

SÍNTESE POR REAÇÃO DE COMBUSTÃO E CARACTERIZAÇÃO DE NANOPARTÍCULAS DE $\text{Co}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$

P. T. A. Santos¹; P. T. A. Santos¹; B. B. Dantas¹; A. C. F. M. Costa¹; P. M. A. G. Araújo¹

¹Universidade Federal de Campina Grande, Departamento de Engenharia de Materiais, Av. Aprígio Veloso – 882, Bodocongó, 58109-970, Campina Grande - PB, Brasil.
polyanaquimica@yahoo.com.br

RESUMO

Neste trabalho nanopartículas magnéticas de CoFe_2O_4 foram sintetizadas por reação de combustão. Os parâmetros de síntese temperatura e tempo de reação assim como, a caracterização estrutural e morfológica das amostras sintetizadas, foram investigados, com intuito de avaliar a reprodutibilidade da síntese. A temperatura máxima e tempo da chama de combustão foram obtidos com pirômetro acoplado a um computador com medição on-line e um cronômetro digital, respectivamente. As amostras resultantes foram caracterizadas por difração de raios X (DRX), espectroscopia na região do infravermelho (FTIR) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A temperatura máxima alcançada durante a síntese para todas as reações variou entre 623°C e 755°C. O tempo de chama de combustão variou entre 18 e 23 segundos. Os resultados de DRX mostram a formação apenas da fase do espinélio inverso $\text{Co}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$, com tamanho de cristalito 28 nm e cristalinidade de 78%, com morfologia típica de formação de aglomerados, de tamanho uniforme, frágeis e constituída de nanopartículas unidas por forças fracas.
Palavras-chave: $\text{Co}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$, reação de combustão, nanopartículas, reprodutibilidade.

INTRODUÇÃO

A Nanociência e a Nanotecnologia (N&N) são consideradas, atualmente, como um dos mais fascinantes avanços nas tradicionais áreas do conhecimento e constituem um dos principais focos das atividades de pesquisa, desenvolvimento e inovação em todos os países industrializados ⁽¹⁾. Desta forma, a pesquisa científica tem-se voltado para a obtenção de materiais como, por exemplo, as cerâmicas magnéticas, conhecidas simplesmente por ferritas, as quais fazem parte de um grande grupo de materiais magnéticos em estudo, e que, devido as suas propriedades magnéticas e elétricas, despertam o interesse de inúmeros pesquisadores.

As ferritas de cobalto são óxidos magnéticos, que possuem a estrutura cristalina do tipo espinélio inverso, com fórmula genérica $\text{Co}^{2+}\text{Fe}_2^{3+}\text{O}_4^{2-}$. Estes materiais são de grande interesse tecnológico, por causa das suas propriedades de magneto-resistência e magneto-óptica, além de ter uma alta coercividade (5400 Oe), magnetização de saturação moderada (cerca de 80 emu. g^{-1}), uma notável estabilidade química e dureza mecânica ⁽²⁾.

Estas características explicam o interesse industrial pelos nanomateriais que já são fabricados para emprego em diversos seguimentos tecnológicos, tais como a petróleo, biocombustíveis, engenharia biomédica, indústria automotiva, sensores, filtros, eletrocatalise, células de combustível⁽³⁾, cosméticos, para proporcionar resistência aos materiais ⁽⁴⁾, pigmentos marrons⁽⁵⁾ para indústrias de tintas, catálise ambiental em processos de reforma a vapor de metano, oxidação seletiva, reações de transesterificação e esterificação para biodiesel ⁽⁶⁾.

Como outros seguimentos em que os nanomateriais são empregados pode-se citar para aplicações biológicas em tratamento por magnetohipertemia ^(7;8), carregadores de fármacos⁽⁹⁻¹¹⁾, biosensores^(12;13), e agentes de contraste, diagnóstico por imagem radiológica e ressonância magnética (RM)^(14;15). Na nanobiotecnologia⁽¹⁶⁾, uma área que merece destaque para o uso de Nanopartículas magnéticas (NPMs), é em marcadores e/ou sensores biológicos ⁽¹⁷⁾.

