OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DA HEXAFERRITA TIPOW ($BaCo_{2-x}Ni_xFe_{16}O_{27}$)

J.L.P.Dominici [(1)], L.C.F.Costa [(1)], C.W.Paschoal [(2)] e R.R. Corrêa [(1)]

[1] Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais
Centro Federal de Educação Tecnológica do Maranhão
Av. Getúlio Vargas, 04, Monte Castelo, São Luís-MA, CEP 65027-000, Brasil.

[2] Departamento de Física, Universidade Federal do Maranhão
Av. dos Portugueses s/n – Campus do Bacanga, CEP 65085-580, São Luís - MA, Brasil.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi a obtenção de ferritas de bário tipo W com estequiometria $BaCo_{2-x}Ni_xFe_{16}O_{27}$ utilizando-se o método cerâmico tradicional que é muito difundindo nas indústrias de processamento cerâmico por ser um método econômico e de relativa facilidade na obtenção de pós cerâmicos. Investigou-se o efeito da substituição dos elementos cobalto (Co) e níquel (Ni) na microestrutura da hexaferrita tipo W com fórmula estequiométrica $BaCo_{2-x}Ni_xFe_{16}O_{27}$, sendo que x = 0,0; 0,6; 1,0 e 2. Observou-se nos difratogramas que a fase que predominou foi a da hexaferrita de bário tipo W, sendo a fase tipo M uma fase secundária presente nas amostras. A densidade das pastilhas a verde ficou dentro da margem de erro de 53 a 57% em relação à densidade teórica. Já as densidades relativas modificaram com a temperatura de sinterização, ou seja, maior temperatura promoveu uma maior densificação do material. Observou-se nas micrografias obtidas dos pós que a variação no percentual dos elementos dopantes influenciou na forma e tamanho das partículas, consequentemente na distribuição do tamanho das partículas e no grau de aglomeração. Pôde-se observar ainda que as partículas do pó de composição $BaCoNiFe_{16}O_{27}$ (denominada BaCoNi) apresentaram maior aglomeração conduzindo a maior porosidade.

Palavras Chaves: hexaferrita tipo W, caracterização, dopagem.

INTRODUÇÃO

É crescente o estudo das cerâmicas magnéticas devido o seu vasto campo de aplicação e a relativa facilidade de processamento dos mesmos, além do seu baixo custo e suas propriedades estruturais que fazem desses materiais excelentes magnetos, que podem ser utilizados nas mais variadas aplicações, tais como, ímãs de geladeiras, meios de gravação magnética (fitas cassetes, cartões magnéticos),

dispositivos eletromagnéticos (motores elétricos), dispositivos acústicos (alto-falantes) [1].

As ferritas hexagonais são ferritas duras de alta coercividade, com estrutura do tipo espinélio. Os íons oxigênios se encontram em arranjo hexagonal compacto, com fórmula $AB_{12}O_{19}$, onde A é um íon divalente (Ba, Sr, Pb) e B é trivalente (Al, Ga, Fe). A estrutura da hexaferrita de bário, $BaFe_{12}O_{19}$, consiste de seções de rede cúbica espinélio (S) separadas por uma seção hexagonal com empacotamento compacto contendo íons bário. Cada seção S consiste de duas camadas de quatro íons de oxigênio, paralelas ao plano hexagonal com um dos quatro íons oxigênio no centro da camada [2].

No processamento de materiais cerâmicos, em particular ferritas, usa-se muito o moinho de bolas para moer os materiais de partida através da transferência de energia pelas bolas (esferas de aço), que ocorre por choques mecânicos. Isto acontece no interior de um recipiente que pode estar vibrando ou girando com uma velocidade relativamente elevada. Os materiais cerâmicos, como as ferritas, alteram de maneira considerável a sua morfologia e a microestrutura durante a moagem, visto que suas partículas sofrem redução no tamanho o que implica um aumento da área específica [3,4].

Com o objetivo de modificar algumas propriedades, várias pesquisas são realizadas com o uso de dopantes nas ferritas. Essas impurezas produzem mudanças nas propriedades elétricas e magnéticas e o conhecimento dessas mudanças nos dá informações dos valores destas propriedades e do limite de aplicação que deve ser usado, assim como o tipo de impureza, o que poderá conduzir a obtenção de ferritas de alta qualidade [5].

