

HEXAFERRITA DE Co-Ba PARA APLICAÇÕES NO ENCAPSULAMENTO DE SENSORES E EM RADOME NA FAIXA DE RF E MICRO-ONDAS

G. P. Zanella^{1,2*}; A. C. C. Migliano^{1,2};
Trevo Coronel Aviador José Alberto Albano do Amarante, nº 1 – Putim
Cep: 12228-001
São José dos Campos – SP – Brasil
*glaucopzanella@hotmail.com

¹Instituto Tecnológico de Aeronáutica – São José dos Campos – SP

²Instituto de Estudos Avançados – Divisão de Física Aplicada, São José dos
Campos – SP

RESUMO

O estudo das propriedades eletromagnéticas dos materiais, aplicáveis em sensores e blindagens espaciais e aeronáuticas, sob diversas condições ambientais, é necessário para garantir a sua perfeita funcionalidade, conforme estabelecida em projetos diversos. Dessa forma, o objetivo geral deste trabalho foi estudar a síntese de hexaferrita de Co₂Z (Ba₃Co₂Fe₂₄O₄₁), visando a sua aplicação como RADOME. Foram fabricadas amostras de hexaferritas do tipo Z por dois diferentes tempos de sinterização: 6 e 24 horas. Ambas foram confeccionadas utilizando o método por reação do estado sólido. Foram realizadas análises de microscopias óptica, eletrônica de varredura para observar a formação dos grãos e também foi realizado difração de raios X para confirmação da estrutura cristalina desejada. As dispersões de permeabilidade e permissividade complexas foram obtidas na faixa de 40 Hz a 13,5 GHz. O estudo da refletividade foi importante para definir a espessura de confecção de amostras em forma de placas com refletividade nula.

Palavras-Chave: RADOME, Ferrita, Co₂Z, Permeabilidade Magnética Complexa, Permissividade Elétrica Complexa.

INTRODUÇÃO

Ferritas hexagonais, também conhecidas como hexaferritas, são compostos que apresentam um arranjo cristalino complexo que é construído a partir do empilhamento de estruturas com simetrias hexagonais e romboédricas⁽¹⁾. Desde a

sua descoberta, na década de 1950, verificou-se um aumento no grau de interesse das ferritas hexagonais e, hoje elas representam a maior parte dos materiais magnéticos totais fabricados no mundo. Essas ferritas possuem uma infinidade de usos e aplicações comerciais e tecnológicas como, por exemplo, ímãs permanentes, materiais de armazenamento de dados e componentes de dispositivos elétricos que operam em micro-ondas⁽²⁾.

O estudo das propriedades eletromagnéticas dos materiais nas faixas de radiofrequência (RF) e de micro-ondas, apesar de ser um campo antigo da física, ainda hoje possui grande importância acadêmica e tecnológica. As técnicas empregadas nas medidas dessas propriedades são importantes, principalmente para o desenvolvimento de compósitos e estruturas funcionais, absorvendo o espalhamento eletromagnético ou isolando termicamente sensores sem interferir em suas propriedades eletromagnéticas⁽³⁻⁵⁾.

Estes isolamentos são comumente utilizados em sistemas de radares, onde deseja-se proteger a antena de intempéries através do uso de um domo de proteção (RADOME). Esta proteção deve ser feita de um material que apresente baixas perdas elétricas e magnéticas, ou seja, à parte imaginária da permissividade (ϵ'') e da permeabilidade (μ'') próximas a zero. Além disso, a parte real da permissividade (ϵ') e da permeabilidade (μ') deve manter um valor constante, para não influenciar no sinal incidente ou emitido⁽⁶⁾.

O principal objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de uma hexaferrita do tipo Co_2Z e a avaliação de suas propriedades eletromagnéticas para aplicação em RADOME. Análises microestruturais deste material, assim como análises referente a composição e massa específica, também são efetuadas utilizando os seguintes métodos: Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Difração de Raios-X (DRX); Microscopia Óptica (MO).