A síntese de nanopartículas magnéticas com propriedades magnéticas desejadas, tamanho e forma controlada tem sido um desafio científico e tecnológico. Existem diversos métodos de se produzir nanopartículas magnéticas como o método cerâmico convencional, coprecipitação, método sol-gel, método hidrotérmico, método de reação de combustão, entre outros⁽¹⁸⁻²¹⁾. Entre os métodos químicos estudados para obtenção de ferritas, o método por reação de combustão apresenta como uma alternativa promissora na preparação de ferritas, principalmente por ser um método simples, rápido, utiliza precursores com alta pureza, e leva a obtenção de pós com alta homogeneidade química⁽²²⁾, custo relativamente baixo, e normalmente gera produtos com estrutura e composição desejadas, devido à elevada homogeneidade favorecida pela solubilidade dos sais em água^(23;24). Para a produção destes materiais há necessidade da utilização de técnicas de

processamento que possibilitem a obtenção de materiais monofásicos, nanométricos e com comportamento superparamagnético. Baseado nisto, este trabalho de pesquisa tem como foco a síntese e caracterização de nanopartículas de CoFe_2O_4 produzidas por reação de combustão. Deste modo, os parâmetros de síntese temperatura e tempo de reação assim como, a caracterização estrutural e morfológica das amostras sintetizadas, foram investigados, com intuito de avaliar a reprodutibilidade da síntese.

MATERIAIS E MÉTODOS

O processo de síntese por reação de combustão envolveu uma mistura contendo íons metálicos, como reagentes oxidantes (nitratos), e um combustível (uréia), como agente redutor. Para esta mistura redox foram utilizados nitrato de cobalto II – $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (VETEC), nitrato de ferro - $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ (VETEC), e uréia - $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ (VETEC).

A mistura inicial (composição estequiométrica) foi calculada de acordo com as valências dos elementos reativos, de modo a favorecer a relação oxidante/combustível = 1 de acordo com os conceitos da química dos propelentes⁽²⁵⁾. Para preparação das amostras da ferrita de cobalto, utilizou-se uma base cerâmica com resistência como fonte de aquecimento externo e um recipiente com capacidade de produção de 10 g por bateladas. Foram realizadas três reações em dias e horários diferentes com intuito de se avaliar a reprodutibilidade da síntese. As amostras foram designadas FC1, FC2 e FC3, respectivamente.

A medição experimental da temperatura máxima e tempo da chama de combustão foram determinados utilizando um pirômetro infravermelho (Raytek, modelo RAYR3I $\pm 2^\circ\text{C}$) e para o tempo de combustão utilizou-se cronometro, marca Technos. As amostras obtidas por reação de combustão foram desaglomerados em peneira de malha 325 (abertura 45 μm) e em seguida foram submetidas para caracterização.

As amostras resultantes como sintetizadas foram caracterizadas por difratometria de raios X obtidos com o auxílio de um difratômetro de raios-X SHIMADZU (modelo XRD 6000) utilizando-se fonte de radiação monocromática $\text{Cu-K}\alpha$ de $\lambda = 1,5418^\circ$, com tensão de 40Kv e uma corrente de 30 mA. As

leituras feitas varreram a faixa entre 15° e 85° com fendas 1:1:0,3 e passo 0,02. Para identificação das fases utilizou-se o programa (Pmgr) da Shimadzu e acessou o banco de dados JCPDF. Análise por espectroscopia de infravermelho foi realizada em um equipamento Perkin Elmer, modelo Spectrum 400 FT-IR/FT-NIR Spectrometer. Esta técnica será utilizada para observar as bandas características do espinélio normal; a análise da morfologia das amostras foi realizada mediante a análise de microscopia eletrônica de varredura. Para a análise foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura (MEV), marca Philips, modelo XL30FEG.

RESULTADOS

A Figura 1 apresenta o comportamento da temperatura em função do tempo medido para a síntese das três reações de combustão para o sistema CoFe_2O_4 , realizadas em dias e horários diferentes onde foi obtido o produto de três reações.

