

## ESTUDO DA INFLUÊNCIA DOS CÁTIOS $\text{Cu}^{+2}/\text{Co}^{+2}/\text{Nd}^{+3}$ NA FERRITA $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ EM DIFERENTES TEMPERATURAS

U. R. Lima<sup>1</sup>, R. S. Nasar<sup>2</sup>, M. C. Nasar<sup>2</sup>, J. E. M. da Silva<sup>2</sup>.  
ulisandra.lima@ifrn.edu.br

<sup>1</sup>Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte  
| São Paulo do Potengi

<sup>2</sup>Programa de Pós-Graduação em Química, UFRN  
IFRN, RN-120, Km 2, Novo Juremal, São Paulo do Potengi/RN CEP 59460-000

### RESUMO

*O trabalho consistiu na síntese de ferritas de composição  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) cujo o objetivo é avaliar o tamanho da partícula pelo método do citrato precursor. Após a síntese, as amostras obtidas foram calcinadas na temperatura de  $350^\circ\text{C}$  e posteriormente sinterizada a  $1000^\circ$  durante 3 horas, sendo controlado a velocidade de aquecimento e de resfriamento. Os materiais calcinados obtidos foram caracterizados por DRX e MEV, demonstraram que o método do citrato precursor é um método eficiente. Os espectros de difratometria de raio X e o refinamento apresentam boa concordância entre os picos experimental e o espectro teórico. Na Microscopia de Eletrônica de Varredura (MEV), as amostras a  $350^\circ\text{C}/3\text{h}$ , possuir dimensões em ordem de micrômetro em todas as composições. Os tamanhos médios dos cristais são concordantes com a maior definição e intensidade dos picos de raios X, ou seja, existe alta correlação com os dados obtidos pelo método de refinamento.*

Palavras-chave: ferrita, citrato precursor, neodímio.

### INTRODUÇÃO

O campo da química de materiais vem se desenvolvendo rapidamente, descrevendo o papel dos defeitos, da não-estequiometria e da migração de íons nos sólidos, para a compreensão de estruturas compostas por arranjos infinitos de átomos que interagem entre si. Boa parte da pesquisa atual é motivada pela busca por materiais comercialmente importantes, como os materiais magnéticos que chamam a atenção da humanidade desde a antiguidade.

As ferritas são materiais pertencentes à classe das cerâmicas magnéticas e são muito conhecidas <sup>(1)</sup>. Seu surgimento foi através da descoberta de rochas que tinham a propriedade de atrair o ferro, conhecida como magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )<sup>(2,3)</sup>. Sua aplicação só ocorreu muito tempo após sua descoberta, onde os chineses utilizaram agulhas de magnetita para localizar a direção norte-sul da terra e desde então, os

materiais magnéticos vêm desempenhando um papel importante e contribuído de forma vital na história das civilizações e no seu desenvolvimento tecnológico.

O campo da química de materiais cerâmicos com comportamento magnético e elétrico com potencial aplicação em dispositivos eletrônicos vem se desenvolvendo rapidamente, estudando o papel dos defeitos na estrutura destes materiais, da qualidade do material sintetizado pelos diferentes métodos de síntese e do estudo das possíveis posições dos íons que compõem a estrutura destes materiais, para uma melhor compreensão das estruturas que são compostas por arranjos infinitos de átomos que interagem entre si. Os resultados de pesquisas ao longo dos anos auxiliaram no estabelecimento das leis que regem o magnetismo, possibilitando ao homem construir materiais magnéticos cada vez mais eficientes e úteis para aplicações em vários dispositivos eletroeletrônicos <sup>(4)</sup>.

Dessa forma nas últimas décadas, a síntese de ferritas atraiu o interesse de muitos pesquisadores e inúmeros métodos para obtenção desse material foram desenvolvidos e aprimorados <sup>(5)</sup>. As ferritas de diferentes composições e estequiometrias com estrutura cristalina tipo espinélio e espinélio inverso têm sido amplamente estudada devido a sua potencial aplicação em inúmeros dispositivos eletrônicos <sup>(6)</sup>, como por exemplo para fontes de potência, que exige a produção de núcleos de ferritas de alto desempenho para operar em frequências cada vez maiores e com baixas perdas, e isto tem levado a um forte incremento na pesquisa básica e aplicada às propriedades magnéticas das ferritas com diferentes dopantes, para aplicações em altas frequências, com o intuito de miniaturizar componentes eletroeletrônicos <sup>(7,8)</sup>.