MATERIAIS E MÉTODOS

Preparação das amostras

O método utilizado na preparação das amostras foi o cerâmico convencional ou reação do estado sólido. Primeiramente, os óxidos de Cobalto, Bário e Ferro foram separados e pesados nas proporções estequiométricas para obtenção da estequiometria desejada. Após a pesagem, os óxidos foram moídos e misturados

em moinho de bolas excêntrico durante 1 hora. A pré-sinterização ocorreu por 4 horas a 1100 °C, com taxa de aquecimento de 200 °C h⁻¹.

Amostras para as diversas caracterizações foram compactadas a partir do pó pré-sinterizado moído, por meio de prensagem uniaxial de 50 MPa. As amostras conformadas foram sinterizadas com patamar de 1330 °C, seguindo a mesma taxa de aquecimento da pré-sinterização, mas de acordo com a literatura, o aquecimento não pode ser direto para 1330 °C, então se realizou um pré-aquecimento por 4 horas até o patamar de 1100 °C, obedecendo à taxa de aquecimento de 200 °C h⁻¹. Por fim, elevou-se a temperatura até 1330 °C, onde esta permaneceu por 6 horas para o primeiro lote e o segundo lote permaneceu por 24 horas.

Análise microestrutural

As análises microestruturais e cristalográficas foram realizadas utilizando amostras das ferritas de 6 e 24 horas no formato de pastilhas. Um dos métodos utilizados para análise de superfície foi a microscopia ótica, que foi realizada utilizando um microscópio óptico da Zeiss, modelo Axio Image A2m.

Também foram realizadas análises de superfície utilizando dois Microscópios Eletrônicos de Varredura (MEV). Para ambas as análises, as imagens foram obtidas por meio do modo de elétrons retroespalhados, para avaliação da uniformidade do crescimento de grão e porosidade.

Para identificar as fases presentes, e determinar os parâmetros de rede da estrutura cristalina as pastilhas também foram submetidas a análise por meio da técnica de Difração de Raios X (DRX). Para esta análise foi empregado um difratômetro de raios X da Rigaku, modelo Ultima IV X-Ray DIFRATOMETER, com radiação monocromática de CuK α ($\lambda=0,15418$ nm). As amostras foram analisadas em temperatura ambiente, onde a varredura foi feita em um ângulo de 20° a 90°.

Caracterização Eletromagnética

Para obtenção dos dados necessários para caracterização eletromagnética das ferritas, foram utilizados dois equipamentos: um analisador de impedância e um analisador de redes.

As medidas na faixa de frequência de 40 Hz a 110MHz foram realizadas com o analisador de impedância Agilent, modelo 4294A. Este analisador foi calibrado com

o conjunto de calibração Agilent, modelo 85054D, utilizando o método SOL (*Short-Open-Load*), que utiliza padrões de curto, aberto e carga⁽³⁾. As amostras no formato toroidal foram posicionadas em um conector tipo N ligado a um adaptador modelo 42942A da Agilent.

Na faixa de frequência entre 300 kHz e 13.5 GHz, foi utilizado um analisador de redes programável (Programmable Network Analyzer – PNA) da Agilent, modelo N5231A. As medidas dos parâmetros S foram realizadas utilizando duas portas do PNA. Para conectar os cabos ao porta-amostra coaxial, foi utilizado um adaptador do padrão SMA para o padrão tipo N.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Análise microestrutural

A análise de DRX foi realizada para confirmar as estruturas cristalinas presentes nas amostras sinterizadas. Os picos encontrados de maior intensidade identificam a presença da fase Co_2Z desejada. Entretanto, picos de fases secundárias estão presentes no gráfico, mostrando a formação das estruturas cristalinas W e Y, sendo que a dificuldade na obtenção somente da fase com estrutura Z é relatada por autores na literatura. Segundo Zhang⁽⁷⁾, as fases secundárias presentes podem ser reduzidas ou eliminadas sinterizando a amostra com o mesmo ciclo térmico por mais de uma vez. A figura 1 mostra os gráficos de DRX para as amostras de 6 e 24 horas. Para alguns picos não foi possível à identificação das fases associadas. Entretanto, foi possível identificar a presença da estrutura cristalina tipo Z com base no banco de dados disponível no sistema DRX e foram corroborados com a literatura^(8,9).

