



PIBIC/CNPq/ UFPG-2009



SINTERIZAÇÃO VIA ENERGIA DE MICROONDAS DE NANOFERRITAS Ni-Zn PARA DESENVOLVIMENTO DE DISPOSITIVOS MAGNÉTICOS MOLES

¹Verônica C.de S. Diniz, ²Débora A. Vieira, ³Jean P. L. - M. P. Souza, ⁴Ana Cristina F. M. Costa, ⁵Lucianna Gama.

RESUMO

Este trabalho tem como objetivo preparar nanoestruturas de ferritas Ni-Zn sinterizadas utilizando a energia de forno microondas. Estes materiais terão seu desempenho avaliado para aplicação em dispositivos magnéticos moles de alta frequência visando minimizar perdas na geração, distribuição e uso da energia elétrica. Os pós foram preparados de acordo com o conceito da química dos propelentes e explosivos usando um cadinho de sílica vítrea e glicina como combustível para a síntese e posteriormente prensados em forma de pastilhas em seguida sinterizadas em forno microondas na temperatura de 1200°C/2h. Os resultados mostram que a amostra sintetizada na menor potência com tempo de exposição de 10 minutos possibilitou a formação de amostras após sinterização com a maior densidade geométrica e densidade aparente, o que conduziu a uma redução da porosidade aparente. Os resultados de DRX mostram a formação da fase ferrita Ni-Zn, como fase majoritária e traços da fase secundária hematita. Todas as amostras sinterizadas apresentaram os grãos formados relativamente grandes, porém com elevada porosidade inter e intragranular. Por meio das curvas de histereses observa-se que as amostras apresentaram curvas de histerese com característica de material magnético mole

Palavras-chave: ferritas Ni-Zn, energia de microondas, sinterização.

SINTERING ROUTE OF MICROWAVE ENERGY FOR NANOFERRITAS FOR NI-ZN DEVELOPMENT OF MAGNETIC DEVICES SOFT

ABSTRACT

This work aims to prepare nanostructures of Ni-Zn ferrites sintered using the energy of microwave oven. These materials will have their performance evaluated for use in soft magnetic devices for high frequency to minimize losses in generation, distribution and use of electricity. The powders were prepared according to the concept of the chemistry of propellants and explosives using a vitreous silica crucible and glycine as fuel for the synthesis and subsequently pressed in the form of chips and then sintered in a microwave oven at a temperature of 1200oC/2h. The results show that the sample synthesized at lower power with exposure time of 10 minutes allowed the formation of samples after sintering at the geometrical density and bulk density, leading to a reduction in apparent porosity. The results of XRD show the formation of Ni-Zn ferrite phase as major phase and traces of secondary phase hematite. All sintered samples showed relatively large grains formed, but with high inter-and intragranular porosity. Through the curves of hysteresis is observed that the samples showed curves with hysteresis characteristic of soft magnetic material.

Keywords: Ni-Zn ferrites, microwave power, sintering.

¹Aluna do curso de Engenharia de Materiais, UAEMA, UFPG, Campina Grande, PB, E-mail: veronicacristhina@hotmail.com

² Aluna da pós Graduação, UAEMA, UFPG, Campina Grande, E-mail: deboralbq@hotmail.com

³ Bolsista do ITI-1, E-mail: la_martini@hotmail.com

⁴ Engenheira de materiais, Profa. Dra, UAEMA, UFPG, Campina Grande, PB, E-mail: anacristina@dema.ufcg.edu.br

⁵ Engenheira de materiais, Profa. Dra, UAEMA, UFPG, Campina Grande, PB, E-mail: lucianna@dema.ufcg.edu.br

INTRODUÇÃO

As ferritas de estrutura cristalina cúbica do tipo espinélio devido à sua alta resistividade elétrica e à sua aplicação em altas frequências, compreendidas entre 100MHz e 500GHz, estão situadas na classe das ferritas moles (magnetos não permanentes, que se magnetizam e desmagnetizam, com grande facilidade). (J. NICOLAS, 1980). São materiais cerâmicos ferrimagnéticos que vêm sendo estudadas científica e tecnologicamente nos últimos anos, devido às inúmeras aplicações que apresentam em função das suas propriedades eletromagnéticas em baixas e elevadas frequências de trabalho. O consumo mundial das ferritas envolve um investimento de milhões de dólares/ano com a sua comercialização. Esses materiais destacam-se devido à sua elevada capacidade de absorção de energia eletromagnética, a qual depende da frequência, do sentido e da magnitude do campo magnético interno. As ferritas são amplamente utilizadas em vários dispositivos tais como: transformadores e indutores de alta frequência utilizados em equipamentos eletrônicos, dispositivos de microondas, aparelhos de telecomunicações, geradores; fontes de potência; indutores e transdutores; filtros de frequência variável; supressores de ruído; em cabeça de gravação magnética, etc. (C. Y TSAY et al. 2000; K. ISHINO et al. 1987; M. PARDAVI-HORVATH, 2000).