O bom desempenho dos componentes eletroeletrônicos à base de ferrita está diretamente relacionado ao método de síntese e qualidade do processamento desse material <sup>(1,2)</sup>, uma vez que a morfologia da microestrutura da ferrita é decisiva neste sentido, já que as características elétricas e magnéticas são dependentes da microestrutura desenvolvida ao fim do processamento. Fatores como tamanho de grão, região de contorno de grão, porosidade, impurezas, fase(s) constituinte(s) e o posicionamento dos íons na estrutura da cela unitária geram as informações necessárias para compreensão da relação da microestrutura e as inerentes propriedades magnéticas e elétricas do produto final obtido. Assim, na tentativa de produção de materiais de alta qualidade são utilizados métodos de síntese, como: síntese por combustão, sol-gel, síntese em equipamentos de micro-ondas, Pechini,

método do citrato precursor, dentre outros, para que estes possam ser utilizados em componentes eletrônicos.

Assim, neste trabalho foram sintetizadas, pelo método do citrato precursor, ferritas de níquel e zinco dopadas com neodímio, cobre e cobalto.

Neste trabalho é dado ênfase ao tamanho micrométrico e à composição química quanto às fases obtidas.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### Obtenção dos Citratos de Ferro, Níquel, Zinco, Cobre, Cobalto e Neodímio

A síntese dos citratos de ferro, zinco, níquel, cobre, cobalto e neodímio foi iniciada dissolvendo-se o ácido cítrico previamente pesado em água destilada. A mistura foi submetida à temperatura de aproximadamente 70°C sob agitação magnética, sendo em seguida, dependendo da síntese desejada, adicionado o nitrato de ferro, de zinco, de níquel ou de cobre em quantidades estequiométricas. Nessa etapa ocorre a reação de complexação do metal com ácido cítrico, formando os citratos precursores. A razão estequiométrica do metal: ácido cítrico foi de 1:3. A solução final foi filtrada para a remoção de impurezas e estocada em frasco limpo e ao abrigo da luz.

### Síntese do Sistema $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$

O sistema  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) foi sintetizado misturando-se os citratos de níquel, zinco, ferro e cobre/cobalto/neodímio ou apenas os citratos de níquel, zinco e ferro no caso da composição  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . A mistura foi submetida à agitação magnética por 2 horas visando obter uma melhor homogeneidade e em seguida foi pirolisada em forno (EDG 3P - S) a 350°C por 3h e 30 min, obtendo-se a degradação dos citratos, formando um material de aparência esponjosa. O material foi desaglomerado em almofariz de ágata e então peneirado em malha 200 ABNT, obtendo-se um pó fino e homogêneo. Nesta etapa, uma pequena quantidade de amostra de cada composição foi separada e encaminhada para análise de difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura.

Após peneiramento, os pós foram tratados termicamente a 1000°C/3h. Amostras foi tratada em forno tubular modelo Flyever FE 50 RP, em atmosfera ambiente com razão de aquecimento de 5°C/ min com isotermas de 3 horas.

Concluído o processo de queima, os materiais obtidos foram peneirados em malha 325 ABNT e, então, analisados por difração de raios X (DRX), método de Rietveld e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

### Caracterizações

As difrações de raios X dos pós foram feitas em um difratômetro Shimadzu XDR 6000, utilizando-se uma fonte de radiação  $\text{CuK}\alpha$  de 1,5418 Å, com uma tensão de 30 kV e corrente de 20 mA, em atmosfera pulverizada. O tamanho de cristalito, os parâmetros de rede e o posicionamento dos íons na estrutura foram obtidos com o uso do método de Rietveld. Esse método baseia-se numa aproximação por mínimos quadrados de um padrão de difração calculado em relação a um padrão observado. O padrão calculado é obtido a partir da cela unitária como base para a definição das posições dos picos. As posições atômicas e parâmetros térmicos foram usados para a definição das intensidades, variando o ângulo de Bragg, para descrever a forma, a largura dos picos, e a intensidade da radiação de fundo. A versão utilizada neste trabalho foi o Maud 2,044.

