

Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Processamento e caracterização de ferritas do tipo $Mg_xNi_{1-x}Fe_2O_4$, com $x = 0; 0.2; 0.4; 0.6; 0.8; 1$

Bolsista: Gustavo Gabriel Machado de Abreu

Orientador(a): Adriana Medeiros Gama

Período a que se refere o relatório: Agosto de 13 a Julho de 14

Resumo

O trabalho apresentado a seguir, tem como objetivo processar e caracterizar ferritas de magnésio e níquel de estequiometria $Mg_xNi_{1-x}Fe_2O_4$ onde $x=0,2; 0,4; 0,6; 0,8$. O método cerâmico convencional foi utilizado na preparação das amostras. Tal método consiste na mistura, moagem, calcinação e sinterização em altas temperaturas dos óxidos de ferro, óxido de zinco e óxido de níquel. Para entender os efeitos da variação da fração molar de magnésio na ferrita estudada, análises da morfologia, estruturais e eletromagnéticas serão realizadas utilizando-se as técnicas de MEV (Microscopia Eletrônica de Varredura), DRX (difração de raios X). Além das atividades realizadas, este relatório contém descrições de aspectos teóricos e práticos sobre a ferrita estudada.

1. Introdução

O trabalho teve duração de um ano, com início em agosto de 2013 e término em julho de 2014. Primeiramente, foi feito um levantamento da biografia a ser utilizada durante o período de iniciação. O objetivo foi processar e caracterizar um material cerâmico magnético: as ferritas de magnésio e níquel ($Mg_xNi_{1-x}Fe_2O_4$) do tipo mistas, com estrutura de espinélio, onde os cátions metálicos se alinham ao redor dos átomos de ferro e oxigênio. Este comportamento microscópico é fundamental para explicar propriedades macroscópicas das cerâmicas como resistência a altas temperaturas, resistência mecânica entre outras. O método utilizado para processar as ferritas foi o cerâmico convencional, onde os óxidos desejados são misturados em forma de pó, em condições específicas de pressão e temperatura. Após o processamento, o maior interesse foi enumerar as características mais relevantes que a ferrita MgNi apresenta. Na pesquisa foram feitas medidas do tamanho médio do grão, a verificação se o

material é monofásico, a medição de propriedades eletromagnéticas também era prevista, mas um atraso na confecção da matriz impossibilitou o término do projeto a tempo.

2. Material e métodos

2.1 Pesagem e Moagem primária

Para a obtenção da estequiometria da ferrita desejada, os óxidos foram pesados em uma balança digital Gehaka, modelo BK500, classe II, com precisão de duas casas decimais. Em seguida, foram misturados em um moinho planetário Fritsch por 1h.

2.2 Secagem e Calcinação

Após a primeira moagem, quatro recipientes, que continham a mistura dos óxidos, foram deixados em uma estufa Fanem modelo 315-SE, a 100°C, até que não existisse mais umidade na mistura. Depois de secas, as amostras foram maceradas em um almofariz de porcelana, para que formassem um pó fino e uma pequena porção deste pó, foi coletada para que posteriormente fosse medido o tamanho do grão. O restante foi pesado novamente e sua massa total foi dividida em três porções de mesma quantidade e prensada em forma de uma pastilha de 5cm de diâmetro, nesta prensagem foi utilizada uma prensa uniaxial CRAVER, a uma pressão média de 1,5 ton. Depois disso, as pastilhas foram calcinadas, onde utilizou-se o forno da marca EDG Equipamentos, modelo F-3000 3P-S INOX, com taxa de aquecimento de 200°C/h. A temperatura foi elevada até 800°C, e mantida constante por quatro horas. Após a calcinação, as pastilhas foram maceradas em um almofariz de porcelana, mais uma vez, uma pequena massa da mistura foi retirada, para analisar se a ferrita era monofásica.