Usualmente, as ferritas espinélio, assim como a maioria dos materiais cerâmicos, tem sido preparadas pelo método padrão, que é a mistura de óxidos. Este método, apesar de ser um método relativamente econômico, não permite o controle da homogeneidade e pureza, principalmente por utilizar processos de mistura e moagem, e os óxidos necessitam ser sinterizados em altas temperaturas para permitir a formação do produto final com alta densidade. Existe uma forte ligação entre o modo de preparação das ferritas, suas propriedades e aplicações (A. C. F. M. COSTA et al., 2002).

A síntese por reação de combustão, também conhecida como síntese auto-propagante, é uma técnica de processamento por meio da qual, reações exotérmicas são usadas para produzir uma variedade de pós cerâmicos. O processo de combustão é baseado no princípio de que, uma vez iniciada a combustão por uma fonte externa, uma reação exotérmica muito rápida ocorre, tornando-se auto-sustentável e resultando em um produto final (óxido), dentro de um curto período de tempo (R. H. G. A. KIMINAMI, 2001).

Atualmente existe um grande desafio na tecnologia de obtenção de nanocerâmicas. Esse desafio consiste na obtenção de corpos cerâmicos com elevada densidade, oriundo de processos de consolidação dos nanopós por tratamentos térmicos, mas com a minimização do crescimento de grão, de modo a obter uma estrutura em escala nanométrica (A. C. F. M. COSTA et al., 2002).

Dentre as tecnologias mais utilizadas que visam suprimir o crescimento de grão durante o processo de sinterização tem-se o uso de pressão como uma forma de aumentar a força motriz do processo e assim diminuir o tempo e/ou a temperatura de processamento. O uso de queima rápida, também é outra possibilidade, que objetiva conduzir o compacto a altas temperaturas rapidamente, minimizando a influência dos mecanismos de difusão que favorecem o crescimento de grão e que possuem uma força motriz inferior aos mecanismos que conduzem a densificação (F. A. COSTA et al., 2008).

Os processos que não utilizam auxílio de pressão e baseiam-se apenas na queima rápida possui como principal limitação o fato de que rápidos aquecimentos podem conduzir a elevadas tensões térmicas, que comprometeram a densificação do material, podendo conduzi-lo a uma série de danos mecânicos. Nesse sentido, o processamento com o uso de microondas é uma alternativa por suas características de aquecimento à queima rápida convencional, permitindo rápidos ciclos de aquecimento sem o problema de geração de elevados gradientes de temperatura (E. T. THOSTENSON et al., 1999).

A tecnologia de aquecimento de cerâmicas em microondas vem sendo aplicada há vários anos no processamento de cerâmicas, geralmente visando à redução dos ciclos de queima, seja com o uso de rápidas taxas de aquecimento, seja com o uso de menores temperaturas de sinterização. No entanto, recentemente, foram publicados resultados oriundos de pesquisas aplicadas ao processamento de nanomateriais que descreviam elevadas densificações nas cerâmicas estudadas, mas com um crescimento muito pequeno no tamanho de grão. Essas pesquisas (J. BINNER, 2005) associadas a resultados recentes obtidos (R. R. MENEZES et al, 2005 a; R. R. MENEZES et al, 2005 b) evidenciam excelentes perspectivas para o processamento de nanocerâmicas em microondas, no sentido de se obter corpos cerâmicos com elevadas densidades, mas com um crescimento de grão extremamente pequeno.

O processamento utilizando energia de microondas também possibilita acelerar a cinética do processo de sinterização sem conduzir a formação de heterogeneidades microestruturais como crescimento anormal de grãos ou o desenvolvimento de microestruturas com distribuição de tamanho de grãos multimodais (M. A. JANNEY, 1990; M. A. JANNEY, 1992). O que é significativamente deletério às propriedades ferrimagnéticas dos materiais cerâmicos. Então, a utilização da energia de microondas possibilita a retenção de estruturas nanométricas bem como, com o adequado controle do tempo e potência de exposição, também permite a obtenção de microestruturas homogêneas com elevados tamanhos de grãos.

Neste contexto, essa pesquisa tem como objetivo preparação de ferritas Ni-Zn sintetizadas por reação de combustão e sinterizadas utilizando a energia de forno microondas como fonte de aquecimento. Estes materiais terão seu desempenho avaliado para aplicação em dispositivos magnéticos moles de alta frequência visando minimizar perdas na geração, distribuição e uso da energia elétrica.

MATERIAIS E MÉTODOS

Os materiais envolvidos na reprodução dos pós de ferrita Ni-Zn foram: nitrato de níquel hexahidratado (Aldrich), nitrato de zinco hexahidratado (Aldrich), nitrato de ferro nonohidratado (Aldrich) como fonte de cátions e agente oxidante e um combustível, a glicina (Aldrich) que agiu como agente redutor de modo a formar uma solução final redox. Todos os reagentes químicos utilizados apresentam grau de pureza de 98%. Para realização da síntese foi utilizado um cadinho de sílica vítrea com capacidade de 200 ml como recipiente.