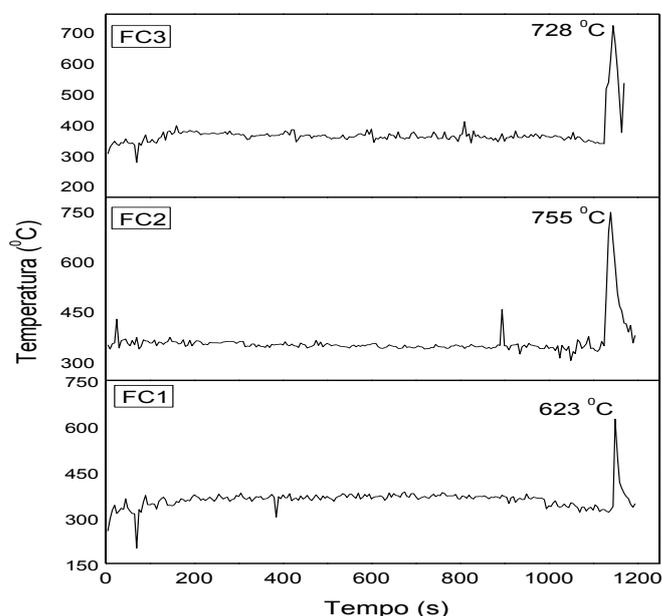


Figura 1 - Comportamento da temperatura em função do tempo de reação das amostras de ferrita de cobalto.

Podemos observar para as três reações, pequenas oscilações de temperatura durante todo o tempo da reação. Isto ocorre devido à desidratação dos nitratos mais o combustível, que conduz a uma grande liberação de gases

e a um aumento da viscosidade da mistura, proporcionando, em seguida, sua ignição. Como esperado, a temperatura da chama de combustão aumentou substancialmente logo após a ignição, atingindo a temperatura máxima da reação.

Verificou-se que o comportamento da temperatura em função do tempo se dar de maneira semelhante. Para a primeira reação FC1 a temperatura inicial é de 265⁰C, a partir de 19 min ocorre à temperatura de ignição em 348⁰C, alcançando a temperatura máxima em 623⁰C. A temperatura inicial para segunda reação FC2 é de 352⁰C, em aproximadamente 18,7 min observa-se a temperatura de ignição em 349⁰C e a temperatura máxima alcançada foi de cc. Para terceira reação FC3 a temperatura inicial se dar em aproximadamente 319⁰C, por volta de 18,9 min ocorre à temperatura de ignição em 349⁰C e a temperatura máxima alcançada foi de 728⁰C. Desta forma, a temperatura e do tempo de chama médio a partir das três reações foi de 702⁰C e 20s, respectivamente.

Com base nestes resultados verificamos que a síntese é reproduzível, pois resultou em temperaturas e tempos de combustão semelhantes para as três reações avaliadas e não houve grande alteração na síntese independente do dia e horário que foi feita as reações.

Lima et al.,2010⁽²⁶⁾, quando estudaram este sistema usando uma base cerâmica como fonte de aquecimento e um cadinho de sílica como recipiente obteve temperatura máxima e tempo de chama de 525⁰C e 18s, respectivamente. Estes valores obtidos de temperatura máxima e tempo de reação foram menores (em aproximadamente 25% e 10%) quando comparados com os resultados obtidos pelo presente trabalho.

Na Figura 2 encontra-se apresentado os difratogramas de raios-X das amostras de CoFe₂O₄ produzidas por reação de combustão a partir das três reações realizadas em dias e horários diferentes, a fim de verificar a reprodutibilidade da síntese, e também o difratograma de raios-X da mistura do produto das três reações.