As micrografias das composições ferritas estudadas neste trabalho foram realizadas em um microscópio eletrônico de varredura com microanálise, modelo Shimadzu SSX-550 de resolução até 3,5 nm, ampliação 5-300.000 vezes, voltagem de aceleração na faixa 0,5-30 kV, além de metalizador modular de alto vácuo IC-50 para a preparação das amostras.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A figura 1 mostra os difratogramas de raios X para amostras  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . O padrão de DRX indica claramente que as amostras preparadas contêm somente estrutura cúbica espinélio. Os padrões DRX, revelaram que os picos aumentam com a introdução do cobre, devido à distribuição dos cátions pela estrutura do material, porém ocorre uma diminuição com a introdução de cobalto e neodímio. Observa-se que a formação de fase única do tipo espinélio só ocorre se for controlada a taxa de

aquecimento. Isto ocorre porque em ar o oxigênio do meio oxida o ferro formando a hematita.

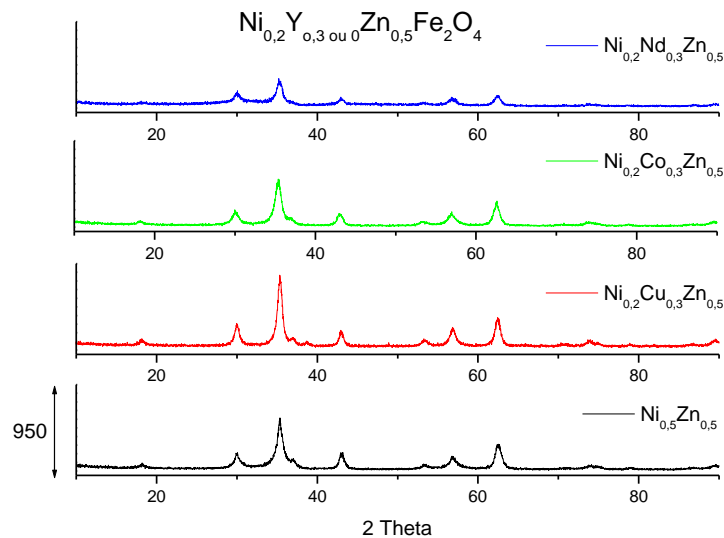


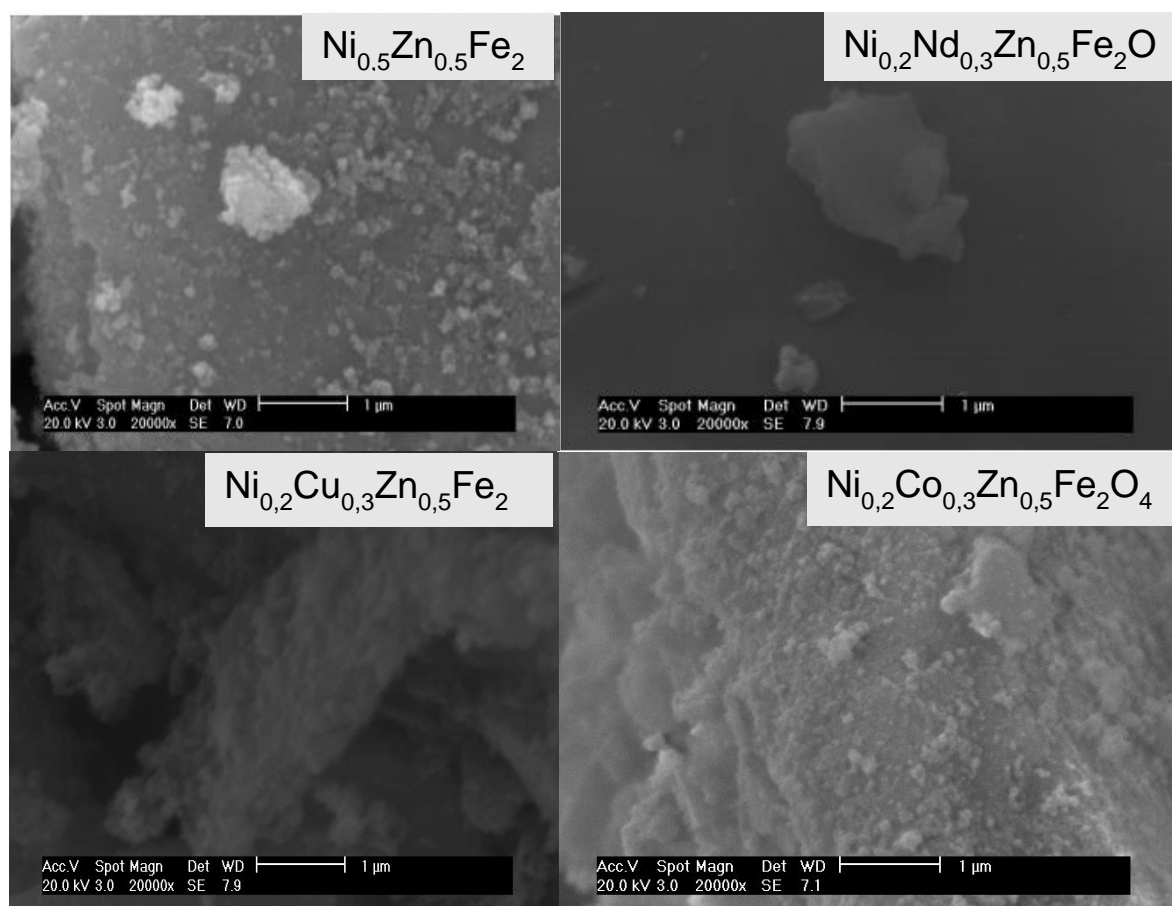
Figura 1 – Difratomogramas de raios X das ferritas de  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  à  $350^\circ\text{C}/3\text{h}$

Na tabela 1 observa-se os resultados das ferritas que foram identificadas quanto à sua estrutura cristalina pelos difratogramas e tratadas pela técnica de refinamento Rietveld, que possibilitou a extração das informações detalhadas sobre os parâmetros da estrutura cristalina obtida. A análise por Rietveld confirma a formação da fase tipo espinélio (100%) para todas as composições. Na Tabela I observam-se os parâmetros de rede e o tamanho médio de cristalitos, notando-se que o incremento de dopantes na Ferrita  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}$  