A mistura redox dos nitratos metálicos e glicina, preparada de acordo com a estequiometria usando a metodologia descrita por Diniz et al., foi misturada no cadinho de sílica vítrea e pré-aquecida em uma base cerâmica com resistência na forma espiral exposta à atmosfera (temperatura aproximada 600°C), sendo posteriormente transferida para um forno microondas modelo ME27S, marca Eletrolux, pré-programado, onde a ignição (combustão) ocorreu. As potências máximas de saída e o tempo de exposição utilizados foram 450 (50%), 630 (70%) e 900 W (100%); e 5 e 10 minutos, respectivamente. Os pós sintetizados foram designados: P50a, P50b, P70a, P70b, P100a, P100b, os quais estão discriminados na Tabela 1 de acordo com as condições de potência e tempo de exposição utilizada.

Tabela 1. Condições de potência e tempo de exposição utilizada no forno microondas.

Códigos	Nível de Potência no Visor do Forno (%)	Potência de Saída (W)	Tempo de Exposição (min.)
P50a	50	450	5
P50b	50	450	10
P70a	70	630	5
P70b	70	630	10
P100a	100	900	5
P100b	100	900	10

Os pós foram conformados na forma de pastilhas com diâmetro de 10 mm e espessura de aproximadamente 0,5 mm usando um molde de aço tratado termicamente. A compactação foi realizada em uma prensa hidráulica de prensagem uniaxial.

Para determinar a melhor pressão de compactação, ou seja, pressão ideal, que possibilite a formação de amostras com maior densidade a verde e livre de imperfeições superficiais como trincas e laminações foi realizado um estudo variando a pressão de 130MPa a 390MPa, determinando-se a densidade geométrica para cada pressão avaliada. A densidade geométrica foi determinada pela Equação (1):

$$D = m / V \quad (1)$$

onde: m é a massa em gramas da amostra e V é o volume em g/cm³.

O volume foi calculado usando a área da seção transversal (A) da amostra em cm² e multiplicando por sua espessura (e) em cm, como esta sendo mostrado na Equação (2):

$$V = A \times e = \pi R^2 \times e \quad (2)$$

onde, R é o raio da amostra em cm.

Construiu-se um gráfico de densidade (D) em função da pressão de compactação (P_c). A partir desta análise foi determinado a pressão ideal que foi utilizada para confecção das amostras para sinterização e posterior caracterização.

A densidade a verde (g/cm³) das amostras foi determinada pelo método geométrico, usando a medição da massa (g) por volume (cm³) de acordo com a Equação (1).

A densidade das amostras após sinterização foi determinada pelo método geométrico (Equação 1) e também por medição da densidade aparente (D_a). As medidas foram determinadas pelo método de imersão, de acordo com o princípio de Arquimedes, segundo a norma ABNT NBR 6620. Utilizou-se uma

balança de precisão (marca) de quatro dígitos, na qual foi acoplado um sistema de medida de massa imersa. A seguinte relação foi empregada:

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

Onde, *ms* foi a massa seca da amostra (g); *mu* foi a massa úmida da amostra (g) após a amostra ter permanecido imersa em água durante 24 horas; *mi* foi a massa da amostra (g) imersa em água; e *D* foi a densidade (1,0 g/cm³) da água na temperatura em que foi realizada a medição. Através deste método, foi possível calcular a porosidade aparente (*pa*) a partir da equação:

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

As amostras em forma de pastilhas foram sinterizadas utilizando energia de microondas em um forno modelo MFLO1200P, Provetco Analítica – ADA na temperatura de 1200°C/2h, com taxa de aquecimento de 5° C/min.. Esta temperatura foi definida com base nos estudos realizados por Costa (2002). Toda esta etapa foi realizada no laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos da UAEMA/UFCEG. A determinação das fases presentes e o tamanho de cristalito das amostras sinterizadas foram determinados utilizando um difratômetro de raios-X SHIMADZU (modelo XRD 6000, radiação Cu K). A varredura para a obtenção dos difratogramas foi obtida na faixa de 20 a 85 graus. O tamanho médio de cristalito foi calculado a partir das linhas principais de alargamento de raios X (*d*111); (*d*220); (*d*311); (*d*222); (*d*400); (*d*422); (*d*333) e (*d*440) através da deconvolução da linha de difração secundária do silício policristalino (utilizado como padrão) utilizando-se a equação de Scherrer (KLUNG et al., 1993). Para identificação das fases foi utilizado o programa (Pmgr) da SHIMADZU no banco de dados JCPDF. Esse ensaio foi realizado no Laboratório de Engenharia de Materiais da UFCEG. Os aspectos morfológicos dos pós, a microestrutura e nanoestrutura das amostras de ferritas resultantes da reação de combustão após sinterização foram analisados por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV); foi utilizado um microscópio eletrônico de varredura, marca Philips, modelo XL30 FEG do laboratório de Caracterização Estrutural (LEC) do DEMA/UFSCar. Os parâmetros magnéticos das amostras sinterizadas na forma de pastilhas das ferritas (coercividade, magnetização de saturação, campo remanente e área da curva de histerese, a qual dá um indicativo da energia dissipada pelo material ou simplesmente perdas por histerese) foram obtidos a partir das curvas ou laço de histereses, observando-se o comportamento das curvas nas proximidades da origem do plano cartesiano. As perdas por histerese foram determinadas pela área da curva *M-H*. O ciclo de histerese magnética dos pós de ferrita Ni-Zn foram obtidos por meio de um magnetômetro de gradiente alternado (AGM), do Departamento de Física da Universidade de São Paulo, São Paulo - SP. A magnetização de saturação foi determinada fazendo um ajuste 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 do ajuste e *H* é o campo aplicado.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Avaliação da Pressão de Compactação

A Figura 1 mostra o comportamento da densidade em função da pressão de compactação. A partir deste gráfico foi determinada a pressão ideal que foi utilizada para confecção das amostras para sinterização e posterior caracterização.

