

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA – UFSC
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA – EMC
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS E ENGENHARIA DE
MATERIAIS – PGMAT

ESTUDO DE COMPÓSITOS MAGNÉTICOS MOLES DE FERRO RECOBERTO
POR SUSPENSÃO DE NANOPARTÍCULAS DE
ALUMINA EM VIDRO LÍQUIDO

Tese de Doutorado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina, como requisito para a obtenção do título de Doutor em Ciência e Engenharia de Materiais.

Doutorando: Gustavo Tontini

Orientador: Valderes Drago

Florianópolis, SC

21/6/2017

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Tontini, Gustavo
ESTUDO DE COMPÓSITOS MAGNÉTICOS MOLES DE FERRO
RECOBERTO POR SUSPENSÃO DE NANOPARTÍCULAS DE
ALUMINA EM VIDRO LÍQUIDO / Gustavo Tontini ;
orientador, Valderes Drago, 2017.
97 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós
Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais,
Florianópolis, 2017.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2.
Compósitos Magnéticos Moles. 3. Materiais
Magnéticos. 4. Metalurgia do Pó. 5. Máquinas
Elétricas. I. Drago, Valderes. II. Universidade
Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação
em Ciência e Engenharia de Materiais. III. Título.

GUSTAVO TONTINI

**ESTUDO DE COMPÓSITOS MAGNÉTICOS MOLES DE FERRO RECOBERTO
POR SUSPENSÃO DE NANOPARTÍCULAS DE
ALUMINA EM VIDRO LÍQUIDO**

Esta tese foi julgada adequada para obtenção do Título de Doutor, e aprovada em sua forma final pelo Programa Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Florianópolis, 21 de junho de 2017.

Prof. Dr. Guilherme Mariz de Oliveira Barra
Coordenador do Curso
Universidade Federal de Santa Catarina

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Valderes Drago
Orientador
Universidade Federal de Santa Catarina

Dr. Daniel Rodrigues
Membro Externo
BRATS Ind. Com. Ltda-ME

Prof. Dr. Lírio Schaeffer
Membro Externo
Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Prof. Dr. Aloísio Nelmo Klein
Membro
Universidade Federal de Santa Catarina

Dr.^a Gisele Hammes
Membro
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof. Dr. Nelson Jhoe Batistela
Membro
Universidade Federal de Santa Catarina

Aos meus avós, Mansueto e Marina, aos meus pais, Márcio e Leninha e ao meu grande mestre Valderes Drago. Todos que nunca falharam ou sequer hesitaram em me apoiar. Que investiram e acreditaram em mim, mesmo quando eu próprio duvidava.

AGRADECIMENTOS

Este trabalho é apenas uma breve parcela da amálgama de experiências vividas e conhecimentos adquiridos através do contato com cada pessoa que tenha cruzado meu caminho, momentânea ou continuamente, durante este período. Por cada contribuição, direta ou indireta, serei eternamente grato!

Agradeço especialmente aos meus pais, Márcio e Leninha, e aos meus avós, Mansueto e Marina, cujo exemplo, apoio e fé me mantém seguro para continuar explorando o mundo e a vida e motivado para tentar orgulhá-los em cada descoberta.

Aos meus irmãos, Bethânia, Guilherme, Ricardo, Diogo, Luiz Fernando e Kazu, cada um único e especial e que, independente da distância, me inspiram a refletir suas virtudes para superar qualquer obstáculo.

À minha namorada, Letícia, pela fonte de amor, paciência e carinho tão importantes para recarregar as energias e enfrentar o dia a dia com alegria.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Valderes Drago, que desde meu mestrado, agiu como um segundo pai, sempre disponível e dedicado em compartilhar todo o seu vasto conhecimento, apoiando não só este projeto, mas minha formação como pesquisador e pessoa.

À todo o time envolvido no projeto, especialmente aos colegas Ita, Maísa, Leandro e Letícia cuja presteza e conhecimento não só engrandeceram, mas fundamentaram este trabalho e o tornaram possível. Considero esta tese tão deles quanto minha, se não mais. Também ao Prof. Dr. Nelson Jhoe Batistela e os colegas Ricardo e Indiara pela indispensável ajuda na obtenção e interpretação dos dados eletromagnéticos.

Aos membros do Mössbauer Racing Team, Vitão, Miguel, Ninja, André, Moisés, Rafacalouro, Ian e Loser por todas as ajudas prestadas, discussões, anedotas, brincadeiras, sacanagens, histórias, maldades, boas ações, entre muitas outras coisas, ou seja, páfias.

Também aos grandes amigos de diferentes nichos, Urashima, Renatinha, Kbum, Bernardo, Shinta, Curadi, Gabi, Lidi, Boli, Jeff, Rolf, Clau, Jivas, Tassi, Luiz Gabriel, Nati, Ian, Yohas, Vitão, Mallmann, Tati, Su, Rici e muitos outros por cada momento precioso que pudemos dividir nesse tempo.

À Embraco, CAPES e BNDES pelo apoio financeiro, aos Laboratórios Central de Microscopia Eletrônica, de Difração de Raios-X e ao Grupo de Concepção e Análise de Dispositivos Eletrônicos da UFSC pela disponibilidade dos equipamentos.

"Os seres humanos, praticamente únicos em sua habilidade de aprender com a experiência dos outros, também podem ser notáveis por sua aparente aversão a fazê-lo."

(Douglas Adams, 1990)

RESUMO

Este trabalho apresenta um estudo e desenvolvimento de novos materiais para aplicações magnéticas moles (*Soft Magnetic Materials*) com ênfase para a produção de motores elétricos especiais por metalurgia do pó. É proposta uma metodologia de revestimento de partículas de ferro com uma fina camada isolante de silicatos de sódio, também conhecido como vidro líquido, visando a redução de perdas magnéticas por correntes parasíticas. O revestimento também é modificado através da dispersão de finas partículas cerâmicas na solução de silicato com o objetivo de estudar a sua influência no comportamento elétrico, térmico e mecânico da camada vítrea formada. Os materiais são caracterizados em relação às suas propriedades elétricas, magnéticas e mecânicas. Obteve-se com sucesso um revestimento vítreo sem e com nanopartículas de alumina depositado sobre as partículas de ferro. A dispersão de nanopartículas permite que o material seja tratado a uma temperatura mais alta que quando o revestimento consiste em silicato de sódio puro, aliviando tensões residuais geradas durante a compactação e diminuindo a potência dissipada por perdas estáticas. Dentre os resultados obtidos, o material, cujas partículas de ferro foram submetidas a um tratamento de crescimento de grão e em seguida revestidas com dispersão vítrea de nanopartículas de alumina em silicato de sódio, tratado a 500 °C por 30 min apresentou uma resistividade de 46,14 $\mu\Omega\cdot\text{m}$, permeabilidade relativa de 175 e perdas totais de 2,06 W/kg medidas para uma indução máxima de 450 mT e frequência de 60 Hz.

Palavras-chave: Compósitos Magnéticos Moles; Materiais Magnéticos; Metalurgia do Pó; Máquinas Elétricas.

ABSTRACT

This work presents a study and development of new materials for soft magnetic special applications (Soft Magnetic Materials) with emphasis for the production of electrical motors by powder metallurgy. It is proposed a coating methodology of iron powders with a thin insulating layer of sodium silicates, also known as liquid glasses, aiming the reduction of the magnetic losses by parasitic currents. The coating is also modified through the dispersion of fine ceramic particles in the silicate solution to study their influence on electrical, thermal and mechanical behavior of the formed glass layer. The materials are characterized concerning their electrical, magnetic and mechanic properties. A vitreous layer with and without aluminium oxide nanoparticles deposited over the iron particles was successfully obtained. The nanoparticles dispersion on the coating allows higher treatment temperatures than the coating of pure sodium silicate, alleviating residual stresses generated during the pressing process and reducing the dissipated potency by static losses. Between the obtained results, the material, whose iron particles were submitted to a grain growth process and then coated with vitreous suspension of aluminum oxide nanoparticles in sodium silicate, treated to 500 °C over 30 min presented electrical resistivity of 46,14 $\mu\Omega\cdot\text{m}$, relative permeability of 175 and total loss of 2,06 W/kg measured for an maximum induction 450 mT and frequency of 60 Hz.

Keywords: Soft Magnetic Composites; Magnetic Materials; Powder Metallurgy; Electrical Machines.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - (a) Curva inicial de magnetização em um grão de material ferromagnético. (b) Ciclo de histerese para um material ferromagnético inicialmente desmagnetizado.	30
Figura 2 - Exemplos de curvas típicas de histerese (<i>B-H</i> e <i>J-H</i>) em materiais magnéticos moles (a) e magnéticos duros (b)	32
Figura 3 - Correntes parasitas geradas em um material condutor maciço (direita) e em chapas isoladas (esquerda) por uma variação de fluxo magnético.	34
Figura 4 - Correntes parasitas intra- e inter-particulares	36
Figura 5 - Perdas de energia específica por ciclo por frequência de magnetização em laminados de Fe-Si com grão orientado (espessura 0,29 mm) sob polarização senoidal ($J_p = 1,32$ T).	37
Figura 6 - Diagrama esquemático dos componentes de um SMC.	39
Figura 7 - Regiões de aplicação dos materiais utilizados em campo magnético AC.	39
Figura 8 - Motor ABS comercial: (a) com aço elétrico laminado e (b) novo modelo com SMC.	40
Figura 9 - Imagem de microscopia óptica de pó de Fe (AHC 100.29) peneirado.	45
Figura 10 - Partículas de ferro AT 500 antes (esquerda) e depois (direita) do processamento mecânico de esferoidização em misturador cilíndrico com esferas de aço.	46
Figura 11 - Ciclo térmico para crescimento de grão do pó de ferro.	46
Figura 12 - Ferro AT 500 antes (esquerda) e depois (direita) do tratamento de crescimento de grão.	47
Figura 13 - Ciclo de tratamento térmico dos corpos de prova retangulares e toroidais.	52
Figura 14 - Ciclo de tratamento térmico da amostra de referência Somaloy.	52
Figura 15 - Corpos de prova cilíndricos a verde.	53
Figura 16 - Ilustração do toróide utilizado para medida das propriedades elétricas e magnéticas.	53
Figura 17 - Ilustração do circuito magnético confeccionado pelo GRUCAD - UFSC.	55
Figura 18 - Detalhe da seção do núcleo do circuito magnético.	56
Figura 19 - Perfis de DRX do silicato de sódio aquecido a 85 °C, 130 °C e 500 °C respectivamente.	60
Figura 20 - Metalografia de corpo de prova AHC(11 _{Na}) tratado termicamente a 750 °C por 1 h sob fluxo de argônio, com taxa de aquecimento de 10 °C/min.	61
Figura 21 - Mapa químico da amostra AHC(11 _{Na}) tratada a 750 °C por 1 h.	61
Figura 22 - Curvas de variação dimensional dos materiais da etapa I tratados a 1150 °C por 1 h, com taxa de aquecimento de 10 °C/min e atmosfera de argônio.	62
Figura 23 - Imagens de MO (esquerda) e MEV (direita) das amostras AHC(11 _{Na}) (a), AHC(11 _{Na} 11 _{A1350}) (b), AHC(11 _{Na} 11 _{T30}) (c) e AHC(11 _{Na} 11 _{T160}) (d).	64
Figura 24 - Curvas de TGA até 1150 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/min e atmosfera de ar sintético, indicando o ganho percentual de peso de cada amostra ao final do processo.	66
Figura 25 - Curva de compressibilidade das amostras AT(11 _{Na}) e AT(11 _{Na} 11 _{A20}).	67