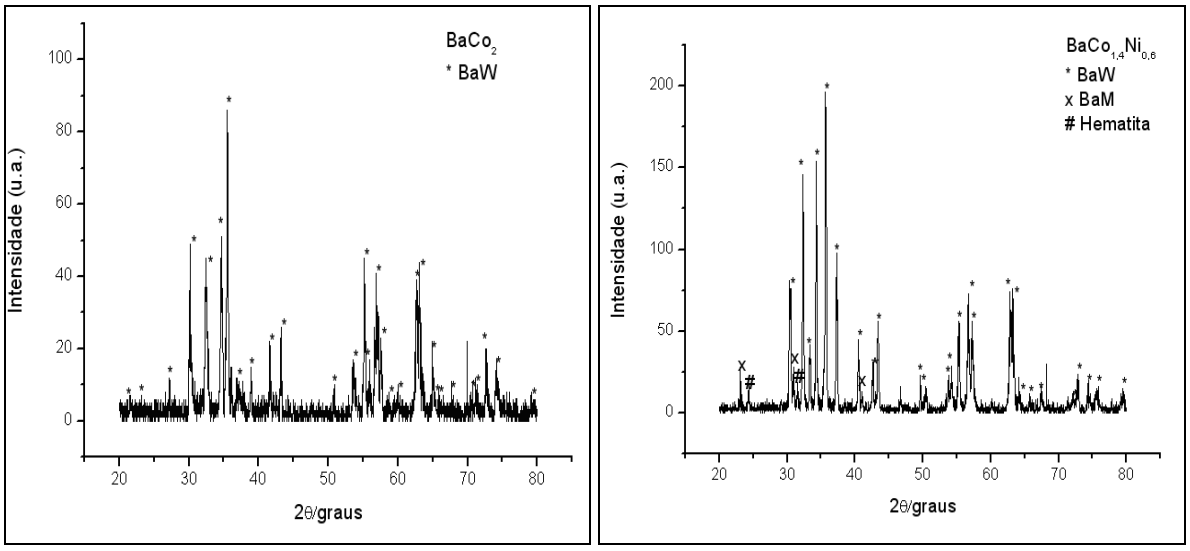
MATERIAIS E MÉTODOS

Os reagentes utilizados na preparação dos pós cerâmicos foram: carbonato de bário ($BaCO_3$), óxido de cobalto (Co_3O_4), óxido de níquel (Ni_2O_3) e óxido de ferro (Fe_2O_3). Os pós, na proporção estequiométrica desejada, foram colocados em um frasco de polietileno juntamente com esferas de zircônia e moídos durante 4 horas. Em seguida a mistura dos pós foi calcinada em forno tubular a 1000 ºC por 6 horas com objetivo de eliminação dos orgânicos e em então moídos por 2 horas, desagregados em almofariz e passados em peneira de 200 mesh. Os pós de $BaCo_{2-}$

