



UNIVERSIDADE FEDERAL RURAL DE PERNAMBUCO
UNIDADE ACADÊMICA DO CABO DE SANTO AGOSTINHO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA FÍSICA

KAROLINE STEFANY FERREIRA DA LUZ

Utilização do planejamento fatorial na otimização do processamento de cerâmicas magnéticas: Determinação dos parâmetros de sinterização

CABO DE SANTO AGOSTINHO – PE
2021

KAROLINE STEFANY FERREIRA DA LUZ

Utilização do planejamento fatorial na otimização do processamento de cerâmicas magnéticas: Determinação dos parâmetros de sinterização

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física da Unidade Acadêmica do Cabo de Santo Agostinho da Universidade Rural de Pernambuco para obtenção do título de Mestre em Engenharia Física

Área de concentração: Ciência dos materiais

Orientador: Verônica Cristhina de Souza Diniz

Coorientador: Aureliano Xavier dos Santos

CABO DE SANTO AGOSTINHO – PE
2021

- K18u Luz, Karoline Stefany Ferreira da
Utilização do planejamento fatorial na otimização do processamento de cerâmicas magnéticas:
Determinação dos parâmetros de sinterização / Karoline Stefany Ferreira da Luz. - 2021.
93 f. : il.
- Orientadora: Veronica Cristhina de Souza Diniz.
Coorientador: Aureliano Xavier dos Santos.
Inclui referências, apêndice(s) e anexo(s).
- Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física, Cabo de Santo Agostinho, 2021.
1. Ferrita. 2. Sinterização . 3. Planejamento Fatorial. I. Diniz, Veronica Cristhina de Souza, orient. II. Santos, Aureliano Xavier dos, coorient. III. Título

KAROLINE STEFANY FERREIRA DA LUZ

Utilização do planejamento fatorial na otimização do processamento de cerâmicas magnéticas: Determinação dos parâmetros de sinterização

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Física da Unidade Acadêmica do Cabo de Santo Agostinho da Universidade Rural de Pernambuco para obtenção do título de Mestre em Engenharia Física

Aprovada em: 29 de maio de 2021

Banca examinadora

Dra. Verônica Cristhina de Souza Diniz
(Orientadora, UFRPE)

Dr. Aureliano Xavier dos Santos
(Coorientador, UFRPE)

Dr. Romildo Morant de Holanda
(Examinador Interno, UFRPE)

Dra. Renalle Cristina Alves de Medeiros Nascimento
(Examinadora externa, UFRPE)

Dedicatória

Dedico esta conquista primeiramente a Deus por toda força e sabedoria dada a mim. Aos meus pais Roterdan e Janete e ao meu irmão John Kennedy, que sempre estiveram ao meu lado em todos os momentos e decisões da minha vida.

AGRADECIMENTOS

À Deus seja dada toda honra e toda glória!

Agradeço primeiramente ao meu Deus por mais uma conquista em minha vida, tudo que tenho e que sou é proveniente de Sua graça.

Aos meus pais, que sempre me conduziram por caminhos plausíveis e me proporcionaram o apoio necessário em toda minha caminhada.

Ao meu irmão John Kennedy, que é para mim um verdadeiro exemplo de sabedoria, por todo incentivo e ajuda.

À minha avó Carmelita, minha segunda mãe, que sempre esteve presente em todas as etapas da minha vida.

Aos meus tios e primos por toda torcida e energias positivas que lançaram sobre mim, em especial à minha tia Maria José e minha prima Priscilla.

À Eliabe, meu companheiro e amigo, que não mede esforços para me ajudar, que me incentiva para o bem e sempre tem os melhores conselhos.

À toda família Augusto pelas orações e carinho que todos tem por mim.

À minha orientadora, professora Verônica Cristhina, por toda confiança depositada em mim e toda ajuda ao decorrer da caminhada. Ela foi luz durante toda minha caminhada rumo à esta conquista. Sem ela eu estaria perdida.

Ao meu Coorientador, professor Aureliano Xavier, por toda ajuda, apoio e confiança.

Aos meus amigos de turma, que participaram desde o início de todas as etapas do processo e sempre me ajudaram em tudo, em especial à Aline, Alisson, Dassaele, Felipe, Leonardo, Valéria, Élvio e Sebastião.

A banca examinadora por toda contribuição e disponibilidade.

Ao PPENGFIS e todos os professores do programa.

À Universidade Federal Rural de Pernambuco.

À Universidade Federal de Pernambuco e Universidade Federal de Campina Grande, pela realização das análises de caracterização.

À UACSA.

À CAPES.

*“Que darei eu ao Senhor, por todos os
benefícios que me tem feito?”
Salmos 116:12*

RESUMO

Diversos pesquisadores das mais variadas áreas da ciência, têm desenvolvido materiais buscando um custo relativamente baixo quando comparados a outros materiais já disponíveis no mercado, com propriedades importantes e conseqüentemente um vasto campo de aplicação. Dentre esses materiais, encontram-se a ferrita magnética, que é um tipo de cerâmica avançada que possui excelentes propriedades magnéticas. Com base nisto, objetivou-se neste estudo avaliar as características microestruturais e magnéticas de ferritas $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sinterizadas em forno convencional utilizando a ferramenta do planejamento fatorial clássico de dois níveis (2^k), com a finalidade de otimizar o processamento de materiais cerâmicos magnéticos. Para tanto foram variados os parâmetros de sinterização, temperatura (900°C, 1150°C e 1400°C), taxa de aquecimento (5°C/min, 10°C/min e 15°C/min) e o tempo (1h, 2h e 3h), em que as amostras permaneceram expostas a determinadas temperaturas, através dos dados da matriz de planejamento, obtida a partir do planejamento fatorial 2^k acrescidas do ponto central, a fim de otimizar os efeitos destas variáveis no processamento das cerâmicas magnéticas. As amostras foram caracterizadas por DRX, MEV, EDS, medidas físicas e medidas magnéticas e os resultados, magnetização de saturação, densidade aparente e porosidade aparente, foram analisados com base na análise de variância e também pela metodologia de superfície de resposta (MSR). A partir dos resultados observou-se que as condições de síntese e sinterização, de uma forma geral, favoreceram a obtenção da fase da ferrita com uma microestrutura uniforme. A partir dos dados analisados pela metodologia de superfície de resposta, para a magnetização de saturação, densidade aparente e porosidade aparente, o efeito do fator temperatura foi mais significativo quando comparado com o tempo e a taxa de aquecimento. Esta análise foi percebida de uma forma mais objetiva quando foi utilizada a ferramenta estatística do planejamento fatorial, o que enfatiza a importância desta ferramenta nos processamentos cerâmicos, no sentido de economia de custo e tempo de processo, o que para o setor industrial é essencial.

Palavras-Chave: ferrita, sinterização, planejamento fatorial.

ABSTRACT

Several researchers from various areas of science have developed materials seeking a relatively low compared to other materials already available on the market, with important properties and consequently a vast field of application. Among these materials, which has excellent magnetic properties, which is a kind of advanced ceramic which has excellent magnetic properties. Based on this, this study aimed to evaluate the microstructural and magnetic characteristics of $\text{Co}_{0.5}\text{Cu}_{0.5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ferrites sintered in a conventional furnace using a classic two-level (2^k) factorial planning tool, with the need to optimize the processing of ceramic materials magnetic. For this, the sintering parameters, temperature (900 °C, 1150 °C and 1400 °C), heating rate (5°C / min, 10 °C / min and 15 °C / min) and time (1h, 2h and 3h), in which he exposed them to certain definitions, through the data from the planning matrix, obtained from the 2^k factorial planning, added to the central point, in order to optimize the effects of the variables in the processing of magnetic ceramics. The were characterized by XRD, SEM, EDS, physical measurements and magnetic measurements and the results, saturation magnetization, apparent density and apparent porosity, were compensated based on the variation analysis and also by the response surface methodology (MSR). From the observed results, it appears that the conditions of synthesis and sintering, in general, favor the obtainment of the ferrite phase with a uniform microstructure. From the frontal data by the response surface methodology, for the saturation magnetization, apparent density and apparent porosity, the temperature factor effect was more significant when compared to the heating time and rate. This analysis was perceived in a more objective way when a planning factorial statistical tool was used, which emphasizes the importance of this tool in ceramic processing, in the sense of cost and process time savings, which for the industrial sector is essential.

Keywords: ferrite, sintering, factorial planning.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Diferentes áreas científicas no âmbito das nanopartículas magnéticas.....	21
Figura 2 - Representação da célula unitária do espinélio.....	22
Figura 3 - Esquema básico do processo de sinterização.....	28
Figura 4 - Diagrama esquemático que ilustra três forças motrizes principais para sinterização: energia livre de superfície, pressão aplicada e reação química.....	28
Figura 5 - a) Fase inicial b) Final da fase inicial c) fase intermediária d) Estágio final.....	30
Figura 6 - Caminhos de transporte de matéria durante a sinterização.....	31
Figura 7 - Configuração do dipolo atômico para um material diamagnético com e sem a presença de um campo magnético externo.....	32
Figura 8 - Configuração do dipolo atômico para um material paramagnético com e sem a presença de um campo magnético externo.....	33
Figura 9 - Alinhamento mútuo de dipolos atômicos para materiais ferromagnéticos.....	33
Figura 10 - Alinhamento paralelo de dipolos atômicos para materiais ferrimagnéticos.....	34
Figura 11- Interação entre o conhecimento do processo, estatística e bom senso.....	35
Figura 12- Sistema representado por uma função ligando os fatores (variáveis de entrada) às respostas (variáveis de saída)	36
Figura 13 - Produto – Almofariz – Peneira.....	43
Figura 14 - Etapas da Síntese por reação de combustão.....	43
Figura 15 - Pastilhas de ferrita Co-Cu compactadas.....	43
Figura 16 - Fluxograma do processo de obtenção das amostras de ferritas Co-Cu.....	46

Figura 17- Difrátogramas de Raios X de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento.....	48
Figura 18 - Microscopia eletrônica de varredura de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento (aumento de 1000 x)	52
Figura 19 - Curvas de histerese de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento	59
Figura 20 - Superfície de resposta do efeito da temperatura versus tempo tendo como resposta a densidade aparente (g/cm^3)	65
Figura 21 - Superfície de resposta do efeito da temperatura versus taxa tendo como resposta a densidade aparente (g/cm^3)	65
Figura 22 - Influência do efeito da temperatura versus tempo sobre a porosidade aparente (%)	67
Figura 23 - Influência do efeito da temperatura versus Taxa de aquecimento sobre a porosidade aparente (%)	67
Figura 24 - Superfície de resposta do efeito da temperatura versus tempo tendo como resposta a magnetização de saturação (emu/g)	68
Figura:25 - Superfície de resposta do efeito da temperatura versus taxa tendo como resposta a magnetização de saturação (emu/g)	68

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação dos valores dos coeficientes de correlação de Pearson (r) e de determinação (r^2)	40
Tabela 2 - Reagentes utilizados para a obtenção dos pós de ferrita $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	42
Tabela 3 - Níveis reais e codificados dos fatores em estudo: Temperatura ($^{\circ}\text{C}$), Taxa de aquecimento ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$) e Tempo (h).....	44
Tabela 4 - Matriz de planejamento experimental 2^3 mais a tréplica do ponto central.....	44
Tabela 5 - Valores do tamanho de cristalito e Cristalinidade de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento.....	49
Tabela 6 - Valores teóricos e experimentais da composição química de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento.....	54
Tabela 7- Medidas físicas de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento.....	55
Tabela 8- Parâmetros de histerese de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento.....	60
Tabela 9 - Resultado da ANOVA para magnetização de saturação.....	62
Tabela 10 - Resultado da ANOVA para Densidade aparente.....	63
Tabela 11- Resultado da ANOVA para Porosidade aparente.....	63

LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AM 0 Amostra não sinterizada

AM 1 Amostra sinterizada a 900°C por um tempo de exposição de 1 hora e taxa de aquecimento 5°C/min

AM 2 Amostra sinterizada a 900°C por um tempo de exposição de 3 horas e taxa de aquecimento 5°C/min

AM 3 Amostra sinterizada a 1400°C por um tempo de exposição de 1 hora e taxa de aquecimento 5°C/min

AM 4 Amostra sinterizada a 1400°C por um tempo de exposição de 3 horas e taxa de aquecimento 5°C/min

AM 5 Amostra sinterizada a 900°C por um tempo de exposição de 1 hora e taxa de aquecimento 15°C/min

AM 6 Amostra sinterizada a 900°C por um tempo de exposição de 3 horas e taxa de aquecimento 15°C/min

AM 7 Amostra sinterizada a 1400°C por um tempo de exposição de 1 hora e taxa de aquecimento 15°C/min

AM 8 Amostra sinterizada a 1400°C por um tempo de exposição de 3 horas e taxa de aquecimento 15°C/min

AM 9 Amostra sinterizada a 1150°C por um tempo de exposição de 2 horas e taxa de aquecimento 10°C/min

AM 10 Amostra sinterizada a 1150°C por um tempo de exposição de 2 horas e taxa de aquecimento 10°C/min

AM 11 Amostra sinterizada a 1150°C por um tempo de exposição de 2 horas e taxa de aquecimento 10°C/min

α Parâmetro “fitting”

B Sítio octaédrico

Co Símbolo químico do cobalto

Cu Símbolo químico do cobre

°C Graus Celsius

°C/min Graus Celsius por minuto

Cm³ Centímetros cúbicos

D Densidade (g/cm³)

Da Densidade aparente (g/cm³)

Dg Densidade geométrica (g/cm³)
Dv Densidade a verde (g/cm³)
DRX Difração de raios – x
D_{hkl} Diâmetro do cristalito
Dt Densidade teórica (g/cm³)
EDX Espectroscopia de fluorescência de raios – x por energia dispersiva
Fe Símbolo químico do ferro
g Grama
H Campo magnético aplicado
h Hora
Hc Campo coercivo (Oe)
H0 Hipótese nula
H1 Hipótese alternativa
m Massa
MEV Microscopia eletrônica de varredura
MSR Metodologia de superfície de resposta
mm milímetro
Mg Símbolo químico do magnésio
Mn Símbolo químico do manganês
Mi Massa imersa da amostra (g)
Ms Massa seca da amostra (g)
Mu Massa úmida da amostra (g)
Mr Magnetização remanescente (emu/g)
Ms Magnetização de saturação (emu/g)
n Número de observações
Ni Símbolo químico do níquel
nm Nanômetro
Pa Porosidade aparente (%)
R² Coeficiente de determinação
RMQ Regressão de mínimos quadrados
T Temperatura (°C)
t Tempo (h)
Tx Taxa de aquecimento (°C/min)
V Volume (cm³)

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	17
2 OBJETIVOS	19
2.1 OBJETIVO GERAL.....	19
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
3 REFERENCIAL TEÓRICO	20
3.1 FERRITAS.....	20
3.2 FERRITA DE COBALTO.....	23
3.3 IMPORTÂNCIA DA DOPAGEM DA FERRITA COM COBRE.....	25
3.4 MÉTODOS DE SÍNTESE.....	26
3.4.1 Síntese por reação de combustão	26
3.5 SINTERIZAÇÃO.....	27
3.5.1 Mecanismos de sinterização	29
3.5.2 Teoria de sinterização no estado sólido	30
3.5.3 Crescimento de grãos	31
3.6 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS.....	32
3.6.1 Diamagnetismo	32
3.6.2 Paramagnetismo	32
3.6.3 Ferromagnetismo	33
3.6.4 Ferrimagnetismo	34
3.7 PLANEJAMENTO FATORIAL.....	34
3.7.1 Conceitos importantes	37
3.7.1.1 Metodologia de superfície de resposta.....	37
3.7.1.2 Anova.....	38
3.7.1.3 Variância.....	38
3.7.1.4 Desvio padrão.....	39
3.7.1.5 Grau de liberdade.....	39
3.7.1.6 Coeficiente de determinação (R^2).....	39
3.7.1.7 Valor – P.....	41
3.7.1.8 Teste F.....	41
4 METODOLOGIA	43
4.1 MATERIAIS.....	43
4.2 MÉTODOS.....	43
4.2.1 Síntese por reação de combustão	43

4.2.2	Compactação das amostras.....	43
4.2.3	Sinterização das amostras/ Planeamento experimental.....	44
4.2.4	Caracterização.....	46
4.2.4.1	Medidas físicas.....	46
4.2.4.2	Difração de raios – X (DRX).....	47
4.2.4.3	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	48
4.2.4.4	Caracterização magnética.....	48
5	RESULTADOS.....	50
5.1	DIFRAÇÃO DE RAIOS – X (DRX).....	50
5.2	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV).....	53
5.3	ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS).....	55
5.4	MEDIDAS FÍSICAS.....	56
5.5	MEDIDAS MAGNÉTICAS.....	60
5.6	PLANEJAMENTO FATORIAL 2 ^k	63
5.6.1	Análise de Variância (ANOVA).....	63
5.6.1.1	Efeito das variáveis do processo sobre a magnetização de saturação.....	63
5.6.1.2	Efeito das variáveis do processo sobre a densidade aparente.....	65
5.6.1.3	Efeito das variáveis do processo sobre a porosidade aparente.....	65
5.6.2	Superfície de resposta.....	66
6	CONCLUSÃO.....	73
7	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	75
	REFERÊNCIAS.....	76

APÊNDICE A - Cálculo para composição das quantidades dos componentes utilizados na reação de combustão

APÊNDICE B - Mapeamento dos elementos presentes na Ferrita $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$

APÊNDICE C - Cálculo teórico (EDX) referentes aos percentuais de cada óxidos presentes na ferrita $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ para cada amostra.

ANEXO I - Ficha cristalográfica JCPDF 065-037

1 INTRODUÇÃO

O aumento da necessidade humana por bens de consumo modernos, de alta qualidade e a baixo custo tem impulsionado o desenvolvimento de pesquisas de novos materiais, e dentre estes encontram-se as ferritas magnéticas. Estes materiais têm ganhado destaque, por possuírem características interessantes e favoráveis em diversas aplicações, com um custo relativamente baixo quando comparados com alguns materiais já disponíveis no mercado.

As ferritas são materiais cerâmicos que apresentam propriedades magnéticas atrativas, elevada estabilidade química e elétrica, e seu estudo torna-se viável por serem materiais de fácil processamento. O principal motivo para o estudo e utilização desses materiais é seu largo campo de aplicação, podendo ser usadas em dispositivos eletrônicos de rádio de frequência, núcleos de transformadores, eletroímãs eletrônicos, telecomunicações, nas áreas de química, física, biomedicina, bioquímica, como absorvedores de radiação eletromagnética, (SIMÕES et al, 2009), em sensores de umidade e de oxigênio, materiais de micro-ondas, pigmentos, materiais magnéticos e elétricos, catálise de hidrogenação, filmes finos, revestimentos cerâmicos, etc. (COSTA et al., 2011).

Durante o processo de fabricação de materiais cerâmicos, em especial as ferritas, os fatores (composição química, microestrutura e propriedades) precisam ser bem controlados a fim de se obter um produto final confiável e de qualidade, com propriedades mecânicas, ópticas, dielétricas, elétricas, físicas, térmicas e magnéticas otimizadas. Entendendo bem a relação entre propriedade, microestrutura e composição química torna-se possível a identificação e correção de imperfeições durante a etapa de processamento (CLAUSELL e BARBA, 2017).

No processamento das ferritas a sinterização é uma etapa fundamental e baseia-se em um processo físico, termicamente ativado, que consiste em agregar as partículas e submetê-las a uma temperatura elevada, mas abaixo da temperatura de fusão. Neste processo, um conjunto de partículas de determinado material, inicialmente em contato mútuo, adquire resistência mecânica (BRITO, et al., 2007; GODOY, 2005).

Conhecendo as etapas de preparação do material da pesquisa, bem como as propriedades finais que se deseja obter, para facilitar a interpretação dos resultados e

eliminar a necessidade de um número grande de experimentos até chegar ao resultado desejado, uma ferramenta muito utilizada é a estatística. Dentre os ramos disponíveis na estatística, o planejamento fatorial é utilizado para definir parâmetros experimentais empregados em pesquisas científicas, devido a sua simplicidade e possibilidade de interpretação dos resultados, considerando todos os parâmetros experimentais envolvidos (COSTA et al., 2006).

Este é um método que determina quais fatores têm efeitos relevantes na resposta e, também, como o efeito de um fator varia com os níveis dos outros fatores. Além de permitir estabelecer e quantificar as correlações entre eles. Sem o uso desta ferramenta, importantes interações entre fatores podem não ser detectadas e a otimização máxima do sistema pode levar mais tempo para ser alcançada (CUNICO et al., 2008).

Visando a importância da produção de um material de qualidade e os benefícios que as ferramentas estatísticas trazem para pesquisa científica, este trabalho teve como objetivo Avaliar as características microestruturais e magnéticas de ferritas $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sinterizadas em forno convencional utilizando a ferramenta do planejamento fatorial clássico de dois níveis (2^k), com a finalidade de otimizar o processamento de materiais cerâmicos magnéticos.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar as características microestruturais e magnéticas de ferritas $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sinterizadas em forno convencional utilizando a ferramenta do planejamento fatorial clássico de dois níveis (2^k), com a finalidade de otimizar o processamento de materiais cerâmicos magnéticos.

2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO

- ✓ Analisar o efeito da variação de temperatura (900°C, 1150 °C e 1400 °C), de tempo de exposição (1, 2 e 3 horas) e da taxa de aquecimento (5 °C/min, 10°C/min e 15°C/min) durante a sinterização de ferritas e a correlação entre eles;
- ✓ Analisar as características estruturais, físicas e magnéticas das ferritas;
- ✓ Utilizar a ferramenta de planejamento fatorial de dois níveis (2^k) para definir qual condição de sinterização é mais favorável para a obtenção de uma maior magnetização.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 FERRITAS

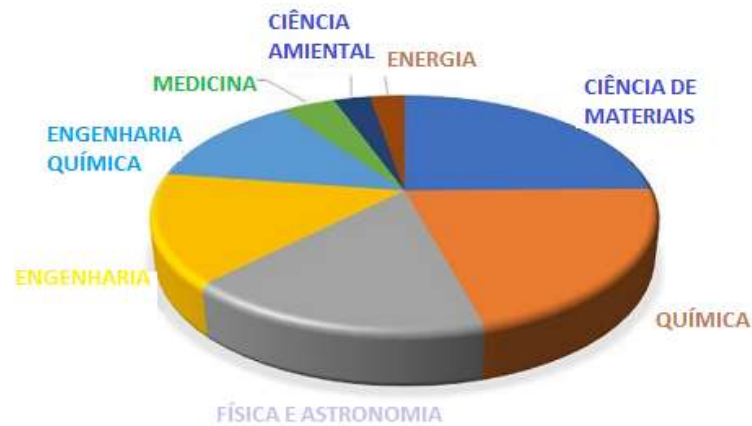
Com o passar dos anos as aplicações de materiais que apresentam propriedades magnéticas têm aumentado continuamente no âmbito tecnológico. O material considerado ideal para estas aplicações é aquele que apresenta uma boa resposta magnética em temperatura ambiente e que seja também um bom isolante elétrico.

Os materiais ferromagnéticos e suas ligas tem sido amplamente explorados, mas, por possuir baixa resistividade elétrica torna-se um grande problema em algumas aplicações, por causa da perda por corrente parasita ou corrente Foucault. Devido a isto, o estudo de vários óxidos magnéticos tem se tornado interessante devido a sua alta resistividade elétrica, magnetização espontânea, remanência e outras propriedades semelhantes aos materiais ferromagnéticos (ZIVANOV et al., 2018).

Dentre esses óxidos encontram-se as ferritas, que são materiais cerâmicos que apresentam boas características magnéticas, e que possuem o ferro como principal componente. São muito utilizadas em diversas áreas por possuírem um baixo custo e também um largo campo de aplicação, como por exemplo, em dispositivos eletrônicos de rádio de frequência, núcleos de transformadores, eletroímãs eletrônicos, telecomunicações, nas áreas de química, física, biomedicina, bioquímica, como absorvedores de radiação eletromagnética, entre outros (SIMÕES et al, 2009). Uma das principais aplicações das ferritas é a obtenção de peças para a prevenção de possíveis interferências entre dispositivos elétricos, devido à sua capacidade de absorver radiação eletromagnética (CLAUSELL e BARBA, 2017).

Devido a sua propriedade de isolamento, as perdas por correntes parasitas são eliminadas e devido a isto as ferritas são também amplamente utilizadas em componentes de alta frequência (SHETTY et al., 2017). A Figura 1 representa as áreas básicas que dominam o panorama da utilização das nanopartículas magnéticas no âmbito tecnológico.