aumenta o volume da cela unitária. Dentre os dopantes o íon de neodímio apresenta maior volume em comparação com os demais em virtude do tamanho de seu raio atômico. A média do tamanho médio de cristalito foi da ordem de alguns nanômetros, 13,5 nm para as ferritas de  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  à  $350^\circ\text{C}/3\text{h}$ .

Tabela 1 – Resultados de ocorrência de fases obtidas pela técnica Rietveld para as das ferritas de  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  à  $350^\circ\text{C}/3\text{h}$ .

Ferrita	% da fase	Parâmetro de Rede (Å)	Tc (nm)	Volume (Å <sup>3</sup> )
$\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	100	8.4028	11,28	593,29
$\text{Ni}_{0,2}\text{Cu}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	100	8.4103	17,12	594,88
$\text{Ni}_{0,2}\text{Co}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	100	8.3992	11,96	592,53
$\text{Ni}_{0,2}\text{Nd}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	100	8.4210	13,49	597,16

Figura 2 – Microscopia Eletrônica de Varredura X das ferritas de  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  à  $350^\circ\text{C}/3\text{h}$



A Figura 2, apresenta as micrografias eletrônicas de varredura com ampliação de 20000x das composições calcinadas a  $350^\circ\text{C}/3\text{h}$ . É possível visualizar a

formação de partículas pequenas, o que contribui para a formação de aglomerados, devido às interações de van der Waals. As amostras apresentam tamanho de partículas nanométricas inferiores a  $1\mu\text{m}$ , com morfologia esférica, homogênea, com aglomerados constituídos de nanocristais de ferrita espinélio, conforme o DRX (Figura 1), o resultado do refinamento de Rietveld mostrou tamanho médio de cristalito de aproximadamente 13,5 nm.