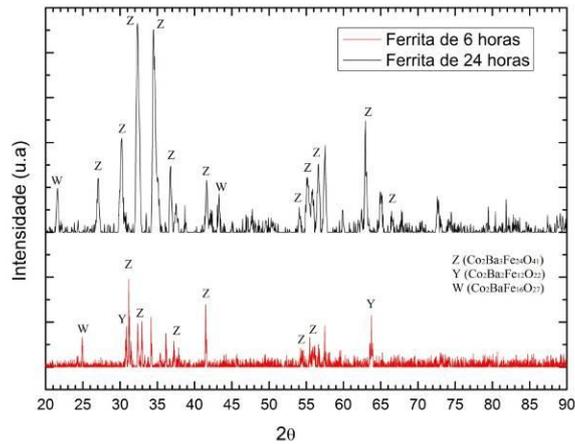


Figura 1: DRX para as ferritas de cobalto bário sinterizadas a 1330 °C.

As amostras sinterizadas por 6 horas apresentaram porosidade intra e intergranular. Um exemplo da porosidade nessas amostras é mostrado na figura 2.a. O processo de sinterização não favoreceu a densificação da ferrita de 24 horas. A migração dos poros intragranulares, para as regiões de contornos de grão, aconteceu devido à tendência da diminuição de energia do sistema. Entretanto, esta diminuição de energia não foi o suficiente para que a densificação fosse favorecida. Na figura 2.b podem ser observados os poros intergranulares desta ferrita.

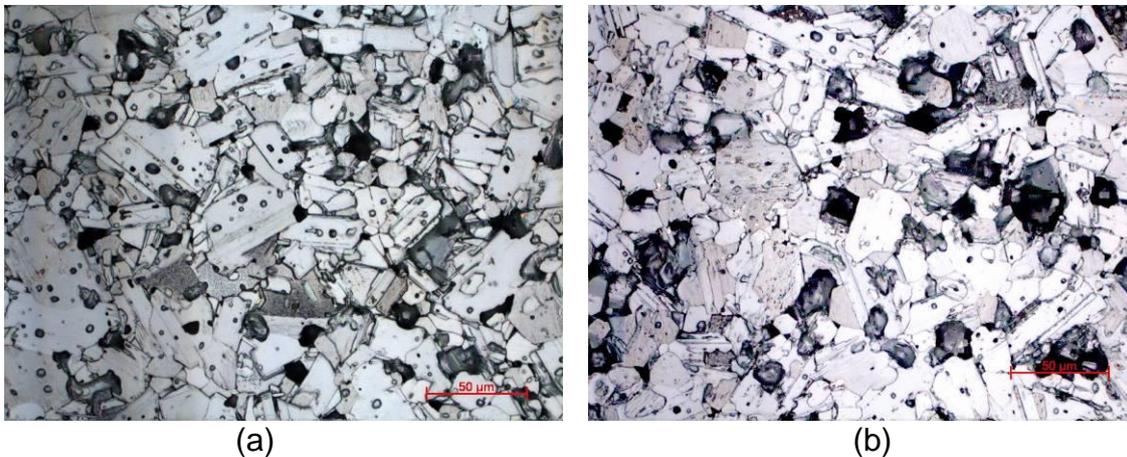


Figura 2: Micrografia do pó sinterizado a 1330 °C por (a) 6 horas e (b) 24 horas.

Por meio de imagens adquiridas com o MEV, foi possível observar uma heterogeneidade no tamanho dos grãos. Esta heterogeneidade pode ser observada tanto para a ferrita de 6 horas quanto para a ferrita de 24 horas, conforme apresentado na figura 3. Também podem ser observadas as diferenças quanto à porosidade intra e intergranulares para as ferritas de 6 e 24 horas, como discutido anteriormente.

