

UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE
COMPÓSITOS POLIAMIDA6/FERRITA DE NÍQUEL

PATRÍCIA COSTA FERNANDES DE MENEZES

Campina Grande-PB

Fevereiro/2011



UNIVERSIDADE FEDERAL DE CAMPINA GRANDE

CENTRO DE CIÊNCIAS E TECNOLOGIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA

E

ENGENHARIA DE MATERIAIS



**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS
POLIAMIDA6/FERRITA DE NÍQUEL**

Patrícia Costa Fernandes de Menezes

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais como requisito parcial à obtenção do título de MESTRE EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS.

Orientadora: Dra. EDCLEIDE MARIA ARAÚJO

Co-orientador: Dra. ANA CRISTINA FIGUEIREDO DE MELO COSTA

Agência Financiadora: CNPq



FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA CENTRAL DA UFCCG

M543p Menezes, Patrícia Costa Fernandes de.

Processamento e caracterização de compósitos poliamida6/ferrita de níquel / Patrícia Costa Fernandes de Menezes. — Campina Grande, 2011.

93 f. : il. color.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) – Universidade Federal de Campina Grande, Centro de Ciências e Tecnologia.

Referências.

Orientadoras: Prof^ª. Dr^ª. Edcleide Maria Araújo, Prof^ª. Dr^ª. Ana Cristina Figueiredo de Melo Costa.

1. Cerâmica - Poliamida. 2. Poliamida6. 3. Ferrita de Níquel. 4. Compósitos. 5. Processamento. I. Título.

CDU – 666.3-036.6(043)

“Destino não é uma questão de sorte, mas uma questão de
escolha; não é uma coisa que se espera, mas que se busca.”
(William Jennings Bryan)

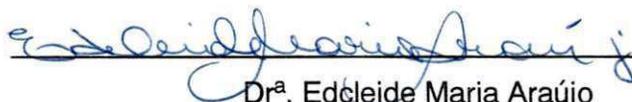
VITAE DA CANDIDATA

- Engenheiro de Materiais pela UFCG (2008).

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE POLIAMIDA6/
FERRITA DE NÍQUEL.

Patrícia Costa Fernandes de Menezes

Dissertação Aprovada em 04/02/2011 pela banca examinadora constituída dos
seguintes membros:



Dr^a. Edcleide Maria Araújo

Orientadora

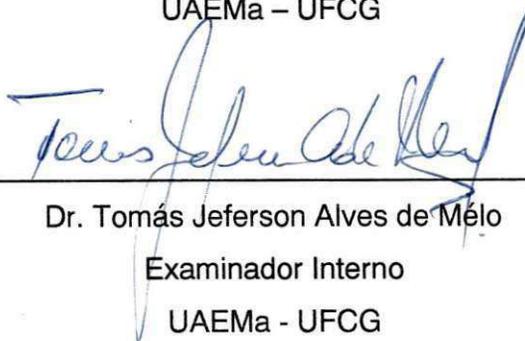
UAEMa – UFCG



Dr^a. Ana Cristina Figueiredo de Melo Costa

Co-Orientadora

UAEMa – UFCG



Dr. Tomás Jeferson Alves de Melo

Examinador Interno

UAEMa - UFCG



Dr. Edson Guedes da Costa

Examinador Externo

DEE - UFCG

AGRADECIMENTOS

Ao único ser que na sua magnitude não abandona seus seguidores, seja nos momentos de alegria, como na tristeza e principalmente nas escolhas da nossa vida, DEUS.

Aos meus pais José Alcides e Marilene, que ao modo deles, ensinaram-me os princípios da coerência e dignidade. Às minhas irmãs Carmencita e Anna Flávia pela ajuda nos momentos de dificuldades e pelas alegrias.

Ao meu marido Gessé que me apoiou em todas as decisões tomadas durante este desafio. E ainda, me proporcionou a razão para tudo que faço em minha vida, minha filha Layslla, que apesar de ainda ser tão pequena diante do mundo, é tão grande em minha vida, sendo meu motivo e razão para tudo.

As minhas orientadoras, Prof^a Edcleide Maria Araújo e Prof^a Ana Cristina Figueiredo de Melo Costa, pelos ensinamentos acadêmicos, pela ajuda, pela grande compreensão, pela paciência, pelo incentivo e apoio nos momentos difíceis.

Aos meus colegas: Munique, Taciana, Débora, Pollyana Tarciana, Pollyana Caetano, Daniella Cibele, Sara, Verônica. Enfim, a todos os colegas de laboratório que sempre me apoiaram, ajudaram, divertiram, contribuíram e que este trabalho tem um pedacinho de cada um deles.

Aos funcionários da UAEMa/UFCG, independente do setor que trabalham, pela colaboração e gentileza.

Aos professores Dr. Tomás Jeferson A. de Mélo e Dr. Edson Guedes da Costa, por aceitarem o convite para participação da banca examinadora e por suas contribuições ao enriquecimento deste trabalho.

Ao MCT/CNPq pela bolsa concedida e à CAPES/PROCAD/NF e à RENAMI, pelo apoio financeiro.

Aos laboratórios da UAEMa/UFCG, à Daniel Cornejo pela realização do ensaio de medidas magnéticas e ao CPqD pela realização do teste de absorção seletiva - SAR e a Rhodia pelo fornecimento da poliamida 6.

E para não ser injusta com os que não foram citados, lembre-se que não se faz necessário está registrado em um papel, mas sim na mente e no meu coração.

PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE POLIAMIDA6/FERRITA DE NIQUEL

RESUMO

A carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) teve seu tamanho de partícula alterado pela calcinação, para ser incorporado a matriz de poliamida 6 através de dois equipamentos de mistura. Com o objetivo de avaliar o efeito da temperatura de calcinação na forma e tamanho de partícula da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) e sua incorporação na matriz polimérica de poliamida 6, como também investigar a influência de mudanças nas condições de processamento entre carga e matriz. A carga ferrita de níquel (NiFe_2O_4) foi utilizada como sintetizada por reação de combustão e após calcinação nas temperaturas, 700, 900 e 1200°C e caracterizada por difração de raios - X; fluorescência de raios-X; espectroscopia na região do infravermelho; adsorção de nitrogênio, microscopia eletrônica de varredura, termogravimetria e medição das características magnéticas. Para a formação do compósito, a carga foi incorporada na concentração de 50% em massa na matriz polimérica de poliamida 6 previamente seca em estufa a vácuo por 240°C/48h. A mistura foi realizada em dois equipamentos: um misturador do tipo interno acoplado a um Reômetro de torque e em um homogeneizador. A mistura resultante foi caracterizada por difração de raios-X, termogravimetria, microscopia eletrônica de varredura, e teste de taxa de absorção seletiva. Os resultados mostram que a carga como sintetizada é constituída da fase do espinélio inverso da ferrita de níquel, com traços de hematita (Fe_2O_3), e morfologia constituída de aglomerados irregulares. O aumento da temperatura de calcinação levou ao crescimento dos aglomerados e formação da fase única do espinélio inverso da ferrita de níquel. Os difratogramas de raios-X dos compósitos evidenciaram que o aumento na temperatura de calcinação da carga aumentou a cristalinidade, não sendo alterada pelo processamento; e nas curvas de TG o aumento da temperatura de calcinação, aumentou a estabilidade térmica da matriz. Para um maior tamanho de partícula o uso do homogeneizador favorece uma boa dispersão, sem alteração no tamanho de partícula. O teste de absorção seletiva mostrou que, o compósito produzido com a carga sintetizada,

apresentou atenuação para a frequência DCS1800, sendo esta utilizada em telefonia celular.

Palavras-chave: poliamida6, ferrita de níquel, compósito, processamento

**PROCESSING AND CHARACTERIZATION OF POLYAMIDE6/NICKEL
FERRITE COMPOSITES
ABSTRACT**

The load of nickel ferrite (NiFe_2O_4) had its particle size changed by firing, for incorporation into the matrix of polyamide 6 with two mixing equipment. Aiming to evaluate the effect of calcination temperature on particle size and shape of the load of nickel ferrite (NiFe_2O_4) and its incorporation into the polymer matrix of nylon 6, but also investigate the influence of changes in processing conditions between load and matrix. The loading of nickel ferrite (NiFe_2O_4) was used as synthesized by combustion reaction and after calcination temperatures, 700, 900 and 1200°C and characterized by XRD - X, X-ray fluorescence, infrared spectroscopy, adsorption nitrogen, scanning electron microscopy, thermogravimetry and measuring the magnetic characteristics. To form the composite, the load was incorporated at a concentration of 50% by weight in a polyamide 6 matrix previously dried in an oven at 240 ° C/48h by vacuum. The mixture was held at two facilities: a type of internal mixer coupled to a torque rheometer and a homogenizer. The resulting mixture was characterized by X-ray diffraction, thermogravimetry, scanning electron microscopy, and testing of selective absorption rate. The results show that the load as synthesized phase consists of the inverse spinel nickel ferrite, with traces of hematite (Fe_2O_3), and morphology consisting of irregular clusters. The increase of calcination temperature led to the growth of clusters and formation of single phase spinel ferrite nickel reverse. The X-ray diffraction patterns of the composites showed that the increase in the calcination temperature increased the crystallinity of the cargo, not being altered by processing, and TG curves of the increase of calcination temperature increased the thermal stability of the array. For a larger particle size using the homogenizer promotes good dispersion, no change in particle size. The selective absorption test showed that the composite produced with the load synthesized, presented for the frequency attenuation DCS1800, which is used in cellular telephony.

Keywords: polyamide6, nickel ferrite, composites, processing.

PUBLICAÇÕES

FERNANDES, P. C.; SANTOS, P. T. A. S.; BEZERRA, D.C.; ARAÚJO, E. M.; COSTA, A. C. F. M.; Influência da temperatura de calcinação nas características morfológicas e estruturais da ferrita de níquel. In: Congresso Brasileiro de Cerâmica – CBC 2010, junho-2010. Foz do Iguaçu- PR. Anais do 54º Congresso Brasileiro de Cerâmica, CD-ROM, p. 315 a 323.

BEZERRA, D. C.; **FERNANDES, P. C.**; GOUVEIA, T. R.; ARAÚJO, E. M.; COSTA, A. C. F. M.; Caracterização estrutural e morfológica de compósitos de poliamida6/ferrita NiFe_2O_4 . In: VI Congresso Nacional de Engenharia Mecânica- CONEM 2010, Agosto-2010. Campina Grande-PB. CD-ROM.

FERNANDES, P. C.; BEZERRA, D. C.; SILVA, T. R. G.; ARAÚJO, E. M.; COSTA, A. C. F. M.; Avaliação morfológica e estrutural do compósito de poliamida6/ NiFe_2O_4 . In: 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais- CBECiMat 2010, Novembro-2010. Campos do Jordão.

BEZERRA, D. C.; **FERNANDES, P. C.**; GOUVEIA, T. R.; ARAÚJO, E. M.; COSTA, A. C. F. M.; Síntese de ferrita NiFe_2O_4 e sua incorporação em compósitos de poliamida 6. Parte 1: caracterização estrutural por DRX e MEV dos pós e dos compósitos. Revista Polímeros- Ciência e Tecnologia (aceito para publicação).

BEZERRA, D. C.; **FERNANDES, P. C.**; GOUVEIA, T. R.; ARAÚJO, E. M.; COSTA, A. C. F. M.; Obtenção de Compósito de Poliamida 6/Ferrita NiFe_2O_4 para Absorção Eletromagnética. VI Encontro Técnico de Materiais e Química. Rio de Janeiro, Novembro - 2010.

SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS.....	I
RESUMO.....	lii
ABSTRACT.....	lv
PUBLICAÇÕES.....	V
ÍNDICE DE TABELAS.....	Xi
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xiii
SÍMBOLOS E ABREVIATURAS.....	xviii
1.0 INTRODUÇÃO.....	1
1.1 OBJETIVOS.....	3
1.1.1 Objetivo geral.....	3
1.1.2 Objetivos específicos.....	3
2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1 Compósitos.....	5
2.2 Matriz polimérica.....	9
2.2.1 Poliamida.....	10
2.3 Carga ferrita de níquel (NiFe ₂ O ₄).....	13
2.3.1 Compósitos de matriz polimérica e carga de ferrita de níquel (NiFe ₂ O ₄).....	16
3.0 MATERIAIS E MÉTODOS.....	20
3.1 Preparação da carga de ferrita de níquel (NiFe ₂ O ₄).....	21
3.2 Preparação dos compósitos de poliamida6/ ferrita de níquel (NiFe ₂ O ₄).....	22
3.3 Caracterização da Carga e do Compósito.....	26
3.3.1 Difração de raio-X.....	26
3.3.2 Espectroscopia na região de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).....	26
3.3.3 Fluorescência de raios -X.....	27
3.3.4 Análise de adsorção de nitrogênio (BET).....	27
3.3.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	28

3.3.6 Termogravimetria (TG/DTG).....	28
3.3.7 Caracterização magnética.....	28
3.3.8 Medidas da taxa de absorção seletiva (SAR).....	39
4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	30
4.1 I etapa: Análise dos resultados para o efeito da temperatura de calcinação na carga de ferrita de níquel (NiFe ₂ O ₄).....	30
4.1.1 Difração de raios-X.....	30
4.1.2 Espectroscopia de infravermelho com transformada de fourier (FTIR).....	38
4.1.3 Fluorescência de raios- X por energia dispersiva (EDX).....	40
4.1.4 Análise por adsorção de nitrogênio (BET).....	41
4.1.5 Termogravimetria (TG).....	42
4.1.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	46
4.1.7 Caracterizações magnéticas.....	51
4.2 II etapa: Análise dos resultados para os compósitos de poliamida 6 / carga de ferrita de níquel (NiFe ₂ O ₄).....	55
4.2.1 Difração de raios-X.....	55
4.2.2 Termogravimetria (TG).....	75
4.2.3 Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	61
4.2.4 Teste de absorção específica (SAR).....	78
5.0 CONCLUSÕES.....	80
6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	82
7.0 REFERÊNCIAS.....	83
APÊNDICE A.....	91
APÊNDICE B.....	92

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Fases, reflexões basais (hkl) e os correspondentes ângulos de difração obtidos a partir dos dados do difratograma de raios-X para a carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) como sintetizada (sem calcinação), (SC).....	32
Tabela 2 – Tamanho de cristalito e a microdeformação para os planos de reflexões basais (hkl) calculados a partir dos dados do difratograma de raios-X para a amostra calcinada a 700°C (C700).....	33
Tabela 3 – Tamanho de cristalito e microdeformação para os planos de reflexões basais (hkl) calculados a partir dos dados do difratograma de raios-X para a amostra calcinada a 900°C (C900).....	35
Tabela 4 – Tamanho de cristalito e microdeformação para os planos de reflexões basais (hkl) calculados a partir dos dados do difratograma de raios-X para a amostra calcinada a 1200°C (C1200).....	36
Tabela 5 – Tamanho de cristalito para o plano de reflexão basal hkl (d_{311}) calculado a partir dos dados do difratograma de raios-X.....	37
Tabela 6 - Composição química das amostras de ferrita de níquel sintetizada (SC) e calcinadas (C700, C900, C1200).....	40
Tabela 7 – Área superficial, tamanho de partícula (D_{BET}), tamanho de cristalito (D_{DRX}) e razão do tamanho de partícula/tamanho de cristalito ($D_{\text{BET}}/ D_{\text{DRX}}$) das amostras obtidos por reação de combustão.....	42
Tabela 8 - Parâmetros de histerese das amostras de ferrita de níquel SC, C700, C900 e C1200.....	53
Tabela 9 – Relação entre refletividade e porcentagem de energia atenuada.....	79

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1- Principais tipos de compósitos.....	7
Figura 2- Diferenças entre polímeros. (a) Termoplásticos; (b) Termorrígidos.....	10
Figura 3- Estrutura molecular da poliamida 6.....	11
Figura 4- Estrutura moléculas da condensação da caprolactama para a formação da poliamida 6	11
Figura 5- Representação cristalográfica da célula unitária do espinélio inverso. (a) Posição atômica dos íons na rede, onde, os átomos vermelhos representam os íons de oxigênio, os átomos azul e verde representam os íons de níquel e ferro nas posições intersticiais tetraédricas (T) e octaédricas (O) da rede do espinélio (b) Rede de poliedros formados pelos íons de coordenação 4 (poliedro azul) e de coordenação 6 (poliedro verde).....	14
Figura 6- Curva de histerese de materiais magnéticos moles, com seus principais parâmetros: M_c , B_r , B_m	15
Figura 7- Grânulos de poliamida 6 (Technyl C216).....	20
Figura 8- Aspecto da carga de ferrita de níquel ($NiFe_2O_4$) como sintetizada (a); Carga de ferrita de níquel ($NiFe_2O_4$) após desaglomeração (b).....	21
Figura 9 - Fluxograma da metodologia da preparação da carga de ferrita de níquel ($NiFe_2O_4$).....	22
Figura 10- Misturadores utilizados na obtenção dos compósitos, (a) reômetro de torque e (b) homogeneizador.....	23
Figura 11- Fotografia da Prensa hidráulica MH equipamentos	24
Figura 12- Fotografia do corpo de prova no formato de placa utilizado para o teste de absorção seletiva.....	24
Figura 13- Fluxograma da metodologia da preparação dos compósitos de poliamida 6/ ferrita de níquel ($NiFe_2O_4$).....	25
Figura 14- Difractogramas de raios-X da carga ferrita de níquel ($NiFe_2O_4$) sintetizada (SC) e após calcinação nas temperaturas de 700°C (C700), 900°C (C900) e 1200°C (C1200).....	31

Figura 15- Espectro na região do Infravermelho da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC) e calcinadas a 700°C (C700), 900°C (C900) e 1200°C (C12000).....	39
Figura 16- Curva TG/DTG da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC).....	43
Figura 17- Curva TG/DTG da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 700°C (C700).....	44
Figura 18- Curva TG/DTG da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 900°C (C900).....	45
Figura 19- Curva TG/DTG da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (C1200).....	45
Figura 20- Micrografia da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC) (a) 1000 vezes e (b) 35000 vezes de aumento.....	46
Figura 21- Micrografia da carga de ferrita de níquel de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 700°C (C700), com aumentos de (a) 1000 e (b) 35000 vezes.....	48
Figura 22- Micrografia da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 900°C (C900), com aumentos de (a) 1000 e (b) 35000 vezes.....	49
Figura 23- Micrografia da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (C1200), com aumentos de (a) 1000 e (b) 35000 vezes.....	50
Figura 24- Curvas de histerese $M \times H$ da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC) e calcinada a 700°C (C700), 900°C (C900) e 1200°C (C1200).....	52
Figura 25 - Difratoograma de raio- X da poliamida pura.....	53
Figura 26- Difratoogramas de raios-X dos compósitos de poliamida 6/ferrita de níquel (NiFe_2O_4) com 50% em massa com a variação na temperatura de calcinação para a carga de ferrita, designadas amostras PF, PF700, PF900 e PF1200.	55
Figura 27- Curva TG da poliamida 6 pura.....	58
Figura 28- Curva TG/DTG do compósito de poliamida6/ ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (PF).....	58

- Figura 29-** Curva TG/DTG do compósito de poliamida6/ ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 700°C (PF700)..... 59
- Figura 30-** Curva TG/DTG do compósito de poliamida6/ ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 900°C (PF900)..... 59
- Figura 31-** Curva TG/DTG do compósito de poliamida6/ ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (PF1200)..... 60
- Figura 32-** Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície dos compósitos poliamida6/carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (PF) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000/ misturadas no homogeneizador..... 62
- Figura 33-** Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície dos compósitos poliamida6/carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 700°C (PF700) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000/ misturadas no homogeneizador..... 66
- Figura 34-** Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície dos compósitos poliamida6/carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 900°C (PF900) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000/ misturadas no homogeneizador..... 66
- Figura 35-** Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície dos compósitos poliamida6/carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (PF1200) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000/ misturadas no homogeneizador..... 68
- Figura 36-** Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal dos compósitos poliamida6/carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (PF) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000/ misturadas no homogeneizador..... 70
- Figura 37-** Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal dos compósitos poliamida6/carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 700°C (PF700) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000/ misturadas no homogeneizador..... 72
- Figura 38 -** Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal dos compósitos poliamida6/carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 900°C (PF900) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reômetro de torque (c) x100 e (d) x1000/ misturadas no homogeneizador..... 74

Figura 39 - Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal dos compósitos poliamida6/carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (PF1200) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reômetro de torque (c) x100 e (d) x1000/ misturadas no homogeneizador..... 76

PU – poliuretânico

ρ – densidade teórica

S_{BET} – área superficial

Rpm – rotações por minuto

SAR – specific absorption rate

SC – carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada

TG – termogravimetria

(T) – sítio tetraédrico

(O) – sítio octaédrico

1.0 INTRODUÇÃO

A conscientização da sociedade firmada no conceito de desenvolvimento sustentável exige a produção de materiais ecológicos, de baixo custo e consumo de energia reduzida. Buscam-se produtos capazes de satisfazer requisitos fundamentais como a conservação de recursos naturais não renováveis e a manutenção de um ambiente saudável (RIBEIRO, 1990).

À medida que as aplicações tornam-se cada vez mais sofisticadas e específicas, fica mais difícil para um único material atender a todas as expectativas. Isto tem obrigado o homem a conjugar diferentes materiais, mediante suas propriedades individuais, para alcançar um objetivo em comum.

O material compósito surge como uma inovação, pois ao invés de se desenvolver um novo material que poderá ou não apresentar as propriedades desejadas para uma determinada aplicação, modifica-se um material já existente, por meio da incorporação de outro(s) componente(s).

As linhas de pesquisa atuais na área de compósitos caminham no sentido de tentar prever o comportamento físico-químico e mecânico de uma dada mistura de materiais. Há uma gama muito grande de resinas, termofixas ou termoplásticas, bem como uma variedade de cargas que vão de sintéticas (fibras de vidro, poliméricas) até naturais (fibras vegetais) que podem ser aplicadas na obtenção de compósitos. As características finais destes materiais dependem de propriedades das cargas, da geometria e também da resina utilizada como matriz, bem como a proporção entre estes materiais (FÉLIX, 2002).

Os compósitos são formados por duas fases: primeiramente uma matriz, responsável pela forma do material com função de envolver a segunda fase, denominada de fase dispersa. A fase dispersa tem a função estrutural e é responsável pela resistência mecânica do compósito, como também pelas características como elétricas, magnéticas e ópticas (CALLISTER, 2002). Além disso, a matriz pode servir para incorporar nanopartículas inorgânicas, tendo em vista novas aplicações.

A matriz polimérica para fabricação de compósitos é selecionada com base nas suas características químicas, propriedades mecânicas e

trabalhabilidade. Dentre as várias matrizes utilizadas em compósitos, as poliamidas são consideradas vantajosas em relação aos demais polímeros de engenharia por apresentarem termoplasticidade, elevado módulo de elasticidade, resistência mecânica, estabilidade dimensional em temperaturas elevadas, resistência química, boa resistência ao impacto sem entalhe, alta temperatura de fusão, baixo coeficiente de atrito, alta resistência à fadiga, entre outras características (ZIMMERMAN, 1985).

No entanto mesmo com essas vantagens apresentadas em relação a outros polímeros, faz-se necessária cautela durante seu processamento devido a sua higroscopicidade. Assim, inúmeros esforços têm sido realizados para a utilização de resinas de poliamida como matrizes para compostos pela adição de cargas inorgânicas, com o intuito de minimizar esse efeito.

Dentre as várias cargas inorgânicas utilizadas em matrizes poliméricas, especificamente na poliamida 6, tem-se o uso de argilas organofílicas (PAZ et al., 2008), fibras de carbono (BOTELHO et al., 2002), alumina trihidratada, argila, talco (UNAL et al., 2003), sílica, esferas de vidro (UNAL et al., 2003; TJONG e XU, 2001), montmorilonita, wollastonita (TANAKA et al., 1999 e NIELSEN, 1974), caulim (UNAL et al., 2003 e NIELSEN, 1974) sempre objetivando a melhoria da resistência mecânica no compósito final.

A utilização de cargas inorgânicas do tipo óxidos magnéticos sintetizados em escala nanométrica (ferritas) em matrizes poliméricas, ainda é pouco citada na literatura. Porém, na última década, pesquisadores têm reportado o interesse da utilização destas cargas para, marcadores magnéticos (DIAS et al., 2005), atenuadores de interferência eletromagnética (PAULO, 2006), estabilização térmica (CHAE & KIM, 2007), absorvedores magnéticos (BEZERRA, 2009).

As ferritas como cargas em uma matriz, também possuem certas limitações, principalmente quando usadas em material de nanoescala ou nanopartícula. Como exemplos destas limitações têm-se: alta reatividade das nanopartículas, o que naturalmente conduz à formação de aglomerados; a característica intrínseca ferrimagnética, o que dificulta o processo de mistura (carga/matriz); e a própria cor escura do material, o que torna o compósito

opaco dificultando, assim, a visualização de defeitos internos na matriz (BEZERRA, 2009).

Os critérios que favorecem a escolha de matrizes poliméricas na confecção de compósitos com ferritas são justificados pelo fato destas matrizes apresentarem apropriada flexibilidade, moldabilidade ou trabalhabilidade, resistividade elétrica e magnética. Em geral, as propriedades dos compósitos poliméricos com cargas particuladas dependem fortemente da variação do tamanho e forma das partículas da carga incorporada na matriz polimérica.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Avaliar o efeito da temperatura de calcinação na forma e tamanho de partícula da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) e sua incorporação na matriz polimérica de poliamida 6, como também investigar a influência de mudanças nas condições de processamento entre carga e matriz para a obtenção do compósito com a mínima presença de defeitos.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Calcinar a carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4), sintetizada por reação de combustão, nas temperaturas de 700, 900 e 1200°C. Caracterizar a carga antes e após calcinação por difração de raios-X (DRX); fluorescência de raios-X (FRX); espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR); adsorção de nitrogênio (BET), microscopia eletrônica de varredura (MEV), termogravimetria (TG) e medidas magnéticas (MM);
- Avaliar o efeito da temperatura de calcinação sobre a estrutura, morfologia (forma e tamanho de partícula), comportamento térmico e magnético da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) obtida;

- Incorporar a carga como sintetizada e após calcinação a 700, 900 e 1200°C na matriz polimérica de poliamida 6 na proporção de 50% em massa, utilizando dois tipos de equipamentos: um misturador do tipo interno acoplado a um Reômetro de torque system 90 da Haake Büchler e um homogeneizador modelo MH-50H da MH equipamentos, para avaliar o melhor método de mistura;
- Avaliar o efeito da morfologia (forma e tamanho de partícula) da carga na obtenção do compósito;
- Caracterizar os compósitos quanto à estrutura e à morfologia por difração de raios-X (DRX), termogravimetria (TG), microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Avaliar o compósito quanto à absorção eletromagnética na faixa de frequência de telefonia celular mediante o teste de absorção seletiva - SAR (specific absorption rate).

2.0 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Compósito

Os compósitos estão entre os materiais mais antigos utilizados pelo homem. Nos tempos primitivos, o homem descobriu empiricamente, que quando dois ou mais materiais de natureza diferente eram utilizados em conjunto se obtinha um novo material, cujo desempenho muitas vezes pode ser superior e por vez muito diferente dos componentes que lhe haviam dado origem.

Foi assim que os antigos arquitetos egípcios desenvolveram compósitos utilizando tijolos de argila misturados com palha, material que apresentava um significativo aumento de resistência à abrasão em comparação aos tijolos feitos somente de argila. A metodologia utilizada pelos egípcios é similar a que hoje se pratica com os plásticos reforçados com fibra de vidro (FINKLER, 2005).