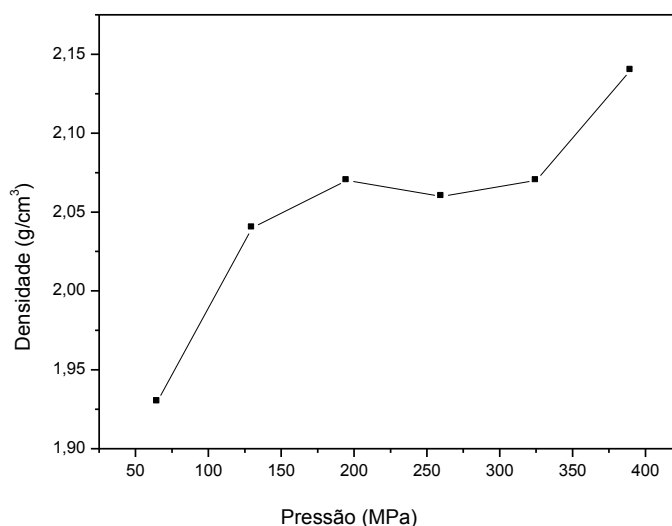


Figura 1. Gráfico da densidade em função da pressão de compactação.

A partir da Figura 1 pode-se observar um aumento crescente da densidade até a pressão de 190MPa. A partir deste valor a densidade permanece quase constante até o valor de 325MPa. Em seguida, observa-se novamente um crescente aumento até atingir a densidade de 2,15 g/cm³ em 390MPa.

Durante a compactação, ocorre a quebra de aglomerados e/ou partículas, de forma que, o melhor empacotamento se dá pelo rearranjo destes aglomerados e/ou partículas com o aumento da pressão, o que tende a aumentar a densidade. Um bom empacotamento é considerado quando a densidade relativa (densidade experimental/ densidade teórica) do compacto se encontra em torno de 50% da densidade teórica do material (H. W. HELBERG et al, 1965). De acordo com a Figura 1, este valor seria de 390 MPa. Porém, uma pressão de compactação ideal, não é apenas a que forneça a densidade relativa próxima ou igual a 50%, mas sim, aquela que além de uma boa densidade relativa, possibilite a compactação de corpos livres de defeitos, tais como: laminações, trincas internas e gradientes de prensagem não uniforme.

Assim, visualmente, observou-se que as amostras compactadas com pressão acima de 325 MPa apresentaram a formação de cavidades superficiais (típica de elevada pressão de compactação, que leva o punção da prensa a arrancar o material da superfície das amostras), laminações e trincas superficiais visível macroscopicamente. Então, considerando uma boa densidade de compactação e a ausência de defeitos superficiais macroscópicos, a pressão ideal para compactação das amostras de ferritas foi 260 MPa.

Medidas Físicas

A Tabela 2 exhibe os resultados de densidade a verde (D_V), densidade geométrica (D_g), densidade aparente (D_a), porosidade aparente (P_a) e de suas respectivas densidades relativas das amostras referentes ao sistema Ni_{0,5}Zn_{0,5}Fe₂O₄ sinterizadas em forno microondas.

Tabela 2. Características físicas das amostras sinterizadas a 1200°C/2h, com taxa de aquecimento 5°C/min.

Sistemas	DV (g/cm ³)	DV/Dt (%)	Dg (g/cm ³)	Dg/Dt (%)	Da (g/cm ³)	Da/Dt (%)	Pa (%)
P50a	3,04	56,7	3,10	57,8	3,01	55,0	38,3
P50b	3,01	56,2	3,22	60,0	3,03	57,0	29,0
P70a	2,62	48,0	2,73	51,0	2,88	53,0	44,2
P70b	2,68	50,0	2,84	53,0	2,64	49,3	35,0
P100a	2,75	51,5	2,82	52,5	2,90	54,0	40,4
P100b	2,95	55,0	3,10	58,0	3,02	56,4	28,0

Densidade Teórica (Dt) = 5,361 g/cm³ (JCPDS 52-0278)

De acordo com os resultados da Tabela 2, pode-se verificar que os valores de densidade a verde não observou-se variação significativa com o aumento da potência e tempo de exposição. Os valores de densidade a verde relativa para todas as amostras foram superiores a 50%, o que indicou uma boa compactação das mesmas, exceto para o sistema P70a que foi levemente inferior. Este bom resultado pode ser justificado pelo fato que para todas as amostras estudadas são compostas por aglomerados moles (facilmente quebrados) de partículas nanométricas ligadas fracamente por forças fracas de Van Der Waals. Tais aglomerados moles de nanopartículas são de tamanhos variados menores que 5 μm e durante a compactação consegue se arranjar de forma adequada dando uma boa densidade a verde.