Figura 1- Diferentes áreas científicas no âmbito das nanopartículas magnéticas



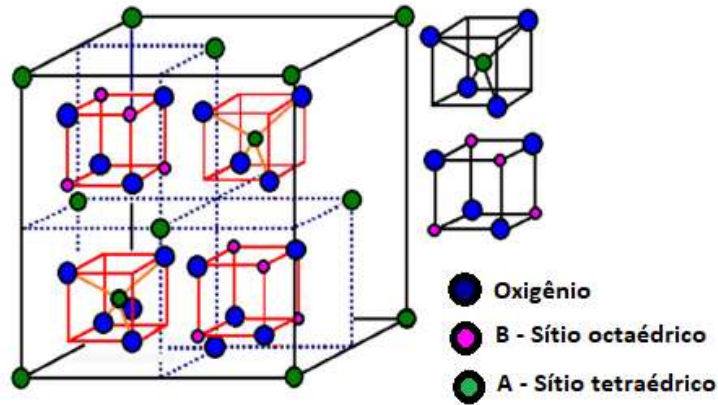
Fonte: Cruz et al. (2018)

A classificação das ferritas é feita de acordo com sua estrutura cristalina que podem ser do tipo granadas, hexagonais ou espinélio. As ferritas do tipo granada possuem uma fórmula estrutural geral do tipo $5\text{Fe}_2\text{O}_3:3\text{Me}_2\text{O}_3$, em que Me_2O_3 é um óxido metálico de terras raras. As ferritas hexagonais possuem uma fórmula geral do tipo $6\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{MeO}$, em que MeO é um óxido de metal divalente pertencente ao grupo II A da tabela periódica dos elementos, e as ferritas do tipo espinélio possuem uma fórmula geral do tipo $1\text{Fe}_2\text{O}_3:1\text{MeO}$, em que MeO é um óxido de metal de transição (SAAHOO, 1960 apud SIMÕES et al., 2009). Os metais de transição bivalentes são Mn, Ni, Co, Zn, Fe, Mg e Cu. As ferritas que possuem uma estrutura do tipo espinélio se destacam entre as demais, devido a sua ampla importância tecnológica na engenharia dos materiais (COSTA et al., 2011). Nos últimos anos, as ferritas espinélicas estão sendo bastante utilizadas devido a suas propriedades estruturais, magnéticas e elétricas, bem como por suas aplicações como por exemplo em Isoladores, blindagens eletromagnéticas, deslocador de fases entre outras (SHARMA, 2020).

O espinélio é um óxido ternário cuja fórmula química é AB_2O_4 , onde A representa um cátion metálico divalente, que normalmente ocupa um sítio tetraédrico e B representa um cátion metálico trivalente, que normalmente ocupa um sítio octaédrico de um cristal de estrutura cúbica (HELCK et al., 2005). A representação da célula unitária do espinélio é muito complexa, devido a quantidade de íons que esta possui, conforme ilustrado na Figura 2. Os sítios tetraédricos possuem 64 íons, mas

apenas 8 estão ocupados e os sítios octaédricos possuem 32 íons, porém apenas 16 estão ocupados (SHARMA, et al., 2020).

Figura 2- Representação da célula unitária do espinélio



Fonte: Sharma et al. (2020)

De acordo com a posição que os cátions ocupam nos interstícios os espinélios podem ser classificados em normal, invertido e parcialmente invertido. O espinélio é dito normal quando possuem 8 cátions metálicos divalentes (M^{2+}) em 8 sítios A e 16 cátions trivalentes (Fe^{3+}) em todos os 16 sítios B, conforme a fórmula $[M^{2+} \downarrow]_A [Fe^{3+} \uparrow]_B O_4^{2-}$ onde \downarrow e \uparrow representam as direções dos spins opostas dos sítios A e B, respectivamente. Na estrutura de espinélio normal os íons Fe^{3+} tem o papel de modificadores de rede, enquanto os íons M^{2+} desempenham o papel de formadores de rede. O espinélio é dito invertido quando possuem 8 cátions de metal divalente (M^{2+}) em 8 dos 16 sítios disponíveis em B e 16 cátions trivalentes (Fe^{3+}) em 8 sítios A e 8 cátions nos outros sítios disponíveis restantes em B de acordo com a fórmula $[Fe^{3+} \downarrow]_A [M^{2+} \uparrow Fe^{3+} \uparrow]_B O_4^{2-}$, onde \downarrow e \uparrow representam as direções dos spins opostas dos sítios A e B, respectivamente. No caso dos espinélios inversos os íons agem tanto como formadores de rede quanto como modificadores de rede. E quando a estrutura se apresenta entre a normal e invertido o espinélio é denominado parcialmente invertido (NARANG e PUBBBY, 2020).

Em virtude da estrutura de espinélio invertido, as ferritas apresentam propriedades que influenciam em suas aplicações como: elevada estabilidade termodinâmica, condutividade elétrica, resistência a corrosão, e algumas propriedades favoráveis como as propriedades físicas (densidade, porosidade e

tamanho de grão), propriedades magnéticas (magnetização de saturação) e as propriedades mecânicas (dureza e flexão), (DANTAS, 2012). Devido a esta estrutura espinélica invertida, estas ferritas apresentam um alto potencial para serem utilizadas em diversas aplicações tecnológicas, como por exemplo: atividades catalíticas, remediação de fosfato, gás e sensores de umidade, ressonância magnética, armazenamento de dados de sistemas, absorção de micro-ondas, aplicações biomédicas, para tratamento de águas residuais, entre outras (MUNIZ et al., 2020).

Durante o processo de fabricação de materiais cerâmicos, em especial as ferritas, os fatores (composição química, microestrutura e propriedades) precisam ser bem controlados a fim de se obter um produto final confiável e de qualidade, com propriedades mecânicas, ópticas, dielétricas, elétricas, físicas, térmicas e magnéticas, otimizadas. As propriedades magnéticas das ferritas dependem da composição química, do tamanho de grão ou da estrutura cristalina (RIBEIRO et al, 2016). Entendendo bem a relação entre propriedade, microestrutura e composição química torna-se possível também a identificação e correção de imperfeições durante o processamento (CLAUSELL e BARBA, 2017).

3.2 FERRITA DE COBALTO

É um material ferrimagnético e apresenta uma estrutura do tipo espinélio, tendo o cobalto como o íon divalente na estrutura. Dentre os materiais magnéticos, a ferrita de cobalto recebeu uma atenção especial, devido a sua grande anisotropia magnetocristalina, alta coercividade, magnetização de saturação moderada, excelente estabilidade química e características biocompatíveis (ARSHAD et al., 2020), além disso, as áreas de superfície das nanopartículas de ferrita de cobalto as tornam excelentes na absorção de fármacos e possuem propriedades físicas e químicas únicas (MOHAMED et al., 2020).

A ferrita de cobalto (CoFe_2O_4) é um material magneticamente duro, apresentando assim uma grande resistência à magnetização e desmagnetização, enquanto outras ferritas possuem magnetização mole (SILVA, 2015). O estudo destes materiais torna-se interessante, pois a mesma possui uma gama de aplicações práticas nas mais diversas áreas de aplicação, como por exemplo, em diagnóstico de tratamento de câncer, em sensores de detecção de gases, na biomedicina para obtenção de imagens de ressonância magnética, catálise, fluidos magnéticos, além

da utilização de veículos para entrega de drogas ou como biosensor, e na área ambiental para remoção simultânea de fuligem e NO_x , (MEDEIROS, 2013). Diversas pesquisas têm sido desenvolvidas utilizando as ferritas de cobalto, dentre elas pode-se citar:

Arshad et al. (2020), constataram que a ferrita de cobalto é uma das candidatas mais promissoras para aplicações biológicas, incluindo imagem por ressonância magnética, separações magnéticas, hipertermia de fluido magnético e entrega controlada de medicamentos. Os autores sintetizaram e realizaram experimentos de ressonância magnética com CoFe_2O_4 como agentes de contraste. Com este estudo concluíram que a ferrita de cobalto induziu alta intensidade de sinal de agentes de contraste na ressonância magnética em comparação com nanopartículas de óxido de ferro, para diagnosticar muitas doenças.

Pineda et al. (2020), sintetizaram nanopartículas de ferritas de cobalto e em seguida as incorporaram em fibras de eucalipto polietilenimina, no intuito de modificar a fibra e estudar as suas características magnéticas deste material modificado. Verificaram uma nanopartícula com estrutura espinélica cúbica inversa exibindo um comportamento ferrimagnético. Os resultados da pesquisa também indicaram que o material apresentou uma magnetização de saturação de aproximadamente 8 emu/g, e coercividade em torno de 200 Oe, constatando assim que o material pode ser usado em aplicações de gravações magnéticas.

Rodrigues et al. (2017), sintetizaram ferritas binárias do tipo $\text{Co}_x\text{Cu}_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$ ($x=0,00; 0,25; 0,50; 0,75$ e $1,0$) pelo método hidrotermal de micro-ondas e verificaram que a inserção de cobre na estrutura cristalina resultou em menores valores de tamanho de cristalito nos materiais. As mudanças nas curvas de magnetização das ferritas foram explicados pelo pequeno tamanho do cristalito, desordens superficiais, ou as próprias interações entre as partículas. Além disso, a ocupação preferencial dos sítios da estrutura cúbica, o ordenamento atômico de curto e longo alcance, a porosidade e a diminuição da anisotropia após o processo de substituição, pode ter tido efeito sobre os resultados da coercividade (H_c), magnetização remanescente (M_r) e magnetização de saturação (M_s), já que os parâmetros estão fortemente ligados a estrutura cristalina do material.

3.3 IMPORTÂNCIA DA DOPAGEM DA FERRITA COM COBRE

Na intenção de melhor explorar as propriedades magnéticas das ferritas de cobalto, vários pesquisadores, têm estudado a possibilidade de dopagem destes materiais com outros elementos e utilizando diferentes métodos químicos de síntese.

Ferritas dopadas com cobre são excelentes em aplicações como por exemplo em catalisadores, sensores, reações de desprendimento de hidrogênio, hidrogenólise de glicerol, dispositivos magnéticos entre outros (ROCHA et al., 2019). Uma das características marcantes da dopagem com cobre é a distorção na rede cristalina da ferrita, conhecido como efeito Jahn-Teller. A célula unitária do espinélio sofre um discreto crescimento em uma das arestas, devido a inclusão do cobre. Com o crescimento de uma das arestas a simetria do espinélio muda de cúbico para tetragonal. Isto ocorre porque o Cu^{2+} ocupa os interstícios tetraédricos ou octaédricos, enquanto o Fe^{3+} passa a ocupar os interstícios tetraédricos (RIBEIRO et al., 2016).

O cobre tem se destacado dentre os possíveis dopantes, devido as suas propriedades intrínsecas elétricas e magnéticas (BABU ET AL., 2018). Contudo, ainda são poucos artigos reportados na literatura sobre a dopagem da ferrita de cobalto com cobre, o que impulsiona o desenvolvimento desta pesquisa em avaliar o comportamento desta ferrita antes e após tratamento térmico e ainda a resposta magnética desta em detrimento a variação dos parâmetros de sinterização.

Babu et al. (2018), sintetizaram ferritas de níquel e as doparam com cobre pelo método de auto combustão sol-gel. Os resultados de EDS mostraram que todos os elementos presentes nas ferritas mantiveram suas propriedades estequiométricas. Com o aumento do dopante foi observado também um aumento da resistividade e da permeabilidade inicial.

Costa et al. (2015), analisando as propriedades estruturais e magnéticas de nanoferritas de magnésio dopadas com níquel e cobre, verificaram que com o aumento do teor de cobre ocorreu a diminuição da magnetização de saturação e um aumento dos demais parâmetros magnéticos das ferritas estudadas.

Leal et al. (2020), ao analisarem a estrutura textural, morfológica, magnética e eletromagnética da ferrita NiZn dopada com cobre, observaram que após a dopagem a textura da ferrita apresentou uma morfologia mais densa, um aumento no tamanho das partículas e uma redução da área superficial e do volume dos poros.

3.4 MÉTODOS DE SÍNTESES

Existem vários métodos de sínteses para preparação das ferritas, entre eles estão: reação por combustão, síntese de sol-gel, reação no estado sólido, método Pechini, precursores poliméricos, co-precipitação, síntese hidrotermal, decomposição térmica, entre outros (CRUZ et al., 2018).

A escolha do método de síntese é muito importante para obtenção de pós com um melhor controle estequiométrico, para o controle do tamanho, forma e estabilidade das nanopartículas, para controle das propriedades magnéticas e estruturais e baixo grau de aglomeração, uma vez que para a maioria das aplicações é necessária uma síntese controlada de alta pureza, que permita uma boa reprodutibilidade das propriedades (COSTA, 2015).

3.4.1 Síntese por reação de combustão

A síntese por reação de combustão é um método que vem se destacando por possuir muitas vantagens ao ser comparado com outros métodos de síntese. É simples, possui um custo relativamente baixo, uma fácil aplicação, um melhor e mais preciso controle da homogeneidade química dos pós cerâmicos sintetizados, requer poucas etapas e curto tempo de duração, baixa temperatura de processamento, não necessita de grandes aparatos experimentais, não ocasiona maiores danos ambientais (COELHO et al., 2018), além da possibilidade da variação de parâmetros dentro da sua metodologia, parâmetros estes que influenciam diretamente nas características finais estruturais e morfológicas dos pós, como por exemplo: tempo, temperatura, taxa de aquecimento, etc. (COSTA et al., 2009).

A reação de combustão baseia-se na química dos propelentes e explosivos para gerar uma reação química redox altamente exotérmica entre os íons metálicos, oxidantes, e um combustível como redutor (JAIN et al., 1981), podendo ser usados como combustíveis a ureia, glicina, carbo-hidrazina, hidrazina maleica, tetraformol, anilina, ácido cítrico, entre outros (COELHO et al., 2018).

Devido a diferença entre o poder redutor e a quantidade de gases que cada combustível gera, a escolha deste combustível utilizado na reação de combustão é de suma importância, pois determinará a exotermicidade e a duração da reação, pois

quanto maior a liberação de gases, o sistema atingirá maiores temperaturas (COELHO et al., 2018).

Geralmente a ureia é utilizada como combustível e os nitratos metálicos são as fontes de cátions mais utilizadas devido a sua alta solubilidade em água e por se fundirem em baixas temperaturas, garantindo assim uma solução homogênea. A reação entre os nitratos e o combustível redutor formam um pó fino, seco e geralmente cristalino (COSTA, 2015).

A síntese inicia por uma fonte externa, fazendo assim com que uma reação exotérmica autossustentável aconteça de maneira rápida, ou seja, a energia necessária para dar prosseguimento ao processo é fornecida pela própria reação, não necessitando assim de fontes externas para conduzir o processo (CASTRO et al., 2014).

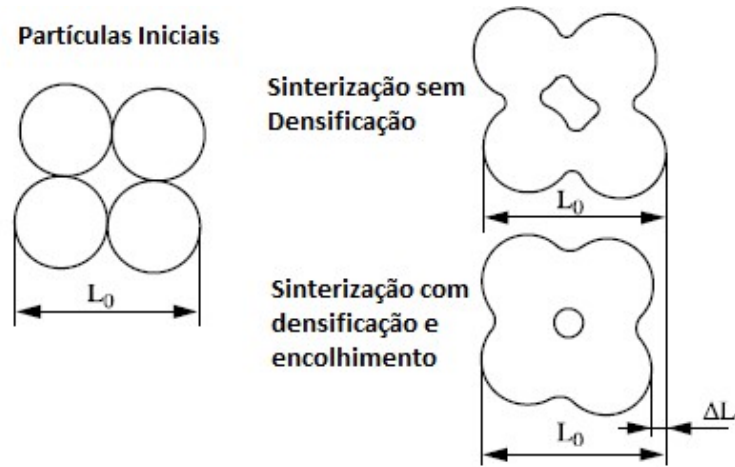
3.5 SINTERIZAÇÃO

Sinterização é um processo no qual pós cristalinos, ou não, após a compactação, são submetidos a temperaturas elevadas menores que a sua temperatura de fusão, alterando assim a estrutura microscópica do material. O principal objetivo dos estudos de sinterização é entender como as variáveis do processamento, como por exemplo (temperatura, tempo, taxa de aquecimento, pressão, a atmosfera, entre outros), influenciam a evolução microestrutural do material (BRITO, et al., 2007; GODOY, 2005).

A sinterização é uma das etapas mais importante no processamento de materiais cerâmicos, pois é onde a massa de partículas já conformada ganha resistência mecânica e adquire quase todas suas propriedades finais. Essa importância se deve ao fato que ao estudar este processo é possível relacionar o espectro estrutural da peça sinterizada (porosidade residual, fases presentes, tamanho médio de grão e distribuição de tamanho de grão, homogeneidade estrutural, etc.) às características dos pós usados, tamanho médio e distribuição de tamanho de partículas (SILVA, 1998). A Figura 3 ilustra basicamente como ocorre o processo de sinterização.

Para que o processo de sinterização ocorra é necessário que aconteça uma diminuição da energia livre do sistema e as fontes que dão origem a esta redução da energia livre são chamadas de força motriz para sinterização.

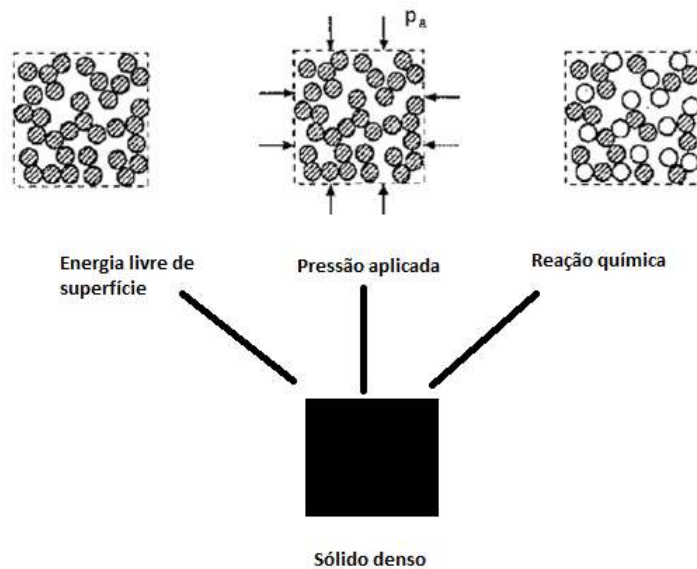
Figura 3- Esquema básico do processo de sinterização



Fonte: Boch e Niepce, (2007)

Existem três possíveis forças motrizes: a curvatura das superfícies das partículas, uma pressão aplicada externamente ou uma reação química, conforme ilustrado na Figura 4. Na ausência da tensão externa e de uma reação química, a curvatura da superfície fornece a força motriz para que ocorra a sinterização (RAHAMAN, 2003).

Figura 4- Diagrama esquemático que ilustra três forças motrizes principais para sinterização: energia livre de superfície, pressão aplicada e reação química.



Fonte: Rahaman, (2003)

As principais variáveis que determinam a sinterabilidade e a microestrutura de um pó são divididas em duas categorias: as variáveis da matéria-prima e as variáveis relacionadas à condição de sinterização. Em relação a matéria-prima incluem composição química do pó compactado e a aglomeração de pó, que influenciam na densificação e crescimento de grão. As variáveis de sinterização, estão relacionadas com a temperatura, o tempo, a atmosfera, a pressão, o aquecimento e a taxa de resfriamento (FERREIRA, 2017).

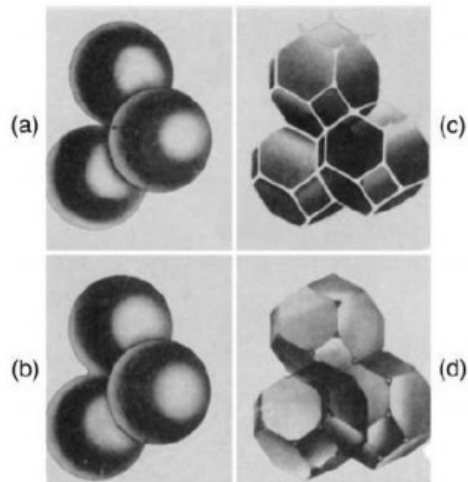
A temperatura e o tempo de sinterização são fatores inversamente proporcionais, ou seja, quanto maior for a temperatura, menor será o tempo necessário para a sinterização de uma amostra. No entanto o fator tempo é considerado um fator muito importante a ser monitorado, pois temperaturas muito altas por um longo período de tempo podem causar a decomposição da estrutura espinélio, criando gradientes de composição na ferrita e aumentando a porosidade. O tempo necessário para a sinterização dependerá da temperatura, a fim de que todas as reações aconteçam no estado sólido de forma a não ocasionar o crescimento descontínuo do grão (HOYOS et al., 2013).

3.5.1 Mecanismo de sinterização

Para que ocorra a difusão atômica (transporte de material através do movimento dos átomos), duas condições devem ser atendidas: Primeiro deve haver um sítio adjacente vago, e em segundo, o átomo deve possuir energia suficiente para quebrar as ligações atômicas, e causar uma distorção na rede cristalina durante o deslocamento (FURUKAVA, 2007).

Na Figura 5, são ilustradas as três fases que ocorrem no processo de sinterização no estado sólido. Na fase inicial ocorre a formação de contatos interpartículas, seguido pela formação e crescimento de pescoço, até o ponto que eles começam a se interferir, as curvaturas da superfície são eliminadas e a contração acompanha o crescimento do pescoço. No estágio intermediário ocorre a densificação do compactado e uma diminuição dos diâmetros dos poros interligados, e na fase final os poros migram e isolam-se nos cantos dos grãos, retraem-se continuamente e eliminam gradualmente os poros (LÓH, 2016).

Figura 5- a) Fase inicial b) Final da fase inicial c) fase intermediária d) Estágio final



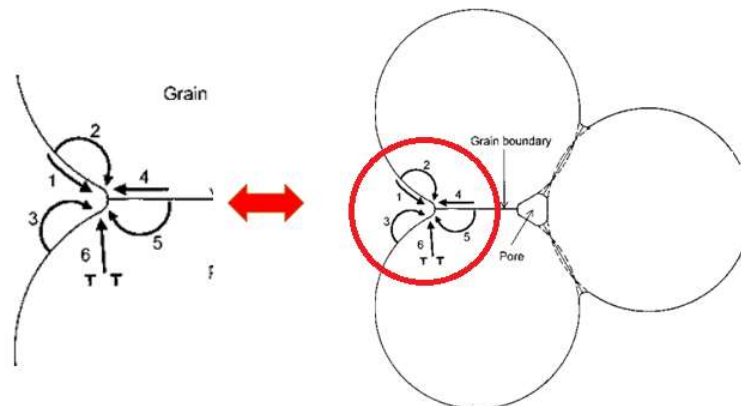
Fonte: Rahaman, (2003)

3.5.2 Teoria de sinterização do estado sólido

Os fenômenos de sinterização em materiais policristalinos são mais complexos do que aqueles em sinterização em estado viscoso de materiais amorfos, por causa dos vários caminhos de transporte de matéria e a presença de limites de grãos. O transporte de matéria na sinterização de estado sólido pode ocorrer por pelo menos seis caminhos diferentes que definem os mecanismos de sinterização. Todos eles levam à ligação e ao crescimento de pescoços entre as partículas e conseqüentemente a resistência do pó compacto aumenta durante a sinterização (RAHAMAN, 2003). A Figura 5 ilustra os seis mecanismos por onde pode ocorrer o transporte da matéria.

Nos mecanismos 1,2 e 3 ocorre a difusão de superfície de partículas para o pescoço e transporte de vapor e levam ao crescimento do pescoço sem densificação, por isso são conhecidos como mecanismos não - densificadores. Nos mecanismos 4 e 5 ocorre a difusão do limite de grão e a difusão da estrutura do limite do grão ao poro. São os mais importantes mecanismos de densificação em cerâmicas policristalinas. O mecanismo 6, ocorre o fluxo plástico por movimento de deslocamento, onde também leva ao crescimento e densificação do pescoço, mas é mais comum na sinterização de pós metálicos (RAHAMAN, 2003).

Figura 6- Caminhos de transporte de matéria durante a sinterização



Fonte: Boch e Niepce, (2007)

3.5.3 Crescimento de grãos

Crescimento de grão é o termo usado para descrever o aumento no tamanho do grão de um sólido monofásico ou o tamanho de grão da matriz de um sólido contendo segunda fase de partículas. Ocorre em sólidos policristalinos densos e porosos em altas temperaturas, à medida que átomos se difundem menos do que uma distância interatômica de um lado da fronteira do grão para novas posições do outro lado, resulta em um grão crescendo às custas do adjacente (RAHAMAN, 2003).

É importante controlar o crescimento de grãos durante a sinterização, pois muitas propriedades que os materiais precisam apresentar, dependem do tamanho do grão da microestrutura, e também porque o crescimento de grãos aumenta a distância de difusão para o transporte de matéria, reduzindo a taxa de densificação, de modo que o controle do crescimento de grãos constitui uma importante abordagem para alcançar a alta densidade normalmente requerida (RAHAMAN, 2003).

Na maioria das vezes, quanto menor o tamanho do grão melhores são as propriedades dos materiais. Uma gama de propriedades elétricas e fenômenos magnéticos são afetados pelo tamanho do grão, e é nesta área que o controle de tamanho de grão tem sido usado de forma mais eficaz para produzir cerâmicas com as propriedades desejadas (BOCH e NIEPCE, 2007).