2.3 Moagem secundária e Sinterização

O material calcinado e macerado foi novamente submetido à moagem em moinho planetário por 1h, e feita a secagem na estufa a 100°C/1h. Foi separada uma quantidade da amostra para medir o tamanho médio de partícula. Para as medidas de permeabilidade e a permissividade das ferritas, elas precisam ser compactadas em pequenos toróides, com 7mm de diâmetro externo, 3mm de diâmetro interno e altura entre 5 e 10mm, medidas que tornam o toróide compatível ao porta-amostra usado para a caracterização eletromagnética da ferrita. Foi constatado que os toróides sofrem contração durante a sinterização.

2.4 Medição do tamanho de grão

Durante o processamento da ferrita, após a primeira e segunda moagens, uma pequena parcela de material em forma de pó, foi retirada e encaminhada ao laboratório, para que fossem medidos os tamanhos médios dos grãos.

2.5 Difração de raios X

Após a calcinação, uma pequena parte das amostras foi retirada e encaminhada a difração de raios X. Após a sinterização outra parcela de cada amostra foi retirada para uma nova medição. O objetivo de tal procedimento era constatar se o material obtido era monofásico.

2.6 Microscopia Eletrônica de Varredura MEV

Pastilhas das 6 composições foram sinterizadas. Depois foram embutidas em baquelite, lichadas, polidas e por fim, foi realizado um ataque químico com ácido fosfórico (H_3PO_4) fervente. Após este processo as pastilhas foram encaminhadas ao MEV.

3. Resultados

3.1 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia foi realizada, para que se pudesse constatar a formação de grãos

