

## Relatório Final

Título do projeto de pesquisa: Desenvolvimento de amostras cerâmicas à base de cobalto para aplicações espaciais.

Bolsista: Kaic André Tosta Siqueira

Orientador(a): Dra. Adriana Medeiros Gama

Período a que se refere o relatório: Março de 2018 a Julho de 2018

### Resumo

Atualmente, observa-se um aumento no número de pesquisas que envolvem ferritas a base de cobalto para aplicações em dispositivos aeroespaciais. Em geral, essas pesquisas abordam as medidas, análises e o estudo das propriedades eletromagnéticas, como: permeabilidade magnética e permissividade elétrica. Entretanto, deseja-se que as propriedades se mantenham constantes quando submetidas a diversas condições ambientais, como as variações de temperatura ou de umidade, para assegurar o desempenho dos dispositivos que os compõem. O objetivo deste trabalho é realizar o estudo da variação de permissividade elétrica e permeabilidade magnética complexas em função da temperatura de  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  na faixa de frequências de 50 MHz a 7 GHz, para a hexaferrita de cobalto do tipo Z ( $\text{Ba}_3\text{Co}_2\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$ ). O Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) foi utilizado na obtenção de micrografias para uma análise da microestrutura das amostras.

**Palavras-chave:** Cerâmicas Magnéticas, Radome, Hexaferrita, Tipo Z, sensores.

### 1. Introdução

Devido a sua alta resistividade e permeabilidade magnética, as ferritas ou cerâmicas magnéticas tem sido estudadas para o uso em varias aplicações. No entanto, é necessário o conhecimento preciso das propriedades eletromagnéticas intrínsecas dos materiais na sua faixa de frequência operacional. Dentre estas propriedades dos materiais, a permissividade elétrica ( $\epsilon$ ) e a permeabilidade magnética complexa ( $\mu$ ) são alguns dos indicadores de qualidade para aplicação em dispositivos eletromagnéticos (GABAS, 2017; GABAS, 2018). A resposta do material as variações na temperatura e umidade, precisam ser consideradas, e é

desejável que as suas propriedades eletromagnéticas se mantenham constantes sob tais variações, assegurando assim o desempenho do dispositivo sem o uso de algum método de compensação térmica.

## 2. Materiais e métodos

Para a confecção das ferritas de  $\text{Co}_2\text{Z}$  foi utilizado o método cerâmico convencional. Como matérias primas foram utilizadas: pós de óxidos de ferro (III) ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), óxido de cobalto (III) ( $\text{Co}_2\text{O}_3$ ) e carbonato de bário ( $\text{BaCO}_3$ ). Os óxidos foram pesados em uma balança analítica, a fim de se obter as massas específicas de 22,60 g, 1,95 g e 55,42 g, respectivamente. Em seguida foram misturados durante duas horas em moinho de bolas, e secados em uma estufa a temperatura de 100 °C, a fim de se retirar a umidade do material. Após a secagem, o pó foi calcinado à 1100 °C por 6 horas, com taxa de aquecimento e resfriamento de 200 °C/h. Devido o material formar aglomerados durante a calcinação, o mesmo foi moído novamente durante quatro horas para reduzir o tamanho de partícula e deixá-lo uniforme. O material calcinado foi então prensado utilizando-se uma prensa uniaxial, sob uma pressão de 20 MPa, em formato toroidal, com diâmetro externo ( $\text{Ø}_e$ ) de 8,33 mm e diâmetro interno ( $\text{Ø}_i$ ) de 3,60 mm. A sinterização dos toróides foi realizada a temperatura de 1300 °C durante 3 horas, em atmosfera de oxigênio, com taxa de vazão de 15 l/min. Para ajustar a dimensão dos toróides ao porta-amostra do analisador de redes vetorial (VNA), foi necessário realizar a usinagem do diâmetro interno das amostras. As dimensões finais são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1. Dimensões finais das amostras toroidais de ferrita do tipo Z sinterizadas.