Originado do inglês *composite*, o termo foi assim definido em português por Eloísa Mano, (1991): "Compósito é uma classe de materiais heterogêneos, tanto na escala macroscópica quanto na microscópica; multifásicos, resultantes de uma combinação racional, em que um dos componentes, descontínuo, dá a principal resistência ao esforço (componente estrutural ou reforço) e o outro, contínuo, o meio de transferência deste esforço (componente matricial ou matriz)".

Materiais compósitos podem ser definidos como uma mistura física de dois ou mais materiais para formar um novo material com propriedades diferentes dos componentes puros, podendo ser obtidos por combinações entre metais, cerâmicos ou polímeros (CALLISTER, 2002).

Os compósitos são constituídos por duas ou mais fases separadas por uma interface, que são física e quimicamente distintas (CALLISTER, 2002). Muitos deles são formados por duas fases: uma é chamada matriz, a qual é contínua e envolve a outra fase, denominada fase dispersa. As propriedades destes materiais são função das propriedades das fases constituintes, suas

quantidades relativas, forma, tamanho, distribuição e orientação da fase dispersa (CHARRIER, 1990 e FINKLER, 2005).

Existe uma gama de polímeros e cargas que podem ser combinados na obtenção de compósitos poliméricos. Esses materiais podem ser classificados da seguinte maneira:

- **Quanto ao tipo de polímero:** o polímero presente num compósito pode ser termofixo ou termoplástico;
- **Quanto à natureza da carga:** as cargas podem ser naturais ou sintéticas, podendo também ser orgânicas ou inorgânicas;
- **Quanto à geometria da carga:** as cargas podem ser sólidos cristalinos, pulverizados, esferas ou fibras, podendo ser caracterizadas como fibras longas ou curtas.

Os compósitos podem ser divididos em três classes gerais, sendo elas: compósitos carregados com partículas, também chamados de compósitos particulados; compósitos carregados com fibras descontínuas, sendo que as fibras podem ser unidirecionais ou dispostas aleatoriamente; e compósitos carregados com fibras contínuas que também podem ser fibras contínuas unidirecionais, bidirecionais ou multidirecionais (DANIEL e ISHAI, 1994). Os principais tipos de compósitos estão ilustrados na Figura 1.

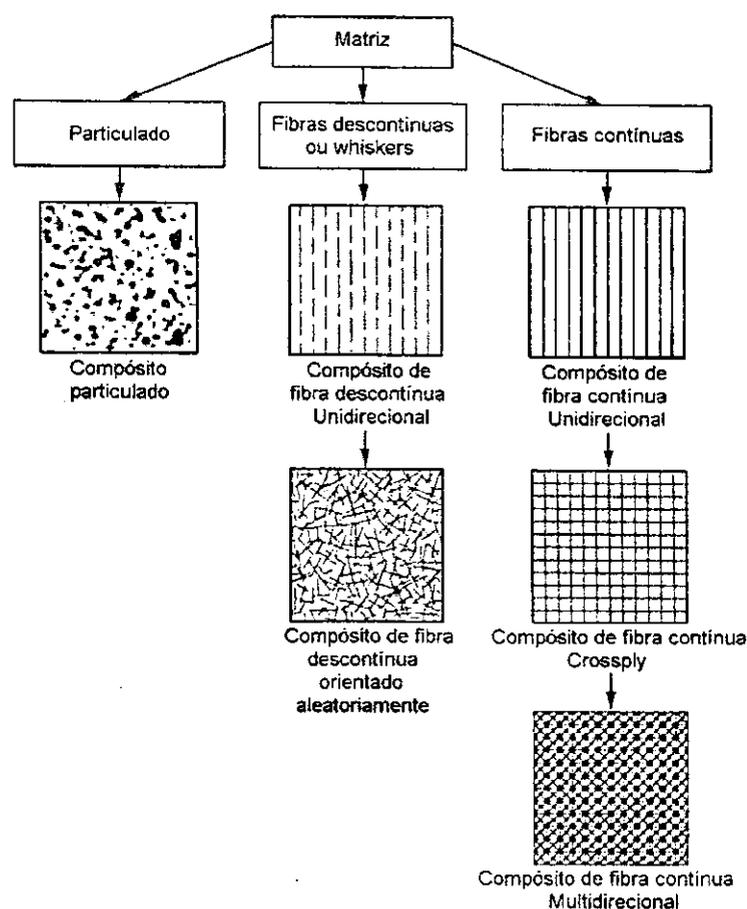


Figura 1 – Principais tipos de compósitos.

Fonte: DANIEL e ISHAI, (1994).

Os compósitos particulados são resultado da introdução de componentes que apresentam uma razão menor que três entre a maior e a menor dimensão do corpo L/D (comprimento/diâmetro). Os componentes são denominados de cargas particuladas ou não fibrosas, podendo estar na forma de partículas, aglomerados de partículas, escamas ou flocos (RABELLO, 2000).

As cargas particuladas podem ser definidas como materiais sólidos que são adicionados aos polímeros em quantidades suficientes para reduzir custos e/ou alterar as suas propriedades físicas e/ou mecânicas (RABELLO, 2000).

Os compósitos de fibras descontínuas apresentam como reforço pequenas fibras. Estas fibras, consideradas largas quando o comprimento é comparado com seu diâmetro, podem ser dispostas aleatoriamente ou ao longo

de uma direção. No primeiro caso, o compósito pode ser considerado quase-isotrópico, e no segundo, tende a ser anisotrópico (FINKLER, 2005).

As fibras descontínuas podem estar dispostas no compósito aleatoriamente ou de maneira orientada e são responsáveis pela resistência mecânica (componente estrutural), sendo a matriz o “meio” de transferência do esforço mecânico sofrido (componente matricial) (INTERNACIONAL ENCYCLOPEDIA OF COMPOSITES, 1991). Os compósitos carregados com fibras descontínuas, embora não sendo capazes de suportar níveis de esforços similares aos de fibras contínuas, apresentam grande versatilidade, podendo ser processados via injeção e extrusão, e oferecem a possibilidade de produção de materiais com propriedades isotrópicas (FINKLER, 2005) e (JONES, 1998).

Os compósitos reforçados por longas fibras contínuas e são mais eficientes do ponto de vista de rigidez e resistência mecânica. As fibras podem ser todas paralelas (unidirecional), dispostas perpendicularmente (bidirecional) ou orientadas em vários ângulos (multidirecional).

Nos compósitos com fibras contínuas, as tensões aplicadas são preferencialmente suportadas pelas fibras, enquanto que a matriz, além de manter as fibras unidas, atua como elemento transferidor de tensões. Estes compósitos suportam tensões maiores em relação aos que possuem fibras descontínuas, porém não podem ser processados por métodos comumente usados, como injeção e extrusão. Normalmente eles são moldados por compressão (SHACKELFORD, 2000).

Os compósitos com fibras contínuas unidirecionais são anisotrópicos, enquanto que os multidirecionais com fibras dispostas em orientações projetadas são isotrópicos (FINKLER, 2005) e (SHACKELFORD, 2000).

Os compósitos laminares ou bidirecionais possuem uma direção preferencial de alta resistência, tal como na madeira e em plásticos reforçados com fibras contínuas e alinhadas. As camadas são empilhadas e subsequentemente cimentadas umas às outras, de modo tal que a orientação da direção de alta resistência varia de acordo com cada camada sucessiva (CALLISTER, 2002).

2.2 Matriz Polimérica

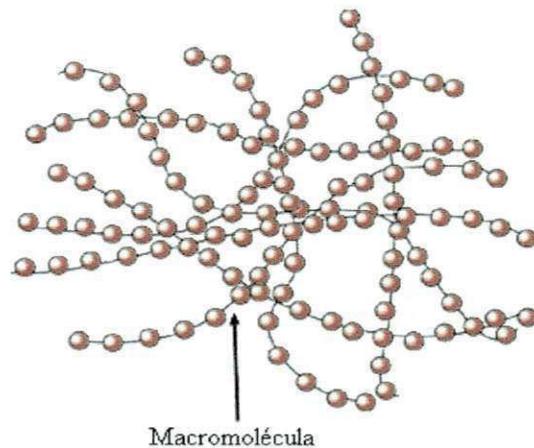
O elemento matricial é responsável por manter a integridade estrutural do compósito através da ligação simultânea com a fase dispersa em virtude de suas características coesivas e adesivas. Sua função também é de transferir o carregamento para a fase dispersa e protegê-la contra o ataque ambiental (FINKLER, 2005) e (SHACKELFORD, 2000).

A escolha da matriz polimérica dependerá das propriedades físicas, mecânicas e térmicas exigidas para uma determinada aplicação, como também do processo de fabricação escolhido e do custo associado (FINKLER, 2005). Os polímeros mais usados em compósitos poliméricos são os termoplásticos e os termorrígidos ou termofixos.

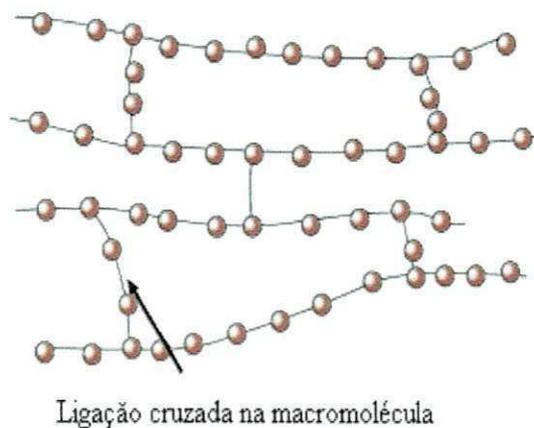
A sua principal diferença está no comportamento característico quando aquecidos, isto é, os termoplásticos são polímeros capazes de serem moldados várias vezes, devido à característica de se tornarem fluidos sob ação do aumento da temperatura e depois se solidificarem quando há um decréscimo da temperatura. Por outro lado, os termorrígidos, não se tornam fluidos durante o aumento da temperatura devido à presença de ligações cruzadas entre as cadeias macromoleculares, tais ligações são denominadas de reticulação (STEVENS, 1999 e TAGER, 1978). As diferenças entre polímeros termorrígidos e termoplásticos estão ilustradas na Figura 2 (a) e (b).

Embora as resinas termofixas dominem o mercado de compósitos, nos últimos anos cresceu muito a pesquisa e a gama de aplicações de resinas termoplásticas, que foi acelerado pela abrangência no enfoque das pesquisas sobre a utilização de diferentes matrizes poliméricas e o estudo de interfaces fibra/matriz, bem como o pré-tratamento superficial de reforços. Além disso, as resinas termoplásticas apresentam vantagens sobre as termofixas, no sentido de que dispensam uma etapa no processamento, a cura, que é necessária para o término das reações dos termofixos (REZENDE, 2000).

As resinas termoplásticas podem ser processadas de diversas maneiras, tais como: injeção, extrusão, sopro, termoformação. A principal vantagem dos polímeros termoplásticos em relação aos termorrígidos é a facilidade de reciclagem (MANO e MENDES, 1999).



(a)



(b)

Figura 2- Diferenças entre polímeros: (a) termoplásticos e (b) termorrígidos
 Fonte: <http://www.ider.herts.ac.uk/school/courseware/materials/plastics>.

2.2.1 Poliamida

Poliamidas são, literalmente, polímeros que contém um grupo amida (-CONH-) como parte repetitiva na cadeia principal. As poliamidas são também conhecidas pelo termo nylon, porém este termo exclui as poliamidas do tipo proteínas, as resinas de poliamidas de baixa massa molar utilizadas em tintas, adesivos e revestimentos, bem como as poliamidas aromáticas (aramidas), utilizadas como fibras de alto desempenho. A estabilidade térmica, as

resistências à oxidação, à hidrólise e a solventes, dependem de cada poliamida especificamente (ZIMMERMAN, 1985). A Figura 3 ilustra a estrutura molecular da poliamida 6 destacando seus átomos.

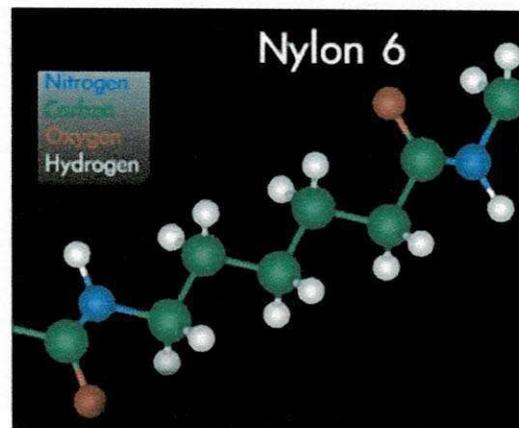


Figura 3 - Estrutura molecular da poliamida 6

Fonte: www.worldofmolecules.com

Os métodos mais comuns de obtenção das poliamidas incluem a reação de diácidos e diaminas, como o ácido adípico e hexametileno diamina, produzindo o nylon 6,6, enquanto que a reação de polimerização por abertura de anel (Figura 4), como no caso do nylon 6 (obtido por abertura de anel da ϵ -caprolactama) (MANO, 1994 e ODIAN, 1981).

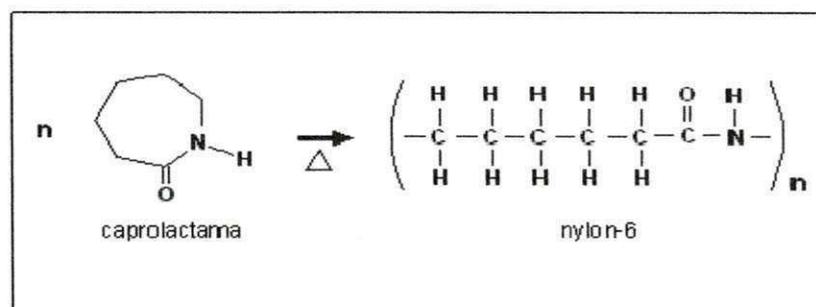


Figura 4 - Estrutura molecular da condensação da caprolactama para a formação da poliamida 6.

Fonte: < www.polymerprocessing.com/polymers/PA6.html >

As poliamidas alifáticas são, geralmente, identificadas por números que indicam os átomos de carbono nos respectivos monômeros. O nome da poliamida vem seguido de números sendo que o da direita corresponde ao número de átomos de carbono no diácido e o da esquerda o número de carbonos na diamina de origem. Quando as poliamidas vêm seguidas de somente um número é porque são formadas a partir dos aminoácidos ou lactamas correspondentes (FIEGENBAUM, 2007).

A poliamida sintética é chamada de **nylon** (ou náilon), primeira fibra têxtil sintética produzida que depois passou para a manufatura de todo o material plástico. A primeira poliamida foi sintetizada na DuPont, por um químico chamado Wallace Hume Carothers, que começou a trabalhar na companhia em 1928. Acredita-se que o nome Nylon provém da junção das iniciais de New York com as primeiras letras de London, onde a fábrica tinha suas sedes. Outra possível explicação para o termo seria a de que durante a 2ª Guerra Mundial os EUA usaram o tecido feito da fibra nos pára-quadras. O "nylon" seria então uma abreviação de "Now You've Lost, Old Nippon" (Encyclopedic dictionary of Polymers, 2007), (SHEREVE e BRINK, 1997), (LEWIN, 2007).

Os diferentes tipos de nylons normalmente possuem grupos terminais amino e carboxílicos capazes de reagirem com uma variedade de reagentes. O grupo amino do nylon reage facilmente com grupos anidrido, ácido e éster (MOAD, 1999). O alto nível de cristalinidade de algumas poliamidas (em torno de 50%) é o resultado de sua regularidade estrutural e do grande número de grupos funcionais amida, que permitem a formação de ligações de hidrogênio, as quais aumentam a interação entre as moléculas e promovem seu ordenamento. Uma homopoliamida como o nylon 6,6, por exemplo, que é estruturalmente regular e tem uma alta frequência de grupos amida, mostra uma elevada temperatura de fusão (250-260°C) e rapidamente recristaliza quando resfriada a partir do estado fundido (DAVIS, 1996).

O nylon é importante em virtude de sua baixa massa específica, pequena velocidade de combustão, resistência térmica e química, flexibilidade e resistência à abrasão. Os nylons foram desenvolvidos após pesquisas de Carothers, e foram introduzidos no mercado em 1938, na forma de fios para

pincéis, escovas e fibras para tecidos finos. As suas aplicações são numerosas e incluem pneumáticos, engrenagens, gaxetas, revestimentos de fios metálicos e cabos, tubos e vasilhas para aerossóis, além de tecidos (SHREVE E BRINK, 1997). Com o passar dos anos, o desempenho destes materiais tem aumentado através de inovações tecnológicas como a modificação pela introdução de cargas ou por polímeros reforçantes (ZIMMERMAN, 1985).

Para algumas aplicações mais específicas, entretanto, as poliamidas apresentam algumas deficiências que limitam a sua utilização. Exemplo disso é a sua alta sensibilidade ao entalhe, ou seja, poliamidas apresentam baixa resistência ao impacto, além de apresentarem comportamento de fratura frágil em baixas temperaturas (FIEGENBAUM, 2007). Porém, a combinação da alta atração entre as cadeias nas fases cristalinas e a flexibilidade na fase amorfa torna esses polímeros tenazes quando estão acima de suas temperaturas de transição vítrea.

2.3 Carga de Ferrita de Níquel (NiFe_2O_4)

Estes materiais são conhecidos pela sua importância tecnológica, especialmente, a ferrita de níquel, que está ganhando destaque devido as suas propriedades eficazes, tais como alta estabilidade termodinâmica, alta condutividade elétrica e alta resistência à corrosão, adequando-se para aplicações no campo metalúrgico, nas indústrias de micro-ondas, em toque digital de alta velocidade, a gravação em disco, suspensão repulsiva para uso em sistemas de transporte ferroviário, ferrofluidos, catálise e sistemas de refrigeração magnética (ADAM et. al., 2009).

As ferritas de níquel (NiFe_2O_4) são materiais cerâmicos ferrimagnéticos, também conhecidos como materiais magnéticos moles que apresentam configuração cúbica do tipo espinélio inverso, pertencente ao grupo espacial $Fd3m$, cuja composição química é formada por uma solução sólida dos óxidos de NiO e Fe_2O_3 (RANE et al., 1999).

Estas ferritas apresentam uma estrutura cristalina preferencial do espinélio invertido, ou seja, os íons Ni^{2+} ocupam sítios octaédricos (B) e os íons

uma área muito pequena, quando a energia dissipada é pequena. Nestes a magnetização de saturação decai suavemente com a temperatura até T_c (temperatura de Curie). Após esta temperatura o material perde o alinhamento dos spins, que decai abruptamente e desaparece (LUBORSKY e LIVINGSTON, 1996) tornando o material paramagnético.

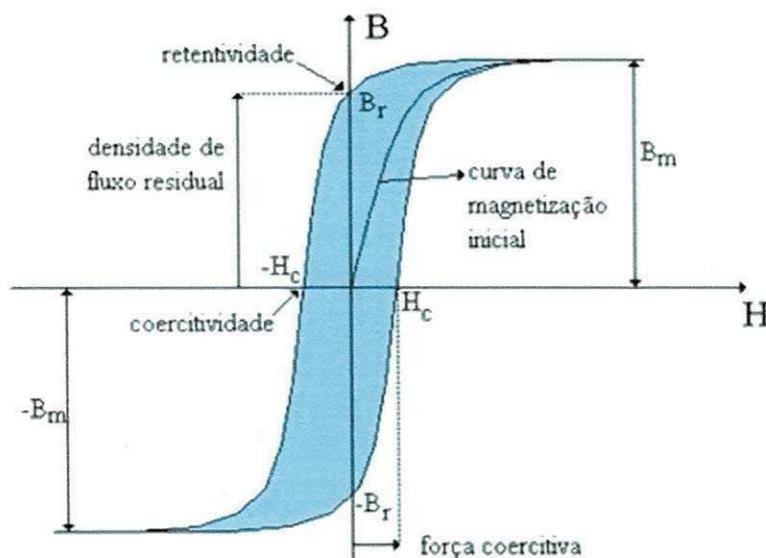


Figura 6 - Curva de histerese de materiais magnéticos moles, com seus principais parâmetros: H_c , B_r , B_m .

Fonte: DIAS, et. al., (2000).

A partir deste ciclo, podem-se tirar várias conclusões:

- A remanescência, B_r , indica a densidade de fluxo que o material magnético conserva depois ter sido completamente magnetizado e o campo de magnetização H ter sido reduzido a zero.
- A coercividade H_c , que quantifica o valor do campo de magnetização negativo que deve ser aplicado ao magneto permanente para reduzir a densidade de fluxo a zero, ou seja, desmagnetizar o magneto permanente.

Dessa forma, esse tipo de material pode atingir a sua magnetização de saturação com aplicação de um campo relativamente pequeno (isto é, é

facilmente magnetizado e desmagnetizado), possui baixas perdas de energia por histerese (JILES, 1991), uma corrente parasita para níveis de operações em altas frequências (10-500 MHz), dureza, boa resistividade, boa estabilidade química e custo relativamente baixo (ISHINO & NARUMIYA, 1987; KUMAR, 1996).

Dessa maneira, esses materiais são usados em dispositivos que são submetidos a campos magnéticos alternados, onde ocorra uma mínima dissipação de energia; um exemplo de aplicação desses materiais consiste no núcleo de transformadores.

As ferritas cerâmicas são materiais que podem absorver a radiação eletromagnética, pois geram uma perda de energia, que neste caso, atua de forma construtiva. O efeito físico fundamental necessário para uma ferrita de microondas é a ressonância giromagnética, a qual ocorre quando o material é submetido a um campo eletromagnético desejado. As ferritas são amplamente utilizadas em vários dispositivos de microondas, e tanto a transmissão quanto à absorção de ondas eletromagnéticas depende da frequência, do sentido e da magnitude do campo magnético interno (GAMA, 2005).

2.3.1 Compósitos de matriz polimérica e carga de ferrita de níquel (NiFe₂O₄)

É conhecida cientificamente a existência de bons resultados com referência a este propósito usando diferentes matrizes poliméricas e cargas de ferrita, como: o desenvolvimento de tintas poliuretânicas reportados por Dias et al., (2005), para uso em marcadores magnéticos; o uso da borracha de silicone relatado por Paulo, (2006), para atenuadores de interferência eletromagnética; já Chae & Kim (2007) obtiveram nanocompósitos de PET e ferrita resultando no melhoramento da estabilidade térmica da matriz; e recentemente, o trabalho reproduzido por Bezerra, (2009) com poliamida 6, para uso como absorvedores magnéticos.

O estudo de Dias et. al. (2005) consistia na obtenção de compósito pela mistura de um polímero poliuretânico (PU) à base de resina ftálica adicionando

cargas de negro de fumo e duas ferritas a Ni-Zn e Mn-Zn para o uso como revestimento na forma de tinta. A homogeneização das misturas foi feita em agitador mecânico a 500 rpm, com formulações estabelecidas em estudos anteriores desenvolvidos pelo autor. A mistura obtida foi aplicada em placas de alumínio 2024 (30x30 cm). Em seguida, acondicionadas em estufa a 60°C por 40 minutos para a completa polimerização do revestimento. Observou-se a não atenuação por parte do polímero na frequência utilizada no estudo de 8- 12 GHz, permitindo seu uso com diferentes formulações das cargas, sem interferência no resultado. Dias e seus colaboradores ao usar as ferritas de Ni-Zn e Mn-Zn na forma de revestimento poliuretânico, teve sua eficácia como um absorvedor de banda larga, afirmando-se que a ferrita atuou como o centro de absorção incidente e o negro de fumo, devido as suas características como condutor elétrico, favoreceu a formação de caminhos de condução elétrica das perdas de energia para o meio ambiente. O material obtido foi utilizado para a blindagem eletromagnética de antenas, em fornos de micro-ondas e em sistemas de segurança de celulares.

Paulo (2006) desenvolveu seu estudo a partir da ferrita Ni-Zn como carga e uma matriz de borracha de silicone (elastômero com propriedade de baixa sensibilidade a mudança de temperatura e características dielétricas) para a obtenção dos compósitos. A ferrita Ni-Zn foi produzida por combustão, com a aplicação de um tratamento térmico obtendo-se pós recozidos. Sendo impregnada em borracha de silicone com cargas de 50 e 66,7% em peso. Esta quantidade de material foi estabelecida diante da capacidade do elastômero em incorporar a carga e o limite de percolação do compósito. Os compósitos foram preparados em Becker com a adição dos pós, silicone e um catalisador, obtendo-se corpos de prova na forma de toróides com 12,0mm de comprimento, 3,0mm de diâmetro interno e 7,0 mm de diâmetro externo, sendo submetidos a teste de desempenho como absorvedor de micro-ondas, com o intervalo de frequência de 2 a 4 GHz e as espessuras testadas entre 1 e 12mm com intervalos de 1mm. Considerando o perfil das curvas de refletividade resultantes dos compósitos carregados com 66,7% tiveram melhor desempenho do que os carregados com 50%, dentro das mesmas espessuras e composições de ferrita, tornando-o um material atenuador de interferência

eletromagnética de estruturas próximas a radares de bordo que operam na faixa de frequência testada.

Chae & Kim, (2007) introduziram no poli (tereftalato de etileno) (PET) previamente secado a vácuo a 90°C por 24 horas, as nanopartículas de ferrita (Fe_2O_3 - Aldrich) como um pó fino, cujo tamanho de partícula variou de 50 a 200nm. A mistura foi realizada em extrusora Hakke Mini- LAb Twin por 3 min a 270°C com rotação de 60 rpm, com a variação na porcentagem de carga adicionada a matriz de 0,1; 1; 5; 10 e 20% em peso a fim de investigar as propriedades térmicas e reológicas dos nanocompósitos obtidos. A introdução de nanopartículas de ferrita acelerou o processo de cristalização do PET, por meio de nucleação heterogênea, e melhorou a estabilidade térmica da matriz, apresentando um aumento de 3°C na temperatura de cristalização (T_c). Os nanocompósitos de PET com 5, 10 e 20% em peso de ferrita tiveram uma maior estabilidade térmica e uma degradação em duas fases. A viscosidade dinâmica dos nanocompósitos de PET aumentou com a introdução da ferrita em seu conteúdo. No entanto, as amostras com ferrita de 5, 10 e 20% em peso produziram um elevado grau de pseudoplasticidade levando a viscosidade menor em alta faixa de frequência do que a do PET puro. Os nanocompósitos obtiveram um aumento no valor da tensão de escoamento particularmente a partir da composição com 5% em peso de carga. Além disso, o tempo de relaxamento da matriz foi aumentado com o acréscimo da ferrita.

O estudo realizado por Bezerra (2009) sintetizou ferrita de níquel (NiFe_2O_4) por reação de combustão, tendo um pó resultante que foi incorporado à poliamida 6 utilizando um misturador interno acoplado a um Reômetro de Torque System 90 da Haake Büchler em temperatura de 240°C e 60 rpm, com concentrações de 10, 30, 50 e 60 % em massa a fim de se obter compósitos absorvedores magnéticos. A caracterização dos compósitos mostrou que a presença da ferrita alterou a forma cristalina da poliamida 6 para todas as concentrações. Houve uma maior formação de aglomerados de ferrita nas concentrações de 50 e 60%. Na concentração de 10% houve uma melhor dispersão, ainda com uma tendência das partículas se aglomerarem devido as suas características magnéticas. Foram realizados ensaios eletromagnéticos, apenas para os compósitos, nas concentrações de 10 e 30% que

apresentaram uma melhor mistura e homogeneização, porém como possuem uma baixa quantidade de carga levando a radiação a passar totalmente sem atenuação em toda faixa de frequência estudada, foram considerados materiais transparentes à radiofrequência. Contudo, o trabalho foi um precursor em se tratando de poliamida 6 para uso em materiais absorvedores, sendo referência para os demais trabalhos.