A Figura 2 mostra os difratogramas de raios X das ferritas sinterizadas à  $1000^\circ\text{C}/3\text{h}$ . Das quatro composições analisadas a única que apresentou fase secundária foi a composição  $\text{Ni}_{0,2}\text{Nd}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ . Esta composição apresentou 35,4 % de precipitação de fase  $\text{NdFeO}_3$ , confirmada através do padrão deste óxido no processo de refinamento. De acordo com a literatura <sup>(10)</sup> o aumento da temperatura de calcinação favorece a formação de fase homogênea da ferrita, visto que os arranjos cristalinos desta fase têm mais estabilidade em altas temperaturas. Temperaturas acima de  $1200^\circ\text{C}$  promovem a formação da ferrita monofásica, uma vez que o processo difusional para esta composição ocorre com maior facilidade devido, ao efeito da temperatura.

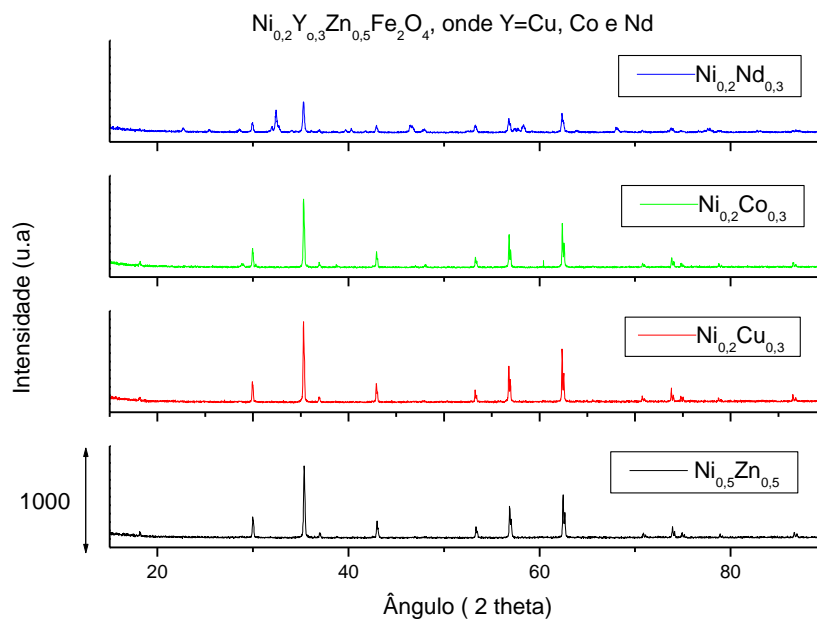


Figura 2 – Difratogramas de raios X das ferritas de  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  à  $1000^\circ\text{C}/3\text{h}$

Como já foi observado nas composições a 350°C, com o incremento dos íons  $\text{Nd}^{3+}$  nas amostras agora a 1000°C, ocorre um aumento do parâmetro de cela unitária. Isto associado ao raio do íon  $\text{Nd}^{3+}$  que é maior do que o do  $\text{Ni}^{2+}$ .

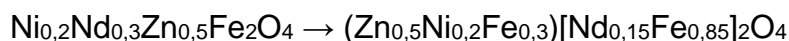
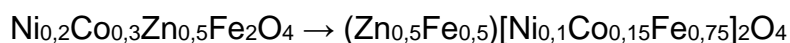
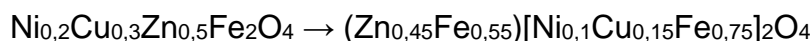
Comparando com as amostras a 350°C/3h, as partículas do pó passam a possuir dimensões em ordem de micrômetro em todas as composições. Esse aumento relativo no tamanho dos cristais ocorre devido ao efeito de difusão entre os mesmos, que aumenta em altas temperaturas, favorecendo a coalescência entre os grãos, formando grãos maiores de acordo com a Tabela 2. Os tamanhos médios dos cristais são concordantes com a maior definição e intensidade dos picos de raios X, ou seja, existe alta correlação com os dados obtidos pelo método de refinamento.