Com relação a densidade das amostras após sinterização, tanto a densidade geométrica, como a densidade aparente, pode-se observar que foram baixas, isto é, foi observado em média um aumento de 2,4 e 1,2%, respectivamente, comparado com a densidade a verde das amostras. Isto mostra, que a energia de microonda favorece a uma queima rápida, não possibilitando a completa densificação das amostras, e, além do mais, o tempo de permanência de 2h, não se mostrou suficiente para o crescimento das partículas. Então provavelmente as amostras devem ter iniciado a formação de pescoço pela difusão interpartícula, mas não ocorreu a eliminação dos poros interpartícula.

De uma forma geral podemos observar que a amostra sintetizada na menor potência com tempo de exposição de 10 minutos possibilitou a formação de amostras após sinterização com a maior densidade geométrica e densidade aparente, o que conduziu a uma redução da porosidade aparente. Isto provavelmente foi conseqüência da característica mais nanométrica destes pós com formação de aglomerados maiores, porém mais frágeis e, portanto mais fácil de empacotar durante a compactação. Além do mais, partículas menores possuem maior área de contato (área superficial) e isso fornecem maior força motriz, devido a alta reatividade das partículas, o que contribui para uma maior densidade final do compacto (amostra).

Difração de Raios-X

A Figura 2 mostra os difratogramas de raios-X dos pós de ferrita com composição nominal $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_{4,0}\text{O}_4$ sinterizadas em forno microondas. Pode-se observar na Figura 2, que para todas as potências e tempo de exposição utilizados ocorreu a formação da fase $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_3\text{O}_4$ (ficha padrão JCPDF 52-0278) e traços da fase secundária hematita (ficha padrão JCPDF 89-8104).

De maneira geral, todos os picos apresentam-se com elevada intensidade caracterizando os pós com cristalinos. O aparecimento das fases secundárias pode ser justificado pelas características do próprio combustível, pois, a glicina por possuir elevada valência (+9), tamanho da cadeia orgânica grande e elevada característica redutora, tende a gerar grande liberação de gases e isto contribui fortemente para altas temperaturas de chama de combustão, com maior cristalinidade dos pós e redução dos mesmos.

Comparando os difratogramas das amostras sinterizadas com os difratogramas dos pós da mesma composição e mesma condição de síntese antes da sinterização analisados por Diniz et al, 2007 onde se observou a presença de duas fases secundárias a hematita e o Ni metálico, verifica-se que a temperatura de 1200°C/2h possibilitou a introdução do Ni na rede da ferrita e aumento da cristalinidade tanto da fase ferrita como da hematita.

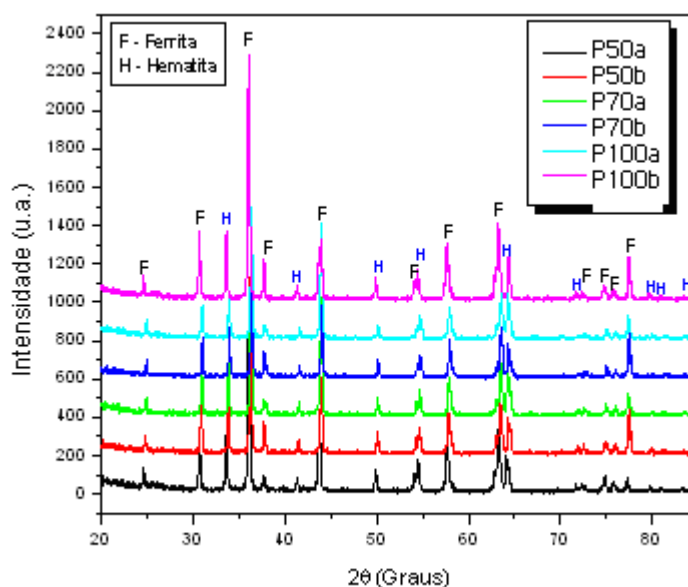


Figura 2. Difratogramas de raios-X das amostras de ferrita Ni-Zn sinterizadas em forno microondas.

A Tabela 3 mostra os resultados de tamanho de cristalito dos pós de ferrita Ni-Zn sinterizados em forno microondas.

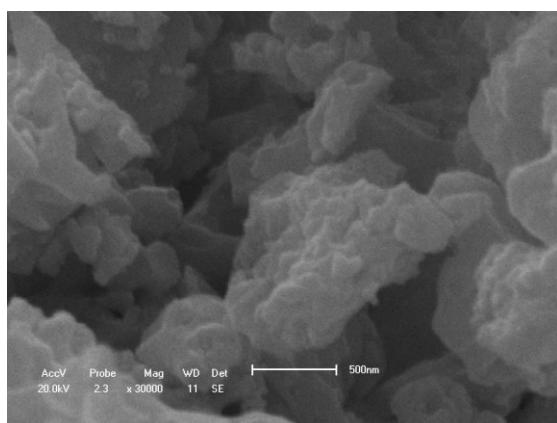
Tabela 3. Tamanho de cristalito dos pós ferrita Ni-Zn sinterizados em forno microondas.