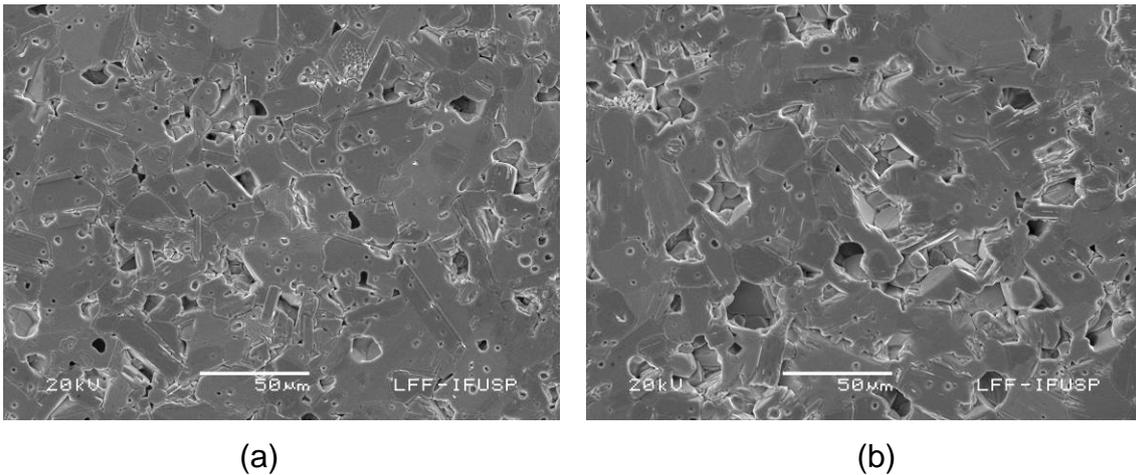


Figura 3: Micrografia do pó sinterizado a 1330 °C por (a) 6 horas e (b) 24 horas.

Caracterização Eletromagnética

Ao analisar as ferritas de 6 e 24 horas foi observado um valor constante da permeabilidade em toda faixa de frequência, figura 4. A parte real da permeabilidade para a ferrita de 6 horas apresentou um valor próximo a 4,4, enquanto que para a ferrita de 24 horas, esta permeabilidade real ficou próxima a 5,4. A ferrita sinterizada por 24 horas apresentou um valor maior para a parte real, devido a ela possuir uma estrutura cristalina mais rica na fase do tipo Z, porém a ferrita sinterizada por 6 horas apresentou valor inferior devido à presença de fases secundárias, como a do tipo Y e W. Para ambas as ferritas a parte imaginária da permeabilidade ficou próxima do valor zero, indicando que as perdas são desprezíveis nesta faixa de frequência.

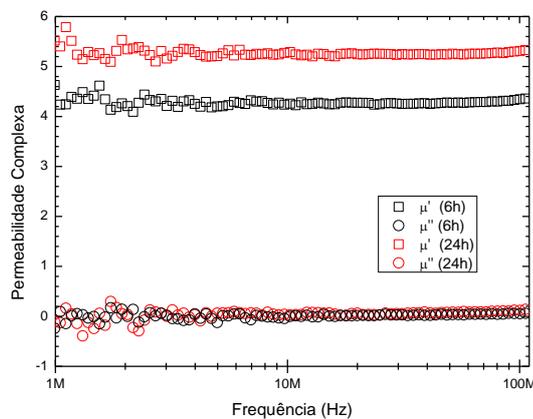


Figura 4: Permeabilidade complexa das amostras em baixa frequência.

A permissividade complexa para as ferritas de 6 e 24 horas foi avaliada na faixa de frequência de 1 kHz a 100 MHz. O gráfico da dispersão da permissividade é mostrado na figura 5. Pode-se observar que para ambas as amostras das ferritas houve um decaimento da parte real. Para a ferrita de 6 horas o valor de ϵ' em 1 kHz é próximo de 23, enquanto para a ferrita de 24 horas este valor se aproxima de 33. Entretanto, com o aumento da frequência, o valor de ϵ' para ambas as ferritas decai para 11 em 100 MHz, aparentando se manter constante acima desta frequência. Isto também é devido a presença de menores quantidades das fases secundárias.