Amostras	Diâmetro interno (mm)	Diâmetro externo (mm)	Comprimento (mm)
1	3,13± 0,05	6,86± 0,05	16,91± 0,05
2	3,07± 0,05	6,93± 0,05	12,04± 0,05
3	3,13± 0,05	6,84± 0,05	11,84± 0,05
4	3,09± 0,05	6,85± 0,05	12,08± 0,05

A caracterização da microestrutura do material foi realizada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) no (LFF) – Instituto de Física da Universidade São Paulo, e a caracterização eletromagnética foi realizada no Laboratório de Sistemas Eletromagnéticos (LSE) – Divisão de Física Aplicada do Instituto de Estudos Avançados, usando-se um analisador de redes vetorial modelo Keysight N5231A, na faixa de frequências de 500 MHz a 7 GHz em função da temperatura de -40 °C a 50 °C.

### 3. Resultados e discussão

A microestrutura da superfície da amostra de  $\text{Co}_2\text{Z}$  é apresentada na Figura 1. Nota-se a ocorrência de grãos facetados característicos do tipo Z, devido à estrutura cristalina hexagonal, mostrando que houve a densificação dos óxidos na amostra.

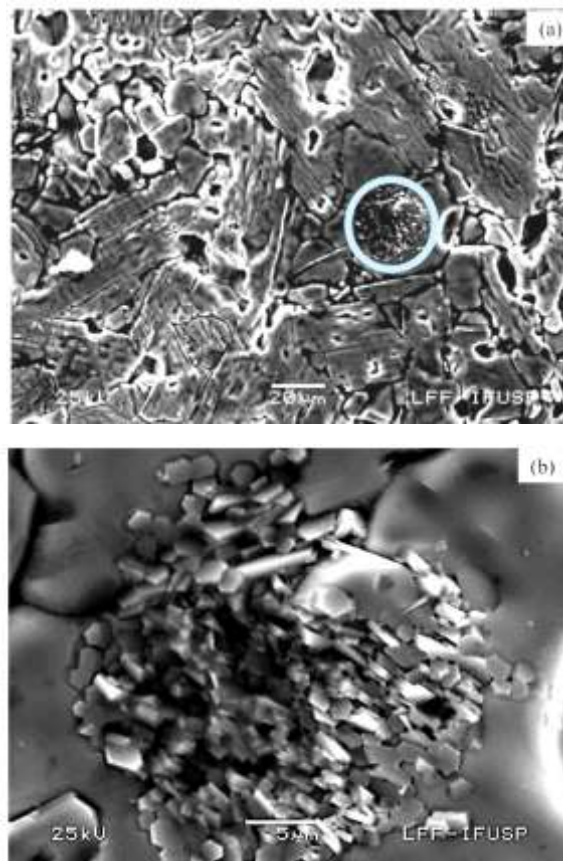


Figura 1. Microscopia eletrônica de varredura da amostra de hexaferrita de cobalto (a) aumento de 200  $\mu\text{m}$  e (b) aumento de 5  $\mu\text{m}$  da área demarcada pelo círculo, onde uma região de alta pressão ocasionou a formação de vários cristais hexagonais.

Os resultados das medidas de permeabilidade magnética e permissividade elétrica na faixa de frequências de 500 MHz a 7 GHz da ferrita de  $\text{Co}_2\text{Z}$  são apresentados nas Figuras 2 a 8. As medidas foram feitas em um analisador de redes vetorial e o porta amostras foi posicionado dentro de uma câmara de temperatura e umidade.

De acordo com a Figura 2, a permissividade real ( $\epsilon_r'$ ) diminuiu com o aumento da frequência, chegando a um valor máximo, em aproximadamente, 16,5 na frequência de 1,6 GHz e temperatura de 50 °C.