Figura 26 - Resistividade elétrica das amostras AT(11 _{Na}) e AT(11 _{Na} 11 _{A20}) por temperatura.	69
Figura 27 - Permeabilidade magnética relativa a 10 e 60 Hz das amostras AT(11 _{Na}) e AT(11 _{Na} 11 _{A20}) tratadas em 500, 600 e 700 °C.....	71
Figura 28 - Laços de histerese, medidos a 10 e 60 Hz com uma indução máxima de 450 mT, das amostras AT(11 _{Na}) e AT(11 _{Na} 11 _{A20}) tratadas a diferentes temperaturas.	73
Figura 29 - Perdas totais obtidas a 60 Hz das amostras Somaloy, AT(11 _{Na}) e AT(11 _{Na} 11 _{A20}) tratadas a diferentes temperaturas.	74
Figura 30 - Separação de perdas a 60 Hz das amostras de Somaloy, AT(11 _{Na}) e AT(11 _{Na} 11 _{A20}) tratadas a diferentes temperaturas.	75
Figura 31 - Razão percentual de massa entre isolante e ferro por concentração.	77
Figura 32 - Tensão máxima de ruptura no ensaio de resistência a flexão em 3 pontos para as amostras AT(11 _{Na}) ⁵⁰⁰ , AT(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰ e Somaloy.	78
Figura 33 - Resistividade elétrica das amostras ATGC(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰ e ATGC(11 _K 11 _{A20}) ⁵⁰⁰ em comparação com as amostras Somaloy, AT(11 _{Na}) ⁵⁰⁰ e AT(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰	81
Figura 34 - Curvas de permeabilidade a 60 Hz das amostras ATGC(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰ e ATGC(11 _K 11 _{A20}) ⁵⁰⁰ em comparação às amostras Somaloy, AT(11 _{Na}) ⁵⁰⁰ e AT(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰	82
Figura 35 - Curvas de perdas totais a 60 Hz das amostras ATGC(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰ e ATGC(11 _K 11 _{A20}) ⁵⁰⁰ em comparação às amostras Somaloy, AT(11 _{Na}) ⁵⁰⁰ e AT(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰	83
Figura 36 - Separação de perdas a 60 Hz das amostra ATGC(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰ e ATGC(11 _K 11 _{A20}) ⁵⁰⁰ em comparação às amostras Somaloy, AT(11 _{Na}) ⁵⁰⁰ e AT(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰	84
Figura 37 - Esquema conceitual de perdas magnéticas no ferro.....	95

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Classificação dos materiais magnéticos em função de sua permeabilidade	29
Tabela 2 - Valores de resistividade elétrica de silicatos de sódio e potássio com diferentes razões molares e em diferentes temperaturas.....	44
Tabela 3 - Tamanho médio das partículas de pó de ferro após peneiramento.....	47
Tabela 4 - Propriedades físicas dos silicatos utilizados.....	48
Tabela 5 - Amostras produzidas na Etapa I: Exploração.....	50
Tabela 6 - Amostras produzidas na Etapa II: Processamento.....	50
Tabela 7 - Amostras produzidas na Etapa III: Otimização.....	51
Tabela 8 - Amostras de AT revestidas por dispersão de nanopartículas de alumina em silicato de sódio e tratadas termicamente a 500 °C, 600 °C e 700 °C sob atmosfera de argônio.....	68
Tabela 9 - Resultados sumarizados das amostras apresentadas nas Etapas II e III.....	79
Tabela 10 - Amostras da Etapa III, buscando a otimização das propriedades magnéticas.....	80

LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS

- AHC – Pó de ferro puro AHC 100.29 peneirado; $\phi_{\text{médio}} = 128 \mu\text{m}$
- AT – Pó de ferro puro AT 500 esferoidizado; $\phi_{\text{médio}} = 222 \mu\text{m}$
- ATGC – Pó de ferro puro AT 500 esferoidizado e com grão crescido; $\phi_{\text{médio}} = 277 \mu\text{m}$
- B – Densidade de fluxo magnética; indução magnética (unidade = T)
- DRX – Difração de Raios-X
- EDX – *Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X)
- f – Frequência de magnetização (unidade = Hz)
- H – Campo magnético aplicado a um material (unidade = A/m)
- J – Polarização magnética; $J = \mu_0 M$ (unidade = T)
- M – Magnetização; campo magnético gerado por um material (unidade = A/m)
- MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura
- MO – Microscopia Óptica
- P_{cl} – Potência dissipada por perdas clássicas por correntes parasitas (unidade = W/kg)
- P_{exc} – Potência dissipada por perdas excedentes (unidade = W/kg)
- P_{h} – Potência dissipada por perdas estáticas ou perdas por histerese (unidade = W/kg)
- P_{t} – Potência total dissipada; $P_{\text{t}} = P_{\text{h}} + P_{\text{cl}} + P_{\text{exc}} = P_{\text{h}} + P_{\text{w}}$ (unidade = W/kg)
- P_{w} – Potência dissipada por perdas dinâmicas; $P_{\text{w}} = P_{\text{cl}} + P_{\text{exc}}$ (unidade = W/kg)
- $P(C_{\text{Si}}|C_{\text{Np}})^{\text{T}}$ – Nome das amostras onde,
- P = pó base utilizado (AHC, AT ou ATGC);
- C_{Si} = concentração de silicato de sódio (C_{Na}) ou potássio (C_{K});
- C_{Np} = concentração de partículas dispersas na solução de silicato, sendo Np:
- A1350 = Al_2O_3 ($\phi_{\text{médio}} = 1,35 \mu\text{m}$), A20 = Al_2O_3 ($\phi_{\text{médio}} = 0,020 \mu\text{m}$),
- T30 = TiO_2 ($\phi_{\text{médio}} = 0,030 \mu\text{m}$) e T160 = TiO_2 ($\phi_{\text{médio}} = 0,160 \mu\text{m}$).
- T = temperatura de patamar final do tratamento térmico do corpo de prova
- R_{m} – Razão molar entre sílica e óxido de metal alcalino M; $\text{SiO}_2:\text{M}_2\text{O} = R_{\text{m}}$
- SMC – *Soft Magnetic Composite* (Compósito Magnético Mole)
- Somaloy – Somaloy[®] 700 3P (Höganäs)
- TGA – Termogravimetria
- μ_{r} – permeabilidade relativa ($\mu_{\text{r}} = B/(\mu_0 H)$)
- ρ_{R} - Resistividade elétrica do material (unidade = $\Omega \cdot \text{m}$)
- $\phi_{\text{médio}}$ - Diâmetro médio de partículas

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	15
LISTA DE TABELAS	17
LISTA DE SÍMBOLOS, SIGLAS E ABREVIATURAS	19
SUMÁRIO	21
1 – INTRODUÇÃO	23
2 – OBJETIVOS	25
2.1 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS	25
3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
3.1 – FUNDAMENTOS DE MAGNETISMO	27
3.2 – MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS E A HISTERESE	30
3.3 – PERDAS MAGNÉTICAS	32
3.3.1 - Componente de Perda por Histerese (W_h)	33
3.3.2 - Componente de Perda Clássica por Correntes Parasitas (W_{cl})	34
3.3.3 - Componente de Perda Excedente (W_{exc})	36
3.4 – COMPÓSITOS MAGNÉTICOS MOLES (SMCs)	38
3.4.1 - Somaloy®	41
3.5 – SILICATOS ALCALINOS (VIDRO LÍQUIDO).....	42
4 – DESENVOLVIMENTO EXPERIMENTAL	45
4.1 – PÓ DE FERRO BASE	45
4.2 – SILICATO ALCALINO	47
4.3 – REVESTIMENTO DO PÓ DE FERRO	48
4.3.1 - Etapa I: Exploração	49
4.3.2 - Etapa II: Processamento	50
4.3.3 - Etapa III: Otimização	51
4.4 – CORPOS DE PROVA	51
4.4.1 - Corpos de prova cilíndricos	53
4.4.2 - Corpos de prova toroidais	53
4.4.3 - Corpos de prova retangulares	54
4.5 – MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO.....	54
4.5.1 – Termogravimetria (TGA)	54
4.5.2 – Difração de Raios-X (DRX)	54

4.5.3 – Tratamento Térmico em Dilatômetro.....	54
4.5.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).....	55
4.5.5 – Microscopia Óptica (MO).....	55
4.5.6 – Resistividade Elétrica.....	55
4.5.7 – Permeabilidade e Perdas Eletromagnéticas.....	57
4.5.8 – Resistência Mecânica à Flexão.....	58
5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	59
5.1 – ETAPA I: EXPLORAÇÃO.....	59
5.1.1 - Etapa I: Secagem do Silicato.....	59
5.1.2 - Etapa I: Primeiro Teste.....	60
5.1.3 - Etapa I: Tratamento Térmico em Dilatômetro.....	62
5.1.4 - Etapa I: TGA.....	65
5.2 – ETAPA II: PROCESSAMENTO.....	67
5.2.1 - Etapa II: Compactação.....	67
5.2.2 - Etapa II: Tratamento Térmico.....	68
5.2.3 - Etapa II: Resistividade Elétrica.....	69
5.2.4 - Etapa II: Permeabilidade Magnética e Laços de Histerese.....	70
5.2.5 - Etapa II: Perdas.....	73
5.2.6 - Etapa II: Resistência Mecânica.....	77
5.3 – ETAPA III: OTIMIZAÇÃO.....	79
6 – CONCLUSÕES.....	85
7 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	89
8 – REFERÊNCIAS.....	91
ANEXO A – PARÂMETROS E DEPENDÊNCIAS ASSOCIADOS A PERDAS MAGNÉTICAS.....	95
ANEXO B – FICHA TÉCNICA: SOMALOY® 700 3P - 800 MPa.....	97

1 – INTRODUÇÃO

Materiais magnéticos revolucionaram nossas vidas sendo amplamente utilizados nas indústrias de eletrônica, computação e telecomunicação. Durante as últimas décadas, diferentes tipos de materiais magnéticos foram utilizados incluindo ferro puro, suas ligas (Fe-Ni, Fe-Ni-P, Fe-Nd-B e Fe-Si) e ferritas moles e duras (Ni-Zn, Mn-Zn e ferritas Ba) (1).

A ideia de utilizar compósitos ferro-resina para aplicações magnéticas moles (conhecidos como *Soft Magnetic Composites* – SMCs) não é nova, porém, apenas atualmente suas propriedades e tecnologias de processamento estão suficientemente desenvolvidas para uma aplicação satisfatória. Estes materiais são desenvolvidos para prover propriedades magnéticas competitivas (alta permeabilidade relativa e magnetização de saturação), mas com alta resistividade elétrica visando minimizar as perdas clássicas por correntes parasitas (1).