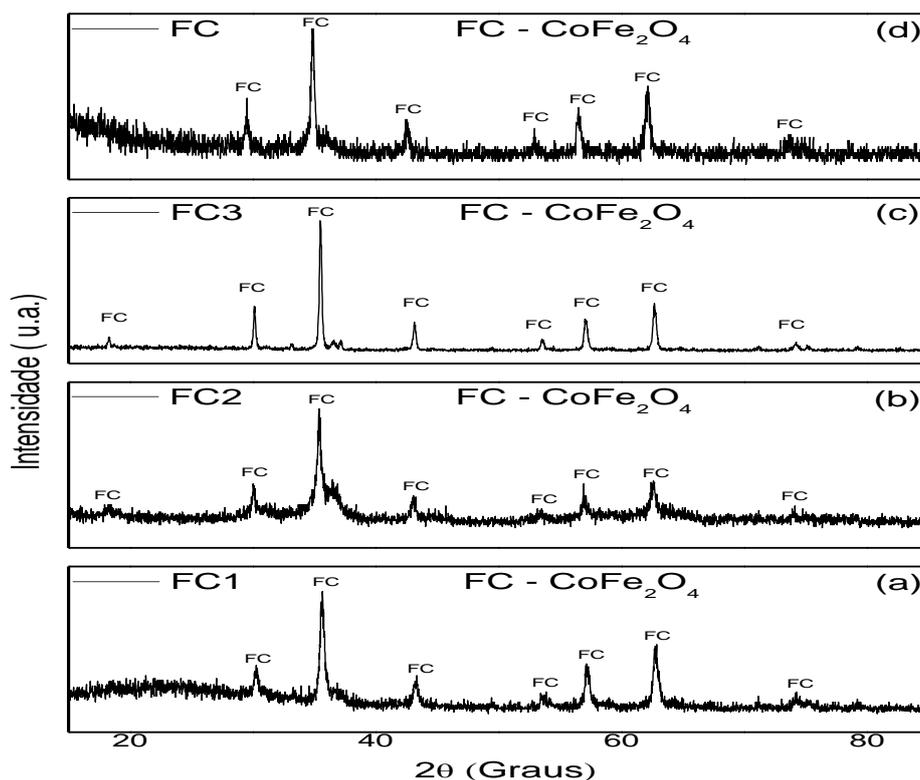


Figura 2 – Difratoformas de raios-X das amostras de ferrita de cobalto.

Mediante as curvas de difração podemos observar que houve a formação única da fase do espinélio CoFe_2O_4 de acordo com a ficha JCPDF (22-1086), para todas as amostras em estudo. Observamos também picos definidos e com alargamento basal mais estreito, resultando em uma cristalinidade de aproximadamente 92% para a amostra FC3 quando comparamos com os DRX das amostras obtidas pelas reações FC1 e FC2. Para as demais amostras FC (mistura), FC1 e FC2 observaram picos definidos, porém mais largo em relação a largura basal dos picos de difração, indicando presença de possível material que não cristalizou. As amostras apresentaram cristalinidade de 78, 78 e 61%, respectivamente. Pelos espectros verificamos que o DRX da mistura do produto das três reações apresenta características semelhantes, de modo que podemos concluir que a síntese resultou em uma boa reprodutibilidade do produto final.

A partir dos resultados relatados mediante a Figura 1 e 2, no qual verificamos que a mistura das reações apresenta característica semelhante ao produto das reações individuais, usamos a mistura do produto das reações como referência para as demais caracterizações.

Na Tabela 1 encontram-se as intensidades, os planos (hkl), os respectivos ângulos de difração, e tamanho de cristalito calculados a partir dos dados de difração de raios X da amostra FC.

Tabela 1 - Dados estruturais obtidos a partir dos resultados de DRX para a amostra FC.

Intensidade	hkl	2 θ	Tamanho cristalito (nm)
30	220	29.49	34
100	311	34.85	28
20	400	42.51	23
10	422	52.89	44
30	511	56.46	34
40	440	62.73	28
9	533	73.63	74

De acordo com a Tabela 1, a amostra apresenta os 7 primeiros picos de difração bem definidos, com valores de tamanho de cristalito diferenciados, indicando que a amostra possui anisotropia nos planos cristalográficos durante a difração. Isto é identificado, pela presença de três conjuntos de planos de difração observados. O primeiro conjunto corresponde ao tamanho de cristalito entre 23 a 28 nm, o segundo conjunto corresponde aos planos com os tamanhos de cristalito de 34 nm. E dois outros planos com tamanho de cristalito de 44 e 74 nm. O pico correspondente a plano de primeira ordem, de maior intensidade que é o plano (311) apresentou tamanho de cristalito de 28 nm. Isto indica que a síntese por reação de combustão possibilitou a obtenção de material com características nanométricas.