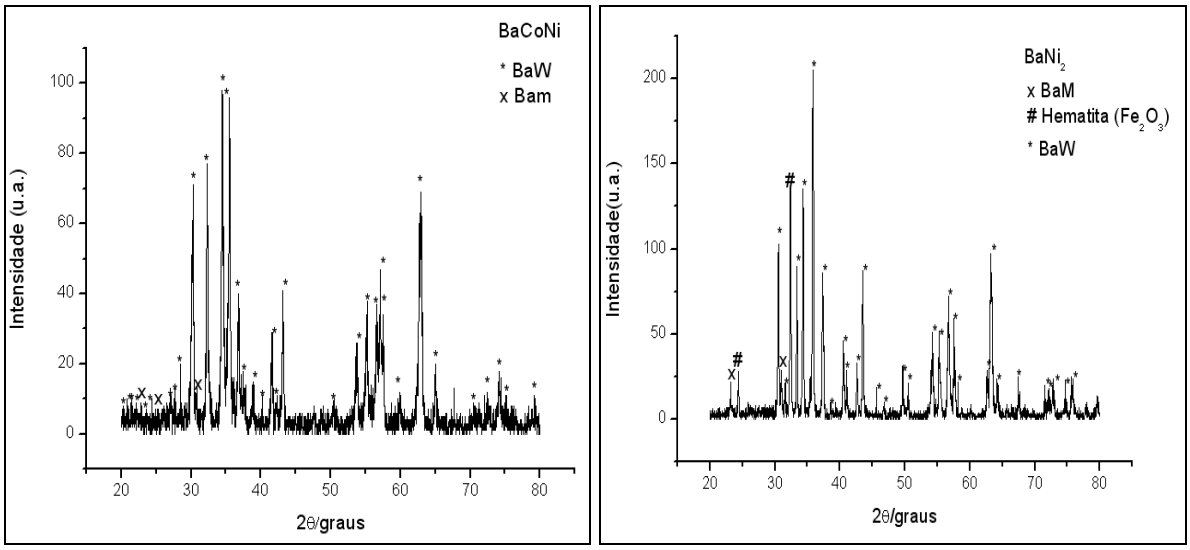
$_xNi_xFe_{16}O_{27}$ foram preparados em diferentes porcentagens molares com x igual a 0,0; 0,8; 1,0 e 2. A sinterização dos compactos foi realizada colocando-se as amostras em barquinha de alumina, levada a um forno tubular com rampa de aquecimento de 10 ºC/min e rampa de descida de 20 ºC/min. Dois patamares foram utilizados para amostras de mesma composição, ou seja, 1200ºC e 1300ºC por um período de 4 horas. Para a identificação das fases presentes nos pós calcinados de hexaferritas, foi utilizado difratômetro SIEMENS D500 pelo método do pó, no intervalo de 2θ de 20 a 80 graus, utilizando radiação de Cu Kα. A microestrutura das amostras foi observada através de um Microscópio FEG-VP Zein Supra 35.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Para a determinação das fases cristalinas os pós calcinados a 1000ºC por 6 horas foram submetidos à análise de DRX. A figura 1 mostra os difratogramas de cada uma das amostras.



a) b)



c) d)

Figura 1 - Difratogramas das amostras calcinadas a 1000ºC/6h:a) $BaCo_2$, b) $BaCo_{1,4}Ni_{0,6}$ c) BaCoNi, d) $BaNi_2$.

As fases predominantes são da hexaferrita de bário tipo W, tendo a fase tipo M como uma fase secundária, exceto para a amostra de composição $BaCo_2$, que não apresentou nenhuma fase secundária. Vemos pelos difratogramas que a fase principal (BaW) está presente quase que 100%, sendo que a fase secundária BaM, é uma fase que está presente nos difratogramas como sendo uma fase que dá origem à ferrita tipo W. Assim, sendo pode-se concluir que os pós podem ser considerados livres de impurezas, ou seja, os pós não apresentam impurezas de outra natureza que não aos materiais de partida. Isto indica que o tempo de moagem, tempo e temperatura de calcinação foram utilizados de forma adequada

A figura 2 apresenta a relação da concentração de níquel com a densidade e porosidade.

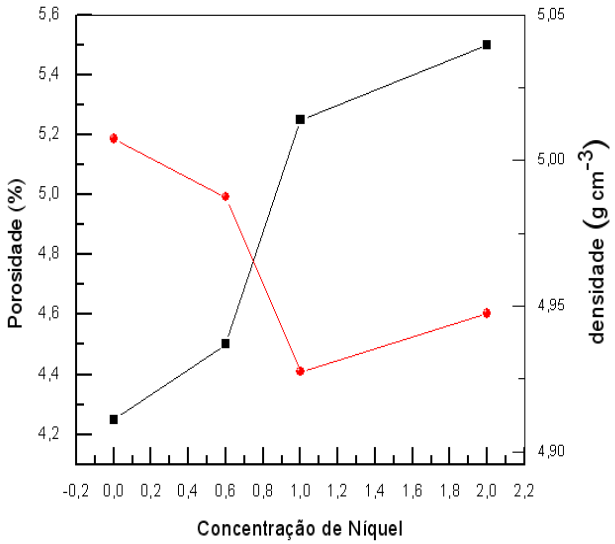


Figura 2. Gráfico mostrando a relação entre a porosidade e densidade com a concentração de Ni.

Podemos observar na figura 2, que com o aumento da concentração de níquel, há uma tendência de aumento da porosidade e em conseqüência uma diminuição da densidade dos compactos. A densidade das pastilhas a verde está dentro da margem de erro (53 a 57%) em relação à densidade teórica (5,23 g/cm³). Já as densidades relativas modificaram com a temperatura de sinterização, ou seja, maior temperatura promoveu uma maior densificação do material.