Dando continuidade ao trabalho desenvolvido por Bezerra, (2009) que produziu compósitos de matriz de poliamida6 e cargas de ferrita para aplicações em materiais absorvedores de radiação eletromagnética, este trabalho tem como objetivo realizar mudanças na morfologia da carga de ferrita de níquel, por meio da calcinação nas temperaturas de 700, 900 e 1200°C; utilizar um novo equipamento de mistura, o Homogeneizador, que se baseia no atrito e, prensar os corpos de prova dos compósitos em prensa hidráulica, a fim de se investigar a influência destas mudanças morfológicas e das condições de processamento na obtenção dos compósitos.

3.0 MATERIAIS E MÉTODOS

A matriz polimérica escolhida para ser utilizada neste trabalho foi a poliamida 6 com massa molar média = 10.500 g/mol, IV (índice de fluidez = 134 ml/g (Technyl C216), fornecida pela Rhodia/SP, sob a forma de grânulos de coloração branca (Figura 7). A poliamida 6 foi previamente secada na temperatura $80 \pm 5^\circ\text{C}$ por 48 horas em estufa a vácuo, para a retirada de umidade. O Apêndice A apresenta as características da poliamida 6.



Figura 7 – Grânulos de poliamida 6 (Technyl C216)

A carga utilizada para obtenção do compósito foi a ferrita de níquel (NiFe_2O_4) previamente sintetizada por reação de combustão, seguindo o procedimento experimental descrito por Bezerra (2009). A carga sintetizada (Figura 8 (a)) foi desaglomerada em um almofariz tipo ágata e peneirada em peneira malha ABNT N° 325 (abertura $44\mu\text{m}$), Figura 8 (b), e então calcinada nas temperaturas de 700, 900 e 1200°C , em forno mufla resistivo EDG 1700 MODELO EDG 3P-S, designada por: SC; C700; C900 e C1200, respectivamente.

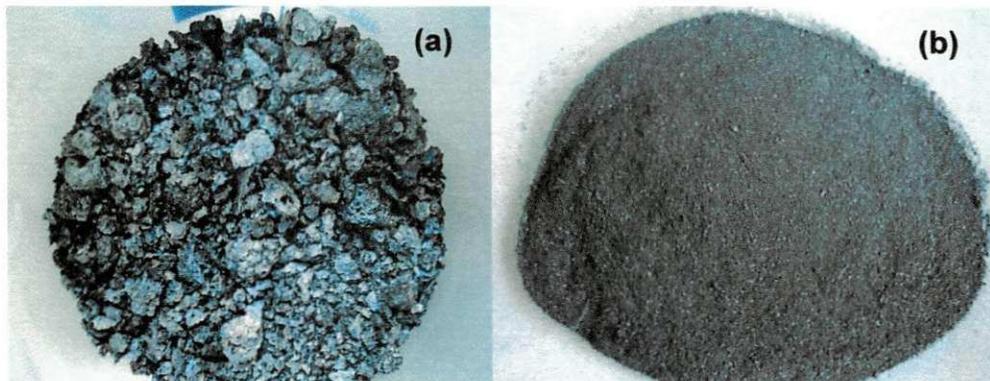


Figura 8 – Aspecto da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) como sintetizada (a); Carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) após desaglomeração (b).

3.1 Preparação da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4)

A preparação da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) segue a seqüência descrita pelo fluxograma (Figura 9) que baseia-se no procedimento experimental utilizado por Bezerra, (2009). A carga da ferrita de níquel (NiFe_2O_4) – sintetizada foi desaglomerada, peneirada, em seguida calcinada nas três temperaturas para posterior caracterização e preparação dos compósitos, sendo previamente secada em estufa à vácuo por 48h/240°C.

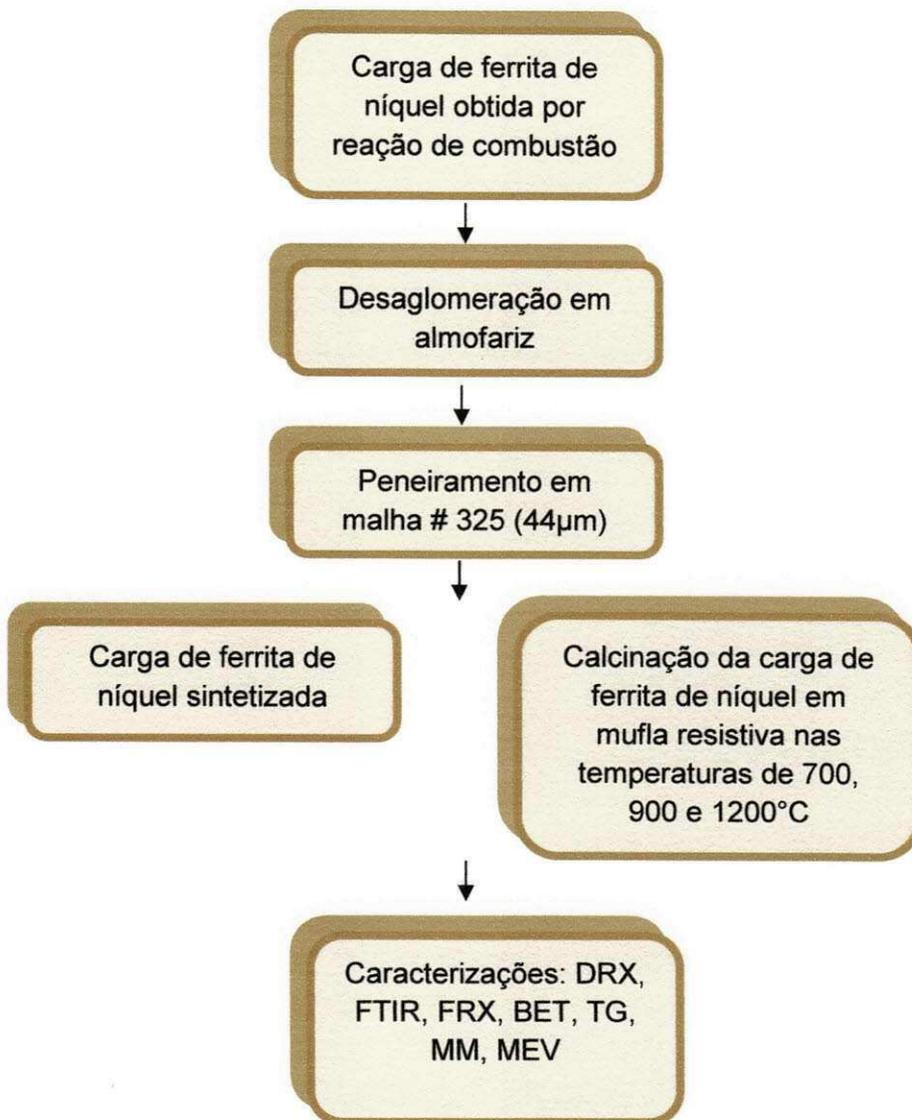


Figura 9: Fluxograma da metodologia da preparação da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4).

3.2 Preparação dos compósitos de poliamida 6/ ferrita de níquel (NiFe_2O_4)

Para preparação dos compósitos a carga de ferrita de níquel foi incorporada na poliamida 6 utilizando-se uma concentração de 50% em massa da carga. Este valor foi adotado com base nos melhores resultados obtido por Bezerra (2009).

Para a mistura da poliamida 6 com a carga utilizou-se dois tipos de misturador: a) misturador interno acoplado a um reômetro de torque system 90 da Haake Büchler na temperatura de 240°C/10 minutos com 60 rpm, e b) um homogeneizador modelo MH-50H da MH- por cerca de 7 segundos através de atrito, na câmara do equipamento. Na Figura 10, podem ser vistas as fotografias dos dois misturados utilizados. A mistura (poliamida 6/carga) resultante dos dois métodos de mistura foi triturada em moinho de facas.

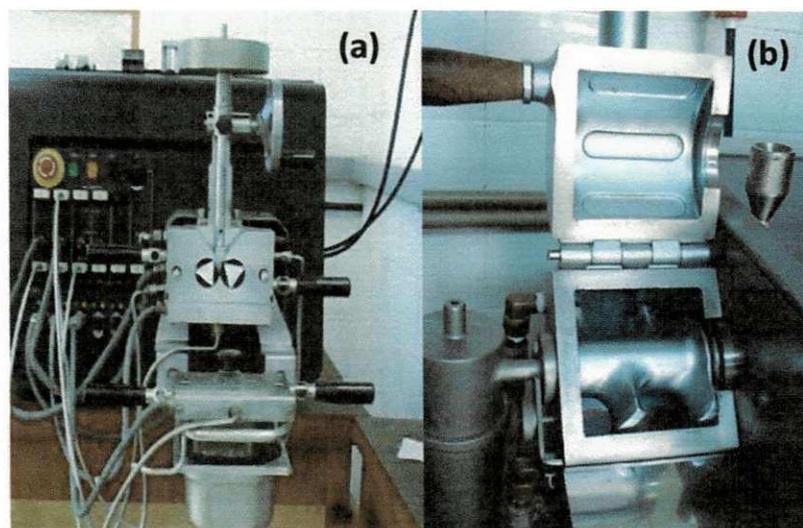


Figura 10 - Misturadores utilizados na obtenção dos compósitos, (a) reômetro de torque e (b) homogeneizador.

Os corpos de prova na forma de placas foram confeccionados nas mesmas condições em prensa hidráulica (Figura 11), com resfriamento da marca MH equipamentos, na temperatura de 240 °C, com 2 minutos / 1 tonelada de pré-prensagem e, em torno de 4 minutos com uma pressão de aproximadamente 3 toneladas. Logo, em seguida, as amostras foram resfriadas na temperatura ambiente.

Os compósitos foram obtidos como corpos de prova na forma de placas com dois tipos de dimensões: placa 1- com dimensões de 100 x 100 mm (largura x comprimento) e espessura de aproximadamente 1 mm e, placa 2 - com dimensões de 30 x 10 mm (largura x comprimento) e espessura de aproximadamente 1 mm. O uso de dois tipos de corpos de prova deve-se ao fato que, o teste de absorção seletiva regulamenta, conforme suas normas, o

uso de corpos de prova com as dimensões da placa 1. Já a placa 2 foi destinada à caracterização dos ensaios de DRX, TG e MEV. A Figura 12 ilustra o corpo de prova na forma de placa 1



Figura 11 – Fotografia da prensa hidráulica MH equipamentos.

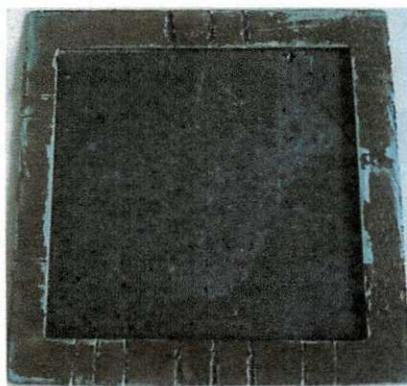


Figura 12 – Fotografia do corpo de prova no formato de placa utilizado para o teste de absorção seletiva.

A preparação dos compósitos de poliamida6/ ferrita de níquel (NiFe_2O_4) segue a seqüência descrita pelo fluxograma (Figura 13). Foi incorporada na poliamida 6 a carga de ferrita de níquel sintetizada e calcinada nas temperaturas de 700, 900 e 1200°C, sendo previamente secada em estufa a vácuo por 48h/240°C. A mistura foi realizada em dois equipamentos diferentes, os compósitos obtidos foram prensados na forma de placas para posterior

caracterização e receberam a designação de PF, PF700, PF900 e PF1200, respectivamente.



Figura 13: Fluxograma da metodologia da preparação dos compósitos de poliamida 6/ferrita de níquel (NiFe₂O₄).

3.3 CARACTERIZAÇÕES DA CARGA E DO COMPÓSITO

3.3.1 Difração de raios X - (DRX)

Para identificação das fases presentes na carga utilizada e nos compósitos obtidos utilizou-se um difratômetro de raios-X SHIMADZU (modelo XRD 6000, radiação Cu K α). Para a carga foi determinado o grau de cristalinidade e o tamanho de cristalito a partir dos dados de difração.

O tamanho de cristalito foi calculado a partir da largura e meia altura dos picos de difração de raios-X (d_{311}) por meio da deconvolução da linha de difração secundária do cério policristalino (utilizado como padrão) utilizando-se a equação de Scherrer.

$$D_{hkl} = \frac{k\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (1)$$

Onde k é o coeficiente de forma do ponto da rede recíproca (0,9-1,0), λ é o comprimento de onda da radiação a ser utilizada (1,54 Å- Cu K α), β é a largura a meia altura do pico (FWHM) e θ o ângulo de difração. O parâmetro β deve ser corrigido utilizando-se a seguinte equação:

$$\beta = \sqrt{(\beta_{\text{exp}})^2 - \beta_{\text{inst}}^2} \quad (2)$$

A cristalinidade foi obtida por meio do programa (Pmgr) da Shimadzu crystallinity utilizando o coeficiente de correção de Lorentz. Esta análise foi realizada no laboratório de Caracterização de Engenharia de Materiais da UFCG.

3.3.2 Espectroscopia na região do infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A espectroscopia na região do infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) é uma técnica de análise que coleta os dados variando-se a

freqüência da luz infravermelha monocromática. Esta análise foi realizada no laboratório de Caracterização de Engenharia de Materiais da UFCG.

Os espectros da carga foram coletados em amostras na forma de pastilhas de KBr a 0,2%, usando um espectrômetro Shimadzu Spectrum BX – Perkin Elmer, entre 4000 e 400 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 20 varreduras.

3.3.3 Fluorescência de Raios X por energia dispersiva (EDX)

Os espectros de fluorescência e a análise semi-quantitativa dos óxidos presentes na carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) foram determinados por espectroscopia de fluorescência de raios X, modelo EDX-720, da marca Shimadzu. Esta análise foi realizada no laboratório de Caracterização de Engenharia de Materiais da UFCG.

3.3.4 Análise de adsorção de nitrogênio (BET)

A determinação da área superficial da carga foi realizada pelo método de adsorção de nitrogênio/hélio desenvolvido por Brunauer, Emmett e Teller (BET) visando-se determinar a área superficial específica. Foi utilizado o equipamento da Quantachane (modelo NOVA 3200e) pertencente ao laboratório de Síntese de Materiais Cerâmicos, do departamento de Engenharia de Materiais da UFCG.

Esta técnica também foi usada para determinar o tamanho médio de partículas (diâmetro esférico equivalente) por meio da seguinte equação (REED et. al., 1999):

$$D_{BET} = \frac{6}{S_{BET} \cdot \rho} \quad (3)$$

onde, D_{BET} é diâmetro médio equivalente (nm), S_{BET} é área superficial determinada pelo método BET (m^2/g) e ρ é densidade teórica (g/cm^3).

A densidade teórica (ρ) utilizada foi $7,34 \text{ g/cm}^3$ para a ferrita de níquel, de acordo com a ficha JCPDF 86-2267 do pacote de dados do programa da SHIMADZU.

3.3.5 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A análise da morfologia da carga e dos compósitos foi realizada em microscópio eletrônico de varredura (MEV), modelo SSX 550 Superscan – Shimadzu, operando em 15kV, no laboratório do CTGás- RN.

Para a análise morfológica da carga foi avaliada a superfície, já em relação aos compósitos foram avaliadas a superfície e a seção transversal, onde os corpos de prova foram fraturados em nitrogênio líquido evitando-se assim a deformação plástica. A superfície dos corpos de prova foi revestida com ouro, para evitar o acúmulo de cargas negativas (“sputtering”- metalizador Shimadzu- IC 50, utilizando-se uma corrente de 4 mA por um período de 3 minutos).

3.3.6 Termogravimetria (TG/DTG)

As análises termogravimétricas (TG/DTG) da carga e dos compósitos foram feitas em aparelho TGA-51 da Shimadzu, no laboratório do CTGás- RN, com amostras em torno de 5mg e taxa de aquecimento de $10^\circ\text{C}/\text{min}$, com temperatura variando-se de 10 a 1400°C , em atmosfera de ar.

3.3.7 Caracterização magnética

Os parâmetros magnéticos da carga (coercividade, magnetização de saturação, campo remanescente e perdas por histerese) foram obtidos a partir do gráfico de histerese, observando-se o comportamento da curva na proximidade da origem do plano cartesiano. A perda por histerese foi estimada pela área total da curva M-H.

Por meio das curvas $M \times H$, foi possível a determinação dos valores de alguns parâmetros magnéticos, tais como: campo coercitivo (H_c), magnetização remanescente (M_r) e a magnetização de saturação (M_s), sendo

esta 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 determinadas a partir da medição da área (W_B) da curva de histerese $M \times H$.

O ciclo de histerese magnética da carga foi obtido utilizando-se um magnetômetro de gradiente alternado (AGM) pertencente ao grupo de Magnetismo do Instituto de Física da Universidade de São Paulo (USP/SP).

3.3.8 Medidas da taxa de absorção seletiva (SAR)

Com o objetivo de avaliar o caráter absorvedor do compósito, são realizadas medições da taxa de absorção seletiva (SAR). No teste foi utilizado um boneco que simula o corpo humano. O boneco é preenchido com um líquido que tem as características elétricas médias dos tecidos que compõem o corpo humano. O teste foi realizado tanto na cabeça, quanto no corpo, pois sua realização permite a inserção do absorvedor entre o telefone e o boneco de maneira precisa e controlada.

Os testes foram realizados no CPqD (Centro de Pesquisa e Desenvolvimento em Telecomunicações), Campinas-SP, no laboratório de Ensaio para Certificação de Produtos. Este teste segue uma regulamentação de acordo com a IEEE 15 28/2003, BSEM 50 361/2001 CENELEC, anexo da resolução 303 ANATEL, de 2 de julho de 2002, IEC 62 209-1/2005, IEC 62 209-2: DRAFT (106/90/NP), FCC OET 65 Supplement C, anexo da resolução nº 533 da ANATEL de 10 de setembro de 2009.

4.0 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para melhor entendimento tem-se a divisão em duas etapas. A primeira etapa corresponde à avaliação do efeito da temperatura de calcinação na estrutura, morfologia, característica térmica e característica magnética da carga de ferrita de níquel sintetizada por reação de combustão. A segunda etapa corresponde à preparação dos compósitos, caracterização e avaliação do efeito do tamanho de partícula da carga e do método de mistura sobre a obtenção dos compósitos.

4.1. I etapa: Análise dos resultados para o efeito da temperatura de calcinação na carga de ferrita

4.1.1 Difração de raios-X

A Figura 14 apresenta os difratogramas de raios-X da ferrita NiFe_2O_4 utilizada como carga SC (sem calcinação) e após a calcinação nas temperaturas 700, 900 e 1200°C (amostras C700, C900 e C1200).

Mediante o difratograma de raios-X da carga sem calcinar (SC), Figura 14, verifica-se a presença dos seis picos de maior intensidade correspondentes à fase cristalina majoritária cúbica do espinélio inverso NiFe_2O_4 (JCPDF 86-2267) e traços de segunda fase hematita- Fe_2O_3 (JCPDF 40-1139) identificado, a partir das reflexões basais de 1ª e 2ª ordem de difração.

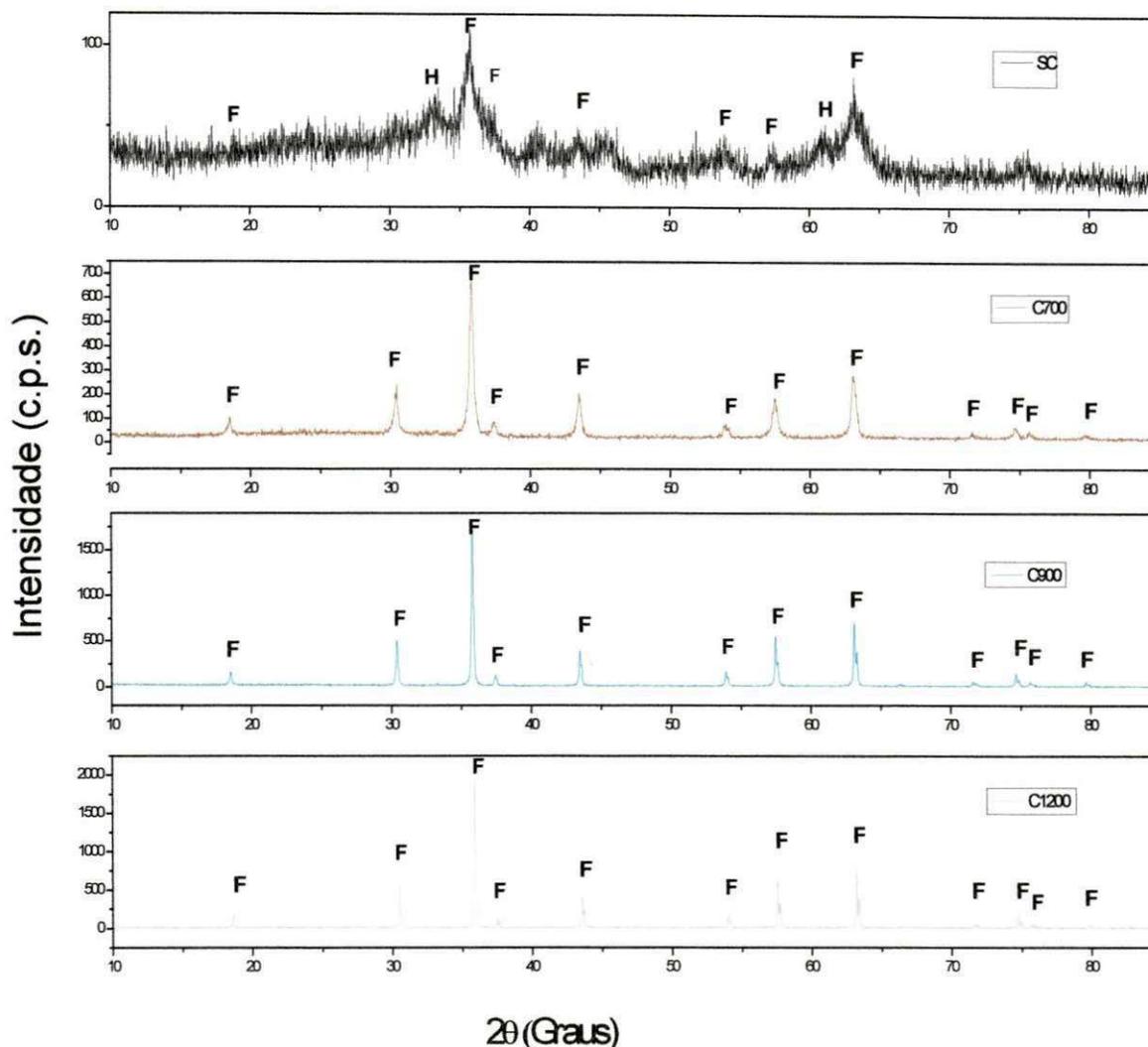


Figura 14 - Difratoogramas de raios-X da carga ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC) e após calcinação nas temperaturas de 700°C (C700), 900°C (C900) e 1200°C (C1200).

A Tabela 1 apresenta as intensidades, os planos (hkl) e os respectivos ângulos de difração correspondentes para a carga sem calcinação. Deve-se ressaltar que a linha de base, apresentou elevado ruído (background), o que dificultou a análise. Para esta amostra observou-se também uma baixa cristalinidade em torno de 51%, e uma largura basal dos picos de difração grande, o que indicou que o material apresenta característica nanométrica, porém, não possibilitou o cálculo do tamanho de cristalito pela equação de Scherrer (KUNGLER et. al., 1962). O pico mais intenso correspondente ao plano

(311) da ferrita de níquel mostra uma sobreposição com o pico de primeira ordem (116) da hematita, indicando, assim, material residual que não cristalizou (amorfo).

Tabela 1 – Fases, reflexões basais (hkl) e os correspondentes ângulos de difração obtidos a partir dos dados do difratograma de raios-X para a carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) como sintetizada (sem calcinação), (SC).

Fase	Hkl	Intensidade (c.p.s.)	2θ (graus)
Ferrita	111	105	18,98
NiFe_2O_4	311	999	35,71
	440	331	63,13
	622	24	75,60
	422	80	53,88
	511	254	57,47
Hematita Fe_2O_3	116	100	33,71

Mediante os difratogramas de raios-X para a carga calcinada nas temperaturas de 700, 900 e 1200° C, observou-se a formação da fase cristalina majoritária cúbica do espinélio inverso NiFe_2O_4 (ficha JCPDF 86-2267) para todas as amostras. A amostra calcinada a 1200° C mostrou-se monofásica. Isto mostra que o aumento da temperatura de calcinação favoreceu a formação completa do espinélio inverso. Também se observa que o aumento da temperatura de calcinação elevou a intensidade dos picos e reduziu a largura basal, o que consequentemente levou a um aumento na cristalinidade, resultando em valores de 69, 96 e 97%, para as amostras C700, C900 e C1200, respectivamente.

Este mesmo comportamento do efeito da temperatura de calcinação sobre a completa formação da fase do espinélio inverso foi observado por DINIZ et. al., (2007) em amostras de ferritas Ni-Zn dopadas com Sm sintetizadas por reação de combustão e calcinadas nas temperaturas de 800,

1000 e 1200°C. Este efeito também foi observado por Costa (2009) quando sintetizou ferrita Ni-Zn por reação de combustão, observando que a hematita livre nas amostras reage via sinterização reativa formando apenas a fase única da ferrita de Ni-Zn.

A partir dos dados de difração de raios-X para as amostras da carga calcinada foram calculados os valores do tamanho de cristalito (T_C) e a microdeformação correspondente para os planos de reflexões basais (hkl), identificados para a ferrita $NiFe_2O_4$ e para hematita Fe_2O_3 . Estes valores estão apresentados nas Tabelas 2, 3 e 4.

Tabela 2 – Tamanho de cristalito e a microdeformação para os planos de reflexões basais (hkl) calculados a partir dos dados do difratograma de raios-X para a amostra calcinada a 700°C (C700).

Fase	hkl	intensidade	2 θ	Tamanho de Cristalito (nm)	Microdeformação (%)
Ferrita	111	105	18	31	0,007313
NiFe₂O₄	220	296	30	28	0,004912
	311	999	36	27	0,004346
	222	72	37	29	0,003907
	400	203	43	28	0,003462
	422	80	54	25	0,003209
	511	254	57	26	0,002904
	440	331	63	29	0,002381
	620	24	71	55	0,001129
	533	58	74	40	0,001468
	622	22	76	44	0,001329
	444	19	80	45	0,001255

*n.d.- não determinado

Mediante os resultados da Tabela 2, observou-se que para temperatura de calcinação de 700°C a amostra apresentou os 12 picos principais do espinélio inverso. Observa-se três conjuntos de planos de difração distintos. O primeiro conjunto correspondente às reflexões basais (422) e (511), cujo, tamanho de cristalito varia entre 25 a 26 nm. O segundo conjunto de planos correspondente (111), (220), (311), (222), (400) e (440). E o terceiro conjunto correspondente a (620), (533), (622) e (444). Isto indica, que a amostra difrata anisotropicamente. Também observa-se para os planos com menor tamanho de cristalito um aumento na microdeformação correspondente.

Deve-se ressaltar que a microdeformação é uma indicação da deformação ocorrida na célula unitária. Portanto, quanto maior o tamanho de cristalito menor esta microdeformação. Então, á medida que, o tamanho do cristal diminui, a célula unitária torna-se mais pontual, ou seja, se torna mais difícil identificar seus parâmetros de rede, e, assim, o padrão de difração fica difuso, tendendo a um comportamento de material amorfo.