Comparando este valor de tamanho de cristal (28 nm), com valores reportados por outros autores usando o método hidrotérmico ⁽²⁷⁾, para obtenção da ferrita de cobalto (16 a 35 nm) e, pelo método sol-gel ⁽²⁸⁾ (10 a 20 nm), que são conhecido por obtenção de nanomateriais, verificamos que os resultados obtidos por reação de combustão são também adequados para produção de nanomateriais.

A Figura 3 apresenta o espectro vibracional na região do infravermelho, na faixa de 4000 – 400 cm⁻¹, da amostra FC obtida a partir da mistura do produto das três reações de combustão realizadas em dias e horários diferentes.

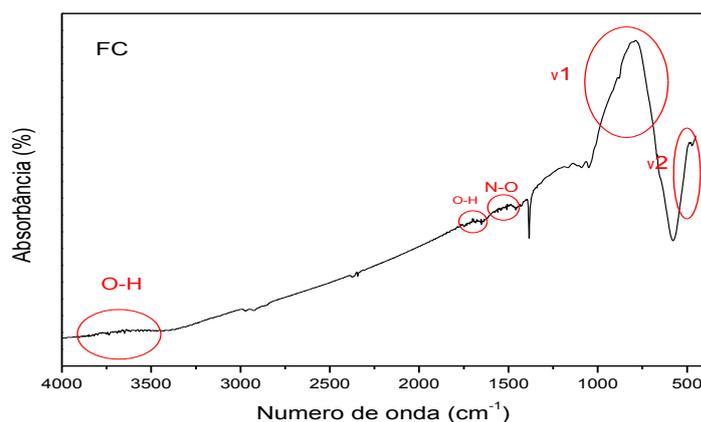


Figura 3: Espectro na região do infravermelho referente à amostra FC.

De acordo com o espectro observam-se duas bandas fracas de absorção por volta de 3600 e 1700 cm^{-1} que são atribuídos ao estiramento do grupo O-H devido à água livre e/ou absorvida, que ocorre posteriormente em contato com a umidade e atmosfera. Outra banda fraca de absorção pode ser observada em volta de 1400 cm^{-1} atribuída à vibração da ligação N-O decorrente do nitrato, grupo este presente no produto da reação de combustão.

Esta banda característica da vibração N-O, também foram observadas, quando prepararam ferritas com composição $\text{Ni}_x\text{Zn}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$, (com x variando de 0,1 a 0,2) pelo método de combustão⁽²⁹⁾. Os autores confirmaram a formação da estrutura espinélio como também observaram uma banda em 1402 cm^{-1} a qual atribuíram à vibração anti-simétrica do estiramento N-O decorrente do grupo nitrato, que está presente como resíduo após a conclusão da combustão.

Na faixa de $1000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$, as bandas no infravermelho dos sólidos são geralmente caracterizadas por vibrações de íons na rede do cristal. As principais bandas neste intervalo estão por volta de 600 e 400 cm^{-1} correspondentes aos estiramentos v_1 e v_2 dos sítios tetraédricos e octaédricos da estrutura cristalina do espinélio inverso⁽³⁰⁾. Podemos observar mediante o espectro da Figura 3, a presença destas duas bandas v_1 e v_2 característico da estrutura espinélio.

A presença destas bandas v_1 e v_2 características dos sítios tetraédricos e octaédricos da estrutura cristalina do espinélio, também foi reportada por outros autores⁽³¹⁾, quando estudaram as propriedades estruturais e elétricas de ferrita

de cobalto sintetizadas por via de combustão usando como combustível a hexamina e o efeito da temperatura de calcinação sobre as amostras sintetizadas. Os autores observaram estas duas bandas por volta de $740\text{-}780\text{ cm}^{-1}$ e $460\text{-}490\text{ cm}^{-1}$.

Na Figura 4, encontram-se as micrografias para amostra FC obtida a partir da mistura do produto das três reações de combustão realizadas em dias e horários diferentes. Observamos a presença de aglomerados de tamanho uniforme, acima de 10 microns, com aspecto de esponjas de formato irregulares (Figura 4a). Na Figura 4b, observamos que as partículas são pequenas e que se encontram aglomeradas.