A natureza isotrópica do SMC combinada às possibilidades de conformação permite o planejamento de peças com geometrias não usuais e tridimensionais, oferecendo vantagens em relação aos aços elétricos laminados tradicionais (1).

No estado da arte encontram-se SMCs com revestimentos formados por materiais tanto orgânicos quanto inorgânicos. Os SMCs com revestimento orgânico apresentam baixo custo e simplicidade na produção do material. Porém, esta classe de compósitos apresenta uma grande desvantagem que é a baixa temperatura possível de processamento, o que aumenta consideravelmente sua componente de perdas estáticas. Além disso, é comum a degradação do revestimento debilitando também sua componente de perdas dinâmicas com o tempo. Já os revestimentos inorgânicos, apesar de normalmente mais caros, expandem as possibilidades de processamento, principalmente em relação a temperatura, permitindo a diminuição das tensões residuais e defeitos introduzidos na compactação e portanto diminuindo a componente de perdas estáticas. Ainda assim, mesmo dentre os SMCs revestidos com materiais inorgânicos encontrados no estado da técnica em literatura científica e patentária, identificou-se a necessidade do desenvolvimento de estratégias que aumentem a resistência térmica do revestimento, permitindo temperaturas de processamento ainda mais altas, otimizando as propriedades de perdas dos SMCs para uma maior faixa de frequências.

O objetivo deste trabalho, apresentado no segundo capítulo, é o desenvolvimento de rotas novas, simples e econômicas de SMCs ferrosos através do revestimento do pó de

ferro com uma fina camada isolante de silicatos alcalinos e suspensões de nanopartículas nestes silicatos, visando melhorar a resistência térmica do revestimento, aumentando sua temperatura possível de processamento e, por consequência, diminuindo suas perdas magnéticas.

O terceiro capítulo trata de uma revisão bibliográfica, com uma breve revisão sobre os fundamentos do magnetismo e a classificação de materiais magnéticos com ênfase em materiais ferromagnéticos. São também discutidas as perdas em aplicações eletromagnéticas, uma introdução aos SMCs, destacando suas propriedades, vantagens e desvantagens em relação à outros materiais magnéticos moles e suas aplicações. Por fim é feita uma breve exposição sobre silicatos de metais alcalinos que foram utilizados como fase vítrea de recobrimento no decorrer deste trabalho.

Os procedimentos experimentais adotados na produção e caracterização dos materiais discutidos neste trabalho são apresentados no quarto capítulo. As amostras produzidas foram caracterizadas tanto na forma particulada quanto compactadas e tratadas termicamente a diferentes temperaturas, com destaque para as medidas de resistividade elétrica, permeabilidade relativa e perdas eletromagnéticas e comparação destas propriedades em relação ao Somaloy[®] 700 3P, comercializado pela empresa Höganäs AB, considerado referência mundial na área de SMCs.

No quinto capítulo são apresentados os resultados e discussões referentes tanto às propriedades dos materiais particulados produzidos quanto ao seu processamento por metalurgia do pó.

Este trabalho fez parte do projeto "Desenvolvimento de novos materiais metálicos para viabilizar a sustentabilidade e o aumento da eficiência energética de compressores", sendo uma pesquisa em conjunto entre a Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e a Empresa Brasileira de Compressores (Embraco) com recursos do Banco Nacional de Desenvolvimento Econômico e Social (BNDES) e da empresa. Grande parte do desenvolvimento experimental e discussões foi realizada paralelamente e em conjunto com duas dissertações de mestrado apresentadas por Daros, M. T. (2016) (2) e Ramos Filho, A. I. (2016) (3) ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da UFSC. Os estudos destes trabalhos também foram unidos e depositados em forma de patente de privilégio de inovação no Instituto Nacional da Propriedade Intelectual (INPI) com número de registro BR1020160196817 (4).

Os últimos capítulos tratam respectivamente das conclusões do trabalho, sugestões para trabalhos futuros, referências utilizadas no decorrer do texto e por fim, anexos.

2 – OBJETIVOS

Este trabalho teve como objetivo central desenvolver novos SMCs através do recobrimento de partículas de ligas ferrosas com fase isolante.

Os materiais estudados são variações originais de rotas existentes na literatura, levando a produção de materiais inéditos que podem apresentar propriedades mais adequadas a determinadas aplicações eletromagnéticas.

Tal estudo foi motivado pela possibilidade de aplicação destes materiais como alternativa aos aços elétricos tradicionais na produção de motores elétricos especiais.

2.1 – OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Desenvolver rotas novas, simples e econômicas de produção de SMCs ferrosos através do revestimento de um pó de Fe com uma fina camada isolante de um silicato de metal alcalino com dispersão de nanopartículas nesta fase vítrea, visando melhorar a resistência térmica do revestimento, aumentando sua temperatura possível de processamento e, por conseqüência, diminuindo suas perdas magnéticas.
2. Determinar propriedades eletromagnéticas dos materiais desenvolvidos como resistividade elétrica, permeabilidade magnética, perdas eletromagnéticas e a influência do tratamento térmico nas mesmas.

3 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Neste capítulo é tratada uma breve revisão sobre os fundamentos do magnetismo e a classificação de materiais magnéticos com ênfase em ferromagnéticos. São também discutidas as perdas em aplicações eletromagnéticas, uma introdução aos SMCs, destacando suas propriedades, vantagens e desvantagens em relação à outros materiais magnéticos moles e suas aplicações. Por fim, é feita uma exposição sobre silicatos de metais alcalinos que foram utilizados como fase vítrea de recobrimento no decorrer deste trabalho.

3.1 – FUNDAMENTOS DE MAGNETISMO

Todos os materiais, independentemente de seu estado físico, apresentam características magnéticas que, sem se aprofundar nos princípios quânticos, podem-se dizer como provenientes do estado de spin dos elétrons dos átomos e de sua interação ao serem submetidos à campos magnéticos externos (5).

Através de uma abordagem clássica, utilizando o conceito de que cargas em movimento geram campos magnéticos, os elétrons apresentariam um momento magnético de spin, \vec{Y}_{spin} , gerado pela rotação em torno do seu próprio eixo e um momento magnético orbital, $\vec{Y}_{orbital}$, associado ao seu movimento ao redor do núcleo. A soma vetorial das duas contribuições resulta em um momento magnético resultante, \vec{Y}_i . Apesar de o núcleo também apresentar um momento magnético, sua contribuição é desprezível em relação ao dos elétrons (5).

$$\vec{Y}_i = \vec{Y}_{spin} + \vec{Y}_{orbital} \quad [1]$$

Considerando um material magnético de volume V , composto por n átomos com momentos magnéticos, \vec{Y}_i , apontando aleatoriamente no espaço, o seu momento magnético total será a soma vetorial das contribuições de todos os seus átomos:

$$\vec{Y} = \sum_i^n \vec{Y}_i \quad [2]$$

As definições de magnetização, \vec{M} , ou magnetização específica, $\vec{\sigma}$, para um sólido, são expressas como sendo o momento magnético resultante por unidade de volume V , ou massa m , respectivamente (5):

$$\vec{M} = \frac{\vec{Y}}{V} \quad \text{ou} \quad \vec{\sigma} = \frac{\vec{Y}}{m} \quad [3]$$

No sistema internacional de unidades (SI), o magnetismo é atribuído à um campo gerado por espiras de corrente elétrica. O campo magnético, \vec{H} , no centro de um solenóide com comprimento l , n voltas e uma corrente i , é dado por:

$$\vec{H} = \frac{ni}{l} \hat{z} \quad [4]$$

Sendo \hat{z} o versor paralelo ao eixo do solenóide, com sentido definido pela convenção da mão direita.

Caso o interior deste solenóide contenha um material magnético, será induzida uma densidade de fluxo magnético, \vec{B} , também chamada de indução magnética, dada pela expressão:

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{H} + \vec{M}) \quad [5]$$

onde B é dado em tesla (T), H e M são dados em ampere por metro (A/m) e μ_0 é conhecida como a constante magnética, ou permeabilidade do vácuo, com valor de $4\pi \times 10^{-7}$ H/m. A Equação [5] é conhecida como a convenção de Sommerfeld (5).

É igualmente possível expressar a magnetização em unidades de tesla pela convenção de Kenelly, multiplicando-a por μ_0 e chamando-a de polarização magnética \vec{J} como mostrado na Equação [6].

$$\vec{B} = \mu_0\vec{H} + \vec{J} \quad [6]$$

Também é comum ser definida a permeabilidade μ de um material como a relação B/H ou, mais comumente, a sua respectiva permeabilidade relativa μ_r :

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0} \quad [7]$$

A permeabilidade é freqüentemente citada na engenharia em aplicações de materiais magnéticos moles. Porém, é importante ressaltar que é um valor principalmente qualitativo (5) por duas razões:

1. A permeabilidade varia imensamente com a intensidade do campo aplicado, e materiais magnéticos moles raramente são utilizados em aplicações com campo constante.

2. A permeabilidade é altamente sensível à estrutura e, portanto, depende não só da composição, mas da microestrutura e do processamento do material.

O comportamento magnético dos materiais é usualmente classificado a partir do valor e das dependências de permeabilidade com a temperatura (T) e o campo aplicado (H) como resumido na Tabela 1:

Tabela 1 - Classificação dos materiais magnéticos em função de sua permeabilidade

Material	μ_r	Dependência de μ_r	
		T	H
Espaço vazio	1	Não	Não
Diamagnético	<1	Não	Não
Paramagnético	>1	Sim	Sim*
Antiferromagnético	>1	Sim	Sim*
Ferrimagnetismo	>>1	Sim	Sim
Ferromagnetismo	>>1	Sim	Sim

* A dependência da permeabilidade com H dos materiais para- e antiferromagnéticos normalmente só se torna apreciável para campos maiores que 10 tesla, sendo praticamente desprezível para campos mais baixos (5).

Fonte: Autoria Própria

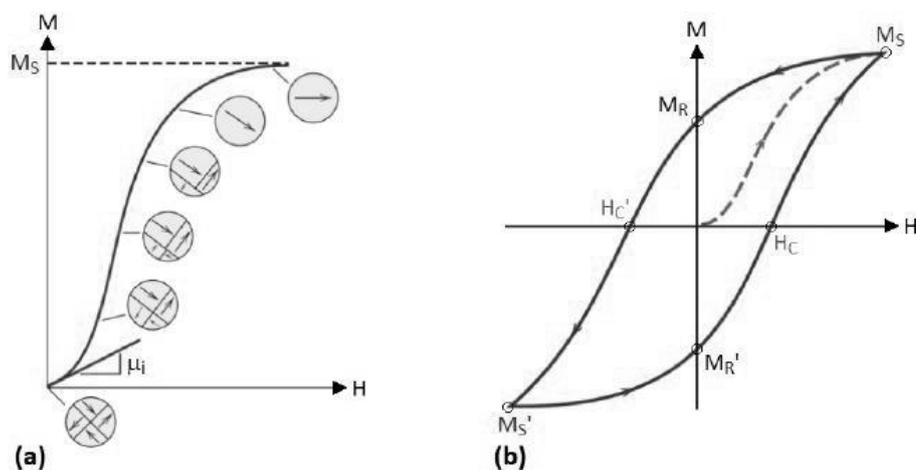
Materiais dia- e paramagnéticos são aqueles que não exibem interações magnéticas coletivas e não são magneticamente ordenados. Antiferro-, ferri- e ferromagnéticos exibem uma ordem de magnetização a longo alcance abaixo de uma certa temperatura crítica. Materiais ferri- e ferromagnéticos são o que consideramos

normalmente sendo magnéticos (comportam-se da mesma maneira que o ferro). Os outros três materiais (dia-, para- e antiferromagnéticos) tem um comportamento magnético tão fraco que normalmente são chamados de "não-magnéticos" (6).