Tabela 3 – Tamanho de cristalito e microdeformação para os planos de reflexões basais (hkl) calculados a partir dos dados do difratograma de raios-X para a amostra calcinada a 900°C (C900).

Fase	hkl	intensidade	2 θ (graus)	Tamanho de Cristalito (nm)	Microdeformação (%)
Ferrita	111	105	18,54	53	0,004262
NiFe₂O₄	220	296	30,35	61	0,002262
	311	999	35,79	61	0,001920
	222	72	37,48	63	0,001789
	400	203	43,43	67	0,001458
	422	80	53,94	68	0,001168
	511	254	57,47	69	0,001089
	331	440	63,09	69	0,000999
	531	8	66,39	n.d.*	n.d.*
	620	24	71,61	79	0,000781
	533	58	74,66	71	0,000842
	622	22	75,60	n.d.*	n.d.*
	444	19	79,65	n.d.*	n.d.*

Mediante os resultados da Tabela 3, observa-se que para temperatura de calcinação de 900°C a amostra apresentou os 13 picos principais do espinélio inverso. Observa-se três conjuntos de planos de difração distintos. O primeiro conjunto correspondente as reflexões basais (111), (220), (311), (222), (400), (422), (511) e (311), cujo, tamanho de cristalito varia entre 53 a 69 nm. O segundo conjunto de planos correspondente (620) e (533) com o tamanho de cristalito variando de 71 a 79 nm. E o terceiro conjunto correspondente a (531), (622) e (444), os quais não foi possível a determinação do tamanho de cristalito. Isto indica, que na temperatura de 900°C a amostra difrata também anisotropicamente. Porém, os tamanhos de cristalitos são mais próximos.

Para os planos com menor tamanho de cristalito observa-se um aumento na microdeformação correspondente. Comparando os valores de microdeformação da amostra nesta condição de calcinação, com os valores de microdeformação para a amostra calcinada a 700°C, observa-se uma redução da microdeformação, devido ao aumento da regularidade da rede.

Tabela 4 – Tamanho de cristalito e microdeformação para os planos de reflexões basais (hkl) calculados a partir dos dados do difratograma de raios-X para a amostra calcinada a 1200°C (C1200).

Fase	hkl	Intensidade	2 θ (graus)	Tamanho de Cristalito (nm)	Microdeformação (%)
Ferrita	111	105	18,54	71	0,003138
NiFe₂O₄	220	296	30,46	77	0,001789
	311	999	35,88	80	0,001467
	222	72	37,48	81	0,001347
	400	203	43,56	82	0,001190
	422	80	53,98	87	0,000919
	511	254	57,54	88	0,000850
	440	331	63,11	91	0,000754
	531	8	66,41	n.d.*	n.d.*
	620	24	71,67	10	0,000614
	533	58	74,74	90	0,000664
	622	22	75,78	105	0,000561
	444	19	79,79	90	0,000627

*n.d.- não determinado

Mediante os resultados da Tabela 4, observou-se que para temperatura de calcinação de 1200°C, a amostra apresentou os 14 picos principais do espinélio inverso. Observa-se três conjuntos de planos de difração distintos. O

primeiro conjunto correspondente as reflexões basais (111), (220), (311), (222) e (400), cujo, tamanho de cristalito varia entre 71 a 82 nm. O segundo conjunto de planos correspondente (422), (511), (440), (533) e (444) com tamanho de cristalito de 87 a 91 nm. E o terceiro conjunto correspondente a (622) com tamanho de 105 nm.

O comportamento observado para as reflexões basais foi o mesmo observado na amostra calcinada a 700 e 900°C, diferenciando apenas pelo aumento no número de picos observados. A amostra difrata também anisotropicamente, e para os planos com menor tamanho de cristalito observa-se um aumento na microdeformação correspondente. Comparando os valores de microdeformação da amostra nesta condição de calcinação, com os valores de microdeformação para a amostra calcinada a 900°C, observa-se uma redução da microdeformação, devido ao aumento da regularidade da rede como consequência do aumento da temperatura.

A Tabela 5 apresenta em valores calculados para o tamanho de cristalito, correspondente ao pico de difração principal (d_{311}) para o espinélio.

Tabela 5 – Tamanho de cristalito para o plano de reflexão basal hkl (d_{311}) calculado a partir dos dados do difratograma de raios-X.

Amostra	2θ	Tamanho de Cristalito (nm)	Microdeformação (%)	Cristalinidade (%)
SC	35,71°	n.d.	n.d.*	51
C700	35,79°	27	0,003196	69
C900	35,79°	61	0,001657	96
C1200	35,88°	80	0,001467	97

*n.d.- não determinado

De acordo com os valores de tamanho de cristalito determinados pelos dados de difração, observa-se que o aumento da temperatura de calcinação causou um aumento no tamanho de cristalito e consequentemente uma

redução na microdeformação, devido ao aumento da regularidade do cristal. A cristalinidade aumentou com a temperatura de calcinação e estes valores são coerentes com o aumento da intensidade dos picos observados nos espectros.

4.1.2 Espectroscopia na região do Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A Figura 15 mostra o espectro vibracional na região do infravermelho das amostras, na faixa de $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$. De acordo com os espectros das amostras SC e C700, observou-se duas bandas de absorção abaixo de 1000 cm^{-1} que são características do espinélio inverso NiFe_2O_4 . Estas bandas são caracterizadas por vibrações de íons na rede do cristal. Visualizam-se duas bandas de absorção, uma localizada na faixa de 722 cm^{-1} que foi atribuída às vibrações de estiramento do grupo Al–O coordenado tetraedricamente, e outra banda localizada na faixa de 523 cm^{-1} que corresponde às vibrações de estiramento do grupo Ni–O de coordenação octaédrica (WALDRON, 1955).

Observou-se a presença de duas bandas correspondentes às vibrações de estiramento do grupo O–H, uma refere-se à água livre e/ou fisicamente adsorvida, grupos hidroxilas, resultantes da reação de combustão e outra banda de vibração do grupo O-H próximo a 1630 cm^{-1} que de acordo com Freitas et. al., (2006), quando estudaram a síntese do $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ por reação de combustão, atribuí-se à hidratação da amostra antes e/ou durante a análise pela umidade atmosférica absorvido pelo KBr usado em sua compactação. Há também a contribuição do grupo -NH_2 para uma banda próxima a 3300 cm^{-1} , a qual está sobreposta pela banda de vibração de estiramento do grupo O-H (PHAN e JONES, 2006). Em torno de 1400 cm^{-1} uma banda de absorção foi observada, sendo atribuída à vibração da ligação N-O decorrente do nitrato presente no produto da reação de combustão.

Para as amostras C900 e C1200, observou-se o início da banda de absorção característica do espinélio, não sendo possível a identificação das duas principais bandas do espinélio inverso, isto por consequência da limitação do equipamento utilizado, como também a não utilização do KBr para a confecção das amostras para a análise.

No estudo desenvolvido por Pintu Sem e Amitabha, (2010) que analisaram o desempenho eletroquímico do nanocompósito de poli(3,4-etilenodioxidofene) com ferrita de níquel NiFe_2O_4 obtida pelo método sol-gel observaram a banda de absorção na faixa de 608 cm^{-1} atribuída ao Fe e Ni coordenados complexo tetraedricamente, pertencentes a ferrita de níquel, como também, as bandas de vibração dos grupos O-H e O-H-O indicando a presença das hidroxilas de água. Na faixa de 1384 e 1051 cm^{-1} os autores observaram vibrações características dos grupos NO^{3-} e C-O-C, respectivamente, como a presença do carbono referente às bandas nas faixas de 2925 e 2854 cm^{-1} , como também foram observadas nas amostras SC e C700.

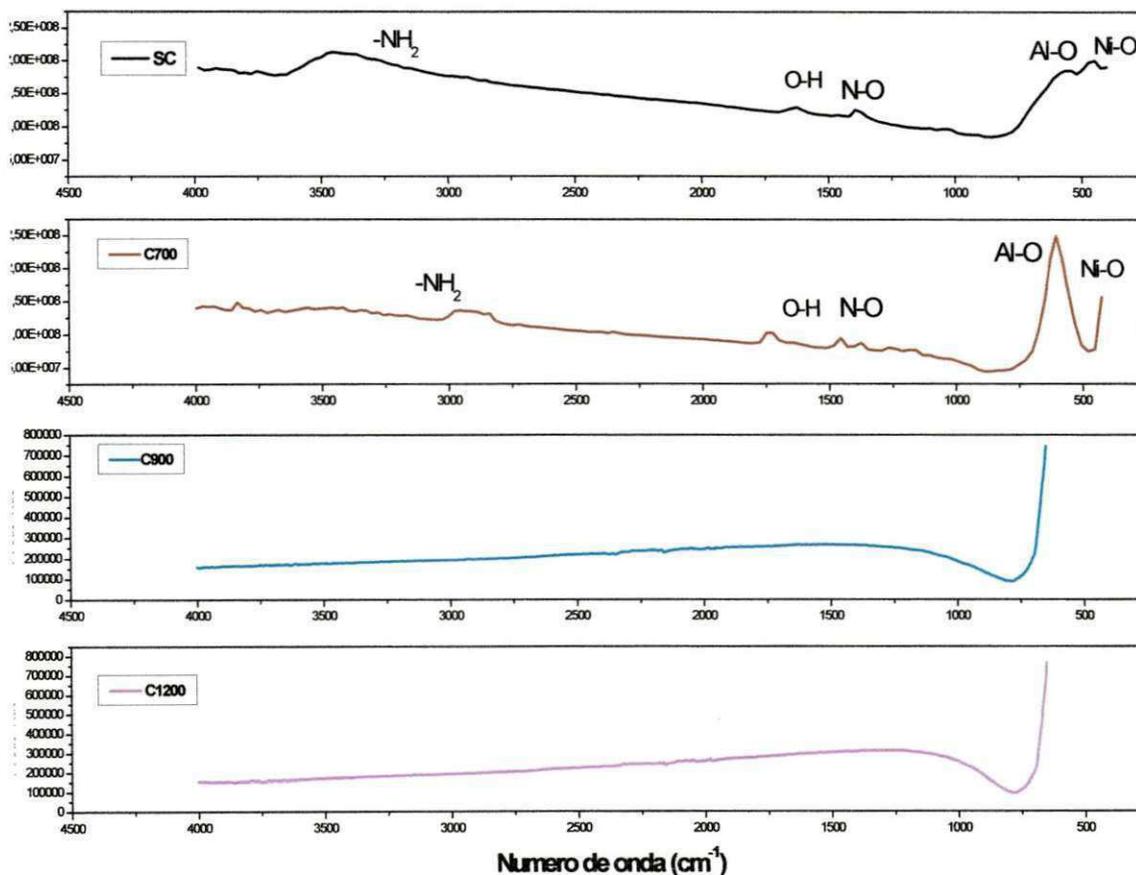


Figura 15 – Espectro na região do Infravermelho da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC) e calcinadas a 700°C (C700), 900°C (C900) e 1200°C (C12000).

4.1.3 Fluorescência de Raios X por energia dispersiva (EDX)

O conhecimento dos valores nominais em percentagem dos óxidos individuais que constitui a composição estequiométrica em mol do espinélio da ferrita de níquel NiFe_2O_4 se faz necessário para a avaliação dos dados obtidos por FR-X, os cálculos estão apresentados no Apêndice A.

A Tabela 6 apresenta os dados semi-quantitativos de fluorescência de raios-X das amostras de ferrita de níquel sintetizada (SC) e calcinadas (C700, C900, C1200).

Tabela 6 - Composição química das amostras de ferrita de níquel sintetizada (SC) e calcinadas (C700, C900, C1200).

	Composição (%mássica)		
	NiO	Fe ₂ O ₃	Impurezas
Valor teórico	31,8	68,2	0,00
SC	33,4	66,5	0,05
C700	32,6	67,3	0,07
C900	32,1	67,8	0,07
C1200	31,8	68,1	0,08

Diante dos resultados obtidos por meio da análise de FR-X para a amostra sintetizada (SC) e calcinada (C700, C900, C1200), observou-se que os valores foram próximos aos valores teóricos calculados para a ferrita de níquel (NiFe_2O_4). Para a amostra sintetizada (SC), observou-se um aumento em relação ao valor teórico de aproximadamente 5% na quantidade de NiO, porém para as amostras calcinadas (C700, C900 e C1200) houve uma redução atingindo um valor equivalente ao valor teórico.

No caso da hematita (Fe_2O_3) ocorreu uma diminuição de aproximadamente 2,5 % para a amostra sintetizada (SC) em relação ao valor teórico. Porém, para as amostras calcinadas (C700, C900 e C1200) a quantidade de hematita aumenta estabelecendo um valor próximo ao teórico.

Isto indica a eficiência da calcinação para que ocorra a completa cristalização da fase hematita. Provavelmente a amostra sintetizada (SC) apresenta material não cristalizado (amorfo).

O aumento da temperatura de calcinação favoreceu a cristalização da fase da ferrita completamente. Isto pode ser observado, pelo fato que na amostra sintetizada (sem calcinação) observaram-se quantidades diferentes do cálculo teórico, por consequência do material residual que não cristalizou, e que à medida que as amostras são calcinadas verifica-se um aumento na cristalização da fase da ferrita, atingindo a estequiometria na temperatura de 1200°C (C1200).

Assim, os resultados obtidos pelo FR-X estão de acordo com os valores esperados, e as diferenças entre os valores teóricos e os valores experimentais pode ser atribuída à presença da fase amorfa.

4.1.4 Análise por Adsorção de Nitrogênio (BET)

A partir dos valores de área superficial obtidos pelo BET é possível calcular o tamanho de partícula utilizando a equação proposta por Reed (REED, 1996). Para estes cálculos a partícula foi estimada como sendo esférica e a densidade teórica = 5,373 g/cm³ da ferrita de níquel adquirida da ficha JCPDF 86-2267 do pacote de dados do programa da Shimadzu. Na Tabela 7 constam os dados de área superficial, tamanho de partícula, tamanho de cristalito e a razão do tamanho de partícula/tamanho de cristalito (D_{BET}/D_{DRX}) da amostra sintetizada (SC) e calcinada (C700, C900 e C1200).

Tabela 7 – Área superficial, tamanho de partícula (D_{BET}), tamanho de cristalito (D_{DRX}) e razão do tamanho de partícula/tamanho de cristalito (D_{BET}/D_{DRX}) das amostras obtidos por reação de combustão.

Amostra	Área Superficial (m^2/g)	Tamanho de partícula (nm)	Tamanho de cristalito (nm)	D_{BET}/D_{DRX}
SC	83,65	13	n.d*	n.d*
C700	73,58	15	27	0,5
C900	53,84	20	61	0,3
C1200	54,25	20	80	0,2

n.d.* - não determinado

Observou-se que a amostra sintetizada (SC) apresentou o valor de tamanho de partícula 13 nm e área específica de 83,65 m^2/g . Quando comparada a amostra calcinada a 1200°C (C1200) que obteve 20 nm e 54,25 m^2/g , observou-se uma discrepância de 53% no tamanho de partícula e uma redução de 35% na área específica. Desta forma, comprova-se que o aumento na temperatura de calcinação propicia uma maior energia de ativação favorecendo o aumento no tamanho de partículas e /ou aglomerados, e uma diminuição na área específica devido à redução da área de contato entre as partículas.

De acordo com os resultados verifica-se que o valor de área superficial obtido pela amostra (C700) é semelhante ao valor de área superficial específica (BET) de 73,15 m^2/g (tamanho de partícula (D_{BET}) calculado de 15 nm), reportado por Ramalho, (2007), quando sintetizou a ferrita de níquel por reação de combustão usando becker do tipo Pirex e uréia como combustível, devido ao fato de que durante a síntese a temperatura atingiu valores elevados, próximos de 700°C.

4.1.5 Termogravimetria (TG)

As Figuras 16, 17, 18 e 19 apresentam os termogramas das amostras SC, C700, C900, C1200, respectivamente. Os picos endotérmicos são associados às reações de fusão, como também às reações de decomposição

ou dissociação, enquanto os picos exotérmicos referem-se às mudanças de fase cristalina.

De acordo com a Figura 16 observa-se que para amostra SC a ocorrência da perda de massa em três eventos. O primeiro evento na temperatura em torno de 57°C, com uma correspondente perda de massa de 2%, determinada pela curva DTG, referindo-se a um evento endotérmico atribuído à saída de moléculas de água, obtida durante a reação de combustão. O segundo evento na temperatura em torno de 450°C corresponde à possível eliminação dos resíduos de nitratos e carbonatos com perda de massa de 4%. Na temperatura em torno de 1000°C, observou-se um terceiro evento com perda de massa de 8% que possivelmente é atribuído a eliminação de material residual não-cristalizado presente na amostra sem calcinação (SC).

Estes mesmos eventos ocorridos na temperatura inferior a 750°C também foram observados por Moura, (2008) quando obteve as ferritas de Ni-Zn, pelo método dos citratos precursores, calcinadas a 350°C/3,5 h. O primeiro evento por volta de 28-300°C atribuída a saída de moléculas de água e o segundo, entre 300-600°C, a eliminação de orgânicos voláteis (nitratos e carbonatos).

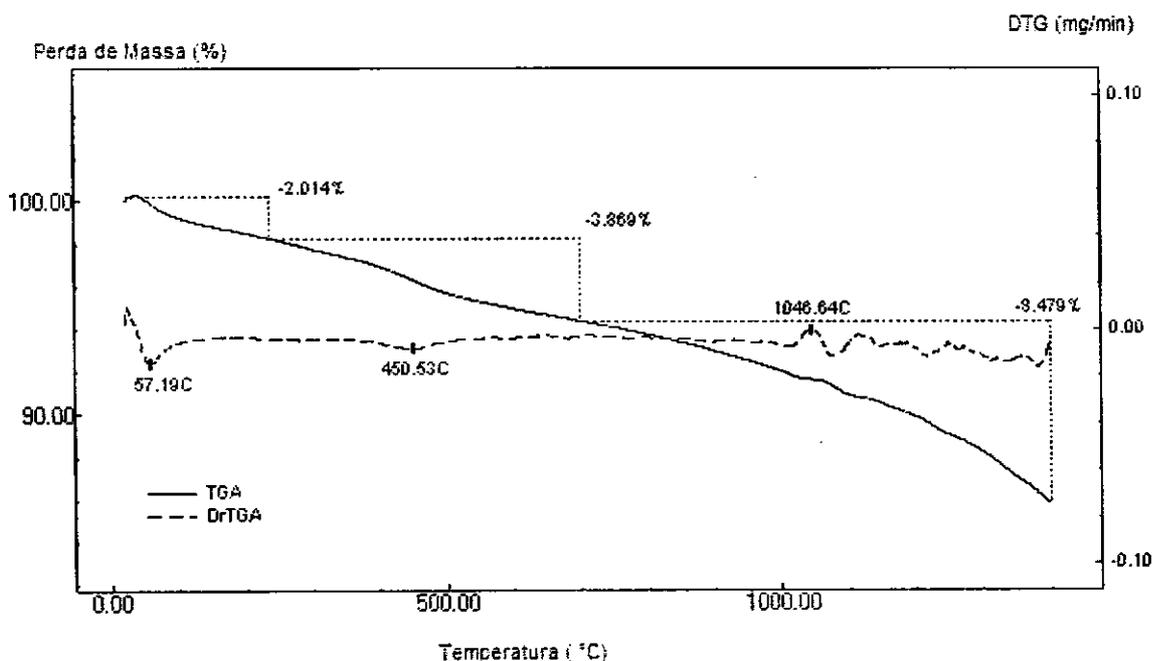


Figura 16 - Curva TG/DTG da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC).

Para a amostra C700 (Figura 17), observou-se a ocorrência de dois eventos: o primeiro, na temperatura de 28°C, atribuído às variações por parte do equipamento, supostamente devido a não estabilização da balança ou de alterações da massa por parte do cadinho; o segundo, com temperatura em torno de 700°C, que está relacionada à decomposição dos resíduos de nitratos e carbonatos. Outros componentes como NO, NO₂, CO₂, CO e o H₂ podem acompanhar a volatilização, pela perda de massa de 10%, como também foi observado por Moura, (2008).

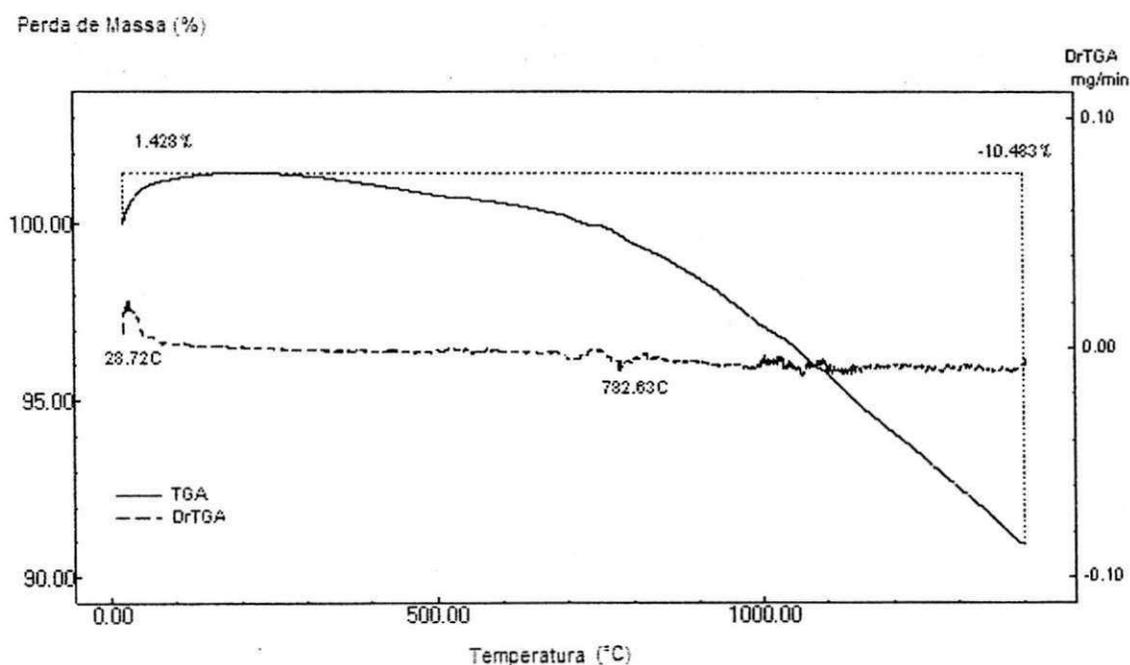


Figura 17 – Curva TG/DTG da ferrita de níquel (NiFe₂O₄) calcinada a 700°C (C700).

A presença de dois eventos foi verificada na curva TG/DTG para a amostra C900 (Figura 18). Para o primeiro evento, na temperatura de 28°C, ocorreu um ganho de massa que pode ser atribuído às variações por parte do equipamento. O segundo, na temperatura de 1320°C, não foi possível ser identificado. Estas mesmas observações foram verificadas para a amostra C1200 (Figura 19), por meio da curva TG/DTG, com uma pequena alteração das temperaturas.

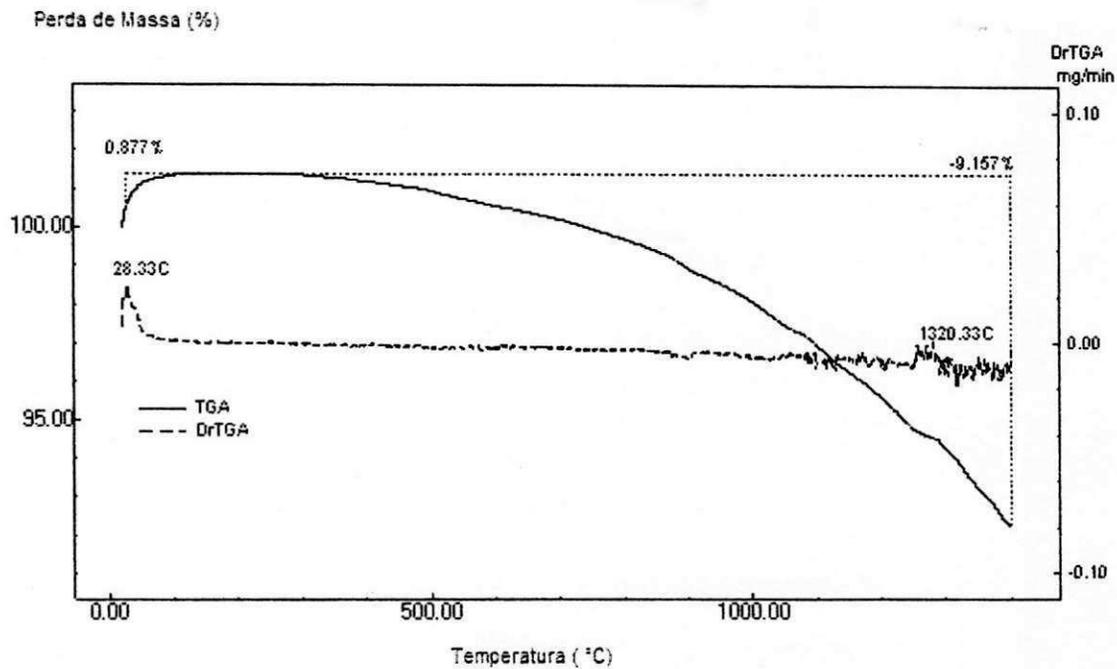


Figura 18- Curva TG/DTG da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 900°C (C900).

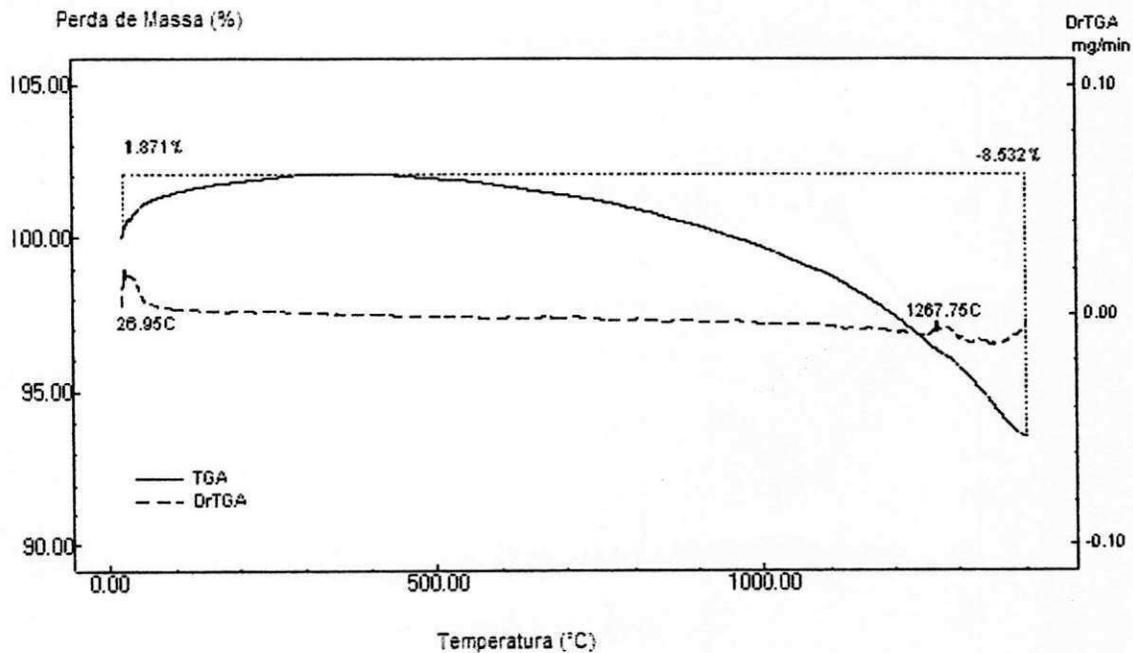


Figura 19 – Curva TG/DTG da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (C1200).