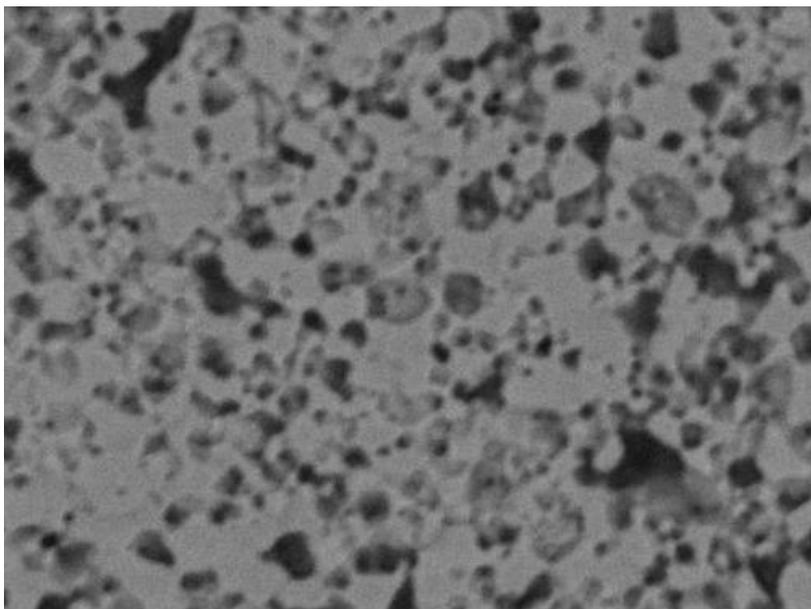


Figura 1. MEV da amostra x=0

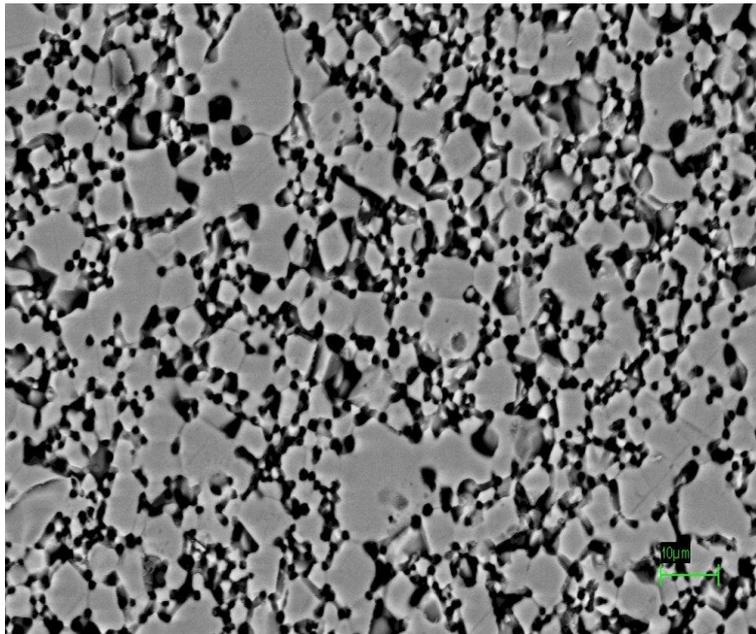


Figura 2. MEV da amostra x=0.2

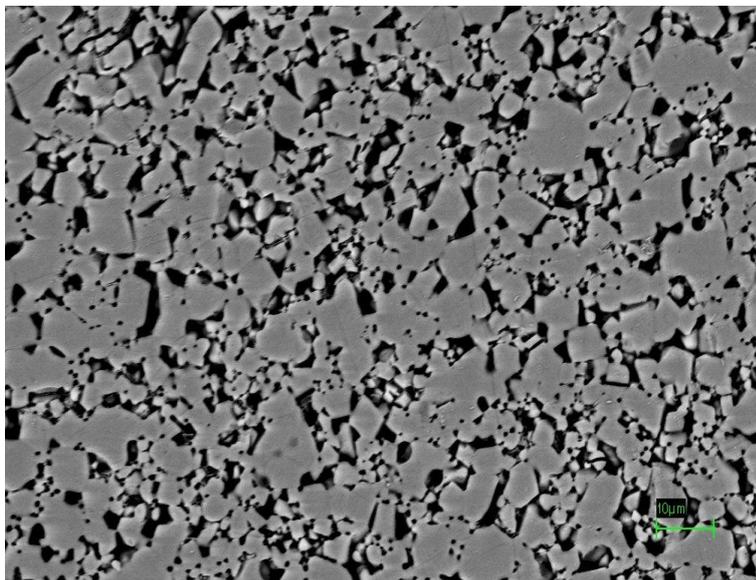


Figura 3. MEV da amostra x=0.4

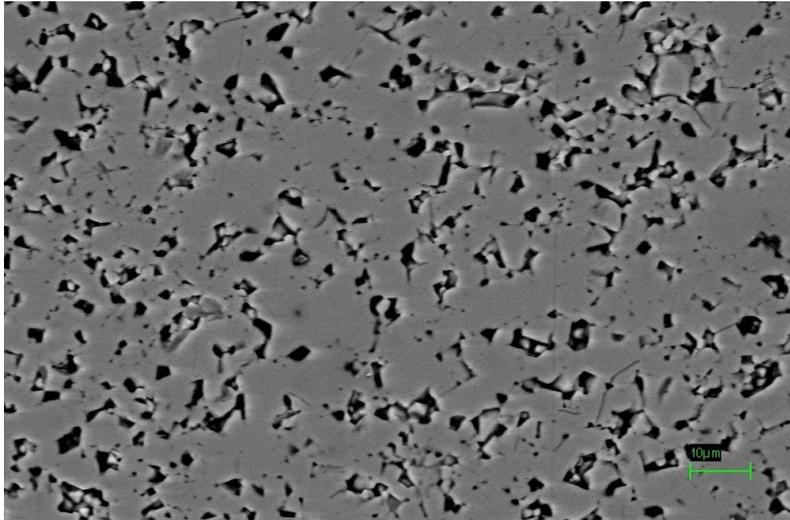


Figura 4. MEV da amostra $x=0.6$