3.2 – MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS E A HISTERESE

Os materiais ferromagnéticos* são aqueles que, ao serem submetidos a um campo magnético externo, apresentam uma magnetização resultante muito mais intensa que o campo aplicado e ainda mantém alguma magnetização remanente mesmo após o campo externo ser removido (5). Este comportamento pode ser observado na forma de um laço de histerese na curva de magnetização $M-H$ como mostrada na Figura 1:

Figura 1 - (a) Curva inicial de magnetização em um grão de material ferromagnético. (b) Ciclo de histerese para um material ferromagnético inicialmente desmagnetizado.



Fonte: AMORIM, B. F. (2015) (7)

Uma das melhores maneiras de descrever uma curva de histerese é associando-a ao processo de movimentação de paredes de domínios. Supondo um material desmagnetizado (soma dos vetores magnetização espontânea do material é zero). Se não há campo externo H aplicado, M também é igual a zero. Esse ponto é exatamente a origem do gráfico da Figura 1. Aplicando-se um campo externo H , ocorrerá movimentação de paredes de domínios, e conseqüentemente aumento da quantidade de momentos magnéticos orientados na direção do campo aplicado. Ao elevar-se ainda mais

* A partir desta seção, serão omitidos os termos ferrimagnético. A não ser que explicitamente citado o contrário, todas as propriedades e discussões para ferromagnéticos valem para ambos os tipos de materiais.

o campo H , os grãos (ou pelo menos sua maioria) acabarão atingindo a condição de mono-domínio, o que representa o final da região de movimentação de paredes de domínios. Ampliando-se ainda mais o campo externo H , ocorrerá rotação de magnetização de domínios nos grãos cuja orientação cristalográfica não está perfeitamente alinhada com o campo magnético. Nesse ponto será atingida a magnetização de saturação (M_s). A partir deste momento, se H cessar, M será igual a M_r , sendo esse o ponto conhecido como remanência e o material é dito magnetizado. O campo externo aplicado H_c necessário para levar M novamente a zero após o material estar magnetizado é chamado de coercividade ou campo coercivo.

Em vez de utilizar a magnetização, M , a curva de histerese também pode ser representada com a indução magnética, B , ou da polarização magnética, J , no eixo das ordenadas. A área da curva $B-H$, ou da curva $J-H$, é de grande importância pois representa o trabalho necessário para a realização de um ciclo completo de histerese (5), o que ainda permite a classificação dos materiais ferromagnéticos em duros ou moles:

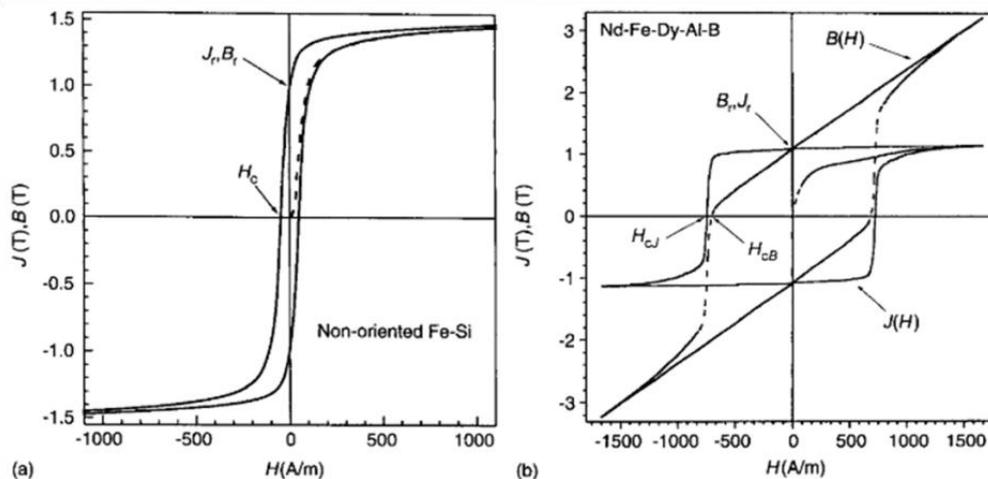
Duros: Também conhecidos como ímãs permanentes, são materiais com alta magnetização remanente e resistência à desmagnetização. Ou seja, materiais com altos valores de M_r e H_c . A curva de histerese destes materiais é alargada e com uma grande área.

Moles: São materiais com baixa resistência a magnetização e desmagnetização. Ou seja, com baixo H_c e alto μ_r . As aplicações com estes materiais beneficiam-se de uma menor área da curva de histerese, permitindo a inversão da sua magnetização com o mínimo de perdas.

A Figura 2 mostra exemplos de curvas típicas de histerese para materiais magnéticos moles (Figura 2a) e duros (Figura 2b).

Devido a alta permeabilidade e baixa coercividade dos materiais magnéticos moles, para estas aplicações, as curvas $B-H$ e $J-H$ são praticamente indistinguíveis para magnetizações e campos de interesse na engenharia e frequentemente confundidas entre si. Porém, no caso de materiais magnéticos duros, a diferença entre as duas curvas é evidente (8).

Figura 2 - Exemplos de curvas típicas de histerese ($B-H$ e $J-H$) em materiais magnéticos moles (a) e magnéticos duros (b)



Fonte: FIORILLO, F. (2004) (8)

3.3 – PERDAS MAGNÉTICAS

De acordo com a lei de indução de Faraday-Lenz, a variação do fluxo magnético, através de um solenóide com N espiras induz uma força eletromotriz, de módulo dado pela equação:

$$\varepsilon = -N \frac{d\Phi_B}{dt} \quad [8]$$

sendo Φ_B o fluxo magnético atravessando uma única espira.

Se esta força eletromotriz é induzida em um material com resistividade diferente de zero, as correntes elétricas geradas no seu interior dissiparão energia por efeito Joule. Este efeito de perda eletromagnética reduz a eficiência de dispositivos que funcionam em campos magnéticos alternados como, por exemplo, transformadores e motores elétricos (5).

A perda eletromagnética em aços para fins elétricos pode ser avaliada por meio de uma separação de perdas, proposta em 1988 por Bertotti (9), onde a perda total, W_t , em J/m^3 para uma dada frequência de magnetização, f , em Hz é composta pela soma de três componentes:

$$W_t(f) = W_h + W_{cl}(f) + W_{exc}(f) \quad [9]$$

A componente W_h , por definição, é independente da frequência de magnetização, f , enquanto as componentes $W_{cl}(f)$ e $W_{exc}(f)$ são dependentes. Estas três componentes são associadas a diferentes mecanismos de correntes parasitas e diferentes escalas de tempo do processo de magnetização que serão discutidos em mais detalhes a seguir.

Operacionalmente, também é comum classificar as perdas apenas pela sua dependência com a frequência de magnetização, sendo a componente de perdas estática ($W_{est} = W_h$) e a componente de perdas dinâmica ($W_{din}(f) = W_{cl}(f) + W_{exc}(f)$).

A potência dissipada, P_t , em W/kg em um material magnético é então obtida multiplicando-se a Equação [9] pela frequência de magnetização e dividindo pela densidade do material, ρ :

$$P_t(f) = P_h(f) + P_{cl}(f) + P_{exc}(f) = W_h \frac{f}{\rho} + W_{cl}(f) \frac{f}{\rho} + W_{exc}(f) \frac{f}{\rho} \quad [10]$$

Originalmente o formalismo de separação de perdas foi desenvolvido e testado para aços elétricos laminados, porém, pode ser expandido para outros materiais para fins elétricos, como os SMC, se devidamente consideradas as diferenças estruturais e magnéticas destes, que influenciam principalmente na natureza da componente de perdas excedentes, $W_{exc}(f)$ como feito por Kollár et al. (10).

3.3.1 - Componente de Perda por Histerese (W_h)

O primeiro termo da Equação [9], W_h , é a energia residual por volume dissipada no limite $f \rightarrow 0$ Hz. A inversão de fluxo se concentra nas paredes de domínio e, mesmo com uma excitação quase estática, surgem pequenas correntes parasitas devido ao deslocamento destas paredes. Este deslocamento também pode ser dificultado por defeitos estruturais, ocorrendo de forma intermitente e brusca (efeito Barkhausen). Pulsos de correntes, com duração de aproximadamente 10^{-9} s, são gerados em volta destes segmentos de parede de domínio a cada deslocamento brusco e dissipados por efeito Joule. Como o tempo destes pulsos é ordens de magnitude menor do que o período de magnetização ($1/f$), pode-se dizer que W_h é independente de f , e por isso, costuma ser referida como a componente de perda estática (8).

O valor de W_h é determinado experimentalmente através da área da curva de histerese medida por um método de corrente contínua (DC):

$$W_h = \oint HdB \quad [11]$$

Para aplicações de baixas frequências, a perda por histerese é a principal contribuição para as perdas totais e pode ser reduzida a partir de processos que diminuam a coercividade do material, como pelo aumento do tamanho de grão, diminuição de impurezas e alívio de tensões residuais, tendo em vista que contornos de grão, impurezas e regiões tensionadas dificultam o movimento de parede de domínios (1).

3.3.2 - Componente de Perda Clássica por Correntes Parasitas (W_{cl})

A segunda componente na Equação [9], W_{cl} , é uma componente linearmente dependente da frequência de magnetização e é calculada aplicando as leis de Maxwell ao material assumindo que este fosse completamente homogêneo do ponto de vista magnético (ausência de paredes de domínio) (8).

Correntes parasitas, ou correntes de Foucault, são induzidas em qualquer material condutor por um fluxo magnético alternado (10). Considerando um campo alternado e um material uniforme (desconsiderando efeitos de desmagnetização, efeito pelicular, entre outros efeitos estruturais) as correntes ocorrerão como mostrado na Figura 3, perpendicularmente a direção da variação de fluxo magnético.

Figura 3 - Correntes parasitas geradas em um material condutor maciço (direita) e em chapas isoladas (esquerda) por uma variação de fluxo magnético.

A componente associada a estas correntes em um material maciço (*bulk*) é dada pela Equação [12]:

$$W_{cl} = \frac{(\pi d_{ef} B_m)^2}{\beta \rho_R} f \quad [12]$$

onde d_{ef} é a dimensão efetiva das correntes parasitas (a própria espessura no caso de um material *bulk*), B_m a amplitude máxima da indução magnética, ρ_R a resistividade elétrica do material e β um coeficiente geométrico. Por exemplo, para um material com seção retangular (altura $h \geq$ largura w) perpendicular a direção do fluxo magnético (10):

$$\beta = \frac{6}{1 - 0,633 \left(\frac{w}{h}\right) \tanh\left(\frac{1,58h}{w}\right)} \quad [13]$$

Para valores de h muito maior do que w , o valor de β na Equação [13] tende a 6, conhecido para as chapas de aço laminado. Para uma seção quadrada ($h = w$), β adquire o valor de 14,3. Já para uma seção reta circular, segundo Kollár, P. et al. (2013) (10), β vale aproximadamente 20.