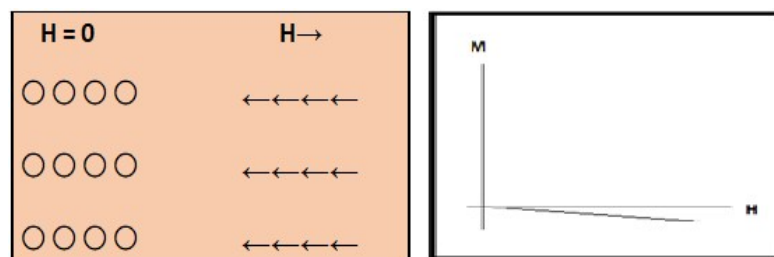
3.6 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

Magnetismo é o fenômeno caracterizado pelo poder de atração e influências que os materiais possuem um sobre o outro. O comportamento dos materiais magnéticos é determinado pela origem de seus dipolos magnéticos e pela natureza de interação entre eles (RIBEIRO, 2000). As fases magnéticas são classificadas de acordo com a origem microscópica de magnetização.

3.6.1 Diamagnetismo

É a forma mais fraca de magnetismo. O magnetismo do material só dura enquanto um campo externo está sendo aplicado (CALLISTER, 2000). É caracterizado por susceptibilidade negativa, da ordem de 10^{-5} , e isto é justificado pela lei de Lenz, que afirma que um circuito submetido a um campo magnético externo variável cria um campo contrário opondo-se a variação deste campo externo (RIBEIRO, 2000). A Figura 7 representa esquematicamente a configuração do dipolo atômico para um material diamagnético. Na ausência de um campo externo não existem dipolos, na presença de um campo, os dipolos estão alinhados em direção oposta ao campo (CALLISTER, 2000).

Figura 7- Configuração do dipolo atômico para um material diamagnético com e sem a presença de um campo magnético externo



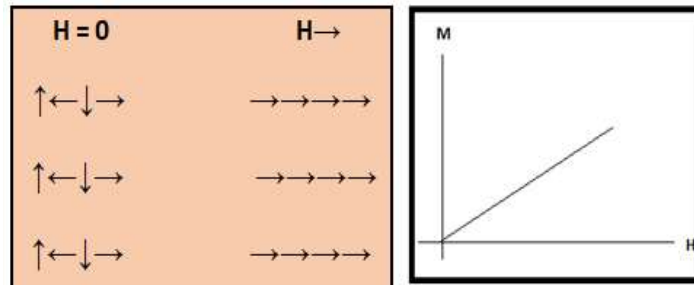
Fonte: Autora, (2021)

3.6.2 Paramagnetismo

É a forma de magnetismo característicos dos materiais que se magnetizam no mesmo sentido do campo aplicado. O material vai exibir a característica de paramagnético quando os seus átomos possuírem elétrons desemparelhados e que na presença de um campo magnético externo, produzirá seu próprio campo

magnéticos (SALMAZZO, 2011). A Figura 8 representa esquematicamente a configuração do dipolo atômico para um material paramagnético.

Figura 8- Configuração do dipolo atômico para um material paramagnético com e sem a presença de um campo magnético externo



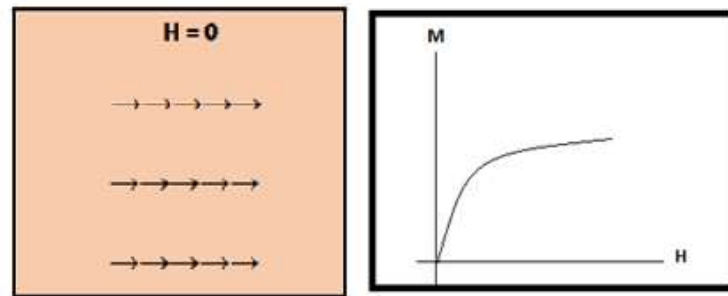
Fonte: Autora, (2021)

3.6.3 Ferromagnetismo

Os materiais ferromagnéticos são materiais que possuem magnetização espontânea, ou seja, mesmo na ausência de um campo externo, podem manter-se magnetizados. Os átomos possuem momentos paralelos alinhados que produzem uma forte magnetização na mesma direção quando um campo é aplicado. A coercividade do material, ou seja, o campo necessário para levar a magnetização do material a zero, é uma das características utilizadas para distinguir os materiais ferromagnéticos, podendo ser classificados em ferromagnéticos duros (os ímãs) e ferromagnéticos doces ou moles (NARANG e PUBBBY, 2020).

Os materiais que possuem uma maior coercividade, em geral uma coercividade maior que 10^4 A/m, sejam duros e os que apresentam uma coercividade mais baixas, geralmente menores que 500 A/m, são os materiais moles ou doces (SINNECKER, 2000). Nos materiais ferromagnéticos os momentos magnéticos de spin líquidos ou globais de átomos alinham-se uns com os outros (CALLISTER, 2000), conforme ilustrado na Figura 9.

Figura 9- Alinhamento mútuo de dipolos atômicos para materiais ferromagnéticos

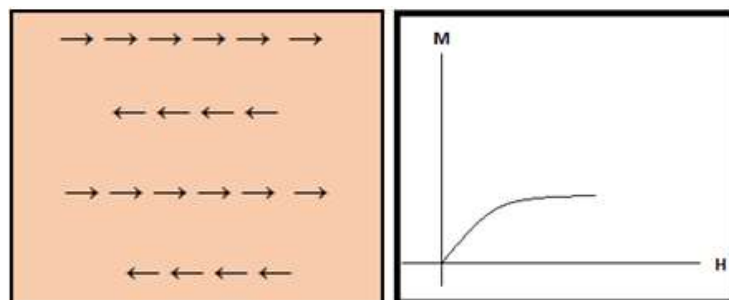


Fonte: Autora, (2021)

3.6.4 Ferrimagnetismo

É uma peculiaridade dos materiais cerâmicos, na qual estas cerâmicas apresentam uma magnetização permanente. O comportamento magnético destes materiais está relacionado ao alinhamento paralelo, onde os momentos magnéticos dos íons vizinhos se alinham em sentidos opostos. As características macroscópicas dos ferromagnéticos e dos ferrimagnéticos são semelhantes, diferindo na fonte dos momentos magnéticos líquidos (CALLISTER, 2000) e na condutividade elétrica que é muito pequena nos materiais ferrimagnéticos, fazendo com que sejam vantajosos em algumas aplicações (FARIA e LIMA, 2005). A Figura 10 representa esquematicamente o alinhamento paralelo dos dipolos atômicos para os materiais ferrimagnéticos.

Figura 10- Alinhamento paralelo de dipolos atômicos para materiais ferrimagnéticos



Fonte: Autora, (2021)

3.7 PLANEJAMENTO FATORIAL

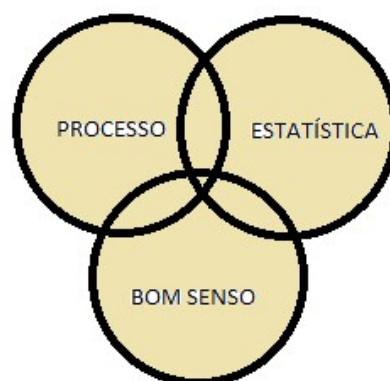
Para otimização dos produtos e processos a um menor tempo e custo, aumentando a produtividade, rendimento e qualidade dos produtos, vários

profissionais de áreas diversas têm buscado técnicas sistemáticas e planejamento estatísticos de experimentos. Assim, para iniciar uma pesquisa científica de qualquer natureza, em que é necessário a variação de parâmetros, é indispensável a utilização de ferramentas que facilitem a interpretação dos resultados e eliminem a necessidade de realizações de muitos experimentos, até chegar ao resultado desejado.

O uso da metodologia estatística se torna eficiente e atinge os objetivos desejados, se haver uma integração entre o processo, a estatística e o bom senso da equipe responsável pelo experimento, da equipe responsável pela montagem dos experimentos e da equipe responsável pela análise estatística e estratégica dos resultados (RODRIGUES e LEMMA, 2009). A Figura 11 esquematiza a integração entre os três atributos necessários para que a utilização da metodologia seja eficiente.

Geralmente só se fala em estatística nas pesquisas científicas, quando o número de informações e parâmetros a serem estudados são muito grandes, porém o mais importante não é apenas a análise dos dados, e sim o planejamento de experimentos em que esses dados devem ser obtidos. Para um bom planejamento é necessário projetar um experimento de forma que ele forneça o tipo de informação que se procura. O experimentador precisa antes de tudo saber quais são os parâmetros que se procura e em seguida utilizar as técnicas que são mais vantajosas para se obter os resultados estatísticos (MARINHO e CASTRO, 2005).

Figura 11- Interação entre o conhecimento do processo, estatística e bom senso



Fonte: Autora, (2021)

Para quem trabalha realizando experimentos o problema mais comum é a determinação da influência de uma ou mais variáveis sobre outra variável de interesse. Numa linguagem utilizada na estatística diz-se que o interesse é descobrir

como a resposta depende dos fatores. Uma quantidade de fatores F_1, F_2, \dots, F_N , atuando sobre o sistema em estudo produz as respostas R_1, R_2 e R_3 , conforme representado na Figura 12 (NETO, et al., 2003).

Dentre as ferramentas disponíveis, o planejamento fatorial é uma ferramenta estatística valiosa para a definição de parâmetros experimentais empregados em pesquisas científicas, devido a sua simplicidade e possibilidade de interpretação dos resultados, considerando todos os parâmetros experimentais envolvidos (COSTA et al., 2006). Este método determina quais fatores têm efeitos relevantes na resposta e, também, como o efeito de um fator varia com os níveis dos outros fatores.

Figura 12- Sistema representado por uma função ligando os fatores (variáveis de entrada) às respostas (variáveis de saída)



Fonte: Adaptado Neto et al., (2003)

O planejamento fatorial tende a ser representado por b^k , sendo que “k” representa o número de fatores e “b”, o número de níveis escolhidos. Segundo esses mesmos autores, o caso mais simplista é aquele em que cada fator “k” está presente em apenas dois níveis (fatorial 2^k). Sendo assim, em um experimento com “k” variáveis e dois níveis, serão realizados $2 \times 2 \times 2$ (k vezes) experimentos. Como nesse trabalho, a representação fatorial mostra que, se forem escolhidos dois níveis diferentes para três variáveis ($2^3 + 3$), a quantidade de experimentos a ser realizados será de oito, mais três que serão considerados os pontos centrais do experimento (PC), que por sua vez serão sinterizadas em ordem aleatória. Isso permite que seja calculada a significância dos efeitos, sendo que essa sequência aleatória permite a construção de intervalos de confiança, já que há uma mudança constante nos valores de entrada, tendo como objetivo diminuir o erro experimental (NEVES et al, 2002).

Os níveis têm, por padrão, a codificação realizada através de (-) e (+), neste tipo de planejamento fatorial, além de zero (0) para o ponto central (PC). Essa atribuição de níveis superiores e inferiores se dá de forma arbitrária, não interferindo na realização ou interpretação dos resultados (NEVES et al, 2002). Os ensaios no ponto central podem fornecer informações muito úteis sobre o comportamento das respostas entre os níveis inicialmente atribuídos aos fatores, além de evidenciar a qualidade da repetibilidade do processo (RODRIGUES e LEMMA, 2009).

Este tipo de planejamento de 2 níveis é bastante utilizado em investigações preliminares, quando se quer saber se determinados fatores têm influência sobre a resposta. São fáceis de executar e depois podem ser ampliados para formar um planejamento mais sofisticado, se for de interesse conhecer melhor a relação entre a resposta e os fatores importantes (NETO, et al., 2003). Além disso, a possibilidade de analisar fatores simultaneamente, a possibilidade de otimizar mais de uma resposta ao mesmo tempo, possibilidade de calcular e avaliar os erros experimentais, podendo assim especificar o nível de confiança estatística e também por ser um processo simples e que depende mais da competência do profissional em sua área de atuação que de seus conhecimentos em estatística (RODRIGUES e LEMMA, 2009).

3.7.1 Conceitos importantes

Para um melhor entendimento das principais ferramentas utilizadas e das respostas obtidas no planejamento experimental é imprescindível a definição de alguns conceitos importantes:

3.7.1.1 Metodologia de superfície de resposta

A metodologia da superfície de resposta (MSR) é uma coleção de técnicas matemáticas e estatísticas que são úteis para modelagem e para a análise de um processo ou sistema no qual a resposta de interesse é influenciada por diversas variáveis. Com essa metodologia, é possível analisar a influência das variáveis independentes e a forma de interação entre elas, como também obter o valor das variáveis dependentes que maximizam os resultados esperados.

A superfície de resposta é a figura obtida quando uma variável de resposta é apresentada graficamente em função de um ou mais fatores do processo. É também

definida como a descrição gráfica do modelo ajustado, bem como a projeção de seus cortes sobre o plano dos fatores gerando curvas de contorno, simplificando assim a interpretação dos resultados (AMARAL et al., 2018). A aplicação prática destas técnicas envolve necessariamente a construção de um modelo de aproximação para a melhor superfície de resposta (GONÇALVES e STURARO, 2010).

3.7.1.2 Anova

A análise de variância é um teste estatístico muito utilizado entre os analistas, que tem como objetivo analisar se existem diferenças significativas entre as médias oriundas de grupos diferentes, conhecidas também por tratamento, baseando-se na hipótese nula (H_0) e na hipótese alternativa (H_1) (PAESE et al., 2001). Uma outra aplicação muito interessante é a verificação da influência dos fatores sobre as variáveis dependentes, podendo estes fatores ser de origem qualitativa ou quantitativa. A hipótese nula afirma que as médias populacionais são todas iguais.

Geralmente, um nível de significância (denotado como α ou alfa) de 0,05 funciona bem. Um nível de significância de 0,05 indica que o risco de se concluir que existe uma diferença, quando, na verdade, não existe nenhuma diferença real, é de 5%. Enquanto a hipótese alternativa afirma que as médias são diferentes, ou seja, uma das variáveis de resposta (tratamentos) testados pelo pesquisador apresentou diferença estatística dos demais (ROCHA e JÚNIOR, 2018).

Para que seja possível a aplicação da ANOVA faz-se necessário observar se cada elemento amostral é independente, se os níveis comparados apresentam a mesma variância e se os erros são independentes e provenientes de uma distribuição normal com média igual a zero e variância constante (ROCHA e JÚNIOR, 2018). Através da análise de variância é possível obter as seguintes informações: Grau de liberdade, soma dos quadrados, quadrado médio, estatística F, valor – p e uma superfície de resposta.

3.7.1.3 Variância

É uma medida de dispersão, que tem o objetivo de analisar a distância que cada valor do conjunto está em relação ao valor da média aritmética, ou seja, quanto menor a variância, significa que os valores estão mais próximos da média. Matematicamente,

a variância pode ser calculada através da soma dos quadrados da diferença entre cada valor e a média aritmética, dividido pela quantidade de elementos observados (WOLFFENBUTTEL, 2006).

3.7.1.4 Desvio padrão

É um parâmetro muito utilizado em estatística que serve para indicar o grau de variação de um conjunto de elementos, ou seja, indica o quanto os valores dos quais se extraiu as médias estão próximos ou distantes da própria média (WOLFFENBUTTEL, 2006).

3.7.1.5 Grau de liberdade

Graus de liberdade são as quantidades de informações que os dados fornecem que se pode “gastar” para estimar os valores de parâmetros populacionais desconhecidos, e calcular a variabilidade do processo, é um número positivo que indica a falta de restrições à capacidade de se calcular fatores ausentes em problemas estatísticos (BROD, 2004).

Pode-se definir grau de liberdade como o número de observações da amostra e o número de parâmetros no modelo que definirão o número de grau de liberdade. Os graus de liberdade são usados com o objetivo de definir o número de quantidades independentes que podem ser atribuídas a uma distribuição estatística (RODRIGUES e LEMMA, 2009). Para obtenção do número do grau de liberdade deve-se subtrair o número de determinações independentes pelo número de parâmetros estatísticos a serem avaliados na população.

3.7.1.6 Coeficiente de determinação (R^2)

O coeficiente de determinação ou coeficiente de determinação múltipla para a regressão múltipla (R^2) é uma medida estatística de quão próximos os dados estão da linha de regressão ajustada. É utilizado para avaliar a qualidade do ajuste do modelo, e indica a eficácia do modelo em explicar os dados coletados, sendo este calculado pela razão entre a soma de quadrados de regressão e a soma de quadrados total. De certa forma, o R^2 mede quanto do erro de previsão é eliminado quando é utilizada a

regressão de mínimos quadrados. O coeficiente de determinação é uma medida descritiva da qualidade do ajuste obtido. Pode-se definir também como a quantidade de variabilidade nos dados que é explicada pelo modelo de regressão ajustado, porém o valor do coeficiente de determinação depende do número de observações (n), e tende a crescer quando n diminui (PAESE et al., 2001).

O R^2 é definido como a porcentagem da variável resposta que é explicada por um modelo linear. Este valor sempre será expresso em porcentagem entre 0% (indica que o modelo não explica nada da variabilidade dos dados de resposta ao redor de sua média) e 100% (indica que o modelo explica toda a variabilidade dos dados de resposta ao redor de sua média) (PAESE et al., 2001).

O coeficiente de determinação também pode ser dito como o quadrado do coeficiente de correlação de Pearson e pode ser chamado simplesmente r^2 . É uma medida da proporção da variabilidade em uma variável que é explicada pela variabilidade da outra. É pouco comum que ter uma correlação perfeita ($r^2 = 1$) na prática, porque existem muitos fatores que determinam as relações entre variáveis na vida real (DANCEY e REIDY, 2005). A equação 1 relaciona o r , que representa o coeficiente de correlação linear para uma amostra e n o número de pares de dados presentes;

$$r = \frac{n\sum xy - (\sum x)(\sum y)}{\sqrt{3n(\sum x^2) - (\sum x)^2} \sqrt{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}}$$

Para COHEN, (1998), valores entre 0,10 e 0,29 podem ser considerados pequenos; escores entre 0,30 e 0,49 podem ser considerados como médios; e valores entre 0,50 e 1 podem ser interpretados como grandes. DANCEY e REIDY, (2005) e DANIEL, (1998), apontam para uma classificação ligeiramente diferente: $r = 0,10$ até $0,30$ (fraco); $r = 0,40$ até $0,6$ (moderado); $r = 0,70$ até 1 (forte). Para as análises das magnitudes das correlações, R^2 recorreu-se aos valores de processados por Cavalcante, (2003), conforme a Tabela 1.

Tabela 1 - Classificação dos valores dos coeficientes de correlação de Pearson (r) e de determinação (r^2)

R	r^2	Classificação
0	0	Nula
0,00... .. 0,30	0,00... .. 0,09	Fraca
0,30... .. 0,60	0,09... .. 0,36	Média
0,60... .. 0,90	0,36... .. 0,81	Forte
0,90... .. 0,99	0,81... .. 0,99	Fortíssima
1	1	Perfeita

Fonte: Oliveira, (2003)

3.7.1.7 Valor-P

O valor-p ou também conhecido como nível descritivo ou probabilidade de significância é o menor nível de significância com que se rejeitaria a hipótese nula, ou seja, quando valor-p é pequeno, isto significa que a probabilidade de se obter um valor da estatística de teste como o observado é muito improvável, levando assim à rejeição da hipótese nula. Para analisar se as diferenças entre as médias são significativas, faz-se necessário a comparação do valor – p com seu nível de significância, na intenção de avaliara a hipótese nula. Se o valor – p for menor ou igual ao nível de significância, a hipótese nula é rejeitada e conclui-se que nem todas as médias da população são iguais. Se o valor - p for maior do que o nível de significância, não se rejeita a hipótese nula que afirma que as médias da população são todos iguais. Em outras palavras o valor-p é a menor escolha que se pode fazer para o nível de significância, de forma que a hipótese nula seja rejeitada (GONÇALVES e STURARO, 2010).

3.7.1.8 Teste F

A estatística F corresponde a razão entre duas variâncias, sendo a variância o quadrado do desvio padrão. Também se baseia na razão de quadrados médios, sendo

simplesmente o quadrado médio uma estimativa da variância populacional que explica os graus de liberdade usados para calcular essa estimativa (PAESE et al., 2001).

O teste F pode ser usado também para testar a significância global de um modelo de regressão, comparar ajustes de diferentes modelos, testar igualdade entre médias e termos de regressão específicos. Quando as observações dentro dos grupos estão próximas da média a variação das amostras são baixas, porém se as observações estiverem longes da média a variação dentro das amostras será maior. Quanto mais dispersas estiverem as observações em relação à média, maior será o valor no denominador da estatística F (RODRIGUES e LEMMA, 2009). Para que a hipótese nula seja rejeitada é necessário um valor F alto.

4. METODOLOGIA

4.1 MATERIAIS

Na síntese por reação de combustão das ferritas de $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ foram utilizados os reagentes conforme descritos na Tabela 2.

Tabela 2: Reagentes utilizados para a obtenção dos pós de ferrita $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$

REAGENTES	FÓRMULA MOLECULAR
NITRATO DE FERRO	$\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$
NITRATO DE COBRE	$\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
NITRATO DE COBALTO	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
UREIA	$\text{Co}(\text{NH}_2)_2$

Fonte: Autora, (2021)

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Síntese por reação de combustão

As quantidades dos reagentes e do combustível foram obtidas por meio da estequiometria da fase de interesse, baseada na teoria dos propelentes e explosivos (JAIN et al., 1981). Os reagentes foram pesados em uma balança semi – analítica, inseridos num béquer e aquecidos a uma temperatura de aproximadamente 600 °C numa resistência elétrica. O pó obtido após a reação de combustão passou por um almofariz e em seguida por duas peneiras, com malhas de 80 e 325 respectivamente, conforme ilustrados na Figura 13.

A síntese por reação de combustão das ferritas Co-Cu ocorreu em um tempo de aproximadamente 3 minutos, apresentando algumas etapas de reações antes da obtenção do pó de ferrita, conforme ilustrado na Figura 14.

Figura 13- Produto – Almofariz - Peneira



Fonte: Leal et al., (2020)

Figura 14- Etapas da Síntese por reação de combustão



Fonte: Autora, (2021)

4.2.2 Compactação das amostras

Após a síntese, as amostras foram compactadas em formato de pastilhas pesando aproximadamente 1 grama, com diâmetro de 12 mm e espessura de 3 mm, por meio de uma prensa hidráulica, recebendo uma carga unidimensional de 2 toneladas durante 2 minutos, adquirindo um formato conforme a Figura 15.

Figura 15- Pastilhas de ferrita Co-Cu compactadas



Fonte: Autora, (2021)

4.2.3 Sinterização das amostras / Planejamento experimental

As sinterizações ocorreram em um forno convencional marca Jung 1400°C modelo 0914. Com a finalidade de otimizar os parâmetros do processo de sinterização: temperatura (T), taxa de aquecimento (Tx) e tempo de exposição das amostras as temperaturas determinadas (t), foi estabelecido um planejamento experimental fatorial, para as sinterizações, em dois níveis com três repetições no ponto central, que está representado na Tabela 3, sendo diferenciados os níveis codificados e reais, representando os níveis mínimos, médios e máximos.

Tabela 3- Níveis reais e codificados dos fatores em estudo: Temperatura (°C), Taxa de aquecimento (°C/min) e Tempo de exposição(h)

Variáveis independentes	Níveis codificados e reais		
	-1	0	+1
Temperatura (°C)	900	1150	1400
Taxa de aquecimento (°C/min)	5	10	15
Tempo (h)	1	2	3

Fonte: Autora, (2021)

A quantidade de ensaios que foram necessários para a realização da pesquisa, bem como os parâmetros (temperatura, taxa de aquecimento e tempo de exposição) que foram variados para o estudo das características microestruturais e magnéticas das ferritas $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$, foram reunidas na matriz de planejamento experimental apresentada na Tabela 4.

Tabela 4: Matriz de planejamento experimental 2³ mais a tréplica do ponto central

Experimento	Amostra	Tempo de exposição (h)	Temperatura (°C)	Taxa de Aquecimento (°C/min)
1	AM 1	1	900	5
2	AM 2	3	900	5
3	AM 3	1	1400	5
4	AM 4	3	1400	5
5	AM 5	1	900	15
6	AM 6	3	900	15
7	AM 7	1	1400	15
8	AM 8	3	1400	15
9	AM 9	2	1150	10
10	AM 10	2	1150	10
11	AM 11	2	1150	10

Fonte: Autora, (2021)

Foi utilizado o planejamento fatorial 2^k para elaboração da matriz e o tratamento dos dados foi realizado e através do software STATISTICA RELEASE 7.