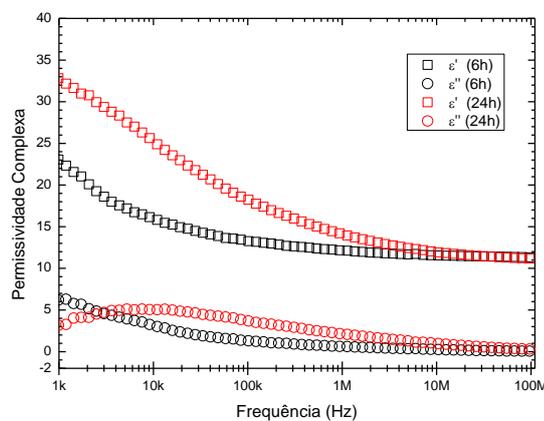


Figura 5: Permissividade complexa das amostras em baixa frequência.

A parte real da permeabilidade se manteve constante até 900 MHz para a ferrita de 6 horas e até 650 MHz para a ferrita de 24 horas, com valores de 4,5 e 5,5 respectivamente, figura 6. Tachibana⁽¹⁰⁾ observou na parte imaginária da permeabilidade duas ondulações marcando dois pontos de máximo. O primeiro pico que ocorre entre 500 - 800 MHz é devido a ressonância do deslocamento das paredes de domínios magnéticos e o segundo pico que ocorre entre 1,5 – 2 GHz correspondente a frequência natural de ressonância ferromagnética devido a rotação dos spins. Para as amostras medidas, verificou-se que houve um deslocamento nas frequências de ressonância. O primeiro pico apareceu em 1,3 GHz e 1 GHz para as ferritas sinterizadas por 6 e 24 horas, respectivamente. E o segundo pico apareceu aproximadamente em 3 GHz e 2,8 GHz para as ferritas sinterizadas durante 6 e 24 horas, respectivamente.

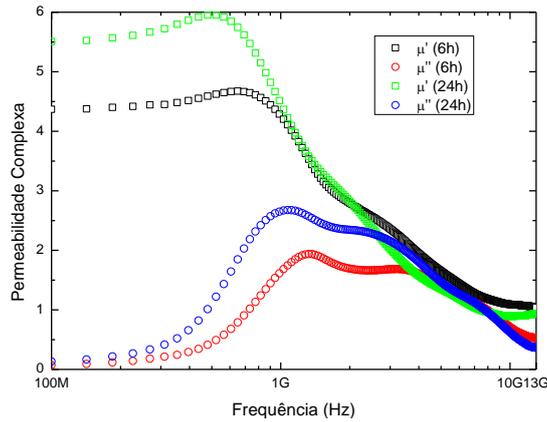


Figura 6: Permeabilidade complexa das amostras em alta frequência.

As curvas de permissividade complexa para as ferritas de 6 e 24 horas são mostradas na figura 7. A parte real da permissividade da ferrita de 6 horas apresentou um valor constante próximo a 19, enquanto para a ferrita de 24 horas o valor foi próximo a 50 até as frequências de, respectivamente, 2,1 GHz e 1,7 GHz. Pode-se notar que, para a ferrita de 6 horas o valor de ϵ'' em 100 MHz é próximo ao que foi medido com o analisador de impedância, apresentado na figura 7. Porém, para a ferrita de 24 horas, houve uma diferença entre os valores medidos com o analisador de redes e com o analisador de impedância. Isto aconteceu por causa do diâmetro interno das amostras, que são 3,088 mm e 3,156 mm para as ferritas de 6 e 24 horas, respectivamente.