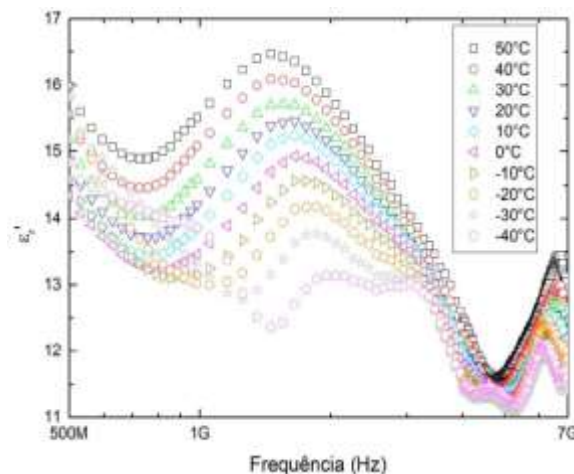


Figura 2. Medidas de permissividade real ( $\epsilon_r'$ ) da ferrita de  $\text{Co}_2\text{Z}$  na faixa de frequências de 500 MHz a 7 GHz em função da temperatura de -40 °C a 50 °C.

A Figura 3 apresenta as medidas de permissividade imaginária ( $\epsilon_r''$ ) em função da frequência para amostras variando a temperatura entre -40 °C e 50 °C. Observou-se que para frequências maiores do que 1 GHz,  $\epsilon_r''$  aumenta a medida que a temperatura também aumenta. Para frequências menores do que 1 GHz, o comportamento de  $\epsilon_r''$  é invertido.

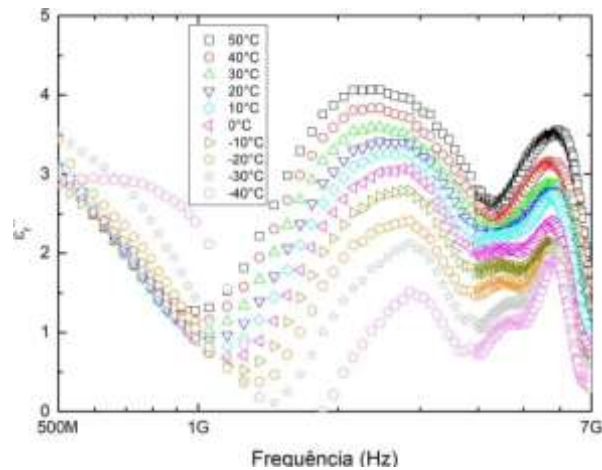


Figura 3. Medidas de permissividade imaginária ( $\epsilon_r''$ ) da ferrita de  $\text{Co}_2\text{Z}$  na faixa de frequências de 500 MHz a 7 GHz, em função da temperatura de  $-40^\circ\text{C}$  a  $50^\circ\text{C}$ .

A Figura 4 apresenta a curva de Cole/Cole da permissividade elétrica da ferrita. Observou-se que, acima da frequência de 1 GHz e com o aumento das temperaturas, as amostras tendem a maiores perdas elétricas.

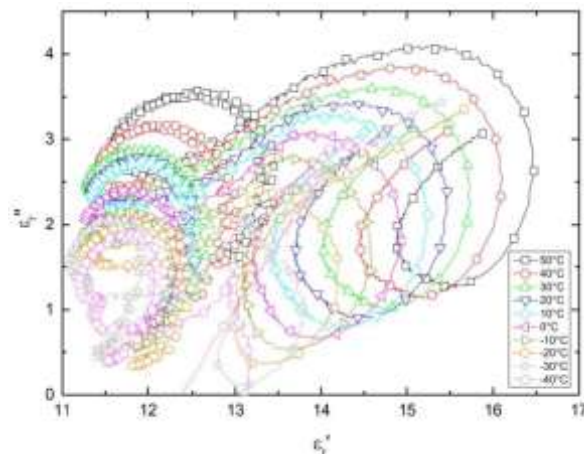


Figura 4. Curvas de Cole/Cole da permissividade elétrica da ferrita de tipo Z na faixa de frequências de 500 MHz a 7 GHz, em função da temperatura de  $-40^\circ\text{C}$  a  $50^\circ\text{C}$ .