4.1.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As Figuras 20, 21, 22 e 23 exibem a morfologia, obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV), das amostras de ferrita de níquel (NiFe_2O_4), nomeadas de SC, C700, C900 e C1200, respectivamente.

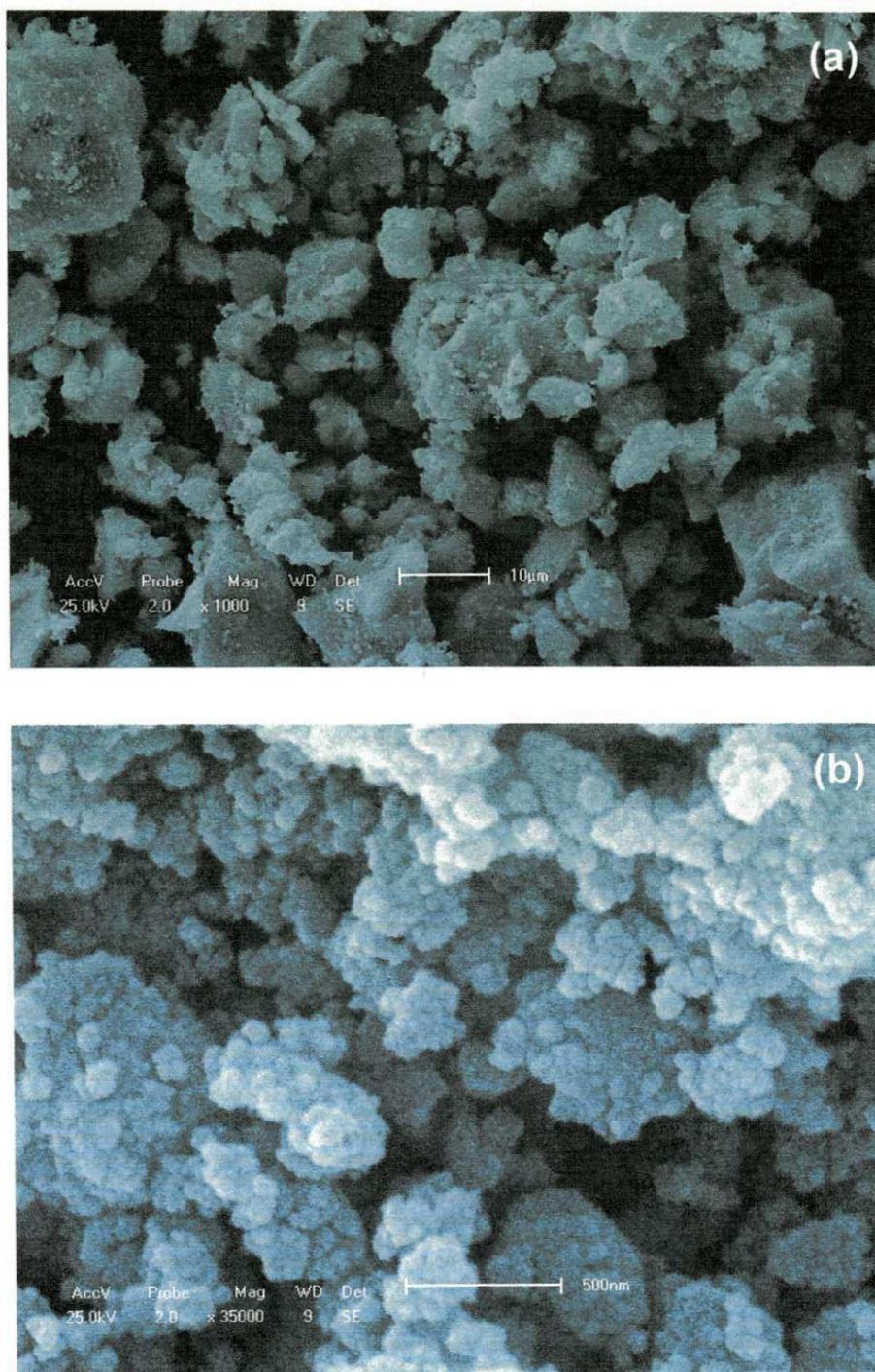
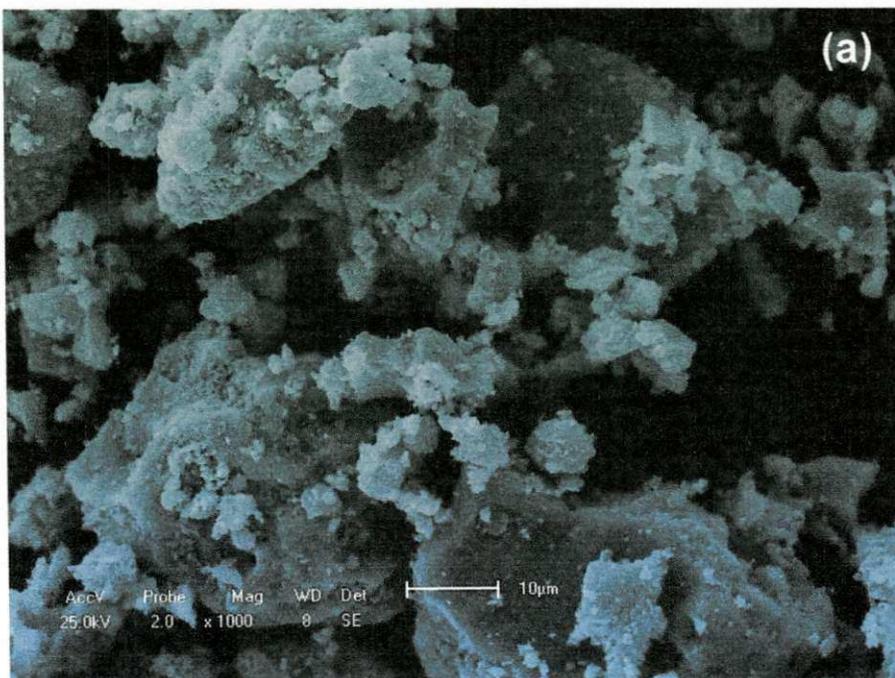


Figura 20 - Micrografia da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC) (a) 1000 vezes e (b) 35000 vezes de aumento.

Mediante a Figura 20 (a), pode-se observar a formação de aglomerados de formato irregular com larga distribuição no tamanho. O formato dos aglomerados tende ao esférico e seu tamanho apresenta valores que variam de 0,64 a 1,64 μm , com tamanho médio na faixa de 1,08 μm , com cálculo feito a partir da contagem de 10 aglomerados aleatórios, observadas mediante as micrografias de MEV. Na Figura 20 (b), observa-se que os aglomerados são formados por partículas finas, as quais são interligadas por forças fracas, sem porosidade interpartícula, de fácil desaglomeração.



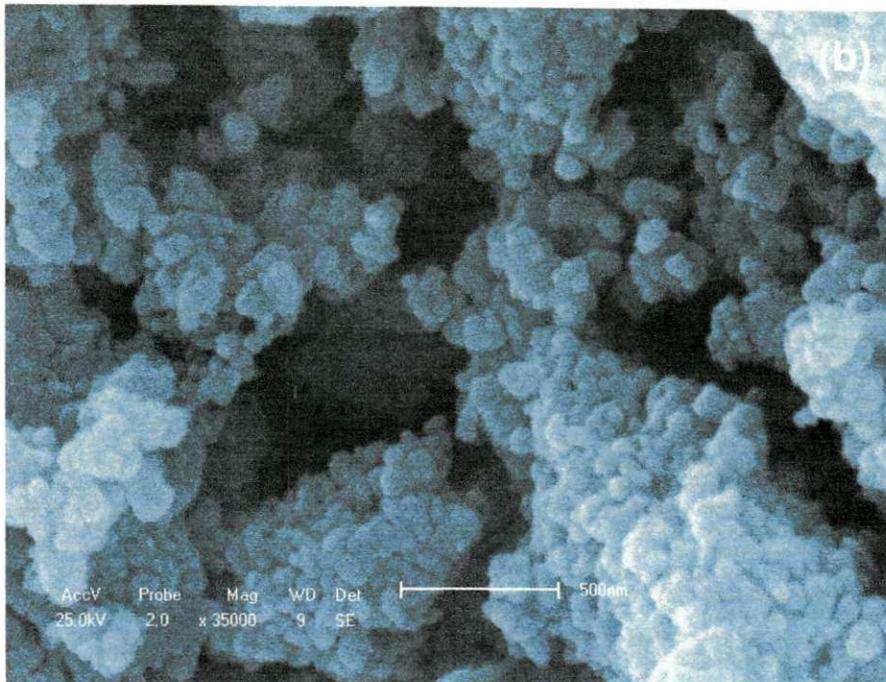


Figura 21 - Micrografia da carga de ferrita de níquel de ferrita de níquel (NiFe₂O₄) calcinada a 700°C (C700), com aumentos de (a) 1000 e (b) 35000 vezes.

Para a amostra C700, Figura 21(a) e (b), as características dos aglomerados são as mesmas da amostra sintetizada (SC), apresentam uma larga distribuição do tamanho e possuem formato irregular. O cálculo do tamanho dos aglomerados feito a partir da contagem de 10 aglomerados nas micrografias de MEV escolhidas aleatoriamente. Os resultados mostraram uma variação do tamanho dos aglomerados entre, 0,71 a 2,64 μm , com tamanho médio de 1,17 μm . Observa-se ainda que as partículas apresentem características nanométricas, pois são menores que 100 nm e possuem formato esférico.

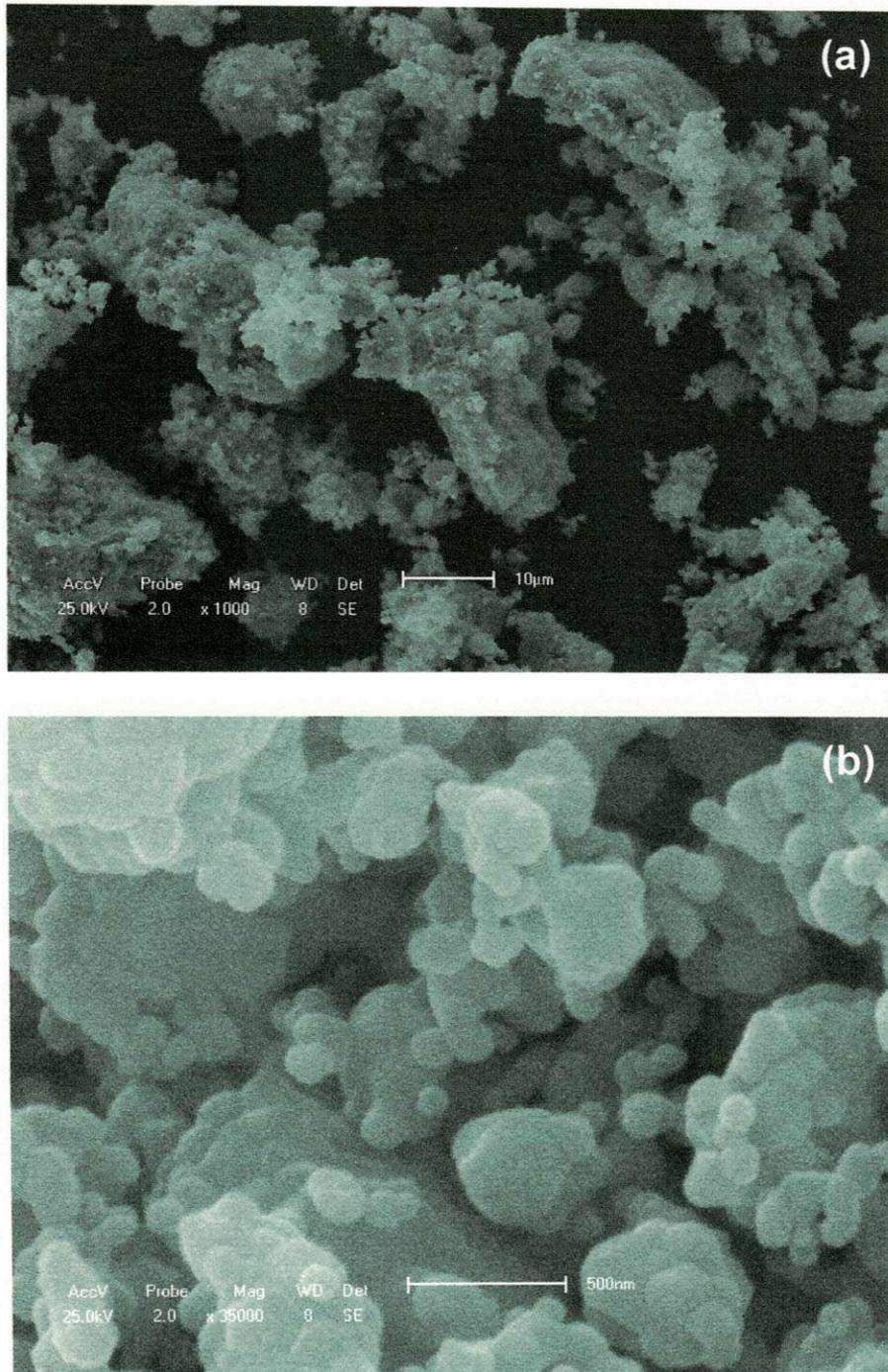


Figura 22 - Micrografia da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 900°C (C900), com aumentos de (a) 1000 e (b) 35000 vezes.

A Figura 22 (a) ilustra a formação de aglomerados grandes e de maior uniformidade, resultando em uma distribuição mais estreita e regular, quando comparado com as amostras SC e C700. O tamanho dos aglomerados calculado pela escolha aleatória de 10 aglomerados mostra valores entre 1,14

a 2,21 μm , com tamanho médio de 1,65 μm . Comprovando que o aumento da temperatura de calcinação causou um aumento no tamanho das partículas. Mediante a Figura 22 (b) verifica-se que as partículas se encontram com início de pré-sinterização, mediante o início da ligação das partículas.

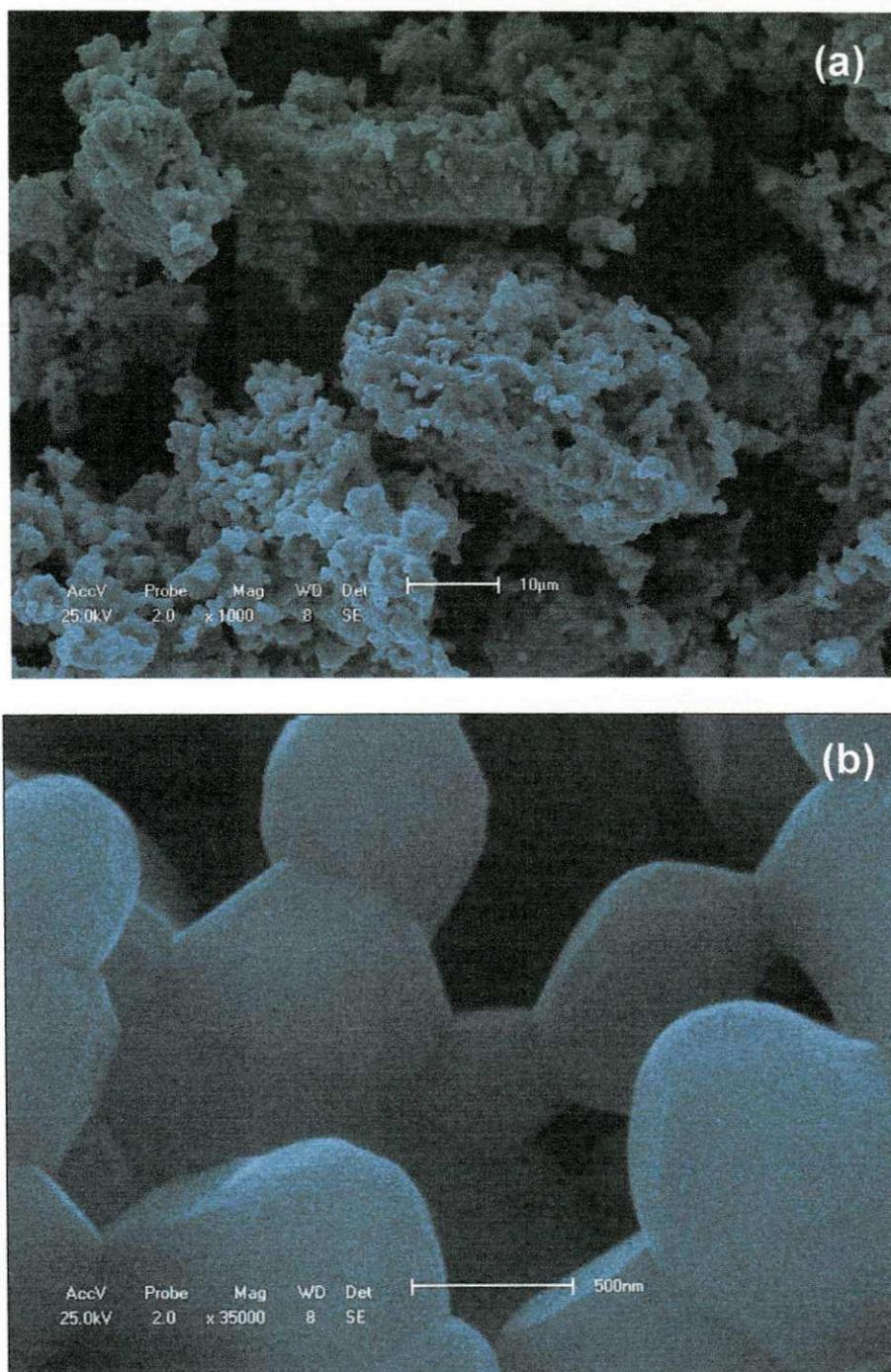


Figura 23 - Micrografia da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (C1200), com aumentos de (a) 1000 e (b) 35000 vezes.

Por meio da Figura 23 (a) e (b) verificam-se que as partículas estão sinterizadas, ou seja, existem ligações entre as partículas chamadas de “pescoços” que indica um crescimento no tamanho das mesmas, onde as partículas menores se unem para formar partículas maiores devido à alta temperatura de calcinação (1200°C), a qual a amostra foi submetida, promovendo o crescimento de partículas. As partículas apresentam formato hexagonal, com tamanho de partícula variando de 1 a $3,7\ \mu\text{m}$, com tamanho médio de $2\ \mu\text{m}$.

4.1.7 Caracterizações Magnéticas

A Figura 24 ilustra a dependência da magnetização de saturação (M_s) em função do campo magnético aplicado (H) para as amostras da ferrita de níquel (NiFe_2O_4) obtidas por reação de combustão SC, C700, C900 e C1200, respectivamente.

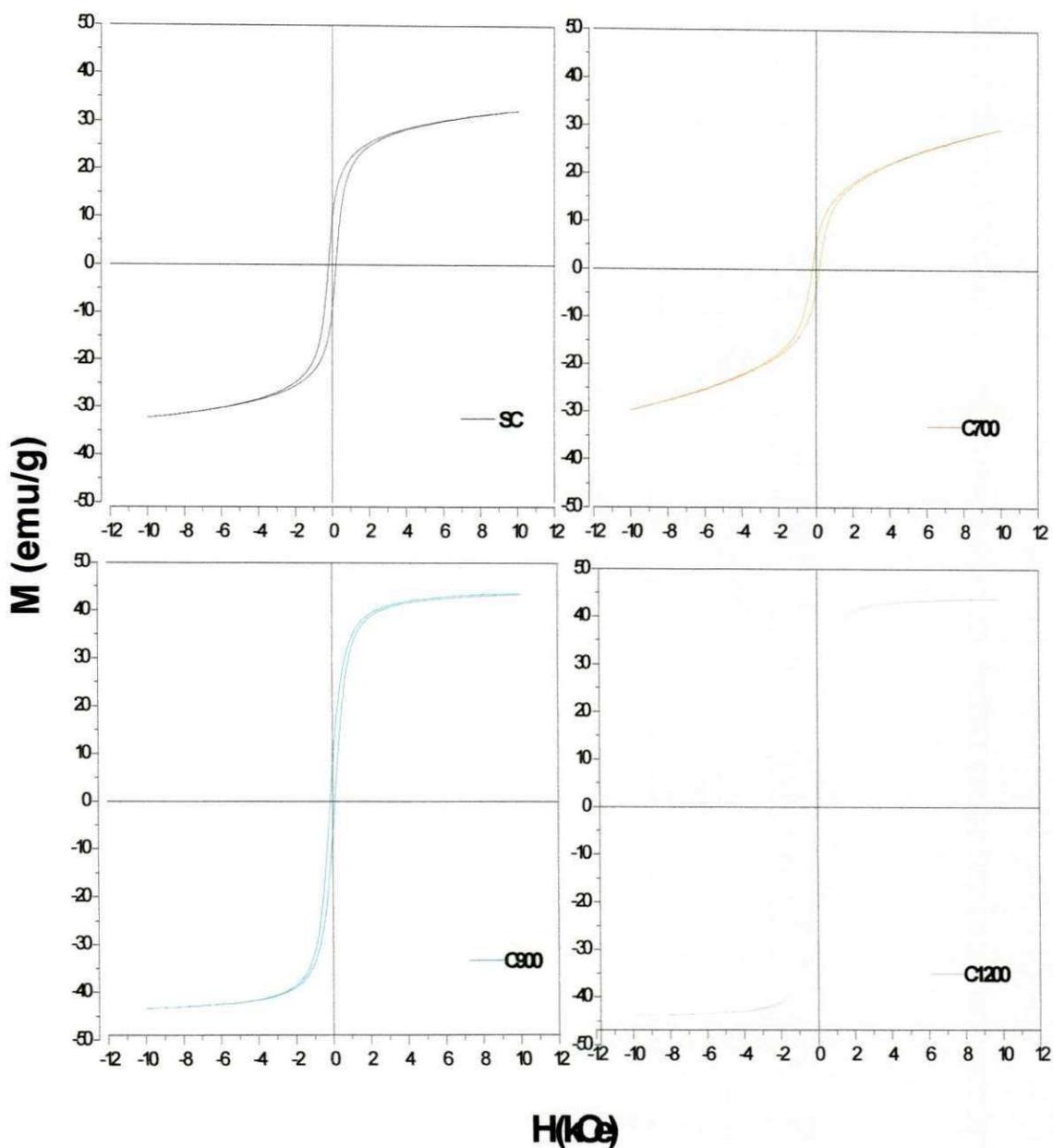


Figura 24 - Curvas de histerese $M \times H$ da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC) e calcinada a 700°C (C700), 900°C (C900) e 1200°C (C1200).

Mediante as curvas de histerese se pode visualizar que as amostras SC, C700, C900 e C1200, apresentaram ciclo $\sigma \times H$ estreito para todas as amostras, indicando a formação de um material magnético com comportamento mole (fácil magnetização e desmagnetização), o que possibilita a utilização deste material em aplicações que exijam alta frequência como

transformadores, motores, geradores, equipamentos de comunicação de alta sensibilidade, catálise e para outras aplicações.

A amostra SC apresentou um ciclo de histerese estreito, pois o pó é composto de partículas pequenas, como visualizadas pelas fotomicrografias de MEV. Logo, uma maior área superficial e assim, um maior número de contato entre as partículas exigindo um maior valor de campo coercivo (H_c) (de acordo com a tabela 8), para proporcionar a rotação e alinhamento dos spins. A amostra C700 apresentou um ciclo de histerese estreito, mas com valor de campo coercivo (H_c) inferior, tornando-se contraditório, pois suas partículas são maiores e uniformes em relação a amostra SC, esta contradição é resultante da confecção do corpo de prova, que durante a compactação sofreu alteração na morfologia do pó. Para as amostras calcinadas a 900 e 1200° C (C900 e C1200), verifica-se que o ciclo de histerese fica bem mais estreito, devido às amostras serem compostas de partículas grandes, com menor área superficial e ausência de porosidade interpartícula, logo, é necessário um menor valor de campo coercivo para o alinhamento dos spins e assim a magnetização da amostra.

Os parâmetros magnéticos (magnetização de saturação, magnetização remanescente, campo coercivo e perdas por histerese) obtidos a partir da curva de histerese, e estão disponibilizados na Tabela 8, para as amostras SC, C700, C900 e C1200, respectivamente.

Tabela 8 - Parâmetros de histerese da carga de ferrita de níquel SC, C700, C900 e C1200.

Amostra	Ms (emu/g)	Mr (emu/g)	Hc (kOe)	Mr/Ms	Wb (emu/g x kOe)
SC	32	10	0,21	0,31	25,9
C700	29	5	0,19	0,17	16,5
C900	43	8	0,13	0,18	23,9
C1200	44	6	0,07	0,13	19,8

De acordo com os dados apresentados na Tabela 8, pode-se observar que a magnetização de saturação foi de 32 (meu/g) para a amostra SC, adquirindo um acréscimo de 37,5% em relação ao valor da amostra C1200, o que indica que houve um aumento no valor da magnetização devido ao aumento no tamanho das partículas pela calcinação. O maior valor da magnetização remanescente foi da amostra SC, sabe-se que existe uma dependência deste valor (M_r) com o tamanho de partícula e das interações da amostra, este acréscimo é justificado, pois esta amostra apresenta o menor tamanho de partícula e uma maior área de contato. Os valores para o campo coercivo (H_c) estão de acordo com as características morfológicas das amostras, para menor tamanho de partícula é necessário um maior valor de campo para a magnetização e, para um maior tamanho, um menor valor de campo.

Comparando os valores obtidos na área de perda por histerese com as curvas obtidas para cada amostra, a compatibilidade é visualizada, o menor valor de área é correspondente a curva da amostra C700 e o maior valor de área com a amostra SC.

Quando Paiva, (2008) obteve as curvas de histerese $\sigma - H$ referentes aos pós de ferrita Mn-Zn dos sistemas S005, S01 e S02 obtidos por reação de combustão, utilizando a relação RT:H₂O de 1:25, para todos os sistemas, o ciclo $\sigma \times H$ apresentou-se estreito, indicando a formação de um material magnético com comportamento bastante mole, com valores de magnetização de saturação de 58,8; 59 e 61,9, respectivamente. Levando em consideração que as propriedades magnéticas das ferritas Mn-Zn são afetadas não apenas pela composição química intrínseca de cada sistema, aditivos, condições de tratamento térmico e recozimento, mas também pelas matérias-primas (precursores) e nível de pureza das mesmas utilizadas na preparação destes materiais (LIN et al, 1986; LIU et al, 1994; JAIN et al, 1980)e, desta forma, obtendo valores elevados, em relação aos obtidos pela amostra C1200.

4.2 II Etapa: Análise dos resultados para os compósitos poliamida6/ carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4)

4.2.1 Difração de raios- X

A Figura 25 corresponde ao difratograma de raios X para a poliamida6 pura reportado por Bezerra, (2009) quando utilizou o misturador interno acoplado a um reômetro de torque system 90 da Haake Büchler na temperatura de $240^\circ\text{C}/10$ minutos com 60 rpm e obteve compósitos nas concentrações em massa 10, 30, 50 e 60% de ferrita de níquel.

Os compósitos preparados a partir das amostras SC, C700, C900 e C1200, em percentagem mássica de 50% obtidos no misturador interno acoplado a um reômetro de torque system 90 da Haake Büchler na temperatura de $240^\circ\text{C}/10$ minutos com 60 rpm, mesmas condições utilizadas por Bezerra, (2009) resultando nas amostras dos compósitos designadas por PF, PF700, PF900 e PF1200, respectivamente.