Os parâmetros estruturais indicam que as ferritas cristalizam na estrutura cúbica com grupo espacial  $Fd-3m:1$ . Os dados indicam que as ferritas possuem a estrutura do espinélio tipo inverso, ou seja, os íons metálicos trivalentes como  $\text{Nd}^{3+}$  ocupam posições octaédricas, forçando o ferro a sair da posição octaédrica para posições tetraédricas, <sup>(9)</sup>.

Tabela 2 – Resultados de ocorrência de fases obtidas pela técnica Rietveld para as das ferritas de  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  à 100°C/3h.

Ferrita	% da fase		Parâmetro de Rede (Å)	Tc (µm)
	Espinélio	Neodímio		
$\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	100	0	8.4016	0,48
$\text{Ni}_{0,2}\text{Cu}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	100	0	8.4033	0,52
$\text{Ni}_{0,2}\text{Co}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	100	0	8.4086	0,58
$\text{Ni}_{0,2}\text{Nd}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	50	35,4	8.4376	0,19

Assim, de acordo com o refinamento de Rietveld as estruturas da fase ferrita para as composições  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  são:





Ocupando os sítios tetraédricos, os elementos dentro dos parênteses, chamados de sítios A, e os elementos dentro dos colchetes, estão ocupando sítios octaédricos, que são chamados de sítios B. Nota-se que as amostras apresentam comportamento de espinélio normal e inverso, ou seja, os substituintes ocupam tanto posições tetraédricas quanto posições octaédricas. Dessa forma, torna-se claro que quanto maior a preferência dos substituintes por posições octaédricas, maior será a porcentagem de inversão da ferrita, pois isto deslocará maior quantidade de ferro para sítios tetraédricos.

Na Figura 3 representa as imagens de microscopia eletrônica de varredura das amostras  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  sob ampliação 10000x e 15000x.

Com a sinterização a 1000°C, a micrografia da amostra  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  apresenta-se com morfologia quase esférica homogênea e com tamanho de partículas inferiores a 5µm, em concordância ao resultado do refinamento Rietveld que mostrou um tamanho médio de cristalito de aproximadamente 0,44µm, destacado na Tabela 2.

Devido ao processo de sinterização a 1000°C, é possível visualizar nas micrografias das amostras  $\text{Ni}_{0,3}\text{Nd}_{0,2}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  na Figura 3 que apresenta uma homogeneidade ocasionado ao crescimento dos grãos através da eficaz difusão iônica e que os tamanhos médios de partículas em torno de 0,20 µm que concordam mais uma vez com os valores obtido pelo refinamento de Rietveld que variou por volta de 0,19 na amostra citada.