4.2.4 Caracterizações

4.2.4.1 Medidas físicas

Para o cálculo da densidade a verde (g/cm³) e da densidade geométrica foi utilizado o cálculo da densidade geométrica (g/cm³), conforme a Equação 2:

$$D = \frac{m}{V} \quad (2)$$

Em que:

D é a densidade (g/cm³)

M é a massa da amostra (g)

V é o volume (cm³)

Após a sinterização a densidade foi calculada utilizando a fórmula da densidade geométrica, e também pela fórmula da densidade aparente (Da), levando em consideração o princípio de Arquimedes conforme a Equação 3:

$$Da = \frac{ms}{(mu - mi)} \times D$$

(3)

Em que:

Da é a densidade aparente (g/cm³)

D é a densidade da água (g/cm³)

ms é a massa seca da amostra (g)

mu é a massa úmida da amostra (g) após a amostra ter sido imersa em água durante 24 horas

mi é a massa da amostra (g) imersa em água

Foi possível calcular também através deste método a porosidade aparente (Pa), conforme a Equação 4.

$$Pa = \frac{(mu - ms)}{(mu - mi)} \times 100\%$$

(4)

Em que:

Pa é a porosidade aparente

ms é a massa seca da amostra (g)

mu é a massa úmida da amostra (g) após a amostra ter sido imersa em água durante 24 horas

mi é a massa da amostra imersa em água (g)

4.2.4.2 Difração de Raios – X (DRX)

A difração de raios-X foi feita em um difratômetro de raios X BRUKER modelo D2 Phaser, (radiação Cu K) e tensão 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-se a equação de Scherrer. A cristalinidade foi determinada a partir da razão entre a área integrada do pico referente à fase cristalina e a área referente à fração amorfa.

4.2.4.3 Microscopia Eletrônica de Varredura - (MEV)

Foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura para produzir imagens de alta resolução da superfície da amostra para análise dos aspectos morfológicos das microestruturas das ferritas Co-Cu. Foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura, marca OXFORD INSTRUMENT, modelo TESCAN VEJA 3, com resolução de 1,2 a 2nm, a 30 Kev. Os espectros com o mapeamento dos elementos químicos que compõem a estequiometria das amostras foram obtidos por EDS acoplado ao MEV.

4.2.4.4 Caracterização Magnética

Através da caracterização por medidas magnéticas nas amostras, foram obtidos os valores de alguns parâmetros magnéticos, como: A coercividade (H_c), magnetização remanente (M_r), magnetização de saturação (M_s), permeabilidade inicial e as perdas por histerese a partir da medição da área da curva de histerese ($M \times H$). A magnetização de saturação foi definida fazendo um *fitting* dos dados do campo aplicado para a função $\sigma = \sigma_s (1 - \alpha / H)$, sendo σ a magnetização, σ_s a magnetização de saturação, α o parâmetro do *fitting* e H o campo aplicado. Os ciclos de histerese magnética foram obtidos por um magnetômetro Microsense modelo AV7, com sensibilidade 10^{-6} emu em temperatura ambiente.

A Figura 16 ilustra esquematicamente através de um fluxograma o passo a passo para a obtenção das ferritas, preparação das amostras, caracterizações e análise dos resultados.

Figura 16: Fluxograma do processo de obtenção das amostras de ferritas Co-Cu



Fonte: Autora, (2021)

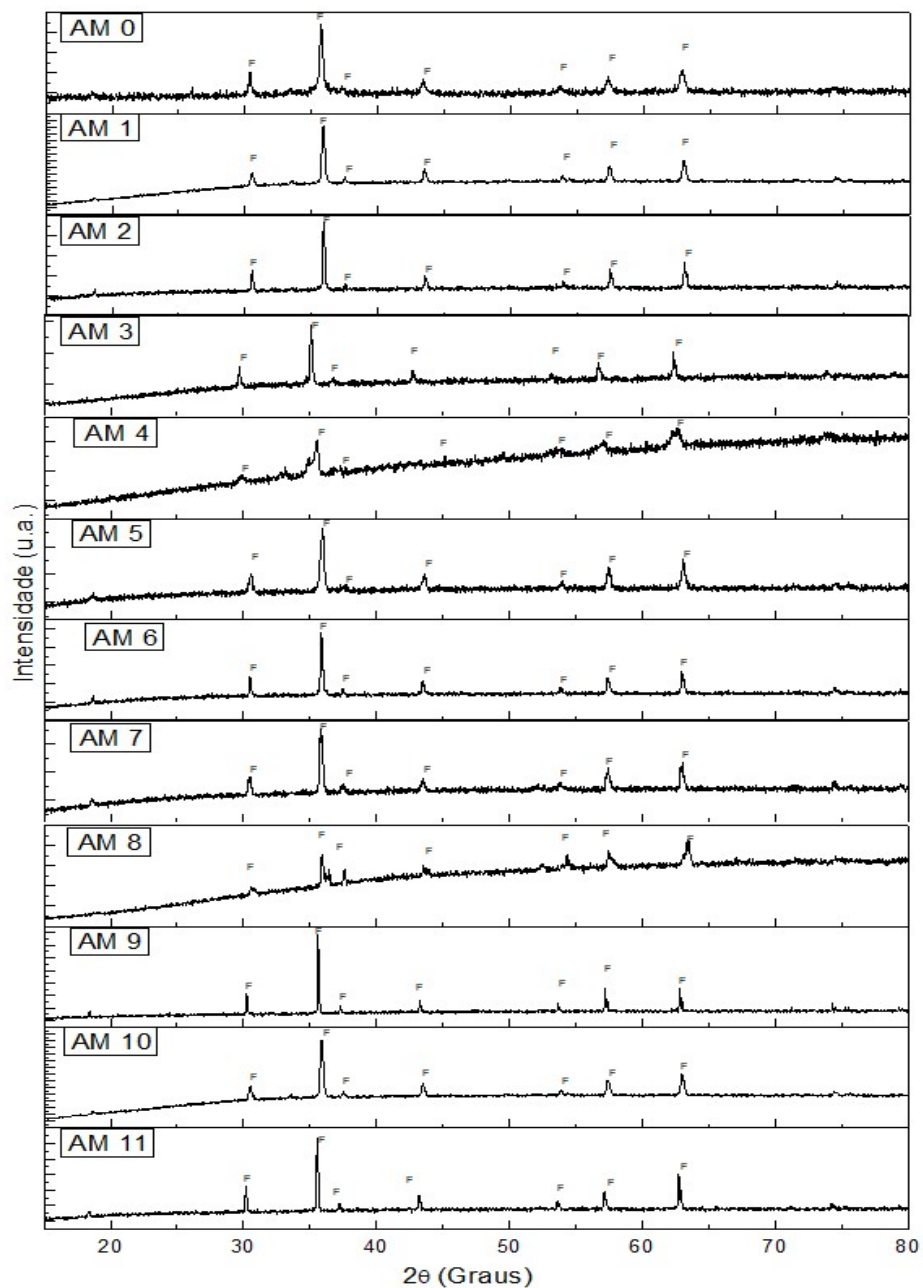
1- Reagentes utilizados na reação; 2- Balança utilizada para pesar os reagentes; 3- Mistura dos reagentes; 4- Reação por combustão; 5- Pó de ferrita; 6- Almofariz; 7- Peneiras; 8- Ferrita peneirada; 9- Amostra compactada; 10- Sinterização; 11- Caracterizações; 12- Planejamento fatorial;

5 RESULTADOS

5.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS-X (DRX)

A Figura 17 exibe os difratogramas de raios X das amostras de ferritas de $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$, sinterizadas em forno convencional nas condições conforme a matriz de planejamento apresentada na Tabela 3.

Figura 17- Difratogramas de Raios X de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento



Fonte: Autora, (2021)

De forma geral, a partir dos difratogramas de raios-X, em todas as amostras foi observada a formação da fase de $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$, identificadas através da ficha padrão JCPDF 65-0376 (anexo 1), indicando que a técnica de síntese utilizada foi eficiente na obtenção do produto desejado. Comparando a amostra que não foi sinterizada (AM 0) com as demais sinterizadas, foi possível observar que a temperatura de sinterização favoreceu a obtenção de difratogramas com picos bem mais definidos, demonstrando um possível aumento dos valores de cristalinidade. Na Tabela 5 estão detalhados os dados estruturais obtidos a partir dos resultados de DRX para todas as amostras.

Tabela 5- Valores do tamanho de cristalito e Cristalinidade de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento

Amostras	Tamanho de Cristalito (nm)	Cristalinidade (%)
AM 0	30,2	56,9
AM 1	50,5	84,1
AM 2	45,5	84,8
AM 3	43,2	87,6
AM 4	32,4	76,7
AM 5	50,4	85,1
AM 6	53,3	86,6
AM 7	38,7	88,3
AM 8	60	80,3
AM 9	60,2	80,8
AM 10	70,7	85,8
AM 11	65,2	79,2

Fonte: Autora, (2021)

A partir dos valores dos tamanhos de cristalitos e cristalinidade para a amostra não sinterizada (AM 0) observou-se que a mesma apresentou um menor tamanho de cristalito e menor cristalinidade quando comparado as demais amostras sinterizadas. Esse comportamento já era esperado devido a influência do tratamento térmico nas características estruturais dos materiais cerâmicos avançados.

SALOMÃO (2017), observou a influência do tratamento térmico na cristalinidade de cerâmicas avançadas a base de titânio e constatou um

comportamento semelhante, onde à medida que a temperatura do tratamento térmico aumentou, a amostra ficou mais cristalina, mais organizada e com poucas vacâncias de oxigênio.

Azevedo et al. (2015), também observaram um comportamento semelhante ao analisar o efeito da temperatura em processos de sinterização de pós de hidroxiapatita. Perceberam um aumento de 73% da cristalinidade da amostra levando em consideração a comparação feita entre a amostra a verde e a amostra sinterizada a 1000°C por uma hora.

Dutra et al. (2018), afirmaram que o aumento do tamanho do cristalito deve-se ao aumento da temperatura, uma vez que a mesma atua como força motriz de coalescência e crescimento de partículas, podendo assim justificar o menor tamanho de cristalito da amostra que não passou pelo tratamento térmico.

As três amostras sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento (AM 9, AM 10 e AM 11) apresentaram valores de tamanho de cristalitos e cristalinidade semelhantes. Este comportamento demonstrou uma uniformidade da estrutura mesmo sendo sinterizadas de forma aleatória, evitando assim os erros sistemáticos.

As amostras sinterizadas a 900°C, variando as taxas de aquecimento entre 5 e 15°C/min, fixando o tempo em 1 hora (AM 1 e AM 5), não apresentaram diferença significativa em seu tamanho de cristalito e valores de cristalinidade, demonstrando que o efeito da variação da taxa de aquecimento não provocou alterações significativas nas características estruturais das amostras sinterizadas nesta temperatura. Comparando com as amostras que foram sinterizadas a 1400°C, também em taxas de aquecimento diferentes (5 e 15°C/min), fixando o tempo em 1 hora (AM 3 e AM 7), observou-se uma relação inversamente proporcional entre o tamanho de cristalito e a taxa de aquecimento, ou seja, quanto maior a taxa de aquecimento menor o tamanho do cristalito, com uma diferença de aproximadamente 10,4%. A cristalinidade das amostras AM 3 e AM7 se manteve praticamente sem variações.

Já as amostras sinterizadas nas temperaturas de 900°C (AM 2 e AM 6) e a 1400°C (AM 4 e AM 8), variando as taxas de aquecimento (5 e 15°C/min) e fixando o tempo de exposição em 3 horas, apresentaram um comportamento diferente do qual foi observado anteriormente no tempo de 1 hora. Observou-se um comportamento diretamente proporcional entre a taxa de aquecimento e o tamanho do cristalito, ou seja, as amostras sinterizadas a uma maior taxa de aquecimento apresentaram um

maior tamanho de cristalito. A diferença entre os tamanhos do cristalito para as amostras sinterizadas a 900°C foi de 14% (AM 2 e AM 6) e 46% para as amostras sinterizadas a 1400°C (AM4 e AM 8), mostrando assim o efeito do tempo e temperatura de exposição no crescimento do cristalito.

Castro et al. (2014), observaram um comportamento semelhante quando estudaram a microestrutura e propriedades magnéticas de hexaferrita de bário dopada com cromo, onde, quanto menor foi o tempo de exposição menor o tamanho do cristalito, podendo este comportamento ser explicado pelo fato de que para ocorrer o crescimento do cristalito é necessário que aconteça um maior fornecimento de energia seja através do tempo ou da temperatura, processo este que acontece durante a sinterização, que é um processo termicamente ativado, sendo assim, altos valores de temperatura e tempo de exposição são fatores importantes e primordiais no crescimento do cristalito e aumento da cristalinidade.

5.2 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

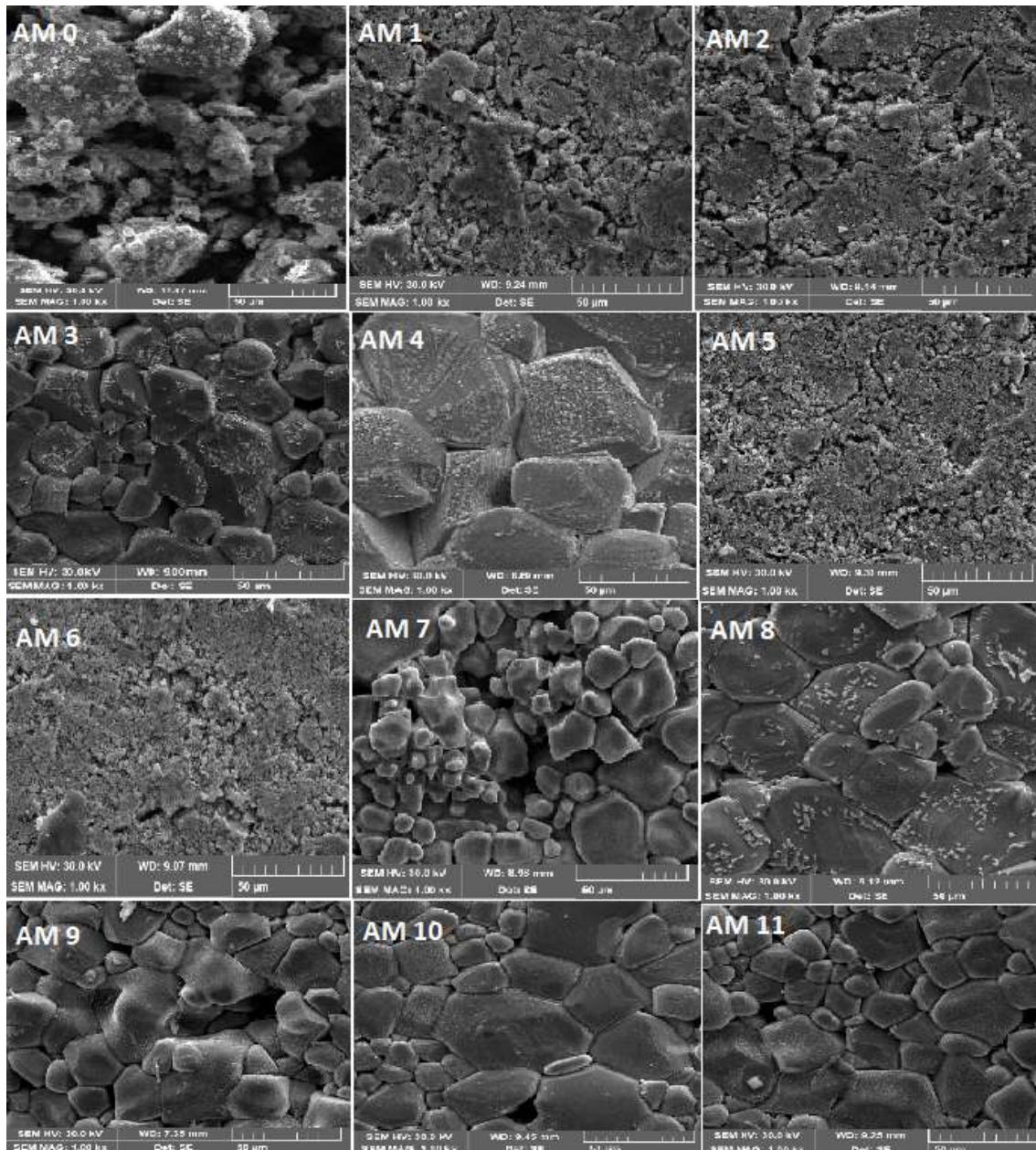
Na figura 20 estão ilustradas as microestruturas das amostras de ferritas de $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$, sinterizadas em forno convencional nas temperaturas de 900°C, 1150°C e 1400°C, tempo de exposição de 1h, 2h e 3h e taxa de aquecimento de 5°C/min, 10 °C/min e 15 °C/min, conforme a matriz de planejamento apresentada na Tabela 3.

De modo geral a partir da Figura 18, observa-se uma microestrutura homogênea, com grãos em sua maioria de formato arredondado e a presença de poros intergranulares, para todas as amostras. Em relação a amostra antes da sinterização (AM0) pode-se observar uma microestrutura com aglomerados e com presença de poros, esta porosidade possivelmente foi atribuída à liberação de gases durante a síntese por reação de combustão, proporcionada pelo combustível na reação.

Observando as amostras AM 3, AM4, AM 7 e AM 8, todas sinterizadas a 1400°C e taxa de aquecimento e tempos de exposição variados, foi possível observar que as mesmas apresentaram uma microestrutura mais densa, com aspecto menos poroso e com tamanhos de grãos maiores quando comparadas as amostras sinterizadas a 900°C, nas mesmas taxas de aquecimento e tempo de exposição (AM1, AM 2, AM 5 e AM 6). A presença dos poros foi bem mais evidenciada nas amostras sinterizadas

em menor temperatura. Este comportamento é justificado pelo fato de que para que ocorra a eliminação dos poros e a densificação, faz-se necessário que as amostras sejam submetidas a um tratamento térmico de sinterização, a partir do qual os átomos apresentam certa mobilidade que é intensificada de forma diretamente proporcional a temperatura, ou seja, quanto mais tempo o material é submetido a elevadas temperaturas, maior a mobilidade dos átomos e conseqüentemente mais poros eliminados (RAHAMAN, 2003).

Figura 18- Microscopia eletrônica de varredura de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento (aumento de 1000 x)



Fonte: Autora, (2021)

As amostras sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento (AM9, AM10 e AM11) apresentaram uma morfologia com aspectos parecidos, contornos de grão bem definidos, uma microestrutura densa e quase isenta de porosidades, quando comparadas as demais amostras sinterizadas em diferentes parâmetros, revelando assim que os parâmetros de sinterização do ponto central foram favoráveis para obtenção de uma microestrutura homogênea. Além disso, com a homogeneidade dos grãos formados, sugere-se alta confiabilidade e reprodutibilidade dos ensaios.

5.3 ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA (EDS)

Os valores expressos na Tabela 6, são referentes aos valores teóricos, cálculos demonstrados no apêndice C, e experimentais, gráficos das composições expostos no apêndice B, da análise semiquantitativa dos óxidos presentes nas composições da ferrita Co-Cu. A partir da Tabela 6, pode ser observado que os valores experimentais variaram em relação aos valores teóricos, podendo esta diferença ser justificada pelos 2% de impurezas contidos nos reagentes utilizados na síntese.

Mediante as micrografias obtidas a partir do mapeamento realizado por EDS acoplado ao MEV das amostras (Apêndice B), foi possível verificar que a concentração do ferro foi maior em todas as amostras, comprovando que a ferrita é constituída em sua maioria por óxidos a base de ferro, resultado que está em concordância com o teor de óxido de ferro (Fe_2O_3) identificado na amostra, cujo percentual teórico é de 78,94% e o valor máximo experimental obtido pelo EDX é de 82,5%.

De acordo com a Tabela 6, foi possível analisar que a concentração de CoO , sofreu uma variação máxima de 3,73% para a amostra sinterizada a 1400°C por 3 horas de exposição e $15^\circ\text{C}/\text{min}$ (AM 8). Para o Fe_2O_3 observou-se uma variação máxima de 6,14%, para a amostra sinterizada a 900°C , 1 hora e $15^\circ\text{C}/\text{min}$ (AM 5). Para o CuO a variação máxima foi de 4,13% para a amostra sinterizada a 900°C , 1 hora e $15^\circ\text{C}/\text{min}$ (AM 5).

Tabela 6 - Valores teóricos e experimentais da composição química de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento

AMOSTRAS	Fe₂O₃ (%)	CoO (%)	CuO (%)
TEÓRICO	78,94	9,17	11,87
AM 0	*E - 77,7 *D - 1,24	E - 12,7 D - 3,53	E - 9,6 D - 2,27
AM 1	E - 74,7 D - 4,24	E - 10,1 D - 0,93	E - 15,3 D - 3,43
AM 2	E - 72,9 D - 6,04	E - 8,4 D - 0,77	E - 14 D - 2,13
AM 3	E - 77,2 D - 1,74	E - 8,8 D - 0,37	E - 10,4 D - 1,47
AM 4	E - 82,5 D - 3,56	E - 9,5 D - 0,33	E - 8,0 D - 3,87
AM 5	E - 72,8 D - 6,14	E - 11,2 D - 2,03	E - 16,0 D - 4,13
AM 6	E - 73,8 D - 5,14	E - 10,5 D - 1,33	E - 15,7 D - 3,83
AM 7	E - 75,4 D - 3,54	E - 10,4 D - 1,23	E - 14,1 D - 2,23
AM 8	E - 77,9 D - 1,04	E - 12,9 D - 3,73	E - 9,3 D - 2,57
AM 9	E - 76,8 D - 2,14	E - 9,6 D - 0,43	E - 13,6 D - 1,73
AM 10	E - 76,4 D - 2,54	E - 9,2 D - 0,03	E - 14,5 D - 2,63
AM 11	E - 76,3 D - 2,64	E - 10,0 D - 0,83	E - 13,6 D - 1,73

*E – Experimental; *D – Diferença do valor experimental em relação ao valor teórico;

Fonte: Autora, (2021)

5.4 MEDIDAS FÍSICAS

Na Tabela 7 são exibidos os valores de densidade a verde (Dv), densidade geométrica (Dg), densidade aparente (Da), porosidade aparente (Pa), densidades relativas (Dv/Dt, Dg/Dt e Da/Dt) e retração das amostras de ferritas de $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$, sinterizadas em forno convencional nas temperaturas de 900°C, 1150°C e 1400°C, tempo de exposição de 1h, 2h e 3h e taxa de aquecimento de 5°C/min, 10 °C/min e 15 °C/min, conforme a matriz de planejamento apresentada na Tabela 7.

Tabela 7: Medidas físicas das amostras sinterizadas conforme a matriz de planeamento

$\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$	Dv (g/cm ³)	Dv/Dt (%)	Dg (g/cm ³)	Dg/Dt (%)	Da (g/cm ³)	Da/Dt (%)	Pa (%)	Retração (%)
AM 1	2,76	51,8	2,73	51,24	3,09	58	40,8	9
AM 2	2,85	53,49	2,81	52,74	3,03	56,87	38,62	11
AM 3	2,71	50,86	2,56	48,05	3,32	62,31	13,06	26
AM 4	2,89	54,24	2,65	49,74	3,62	67,94	4,1	32
AM 5	2,79	52,36	2,73	51,24	3,00	56,31	36,54	6
AM 6	2,72	51,05	2,68	50,3	2,99	56,12	43,38	8
AM 7	2,87	53,87	2,63	49,36	3,28	61,56	20,31	17
AM 8	2,81	52,74	3,04	57,06	3,35	62,88	17,07	30
AM 9	2,61	48,98	3,49	65,5	3,73	70	11,81	27
AM 10	2,7	50,68	3,62	67,94	3,94	73,94	7,98	27
AM 11	2,83	51,61	3,34	64,38	3,62	67,94	11,15	25

Densidade Teórica (Dt) = 5.328 g/cm³ (JCPDF 65-0376)

Fonte: Autora, (2021)

De acordo com a Tabela 7 observa-se uma variação insignificante nos valores de densidade antes da sinterização (DV) para todas as amostras. Comparando o resultado da amostra que apresentou maior e menor densidade a verde, (AM 4 e AM 9, respectivamente), a diferença da densidade relativa foi de apenas 5,96%, sendo assim um valor considerado irrelevante. Esta pequena variação pode ser justificada pelo fato das amostras terem sido compactadas uniformemente.

Para os valores de densidade geométrica das amostras após sinterização (DG), observou-se que as amostras (AM 9, AM 10 e AM 11), sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento (1150°C; 10°C/min e 2 h) apresentaram os maiores valores, quando comparadas as demais amostras. Este comportamento está de acordo com os aspectos morfológicos observados pelo MEV, em que essas amostras apresentaram um aspecto denso e com pequenas quantidades de poros.

Fixando o tempo em 1 hora, observou-se que as amostras sinterizadas a 900°C (AM 1 e AM 5), apresentaram um mesmo valor de densidade geométrica e consequentemente um mesmo valor de densidade relativa, mesmo tendo sido sinterizadas a diferentes taxas de aquecimento. Um comportamento semelhante a este foi observado nos resultados de DRX, onde as amostras AM 1 e AM 5 não apresentaram diferenças significativas nos tamanhos de cristalito e valores de

cristalinidade, confirmando assim que a sinterização nestes parâmetros proporcionou as estas amostras um comportamento similar.