Códigos	Tamanho de cristalito (nm)
P50a	44,3
P50b	52,1
P70a	54,5
P70b	56,5
P100a	43,5
P100b	47,9

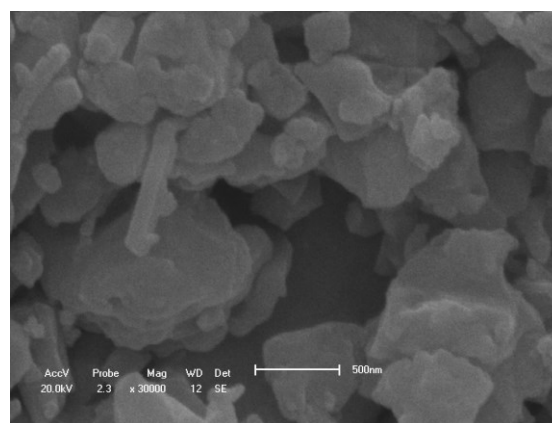
Com relação ao tamanho de cristalito observou-se que o aumento da potência causou um comportamento diferente comparado ao comportamento das amostras com o aumento do tempo de exposição. Isto é, considerando o tempo de exposição fixo de 5 minutos observa-se um comportamento não linear, ou seja, um aumento de 19% no tamanho médio de cristalito com o aumento da potência de 450 para 630 W, depois uma diminuição na proporção de 20% com o aumento da potência de 630 e 900 W. Fixando o tempo de exposição em 10 minutos verifica-se o mesmo comportamento não-linear. Se fixar a potência para avaliar a influência do tempo de exposição, verifica-se que nas três potências estudadas ocorreu o mesmo comportamento, ou seja, para potência de 450 W ocorreu um aumento de 14,9%, na potência de 630 W observou um aumento de 3%, e para potência de 900 W um aumento de 9%.

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

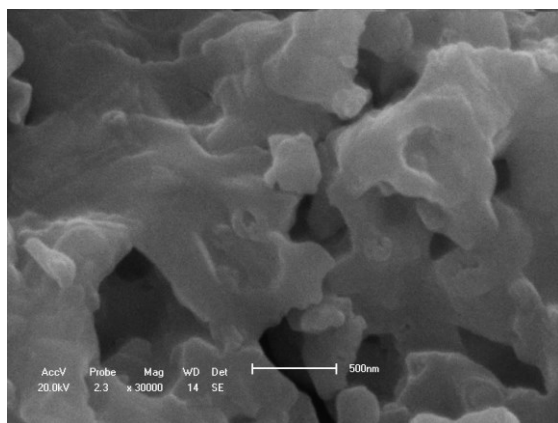
A Figura 3 exibe a morfologia, obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV), dos pós após sinterização em forno microondas, os quais foram nomeados P50a, P50b, P70a, P70b, P100a, P100b.



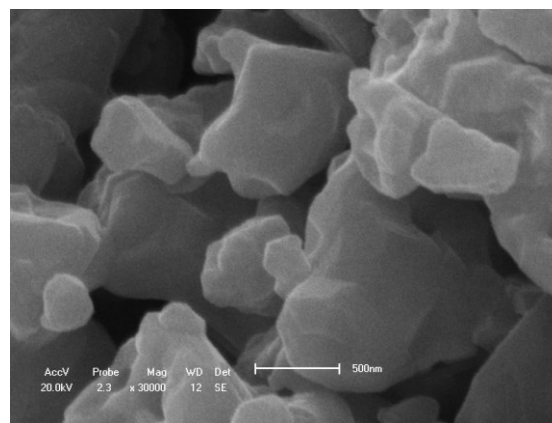
P50a



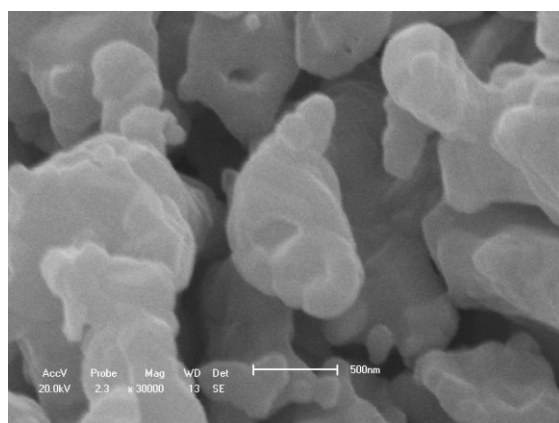
P50b



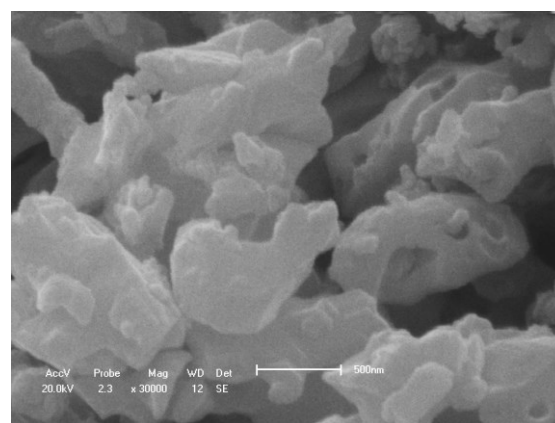
P70a



P70b



P100a



P100b

Figura 3 - Micrografia obtida por MEV das amostras sinterizadas em forno microondas de ferrita Ni-Zn (30000 x aumento).