Os pós calcinados a 1000ºC/6h foi analisado no FEG no LIEC-UFSCAR. As micrografias dos pós contendo cobalto, níquel e cobalto e níquel estão mostradas nas figura 3.

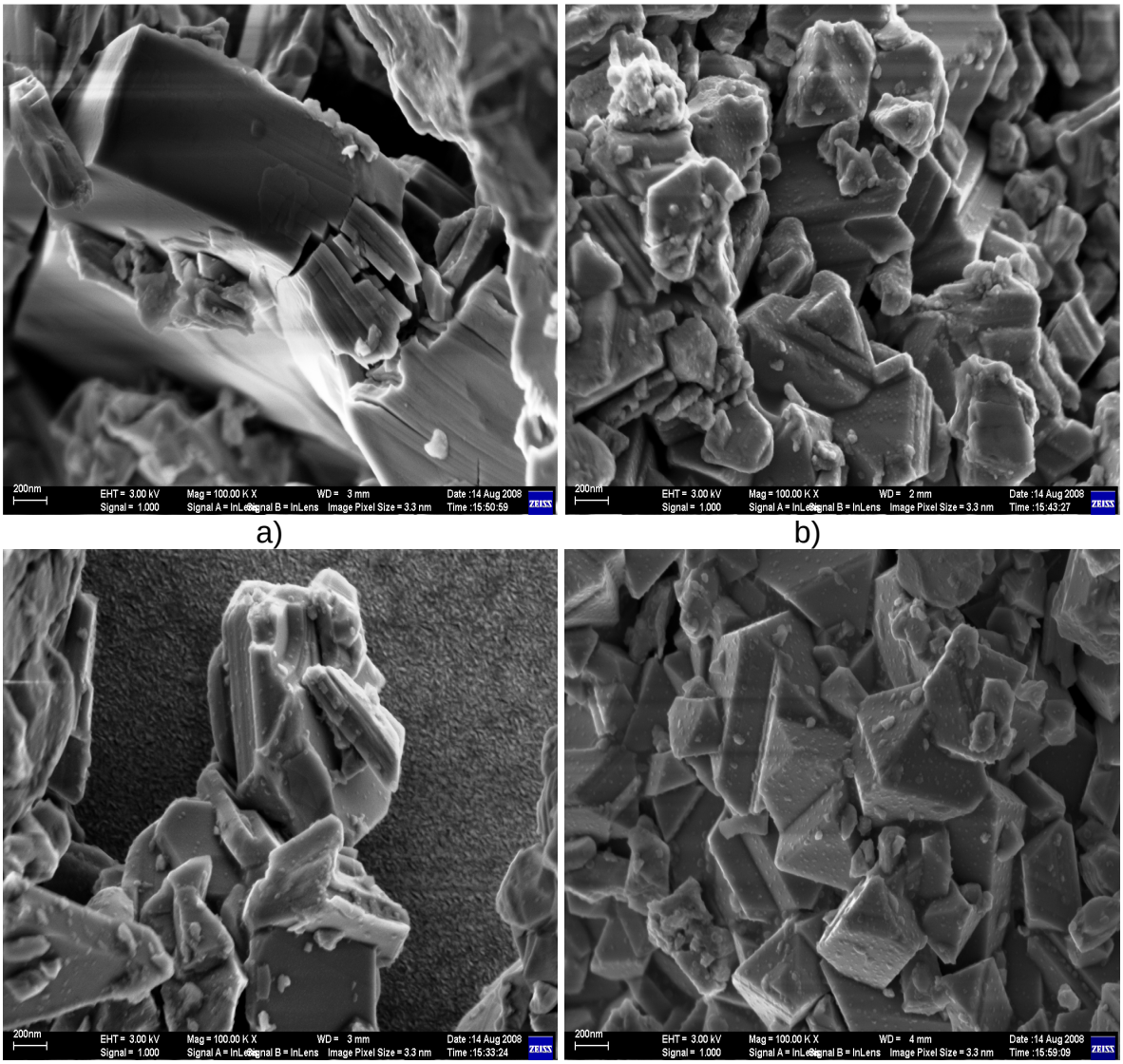


Figura 3 – Micrografias das amostras obtidas com aumento de 100000X: a)$BaCo_2$ b)$BaCo_{1,4}Ni_{0,6}$, c)BaCoNi e d)$BaNi_2$.