Enquanto as amostras sinterizadas a 1400°C (AM 3 e AM 7) no mesmo tempo de 1 hora, apresentaram diferentes valores de densidade geométrica relativa, sendo a relação entre taxa de aquecimento e a densidade geométrica inversamente proporcional, ou seja, a amostra sinterizada na maior taxa de aquecimento, 15°C/min, (AM 7), apresentou um valor menor de densidade geométrica que a amostra sinterizada na menor taxa de aquecimento 5°C/min, (AM 3), contudo esta diferença pode ser considerada insignificante (aproximadamente 1,3%). Correlacionando estes resultados com os resultados de DRX, observou-se que estas amostras apresentaram também uma relação inversamente proporcionais entre a taxa de aquecimento e o tamanho do cristalito, concluindo assim que nestes parâmetros de sinterização os valores de densidade geométrica, densidade relativa e tamanho de cristalito são inversamente proporcional a taxa de aquecimento.

Fixando um tempo de 3 horas, foi possível analisar que as amostras sinterizadas a 900°C (AM 2 e AM 6), sofreram uma redução insignificante no valor da densidade geométrica relativa em cerca de 2,44% quando sinterizada na maior taxa de aquecimento, 15°C/min, revelando assim uma relação inversamente proporcional entre a taxa de aquecimento e a densidade geométrica.

Fixando ainda o tempo em 3 horas, foi possível comparar as amostras sinterizadas em 1400°C (AM 8 e AM 4), observando assim que mesmo tendo sido sinterizadas na mesma temperatura e tempo de exposição, a amostra sinterizada na menor taxa de aquecimento (AM 4), apresentou um valor inferior de densidade geométrica relativa em cerca de 7,32%, revelando assim um comportamento diretamente proporcional entre a taxa de aquecimento e a densidade geométrica, quando a temperatura foi 1400°C.

Foi então constatado que para todas as amostras sinterizadas a 1400°, ou seja, em temperaturas de sinterização mais altas, o parâmetro da taxa de aquecimento é preponderante para o aumento do valor da densidade geométrica, enquanto que a baixas temperaturas de sinterização, o efeito inverso é observado.

No mesmo tempo de 3 horas observou-se que a amostra sinterizada nas condições máximas (3h, 15°C/min e 1400°C), AM 8, apresentou um maior valor de densidade geométrica e conseqüentemente um maior valor de densidade relativa, quando comparadas com as demais amostras sinterizadas neste mesmo tempo.

Roca et al. (2013), ao estudarem a influência dos parâmetros de processamento e sinterização sobre o controle dimensional das ferritas à base de alumina, constataram que a maior temperatura de sinterização levou a maiores valores de densidade das amostras e menores valores de porosidade. Eles relacionaram este comportamento ao fato de a sinterização ser um processo termicamente ativado, em que ocorre a redução da energia livre de superfície do sistema, atingindo um estado de menor energia livre acompanhada pela diminuição das interfaces das micropartículas sólidas compactadas. O aumento dimensional dos grãos substitui as interfaces gás-sólido por outras sólido-sólido de energia menor, aumentando assim a densidade.

Para todas as amostras, os valores das densidades aparentes foram elevados quando comparados aos valores das densidades geométricas. Isto é explicado pelo fato de que para o cálculo da densidade aparente é utilizado o princípio de Arquimedes sendo assim possível obter uma maior precisão nos resultados. A amostra que exibiu o aumento mais significativo entre o valor da densidade geométrica e da densidade aparente foi a AM 4, apresentando acréscimo em cerca de 26% do valor da densidade geométrica para a densidade aparente.

Em relação a porosidade aparente a amostra que apresentou menor valor foi a amostra AM 4 (sinterizada a 1400°C, 3 h e 5°C/min), seguida das amostras sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento (AM 9, AM 10 e AM 11). Taxas de aquecimento e temperaturas de sinterização adequadas influenciam diretamente na porosidade da amostra, de modo que estes parâmetros devem garantir a permanência dos poros próximos aos contornos dos grãos, pois estes atuam como aniquiladores de vacâncias, evitando o fluxo de massa entre os poros, portanto é importante que os poros possuam mobilidade compatível com os contornos de grãos durante o estágio de crescimento de grão (MESQUITA et al, 2008).

As amostras sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento (2 h, 10°C/min e 1150 °C), AM9, AM 10 e AM 11, apresentaram maiores valores de densidade aparente, e valores relativamente menores de porosidade aparente quando comparadas as demais amostras, mostrando assim que é possível alcançar valores satisfatórios de densidade aparente, mesmo com uma temperatura, tempo e taxa de aquecimento medianos.

Os valores de retração justificam os valores de densidade das amostras, quando as amostras sinterizadas na maior temperatura e maior tempo de exposição apresentaram maior valor de retração e conseqüentemente altos valores de

densidade aparente, seguidas das amostras sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento que apresentaram também altos valores de retração e de densidade aparente. Este comportamento é justificado pelo fato de que após a sinterização em elevadas temperaturas, o sistema de partículas sofre modificações reduzindo conseqüentemente a porosidade chegando a um estado de densificação, fazendo assim com que a amostra sofra uma retração, chamada também de retração de queima do material.

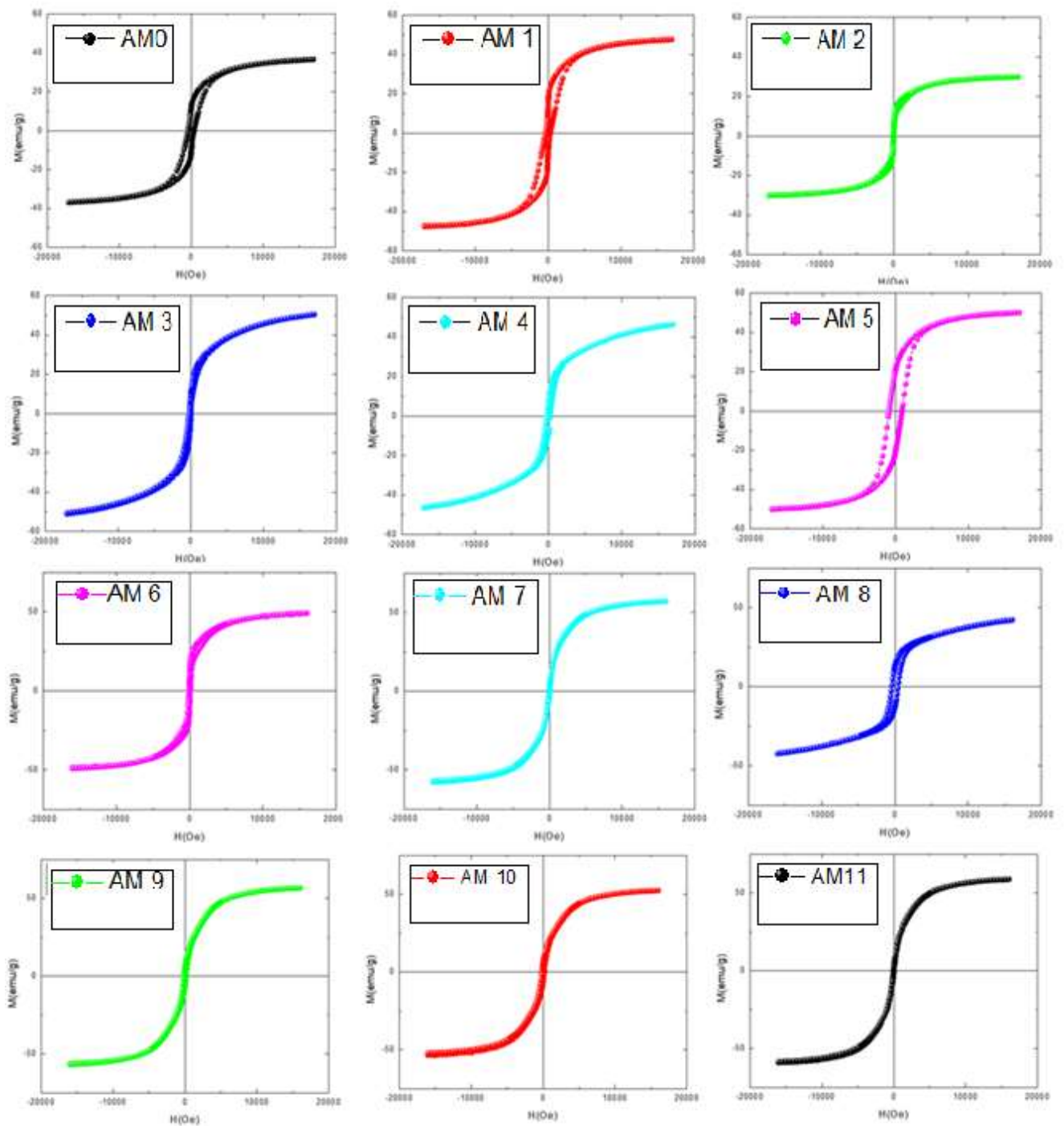
5.5 MEDIDAS MAGNÉTICAS

A Figura 19 ilustra a dependência da magnetização de saturação (M_s) em função do campo magnético aplicado (H) das amostras de ferrita com composição $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sinterizadas a 900, 1150 e 1400°C por um tempo de exposição de 1, 2 e 3 horas, com taxa de aquecimento de 5, 10 e 15°C/min.

Pode-se observar de modo geral, que as amostras apresentaram curvas de histerese estreitas, sendo este um comportamento característico de um material magneticamente mole, ou seja, que não apresenta resistência para magnetizar e desmagnetizar, mesmo as ferritas de cobalto sendo classificadas como um material magneticamente duro. Este comportamento pode ser explicado devido a dopagem com cobre, o que tornou a ferrita de cobalto um material magneticamente mole. TORQUATO et al, 2008, verificaram um comportamento semelhante ao estudar a microestrutura e as propriedades magnéticas das ferritas Ni-Zn dopadas com cobre, concluindo que o aumento da concentração de cobre nestas ferritas favoreceu a produção de dispositivos magneticamente moles ou de alta permeabilidade.

Através das curvas de histerese $M \times H$, foram analisados os valores de magnetização de saturação (M_S), coercividade (H_C) e a magnetização remanescente (M_R). A magnetização de saturação foi determinada fazendo *fitting* dos dados do campo aplicado para a função $M = M_S (1 - \alpha/H)$, onde M é a magnetização, M_S é a magnetização de saturação, α é o parâmetro de ajuste e H é o campo aplicado.

Figura 19- Curvas de histerese de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento



Fonte: Autora, (2021)

A Tabela 8 expõe os valores de magnetização de saturação, magnetização remanescente e coercividade de todas as amostras extraídos a partir das curvas de histerese

Tabela 8 - Parâmetros de histerese de todas as amostras sinterizadas conforme a matriz de planejamento

Co_{0,5}Cu_{0,5}Fe₂O₄	Ms (emu/g)	Mr (emu/g)	Hc (Oe)
AM 1	47,61	13,29	256
AM 2	29,91	10,21	12,4
AM 3	50,42	9,44	16,7
AM 4	46,37	6,26	195,6
AM 5	50,08	20,94	843,6
AM 6	49,12	6,49	50,9
AM 7	57,2	2,62	8,7
AM 8	42,19	13	395,0
AM 9	56,6	5,58	138,4
AM 10	52,4	5,02	138,0
AM 11	58,79	6,87	13,3

Fonte: Autora, (2021)

Conforme os resultados da Tabela 8, pode-se observar que a amostras sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento (AM 9, AM 10 e AM 11) apresentaram maiores valores de magnetização de saturação, sendo AM 11, amostra com o maior valor. Este valor é muito próximo da amostra AM 7, sinterizada a 1400°C, 1h e 15°C/min, levando em consideração todas as amostras estudadas. As amostras sinterizadas no ponto central também apresentaram os maiores valores de densidade aparente, menores valores de porosidade aparente e maiores valores do tamanho de cristalito, justificando assim seu maior valor de magnetização de saturação.

Fixando o tempo em 1 hora, foi possível observar que a amostra sinterizada a 1400°C e 15°C/min, AM 7, apresentou um maior valor de magnetização de saturação, quando comparada as demais amostras sinterizadas no mesmo tempo. Quando fixado o tempo em 3 horas, foi possível observar que para as amostras sinterizadas a 1400°C e diferentes taxas de aquecimento, AM 4 e AM 8, houve uma redução da magnetização de saturação quando comparado ao menor tempo de exposição.

Em relação as amostras sinterizadas a 900°C em 3 horas a amostra sinterizada na maior taxa de aquecimento, (AM 6), apresentou um maior valor de magnetização de saturação quando comparada com a amostra sinterizada a 5 °C/min, (AM 2) que apresentou um valor baixo de magnetização de saturação, revelando

assim que nesta condição, a taxa de aquecimento influenciou para o aumento do valor de magnetização de saturação, indicando assim que a temperatura é um fator preponderante para o aumento da magnetização de saturação.

De modo geral conforme observado na Tabela 8, as amostras apresentaram um baixo valor de coercividade para todas as amostras e apresentaram também um baixo valor de magnetização remanescente. Este comportamento é típico de um material magnético mole.

5.6 PLANEJAMENTO FATORIAL

Para análise dos fatores que mais influenciaram na magnetização de saturação das ferritas de cobalto dopadas com cobre, foi utilizado a ANOVA e a Metodologia de Superfície de Resposta (MSR), obtidos a partir do planejamento experimental fatorial.

5.6.1 Análise de Variância (ANOVA)

As análises de variância (ANOVA) das variáveis avaliadas neste estudo estão apresentadas nas Tabelas 9, 10 e 11.

5.6.1.1 Efeito das variáveis do processo sobre a magnetização de saturação

A Tabela 9 mostra os dados resultantes da análise de variância (ANOVA) para a magnetização de saturação. Pode-se observar que os modelos obtidos apresentaram um coeficiente de determinação (R^2) igual a 53% das variações obtidas, este valor indica o quanto as variáveis conseguem explicar os modelos entre si.

De acordo com Cohen, (1998) e Dancey e Reidy, (2005), este valor é considerado mediano quando deseja-se assegurar o nível de significância de um modelo estatístico, porém mesmo diante de um nível de significância mediano, o modelo atendeu as necessidades do estudo, pois trata-se de um modelo de previsão, no qual foi possível analisar que a variável de entrada temperatura foi o fator que mais influenciou na magnetização de saturação. O que comprova todos os indicadores do efeito preponderante da temperatura no comportamento das amostras discutidos nos resultados reportados anteriormente.

O teste p confirma que a variável temperatura foi estatisticamente significativa por apresentar um valor menor que 0,05 (FERREIRA e PATINO, 2015). O tempo e a

taxa de aquecimento não foram significativos, porém não podem ser descartados, pois quando relacionados a outros fatores, como a temperatura, em diferentes níveis, apresentaram influência no aumento da magnetização de saturação das amostras.

Tabela 9 - Resultado da ANOVA para magnetização de saturação

Fator	SQ	GL	MQ	F	P
Temperatura	47,3364	1	47,3364	0,617935	0,045877
Tempo	177,8498	1	177,8498	2,32167	0,202257
Taxa de aquecimento	73,6898	1	73,6898	0,961955	0,382226
1*2	0,02	1	0,02	0,000261	0,987882
1*3	45,5058	1	45,5058	0,594038	0,483861
2*3	4,1761	1	4,1761	0,054515	0,826848
Falta de ajuste	285,3276	2	142,6638	13,52943	0,068826
Erro puro	21,0894	2	10,5447		
Total	654,9949	10			
R ²	0,53218				
R ² (ajustado)	0,48955				
MQ (residual)	76,6				

SQ: Soma quadrática; MQ: média quadrática; GL: Grau de liberdade; F: Teste F; p: p valor; 1: Temperatura; 2: Tempo de exposição; 3: Taxa de aquecimento;

Fonte: Autora, (2021)

5.6.1.2 Efeito das variáveis do processo sobre a densidade aparente

A Tabela 10 mostra os dados resultantes da análise de variância (ANOVA), para a densidade aparente (D_a). Pode-se concluir observando os dados da Tabela 10 que os modelos apresentados têm um coeficiente de determinação (R^2) igual a 72% das variações obtidas.

Através do teste p foi possível perceber que a variável temperatura foi mais significativa na obtenção de uma alta densidade aparente. Da mesma forma que para a magnetização de saturação, os fatores taxa de aquecimento e tempo não foram os fatores mais relevantes, porém não podem ser desprezados no estudo da densidade aparente.

Tabela 10 - Resultado da ANOVA para densidade aparente

Fator	SQ	GL	MQ	F	P
Temperatura	1372,88	1	1372,88	9,18132	0,0388
Tempo	7,106	1	7,106	0,04753	0,8381
Taxa de aquecimento	53,665	1	53,665	0,35889	0,5814
1*2	35,532	1	35,532	0,23763	0,6514
1*3	48,61	1	48,61	0,32508	0,5991
2*3	27,158	1	27,158	0,18163	0,6919
Falta de ajuste	589,735	2	294,867	70,3366	0,014
Erro puro	8,384	2	4,192		
Total	2143,071	10			
R ²	0,72091				
R ² (ajustado)	0,68971				
MQ (residual)	149,5298				

SQ: Soma quadrática; MQ: média quadrática; GL: Grau de liberdade; F: Teste F; p: p valor; 1: Temperatura; 2: Tempo de exposição; 3: Taxa de aquecimento;

Fonte: Autora, 2021.

5.6.1.3 Efeito das variáveis do processo sobre a porosidade aparente

A Tabela 11 mostra os dados resultantes da análise de variância (ANOVA) para a porosidade aparente (Pa).

Tabela 11- Resultado da ANOVA para porosidade.

Fator	SQ	GL	MQ	F	P
Temperatura	0,26645	1	0,26645	1,458619	0,038746
Tempo	0,01125	1	0,01125	0,061586	0,816227
Taxa de aquecimento	0,0242	1	0,0242	0,132477	0,7343
1*2	0,0242	1	0,0242	0,132477	0,7343
1*3	0,00405	1	0,00405	0,022171	0,888839
2*3	0,00405	1	0,00405	0,022171	0,888839
Falta de ajuste	0,677824	2	0,338912	12,82139	0,072352
Erro puro	0,052867	2	0,026433		
Total	1,064891	10			
R ²	0,31383				
R ² (ajustado)	0,2897				
MQ (residual)	0,1826				

SQ: Soma quadrática; MQ: média quadrática; GL: Grau de liberdade; F: Teste F; p: p valor; 1: Temperatura; 2: Tempo de exposição; 3: Taxa de aquecimento;

Fonte: Autora, (2021)

O coeficiente de determinação (R^2) foi de 31%, considerado assim um baixo nível de significância para o modelo estatístico, porém para o estudo realizado, foi possível ter uma previsão da influência da temperatura no decréscimo da porosidade aparente. Foi possível observar também que a variável temperatura foi preponderante para obtenção de uma baixa porosidade relativa.

5.6.2 Superfícies de Resposta

Diante dos resultados obtidos, foi feita uma análise dos dados para obter um modelo de primeira ordem que relaciona as variáveis dependentes: Magnetização de saturação (emu/g), densidade aparente (g/cm^3) e porosidade (%), com as variáveis independentes (Temperatura (T), tempo de exposição (t) e taxa de aquecimento (Tx)).

Os modelos estabelecidos para as variáveis dependentes estão representados pelas equações de previsão 5,6,7,8,9 e 10. A magnetização de saturação (MS) pode ser expressa como uma função dos fatores independentes estudados por um modelo matemático de primeira ordem representado pelas Equações 5 e 6. A densidade aparente (D_a) pelas equações 7 e 8 e a porosidades aparente (P_a) pelas equações 9 e 10.

$$MS(T,t) = 21,812 + 0,0292 \cdot T - 5,93 \cdot t - 0,00019 \cdot T \cdot t + 0,0019 \cdot 10 \cdot T + 0,145 \cdot 10 \cdot t + 25,122 \quad (5)$$

$$MS(T,Tx) = 21,812 + 0,0291 \cdot T + 2,5122 \cdot Tx - 0,00020 \cdot T^2 - 0,001908 \cdot T \cdot Tx + 1,445 \cdot Tx - 11,86 \quad (6)$$

$$D_a(T,t) = 2,765 + 0,00046 \cdot T - 0,171 \cdot t + 0,0002 \cdot T \cdot t - 0,000017 \cdot 10 \cdot T - 0,0045 \cdot 10 \cdot t + 0,187 \quad (7)$$

$$D_a(T,Tx) = 2,765 + 0,000469 \cdot T + 0,019 \cdot t + 0,0002 \cdot T \cdot t - 0,000017 \cdot T \cdot t - 0,0045 \cdot T \cdot t - 0,341 \quad (8)$$

$$P_a(T,t) = 65,012 - 0,0552 \cdot T + 5,060 \cdot y - 0,008 \cdot T \cdot t + 0,0019 \cdot 10 \cdot T + 0,369 \cdot 10 \cdot t \quad (9)$$

$$P_a(T,Tx) = 89,880 - 0,0552 \cdot T - 2,486 \cdot t - 0,008 \cdot T^2 + 0,0019 \cdot T \cdot t + 0,369 \cdot T \cdot t + 10,134 \quad (10)$$

Onde:

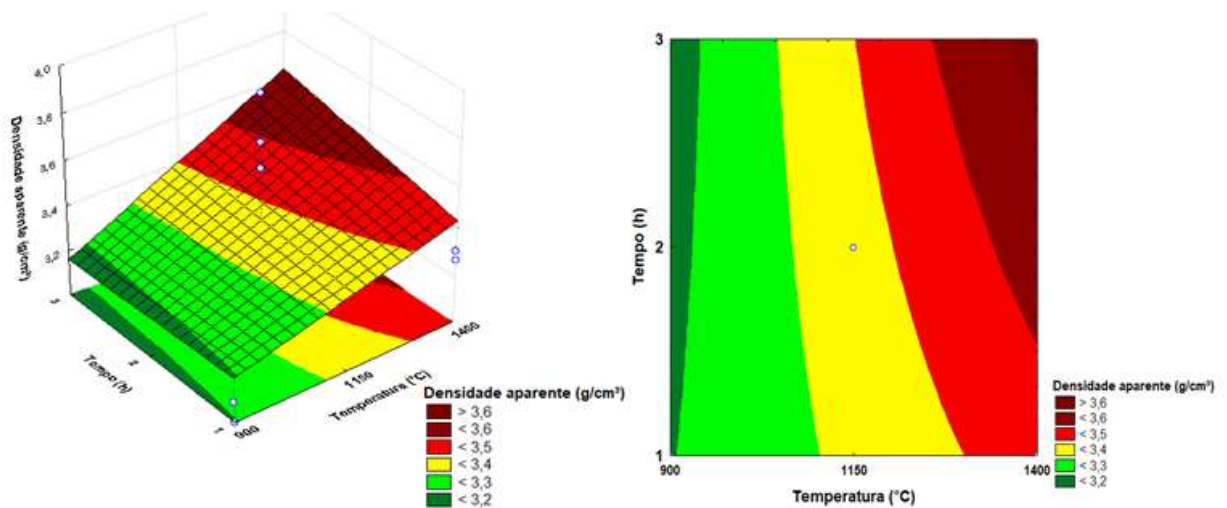
T é a temperatura

t é o tempo de exposição das amostras a determinadas temperaturas

Tx é a taxa de aquecimento

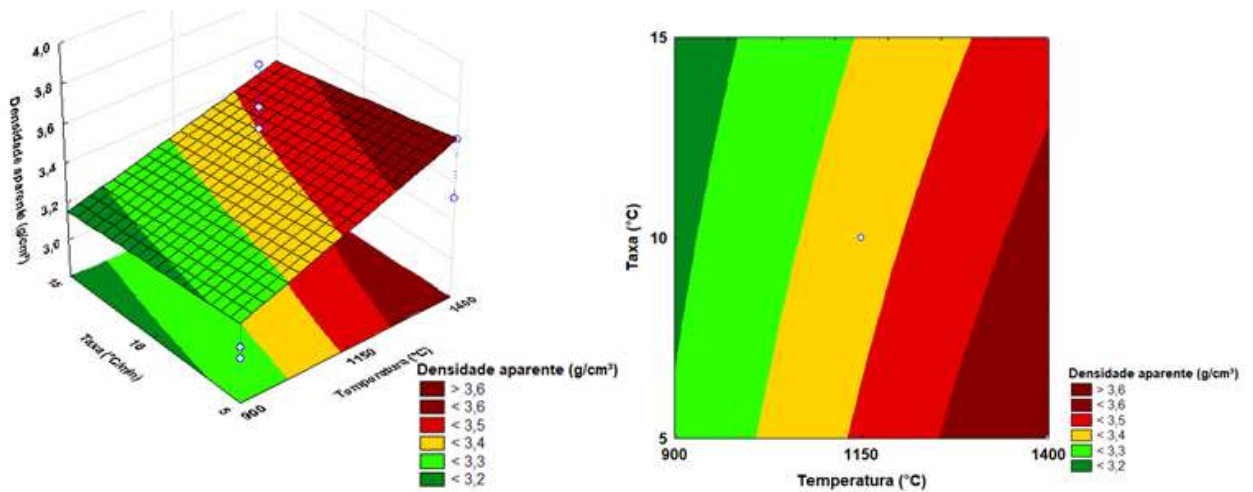
As Figuras 20 e 21 apresentam as superfícies de resposta e as curvas de nível, que foram construídas com as informações apresentadas nas Equações 7 e 8, referentes à resposta densidade aparente (g/cm^3) em função das variáveis independentes estudadas. Nestas Figuras visualiza-se a influência do efeito da temperatura versus tempo e temperatura versus a taxa de aquecimento sobre a densidade aparente (g/cm^3).