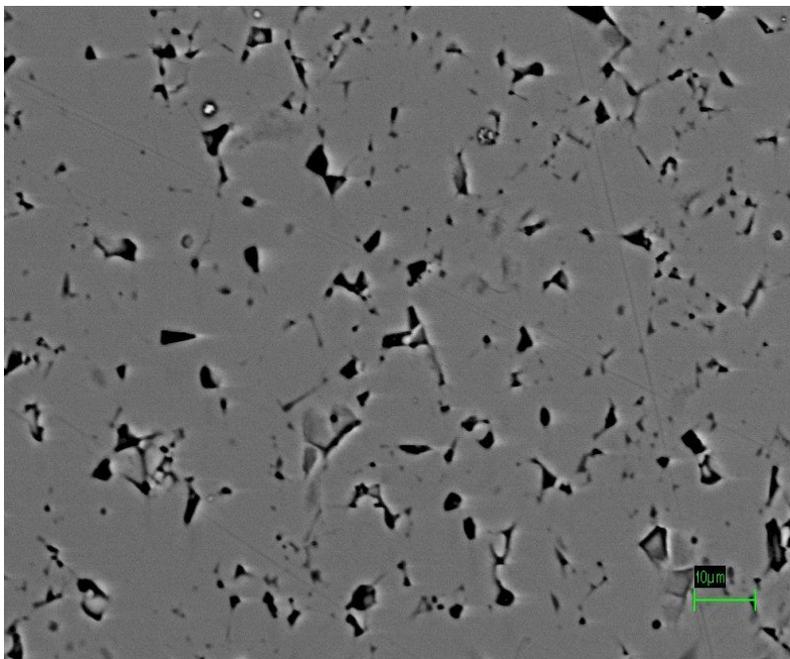


Figura 5. MEV da amostra $x=0.8$

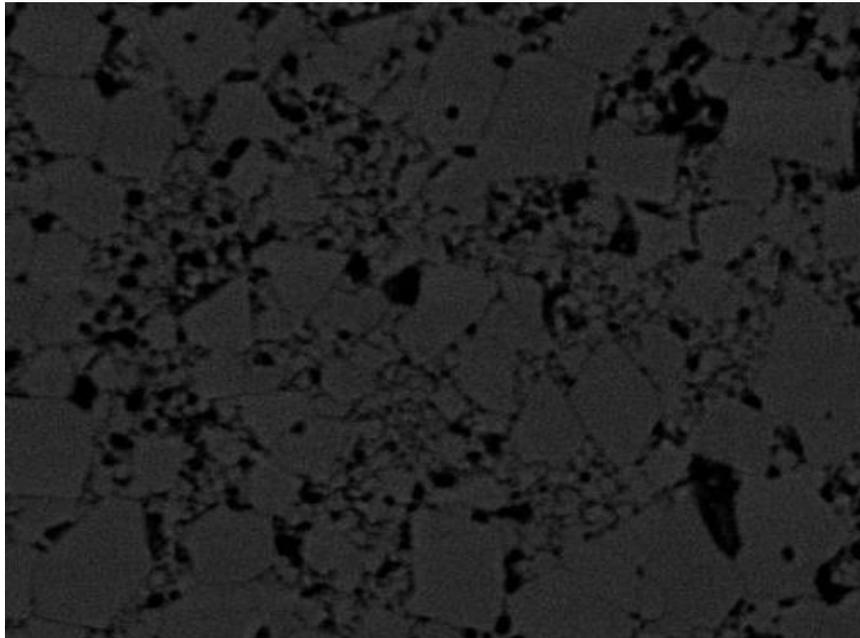


Figura 6. MEV da amostra x=1

3.2 Difração de Raios X (DRX)

O material foi submetido a difração de raios X, para que fosse analisada a formação de um material monofásico.