A Figura 5 apresenta as medidas de permeabilidade real ( $\mu_r'$ ) na faixa de frequências de 500 MHz a 7 GHz, para amostras que variam a temperatura entre  $-40^\circ\text{C}$  a  $50^\circ\text{C}$ . Observou-se que até a frequência de 1,4 GHz,  $\mu_r'$  é maior para temperaturas mais altas, porém após 1,4 GHz,  $\mu_r'$  começa a diminuir, e quando se aproxima de 2 GHz,  $\mu_r'$  cresce para temperaturas menores

que 0 °C. Estas condições de  $\mu_r'$  dão origem a uma região entre 1 GHz e 1,6 GHz (Figura 6) onde  $\mu_r'$  começa a ter uma sensibilidade menor a temperatura, com variações menores que 0,5 na faixa de temperatura.

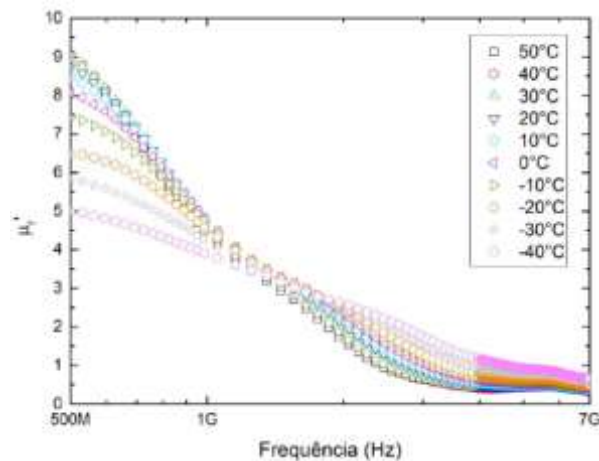


Figura 5. Medidas de permeabilidade real ( $\mu_r'$ ) da ferrita de cobalto tipo Z na faixa de frequências de 500 MHz a 7 GHz em função da temperatura de -40 °C a 50 °C.

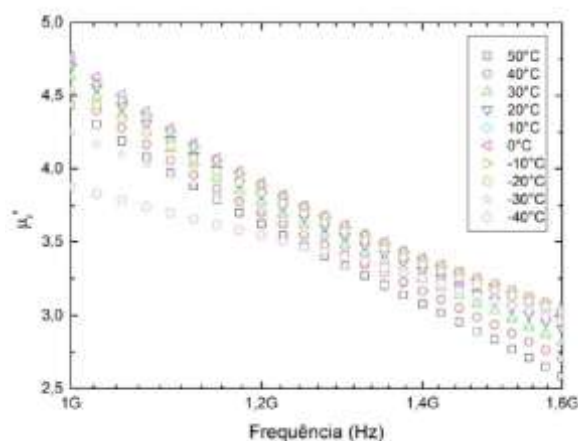


Figura 6. Medidas de permeabilidade real ( $\mu_r'$ ) da ferrita de cobalto tipo Z na faixa de frequências de 1 GHz a 1,6 GHz, em função da temperatura de -40 °C a 50 °C.

Os valores de permeabilidade imaginária ( $\mu_r''$ ) são apresentados na Figura 7. Até a frequência de 3 GHz e para temperaturas mais elevadas, a ferrita possui perdas maiores. Após 3 GHz o comportamento anterior é totalmente invertido, ou seja, a frequência e a temperaturas maiores apresentam perdas menores.

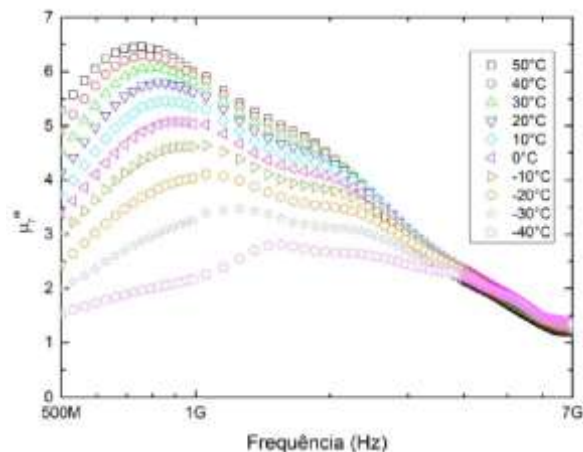


Figura 7. Medidas de permeabilidade imaginária ( $\mu_r''$ ) da ferrita de cobalto tipo Z na faixa de frequências de 500 MHz a 7 GHz em função da temperatura de  $-40^\circ\text{C}$  a  $50^\circ\text{C}$ .