Uma forma de reduzir W_{cl} é utilizando materiais com alta resistividade elétrica, por exemplo, óxidos de ferro, ligas ferro-silício ou ferro-fósforo (1). A desvantagem desta abordagem é que, em alguns casos, como óxidos e ferrites, estes materiais apresentam uma menor permeabilidade magnética^{1*} e magnetização de saturação, exigindo um maior volume de material para atingir as induções desejadas.

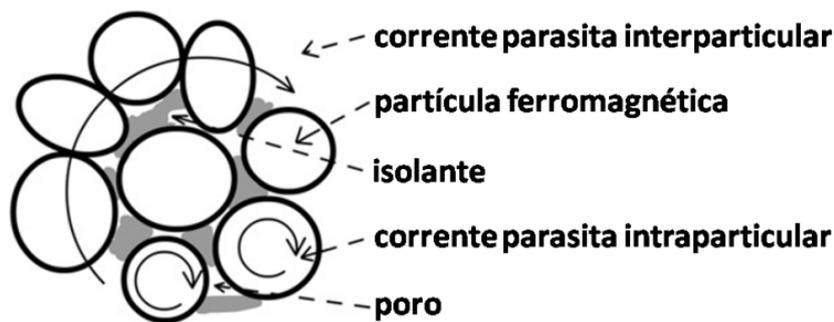
Rotores e estatores de motores elétricos são usualmente construídos com o empilhamento de chapas de ferro-silício laminado isoladas entre si. Ao empilhar e isolar as chapas paralelamente ao campo alternado como mostrado na Figura 3, as correntes parasitas ficam confinadas na espessura de cada chapa, diminuindo drasticamente a componente W_{cl} (1). A laminação das chapas também permite um aumento da permeabilidade do material através do processo de texturização e possível orientação dos grãos. Porém, sua alta eficiência é restrita a geometrias bidimensionais com as chapas alinhadas paralelamente ao eixo da indução magnética (12; 13).

* Ligas de ferro com uma baixa concentração de silício (< 5 wt%) são uma exceção, apresentando além da maior resistividade, um aumento na permeabilidade relativa em relação ao ferro puro. (29)

Outra forma de reduzir a componente W_{cl} é o de produzir um compósito onde cada partícula do material magnético é inteiramente revestida por um material isolante. Desta forma as correntes parasitas ficam confinadas dentro de cada partícula. Estes materiais são chamados de SMCs, ou compósitos magnéticos moles, que serão discutidos na Seção 3.4. Apesar de ser a forma mais eficiente de reduzir as correntes parasitas, as pequenas distâncias não-magnéticas entre as partículas agem como entreferros diminuindo a permeabilidade do compósito (1).

No caso dos SMCs a perda clássica por correntes parasitas pode ser vista como a combinação de correntes que ocorrem no interior de cada partícula perfeitamente isolada (intra-particulares) e entre partículas em contato por alguma falha no revestimento (inter-particulares) como mostrado na Figura 4 (10).

Figura 4 - Correntes parasitas intra- e inter-particulares



Fonte: KÓLAR, P. et al. (2013) (10)

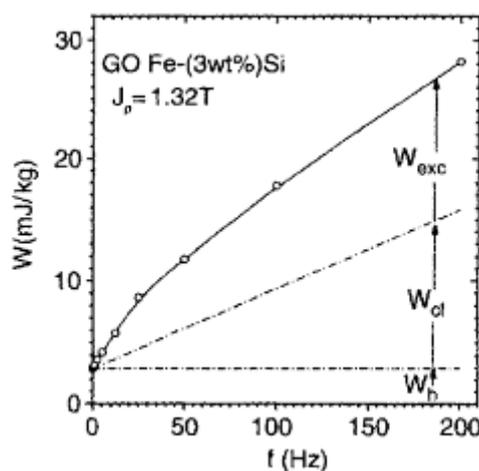
Aproximando o material para partículas esféricas e perfeitamente isoladas, pode-se estimar o valor de W_{cl} utilizando o seu diâmetro médio como d_{ef} e β como 20 na Equação [12]. Porém, caso não haja integridade completa da fase isolante, este valor estimado é muito inferior ao observado experimentalmente. Portanto, faz-se necessário considerar d_{ef} como uma média da distribuição do tamanho de conjuntos de partículas em contato, ou diâmetro circular efetivo de partículas interconectadas como proposto por Rodrigues et. al (2001) (14).

3.3.3 - Componente de Perda Excedente (W_{exc})

Na maioria dos casos, a medida experimental das perdas totais de um material para fins elétricos submetido a um campo alternado com frequência de magnetização f ,

resulta em um valor maior do que a simples soma das componentes W_h e W_{cl} , como exemplificado na Figura 5 para lâminas de Fe-Si de grão orientado. Esta diferença é definida como à componente de perdas excedentes ou anômalas, W_{exc} (8).

Figura 5 - Perdas de energia específica por ciclo por frequência de magnetização em laminados de Fe-Si com grão orientado (espessura 0,29 mm) sob polarização senoidal ($J_p = 1,32$ T).



Fonte: FIORILLO, F. (2004) (8)

A componente W_{exc} inclui perdas por movimentação, relaxação e ressonância das paredes de domínio e outros efeitos dependentes de f devido a heterogeneidade da estrutura magnética do material (8; 1).

De acordo com a teoria estatística de Bertotti (9), o comportamento dos domínios magnéticos durante o processo de magnetização pode ser descrito em termos de n objetos magnéticos simultaneamente ativos. A definição física destes objetos é diferente para diferentes microestruturas, mas em geral podem ser associados ao número de paredes de domínio simultaneamente deslocáveis participando no processo de magnetização e, em vários materiais magnéticos, segue uma relação linear com o campo coercivo do material na frequência aplicada (10).

De acordo com esta teoria, W_{exc} surge da compensação de contra-campos não homogêneos internos (causados pelas correntes parasitas) por um campo magnético externo (10). Para vários materiais magnéticos, a componente é expressa pela Equação [14].

$$W_{exc} = 2B_m n_0 V_0 \left(\sqrt{1 + \frac{16GSB_m f}{n_0^2 V_0 \rho_R}} - 1 \right) \quad [14]$$

onde n_0 é o número de objetos magnéticos ativos no processo de magnetização DC, V_0 é o parâmetro do material referente aos campos locais fixos, S a seção reta do material perpendicular ao fluxo magnético, B_m a amplitude máxima de indução, f a frequência de magnetização, ρ_R a resistividade elétrica do material e G um coeficiente adimensional igual a 0,1356 (10).

Se a condição de que $(16GSB_m f/n_0^2 V_0 \rho_R) \gg 1$ for cumprida, encontramos a dependência $W_{exc} \sim f^{1/2}$, que foi experimentalmente confirmada por Bertotti et al. (1988) (9) para laminados magnéticos.

No entanto, segundo Kollár et al. (2013) (10) para materiais heterogêneos com altos valores de ρ_R e/ou n_0 , como os SMCs, vale a condição $(16GSB_m f/n_0^2 V_0 \rho_R) \ll 1$, permitindo uma expansão em série de Laurent da Equação [14] e levando em conta apenas o seu primeiro termo resta a expressão:

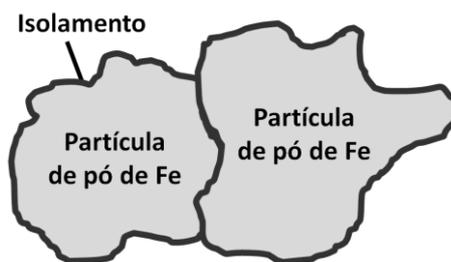
$$W_{exc} = \frac{16GSB_m^2 f}{n_0^2 \rho_R} \quad [15]$$

Desta forma, no caso de SMCs, a componente de perda excedente W_{exc} apresentaria a mesma dependência linear com a frequência que a componente W_{cl} , sendo ainda mais relevante no processo de desenvolvimento de um novo material para essas aplicações (10).

3.4 – COMPÓSITOS MAGNÉTICOS MOLES (SMCs)

Como comentado na Seção 3.3.2, uma alternativa de aços para fins eletromagnéticos com grande interesse tecnológico consiste em um composto de pó de ferro revestido com material isolante, chamado de SMC (1) mostrado no diagrama esquemáticos da Figura 6.

Figura 6 - Diagrama esquemático dos componentes de um SMC.

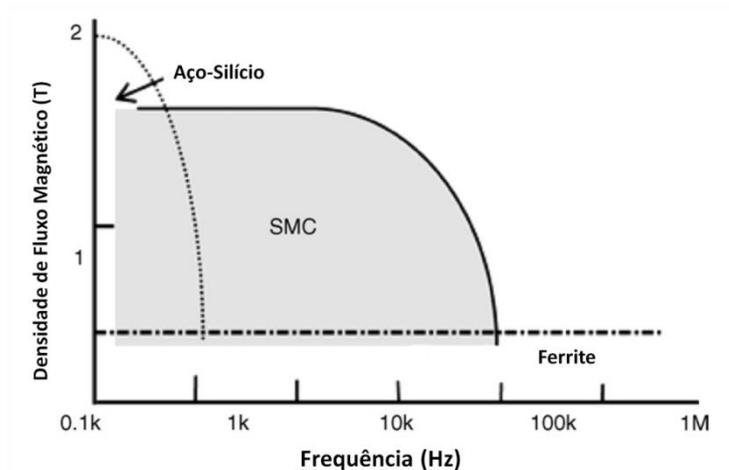


Fonte: SHOKROLLAHI, H. E JANGHORBAN, K. (2007) (1)

Por cada partícula do pó de ferro ser revestida com um material isolante, aumenta-se a resistividade inter-particular do material diminuindo-se as perdas magnéticas por correntes parasitas. A eficiência dos SMCs em relação aos aços elétricos laminados aumenta para aplicações de média e alta frequência, onde suas perdas magnéticas totais são mais dependentes das perdas dinâmicas do que das perdas estáticas. Outras propriedades de interesse deste tipo de material incluem comportamento ferromagnético isotrópico tridimensional, possibilidade de melhoria nas características térmicas, flexibilidade no *design* de processamento e montagem, reduzindo custos na produção em escala (1).

A Figura 7 mostra as regiões de aplicação para os materiais utilizados em campo magnético AC. Ferrite mole tem uma baixa perda magnética para altas frequências, porém sua baixa permeabilidade exige muito material. Aços-silício laminados tem uma grande permeabilidade, porém suas perdas são altamente dependentes da frequência. SMCs cobrem a região intermediária de aplicação.