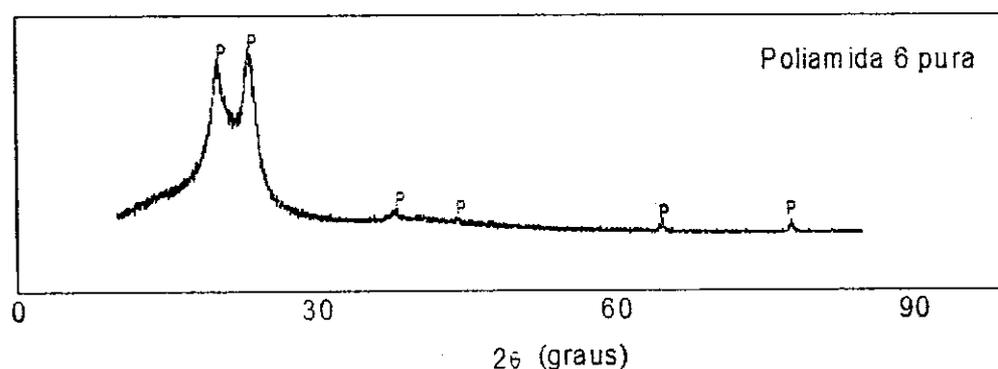


Figura 25 – Difratograma de raio- X da poliamida pura
Fonte: BEZERRA, (2009).

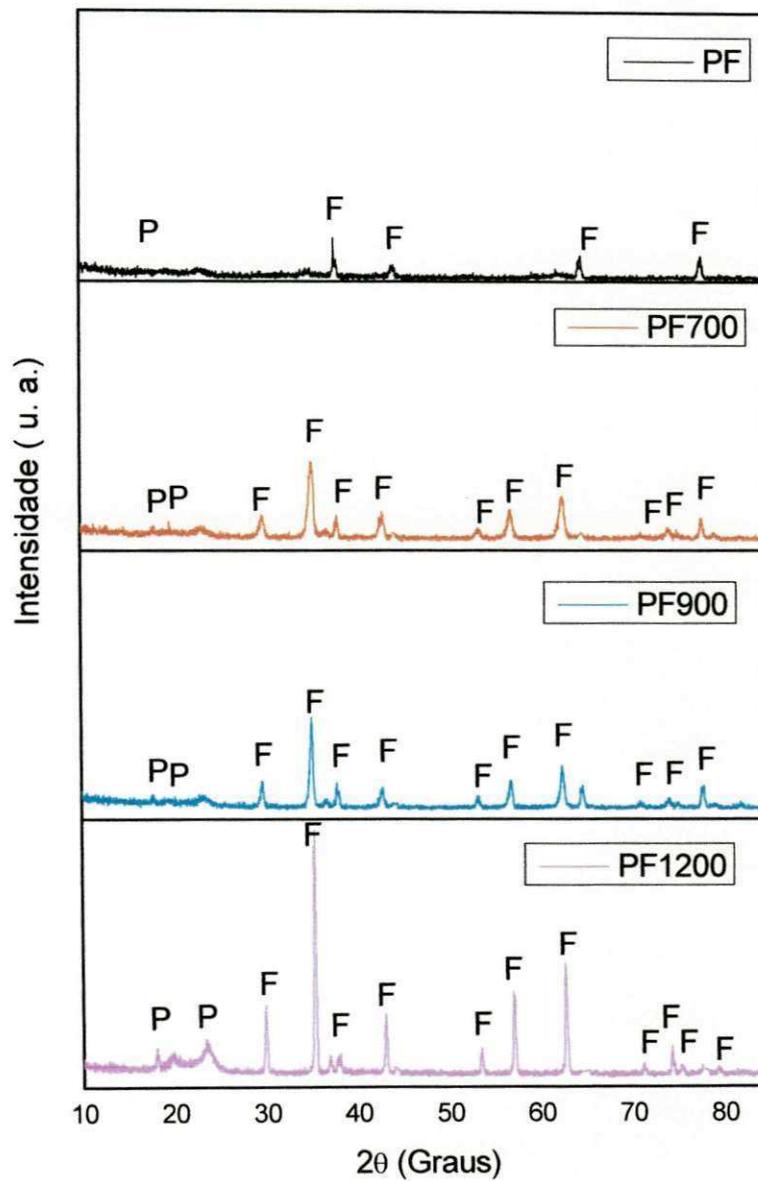


Figura 26- Difratoigramas de raios-X dos compósitos de poliamida 6/ferrita de níquel (NiFe_2O_4) com 50% em massa com a variação na temperatura de calcinação para a carga de ferrita, designadas amostras PF, PF700, PF900 e PF1200.

A amostra do compósito poliamida 6 / ferrita de níquel sintetizada (PF), preparada com a carga de ferrita sintetizada (SC), mostra a presença discreta de apenas um pico mais intenso que correspondem às linhas de difração da poliamida pura, de acordo com a ficha JCPDF 47-2016 e os demais picos observados são característicos da ferrita de níquel a partir da ficha JCPDF 86-2267. Como a amostra PF representa a carga de ferrita de níquel sintetizada (SC) que apresenta material residual que não cristalizou (amorfo) comprovado pela pouca intensidade dos picos da ferrita. Este resultado foi semelhante aos reportados por Bezerra, (2009) quando obteve o difratograma da poliamida pura (Figura 25).

Observou-se que a amostra poliamida 6/ferrita calcinada a 1200°C (PF1200) apresenta os picos mais intensos da carga de ferrita de níquel, em relação às demais, isto é explicado pelo fato desta ser a amostra mais cristalina, comprovando que a adição do polímero a carga não altera as características da mesma. Porém, a adição da carga no polímero altera a cristalinidade do polímero, de acordo com o difratograma da Figura 25, da poliamida pura, ocorre uma diminuição acentuada dos picos principais característicos da poliamida 6 com o surgimento discreto de apenas 2 picos.

As amostras PF900 e PF700 apresentam as mesmas características da amostra PF1200 diferenciando apenas pela diminuição da intensidade dos picos da ferrita de níquel, de acordo com a diminuição da cristalinidade da carga.

4.2.2 Termogravimetria (TG)

A Figura 27 ilustra a curva TG para a poliamida pura na forma de filme polimérico, obtido por Silva, (2010). Ele obteve a curva, nas mesmas condições dos compósitos preparados neste estudo, no misturador interno acoplado a um reômetro de torque system 90 da Haake Büchler na temperatura de 240°C/10 minutos com 60 rpm. Nas Figuras 28, 29, 30 e 31 estão as curvas TG/DTG para os compósitos de poliamida6/carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sem e após calcinação.

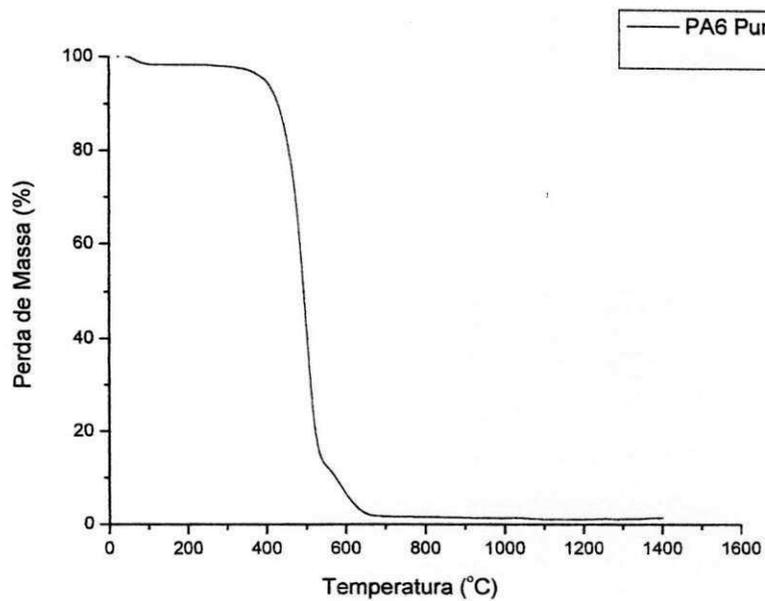


Figura 27- Curva TG da poliamida 6 pura.

Fonte: SILVA, (2010)

Observou-se que na curva TG da poliamida pura obtida por Silva, (2010), a presença de uma perda mássica, na faixa de temperatura entre 400°C e 660°C, referente à decomposição da poliamida 6.

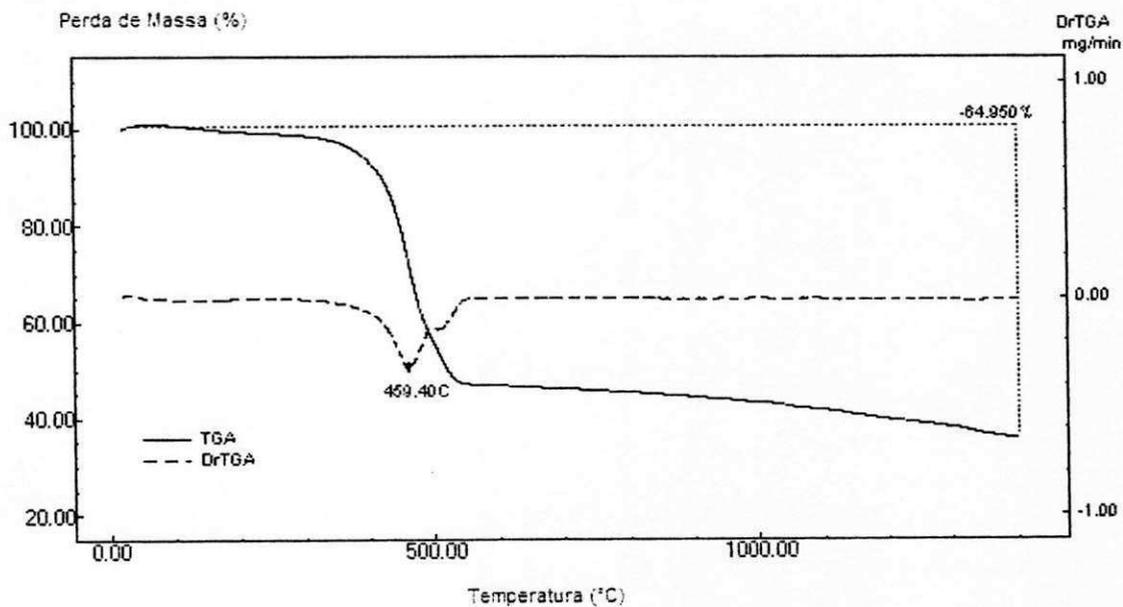


Figura 28 – Curva TG/DTG do compósito de poliamida6 / ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (PF).

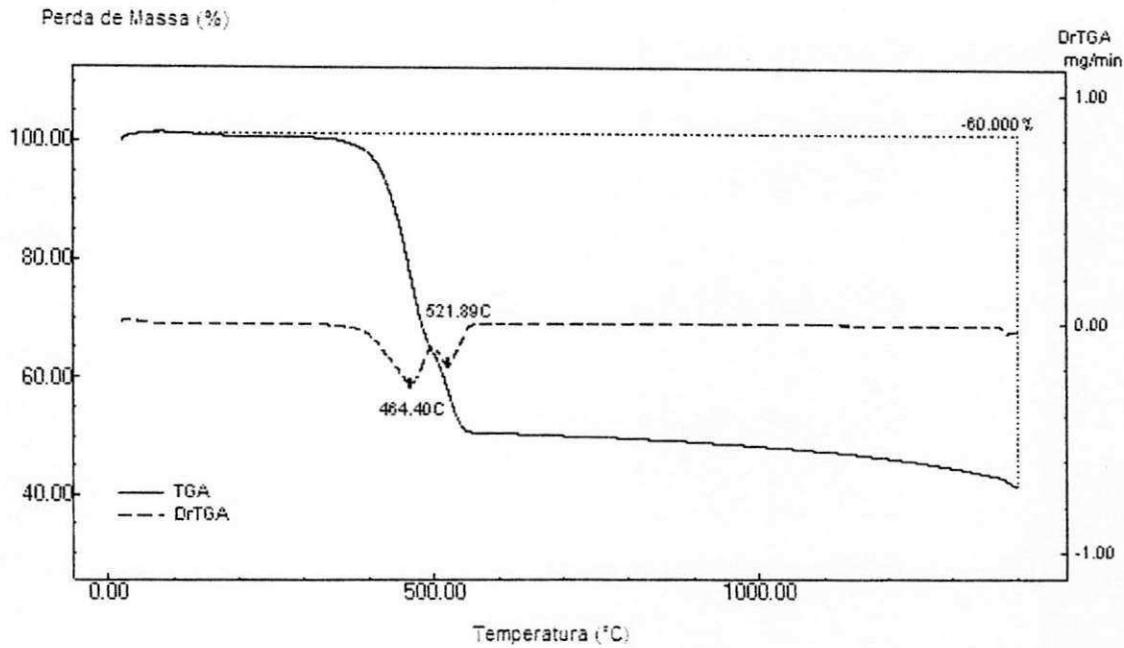


Figura 29 – Curva TG/DTG do compósito de poliamida6 / ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 700°C (PF700).

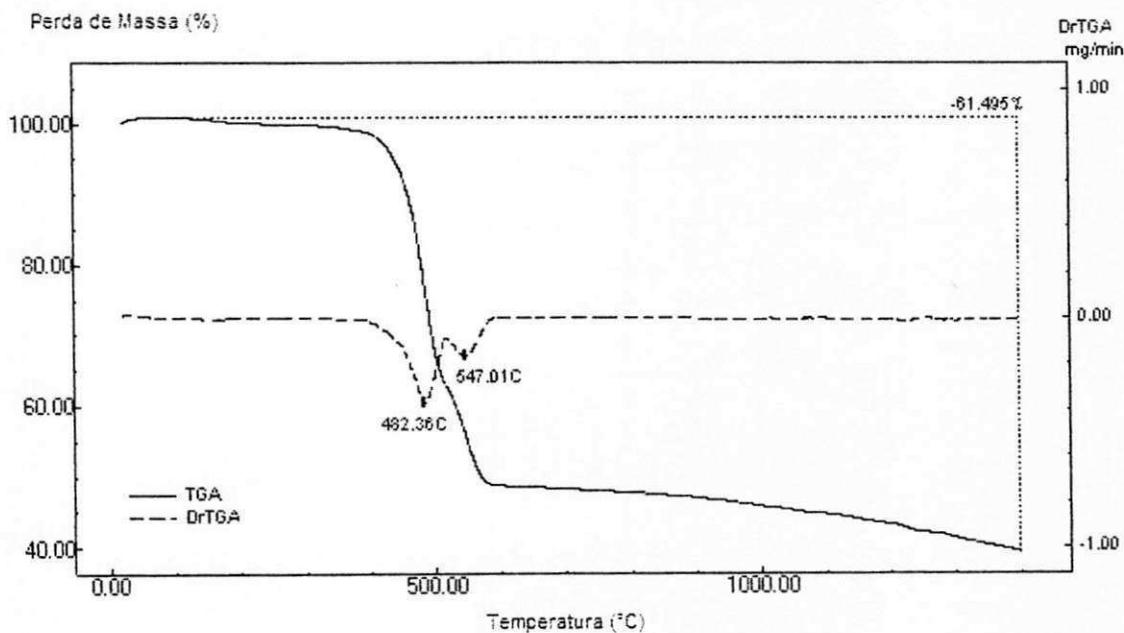


Figura 30 – Curva TG/DTG do compósito de poliamida6 / ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 900°C (PF900).

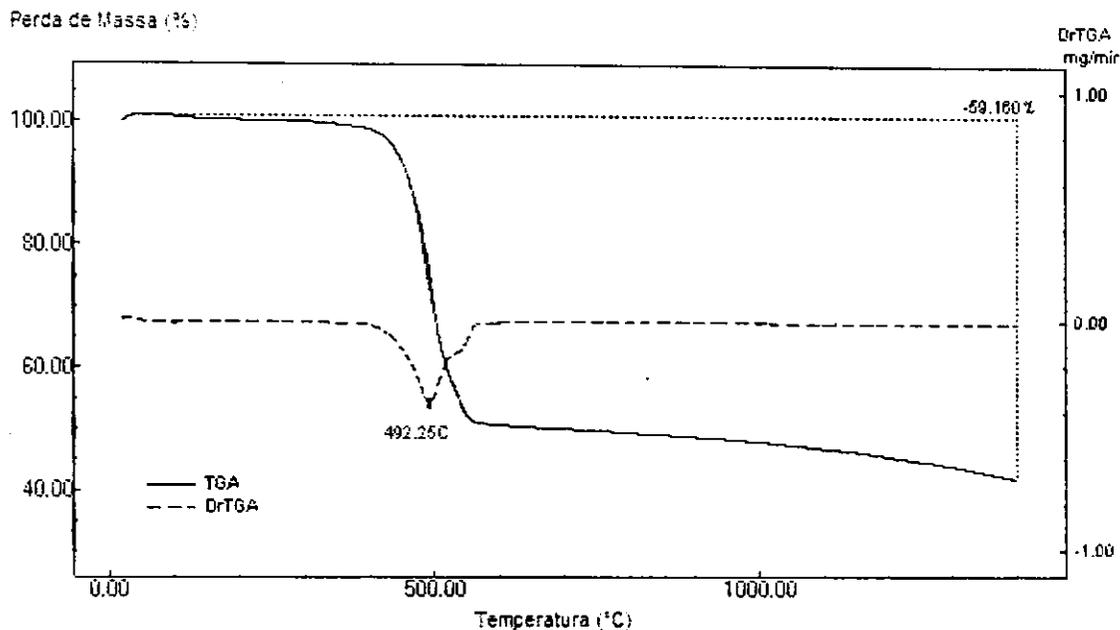


Figura 31 – Curva TG/DTG do composto de poliamida6 / ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (PF1200).

Ao se comparar a curva TG da poliamida 6 pura (Figura 27) e a curva TG/DTG dos compostos de poliamida 6/ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (PF) e calcinada (PF700, PF900 e PF1200), observou-se um comportamento térmico diferenciado, visto que, para a poliamida pura ocorreu uma perda de massa na faixa de temperatura entre 400 a 660°C , no caso da amostra PF a perda de massa endotérmica de 64% , ocorre na faixa de temperatura, entre 300 a 550°C com o máximo em 459°C . Para a amostra PF700 houve uma perda de massa endotérmica de 60% , na faixa de temperatura entre 300 a 550°C com a presença de dois máximos, 464 e 521°C identificados através da curva DTG, o primeiro máximo é referente à decomposição da poliamida e o segundo é referente à decomposição da carga de ferrita.

A perda de massa endotérmica de 61% obtida pela amostra C900 na faixa de temperatura entre 300 a 600°C com picos em 482°C referente à poliamida presente no composto e 547°C referente à carga de ferrita de níquel. A amostra PF1200 também apresentou uma perda mássica endotérmica, de 59% , na faixa de temperatura entre 300 e 600°C com máximo em 492°C referente a poliamida, a ausência do segundo máximo pode ser atribuída ao

fato da carga de ferrita de níquel utilizada para a confecção do compósito (C1200) apresentar uma alta cristalinidade, o que não afetaria a estabilidade térmica da poliamida.

Portanto, esta mudança no aumento da estabilidade térmica da poliamida 6 é promovida pela adição da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4). Além disso, observou-se também que a estabilidade térmica do compósito é melhorada, quando comparada à poliamida 6 pura, à medida que a temperatura de calcinação da carga de ferrita é aumentada.

4.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As Figuras 32, 33, 34 e 35, ilustram as fotomicrografias obtidas por MEV da superfície dos compósitos de poliamida6 / carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (PF) e calcinadas (PF700, PF900 e PF1200). As amostras diferem pelo fato de terem sido processadas por dois equipamentos diferentes de mistura: Reômetro de torque e homogeneizador. Os corpos de prova foram obtidos nas mesmas condições de processamento para os dois tipos de misturadores, para avaliação de qual o melhor método de mistura.

Para a amostra de compósito poliamida6/ferrita de níquel sintetizada (PF) obtida no reômetro de torque, Figura 32 (a) e (b), observou-se uma superfície lisa sem a presença de defeitos (buracos) e que aparentemente houve uma boa dispersão da carga de ferrita de níquel na matriz, com a presença de aglomerados pequenos e bem distribuídos. Para o aumento utilizado de 1000x, considerado um aumento pequeno, os aglomerados estão envolvidos pela matriz, sem a presença de poros. A Figura 32 (c) e (d) dos compósitos obtidos com o uso do homogeneizador a superfície apresentou-se lisa e densa com a presença de pequenos defeitos (buracos), com alguns aglomerados não tão visíveis, sem uma distribuição homogênea na matriz. No aumento de 1000x, a presença de defeitos internos na matriz (manchas escuras).

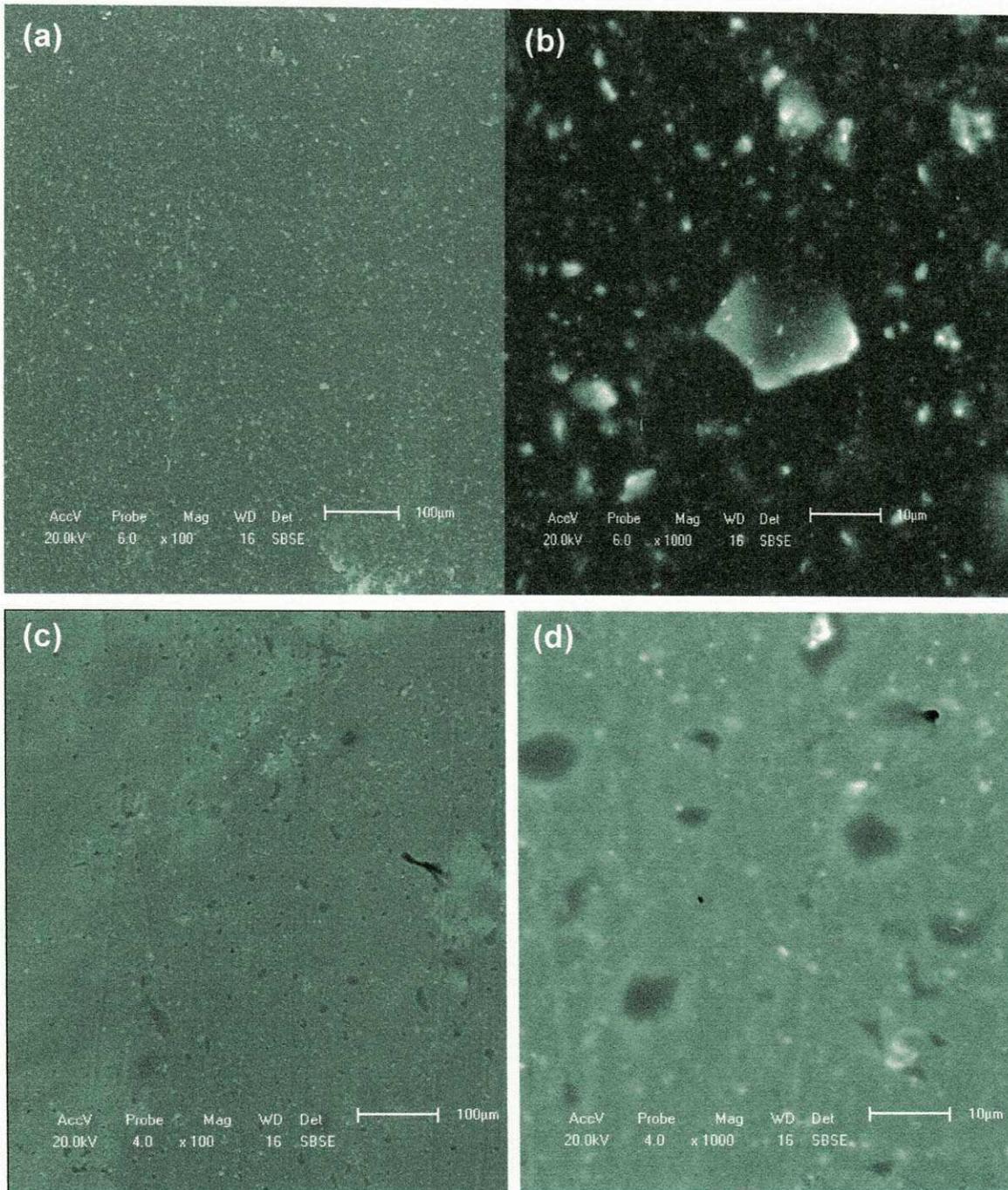


Figura 32 – Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície dos compósitos poliamida6 / carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (PF) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000 / misturadas no homogeneizador.

Os compósitos de poliamida6/ ferrita de níquel calcinada a 700°C (PF700) foram obtidos pelo reometro de torque, Figura 33 (a) e (b). Eles apresentam, uma superfície é lisa e densa, porém com uma grande quantidade de defeitos que impossibilitam a visibilidade dos aglomerados da carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4), que só são percebidos no aumento de 1000x, onde observou-se a presença de aglomerados de tamanhos diferentes, mas bem distribuídos e envolvidos pela matriz. Nos compósitos obtidos pelo homogeneizador, Figura 33 (c) e (d), a superfície é bastante rugosa com defeitos (buracos), os aglomerados estão bem distribuídos na matriz e com certa uniformidade no tamanho.

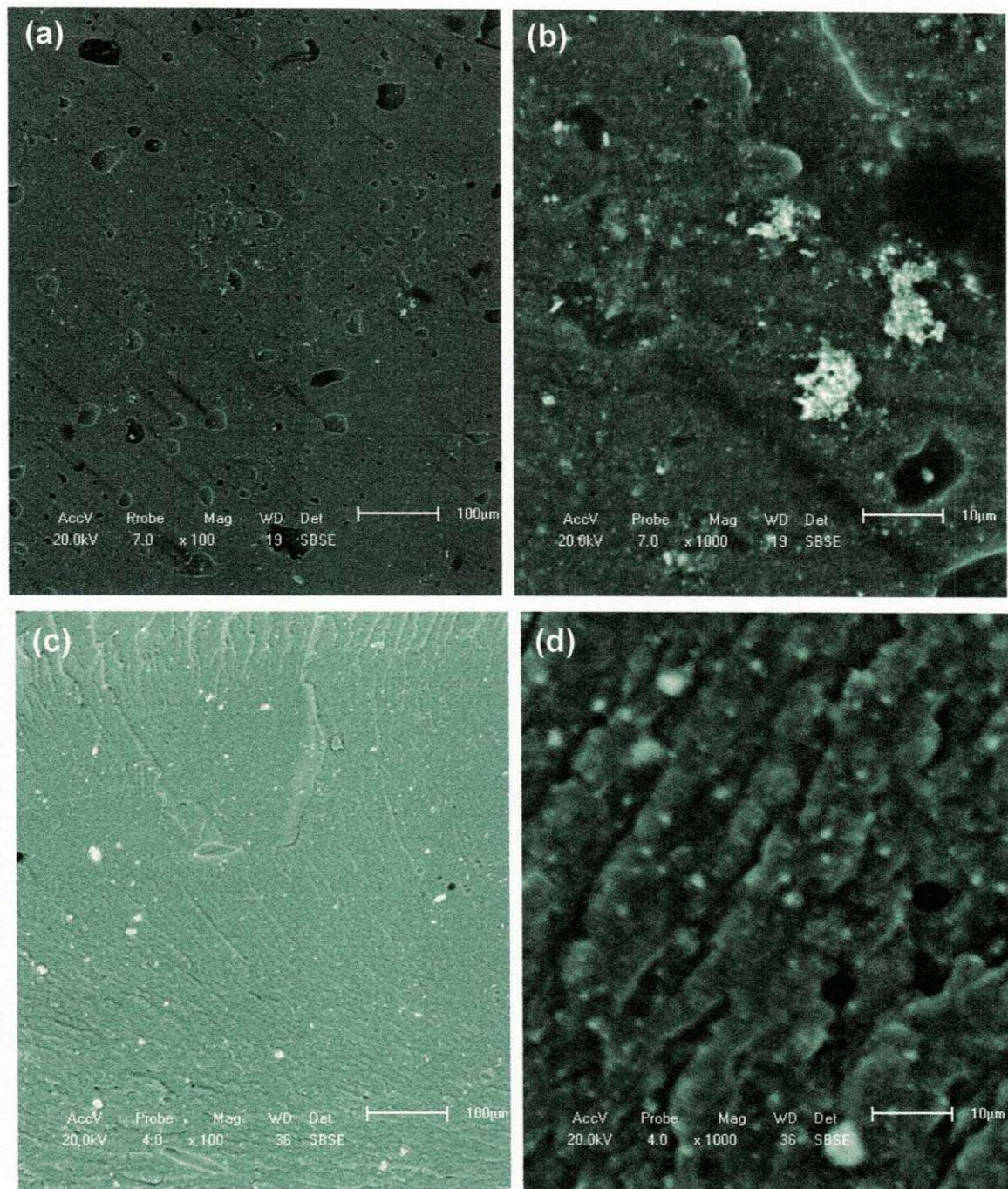


Figura 33 – Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície dos compósitos poliamida6 / carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 700°C (PF700) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000 / misturadas no homogeneizador.