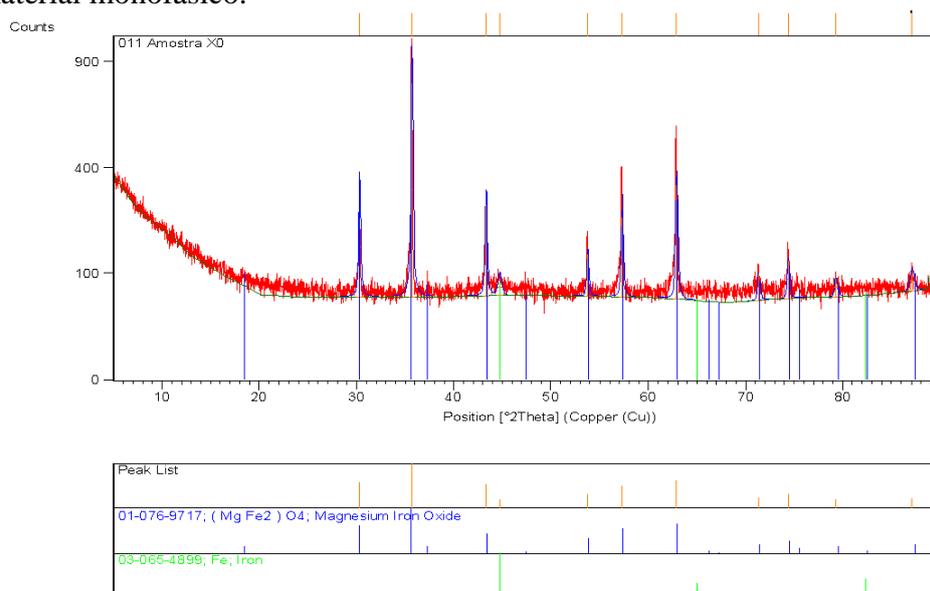


Figura 7. DRX da amostra x=0

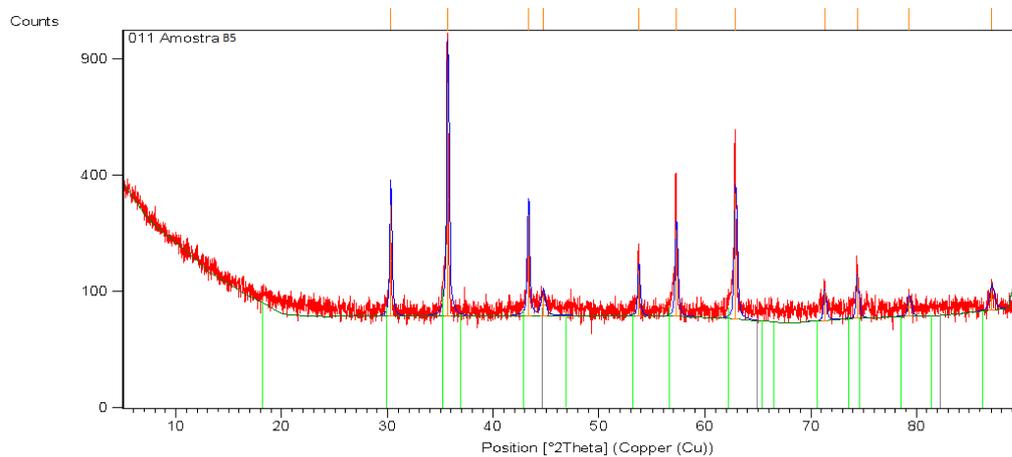


Figura 8. DRX da amostra $x=0.2$

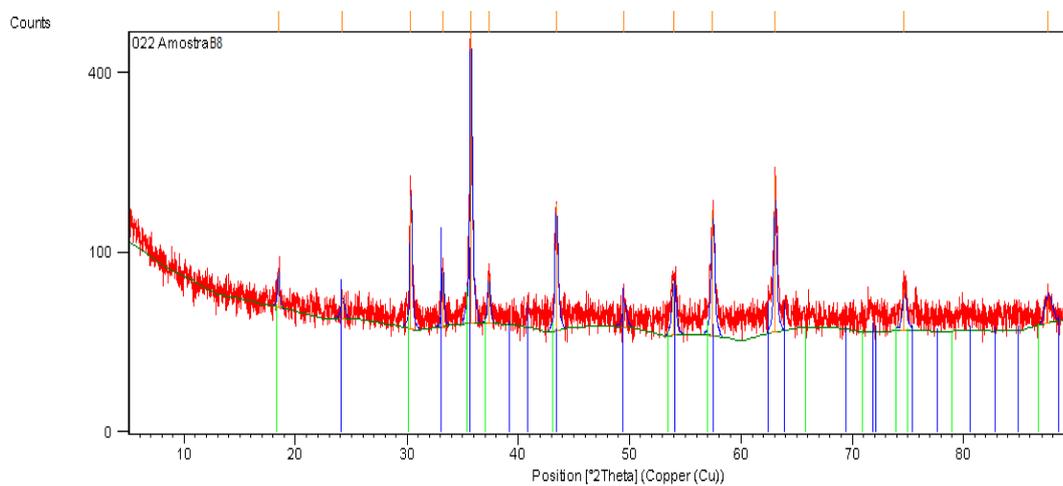


Figura 9. DRX da amostra $x=0.4$

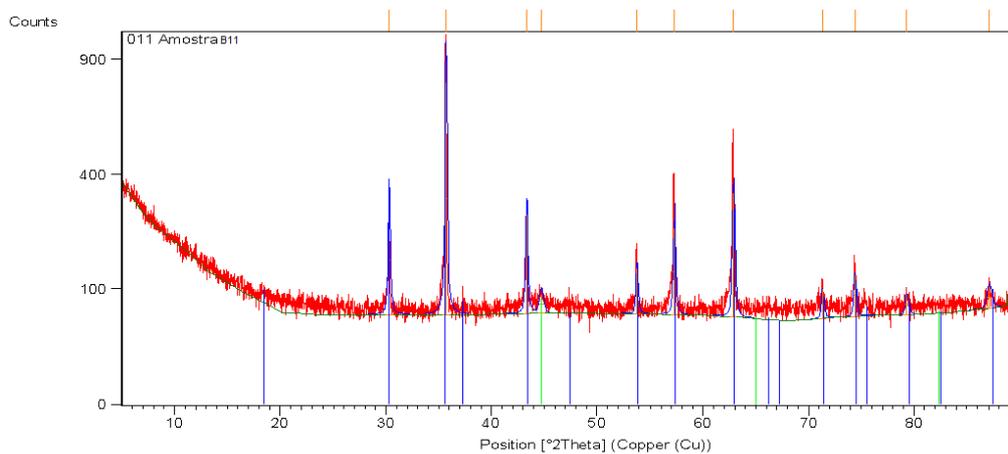


Figura 10. DRX da amostra $x=0.6$

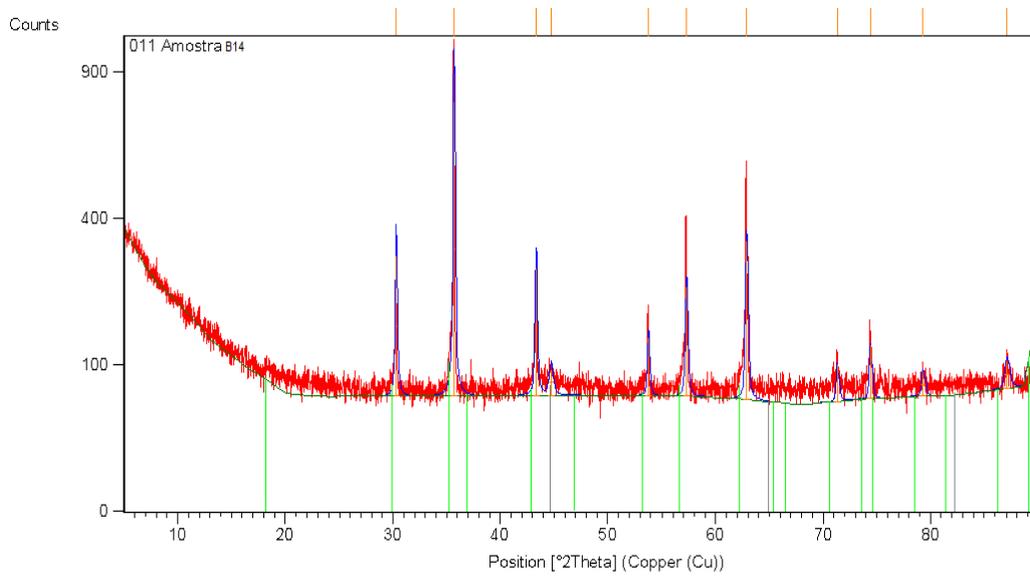


Figura 11. DRX da amostra x=0.8