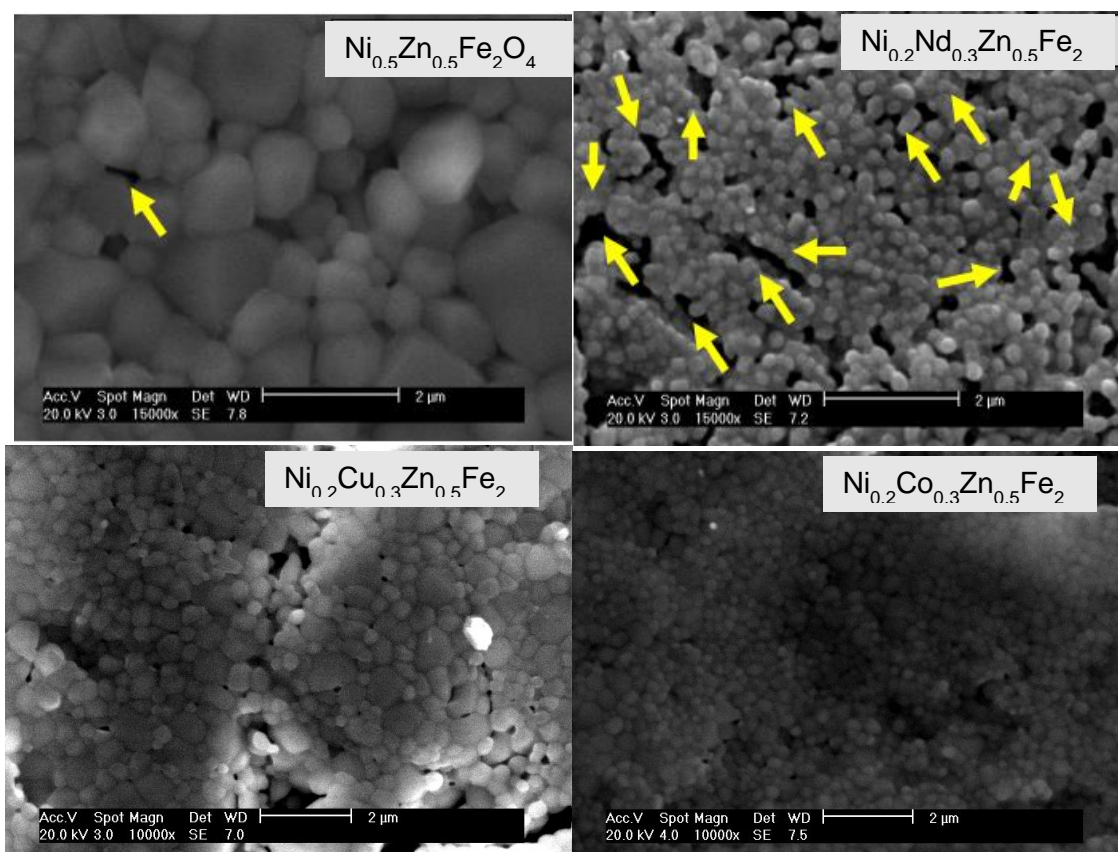


Figura 3 – Microscopia Eletrônica de Varredura X das ferritas de  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  à  $350^\circ\text{C}/3\text{h}$

Observa-se a formação de uma microestrutura com grãos abnormais, que se distribuem entre os pequenos grãos em torno de  $5\ \mu\text{m}$  e outros grãos com tamanhos até quatro vezes maiores, tornando a morfologia não uniforme, além de exibir um aumento progressivo da concentração de poros abertos, destacados através das setas em amarelo.

## CONCLUSÕES

Com os resultados obtidos neste trabalho conclui-se que a síntese das ferritas de composição  $\text{Ni}_{0,2}\text{Y}_{0,3}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  variando os íons cobre ( $\text{Cu}^{+2}$ ), cobalto ( $\text{Co}^{+2}$ ) e neodímio ( $\text{Nd}^{3+}$ ) e  $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$  utilizando o método do citrato precursor, demonstrou-se ser um método de síntese eficiente, pois obtivemos um material com aspectos estruturais importantes, como homogeneidade e baixo percentual de fases intermediárias. Dessa forma os resultados das análises dos aspectos estruturais das ferritas sintetizadas e tratadas termicamente a  $350^\circ\text{C}$  e  $1000^\circ\text{C}$  durante 3 horas, verificou-se que as amostras sintetizadas e tratadas a  $350^\circ\text{C}$  apresentaram

formação de 100% de fase única do tipo espinélio e as que foram tratadas a 1000° C, apresentaram além da fase ferrita, uma fase secundária, que foi identificada através do refinamento pelo método de Rietveld, como sendo  $\text{NdFeO}_3$ . Sendo assim é possível observar que o tamanho de cristalito das amostras sintetizadas, as tratadas a 350°C por 3 horas obtiveram dimensões nanométricas, já as amostras tratadas a 1000° C por 3 horas passaram a possuir dimensões em micrômetro ocasionado pelo aumento da temperatura proporcionando o efeito de difusão entre os cristais e de coalescência entre os grãos, formando grãos maiores. Esta característica confirma a alta correlação com os dados obtidos pelo refinamento de Rietveld, que constata uma maior definição e intensidade dos picos das amostras.