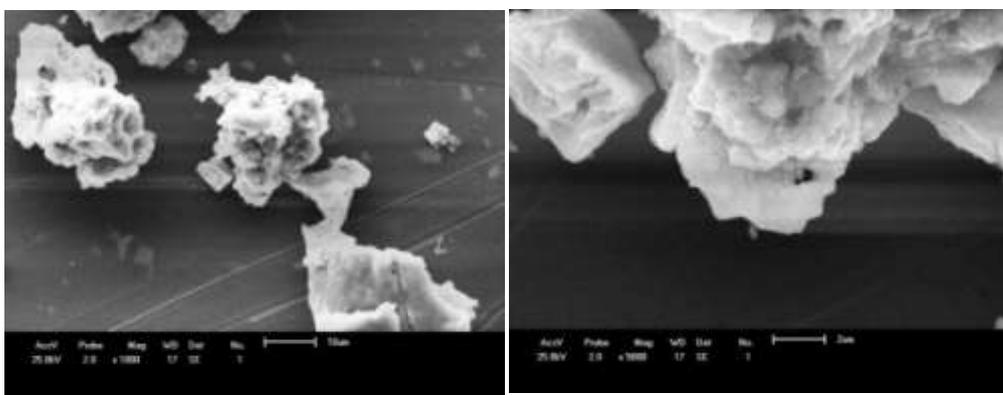


Figura 4 - Microscopia eletrônica de varredura para a amostra FC; (a) aumento de 1000 vezes e (b) aumento de 5000 vezes.

Este sistema quando estudado por outros autores⁽²⁶⁾ usando uma base cerâmica como fonte de aquecimento e um cadinho de sílica como recipiente obteve em geral, morfologia irregular e porosa, tipo esponja e com estrutura de aglomerado. O resultado da morfologia é semelhante ao obtido no presente trabalho.

CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos, pode-se concluir que:

A síntese por reação de combustão de nanopartículas de CoFe_2O_4 pode ser considerada reprodutível, visto que as temperaturas máximas e tempos são semelhantes, não havendo grandes alterações na independente do dia e horário que foi feita a reação. A temperatura máxima média atingida foi de 702°C e o tempo de chama médio foi de 20s.

O método de reação de combustão utilizando a fonte de aquecimento base cerâmica com recipiente foi eficiente e promissora para a obtenção do sistema de nanopartículas de CoFe_2O_4 com tamanho de cristalito de 28 nm;

Os difratogramas de raios X apresentaram apenas fase majoritária da ferrita $\text{Co}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$;

Os espectros de infravermelho apresentaram bandas características de vibrações tetraédricas e octaédricas características das vibrações da estrutura do espinélio;

As nanopartículas de ferritas de $\text{Co}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$ apresentaram morfologia com aspecto de esponjas de formato irregulares, presença de aglomerados de tamanho uniforme, acima de 10 microns.

REFERÊNCIAS

- (1) PIRES, T.C. (Ed.), **Parcerias Estratégicas/Centro de Gestão e Estudos Estratégicos**, n.18, Brasília: CGEE, 2004.
- (2) TIROSH, E.; SHEMER, G.; MARKOVICH, G. **Optimizing cobalt ferrite nanocrystal synthesis using a magneto-optical probe**. Chem. Mater., 18, p. 465-470, 2006.
- (3) RODRÍGUEZ, J. A.; FERNANDEZ-GRACÍA, M. **The World of oxide nanomaterials**. In: Synthesis, properties and applications of oxide nanomaterials. 1ªed. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc, 731 p., 2007.
- (4) PAVON, L. F.; OKAMOTO, O. K. **Aplicações de recursos nanobiotecnológicos em Câncer**, Revendo Ciências Básicas, 5 (1), p.74-77, 2007.
- (5) COSTA, A. C. F. M.; TORQUATO, R. A.; CUNHA, F. A. P., GAMA, L., CORNEJO, D. R., REZENDE, S. M., KIMINAMI, R. H. G. A. **Avaliação da microestrutura e propriedades magnéticas de ferritas Ni-Zn dopadas com cobre**. Cerâmica, 54, p.55 - 62, 2008.
- (6) SANTOS, P. T. A.; LIRA, H. L.; GAMA, L.; Argolo, F.; ANDRADE, H. M. C.; COSTA, A. C. F. M. **Evaluation of NiFe_2O_4 Spinel, Synthesized by Combustion Reaction, as a Catalyst for Selective CO Oxidation**. Mater. Sci. Forum, 660-61, p.771 - 776, 2010.
- (7) THIESEN, B.; JORDAN, A.; **Clinical applications of magnetic nanoparticles for hyperthermia**. Intern. J. Hyperthermia, 24, p. 467-474, 2008.
- (8) FIGUEROLA, A.; DI CORATO, R.; MANNA, L.; PELLEGRINO, T. **From iron oxide nanoparticles towards advanced iron-based inorganic materials**

