferrite@ SiO_2 @ TiO_2 @ Ag and their photocatalytic activities. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 2017. 334: p. 74-85.
- [11] Costa, A.C.F.d.M., et al., Ferritas Ni₀, 5Zn₀, 5Fe₂O₄ dopada com samário: análise estrutural, morfológica e eletromagnética. *Revista Eletrônica de Materiais e Processos*, 2010. 5(3).
- [12] Jiang, C., et al., $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticles and their magnetic properties and adsorption of bovine serum albumin. *Powder technology*, 2011. 211(1): p. 90-94.
- [13] Praveena, K., et al., Effect of sintering temperature on the structural, dielectric and magnetic properties of $\text{Ni}_{0.4}\text{Zn}_{0.2}\text{Mn}_{0.4}\text{Fe}_2\text{O}_4$ potential for radar absorbing. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2017. 423: p. 343-352.
- [14] Sutradhar, S., et al., Modulated magnetic property, enhanced microwave absorption and Mössbauer spectroscopy of $\text{Ni}_{0.40}\text{Zn}_{0.40}\text{Cu}_{0.20}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nanoparticles embedded in carbon nanotubes. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013. 576: p. 126-133.
- [15] Zhu, J., et al., Microwave sintering versus conventional sintering of NiCuZn ferrites. Part I: Densification evolution. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2016. 407: p. 308-313.
- [16] Harzali, H., et al., Structural and magnetic properties of nano-sized NiCuZn ferrites synthesized by coprecipitation method with ultrasound irradiation. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2016. 419: p. 50-56.
- [17] Dantas, J., et al., Magnetic nanocatalysts of $\text{Ni}_{0.5}\text{Zn}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ doped with Cu and performance evaluation in transesterification reaction for biodiesel production. *Fuel*, 2017. 191: p. 463-471.
- [18] Costa, A. and R. Kiminami, Dispositivo para produção de nanomateriais cerâmicos em larga escala por reação de combustão e processo contínuo de produção dos nanomateriais. *Rev. Propriedade Ind.*, nº BR, 2012. 10: p. 002181-3.
- [19] Jain, S., K. Adiga, and V.P. Verneker, A new approach to thermochemical calculations of condensed fuel-oxidizer mixtures. *Combustion and flame*, 1981. 40: p. 71-79.
- [20] Klug, H.P. and L.E. Alexander, X-ray diffraction procedures. Vol. 2. 1954: Wiley New York.
- [21] El-Sayed, A., Influence of zinc content on some properties of Ni-Zn ferrites. *Ceramics International*, 2002. 28(4): p. 363-367.
- [22] Shirsath, S.E., et al., Effect of sintering temperature and the particle size on the structural and magnetic properties of nanocrystalline $\text{Li}_{0.5}\text{Fe}_{2.5}\text{O}_4$. *Journal of magnetism and magnetic materials*, 2011. 323(23): p. 3104-3108.
- [23] Dantas, J., et al., Síntese, caracterização e performance catalítica de nanoferritas mistas submetidas a reação de transesterificação e esterificação via rota metálica e etélica para biodiesel. *Revista Matéria*, 2016. 21(4): p. 1080-1093.
- [24] Sugimoto, M., The past, present, and future of ferrites. *Journal of the American Ceramic Society*, 1999. 82(2): p. 269-280.
- [25] Tsay, C., et al., Microwave sintering of NiCuZn ferrites and multilayer chip inductors. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2000. 209(1-3): p. 189-192.
- [26] Caizer, C. and M. Stefanescu, Nanocrystallite size effect on σ_s and H_c in nanoparticle assemblies. *Physica B: Condensed Matter*, 2003. 327(1): p. 129-134.