## REFERÊNCIAS

1. SOTTOMAIOR, J. C. S.; SANTOS, L. F. Cerâmica Magnética Ferrites e Ferrimagnetismo. In: **Anais Congresso Brasileiro de Cerâmicas**, 41., 1997, São Paulo/SP. **Anais...** São Paulo, SP: s.n, 1997.
2. SINNECKER, J.P. Materiais magnéticos doces e materiais ferromagnéticos amorfos. **Revista Brasileira de Ensino de Física**. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 22:396, 2000.
3. GAMA, A.M. **Efeito das proporções de Mn/Zn e Fe/Mn + Zn na temperatura de Curie de ferrites do tipo  $(\text{Mn}+\text{Zn})_{1-x}\text{Fe}_2\text{XO}_4$** . Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Curso de Pós Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2003.
4. LIMA, U. R. **Otimização da Síntese de Nanoferritas de NiZn dopada com cobre e cobalto**. Tese (Doutorado em Química) - Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Centro de Ciências Exatas e da Terra. Programa de Pós-Graduação em Química. Natal, 2011.
5. 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, p. 221 -231, 2006.
6. 6 WAQAS, H.; QURESHI, A. H.; SUBHAN, K.; SHAHZAD, M.. Nanograin Mn–Zn ferrite smart cores to miniaturize electronic devices. **Ceram. Int.**, 38,1235, 2012.

7. TAKADATE, K.; YAMMOTO, Y.; MAKINO, A.; YAHMAGUCHI, T.; SASADA, I. Fine grained Mn-Zn ferrite for high frequency driving. **Journal Applied Physic**, v. 83, p. 6861 -6863, 1998.
8. NIE, J.; LI, H.; FENG, Z.; HE, H. The effect of nano-SiO<sub>3</sub> on the magnetic properties of low power loss manganese-zinc ferrites. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 265, n 2, p. 172-175, 2003.
9. AMIN, A.; NEWNHAM, R. E. Thermistors, Key. **Engeneering Materials**, v. 66/67, p. 339-374, 1992.
10. PESSOA, R. C. **Estudo das Características Magnéticas e Absorvedoras das Ferritas de NiZn, NiZnMn, MnZn, NiMg, NiCuZn e NiCuZnMg Obtidas Via Método do Citrato Precursor**. 2009. 213 f. Tese (Doutorado em Química) – Programa de PósGraduação em Química, Centro de Ciências Exatas e da Terra, Universidade Federal do Rio Grande do Norte - UFRN, Natal, 2009.

**THE INFLUENCE OF THE CATIONS Cu<sup>+2</sup>/ Co<sup>+2</sup> /Nd<sup>+3</sup> AT THE FERRITE  
Ni<sub>0,2</sub>Y<sub>0,3</sub>Zn<sub>0,5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> AT DIFFERENT TEMPERATURES.**

**ABSTRACT**

The work consisted of Ni<sub>0,2</sub>Y<sub>0,3</sub>Zn<sub>0,5</sub>Fe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> composition ferrites synthesis ranging copper ions (Cu<sup>+2</sup>), cobalt (Co<sup>+2</sup>) and neodymium (Nd<sup>+3</sup>) whose objective is to evaluate the particle size by the method citrate precursor. After synthesis, the samples were calcined at 350° C and subsequently sintered at 1000° for 3 hours, with controlled heating and cooling rate. The calcined materials were characterized by XRD and SEM showed that the method of the precursor citrate is an effective method. The X-ray diffraction spectra and refinement show good agreement between the experimental peaks and the theoretical spectrum. In Scanning Electron Microscopy (SEM), the samples to 350° C/3h, have dimensions in the micrometer order in all compositions. The average size of the crystals are consistent with the higher definition and intensity of peaks of X-rays, that is, there is high correlation with those obtained by refining method.

Key-words: ferrite, precursor citrate, neodymium.