Figura 20- Superfície de resposta do efeito da temperatura versus tempo de exposição para a densidade aparente (g/cm^3), fixando a taxa de aquecimento em $10^\circ\text{C}/\text{min}$



Fonte: Autora, (2021)

Figura 21 - Superfície de resposta do efeito da temperatura versus taxa de aquecimento para a densidade aparente (g/cm^3), fixando o tempo em 2h



Fonte: Autora, (2021)

É possível visualizar na superfície de resposta que para baixas taxas de aquecimento ($5\text{ }^\circ\text{C/min.}$), quanto maior foi o valor da temperatura ($1400\text{ }^\circ\text{C}$) e maior o tempo de exposição (3 horas), maior a densidade das amostras. Este comportamento pode ser comprovado com o resultado da amostra AM 4, sinterizada na maior temperatura, maior tempo e menor taxa de aquecimento da matriz de planejamento, que apresentou um alto valor de densidade aparente. Além disso, observa-se que as amostras sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento foram localizados em região favorável nas superfícies de respostas, o que comprova nestas condições as amostras apresentaram os maiores valores de densidade aparente.

Rocha et al, (2013), ao estudarem a influência dos parâmetros de processamento e sinterização sobre o controle dimensional relativo de cerâmicas à base de alumina com geometria hemisférica, constataram que o aumento da temperatura foi o fator primordial para o crescimento da densidade aparente das amostras estudadas.

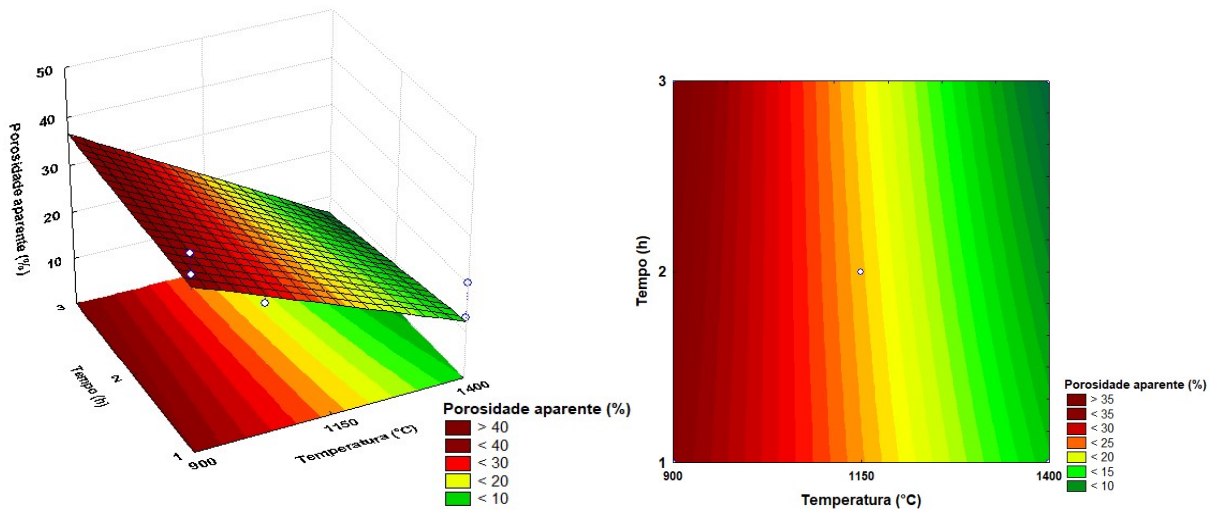
Palmeira et al, (2021), observaram um comportamento semelhante quando estudaram a influência dos parâmetros de sinterização na microestrutura e propriedades mecânicas de cerâmicas 3Y-TZP nanométricas. Verificaram que as cerâmicas quando sinterizadas a $1250\text{ }^\circ\text{C}$ apresentaram um valor de densidade de 98%, e quando sinterizadas entre $1350\text{ }^\circ\text{C}$ e $1400\text{ }^\circ\text{C}$ o valor da densidade foi superior

a 98%, constatando assim a influência da temperatura na obtenção de uma elevada densidade aparente.

As Figuras 22 e 23 apresentam as superfícies de resposta e as curvas de nível, que foram construídas a partir das Equações 9 e 10, referentes à resposta porosidade aparente (%) em todas as condições independentes estudadas. Nestas Figuras visualiza-se a influência do efeito da temperatura versus tempo e temperatura versus a taxa de aquecimento sobre a porosidade aparente (g/cm^3), fixando a taxa de aquecimento em $10^\circ\text{C}/\text{min}$.

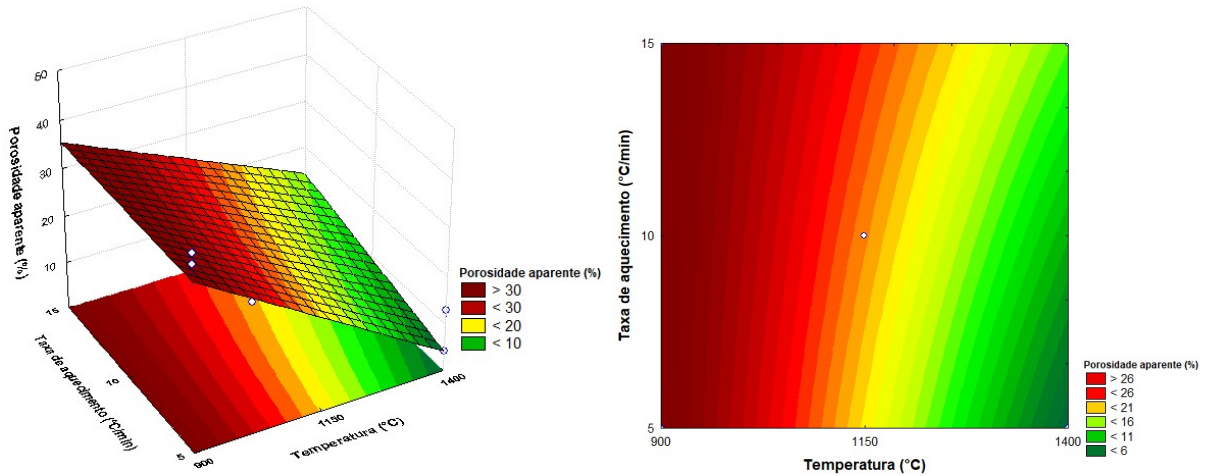
Foi possível observar que a temperatura foi o fator mais relevante para obtenção de uma baixa porosidade, quanto menor a temperatura, maior a porosidade. Os fatores tempo e taxa de aquecimento não influenciaram na porosidade, pois em todos os tempos e taxas de aquecimento o valor da porosidade permaneceu constante.

Figura 22 - Influência do efeito da temperatura versus tempo de exposição sobre a porosidade aparente (%) fixando a taxa de aquecimento em $10^\circ\text{C}/\text{min}$



Fonte: Autora, (2021)

Figura 23 - Influência do efeito da temperatura versus Taxa de aquecimento sobre a porosidade aparente (%) fixando o tempo de exposição em 2h



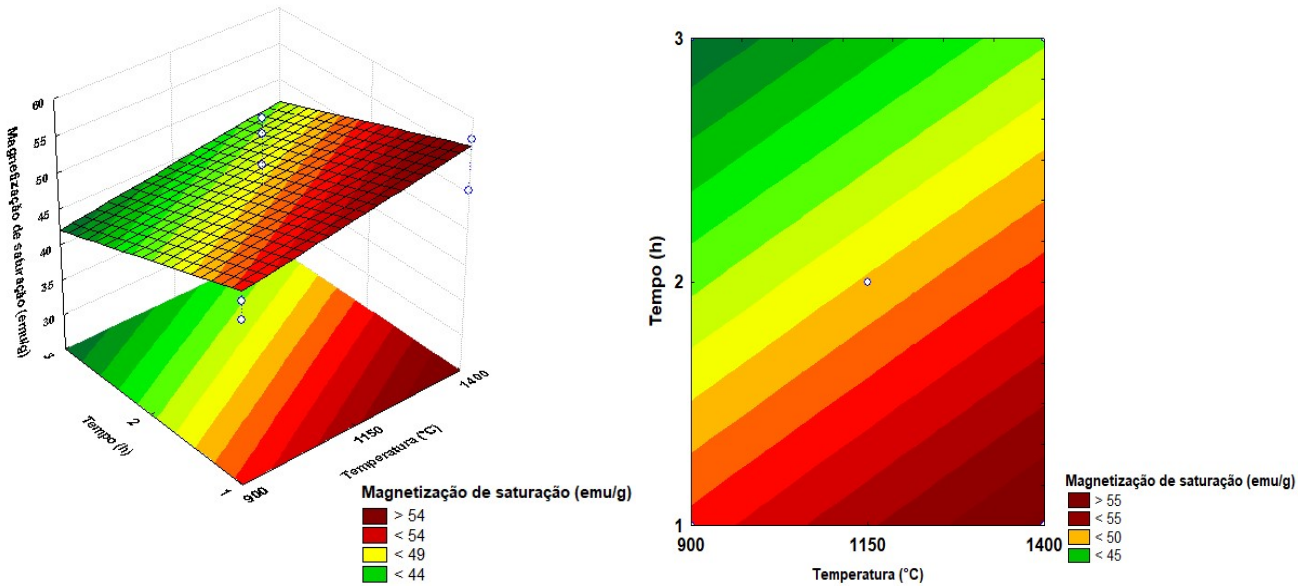
Fonte: Autora, (2021)

Rocha et al. (2013), ao estudarem a Influência dos parâmetros de processamento e sinterização sobre o controle dimensional relativo de cerâmicas à base de alumina com geometria hemisférica, constataram que maiores temperaturas de sinterização levaram a menores valores da porosidade aparente, pois este processo é termicamente ativado, o que precisa de um maior fornecimento de energia para ocorrer o crescimento de grão e fechamento dos poros.

Fonseca et al. (2016), realizaram um estudo sobre a influência da porosidade em materiais cerâmicos e constataram um resultado semelhante, pois quanto menor a temperatura maior foi a porosidade.

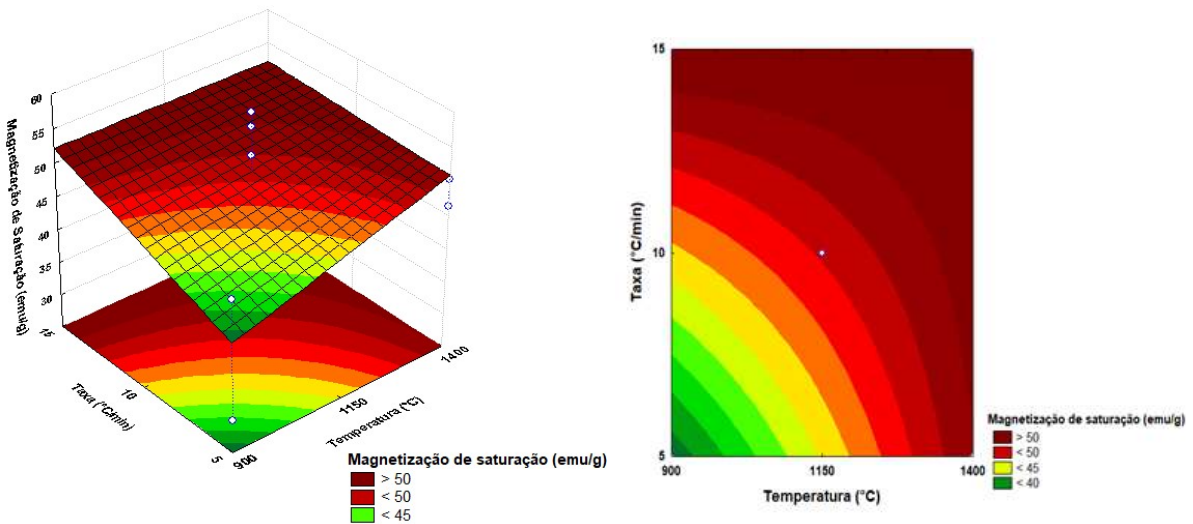
As Figuras 24 e 25 apresentam as superfícies de resposta e as curvas de nível, que foram construídas de acordo com as Equações 5 e 6, referentes à resposta a magnetização de saturação (emu/g) em função dos fatores independentes estudados.

Figura 24 - Superfície de resposta do efeito da temperatura versus tempo de exposição sobre a magnetização de saturação (emu/g), fixando taxa de aquecimento em 10°C/min



Fonte: Autora, (2021)

Figura 25 - Superfície de resposta do efeito da temperatura versus taxa de aquecimento sobre a magnetização de saturação (emu/g), fixando o tempo em 2 h



Fonte: Autora, (2021)

De acordo com a superfície de resposta ilustrada na Figuras 24, nota-se que quanto maior a temperatura de sinterização e menor o tempo, fixando a taxa de

aquecimento em 10°C/min, maior o valor da magnetização de saturação. Na Figura 25 é possível perceber que quanto maior taxa de aquecimento e maior a temperatura de sinterização, maior o valor da magnetização de saturação.

Este comportamento enfatiza os resultados das medidas magnéticas, em que a amostra AM 7, sinterizada na maior temperatura, menor tempo e maior taxa de aquecimento da matriz de planejamento, apresentou um elevado valor de magnetização de saturação. Comprovando os resultados discutidos anteriormente e podem ser justificados pela própria microestrutura obtida nestas condições de sinterização.

Costa (2015), ao estudar as propriedades magnéticas e estruturais das nanoferritas de magnésio dopadas com níquel e cobre, verificou a dependência da magnetização de saturação em função da temperatura, e constataram que nas maiores temperaturas de sinterização a nanoferritas apresentou uma maior magnetização de saturação.

Diniz et al. (2013), ao sinterizar ferritas de $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ por energia de micro-ondas, avaliaram que na maior temperatura a ferrita apresentou uma maior magnetização de saturação, confirmando a influência da temperatura no aumento da magnetização de saturação das ferritas magnéticas.

Além disso, observa-se que o valores do ponto central da matriz de planejamento também se localizaram numa região bem satisfatória em relação aos valores de magnetização. Esse comportamento corrobora com o valor de magnetização de saturação obtido pelas amostras sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento. Isso é vantajoso, pois mostra que é possível em condições de sinterizações mais amenas (1150°C, 2 horas e 10°C/min) obter resultados promissores.

Essas análises foram percebidas de uma forma mais objetiva quando foi utilizada a ferramenta estatística, que através dela foi possível visualizar de uma forma mais rápida qual a previsão das melhores condições/fatores para aquisições dos resultados esperados. O que enfatiza a importância desta ferramenta na área dos processamentos cerâmicos, no sentido de economia de custo e tempo de processo, o que para o setor industrial é de grande importância.

6 CONCLUSÃO

- De acordo com os resultados obtidos pelo DRX, todas as amostras, independentes do parâmetro de sinterização utilizado, comprovaram a formação da fase de $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$;
- As três amostras sinterizadas no ponto central da matriz de planejamento (AM 9, AM 10 e AM 11) apresentaram valores de tamanho de cristalitos e cristalinidade semelhantes;
- O efeito da temperatura foi preponderante para o aumento da cristalinidade e tamanho de cristalito;
- Todas as amostras, independentes do parâmetro de sinterização utilizado, apresentaram uma microestrutura homogênea, com grãos em sua maioria de formato arredondado e poros intergranulares;
- Os fatores tempo e taxa de aquecimento não apresentaram influência significativa para a obtenção de um alto valor de densidade aparente e um baixo valor de porosidade aparente;
- Todas as amostras apresentaram curvas de histerese estreitas, sendo este um comportamento característico de um material magneticamente mole;
- O planejamento fatorial 2^k , da matriz de planejamento a metodologia de superfície de resposta (MSR), facilitou a análise e tornou a pesquisa mais objetiva, reduzindo o custo e proporcionando resultados mais precisos sobre os fatores que foram preponderantes para obtenção de uma alta magnetização de saturação.
- A ANOVA apresentou um coeficiente de determinação mediano para a magnetização de saturação, porém o modelo estatístico atendeu as necessidades do estudo, pois trata-se de um modelo de previsão, onde foi possível analisar que o fator temperatura foi o fator que mais influenciou na magnetização de saturação;

- De forma geral, as variáveis do ponto central utilizado na matriz de planejamento apresentaram condições favoráveis para obtenção de ferritas com melhores propriedades magnéticas e microestruturais. Assim, maiores valores de magnetização de saturação e densidade aparente das ferritas podem ser alcançadas quando sinterizadas a temperatura de 1150°C, taxa de aquecimento de 10°C/min e tempo de sinterização de 2h.

7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Sintetizar e caracterizar a ferrita de Cobalto dopada com cobre, utilizando o planejamento fatorial, fazendo uma triplicata e extrapolação para a mesma matriz de planejamento para obtenção de um maior coeficiente de determinação.
- Sintetizar e analisar o comportamento da ferrita de Cobalto dopada com outro elemento.
- Sintetizar e analisar o comportamento da ferrita de Cobalto dopada em diferentes porcentagens de cobre.

REFERÊNCIAS

- ALBERS, A. P. F.; MELCHIADES, F. G.; MACHADO, R.; BALDO, J. B.; BOSCHI, A. O.. Um método simples de caracterização de argilominerais por difração de raios X. **Cerâmica**, [S.l.], v. 48, n. 305, p. 34-37, mar. 2002. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132002000100008>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/TzTMnxmFmfdPpPhpqyBRXdKw/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 8 ago. 2020.
- ALBUQUERQUE, L.T; NASCIMENTO,A.L.C; COSTA,C.F.M. Ferrita $Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe_2O_3$ sintetizada por reação de combustão e método pechini para uso na nanomedicina: avaliação dos métodos. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 22., 2016, Rio Grande do Norte. **Anais [...]**. Campina Grande: Universidade Federal de Campina Grande, 2016. p. 1639–1648. Disponível em: https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/48/074/48074705.pdf. Acesso em 22 out. 2020.
- ALFAYA, A. A.S.; KUBOTA, L.T.. A utilização de materiais obtidos pelo processo de sol-gel na construção de biossensores. **Química Nova**, [S.l.], v. 25, n. 5, p. 835-841, set. 2002. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422002000500020>. Disponível em: http://static.sites.s bq.org.br/quimicanova.s bq.org.br/pdf/Vol25No5_835_19.pdf. Acesso em: 10 ago. 2021.
- AMARAL, F.F; ALMEIDA, F.A; COSTA, S.C; LEME, R.C; PAIVA, A.P. Aplicação da Metodologia de Superfície de Resposta para Otimização do Processo de Solda a Ponto no Aço Galvanizado AISI 1006. **Soldagem & Inspeção**, [S.l.], v. 23, n. 2, p. 129-142, jun. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0104-9224/si2302.02>; Disponível em: <https://www.scielo.br/j/si/a/59889t97tnpPRfrSr7fCsFc/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 10 out. 2020.
- ARCHAD.J.M; RAZA.W; AMIM.N; NADEEN.K; ARSHAD.M.I; KHAN.M.A. Synthesis and characterization o cobalt ferrites as MRI contrast agente. **Materials today: Proceedings**, maio, 2020. Doi: 10.1016/j.matpr.2020.04.746; Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785320333940>.
- AZEVEDO, A. G. de S.; STRECKER, K.; GORGULHO, H. F.. Efeito da temperatura em processos de sinterização de pós de hidroxiapatita. **Cerâmica**, [S.l.], v. 61, n. 357, p. 52-59, mar. 2015. FapUNIFESP (SciELO). DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132015613571879>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/CXWYfbQsHQJskQyvHXDxHLg/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 10 out. 2020.
- BABU, K. V; SATYANARAYANA, G.; SAILAJA, B.; KUMAR, G.V. S; JALAI AH, K.; RAVI, M.. Structural and magnetic properties of $Ni_{0.8}M_{0.2}Fe_2O_4$ (M = Cu, Co) nanocrystalline ferrites. **Results In Physics**, [S.l.], v. 9, p. 55-62, jun. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.rinp.2018.01.048>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2211379718300603>. Acesso em: 5 nov. 2020.

BARBOSA.R; BARROS.B.S; PORTO.R.I; GAMA.L; Síntese e caracterização do espinélio $Zn_7Sb_2O_{12}$ dopadas com terras raras. **Revista matéria**, v. 10, n. p. 364 - 369, jun. 2005. ISSN1517-7076; Disponível em: https://www.researchgate.net/publication/237576407_Sintese_e_Caracterizacao_do_Espinelio_Zn7Sb2O12_Dopado_com_Terras_Raras. Acesso em: 2 nov. 2020.

BOCH.P; NIEPCE.J.C; **Ceramic Materials**; Processes, properties and applications. 1. ed. United Kingdom: ISTE Publishing Company, 2007.

BRITO, V. L. O.. Ferritas Ni-Zn: breve revisão sobre o processo convencional de fabricação e as propriedades permeabilidade magnética e constante dielétrica. **Cerâmica**, [S.l.], v. 52, n. 324, p. 221-231, dez. 2006. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132006000400002>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/DhtVscBv9dGwMTzvscrxJPc/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 01 dez. 2020.

BRITO, F. I.G; MEDEIROS, K. F.; LOURENÇO, J.M. Um estudo teórico sobre a sinterização na metalurgia do pó. **Holos**, [S.l.], v. 3, p. 204, 23 maio 2008. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Norte (IFRN). <http://dx.doi.org/10.15628/holos.2007.139>. Disponível em: <http://www2.ifrn.edu.br/ojs/index.php/HOLOS/article/view/139/129>. Acesso em: 1 dez. 2020.

BROD.J.A; Estatística para geoprocessamento. Apostila do curso de pós graduação em geoprocessamento. UNB, 2004.

CALLISTER.W.D.Jr. **Ciência e engenharia dos materiais**; Uma introdução. 5 ed. Utah: LTC, 2000.

CARDOSO.L.H.G. **Nanopartículas magnéticas de ferritas mistas de cobalto e Zinco**. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, 2011. Disponível em: http://www.ime.eb.mil.br/arquivos/teses/se4/cm/Lucia_Helena.pdf. Acesso em 15 ago. 2020.

CASTRO, W. S.; CORRÊA, R. R.; OLIVEIRA, A. J. A. de; KIMINAMI, R. H. G. A.. Síntese por reação por combustão de nanopós de hexaferrita de estrôncio dopada com cromo. **Cerâmica**, [S.l.], v. 60, n. 354, p. 254-258, jun. 2014. FapUNIFESP (SciELO). DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132014000200014>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/7hpfjGJTvkTD7j3MFnw5LdJ/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 2 jan. 2020.

CASTRO, W. S.; COSTA, L. J. D.; CORRÊA, R. R.; OLIVEIRA, A. J. A. de; KIMINAMI, R. H. G. A.. Microestrutura e propriedades magnéticas da hexaferrita de bário dopada com cromo e sinterizada por micro-ondas. **Cerâmica**, [S.l.], v. 60, n. 356, p. 563-568, dez. 2014. FapUNIFESP (SciELO). DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132014000400015>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/HgPjWRGtq6R8MTrNxm6SMhd/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 2 jan. 2021.

COHEN, J. **Statistical power analysis for the behavioral sciences**. 2 ed. New Jersey: Lawrence Erlbaum Associates, 1998.

COELHO, M. B. M.; OLIVEIRA, M. M.; NOGUEIRA, I. C.; RANGEL, J. H. G.; VASCONCELOS, J. S.; AZEVEDO, E.; MACIEL, A. P.; LONGO, E.. Caracterização de materiais cerâmicos à base de CuCr_2O_4 preparados pelo método da reação de combustão em solução para uso como pigmentos. **Cerâmica**, [S.l.], v. 64, n. 369, p. 49-56, mar. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132018643692183>. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/179582>. Acesso em: 5 dez. 2020.

COSTA.A.C.S. **Estudo das propriedades estruturais e magnéticas de nanoferritas de magnésio dopadas com níquel e cobre**. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos materiais). Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2015. Disponível em: https://repositorio.ufrn.br/bitstream/123456789/21540/1/EstudoPropriedadesEstruturais_Costa_2015.pdf. Acesso em: 15 nov. 2020.

COSTA, A. F.; PIMENTEL, P. M.; MELO, D. M. A.; MELO, M. A. F.; AQUINO, F. M.. Síntese e caracterização de espinélios à base de ferritas com gelatina como agente direcionador. **Cerâmica**, [S.l.], v. 57, n. 343, p. 352-355, set. 2011. FapUNIFESP (SciELO). DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132011000300015>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/sPXwTHgB9gTvRTm9f6sqXNr/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 5 dez. 2020.