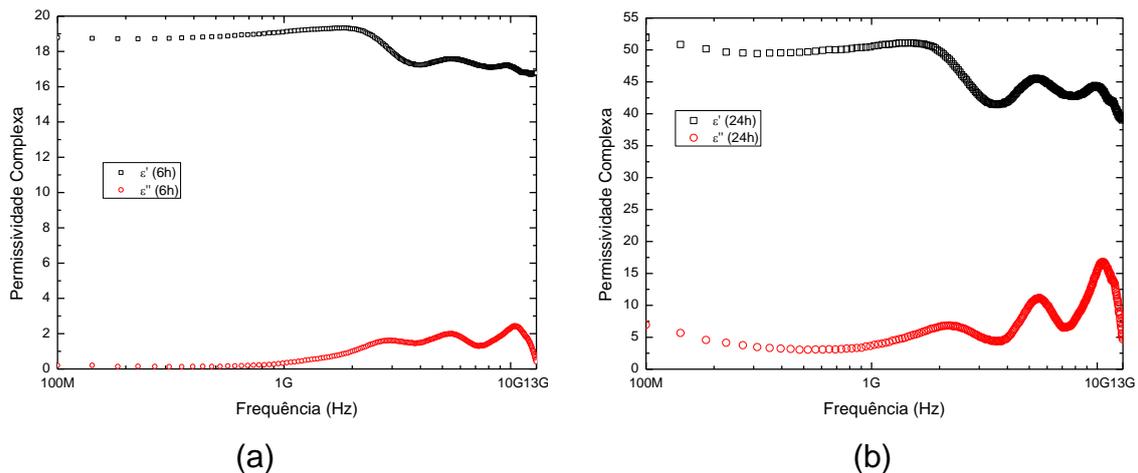


Figura 7: Permissividade complexa da (a) ferrita de 6 horas e da (b) ferrita de 24 horas, medidas com o PNA.

Estas ferritas apresentaram comportamento Debye, onde é possível identificar as frequências de relaxação. Com base nos dados da permissividade complexa de cada amostra pode-se gerar o diagrama de Cole-Cole para localizar estas frequências. A frequência de relaxação da ferrita de 6 horas ocorreu aproximadamente em 3,0 GHz. Para a ferrita de 24 horas ocorreu em 2,2 GHz, aproximadamente. Segundo Rashad⁽¹¹⁾, as oscilações acima da frequência de relaxação são respostas dos saltos dos elétrons entre Fe^{2+} para Fe^{3+} .

Os dados de permissividade e permeabilidade complexas são utilizados para calcular a impedância do meio com amostra que, por sua vez, são usadas para calcular a refletividade. Na figura 8 são apresentados os gráficos da impedância do meio e da refletividade da ferrita de 6 horas.

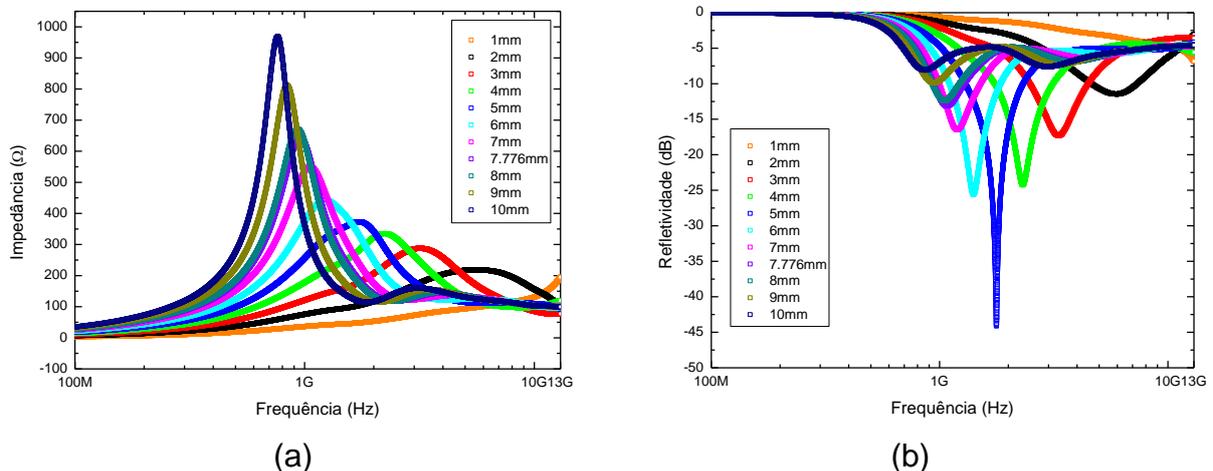


Figura 8: (a) Impedância do meio e (b) Refletividade da ferrita sinterizada por 6 horas.

Esses gráficos foram gerados supondo uma variação de comprimento da amostra entre 1 e 10 mm, além da curva para o comprimento medido da amostra, ou seja, 7,776 mm. O menor valor de refletividade observado foi de -44 dB em 1,77 GHz, referente a espessura de 5 mm. Isto significa que mais de 99,9% da onda não foi refletida. A impedância de entrada nesta frequência é de 372 ohms. A menor refletividade observada para a espessura da amostra fabricada (7,776 mm) foi de -13 dB em 1,07 GHz, com uma impedância de entrada de 555 ohms.