As curvas de Cole/Cole, apresentadas na Figura 8, apresentaram uma mínima sensibilidade em função da temperatura. Os dois picos presentes nas curvas são dadas por dois métodos de relaxação mostrando que existem duas fases na amostra. Os processos de relaxação são causados pelas diferentes estruturas cristalinas presentes na ferrita de cobalto do tipo Z.

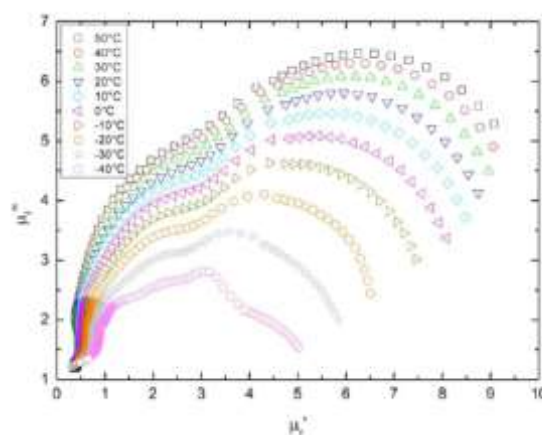


Figura 8. Curvas de Cole/Cole da permeabilidade magnética da ferrita de  $\text{Co}_2\text{Z}$  na faixa de frequências de 500 MHz a 7 GHz, em função da temperatura de  $-40^\circ\text{C}$  a  $50^\circ\text{C}$ .

#### 4. Próximas Etapas

Como trabalho futuro, sugere-se:

- 1) Análise por difração de raios X;

- 2) Análise por microscopia de força atômica (AFM);
- 3) Medidas de propriedades eletromagnéticas em Terahertz.

## 5. Conclusões

A hexaferrita de  $\text{Co}_2\text{Z}$ , de estequiometria  $\text{Ba}_3\text{Co}_2\text{Fe}_{24}\text{O}_{41}$ , foi sinterizada pelo método cerâmico convencional. Os dados de permeabilidade real ( $\mu_r'$ ) apresentam, para a faixa de frequência entre 1 GHz e 1,6 GHz, uma baixa sensibilidade a temperatura, com variações menores que 0,5. Esta região foi atribuída à intersecção entre dois diferentes processos de relaxação de Debye. Tanto as medidas de permissividade elétrica quanto de permeabilidade magnética complexas mostraram que pode existir a presença de mais de uma fase de ferrita devido a presença de mais de um processo de relaxação Debye. A faixa de frequências de 1 GHz e 1,6 GHz, onde existe uma baixa sensibilidade a temperatura, são de grande interesse para aplicações práticas do material estudado, porque garantem que o desempenho do dispositivo projetado será útil sem o uso de um circuito de compensação térmica em ambientes que não possuem temperaturas constantes.

## 6. Divulgação dos Resultados

Durante os cinco meses de projeto, não foi possível divulgar os resultados obtidos em outras plataformas de meio científico.

## Referências

GABAS, R. L. A. **Estabilidade Térmica da Permissividade e Permeabilidade Complexas em Ferritas de Ni-Zn e  $\text{Co}_2\text{Z}$  na Faixa de Frequência de 1 MHz a 7 GHz.** 86f. Tese de Doutorado em Ciências e Tecnologias Espaciais – Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos. 2017.

GABAS, R. L. A., BRITO, V. L. O., LEMOS, L.V., MIGLIANO, A. C. C. **Temperature Sensibility of Complex Permittivity in Ni-Zn Ferrite at Different Temperatures in the 700 MHz-1 GHz Range.** IEEE Transactions on Magnetics, Vol.54, no.2, p.2800205 Feb 2018.





ZANELLA, G. P. **Síntese de Hexaferrita de Co-Ba para Aplicações no Encapsulamento de Sensores e em RADOME na faixa de RF e microondas.** 82f. Tese de Mestrado em Sensores e Atuadores Espaciais – Instituto de Tecnologia Aeronáutica, São José dos Campos. 2013.