A Figura 34 (a) e (b) apresenta as fotomicrografias dos compósitos de poliamida6/ ferrita de níquel calcinada a 900°C (PF900) obtidos pelo reômetro de torque, a superfície é lisa e densa indicando uma mistura homogênea entre matriz e carga, com a presença de defeitos (riscos) provenientes das placas de alumínio utilizadas na confecção dos corpos de prova. Os aglomerados no aumento de 1000x apresentam um envolvimento por parte da matriz e um leve aumento no seu tamanho, possivelmente devido ao aumento no tamanho de partícula da carga. Nos compósitos obtidos pelo homogeneizador, Figura 34 (c) e (d), a superfície é lisa, densa e com pequenos defeitos (vazios) provenientes do processamento. Já os aglomerados estão maiores e distribuídos de forma homogênea, vistos apenas no aumento de 1000x, podendo ser atribuído ao seu maior tamanho de partícula e ao processamento.

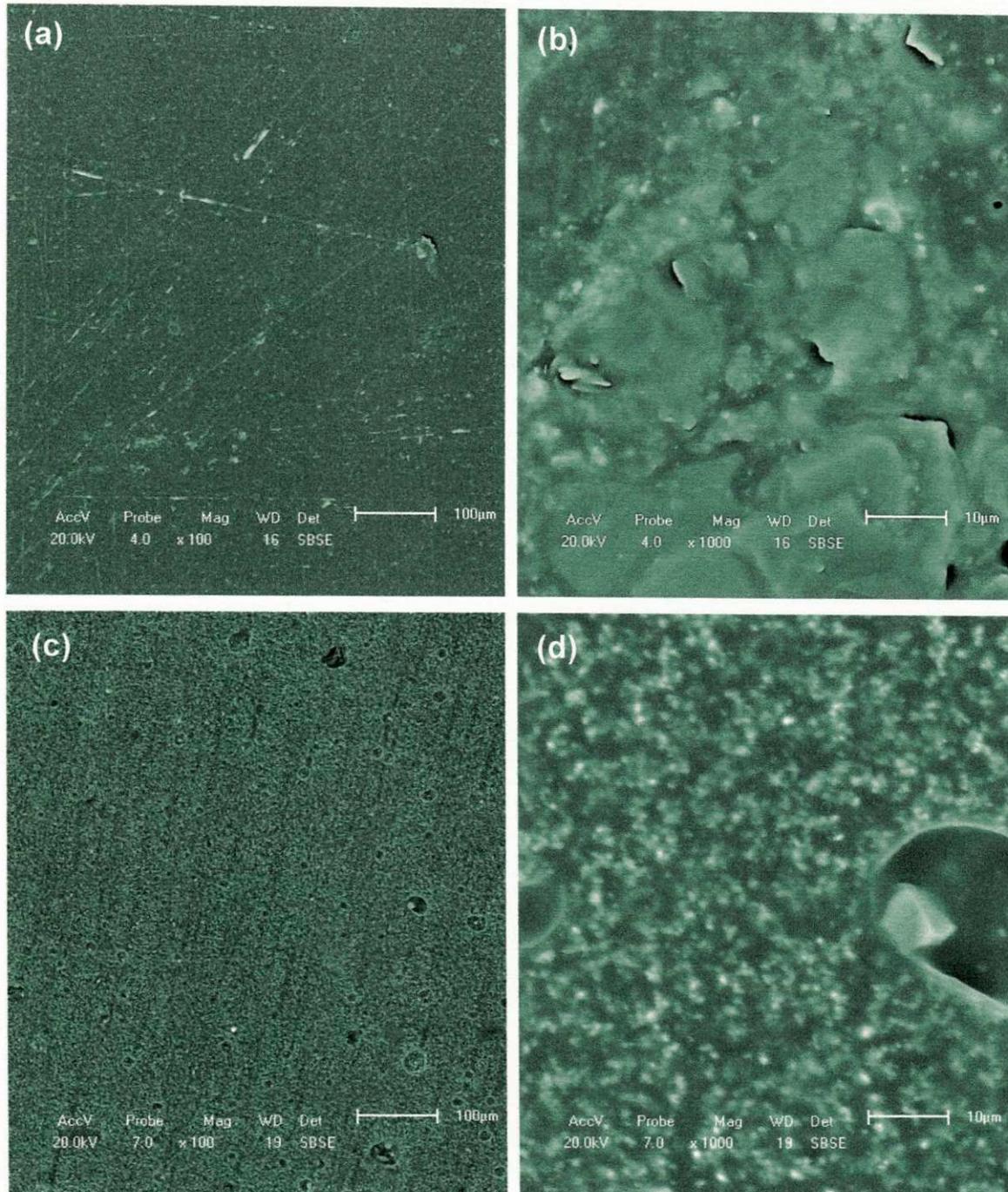


Figura 34 – Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície dos compósitos poliamida6 / carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 900°C (PF900) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000 / misturadas no homogeneizador.

A amostra de compósito de poliamida6/ ferrita de níquel calcinada a 1200°C (PF1200) obtido pelo reômetro de torque, Figura 35 (a) e (b), apresenta uma superfície lisa e densa, com ausência de defeitos (buracos) e os aglomerados distribuídos uniformemente. No aumento de 1000x é possível visualizar um aglomerado de partículas grandes e de tamanho uniforme, com indícios de uma forte atração entre as partículas atribuída ao seu alto magnetismo. Nos compósitos obtidos pelo homogeneizador, Figura 35 (c) e (d), a superfície é lisa, densa e com defeitos (buracos, riscos e ranhuras) provenientes do processamento. Os aglomerados estão em menor quantidade, é possível a visualização de partículas individuais, devido ao seu tamanho maior (aumento de 1000x), envolvidos pela matriz.

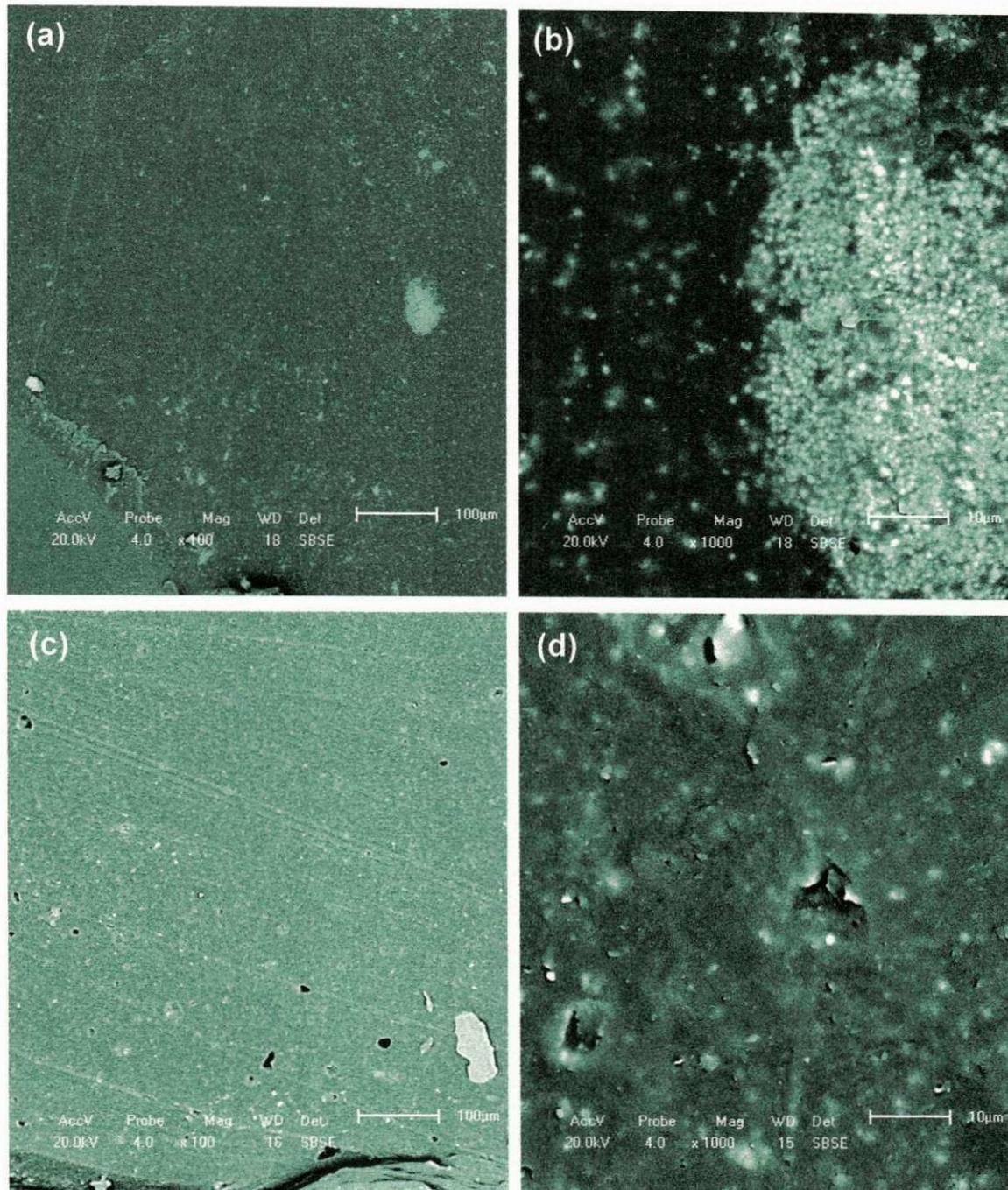


Figura 35 – Fotomicrografias obtidas por MEV da superfície dos compósitos poliamida6 / carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (PF1200) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000 / misturadas no homogeneizador.

As Figuras 36, 37, 38 e 39 apresentam as fotomicrografias obtidas por MEV para a seção transversal, fraturada sob nitrogênio líquido, dos compósitos de poliamida6/ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (PF) e calcinadas nas temperaturas de 700, 900 e 1200°C (PF700, PF900 e PF1200) misturadas em dois equipamentos, o reômetro de torque e o homogeneizador. Os corpos de prova foram obtidos nas mesmas condições de processamento para os dois tipos de misturadores para a avaliação do melhor método de mistura.

A Figura 36 (a) e (b) apresentam as fotomicrografias obtidas da seção transversal dos compósitos poliamida6/carga de ferrita de níquel sintetizada (PF) misturadas no reômetro de torque. Verificou-se a presença de vazios (internos) nos compósitos com aglomerados de tamanhos irregulares envolvidos e bem distribuídos ao longo da matriz, porém com dificuldade de homogeneização. Para a Figura 36 (c) e (d), dos compósitos obtidos pelo homogeneizador, observou-se a superfície da fratura frágil com a presença de alguns defeitos (vazios) e aglomerados com pouca homogeneidade. No aumento de 1000x visualizou-se que a carga está totalmente envolvida pela matriz e os aglomerados com tamanho e distribuição irregular.

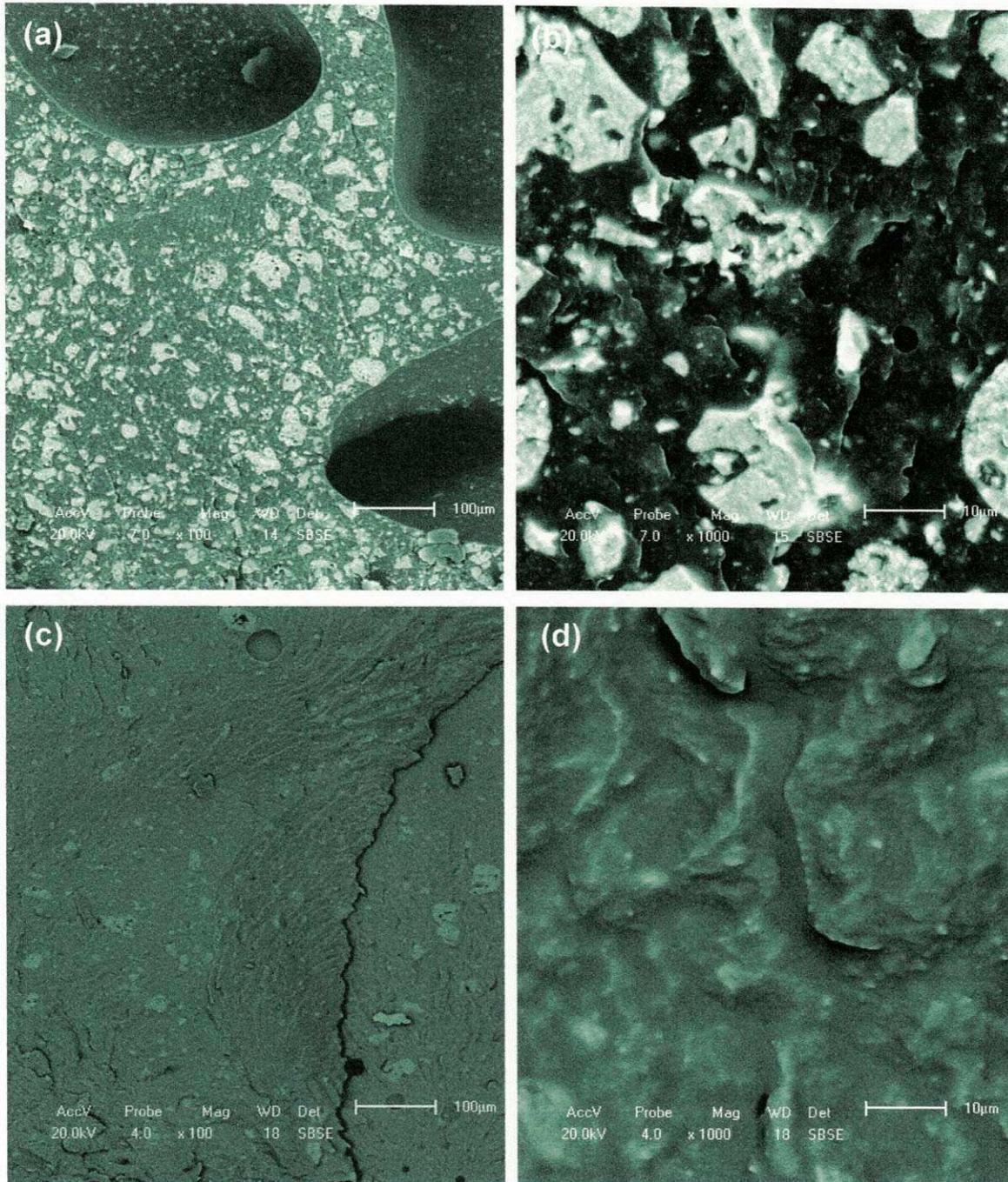


Figura 36 – Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal dos compósitos poliamida6 / carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (PF) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000 / misturadas no homogeneizador.

A Figura 37 (a) e (b) apresenta a fotomicrografia obtida do compósito de poliamida6/ ferrita de níquel calcinada a 700°C (PF700) da seção transversal misturada através do reômetro de torque, a seção apresenta defeitos (vazios e buracos) com uma baixa dispersão da carga que possui aglomerados com uma tendência de uniformidade em seu tamanho, comparado com a Figura 36 (a) do compósito com a carga sintetizada, devido à calcinação de 700°C sofrida pela carga. A fotomicrografia do mesmo compósito obtido pelo homogeneizador apresenta certa semelhança com a Figura 36 (a) e (b) evidenciando a presença de defeitos de processamento, vazios e bolhas de ar.

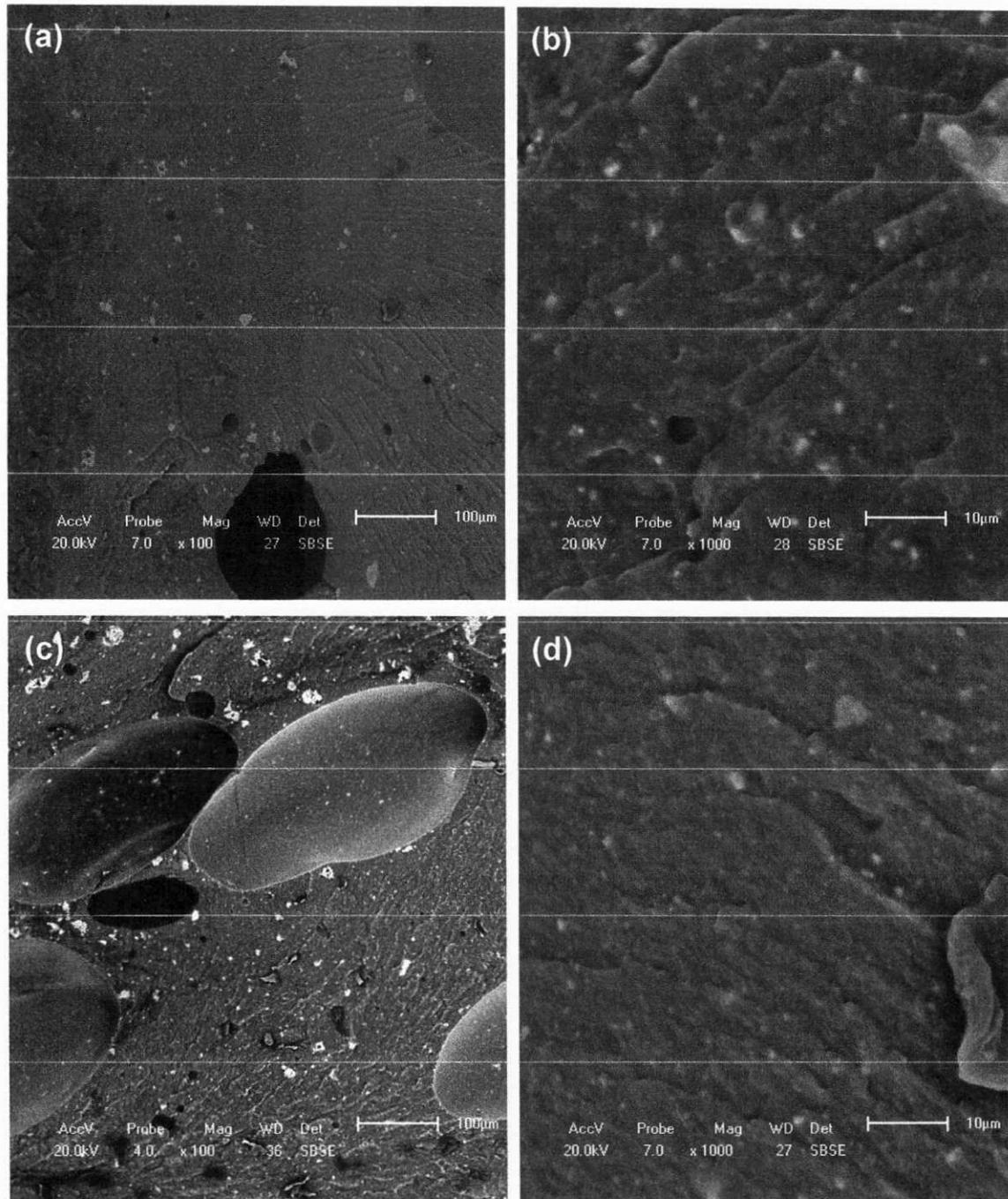


Figura 37 – Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal dos compósitos poliamida6 / carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 700°C (PF700) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000 / misturadas no homogeneizador.

O compósito de poliamida 6/ferrita de níquel calcinada a 900°C apresentadas nas fotomicrografias obtidas pelo reômetro de torque, na Figura 38 (a) e (b). A fratura frágil evidenciou os aglomerados com uma regularidade em seu tamanho, sem a presença de defeitos. O envolvimento da carga pela matriz confirma a boa mistura obtida pelo compósito. O compósito obtido pelo homogeneizador, de acordo com a fotomicrografia da Figura 38 (c) e (d), mostra uma homogeneidade na distribuição dos aglomerados, com regularidade em seu tamanho que é atribuída a calcinação sofrida pela carga antes da sua incorporação a matriz, regularidade mantida após o processamento, detectou-se a presença de alguns defeitos (vazios).

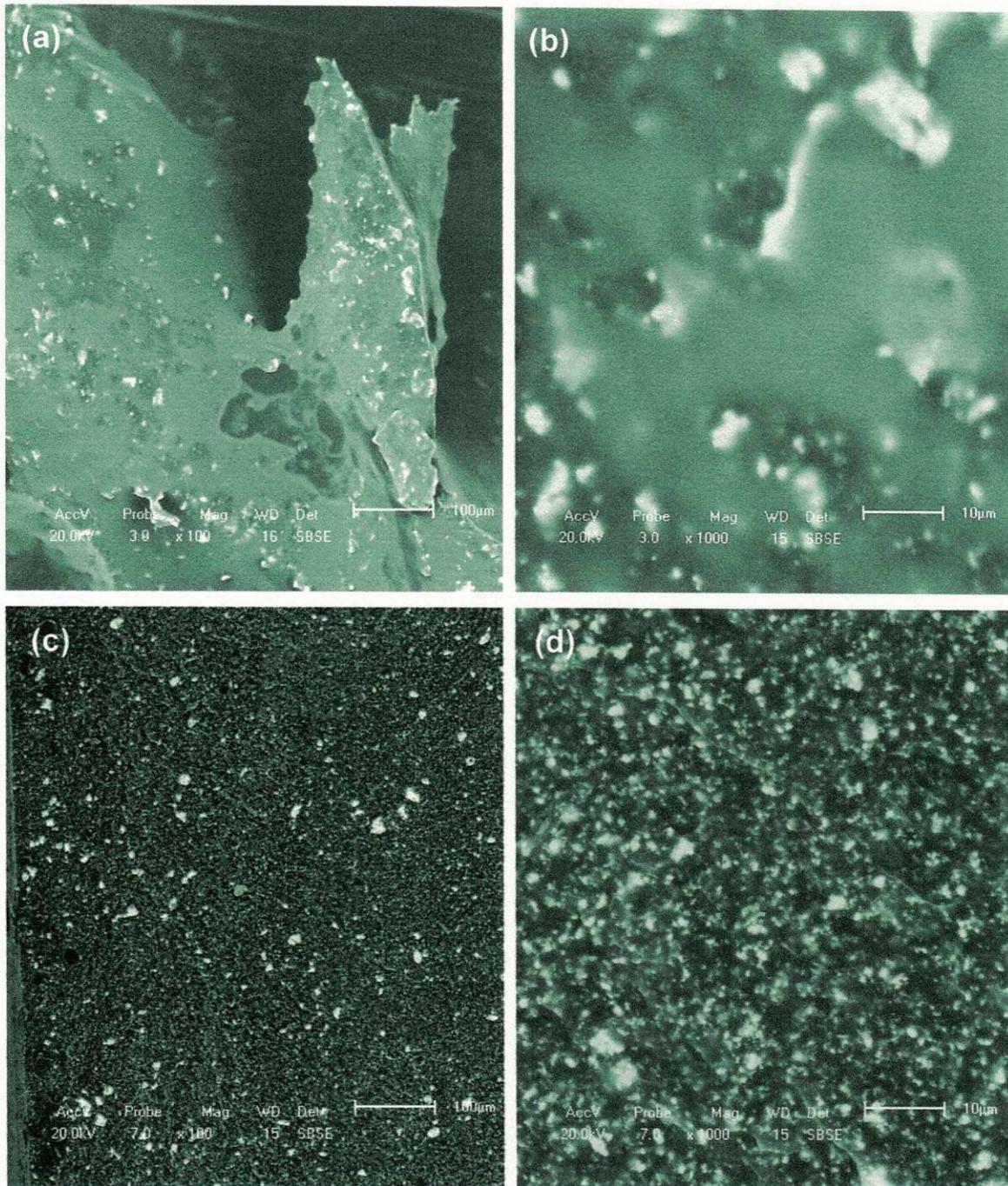


Figura 38 – Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal dos compósitos poliamida6 / carga de ferrita de níquel (NiFe₂O₄) calcinada a 900°C (PF900) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000 / misturadas no homogeneizador.

A Figura 39 (a) e (b) apresenta a fotomicrografia do compósito de poliamida6 / ferrita de níquel calcinada a 1200°C (PF1200) obtido pelo reômetro de torque, com a presença de defeitos (vazios) internos com aglomerados bem dispersos na matriz. Com o aumento de 1000x, é possível a visualização de aglomerados formados por partículas e as partículas isoladas, que apresentam um alto tamanho de partícula devido à calcinação sofrida pela carga e preservada após o processamento. A Figura 40 (c) e (d) evidencia a fratura frágil sofrida pelo compósito com a presença de defeitos (vazios) e aglomerados maiores e dispersos na matriz. Para o aumento de 1000x, os aglomerados formados por partículas maiores, resultantes da calcinação da carga, com uma tendência de aproximação devido à alta magnetização da carga.