designed for biomedical applications. Pharmacol. Res., 62 p. 126–143, 2010.

(9) DOBSON, J. **Magnetic nanoparticles for drug delivery**, Drug Dev. Res 67, p. 55–60, 2006.

(10) DURAN, J. D. G.; ARIAS, J. L.; GALLARDO, V.; DELGADO, A. V. **Magnetic colloids as drug vehicles.** J. Pharm. Sci., 97, p. 2948–2983, 2008.

(11) VERGARO, V.; SCARLINO, F.; BELLAMO, C.; RINALDI, R.; VERGARA, D.; MAFFIA, M.; BALDASSARRE, F.; GIANNELLI, G.; ZHANG, X.; LVOV, Y. M.; LEPORATTI, S. **Drugloaded polyelectrolyte microcapsules for sustained targeting of câncer cells.** Advanced Drug Delivery Reviews, (2011) in press.

(12) ZHAO, Z. L., BIAN, Z. Y., CHEN, L. X., HE, X. W., WANG, Y. F. **Synthesis and surfacemodifications of iron oxide magnetic nanoparticles and applications on separation and analysis**, Prog. Chem. ,18, p.1288–1297, 2006.

(13) PEREZ, J. M., JOSEPHSON, M., O'LOUGHLIN, T., HOGEMANN, D., WEISSLEDER, R. **Magnetic relaxation switches capable of sensing molecular interactions**, Nat. Biotechnol., 20, p.816–820, 2002.

(14) SUN, C.; LEE, J. S. H.; ZHANG, M. Q. **Magnetic nanoparticles in MR imaging and drug delivery**, Drug Dev. Res., 60, p.1252–1265, 2008.

(15) PARVEEN, S.; MISRA, R.; SAHOO, S. K. **Nanoparticles: a boon to drug delivery, therapeutics, diagnostics and imaging.** Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine. Nanomedicine USA, Impact Factor-4.88. (Press), (2011).

(16) WOOD, J. **Biomolecular machine provides alternative to PCR: Nanobiotechnology.** Nano Today, 1 (2), p.10, 2006.

(17) LANDFESTER, K.; RAMIREZ, L.P. **Encapsulated magnetite particles for biomedical application.** J. Phys. Cond. Matter,15, p.1345-1361, 2003.

(18) ROMERO S. U., PÉREZ O. P. e GUTIÉRREZ G. **Effect of Dy-doping on the structural and magnetic properties of Co–Zn ferrite nanocrystals for magnetocaloric applications.** J. App. Phys. v. 107, 09A508, 2010.

(19) WANG L. e FA-SHEN L. **Structural and magnetic properties of Co_{1-x}Zn_xFe₂O₄ nanoparticles.** Chin. Phys. B, v. 17, p. 1858-1862, 2008.

(20) GÖZÜAK F., KÖSEOĞLU Y., BAYKAL A. e KAVAS H., **Synthesis and characterization of Co_xZn_{1-x}Fe₂O₄ magnetic nanoparticles via a PEG-assisted route.** J. Magn. Mater. v. 321, p. 2170–2177, 2009.