Na figura 9 são apresentados os gráficos da impedância de entrada e da refletividade da ferrita de 24 horas. Esses gráficos também foram gerados supondo

uma variação de comprimento da amostra entre 1 e 10 mm, além do seu comprimento real (7,533 mm).

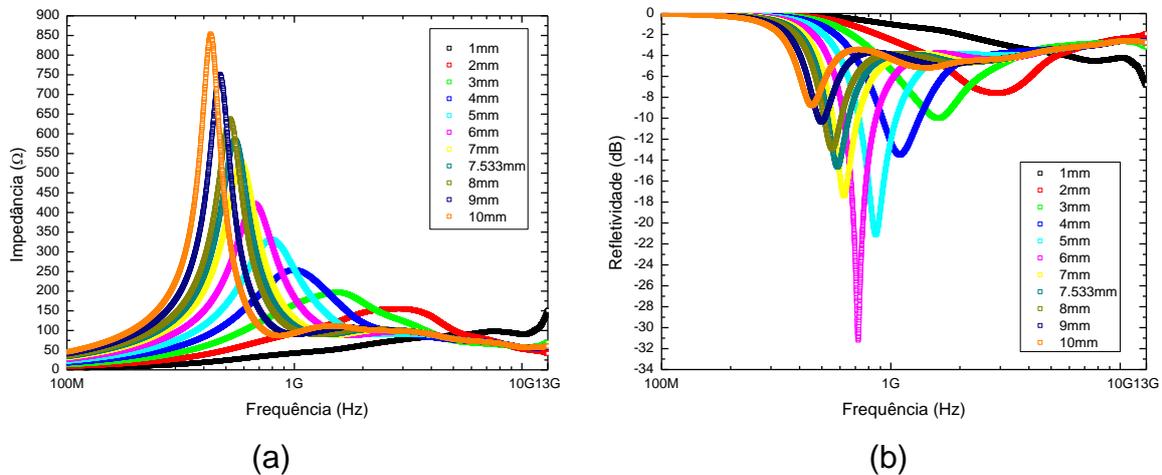


Figura 9: (a) Impedância do meio e (b) Refletividade da ferrita sinterizada por 24 horas.

Para esta amostra, o menor valor de refletividade foi de -31 dB em 720 MHz. Esta refletividade foi observada na amostra com espessura de 6 mm e implica que 99,9% do sinal não foi refletido. A impedância de entrada nesta frequência foi de 396 ohms. Para a espessura da amostra confeccionada (7,533 mm), a menor refletividade foi de -14 dB na frequência de 589 MHz. A impedância de entrada para esta frequência é de 517 ohms.

É interessante notar que mesmo com a impedância de entrada igual à impedância do ar o material será menos refletivo. A menor refletividade se dá por conta do casamento entre as propriedades intrínseca dos materiais (μ e ϵ) com o comprimento da amostra. Também é importante ressaltar que uma refletividade abaixo de 99,9% não é equivalente a uma transmissão de 99,9%. Devido às propriedades dos materiais podem ocorrer perdas significativas quanto a absorção.

CONCLUSÕES

Avaliando a refletividade para as ferritas de 6 e 24 horas, com os dados obtidos, foi possível calcular um comprimento da amostra propício a uma baixa refletividade. Vale ressaltar que a refletividade baixa não implica em uma transmissão completa do sinal, pois pode haver perdas por absorção.

Contudo, as partes reais da permeabilidade, que apresentaram valores constantes até 900 MHz e 650 MHz, dão indícios de que este material tem uma possível aplicação para RADOME. O comportamento constante da permeabilidade é importante para a recomposição do sinal emitido, ou recebido, por uma antena ou receptor. Durante a emissão ou recepção do sinal, a onda eletromagnética pode sofrer uma atenuação na região de continuidade da permeabilidade. Contudo que o comportamento da atenuação seja linear, o tratamento deste sinal se torna menos complexo.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho foi desenvolvido como parte dos projetos “Desenvolvimento de ferritas de cobalto para aplicações no encapsulamento de sensores em RF e micro-ondas” (projeto FAPESP nº 2012/01448-2) e “Desenvolvimento de cerâmicas com aplicações em encapsulamento de sensores em RF e micro-ondas, RADOMES e biossensores” (projeto CAPES Pró-Estratégia nº 050/2011). A CAPES pela bolsa de doutorado. Ao IEAv e ao AMR/IAE pela infraestrutura cedida para realização das análises. E ao Laboratório de Física da USP LFF-IFUSP.