Observa-se nas micrografias obtidas dos pós que a variação no percentual dos elementos dopantes influenciou na forma e tamanho das partículas, consequentemente na distribuição do tamanho das partículas e no grau de aglomeração. Pode-se observar ainda que as partículas do pó de composição $BaCoNiFe_{16}O_{27}$ (denominada BaCoNi) apresentaram maior aglomeração conduzindo a maior porosidade. Como observado nos dados de densidade a verde esta amostra apresenta menor densidade a verde média. Observa-se ainda que a amostra com composição $BaCo_{1,4}Ni_{0,6}Fe_{16}O_{27}$ e a de composição $BaCo_2Fe_{16}O_{27}$ (denominada $BaCo_{1,4}Ni_{0,6}$ e $BaCo_2$, respectivamente) apresentaram um crescimento mais

acentuado das partículas o que contribuiu para aumentar a densificação, o que é comprovado pelos resultados de densidade que mostram que estas amostras apresentam uma maior densidade a verde média.

CONCLUSÕES

A substituição de Co e Ni dentro da estrutura da hexaferrita de bário permitiu mudanças nas características microestruturais. A obtenção da fase hexaferrita tipo W foi antecedida pela obtenção da fase tipo M que apareceu como uma fase secundária durante o processamento da hexaferrita de bário. Pôde-se observar que com o aumento da concentração de níquel, houve uma tendência de aumento da porosidade e em conseqüência uma diminuição da densidade dos compactos, as densidades relativas modificaram com a temperatura de sinterização, ou seja, maior temperatura promoveu uma maior densificação do material.

Observou-se nas micrografias obtidas dos pós que a variação no percentual dos elementos dopantes influenciou na forma e tamanho das partículas, consequentemente na distribuição do tamanho das partículas e no grau de aglomeração. Pôde-se observar ainda que as partículas do pó de composição $BaCoNiFe_{16}O_{27}$ apresentaram maior aglomeração conduzindo a maior porosidade, a amostra com composição $BaCo_{1,4}Ni_{0,6}Fe_{16}O_{27}$ e a de composição $BaCo_2Fe_{16}O_{27}$ apresentaram um crescimento mais acentuado das partículas o que contribuiu para aumentar a densificação.

Agradecimentos: Ao IFMA, UFMA, CNPq e CAPES pelo incentivo a pesquisa.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. REDDY, N. K., and MULAY, V. N. Magnetic properties of W-type ferrites. Materials Chemistry and Physics, vol. 76, pp. 75-77, 2002.

2. MARINO, P.A. et al. Magnetic And microstructural properties of the Ti^{4+} doped barium hexaferrite. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, vol.280 ,pp.214-220, 2004.

3. SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. Progress in Materials Science, vol. 46, pp. 1-184, 2001.

4. RIBEIRO, M. J. e ABRANTES, P. M. Moagem em Moinho de Bolas: Estudo de Algumas Variáveis e Otimização Energética do Processo Cerâmica Industrial, 6 (2) Março/Abril, 2001.

5. HONGYING, Li et al. Prepararation and characterization of w-type hexaferrite doped with La^{3+}. Journal of Rare Earths, vol. 25, pp. 590-595, 2007.

SYNTHESIS AND MICROSTRUCTURAL CHARACTERIZATION TYPE W ($BaCo_{2-x}Ni_xFe_{16}O_{27}$) HEXAFERRITE

ABSTRACT

The objective was to obtain W type barium ferrites with composition $BaCo_{2-x}Ni_xFe_{16}O_{27}$ using the traditional ceramic method which is very common in industries of ceramic processing as a method of economic and relative ease of obtaining ceramic powders. Aiming to change some properties, many researches are conducted with the use of doping in ferrites. These impurities produce changes in electrical and magnetic properties and knowledge of these changes gives us information of the values of these properties and the limit of application to be used and the type of impurity, which could lead to obtaining high quality ferrites. Additives materials can affect the electrical properties, magnetic and microstructure of ferrites by different mechanisms. Thus, we aimed to investigate the effect of substitution of the elements cobalt (Co) and nickel (Ni) in the microstructure of the W type hexaferrite with stoichiometric formula $BaCo_{2-x}Ni_xFe_{16}O_{27}$, with x = 0.0, 0.6, 1.0 and 2.

Key-words: type W hexaferrite, characterization, additives.