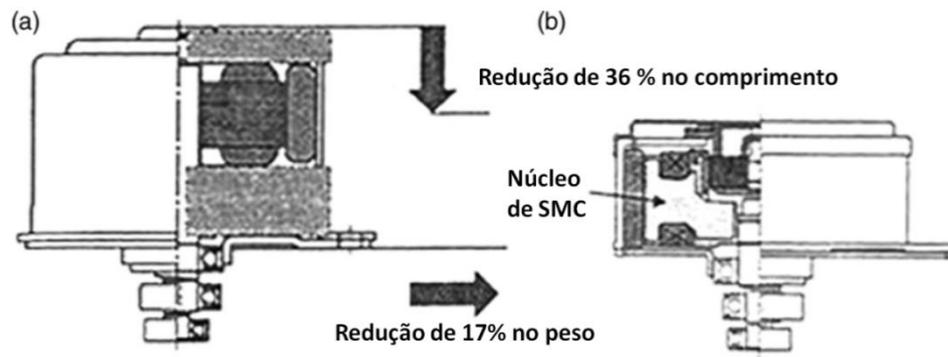
Figura 7 - Regiões de aplicação dos materiais utilizados em campo magnético AC.



Fonte: SHOKROLLAHI, H. E JANGHORBAN, K. (2007) (1)

Um exemplo da aplicação comercial de SMCs mostrado na Figura 8 é o motor-BDC, para sistemas de freio ABS produzido por Asian Seiki Co. Ltd. no Japão onde foi possível uma redução de 36 % do comprimento e de 17 % do peso do componente através da substituição do aço elétrico tradicional por um material SMC (1).

Figura 8 - Motor ABS comercial: (a) com aço elétrico laminado e (b) novo modelo com SMC.



Fonte: SHOKROLLAHI, H. E JANGHORBAN, K. (2007) (1)

Além de extensa literatura acadêmica na pesquisa e desenvolvimento de novas alternativas de SMCs e caracterização de suas propriedades, uma série de patentes foram depositadas com diferentes processos de produção e processamento destes materiais como, por exemplo, pós de ferro e suas ligas revestidos com materiais orgânicos (15) ou inorgânicos como fosfatos (16), compostos de boro (17) ou silicatos (18).

Os SMCs com revestimento orgânico apresentam baixo custo e simplicidade na produção do material. Porém, esta classe de compósitos apresenta uma grande desvantagem que é a baixa temperatura possível de processamento, o que aumenta consideravelmente sua componente de perdas estáticas. Além disso, é comum a degradação do revestimento debilitando também sua componente de perdas dinâmicas com o tempo. Já os revestimentos inorgânicos, apesar de normalmente mais caros, expandem as possibilidades de processamento, principalmente em relação a temperatura, permitindo a diminuição das tensões residuais e defeitos introduzidos na compactação e portanto diminuindo a componente de perdas estáticas (1).

Um esquema conceitual, resumindo as fontes de perdas magnéticas no SMC e provisões para sua diminuição, bem como a dependência da composição e processo de fabricação em alguns dos parâmetros do material são apresentados no Anexo A.

A eficiência do SMC não depende apenas de suas propriedades elétricas e magnéticas, mas também da compatibilidade mecânica entre revestimento e pó de base durante a sua compactação e tratamento térmico. Por exemplo, se durante a etapa de compactação, o revestimento for muito mais duro que o pó de base, este não acompanhará a deformação plástica, quebrando o isolante e permitindo contato entre as partículas. Já se o pó de base for muito mais duro que a fase isolante, as tensões na sua interface farão com que o material do revestimento seja fraturado pela própria partícula (18).

Também é importante para a maximização da eficiência e competitividade destes materiais frente as já veteranas chapas laminadas de aço-silício que novos conceitos no desenho dos componentes sejam desenvolvidos usufruindo de suas vantagens, especialmente da isotropia tridimensional (1).

Apesar da natureza isotrópica do material particulado, Li, Y. et al. (2014) mostram que uma forma de processamento anisotrópica, como a compactação uniaxial, introduz anisotropia nas propriedades magnéticas do componente devido a concentração de tensões (19), sendo um fator importante a ser levado em conta, principalmente para geometrias diferenciadas. Da metalurgia, sabe-se que estas tensões geradas durante um processo de compactação podem ser aliviadas e removidas através de um tratamento térmico do componente (20), ressaltando o interesse no desenvolvimento de SMCs cujo revestimento isolante suporte temperaturas mais altas sem a perda da integridade.

3.4.1 - Somaloy®

Dentre os SMC disponíveis comercialmente, destacam-se os produtos da tecnologia Somaloy® produzidos pela empresa sueca Höganäs AB. O material consiste em um pó de ferro de elevada tamanho de grão e pureza revestido por uma fina camada de ácido fosfórico, que durante o processamento térmico, forma o isolamento elétrico interparticular na forma de um fosfato (~ 30 nm). Algumas informações dos produtos desta linha estão disponíveis na ficha técnica fornecida pela própria empresa (21).

A ficha técnica do produto Somaloy® 700 3P, utilizado como referência no decorrer do trabalho, é apresentada no Anexo B. O compósito contém 0,3 % de um lubrificante chamado 3P Lube. É recomendado que o material seja processado com uma pressão de compactação de 800 MPa a morno e tratado termicamente a 530 °C sob atmosfera oxidante (vapor).

Além das informações fornecidas pela empresa, uma investigação dos efeitos do processamento nas propriedades mecânicas, elétricas e magnéticas do Somaloy[®] 700 3P foi conduzida por Evangelista L. L. (2016) (22).

O autor observou que deve haver um compromisso em termos da pressão de compactação e da temperatura de tratamento térmico para balancear as propriedades de perdas magnéticas e resistência mecânica dos componentes de acordo com a aplicação desejada considerando a frequência de magnetização, a indução magnética máxima e os requisitos de carga mecânica aplicada ao componente (22).

Para o material Somaloy[®] 700 3P, foi observado que a pressão de 900 MPa e o tempo de patamar do tratamento térmico de 15 min apresentaram os melhores resultados. No entanto é reportado que a temperatura do tratamento depende das condições de frequência de magnetização e indução máxima da aplicação pretendida. Uma alta temperatura de processamento (> 550 °C) implica na relaxação das tensões residuais geradas no processo de compactação, reduzindo a parcela de perdas por histerese, porém debilita o revestimento e conseqüentemente a resistividade do material, fazendo com que aumentem as perdas por correntes parasitas e excedentes. Desta forma, principalmente para aplicações com altas frequências de magnetização e indução máxima, onde as perdas dinâmicas são dominantes, faz-se necessário uma temperatura inferior de tratamento (< 500 °C) (22).

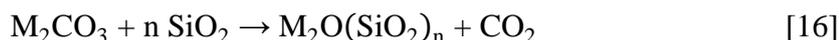
É importante a atmosfera oxidativa durante o tratamento térmico para formar uma rede de óxidos de ferro na superfície do componente, conferindo resistência mecânica suficiente para submetê-lo ao manuseio (i.e.: bobinamento), enquanto o seu interior se mantém praticamente nas condições do compactado a verde (22).

3.5 – SILICATOS ALCALINOS (VIDRO LÍQUIDO)

Silicatos são materiais que contêm pelo menos um composto aniônico de silício, sendo que a maioria consiste em óxidos na forma (SiO_x). A maioria dos silicatos consiste em uma estrutura tetraédrica composta por um silício rodeado por 4 oxigênios. Estes tetraedros podem ocorrer isolados na forma de centros SiO_4^{4-} , porém mais comumente são encontrados unidos formando estruturas como correntes, correntes duplas, folhas e estruturas tridimensionais (23).

A maioria das espécies de silicatos tem uma solubilidade muito pequena em água sob condições normais. Porém, em especial a família dos silicatos compostos por metais alcalinos (Li, Na, K, Rb, Cs e Fr) apresentam alta solubilidade, dependendo de sua estequiometria, sendo comumente chamados de vidros líquidos (23).

Uma das formas mais comuns de obtenção dos silicatos alcalinos ($M_2O(SiO_2)_n$) é pela reação entre carbonato do metal alcalino M e dióxido de silício (23):



Silicatos alcalinos normalmente são comercializados e definidos pela sua razão molar entre sílica e óxido de metal alcalino R_m ($SiO_2:M_2O = n$), ou pela sua razão mássica, R_w (23).

A razão entre sílica e óxido de metal alcalino tem grande influência em várias propriedades físicas e químicas do silicato como solubilidade, densidade, viscosidade, estabilidade, temperatura de fusão, resistência mecânica e resistividade elétrica. Os silicatos alcalinos solúveis tem razão R_m entre 1,5 e 4 e são normalmente comercializados em solução, enquanto os sólidos comumente comercializados tem $R_m = 0,5$ (ortosilicatos), 1,0 (metasilicatos) ou 2,0 (disilicatos) e água de cristalização (23).

A Tabela 2 mostra alguns valores de resistividade elétrica medidos em diferentes temperaturas e para diferentes razões molares de silicatos de sódio e potássio cristalinos. A resistividade de um silicato alcalino é dependente da mobilidade atômica do seu metal alcalino (24). Desta forma, a resistividade elétrica do silicato aumenta com a razão molar R_m e com o aumento do tamanho atômico do metal alcalino na sua composição ($Li < Na < K < Rb < Cs < Fr$) e diminui com o aumento da temperatura.

Os silicatos alcalinos podem ser encontrados tanto na forma anidra quanto hidratada. Esta água de cristalização nas moléculas de silicato faz com que sua temperatura de transição vítrea seja drasticamente diminuída em relação a sua forma anidra. Um uso conhecido dos silicatos de sódio utilizado desde os anos 80, por exemplo, é no selamento de vazamentos de água no cabeçote de motores de automóveis (25). A solução aquosa do silicato é despejada e deixada circular no radiador. Ao atingir a região quente do motor (acima de 100 °C) o silicato perde as águas de cristalização, solidificando-se e formando um vedador resistente que não se refunde até altas temperaturas.

Tabela 2 - Valores de resistividade elétrica de silicatos de sódio e potássio com diferentes razões molares e em diferentes temperaturas.

Metal Alcalino	Fórmula	Razão Molar	Temperatura	Resistividade
		R_m	(°C)	($\mu\Omega \cdot m$)
Sódio	$Na_2O(SiO_2)_{R_m}$	5,7	350	$\sim 7,0 \times 10^8$
Sódio	$Na_2O(SiO_2)_{R_m}$	4	415	$\sim 4,3 \times 10^7$
Sódio	$Na_2O(SiO_2)_{R_m}$	5	480	$\sim 2,0 \times 10^7$
Potássio	$K_2O(SiO_2)_{R_m}$	5,7	350	$\sim 1,0 \times 10^9$
Potássio	$K_2O(SiO_2)_{R_m}$	4	415	$\sim 2,0 \times 10^8$

Fonte: Adaptado de DAY, D. E. (1976) (24)

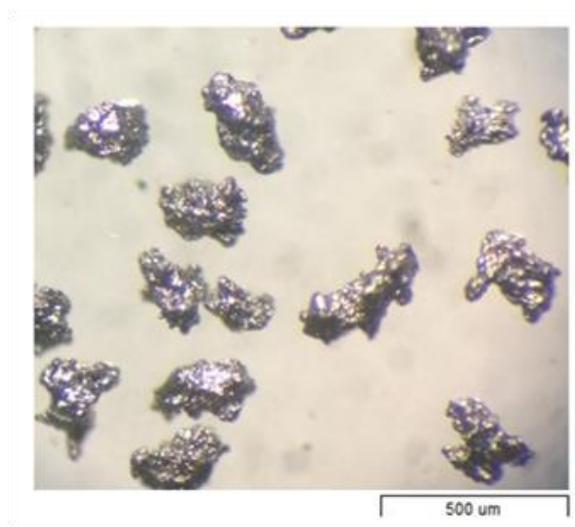
4 – DESENVOLVIMENTO EXPERIMENTAL

Nesta sessão são descritos os métodos de produção e caracterização dos materiais desenvolvidos que serão apresentados no decorrer deste trabalho.