Por meio das micrografias, verifica-se de uma maneira geral, todos os pós apresentam a mesma característica, ou seja, formação de aglomerados moles (partículas ligadas por forças fracas), fofos, na forma de flocos porosos e não densos, mostrando a necessidade de um maior tempo de permanência para haver formação de grão definidos e em seguida seu crescimento. Não se observou variação na morfologia com a variação da potência ou do tempo de exposição.

Medidas Magnéticas das Amostras Sinterizadas

Como os pós sintetizados em diferentes condições (potência e tempos de exposição) aparentemente após a sinterização no microondas, não apresentaram mudança significativas, tanto na estrutura quanto na morfologia, baseado nisto foram escolhido para medidas magnética os pós nas menores condições de síntese (P50a e P50b).

A Figura 4 ilustra a dependência da magnetização de saturação (M_s) em função do campo magnético aplicado (H) para as amostras sinterizadas em forno microondas a $1200^\circ\text{C}/2\text{h}$. Por meio das curvas $M \times H$, foi possível determinar os valores de alguns parâmetros magnéticos, tais como: campo coercitivo (H_c), magnetização remanescente (M_r), e magnetização de saturação (M_s). A magnetização de saturação foi determinada fazendo um 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 do fitting e H é o campo aplicado. As perdas magnéticas foram estimadas a partir da medição da área (W_B) da curva de histerese $M \times H$.

Por meio das curvas de histereses observa-se que as amostras sinterizadas apresentaram característica de material magnético mole. A amostra P50a apresentou um maior valor de magnetização de saturação, enquanto que a amostra P50b após a sinterização apresentou baixo valor de magnetização de saturação se comparado aos pós após a síntese relatada por Vieira 2009, que em seu trabalho avaliou a influencia dos combustíveis uréia, glicina e a mistura de ambos na proporção 1:1, sintetizados em microondas nas mesmas condições de síntese utilizadas neste trabalho, na estrutura, morfologia e propriedades magnéticas dos pós obtidos. Verificou-se que a magnetização de saturação fora de 51,65 e 45,98 emu/g para as amostras P50a e P50b respectivamente. Este valor pode ser justificado supostamente

pela quantidade de segunda fase observada na amostra P50b por apresentar uma fase secundária (Fe_2O_3) condutora que interfere diretamente na magnetização de saturação.

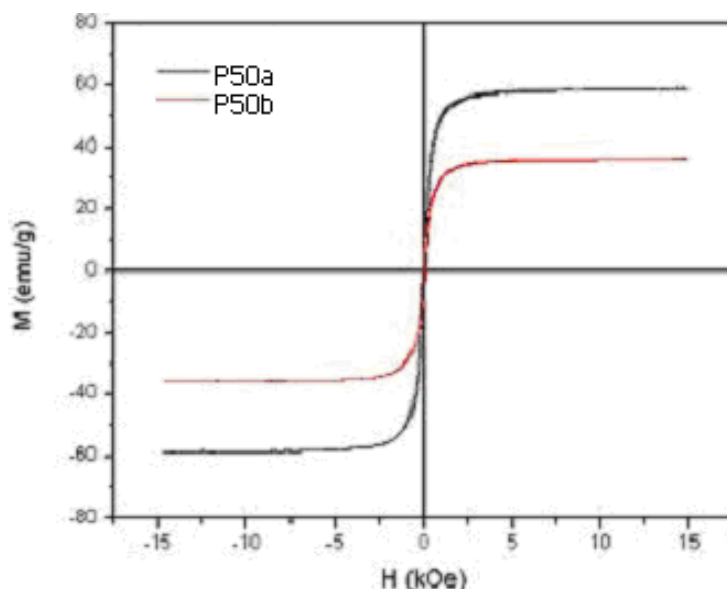


Figura 4. Curvas de histerese $M \times H$ referentes às amostras P50a e P50b.

Os parâmetros magnéticos (magnetização de saturação, magnetização remanente, campo coercivo e perdas por histerese) calculados a partir da curva de histerese encontram-se dispostos na Tabela 4.

Tabela 4: Parâmetros de histerese dos pós de $\text{Ni}_{0,5}\text{Zn}_{0,5}\text{Fe}_2\text{O}_4$ das amostras sinterizadas em forno microondas a $1200^\circ\text{C}/2\text{h}$.

Amostra	M_s (emu/g)	M_r (emu/g)	H_c (kOe)	M_r/M_s	W_b (emu/g x kOe)
P50a	59	15	0,07	0,26	817
P50b	36	10	0,02	0,27	503

Através da Tabela 4 pode-se observar que a diferença da magnetização de saturação entre as amostras P50a e P50b foi de 39%, o que confere que a amostra P50b é constituída de maior quantidade de segunda fase que a amostra P50a como já foi relatada anteriormente, e apresentando menores perdas que a amostra P50a, uma diferença de 38%.