REFERÊNCIAS

1. DO, T. B. **High temperature composite materials and magnetodielectric composites for microwave application**. 2010. 222f. Tese (Doutorado em Ciências e Engenharia dos Materiais) - Universidade de Michigan, Ann Arbor.
2. PULLAR, R. C. Hexagonal ferrites: A review of the synthesis, properties and applications of hexaferrite ceramics. **Progress in Materials Science**, v. 57, n.57, p.1191-1334, Apr. 2012.
3. CHEN, L. F.; ONG, C. K.; NEO, C. P.; VARADAN, V. V.; VARADAN, V. K.; **Microwave electronics: measurement and materials characterization**, New York: John Wiley & Sons, 2004.
4. REITZ, J. R.; MILFORD, J. F.; CHRISTY, R. W.; **Fundamentos da teoria eletromagnética**. Tradução de R. B. Sander. 18ª reimpressão. Rio de Janeiro: Elsevier, 1982.
5. VON HIPPEL, A. R. **Dielectric materials and applications**. Cambridge: The MIT Press, 1966. 438p.

6. CHEN, C. W. **Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials**. 1º Ed. Livemore: Dover Publications, 1986.
7. ZHANG, H.; LI, L.; ZHOU, J.; YUE, Z.; MA, Z., GUI, Z. Microstructure characterization and properties of chemically synthesized Co₂Z hexaferrite. **Journal of the European Ceramic Society**. v.21, 2001. p.149-153.
8. HAHN, D. W.; HAN, Y. H. Co₂Z type ferrites prepared by sol-gel method. **Materials Chemistry and Physics**. v.95, p.248-251, Jun. 2006.
9. SMIT, J.; WIJN, H.P.J. **FERRITES: physical properties of ferromagnetic oxides in relation to their technical applications**. Eindhoven: Phillips Technical Library and Powder Metallurgy, 1959. 369p.
10. TACHIBANA, T.; NAKAGAWA, T.; TAKADA, Y.; IZUMI, K.; YAMAMOTO, T. A.; SHIMADA, T.; KAWANO, S. X-ray and neutron diffraction studies on iron-substituted Z-type hexagonal barium ferrite: Ba₃Co_{2-x}Fe_{24+x}O₄₁ (x=0-0,6). **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. v.262, 2003. p.248-257.
11. RASHAD, M. M.; RASLY, M.; EL-SAYED H. M.; SATTAR, A. A.; IBRAHIM, I. A. Controlling the composition and the magnetic properties of hexagonal Co₂Z ferrite powders synthesized using two different methods. **Applied Physics A: Materials Science & Processing**. Nov. 2012.

TITLE

HEXAFERRITE OF Co-Ba FOR APLICATION IN ENCAPSULATION OF SENSORS AND RADOME IN RF AND MICROWAVE FREQUENCY

ABSTRACT

The study of electromagnetic properties of materials, applicable to the aeronautical and space sensors and shields, under various environmental conditions, it is necessary to ensure the perfect functionality, as established in projects. Thus, the objective of this work was to study the synthesis of hexaferrite Co₂Z (Ba₃Co₂Fe₂₄O₄₁), aiming their application as RADOME. Samples were manufactured by sintering in two different times: 6 and 24 hours. Both were made using the method by solid state reaction. Analyses of optical microscopy, scanning electron microscopy were performed to observe the formation of grains and were also performed X-ray diffraction to confirm the desired crystalline structure. The dispersions permeability and complex permittivity were obtained in the range of 40 Hz to 13.5 GHz The study was reflectivity important to define the thickness of sample preparation in the form of boards with zero reflectivity.

Key-words: RADOME, Ferrite, Co₂Z, Complex permittivity, Complex permeability.