4.1 – PÓ DE FERRO BASE

Dois tipos de pós de ferro foram utilizados como base para a formação do SMC. Para os testes iniciais, foi utilizado o pó de ferro AHC 100.29 (HÖGANÄS). Devido à grande dispersão no tamanho das partículas, separou-se uma fração de interesse por peneiramento, resultando em um pó composto por partículas de tamanho médio ($\phi_{\text{médio}}$) de 122 μm . A Figura 9 foi obtida por microscopia óptica, e apresenta a morfologia irregular característica do pó atomizado com água.

Figura 9 - Imagem de microscopia óptica de pó de Fe (AHC 100.29) peneirado.



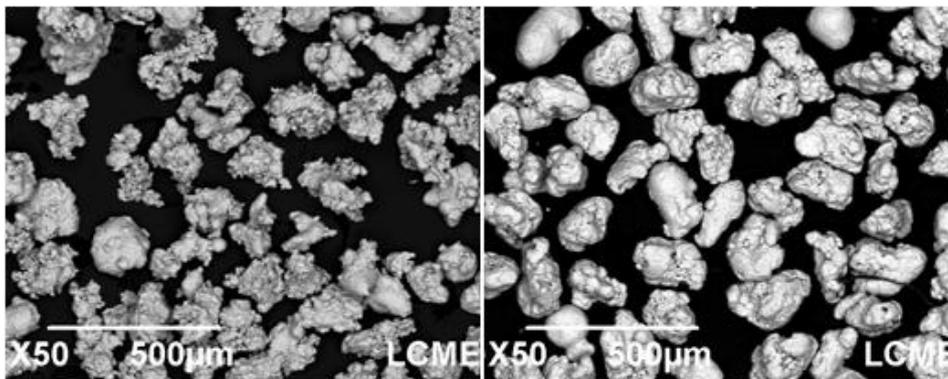
Fonte: Imagem obtida por Maísa Topanotti Daros (2015)

Visando maior aproveitamento do pó base além de uma menor área específica da fase ferrosa para ser revestida, para a seqüência do trabalho foi adquirido e utilizado o pó de ferro AT 500 (HÖGANÄS) que consiste em uma fração mais grosseira ($\phi = 222 \mu\text{m}$) previamente separada na produção do pó AHC 100.29.

Além disso, visando reduzir a superfície das partículas, o pó AT 500 também passou por um processo de esferoidização descrito por Daros M. T. (2016) (2) no qual

200 g do pó de ferro é colocado em um moinho cilíndrico com 500 g de esferas de aço de diâmetro 16 mm e 250 g de esferas de 4 mm, por 2 horas e 30 minutos.

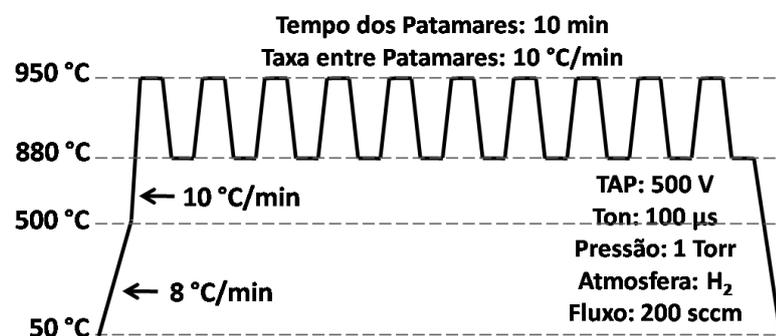
Figura 10 - Partículas de ferro AT 500 antes (esquerda) e depois (direita) do processamento mecânico de esferoidização em misturador cilíndrico com esferas de aço.



Fonte: DAROS, M. T. (2016) (2)

Durante a fase final do trabalho, buscando aumentar a densidade a verde e por consequência a permeabilidade dos componentes, o pó AT 500 ainda foi submetido a um tratamento térmico de crescimento de grão. O tratamento foi realizado em reator de plasma, com um ciclo variando entre patamares de temperatura a 880 °C e 950 °C. Esta variação de temperatura transita o ferro entre a fase alfa (< 912 °C) e a fase gamma (> 912 °C) acelerando o processo de crescimento de grão das partículas (20). O ciclo do tratamento é apresentado na Figura 11.

Figura 11 - Ciclo térmico para crescimento de grão do pó de ferro.

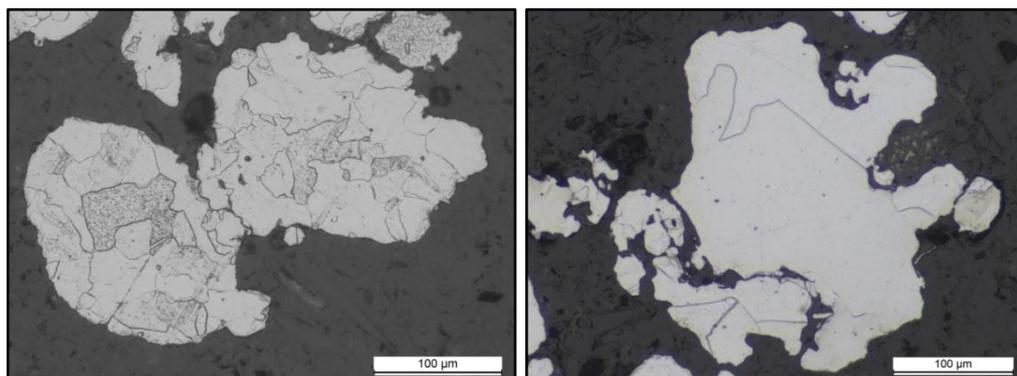


Fonte: Autoria Própria

A Figura 12 mostra imagens metalográficas do pó AT 500 antes e depois do tratamento de crescimento de grão revelando o crescimento de grãos das partículas. O

tamanho médio das partículas após o tratamento aumentou, possivelmente devido à sinterização de algumas partículas menores entre si ($\phi_{\text{médio}} = 277 \mu\text{m}$) durante o processo. A microdureza (HV0.025) medida no interior das partículas foi de 142 HV antes e 104 HV depois do tratamento, resultado esperado tanto pelo crescimento do tamanho de grão, quanto pela limpeza de algumas impurezas residuais do pó durante o tratamento(20).

Figura 12 - Ferro AT 500 antes (esquerda) e depois (direita) do tratamento de crescimento de grão.



Fonte: Imagem obtida por Maísa Topanotti Daros (2016)

A Tabela 3 apresenta os pós de ferro utilizados como base para revestimento no decorrer do trabalho com respectivos tamanhos médios e observações. Também é apresentado no fim da tabela o pó comercial de referência Somaloy[®] 700 3P.

Tabela 3 - Tamanho médio das partículas de pó de ferro após peneiramento.

Símbolo	Pós	$\phi_{\text{médio}}$	Observação
AHC	Ferro AHC 100.29	128 μm	Peneirado
AT	Ferro AT 500	222 μm	Esferoidizado
ATGC	Ferro AT 500	277 μm	Esferoidizado e Grão Crescido
Somaloy	Somaloy [®] 700 3P	205 μm	Produto de referência (21)

Fonte: Autoria Própria

4.2 – SILICATO ALCALINO

Para a solução de revestimento dos pós de ferro foi diluído o silicato de sódio alcalino R2447 adquirido da empresa DIATOM. Especialmente para a amostra

ATGC(11_K|11_{A20}) produzida na Etapa III foi utilizado o silicato de potássio K2140, também adquirido da mesma empresa. As especificações comerciais de ambos os silicatos utilizados são listadas na Tabela 4.

Tabela 4 - Propriedades físicas dos silicatos utilizados.

Produto	Silicato de Sódio Alcalino (R2447)	Silicato de Potássio (K2140)
Na₂O (%)	11,7 - 13,2	-
K₂O (%)	-	11,0 - 14,5
SiO₂ (%)	29,0 - 31,5	25,0 - 29,0
R_w	2,35 - 2,50	1,90 - 2,25
Sólidos Totais (%)	40,7 - 44,7	36,0 - 43,5
Umidade (%)	55,3 - 59,3	56,5 - 64,0
Densidade (g/l)	1,468 - 1,505	1,370 - 1,410
Viscosidade (cP)	150 - 300	400 - 1300

Fonte: Diatom (2017) (26)

4.3 – REVESTIMENTO DO PÓ DE FERRO

Tendo o pó base escolhido para o processo, o protocolo típico de revestimento segue os seguintes passos generalizados:

1 – Um material cerâmico particulado (e.g.: Al₂O₃, TiO₂) com uma ordem de grandeza muito menor que o ferro base é disperso em uma solução diluída de silicato alcalino (e.g.: Na₂O·nSiO₂) com auxílio de banho de ultrassom por 5 minutos;

2 – O pó de ferro base é imerso na dispersão de silicato por 5 minutos sob constante agitação;

3 – Com auxílio de um ímã para prender o decantado no fundo do recipiente, o líquido sobressalente é removido, restando o pó de ferro encharcado pela solução de silicato;

4 – O produto é seco em estufa a 80 °C por pelo menos 24 h ou por 2 h no caso de uma estufa evacuada.

A massa do pó de ferro antes do processo de recobrimento, após o molhamento e após a secagem é medida para determinar a relação mássica final entre fase isolante e fase magnética da amostra.

Após os primeiros testes, quantidade e concentração dos materiais para a produção de cada amostra foram determinadas baseando-se nos resultados de caracterizações das amostras precedentes e no contínuo estudo da literatura durante o período do trabalho, buscando atingir as características desejadas do material (continuidade, integridade e baixa espessura do revestimento).

No decorrer do trabalho, as amostras foram nomeadas no formato $P(C_{Si}|C_{Np})$ onde:

P = pó base utilizado (AHC, AT ou ATGC);

C_{Si} = concentração de silicato de sódio (C_{Na}) ou potássio (C_K);

C_{Np} = concentração de partículas dispersas na solução de silicato, sendo Np :

A1350 = Al_2O_3 ($\phi_{médio} = 1,35 \mu m$), A20 = Al_2O_3 ($\phi_{médio} = 0,020 \mu m$),

T30 = TiO_2 ($\phi_{médio} = 0,030 \mu m$) e T160 = TiO_2 ($\phi_{médio} = 0,160 \mu m$).