CONCLUSÕES

Os resultados apresentados no decorrer desta pesquisa demonstraram que:

- A pressão ideal para compactação das amostras foi de 260 MPa, visto que foi a condição que apresentou uma boa densidade de compactação e ausência de defeitos superficiais macroscópicos.
- Os valores de densidade a verde não apresentaram mudanças significativas com o aumento da potência e tempo de exposição, sendo seus valores de densidade a verde relativa para todas as amostras superiores a 50%, exceto para o sistema P70a.
- Com relação a densidade das amostras após sinterização, tanto a densidade geométrica, como a densidade aparente foram baixas, em média houve um aumento de 2,4 e 1,2%, comparado com a densidade a verde das amostras;
- A amostra sintetizada na menor potência com tempo de exposição de 10 minutos (P50b) após sinterização possibilitou a formação de amostras com maior densidade geométrica e densidade aparente, o que conduziu a uma redução da porosidade aparente;
- As amostras sinterizadas no forno microondas, apresentaram formação da fase ferrita Ni-Zn, como fase majoritária e a presença da fase secundária hematita.
- Todas as amostras sinterizadas apresentaram os grãos formados relativamente grandes, porém com elevada porosidade inter e intragranular.

- Por meio das curvas de histerese observa-se que as apresentaram curvas de histerese com característica de material magnético mole
- A amostra P50a apresentou maior valor de magnetização de saturação devido a fase secundária esta em menor quantidade que na amostra P50b.

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pelo financiamento do projeto e pela bolsa de Iniciação Científica e a RENAMI pelo apoio financeiro.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- A. BHASKAR, B. R. KANTH; S. R. MURTHY. **Preparation of low-power loss MgCuZn ferrites using the microwave sintering method.** Journal of Materials Science, 39, 3787-3791(2004).
- A. C. F. M.COSTA. **Síntese por reação de combustão, sinterização e caracterização de ferritas Ni-Zn.** Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia de Materiais) Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos. São Carlos, 2002.
- A. VERMA., Materials Science and Engineering, B60, (1999) 156-162.
- C. Y. TSAY; K. S. LIU; T. F. LIN;I. N. LIN **Microwave sintering of NiCuZn ferrites and multilayer chip inductors.** Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 209, n. 1, p. 189-192, 2000.
- D. A. VIEIRA. **Síntese por energia de microondas de ferritas Ni-Zn.** Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia. 2009
- F. A. COSTA, J. F. SILVA JR, A. G. P. SILVA, U. U. GOMES, C. ALVES JR., **Sintering under plasma of a Ta–20%Cu composite powder prepared by high energy milling,** International Journal of Refractory Metals & Hard Materials 26,p. 207–211,2008.
- H. KLUNG; L. ALEXANDER. **X-ray diffraction procedures.** New York: Wiley, 1962.25.
- H. W. HELBERG; V. KOSE; Z. ANGEW. Physica., v. 19, p. 509, 1965.
- J. BINNER **Microwaves Solve Some Nanostructured Materials Processing Problems.** Industrial Heating, v. 72, n. 6, p 43-44, 2005.
- J. NICOLAS, Publishing Company, 1980, 243 – 296.
- K. ISHINO; Y. NARUMIYA, Ceramic Bulletin, 66, 10 (1987) 1469.
- M. A .JANNEY; C. L. CALHON; H. D. KIMREY. **Microwave sintering of solid oxide fuel cell materials: I, zirconia-8 mol% yttria.** Journal of the American Ceramic Society, v. 75, n. 2, p. 341-346, 1992.
- M. A. JANNEY; H. D. KIMREY. **Microstructure evolution in microwave sintered alumina.** In: Sintering of advanced ceramics, 1990, Cincinnati. v. 7, p.382-386.
- M. PARDAVI-HORVATH, **Microwave applications of soft ferrites.** Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 215-216, (2000) 171.
- R. R, MENEZES; P. M. SOUTO; E. FAGURY NETO, R. H. G. A. KIMINAMI. **Microwave sintering of ceramics.** In: World Congress on Microwave and Radio Frequency Applications, IV, 2004, Austin. Proceedings of the fourth world congress on microwave and radio frequency application. Arnold: Microwave Working Group, 2005. p. 118-132.
- R. R. MENEZES. **Desenvolvimento de sistemas susceptores para sinterização de cerâmicas em microondas.** 2005. 166f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Coordenação de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos.
- R. H. A. G. KIMINAMI. **Combustion synthesis of nanopowder ceramic powder,** KONA Powder and Particle, v. 19, p.156- 165, 2001.
- V. C. S DINIZ; L. GAMA ; A. C. F. M. COSTA. **Desenvolvimento de Nanoferritas de Ni-Zn para utilização como materiais absorvedores de radiação eletromagnética.** V Congresso de Iniciação científica. UFCG. 2007.
- Y.-J. YANG; C.-I. SHEU; S.-Y. CHENG; H.-Y. CHANG. **Si–Ca species modification and microwave sintering for NiZn ferrites.** Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 284 (2004) 220-226.

Z .YUE; J. ZHOU; L. LI; H. ZHANG; Z. GUI;. **Synthesis of nanocrystalline NiCuZn ferrite powders by sol-gel auto-combustion method.** Journal of Magnetism and Magnetic Material/s, v. 208, p. 55-60, 2000.