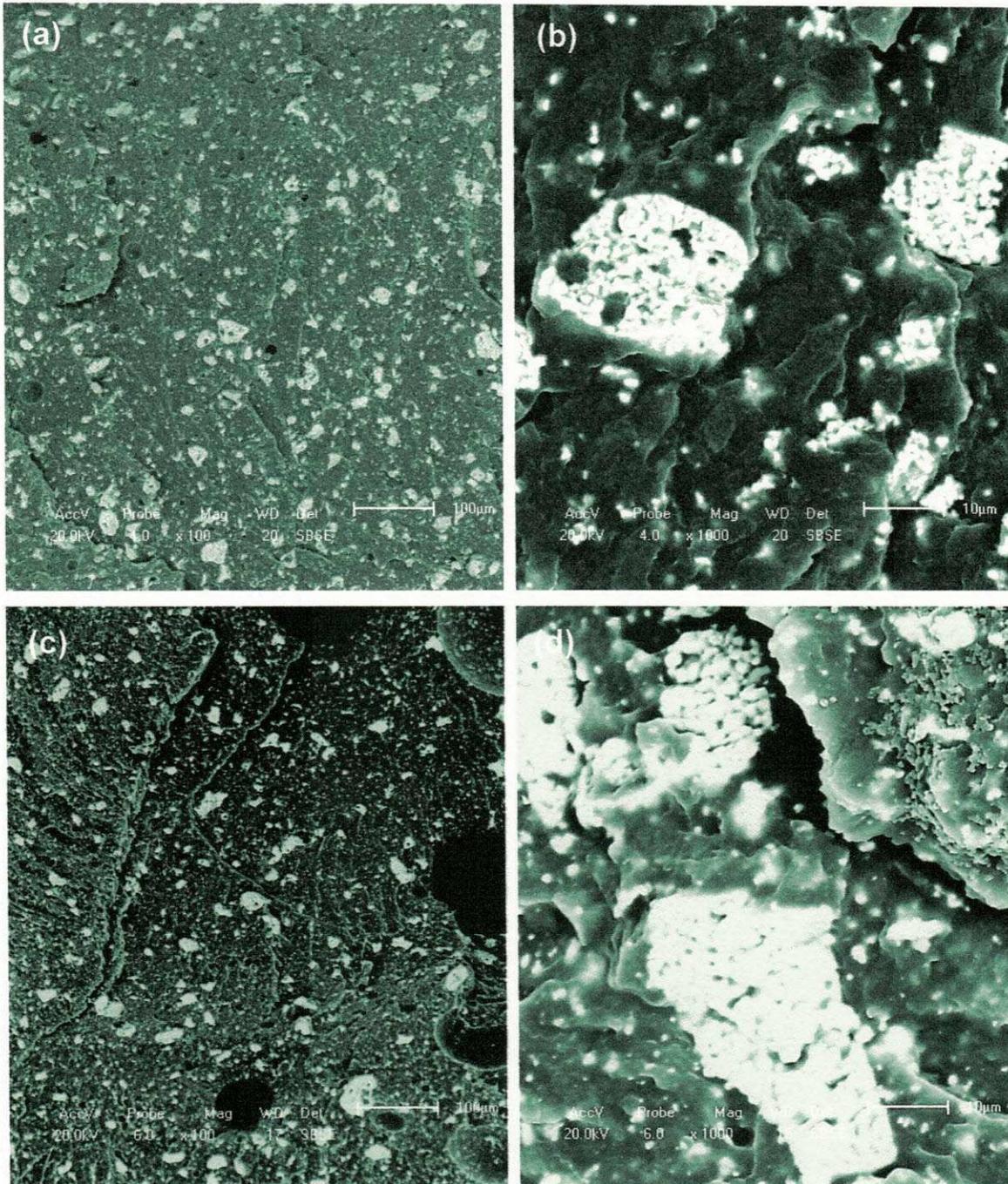


Figura 39 – Fotomicrografias obtidas por MEV da seção transversal dos compósitos poliamida6 / carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) calcinada a 1200°C (PF1200) (a) x100 e (b) x1000 / misturadas no reometro de torque (c) x100 e (d) x1000 / misturadas no homogeneizador.

Para cada equipamento de mistura foram observados os seguintes aspectos para a avaliação do melhor método, dispersão; presença de defeitos;

alteração do tamanho de partícula; influência do tamanho de partícula na morfologia; aumento dos aglomerados com o aumento da temperatura de calcinação da carga.

Quando se avaliou o uso do reômetro de torque para as fotomicrografias obtidas por MEV da superfície, alguns compósitos obtiveram melhores resultados. Em relação ao compósito que apresentou a melhor dispersão estão, o PF e o PF900. O compósito PF700 e PF900 apresentaram uma maior quantidade de defeitos. Não houve alteração do tamanho de partícula para PF900 e PF1200, o que teve uma influência significativa na morfologia do compósito com o aumento de aglomerados devido ao aumento da temperatura de calcinação da carga, justificado pelo fato de apresentarem um tamanho de partícula superior em relação aos demais compósitos, PF e PF700. Para o uso do homogeneizador como equipamento de mistura, observou-se que o compósito PF1200, apesar de apresentar defeitos, foi o que obteve uma melhor dispersão, não alterou seu tamanho de partícula, e assim, influenciando na morfologia do compósito pelo aumento dos seus aglomerados, por ter a carga com o maior tamanho de partícula.

A avaliação das fotomicrografias obtidas por MEV para a seção transversal dos compósitos mostrou que, para o uso do reômetro de torque como equipamento de mistura, quem obteve a melhor dispersão foi o compósito PF, como também a presença de defeitos. O compósito PF900 e PF1200 não alteraram seu tamanho de partícula, e sua morfologia foi alterada pelo aumento no tamanho dos aglomerados. O uso do homogeneizador forneceu uma boa dispersão para os compósitos PF900 e PF1200, que também apresentaram defeitos e tiveram sua morfologia alterada pelo aumento no tamanho de partícula.

Em geral, pode-se avaliar que para os compósitos com um maior tamanho de partícula com o uso do homogeneizador obtém-se uma melhor dispersão, como preservação do tamanho de partícula em contrapartida a uma presença maior de defeitos, e vantagens em relação ao reômetro, pela rapidez e facilidade de operação. O compósito PF700 nos dois equipamentos não apresentou um bom desempenho, com uma maior quantidade de defeitos, provenientes das dificuldades de processamento. E o compósito PF,

apresentou um melhor resultado utilizando o reômetro de torque, de acordo com as fotomicrografias obtidas.

4.2.4 Teste de absorção específica (SAR)

O Teste de SAR (Specific Absorption Rate) é aplicado para medir a taxa de absorção específica de um material a fim de reduzir a exposição humana aos campos eletromagnéticos gerados pelos terminais celulares. Os valores medidos resultantes do teste são utilizados no processo de certificação de telefones celulares, mundialmente.

A realização do teste foi possível diante da colaboração do CPqD (Centro de Pesquisa e Desenvolvimento em Telecomunicações). No setor de telecomunicações, o CPqD caracteriza-se como o laboratório avaliado e aprovado pela ANATEL e acreditado pelo à Cgcre/INMETRO, possuindo infraestrutura laboratorial para a realização da quase totalidade dos ensaios para fins de certificação.

Como o centro atende a todo o país e exterior, e devido a sua demanda de ensaios serem bastante alta, o envio do corpo de prova com bastante antecedência se fez necessário. A amostra escolhida foi poliamida6/ferrita de níquel sintetizada (PF) obtida a partir do reômetro de torque, para a avaliação da capacidade de absorção específica. O teste foi realizado para a telefonia celular com a frequência DCS 1800, utilizada no Brasil, com o aparelho fabricado pela Nokia, modelo 6230i que tem capacidade de transmissão de dados na mesma frequência realizada no teste.

O valor obtido baseia-se na diferença entre, a realização do teste sem a amostra e com a amostra (placa de compósito), que para a frequência DCS 1800 obteve-se a diferença de - 0,7 dB. A Tabela 9 mostra a correlação entre o valor de refletividade (dB) e a porcentagem de energia atenuada (%) (KNOTT et al, 1993).

Tabela 9 - Relação entre refletividade e porcentagem de energia atenuada.

Refletividade (dB)	Energia Atenuada (%)
-1	20,5
-2	36,9
-3	49,8
-5	68,3
-10	90,0
-20	99,0
-30	99,9
-40	99,99

Contudo, ao correlacionar o valor obtido do teste de SAR, de - 0,7 dB com os valores de refletividade (dB) da Tabela 9, observou-se que o teste apresentou um valor bem próximo ao menor valor da tabela, o que significa uma baixa atenuação de energia. Porém, este resultado mostra-se promissor diante do fato que, materiais de partículas finas, como a amostra PF, não apresentam resultados relevantes para o uso como um absorvedor. Entretanto, a amostra PF1200, que tem partículas maiores e melhores resultados de magnetização, provavelmente apresentaria melhor resultado para o referido teste e um maior valor de refletividade, ou seja, uma porcentagem maior de energia atenuada.

5.0 CONCLUSÕES

- Os resultados dos difratogramas de DR-X mostraram que a carga de ferrita de níquel (NiFe_2O_4) sintetizada (SC) era constituída pela fase cristalina majoritária cúbica do espinélio inverso e traços da segunda fase hematita (Fe_2O_3). Para as cargas calcinadas (C700), (C900) e (C1200), o aumento na temperatura de calcinação favoreceu à formação completa do espinélio e o aumento na cristalinidade de 69, 96 e 97%.
- Os espectros vibracionais de infravermelho e os valores obtidos por ED-X apresentaram bandas de absorção características do espinélio inverso e valores próximos dos valores teóricos calculados para a ferrita de níquel, respectivamente.
- Os resultados de BET revelaram que o aumento na temperatura de calcinação promoveu o aumento no tamanho de partícula e uma redução da área específica.
- A curva TG/DTG para a carga sintetizada (SC) mostrou um evento atribuído à mudança de fase do material amorfo para a fase cristalina cúbica da ferrita.
- As fotomicrografias obtidas por MEV para a carga SC apresentaram a formação de aglomerados de formato irregular e larga distribuição no tamanho dos aglomerados, semelhantes ao da carga calcinada C700. Houve a formação de aglomerados grandes e uniformes para a carga calcinada C900. Para a carga C1200, as partículas apresentaram formato hexagonal e sinterização.
- Os valores obtidos para a magnetização de saturação entre a amostra SC e C1200, aumentaram em 37,5%. Os valores para o campo coercivo (H_c) foram de acordo com as características morfológicas das amostras.

- Os difratogramas de DR-X dos compósitos ilustraram que a amostra poliamida 6/ferrita calcinada a 1200°C (PF1200) apresentou os picos mais intensos da carga de ferrita de níquel, em relação às demais.
- As curvas TG/DTG mostraram que a adição da carga de ferrita de níquel sintetizada e calcinada promoveu um aumento na estabilidade térmica do compósito em relação à poliamida pura.
- As fotomicrografias obtidas por MEV dos compósitos ilustraram que a mistura realizada no Homogeneizador permitiu uma melhor dispersão da carga de maior tamanho de partícula (PF1200).
- O valor obtido para o teste de SAR na frequência DCS 1800 utilizada na telefonia celular, foi de - 0,7 dB, significando assim, uma baixa atenuação de energia.

6.0 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Utilizar a poliamida com massas molares diferentes da poliamida utilizada neste estudo;
- Utilizar outras ferritas como cargas, possivelmente dopadas com metais de transição tipo, Zn, Cu, Co e Al.
- Avaliar os compósitos para outras aplicações como materiais absorvedores de radiação eletromagnética, atuantes para o uso na Marinha e Aeronáutica;
- Modificar a forma de processamento do compósito utilizando outras técnicas de processamento, como extrusão ou injeção;
- Fazer uso de aditivos na mistura entre a matriz polimérica e a carga de ferrita para obter uma melhor interação matriz- carga;
- Utilizar matrizes elastoméricas, como por exemplo, tipo SBR;
- Usar a matriz polimérica de silicone para a preparação dos compósitos.

7.0 REFERÊNCIAS

ADAM, A.; ALI, Z.; ABDELWAB, E.; ABBAS, Y. **Magnetic and Structural Investigations of Nanocrystalline Nickel Ferrite NiFe₂O₄**. Journal of Ovonic Reslarch, v. 5 n. 5, p. 157-165. Outubro, 2009.

BARRA, G. **Portal Materiais - Compósitos Poliméricos EMC 5706**. Disponível em: <http://www.materiais.ufsc.br/Disciplinas/EMC5706/>. Acesso em: julho 2010.

BEZERRA, D. C. **Síntese de Ferrita NiFe₂O₄ e sua Incorporação em Matriz de Poliamida6 para o Desenvolvimento de Compósitos Absorvedores Magnéticos**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. Universidade Federal de Campina Grande. 2009.

BOTELHO, E. C.; REZENDE, M. C. **Caracterização Mecânica de Compósitos de Poliamida/Fibra de Carbono Via Ensaio de Cisalhamento Interlaminar e de Mecânica da Fratura**. Polímeros, v.12 (3), p. 153-163, SciELO, 2002.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais, uma introdução**. 5ª edição. Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos. Editora S.A, p. 589. 2002.

CHAE, D. W., KIM, B.C., **Thermal and Rheological Properties of Highly Concentrated PET Composites With Ferrite Nanoparticles**, Composites Science and Technology, v. 67, p. 1348-1352, 2007.

CHARRIER, J. M. **Polymeric Materials and Processing – Plastics, Elastomers and Composites**. Munich: Hanser Publishers, p. 496-497, 1990.

COSTA, A. C. F. M.; JUNIOR, P. S.; VIEIRA, D. A., SILVA, V. J.; BARROS, T.S.; CORNEJO, D. R.; KIMINAMI, R. H. G. A.; **Síntese por Reação de Combustão em Forno de Micro-ondas, de Nanoferritas de Níquel Dopadas com Cromo**. Revista Ceramica, v. 55, p. 78-83, 2009.

DANIEL, I. M.; ISHAI, O. **Engineering Mechanics of Composite Materials**. 1^a ed., Oxford University Press, USA, 2005.

DAVIS, C.R. **Crystallization Behavior and Mechanical Properties of a nylon- 6, 6/6, and -12 terpolyamide**. Journal Applied Polymers Science, v.62, p.2237- 2245, 1996.

DIAS, J. C.; MARTIN, I. M.; NOHARA, E. L.; REZENDE, M. C. **Refletividade de Fótons Microondas por Tintas Poliuretânicas Aditadas com Ferritas de NiZn e MnZn**. Revista de Física Aplicada e Instrumentação, v. 18, p. 24-33, 2005.

FÉLIX, A. H. O. **Compósitos de polipropileno com Fibra de Vidro utilizando Viniltriotoxisilano como Agente de Adesão**. Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre - RS. 2002.

FIEGENBAUM, F. **Estudo da Compatibilização das Blendas PP/PAG e PAG/EPR**. 2007. Dissertação de mestrado. Escola de Engenharia, Departamento de Engenharia Química. Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Porto Alegre – RS. 2007.

FINKLER, M. **Desenvolvimento de Compósitos com Base em Rejeito de Tecidos de Algodão e Acrílico em Matriz de Polietileno de Alta Densidade**. Dissertação de mestrado. Universidade de Caxias do Sul- RS, 2005.

FREITAS, N. L.; FAGURY-NETO, E.; LIRA, H. L.; KIMINAMI, R. H. G. A.; COSTA, A. C. F. M. **Combustion Synthesis of α -Al₂O₃ Powders**, Materials Science Forum, 530-531, p. 631-636, 2006.

FUN, Y. P.; LIN, C. H.; LIU, C. W. **Preparation and Magnetic Properties of $\text{Ni}_{0,25}\text{Cu}_{0,25}\text{Zn}_{0,25}$ Ferrite from Microwave-Induced Combustion.** Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 283, p. 59-64, 2004.

GAMA, A. M. **Efeito das proporções de Mn/Zn e Fe/Mn+Zn na temperatura de Curie de ferrites do tipo $(\text{Mn+Zn})_{1-x}\text{Fe}_2\text{O}_4$.** Dissertação de Mestrado. Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. 2005.

HUHEEY, J. E. **Química Inorgânica Princípios de Estructura y Reactividad.** Editora Harla S. A., 1981.

International Encyclopedia of Composites, v. 6, VHC Publishers, New York, 1991.

ISHINO, K. & NARUMIYA, Y., **Development of Magnetic Ferrites: Control and Application of Losses.** Ceramic Bulletin, v. 66, n. 10, p. 1469-1474, 1987.

JILES, D. **Introduction to Magnetism and Magnetic Materials.** London, Chapman and Hall. 440p.1991.

JONES, R. F. **Guide to Short Fiber Reinforced Plastics.** Munich: Hanser Publishers, p. 5-12, 1998.

KIM, S. S.; CHEONG, M. G.; YOON, B. I. **Ferrite-Epoxy Absorber on Carbon Fiber Composite Substrate.** Journal de Physique III. França, Março.1997.

KNOTT, E.F.; SCHAEFFER, J.F. & TULEY, M.T. **Radar Cross Section**, 2ª Ed., Artech House Inc., 1993.

KUMAR, P. S. A. **Low Temperature Synthesis of $\text{Ni}_{0,8}\text{Zn}_{0,2}\text{Fe}_2\text{O}_4$ Powder and its Characterization.** Materials Letters, v. 27, p. 293-296, 1996.

KUNGLER, H.; ALEXANDER, L. In **"X-ray Diffraction Procedures"**, Wiley, New York, EUA, p. 495, 1962.

LEWIN, M. **Handbook of Fiber Chemistry**, 3ª ed., Taylor & Francis Group, Florida, 2007.

LUBORSKY, F.E.; LIVINGSTON, J.D. **Magnetic properties of metals and alloys**. P. Physical Metallurgy, v. 3, 1996.

MANO, E. B. **Introdução a Polímeros**. São Paulo, SP: Edgard Blücher LTDA, p.111, 1994.

MANO, E.B.; **Polímeros como Materiais de Engenharia**, Edgar Blucher LTDA., São Paulo, 1991.

MANO, E. B. & MENDES, L. C. **Introdução a Polímeros**. 2º Edição, Rio de Janeiro: Editora Edgard Blücher LTDA, 1999.

McMURRIE, R. A. **Ferromagnetic Materials: Structure and Properties**. San Diego: Academic Press Limited, 1994.

MOAD, G.; **The Synthesis of Polyolefin Graft Copolymers by Reactive Extrusion**. in Polymer Science, Elsevier, v.24, n.81, 1999.

MOURA, A. E. G. **Síntese, Sintetização e Caracterização de Ferritas à base de Ni-Zn**. Dissertação de mestrado, 107 f. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal-RN, 2008.

NATHANI, H.; MISRA, R. D. K. **Surface Effects on the Magnetic Behavior of Nanocrystalline Nickel Ferrite-Polymer Nanocompósitos**. Materials Science and Engineering B, v. 113, p. 228-235, 2004.

NIELSEN, L. E.; LANDEL, R. F. **Mechanical Properties of Polymers and Composites - second edition, revised and expanded**. New York: L. L. Faulkner, p. 377-378, 1994.

NIELSEN, L.E. **Mechanical Properties of Polymers and Composites**. New York: Marcel Dekker; 1974.

ODIAN, G. **Principles of Polymerization**, 2^aed., John-Wiley & Sons, Nova Iorque, 1981.

PAIVA, A. C. L. A. **Influência da Substituição do Mn²⁺ pelo Fe²⁺ na Morfologia de Ferritas Mn-Zn e sua Caracterização Eletromagnética**. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Campina Grande- PB. 2008.

PANZERA, T. H.; RUBIO, J. C. C. **Estudo do Comportamento Mecânico de um Compósito Particulado de Matriz Polimérica**. Disponível em: www.demec.ufmg/Grupos/Usinagem/composito.html. Acesso em: julho 2010.

PAULO, E.G. **Síntese e caracterização de ferritas de Níquel e Zinco nanocristalina por combustão, para aplicações em compósito elastomérico absorvedor de microondas**. 92f. Dissertação (Mestrado em Engenharia metalúrgica e de materiais), COPPE. Universidade Federal do Rio de Janeiro. 2006.

PAZ, R. A.; LEITE, A. M. D.; ARAÚJO, E. M.; MELO, T. J. A.; BARBOSA, R.; ITO, E. N. **Nanocompósitos de poliamida 6/Argila organofílica: efeito do peso molecular da matriz na estrutura e propriedades mecânicas e termomecânicas**. *Polímeros*, vol 18 (4), p. 341-347, SciELO, 2008.

PHAN, N. T. S.; JONES, C. W. **Highly accessible catalytic sites on recyclable organosilane functionalized magnetic nanoparticles: An**

alternative to functionalized porous silica catalysts. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, v. 253, p. 123-131, 2006.

PINTU SEM, A.; AMITABHA, D.; **Electrochemical performances of poly (3, 4-ethylenedioxythiophene) – NiFe₂O₄ Nanocomposite as electrode for supercapacitor.** Electrochimica Acta, vol. 55, p. 4677-4684, 2010.

RABELLO, M. **Aditivação de Polímeros.** São Paulo: Artliber, 2000.

RAMALHO, M. A. F.; COSTA, A. C. F. M.; MIOLA, E. J.; KIMINAMI, R. H. G. A.; SANTOS, C. O.; GAMA, L. **Análise estrutural e morfológica de nanopós de ferrita de níquel.** 51º CBC – Congresso Brasileiro de Cerâmica, Salvador-BA, 2007.

RANE, K. S.; VERENKAR, V. M. S.; SAWANT, P. Y., **Hidrazine method of synthesis of Fe₂O₃ useful in ferrites preparation;** Journal of Materials Science Materials Electronics, v. 10, p. 133-140. 1999.

REED, M.; JOHANSEN, O.; BRANDVIK, P. J.; DALING, P; LEWIS, A.; FIOCCO R.; MACKAY, D.; PRENTKI, R.; **Oil Spill Modeling Towards the Close 20th Century: Overview of the State of the Art;** Spill Science & Technology Bulletin, v. 5, n. 1, p. 3-16, 1999.

REED, J. S. **Principles of ceramics processing.** New York: John Wiley & Sons, 1996.

REZENDE, M.C.; BOTELHO, E.C.; **Polímeros: Ciência e Tecnologia,** (2000);

RIBEIRO, G. L. - **Militares, Antropologia e Desenvolvimento, Antropologia e Indigenismo,** Brasília Jurídica, 1990.

ROZENBERG, G. K. ; AMIEL, Y. ; XU, W. M. ; PASTERNAK, M.P. ; JEANIOZ, R. ; MANFLAND, M. ; TAYLOR, R.D. **Structural Characterization of**

Temperature and Pressure- induced Inverse Normal Spinel Transformation in Magnetite. *Physical Review B*, v. 75, 020102, 2007.

SHACKELFORD, J. F. **Introduction to Materials Science for Engineers. Fifth Edition**, p. 499-541, 2000.

SHREVE, R.N. & BRINK JR., J.A. **Indústrias de Processos Químicos**, Guanabara, 4ªed., cap.34, p.515, 1997.

SILVA, T. R. G. **Obtenção de filmes poliméricos a partir de nanocompósitos poliamida 6/argila bentonítica.** Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande-PB, 2010.

STEVENS, M. P. **Polymer Chemistry an Introduction.** 3º edição: Oxford, p. 3-15, 1999.

STORCK, S; BRETINGER, H.; MAIER, W. F., **Characterization of micro-and mesoporous solids by physisorption methods and pore-size analysis,** *Applied Catalysis A: General*, 174, p.137-146, 1998.

TAGER, A. **Physical Chemistry of Polymers.** Moscow: Mir, p. 15-20, 1978.

TANAKA, H.; WATANABE, K. **Shear Viscosity of Nylon 6 melts Reinforced with Microfibrous Calcium Silicate Hydrate.** *Polymer Engineering and Science*, v. 39, p. 817.1999.

TJONG, S.C.; XU, S.A. **Ternary Polymer Composites: PA 6,6 / maleated SEBS / Glass beads.** *Journal Applied Polymer Science*, v. 81, p. 3231 – 3237, 2001.

UNAL, H., **Morphology and mechanical properties of composites based on polyamide 6 and mineral additives.** *Materials and Design* 25, 483–487, 2003.

VIZINHA, J. **Introdução aos materiais compósitos**. Instituto Superior Autónomo de Estudos Politécnicos. Disponível em: http://www.ipa.univ.pt/content_nw.asp. Acesso em: junho, 2010.

WALDRON, R. D. **Infrared spectra of ferrites**. Physical Review A, 99, p. 1727-1735, 1955.

ZIMMERMAN, J.; **Polyamides In: ENCYCLOPEDIA of Polymer Science and Engineering**, John-Wiley & Sons, Nova Iorque, 2ªed., v.11, p.353, 1985.

APENDICE A

1° Calculou-se a massa molecular total da ferrita baseando-se nas massas moleculares de cada componente, como exposto abaixo



▪	1 NiO = 1 mol x (58,71 + 16,00) g/mol =	74,71g
▪	1 Fe ₂ O ₃ = 1 mol x (2x 55,85) + (3 x 16,00) g/mol =	159,70g
▪	Massa total	<u>234,41g</u>

2° Calculou-se o valor percentual da cada óxido que compõem a composição da ferrita (NiFe₂O₄) pela equação:

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

Em que:

XO → composto óxido

M_x → massa do composto óxido

M_t → massa total da composição

Os seguintes resultados foram obtidos:

NiO = 31,8%

Fe₂O₃ = 68,2%

APENDICE B



C FT 003

FICHA TÉCNICA

VERSÃO 02

TECHNYL C 216

Descrição	TECHNYL C 216 é uma poliamida 6 de média viscosidade com aditivos para desmoldagem.	Cores: é comercializado nas cores natural, preta e, sob demanda, uma ampla gama de cores.
Propriedades Principais	TECHNYL C 216 apresenta as seguintes propriedades: <ul style="list-style-type: none"> • Resistência à abrasão • Inércia química • Resistência térmica 	
Moldagem	Para a moldagem por injeção do TECHNYL C 216 sugerimos as seguintes regulagens: <ul style="list-style-type: none"> • Temperatura do cilindro: <p>zona de alimentação: 220° - 230° C zona de compressão: 225° - 235°C zona de homogeneização: 230° - 240°C bico: 225° - 235°C</p> • Temperatura do molde: 80° - 100°C 	
Aplicações	São indicados para peças que onde boas propriedades mecânicas, bom aspecto superficial e resistência química são exigidos.	
Acondicionamento	O produto é entregue em embalagem de 25 Kg estanque pronta para uso.	
Segurança	Se necessário solicite a ficha de segurança do produto.	



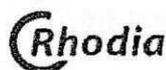
Engineering Plastics

TECHNYL C 216

Principais características (valores medidos a 23°C)

Propriedades		Normas	Unidades	Eh 0	Eh 50	
Físicas/Térmicas	Peso específico	ASTM D 792	g/cm ³	1,14	-	
	Absorção de água - 24 horas a 23°C	ISO 62	%	1,3	-	
	Ponto de fusão	ASTM D 3417	°C	222	-	
	Temperatura de deformação sob carga:					
	- a 0,45 MPa	ISO 75-2	°C	185	-	
	- a 1,80 MPa	ISO 75-2	°C	80	-	
Comportamento ao fogo	Inflamabilidade a 0,4 mm	UL 94	-	V2	-	
	Índice de oxigênio	ISO 4589	%	-	-	
Mecânicas	TRAÇÃO		ISO R 527			
	Módulo de elasticidade		MPa	3400	2300	
	Resistência na força máxima		MPa	85	45	
	Alongamento na ruptura		%	120	270	
	FLEXÃO		ISO 178			
	Módulo de elasticidade		MPa	2800	1000	
	Resistência na carga máxima		MPa	115	40	
	RESISTÊNCIA AO IMPACTO					
	Charpy com entalhe	ISO 179	kJ/m ²	5	14	
	Charpy sem entalhe	ISO 179	kJ/m ²	NQ	NQ	
	Izod com entalhe	ISO 180	kJ/m ²	4,5	75	
	Izod sem entalhe	ISO 180	kJ/m ²	-	-	
	Elétricas	Resistividade transversal	CEI 93	10 ¹⁴ Ωcm	10	0,001
Rigidez dielétrica		CEI 93	kV/mm	18	-	
Fator de dissipação dielétrica δ - 1MHz		CEI 250	-	0,021	0,12	
Permissividade relativa ε _r - 1MHz		CEI 250	-	3,6	4,1	
Resist a corrente de caminhamento KC		CEI 112	V	600	-	
C FT 003			Setembro/2003 Versão 02			

As informações contidas neste documento são de boa fé. São baseadas na extensão do melhor conhecimento dos nossos produtos e em testes realizados em nossos laboratórios. Estas informações podem ser utilizadas somente como indicativos e não devem ser de nenhuma maneira interpretados como um compromisso formal ou como qualquer garantia da nossa parte. Portanto, as propriedades dos nossos produtos processados sob suas condições operacionais, devem ser determinadas com testes criteriosos realizados em seus laboratórios.



Engineering Plastics

Rhodia Poliamida e Especialidades Ltda.
Estrada Galvão Bueno, 5.505 - Bairro Batistini - São Bernardo do Campo - SP - Brasil
CEP: 09842-080 - Tels.: 55 - 011 - 4358-7721 - Fax.: 55 - 011 - 4358-7742
e-mail: info@technyl.com.br - Home page: www.rhodiapoliamida.com.br