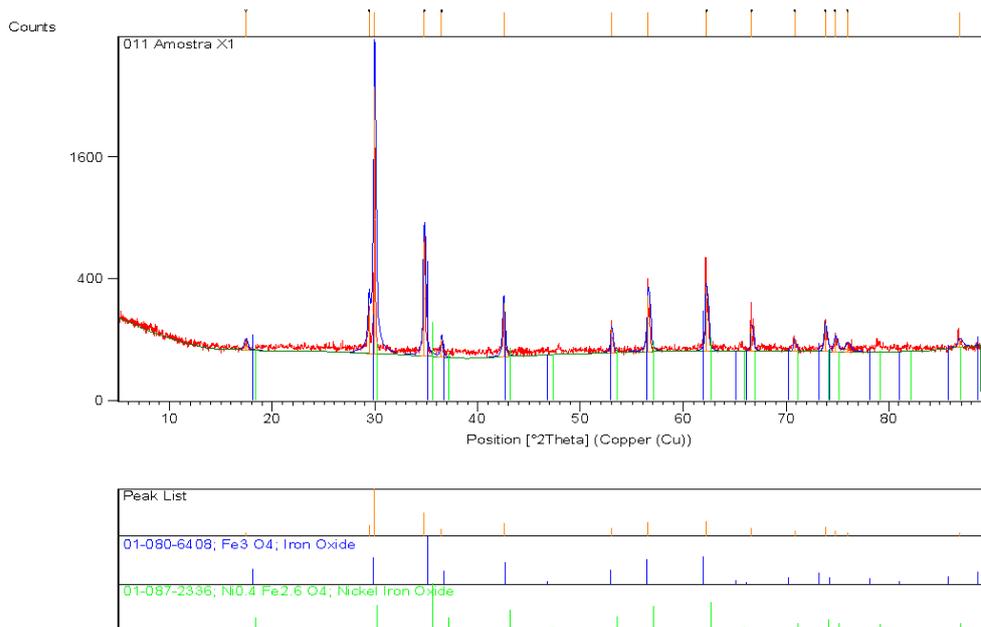


Figura 12. DRX da amostra x=1



4. Conclusões

Como dito acima, algumas das medições previstas no início do projeto não foram realizadas, pois, alguns equipamentos não puderam ser utilizados a tempo e pesquisa ficou um pouco comprometida. As fotos do MEV mostraram uma diminuição no número de buracos a medida que a porcentagem de magnésio aumentava, além de ter sido constatada uma melhor formação do grão.

Referências

KRIESSMAN, C.J; HARRINSON, S. E. Cation distributions in magnesium-nickel ferrites.

Journal applied physics, v. 32, no. 3, p. 12-13, march, 1996.

SUZUKI, T.; TANAKA, T.; IKEMIZU, K. High density recording capability for advanced particulate media. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Japan, v. 135, p. 159-160, oct 2001.