COSTA, L.M.; KORN, M.G.A.; CASTRO, J. T.; SANTOS, W.P. C.; CARVALHO, E. V.; NOGUEIRA, A.R.A.. Planejamento fatorial aplicado à digestão de amostras de feijão assistida por radiação microondas. **Química Nova**, [S.l.], v. 29, n. 1, p. 149-152, fev. 2006. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0100-40422006000100026>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/qn/a/RtRd8NfPKPyt3TrcmWBnLgQ/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 6 dez. 2020.

COSTA.A.C.F.M. SARUBO-JUNIOR.P; VIEIRA.D.A; SILVA.V.J; BARROS.T.S; CORNEJO.D.R; KIMINAMI.R.H.G.A. Synthesis of nickel nano ferrites. **Cerâmica**, V. 55, Campina Grande, 2009.

CLAUSELL, Carolina; BARBA, Antonio. Processing–microstructure–properties relationship in a CuNiZn ferrite. **Boletín de La Sociedad Española de Cerámica y Vidrio**, [S.l.], v. 57, n. 1, p. 29-39, jan. 2018. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.bsecv.2017.09.002>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S036631751730078X>. Acesso em: 3 jan. 2021.

CRUZ.I.F; FREIRE.C; ARAÚJO.J.P; PEREIRA.C; PEREIRA.A.M. **Magnetic Nanostructural Materials**; Do laboratório ao Fab. Capítulo 3, 2018.

CUNICO, M. W. M; CUNICO, M. M; MIGUEL, O. G; ZAWADZKI, S. F; PERALTA-ZAMORA, P; VOLPATO, N. Planejamento Fatorial: Uma ferramenta estatística valiosa para a definição de parâmetros experimentais empregados na pesquisa científica. **Visão acadêmica** V.9. Paraná, 2008. <http://dx.doi.org/10.5380/acd.v9i1.14635>. Disponível em: <https://revistas.ufpr.br/academica/article/view/14635/9823>. Acesso em: 5 fev. 2021.

DANIEL, L. G. (1998). **Statistical significance testing**: A historical overview of misuse and misinterpretation with implications for the editorial policies of educational journals. *Research in the Schools*, 5(2), 23–32.

DANTAS, J. **Síntese de Catalisadores a base de ferritas Ni-Zn dopada com cobre e avaliação do seu desempenho na reação de transesterificação de óleo vegetal em biodiesel**. Dissertação (Mestrado em ciência e Engenharia dos materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande, 2012. Disponível em: <http://dspace.sti.ufcg.edu.br:8080/jspui/handle/riufcg/10744>. Acesso em: 5 set. 2020.

DANCEY, C E REIDY. J. **Estatística Sem Matemática para Psicologia**: Usando SPSS para Windows. 3 ed. Porto Alegre: Artmed, 2006.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I., MACHADO, G. **Microscopia eletrônica de varredura**: Aplicação e preparação de amostras, materiais poliméricos metálicos e semicondutores. Edição do centro e microscopia eletrônica e microanálise (CEMM) do IDEIA - PUCRS. Porto Alegre, 2007. Disponível em: <https://bibliodigital.unijui.edu.br:8443/xmlui/bitstream/handle/123456789/1447/Microscopia%20eletr%C3%B4nica%20de%20varredura.pdf?sequence=1&isAllowed=y> Acesso em: 5 dez. 2020.

DINIZ, V. C. S.; SILVEIRA JUNIOR, J. E. R.; CORNEJO, D. R.; KIMINAMI, R. H. G. A.; COSTA, A. C. F. M.. Influência do teor de Zn²⁺ nas características morfológicas e magnéticas de ferritas Mn_{1-x}Zn_xFe₂O₄ sintetizados em grande escala por reação de combustão. **Cerâmica**, [S.l.], v. 63, n. 366, p. 210-215, abr. 2017. FapUNIFESP (SciELO). DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132017633662111>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/h4sF4kzxXwT6KzGvSnm7YTj/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 2 fev. 2021.

DINIZ, V.C.S; VIEIRA, D.A; KIMINAMI, R.H.G.A; CORNEJO, D.R; COSTA, A.C.F.M; Sinterização de ferritas Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe₂O₄ por energia de microondas: avaliação microestrutural e magnética. In CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 57, 2013, Rio Grande do Norte. **Anais** [...]. Campina Grande: Universidade Federal de Campina Grande, 2013. Disponível em: https://abceram.org.br/wp-content/uploads/area_associado/57/PDF/10-032.pdf. Acesso em: 2 fev. 2021.

DUTRA, J. L. S.; DANTAS, G. C. B.; PIMENTEL, P. M.; AQUINO, F. M.; COSTA, A. F.; LIMA, A. C.; OLIVEIRA, R. M. P. B.. Caracterização óptica e estrutural de ortoferritas de lantânio dopadas com cromo e alumínio. **Cerâmica**, [S.l.], v. 64, n. 371, p. 413-417, set. 2018. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/0366-69132018643712401>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/bjX6JrScMbScmQktCGhYKXJ/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 05 jan. 2021.

EIRAS, S.P; COSCIONE, A.R; ANDRADE, J.C. Métodos de otimização em química. **Revista Chemkeys**, [S.l.], n. 3, p. 1-18, 17 set. 2018. Universidade Estadual de Campinas. <http://dx.doi.org/10.20396/chemkeys.v0i3.9626>. Disponível em: <https://econtents.bc.unicamp.br/inpec/index.php/chemkeys/article/view/9626>. Acesso em: 2 fev. 2021.

FARIA.R.N; LIMA.L.F.C.P. **Introdução ao magnetismo dos materiais**. 1 ed. São Paulo: Livraria da física. São Paulo, 2005.

FERREIRA, Helen Beatriz. **Estudo da influência dos parâmetros de sinterização na microestrutura e nas propriedades mecânicas de cerâmicas especiais para uso em controle térmico de satélites**. São Paulo: Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, 2017. Relatório final de projeto de iniciação científica. Disponível em: http://mtc-m21c.sid.inpe.br/col/sid.inpe.br/mtc-m21c/2020/06.04.18.49/doc/ferreira_estudo%20da%20influencia.pdf. Acesso em: 01 set. 2020.

FERREIRA, J.C; PATINO, C.M. What does the p value really mean? **Jornal Brasileiro de Pneumologia**, [S.l.], v. 41, n. 5, p. 485-485, out. 2015. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1806-37132015000000215>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/jbpneu/a/SWk5XsCsXTW7GBZq8n7mVMJ/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 5 out. 2020.

FONSECA.M.H.F; BARBOSA.M.P.S; VILAR.Z.T; JÚNIOR.U.P.L; Estudo da influência da porosidade em materiais cerâmicos. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DOS MATERIAIS, 22., 2016, Rio Grande do Norte. **Anais [...]**. Ceará: Universidade Federal Rural do Semi-Árido, 2016. p. 1341– 1352. Disponível em: <http://www.metallum.com.br/22cbecimat/anais/PDF/105-055.pdf>. Acesso em: 2 fev. 2021.

FURUKAVA.M. **Sinterização de aço inoxidável reforçado com partículas manométricas dispersa de carbeto de Nióbio – NbC**. Tese (Doutorado em ciências e engenharia dos materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2007. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/handle/123456789/12700>. Acesso em: 4 dez. 2020.

GELFUSO, M. V.; TEIXEIRA NETO, F.; THOMAZINI, D.. Sinterização de cerâmicas à base de PZT em forno de microondas. **Cerâmica**, [S.l.], v. 53, n. 327, p. 309-313, set. 2007. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132007000300015>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/MxPvqHnqNzy3dLXgb6Ppmsv/abstract/?lang=pt>. Acesso em: 3 nov. 2020.

GODOY.A.L.E. **Estudo da influência da adição de polímeros precursores cerâmicos na sinterização de SiC e Al₂O₃**. Tese (Doutorado em ciências na área de tecnologia nuclear – materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas Nucleares, São Paulo, 2005. Disponível em: http://pelicano.ipen.br/PosG30/TextoCompleto/Ana%20Lucia%20Exner%20Godoy_D.pdf. Acesso em: 5 set. 2020.

GONÇALVES.R.H; STURARO.J.R; Aplicação da metodologia de superfície de resposta na remediação de um solo arenoso contaminado artificialmente com cobre; **Revista Geociência**. V. 29 n. 1, p. 59-70, São Paulo 2010. Disponível em: https://www.revistageociencias.com.br/geociencias-arquivos/29_1/Art%2005_Goncalves.pdf. Acesso em: 2. fev. 2021.

HOYOS, J. R. M; ZABOTTO, F. L.; GARCIA, D.; KIMINAMI, R. H. G. A.. Sinterização por micro-ondas de ferrita de níquel sintetizada pelo método Pechini. **Cerâmica**, [S.I.], v. 59, n. 351, p. 360-365, set. 2013. FapUNIFESP (SciELO).

<http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132013000300003>. Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/ce/a/4WM43DLd3XnxsqLhvmTvMsf/?lang=pt&format=pdf>.

Acesso em: 5 jan. 2021.

HELK. A. L; TAFAREL. S. R; HHOFFMANN. R; PORTUGAL JR. U. L; JAHN S. L; FOLETTTO E. L. Synthesis of $MgAl_2O_4$ spinel via "sol-gel". **Cerâmica** V. 51 N°318, São Paulo, 2005. <https://doi.org/10.1590/S0366-69132005000200008>; Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/ce/a/fzCZ9zcW77DWh7mJNjFG8Nc/?lang=pt&format=pdf>.

Acesso em: 5 out. 2020.

JAIN, S.R.; ADIGA, K.C.; VERNEKER, V.R. Pai. A new approach to thermochemical calculations of condensed fuel-oxidizer mixtures. **Combustion And Flame**, [S.I.], v. 40, p. 71-79, jan. 1981. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/0010-2180\(81\)90111-5](http://dx.doi.org/10.1016/0010-2180(81)90111-5). Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/0010218081901115>. Acesso em: 14 out. 2020.

KIMINAMI, R. H. G. A.; MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte II: sinterização de varistores zno-cuo, ferrita e porcelanas. **Cerâmica**, [S.I.], v. 53, n. 326, p. 108-115, jun. 2007. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132007000200002>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/fvgRTnYySsLPDqjPBBYxyvn/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 6 jan. 2021.

KIMINAMI, R. H. G. A.; MENEZES, R. R.; SOUTO, P. M.. Sinterização de cerâmicas em microondas. Parte I: aspectos fundamentais. **Cerâmica**, [S.I.], v. 53, n. 325, p. 1-10, mar. 2007. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132007000100002>. Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/ce/a/Ryy7DRyxqGyyVSnHcg6KCpp/?lang=pt&format=pdf>.

Acesso em: 14 out. 2020.

LEAL, E; BASÍLIO, S.T; DANTAS, J; RICHA, P; LIMA, R.C; KIMINAMI, R. H.G.A; COSTA, Ana Cristina Figueiredo de Melo. Structural, textural, morphological, magnetic and electromagnetic study of Cu-doped NiZn ferrite synthesized by pilot-scale combustion for RAM application. **Arabian Journal Of Chemistry**, [S.I.], v. 13, n. 11, p. 8100-8118, nov. 2020. Elsevier BV.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.arabjc.2020.09.041>. Disponível em:

<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1878535220303750>. Acesso em: 6 nov. 2021.

LÓH.N.J. **Efeito da microestrutura nas propriedades mecânicas de alumina obtida por sinterização em duas etapas**. Dissertação (Mestrado em ciência e engenharia de materiais) - Universidade do Extremo Sul Catarinense, Santa Catarina, 2016. Disponível em: <http://repositorio.unesc.net/handle/1/4382>. Acesso em: 14 out. 2020.

MARINHO.M.R.M; CASTRO.W.B. Planejamento fatorial: Uma ferramenta poderosa para os pesquisadores. *In*. CONGRESSO BRASILEIRO DE ENSINO E ENGENHARIA, 33., 2005, Campina Grande. **Anais [...]**. Campina Grande: Universidade Federal de Campina Grande, 2005. Disponível em: <https://scholar.google.com.br/citations?user=qHCPnYcAAAAJ&hl=pt-BR>. Acesso em: 3 fev. 2021.

MEDEIROS.I.A.F. **Obtenção de ferrita de cobalto através de dois métodos de síntese: Método de complexação combinado EDTA/Citrato e Método hidrotérmico**. 2013. Dissertação (Mestrado em engenharia química) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Rio Grande do Norte, 2013. Disponível em: https://repositorio.ufrn.br/jspui/bitstream/123456789/15848/1/IndiraAFM_DISSERT.pdf. Acesso em: 5 nov. 2020.

MESQUITA.R.M; BRESSIANI.A.H.A; ALBANO.P; PLUCKNETT.K; GENOVA.L.A. Produção de corpos porosos de nitreto de silício utilizando-se amido como fase sacrificial. CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 52., 2008, Florianópolis. **Anais [...]**. São Paulo: Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, 2008. Disponível em: <https://www.ipen.br/biblioteca/2008/cbc/13336.pdf>. Acesso em: 5 fev. 2021.

MOHAMED, M. A.; SALAMA, N.N.; SULTAN, M. A.; MANIE, H. F.; EL-ALAMIN, M. M. A. Cobalt ferrite magnetic nanoparticles as a highly efficient electrochemical platform for simultaneous determination of dexlansoprazole and granisetron hydrochloride. **Microchemical Journal**, [S.l.], v. 159, p. 105424, dez. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.microc.2020.105424>. Disponível em: <https://www.x-mol.com/paper/1295769203430268928>. Acesso em: 8 fev. 2021.

MUNIZ.E.P; ASSUNÇÃO.L.S.D; SOUZA.L.M; RIBEIRO.J.J.K; MARQUES.W.P; PEREIRA.R.D; PORTO.P.S.S; PROVETI.J.R.C; PASSAMANI.E.C. On cobalto ferrite production by sol-gel from Orange fruit residue by three related procedures and its application in oil removal. **Journal of cleaner production** (265), Abril 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121712> Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0959652620317595>. Acesso em: 5 nov. 2021.

NARANG, Sukhleen Bindra; PUBBY, Kunal. Nickel Spinel Ferrites: a review. **Journal Of Magnetism And Magnetic Materials**, [S.l.], v. 519, p. 167163, fev. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2020.167163> Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0304885319319328>. Acesso em: 2 fev. 2021.

NETO.B.B; SCARMINIO.I.S; BRUNS.R.E; **Como fazer experimentos: Pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria**. 2. ed. Campinas: Editora da Unicamp, 2003.

NEVES.C.F.C; SCHVARTZMAN.M.M; Variables search technique applied to gas separation. **Quimica Nova**. Soc Brasileira Quimica, v. 25, n. 2, n. 327, n. 329, 2002; Disponível em: <http://repositorio.unicamp.br/jspui/handle/REPOSIP/73194>. Acesso em: 2 jan. 2021.

PAESE, C; CATEN, C.T; RIBEIRO, J.L.D. Aplicação da análise de variância na implantação do CEP. **Production**, [S.I.], v. 11, n. 1, p. 17-26, jun. 2001. FapUNIFESP (SciELO). DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/s0103-65132001000100002>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/prod/a/pGfcszPsMrGR8jWfDQQmBGp/?format=pdf&lang=pt>. Acesso em: 12 nov. 2020.

PALMEIRA.A.A; CANGANI.M.P; JÚNIOR.D.R; STRECKER.K; SANTOS.C; Influência dos parâmetros de sinterização na microestrutura e propriedades mecânicas de cerâmicas 3Y-TZP nanométricas. **Cerâmica** n°67, 2021.

PINEDA, X; QUINTANA, G.C.; HERRERA, A.P.; SÁNCHEZ, J.H.. Preparation and characterization of magnetic cellulose fibers modified with cobalt ferrite nanoparticles. **Materials Chemistry And Physics**, [S.I.], v. 259, p. 122778, fev. 2020. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.122778>. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2020.122778>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0254058420301577>. Acesso em: 3 ago. 2020.

RAHAMAN.M.N. **Ceramic processing and sintering**. Livro 2. ed, Flórida: CRC Press, 2003. ISBN 9780824709884.

REIS.R.M.C.V; COSTA.A.C.F.M; MORELLI.M.R; KIMINAMI.R.H.G.A; Ferritas Ni-Zn: Efeito do tempo de sinterização na microestrutura e propriedades magnéticas. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 48., 2020, Paraná. **Anais [...]**. São Paulo: Universidade Federal de São Carlos, 2004. p. 1-10. Disponível em: <https://www.ipen.br/biblioteca/cd/cbc/2004/artigos/48cbc-11-01.pdf>. Acesso em: 2 nov. 2020.

RIBEIRO, V.A.S; PEREIRA, A.C; OLIVEIRA, A.F; MENDONÇA, C.S.P; SILVA, M.R. Avaliação da microestrutura e das propriedades magnéticas de ferrita de cobre dopada com chumbo sinterizada com fase líquida. **Matéria**, [S.I.], v. 21, n. 2, p. 330-341, jun. 2016. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620160002.0032>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/3mvHVNr93Z9MFMpZKgXM5hr/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 2 out. 2020.

RIBEIRO.G.A.P. As propriedades magnéticas da matéria: Um primeiro contato. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 22, n. 3, Setembro, 2000. UFScar, São Carlos, 2000. Disponível em: http://www.sbfisica.org.br/rbef/pdf/v22_299.pdf. Acesso em: 2 out. 2020.

RIBEIRO, V.A.S; PEREIRA, A.C; OLIVEIRA, A.F; MENDONÇA, C.S.P; SILVA, M.R. Avaliação da microestrutura e das propriedades magnéticas de ferrita de cobre dopada com chumbo sinterizada com fase líquida. **Matéria (Rio de Janeiro)**, [S.I.], v. 21, n. 2, p. 330-341, jun. 2016. FapUNIFESP (SciELO). DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/s1517-707620160002.0032>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/rmat/a/3mvHVNr93Z9MFMpZKgXM5hr/?lang=pt>. Acesso em: 1 dez. 2020. Acesso em: 10 nov.2020.

RIBEIRO, V.A.S; MENDONÇA, C.S.P; OLIVEIRA, V.D; SILVA, M.R; OLIVEIRA, A.F; RUBINGER, R.M; SILVA, S.A.M. Microestrutura, propriedades magnéticas e dielétricas da ferrita de cobre e nióbio. **Tecnologia em Metalurgia Materiais e Mineração**, [S.I.], v. 15, n. 2, p. 115-121, 2018. Editora Cubo. DOI: <http://dx.doi.org/10.4322/2176-1523.1320>. Disponível em: <https://www.tecnologiammm.com.br/article/10.4322/2176-1523.1320/pdf/tmm-15-2-115.pdf>. Acesso em: 5 nov. 2020.

ROCHA, K.R; BACELAR JÚNIOR, A.J. Anova medidas repetidas e seus pressupostos: Análise passo a passo de um experimento. **Revista Eletrônica Perspectivas da Ciência e Tecnologia** - Icssn: 1984-5693, [S.I.], v. 10, p. 29, 6 ago. 2018. Instituto Federal de Educacao Ciencia e Tecnologia do Rio de Janeiro - IFRJ. <http://dx.doi.org/10.22407/1984-5693.2018.v10.p.29-51>. Disponível em: <https://revistascientificas.ifrj.edu.br/revista/index.php/revistapct/article/view/955>; Acesso em 5 ago. 2020. Acesso em: 3 out. 2020.

ROCHA, A.K.S.; MAGNAGO, L.B.; SANTOS, J.J.; LEAL, V.M.; MARINS, A.A.L.; PEGORETTI, V.C.B.; FERREIRA, S.A.D.; LELIS, M.F.F.; FREITAS, M.B.J.G.. Copper ferrite synthesis from spent Li-ion batteries for multifunctional application as catalyst in photo Fenton process and as electrochemical pseudocapacitor. **Materials Research Bulletin**, [S.I.], v. 113, p. 231-240, maio 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.materresbull.2019.02.007>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0025540818318555>. Acesso em: 2 out. 2020. <https://doi.org/10.1016/j.materresbull.2019.02.007>

ROCHA, C. D.; SANTOS, M. A. P.; MELO, J. M.; SOUZA, A. R. C.; COSTA NETO, C. A.. Influência dos parâmetros de processamento e sinterização sobre o controle dimensional relativo de cerâmicas à base de alumina com geometria hemisférica. **Cerâmica**, [S.I.], v. 59, n. 352, p. 501-507, dez. 2013. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132013000400003>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/jZ7GWzJjvj55qThnHnTrJHy/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 3 ago. 2020.

RODRIGUES.M.I; LEMMA.A.F. **Planejamento de experimentos e otimização de processos**. Livro 2. ed. São Paulo: Cárita Editora, 2009.

RODRIGUES.J.A.O; SHIVASTAVA.N; SHARMA.S.K; MENEZES.A.S; SINFRÔNIO. F.S.M; SILVA.F.C; Síntese e propriedades de nanopartículas magnéticas de cobre substituídas por cobalto. CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA, 57., 2017, Gramado. **Anais** [...]. Rio Grande do Sul: Fundação de Apoio da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2017. Disponível em: <http://www.abq.org.br/cbq/2017/trabalhos/12/10606-23972.html>. Acesso em: 3 mar. 2020.

SALMAZO.L.O. **Influência da adição de nanopartículas paramagnéticas de $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ nas propriedades estruturais e dielétricas de filmes de borracha natural: Preparação e caracterização**. Dissertação (Mestrado em Ciência e tecnologia de materiais) - Universidade Estadual Paulista. Presidente Prudente, 2011. Disponível em: <https://repositorio.unesp.br/handle/11449/99700>. Acesso em: 2 jan. 2021.

SALOMÃO.P.E.A. Influência da cristalinidade no Band gap de cerâmicas avançadas a base de titânio. **Revista Eletrônica de Materiais e Processos**. ISSN 1809-8797 V.12, n.3, p.199-204, 2017. Disponível em: <http://www2.ufcg.edu.br/revista-remap/index.php/REMAP/article/viewFile/638/437>. Acesso em: 2 out. 2020.

SHARMA, A; HARVINDERJEET; HARMANPREET. Influence of different substitution metal ion on magnetic properties of Mn-Zn ferrite. **Materials Today: Proceedings**, [S.l.], v. 37, p. 3058-3060, 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2020.09.010>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785320366906>; Acesso em: 14 set. 2020.

SHETTY, K; RENUKA, L.; NAGASWARUPA, H.P.; NAGABHUSHANA, H.; ANANTHARAJU, K.s.; RANGAPPA, D; PRASHANTHA, S.C.; ASHWINI, K.. A comparative study on CuFe_2O_4 , ZnFe_2O_4 and NiFe_2O_4 : morphology, impedance and photocatalytic studies. **Materials Today: Proceedings**, [S.l.], v. 4, n. 11, p. 11806-11815, 2017. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.matpr.2017.09.098>. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S221478531731831X>. Acesso em: 5 jan. 2021.

SINNECKER. J.P. Materiais magnéticos doces e materiais ferromagnéticos amorfos. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, vol. 22, no. 3, Rio de Janeiro, setembro, 2000.

SIMÕES. A.N; VIEIRA. D. A; SILVA. M. C; GAMAL.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 Processos**, v.4.2, São Paulo, 2009. Disponível em: <http://www2.ufcg.edu.br/revista-remap/index.php/REMAP/article/view/126/117>. Acesso em: 2 set.2020.

SILVA.C.R.M; MOTTA.F.V; DELMONTE.M.B; PASKOCIMAS. C.A; Influência do tratamento térmico nas propriedades magnéticas das ferritas de cobalto e manganês. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 57., 2013, Rio Grande do Norte. **Anais** [...]. Bahia: Instituto Federal da Bahia, 2013. p. 2526-2538. Disponível em: https://abceram.org.br/wp-content/uploads/area_associado/57/PDF/10-002.pdf. Acesso em: 25 nov. 2020.

SILVA, A.G.P; ALVES JÚNIOR, C. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. **Cerâmica**, [S.l.], v. 44, n. 289, p. 171-176, out. 1998. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69131998000500004>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/f6r6RWLnxWP8WwVkJLRQ5Zq/?lang=pt>. Acesso em: 15 dez. 2020.

SILVA, J.B. **Caracterização de materiais cerâmicos obtidos pelos processos de coprecipitação e sol-gel**. Dissertação (Mestrado em Química) – Universidade Federal de Minas Gerais, Minas Gerais, 1998. Disponível em: http://repositorio.cdtm.br:8080/bitstream/123456789/653/1/Dissertacao_Juliana_BSilva.pdf. Acesso em: 2 dez. 2020.

SILVA.P.A.M. **Síntese de ferritas de cobalto e níquel dopada com zinco e caracterização de suas propriedades eletromagnéticas**. Tese (Doutorado em engenharia dos materiais) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Rio Grande do Norte, 2015. Disponível em: <https://repositorio.ufrn.br/handle/123456789/20671>. Acesso em: 2 dez. 2020.