(21) Yousefi, M.H.; Manouchehri, S.; Arab, A.; Mozaffari, M.; Amiri, G. R. ; Amighian, J. **Preparation of cobalt–zinc ferrite (Co_{0.8}Zn_{0.2}Fe₂O₄) nanopowder via combustion method and investigation of its magnetic properties.** Mater. Res. Bull., 1792–1795, 2010.

- (22) COSTA, A. C. F. M.; KIMINAMI, R. H. G. A.; MORELLI, M. R. **Combustion Synthesis Processing of Nanoceramics**. Handbook of Nanoceramics and their based Nanodevices, Ed. Americam Scientific Publishers. Chapter 80, 2009.
- (23) ANURADHA T. V.; RANGANATHAN, S.; MIMANI, T.; PATIL, K. C. **Combustion synthesis of nanostructured barium titanate**, Scripta Mater, 44, p. 2237-2241, 2001.
- (24) KIMINAMI, R. H. G. A.; FOLZ, D. C.; CLARCK, D. E. **Microwave synthesis of alumina powders**. Ceramic Bulletin, 70, p.63-67, 2000.
- (25) JAIN, S. R.; ADIGA, K. C.; PAI VERNEKER, V. **A new approach to thermo chemical calculations of condensed fuel-oxidizer mixture Combustion**. Flame, 40, p. 71-79, 1981.
- (26) Lima, M. S.; Sousa, J.P.L. M. L.; Vieira, D. A.; Lira, H. L.; Sasaki, J. M.; Costa, A. C. F. M. **Morphologic and Structural Characterization of the CoFe₂O₄ Synthesized by Combustion Reaction**. Mater. Sci. Forum ,Vols. 660-661, pp 904-909, 2010.
- (27) CHEN, Z.; GAO, L. **Synthesis and Magnetic Properties of CoFe₂O₄ Nanoparticles by Using PEG as surfactant Additive**. Mater. Sci. Eng. B, 141, 82:86, 2007.
- (28) DUQUE, J.G.; MACEDO, S.M.A.; MORENO, N.O.; LOPEZ, J.L.; PFANES, H.D. **Magnetic and structural properties of CoFe₂O thin films synthesized via a sol-gel process**. J. Magn. Magn. Mater. 230, 1424-1425, 2001.
- (29) PRIYADHARSINI, P.; PRADEEP, A.; RAO, P. S.; CHANDRASEKARAN, G. **Structural, spectroscopic and magnetic study of nanocrystalline Ni-Zn ferrites**. Mater. Chem. Phys., 116, p. 207–213, 2009.
- (30) SANTOS, P. T. A. **Síntese por Reação de Combustão e Caracterização de Ferrita Ni-Zn dopada com Íons Cu²⁺ e Al³⁺**. Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Campina Grande, 106 fl. Campina Grande-PB, 2011.
- (31) Khandekar, M. S.; Kambale, R.C.; Patil, J.Y.; Kolekar, Y.D.; Suryavanshi, S.S. **Effect of calcination temperature on the structural and electrical properties of cobalt ferrite synthesized by combustion method**. J. Alloys Compd., 509, 1861–1865, 2011.

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF REACTION BY NANOFERRITAS $\text{Co}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$ COMBUSTION

ABSTRACT

In this work CoFe_2O_4 of magnetic nanoparticles were synthesized by combustion reaction and the structural and morphological characteristics of the synthesized samples as well as the parameters of synthesis temperature and reaction time were investigated in order to assess the reproducibility of the synthesis. The maximum temperature and time of the combustion flame were obtained with pyrometer coupled to a computer with online measurement and a stopwatch. The resulting samples were characterized by X-ray diffraction (XRD), infrared spectroscopy (FTIR) and scanning electron microscopy (SEM). The maximum temperature achieved during synthesis for all reactions ranged from 623°C and 755°C. The combustion flame time varied between 18 and 23 seconds. The XRD showed the formation of only CoFe_2O_4 inverse spinel phase, with crystallite size 28 nm and crystallinity 78%, with typical morphology of the formation of agglomerates of uniform size, brittle and comprising nanoparticles together by weak forces.

Keywords: $\text{Co}_2\text{Fe}_2\text{O}_4$, combustion reaction, nanoparticles, reproducibility.