TORQUATO, R. A.; PORTELA, F. A.; GAMA, L.; CORNEJO, D. R.; REZENDE, S. M.; KIMINAMI, R. H. G. A.; COSTA, A. C. F. M.. Avaliação da microestrutura e das propriedades magnéticas de ferritas Ni-Zn dopadas com cobre. **Cerâmica**, [S.l.], v. 54, n. 329, p. 55-62, mar. 2008. FapUNIFESP (SciELO). <http://dx.doi.org/10.1590/s0366-69132008000100009>. Disponível em: <https://www.scielo.br/j/ce/a/rQjzXr6SXqY8n7cZ4npMjND/?lang=pt&format=pdf>. Acesso em: 5 dez. 2021.

WOLFFENBUTTEL.A; O que é? Desvio Padrão. **Revista desafios do desenvolvimento**. Ano 3, Edição n. 23, 2006; Disponível em: https://www.ipea.gov.br/desafios/index.php?option=com_content&view=article&id=2104:catid=28&Itemid=23. Acesso em: 2 nov. 2020.

ZIVANOV, Ljiljana; DAMNJANOVIĆ, Mirjana; BLAŽ, Nelu; MARIĆ, Andrea; KISIĆ, Milica; RADOSAVLJEVIĆ, Goran. Soft ferrite applications. **Magnetic, Ferroelectric, And Multiferroic Metal Oxides**, [S.l.], p. 387-409, 2018. Elsevier. <http://dx.doi.org/10.1016/b978-0-12-811180-2.00019-0>. Disponível em: <https://www.elsevier.com/books/magnetic-ferroelectric-and-multiferroic-metal-oxides/d-stojanovic/978-0-12-811180-2>. Acesso em: 2 nov. 2020.

APÊNDICE A

Cálculo para composição das quantidades dos componentes utilizados na reação de combustão de acordo com a teoria dos propelentes e explosivos (JAIN, 1981).



1) Cálculo da quantidade de mols do combustível (Ureia)

$$\begin{aligned} 0,5[\text{Co}^{+2}(\text{NO}^{-2}_3)_2] + 0,5[\text{Cu}^{+2}(\text{NO}^{-2}_3)_2] + 2[\text{Fe}^{+3}(\text{NO}^{-2}_3)_3] + 6n \\ 0,5[+2-12] + 0,5[+2-12] + 2[+3-18] + 6n \\ 40=6n \\ n=6,7 \text{ mols de ureia} \end{aligned}$$

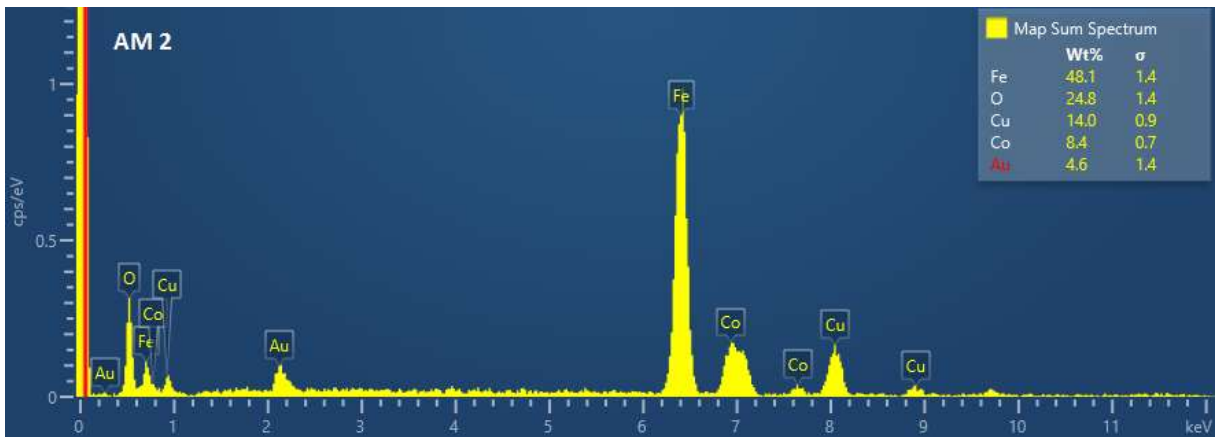
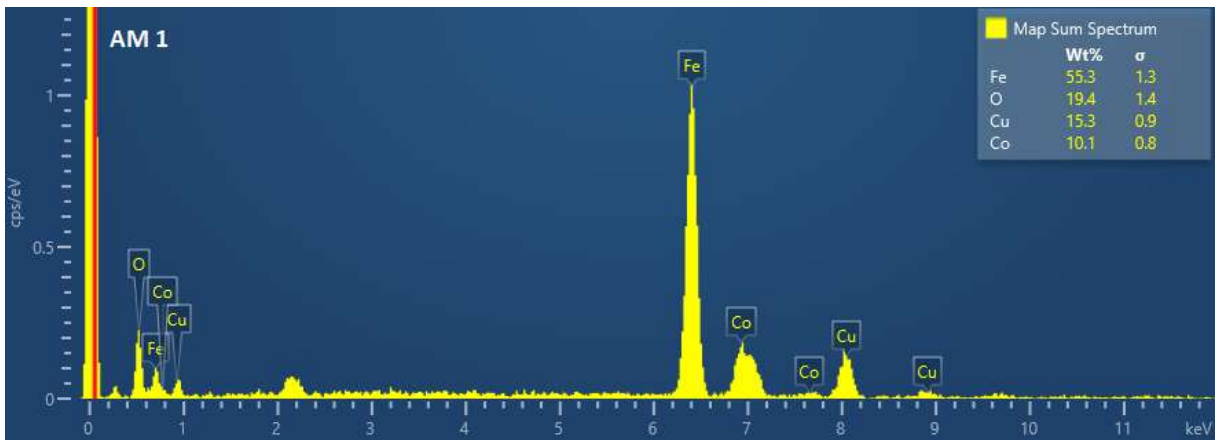
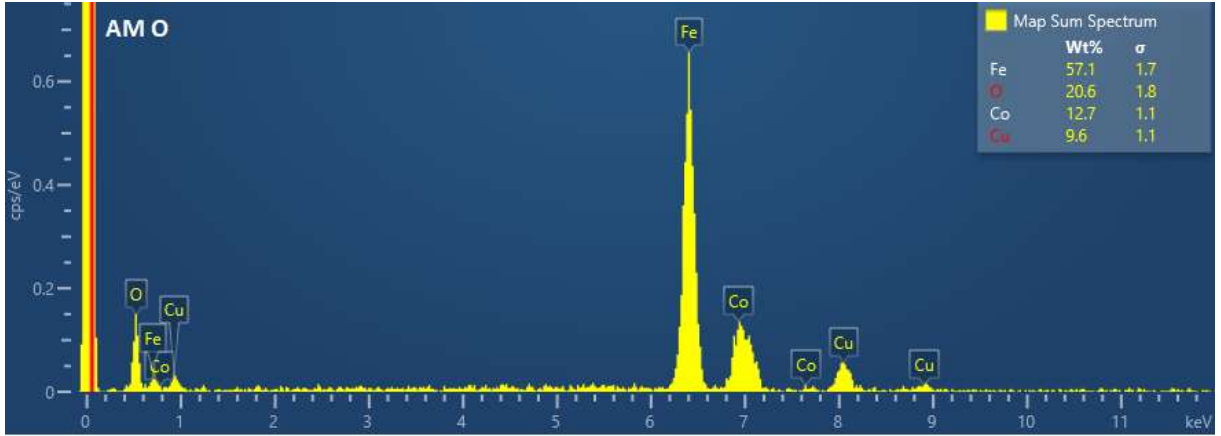
2) Cálculo da quantidade em gramas dos reagentes e combustível

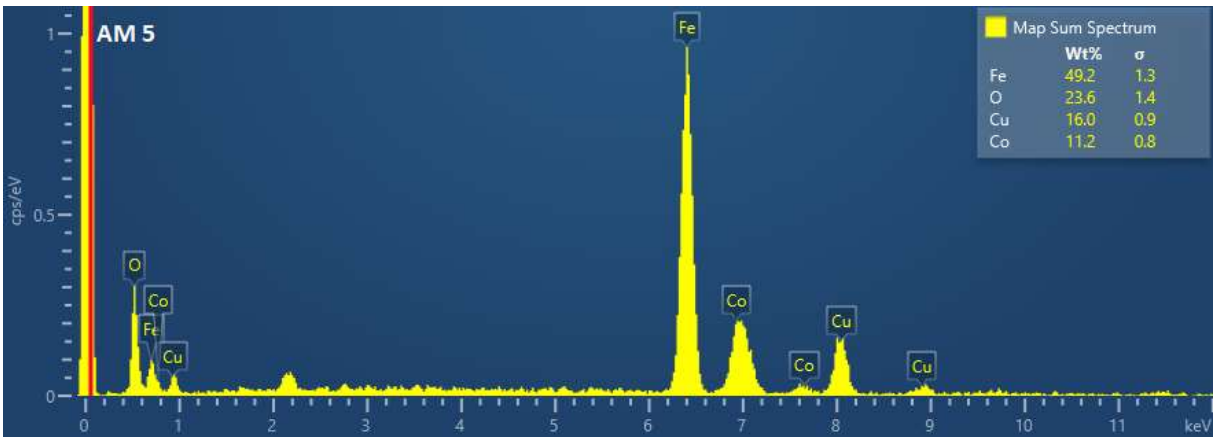
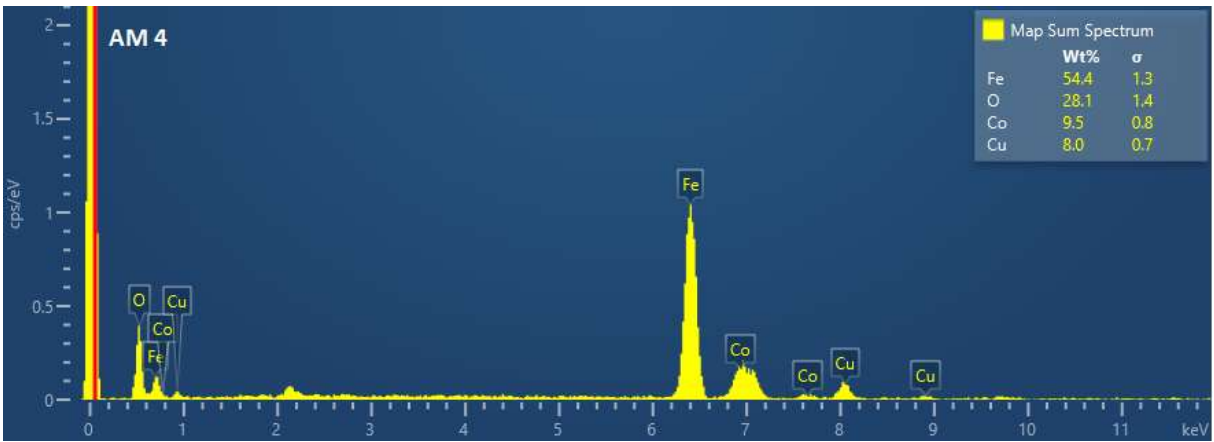
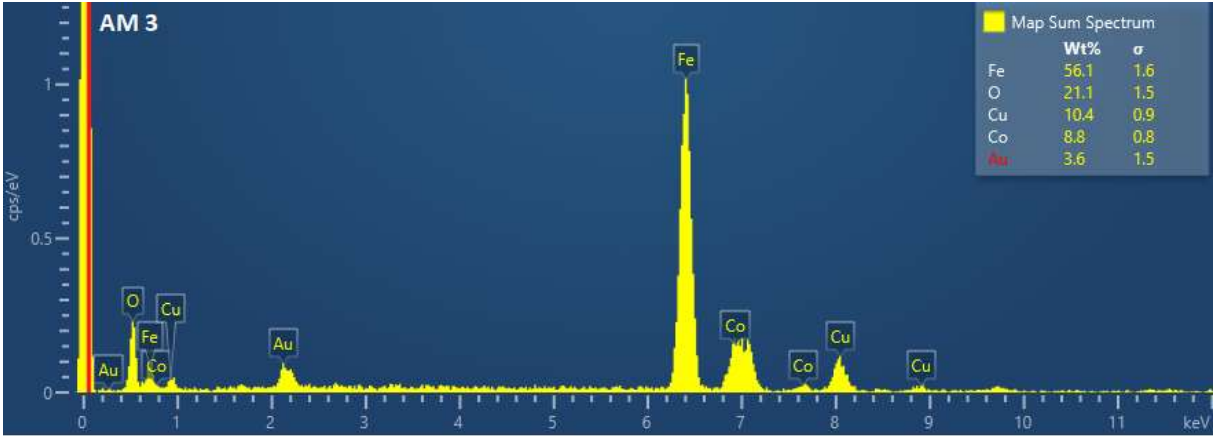
- NCo = 0,5 x 182,94 = 91,47g
- NCu = 0,5 x 241,60 = 120,80g
- NFe = 2 x 404 = 808 g
- N ureia = 6,7 x 60,06 = 402,402g

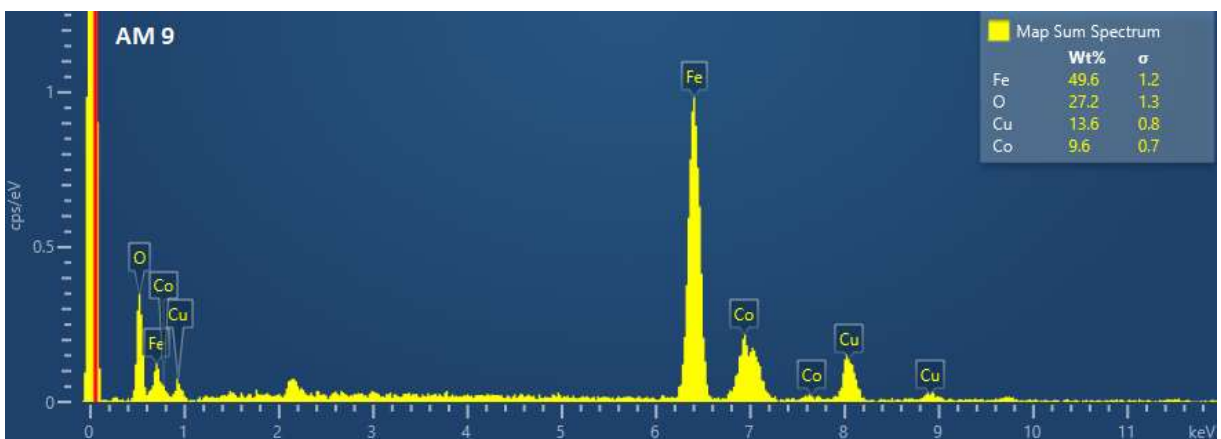
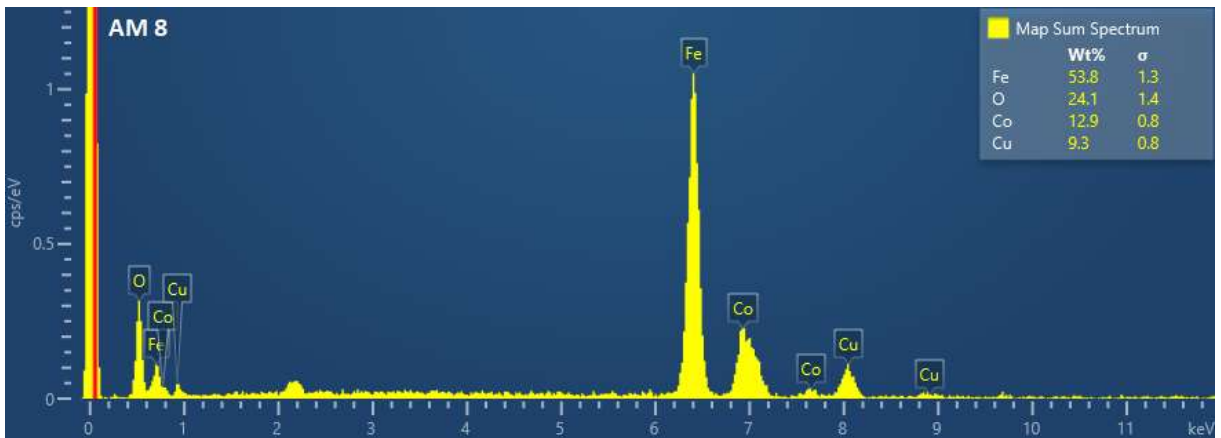
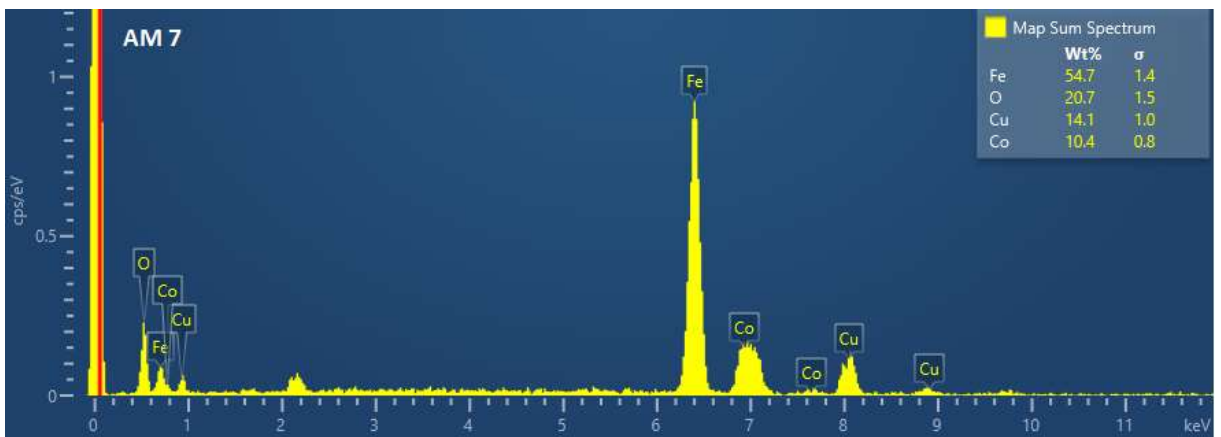
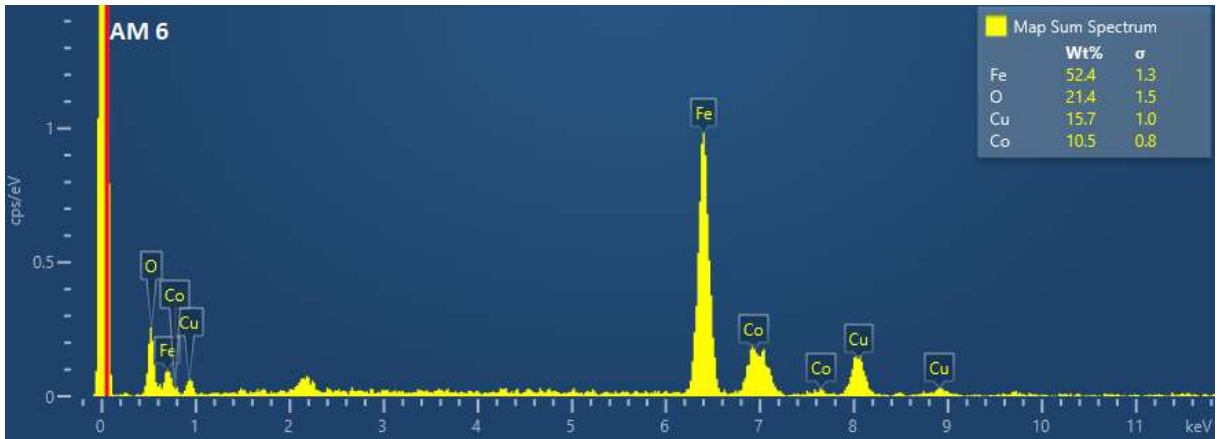
APÊNDICE B

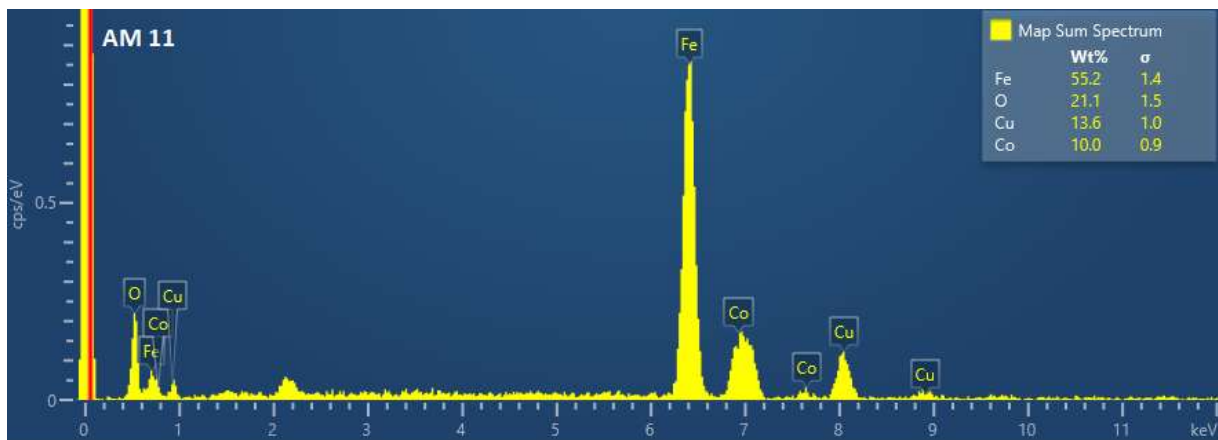
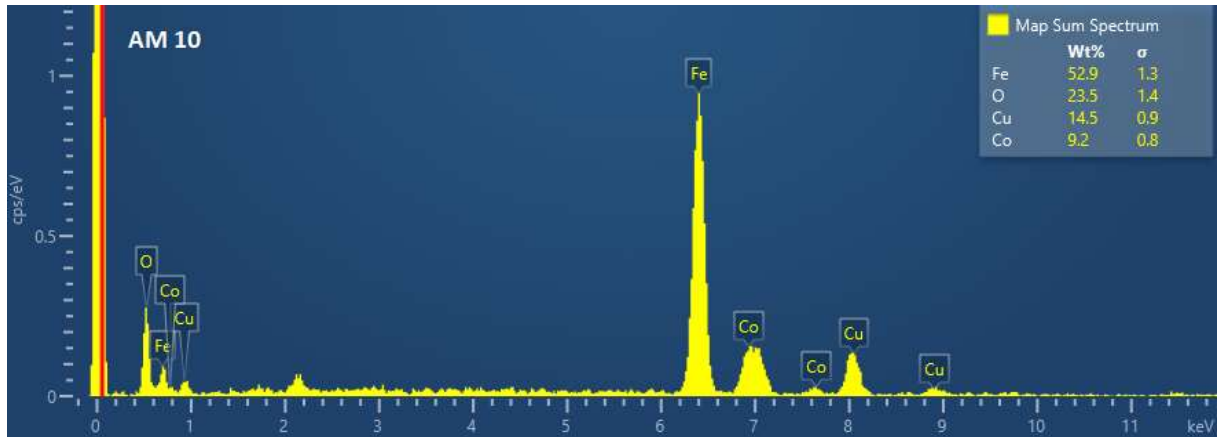
Os gráficos do apêndice B são referentes ao mapeamento dos elementos presentes na Ferrita $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ sinterizadas em forno convencional em diferentes parâmetros. A partir do mapeamento realizado por EDS acoplado ao MEV, foi possível a identificação e avaliação da distribuição dos elementos Fe, Co, Cu e O, que são os constituintes principais do espinélio inverso estudado.

Micrografias obtidas a partir do mapeamento realizado por EDS acoplado ao MEV das amostras AM 0, AM 1, AM 2, AM 3, AM 4, AM 5, AM 6, AM 7, AM 8, AM 9, AM 10 e AM 11





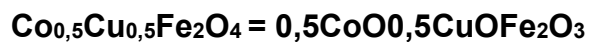




APÊNDICE C

Cálculo teórico (EDX) referentes aos percentuais de cada óxidos presentes na ferrita $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ para cada amostra.

- 1) Baseado nos dados das massas molares de cada componente químico presente. Foi calculado a baixo a massa molecular total da ferrita $\text{Co}_{0,5}\text{Cu}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$:



- $0,5\text{CoO} = 0,5\text{mol} \times (182,94 + 16) \text{ g/mol} = 99,47 \text{ g}$
- $0,5\text{CuO} = 0,5\text{mol} \times (241,60 + 16) \text{ g/mol} = 128,8 \text{ g}$
- $\text{Fe}_2\text{O}_3 = 1 \text{ mol} \times (2 \times 404) + (3 \times 16) \text{ g/mol} = 856 \text{ g}$

1084,27 g

2) Cálculo do valor percentual de cada óxido que compõem as amostras pela seguinte equação:

$$\%X_o = \frac{M_x}{M_t} \times 100$$

Onde:

X_o = Composto óxido

M_x = Massa do composto óxido

M_t = Massa total da composição

Obteve-se os seguintes resultados:

- CoO = 9,17%
- CuO = 11,87%
- Fe₂O₃ = 78,94%