Os nomes e as concentrações utilizadas na produção de cada amostra apresentada no trabalho são listadas nas Tabela 5, Tabela 6 e Tabela 7 sendo estas referentes a cada uma das três etapas do trabalho respectivamente: I - exploração; II - processamento e; III - otimização. Amostras do pó de ferro puro e do produto Somaloy[®] 3P 700 (HÖGANÄS) também foram caracterizadas com certas técnicas para efeito de comparação com os materiais desenvolvidos.

4.3.1 - Etapa I: Exploração

Durante a primeira etapa do trabalho, foram realizados testes iniciais com materiais já presentes no laboratório, para determinar o melhor material particulado para dispersão na solução de silicato de sódio e também o comportamento do revestimento vítreo. Foram utilizadas dispersões em silicato de sódio com partículas de Al_2O_3 com $\phi_{médio} = 1,35 \mu m$, TiO_2 com $\phi_{médio} = 0,03 \mu m$, e TiO_2 com $\phi_{médio} = 0,16 \mu m$ respectivamente como apresentado na Tabela 5.

A solução de silicato de sódio alcalino foi diluída em água destilada e deionizada até atingir uma concentração de 11,0 mg/ml de silicato de sódio em água.

Tabela 5 - Amostras produzidas na Etapa I: Exploração.

Amostra	Pó base	Silicato (mg/ml)	-----Partículas-----		
			Composição	$\phi_{\text{médio}}$ (μm)	Concentração (mg/ml)
AHC(11 _{Na})	AHC	11,0		sem partículas	
AHC(11 _{Na} 11 _{A1350})	AHC	11,0	Al ₂ O ₃	1,35 \pm 0,67	11,0
AHC(11 _{Na} 11 _{T30})	AHC	11,0	TiO ₂	0,030* \pm 0,010	11,0
AHC(11 _{Na} 11 _{T160})	AHC	11,0	TiO ₂	0,160 \pm 0,040	11,0

* Apesar de o tamanho médio destas partículas ser de aproximadamente 30 nm, análise de MEV do produto mostraram que estas estão fortemente agregadas em aglomerados maiores que 1 μm e não foi possível desagregar-las na dispersão em vidro líquido mesmo com ultrassom.

Fonte: Autoria própria

4.3.2 - Etapa II: Processamento

A partir dos resultados obtidos na etapa exploratória inicial, optou-se por estudar as propriedades de um único material em relação à concentração da fase cerâmica dispersa no vidro líquido e seu comportamento durante o processamento, bem como o efeito de diferentes temperaturas de tratamentos térmicos nas propriedades elétricas e magnéticas.

Para esta etapa adquiriu-se da empresa Inframat[®] Advanced Materials um novo pó de nanopartículas de Al₂O₃ (fase γ) com $\phi_{\text{médio}} = 20$ nm, desagregado e facilmente dispersivo na solução de vidro líquido. Como pó base, utilizou-se o pó AT (AT 500 esferoidizado). As concentrações de alumina dispersas nas amostras foram de 0 e 11,0 mg/ml. As amostras são resumidas na Tabela 6.

Tabela 6 - Amostras produzidas na Etapa II: Processamento.

Amostra	Pó base	Silicato (mg/ml)	-----Partículas-----		
			Composição	$\phi_{\text{médio}}$ (μm)	Concentração (mg/ml)
AT(11 _{Na})	AT	11,0	Al ₂ O ₃	0,02 \pm 0,01	0,00
AT(11 _{Na} 11 _{A20})	AT	11,0	Al ₂ O ₃	0,02 \pm 0,01	11,0

Fonte: Autoria Própria

4.3.3 - Etapa III: Otimização

Buscando otimizar as propriedades da amostra **AT(11_{Na}|11_{A20})**, foram realizadas modificações na sua preparação, como apresentado na Tabela 7. A amostra foi reproduzida aplicando o tratamento de crescimento de grão no pó base (**ATGC**) anteriormente ao revestimento (amostra **ATGC(11_{Na}|11_{A20})**).

Já a amostra **ATGC(11_K|11_{A20})** foi produzida utilizando o pó base com grão crescido (**ATGC**) e silicato de potássio como fase vítrea, sendo que este usualmente apresenta uma resistividade maior do que o silicato de sódio (24).

Tabela 7 - Amostras produzidas na Etapa III: Otimização.

Amostra	Pó base	Silicato (mg/ml)	-----Partículas-----		
			Composição	$\phi_{\text{méd}}(\mu\text{m})$	Concentração (mg/ml)
ATGC(11_{Na} 11_{A20})	ATGC	Sódio (11,0 mg/ml)	Al ₂ O ₃	0,02 ± 0,01	11,0
ATGC(11_K 11_{A20})	ATGC	Potássio (11,0 mg/ml)	Al ₂ O ₃	0,02 ± 0,01	11,0

Fonte: Autoria Própria

4.4 – CORPOS DE PROVA

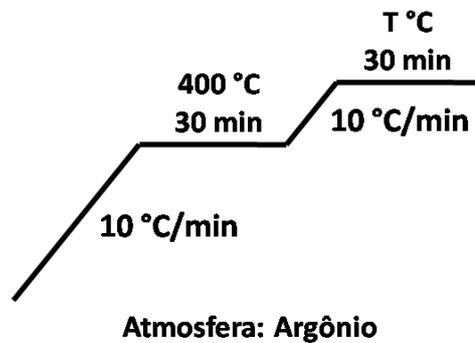
Além de caracterizações no pó, as amostras também foram compactadas em corpos de prova nas formas cilíndrica, toroidal e retangular para avaliar as características dos materiais, tanto durante o processamento por metalurgia do pó quanto as propriedades elétricas, magnéticas e mecânicas.

Para todos os tipos de corpos de prova, antes da compactação, o material foi misturado a 0,5 wt% de pó lubrificante Acrawax C Powdered (Lonza) para garantir escoabilidade e maior densidade. A lubrificação foi realizada com um misturador tipo “Y” por 30 minutos.

Os corpos de prova retangulares e toroidais foram tratados termicamente antes de seguir para suas respectivas caracterizações. O ciclo de tratamento das amostras consistiu tipicamente de uma taxa de aquecimento de 10 °C/min até um patamar de 400 °C por 30 min para a extração do lubrificante e, posteriormente, até um patamar à

500, 600 ou 700 °C por mais 30 min, sob atmosfera de argônio (Figura 13). As amostras resfriaram no forno, levando em torno de 2 h para atingir a temperatura ambiente novamente.

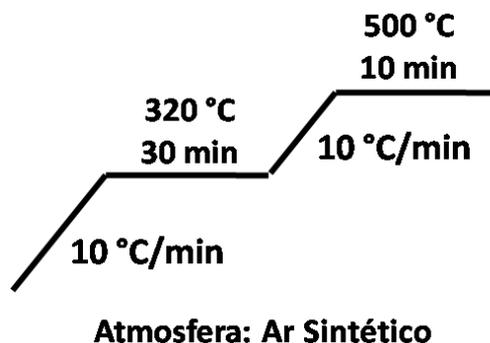
Figura 13 - Ciclo de tratamento térmico dos corpos de prova retangulares e toroidais.



Fonte: Autoria própria

Corpos de prova da amostra de referência **Somaloy** foram processados e caracterizados para comparação com as amostras produzidas neste trabalho. Estes foram compactados a 800 MPa e tratados termicamente seguindo o ciclo apresentado na Figura 14, sob atmosfera oxidativa (ar sintético: 80 % N₂ e 20 % O₂). O material Somaloy[®] 700 3P já é obtido misturado a 0,3 wt% de um lubrificante especificamente produzido para esta aplicação (3P Lube) com temperatura recomendada de extração a 320 °C. Esta amostra também foi resfriada no forno, levando em torno de 2 h para atingir a temperatura ambiente.

Figura 14 - Ciclo de tratamento térmico da amostra de referência Somaloy.



Fonte: Autoria Própria

4.4.1 - Corpos de prova cilíndricos

Corpos de prova cilíndricos foram formados através de compactação uniaxial com uma matriz cilíndrica de 10 mm de diâmetro (Figura 15). Na etapa I, as amostras foram compactadas a uma pressão de 600 MPa. Já nas etapas II e III, após fazer a curva de compressibilidade, optou-se por elevar a pressão para 800 MPa.

Figura 15 – Corpos de prova cilíndricos a verde.

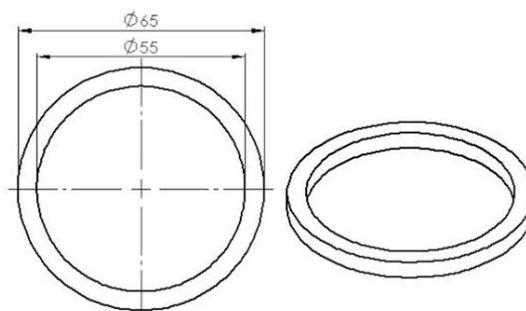


Fonte: Autoria própria

4.4.2 - Corpos de prova toroidais

Para avaliar as propriedades eletromagnéticas como resistividade, permeabilidade e perdas magnéticas, as amostras foram compactadas em forma toroidal com seção reta retangular, 65 mm de diâmetro externo, 55 mm de diâmetro interno e aproximadamente 5 mm de altura conforme apresentado na Figura 16. A pressão de compactação utilizada foi de 800 MPa.

Figura 16 - Ilustração do toróide utilizado para medida das propriedades elétricas e magnéticas.



Fonte: RAMOS FILHO, A. I. (2016) (3)

4.4.3 - Corpos de prova retangulares

Corpos de prova retangulares foram confeccionados seguindo a norma MPIF 41 para ensaio de resistência a ruptura transversal de materiais por metalurgia do pó (27). As dimensões dos corpos de prova são de aproximadamente 31,7 mm de comprimento, 12,7 mm de largura e 6,35 mm de espessura. As amostras foram compactadas a 800 MPa.

4.5 – MÉTODOS DE CARACTERIZAÇÃO

Nesta seção são brevemente descritos os equipamentos utilizados na caracterização dos materiais produzidos.

4.5.1 – Termogravimetria (TGA)

Termogravimetria (TGA) das amostras particuladas foi realizada em um equipamento da marca Netzch modelo STA449 F3 de 50 °C até 1150 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/min e sob atmosfera de ar sintético.

4.5.2 – Difração de Raios-X (DRX)

Análises de difração de raios-X foram feitas em um difratômetro marca PANalytical modelo X'PERT MPD - PRO, na geometria θ - θ , utilizando radiação de cobre com $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$. Precisão de 0,001 ° em 2θ .

A caracterização dos picos do perfil de DRX foi feita através do programa X'PERT HIGHSCORE PLUS.

4.5.3 – Tratamento Térmico em Dilatômetro

A variação dimensional dos materiais durante o tratamento térmico foi estudada com o equipamento da marca NETZSCH, modelo DIL 402 C. Nesta análise, os corpos de prova cilíndricos foram tratados termicamente em dilatômetro por 1 h a 1150 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/min e sob atmosfera de argônio.

4.5.4 – Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram feitas com o equipamento da marca JEOL, modelo JSM-6390 V Scanning Electron Microscope de 30 kV, equipado com sonda de espectroscopia de energia dispersiva de raios-x (EDX) EDS-EDAX.

4.5.5 – Microscopia Óptica (MO)

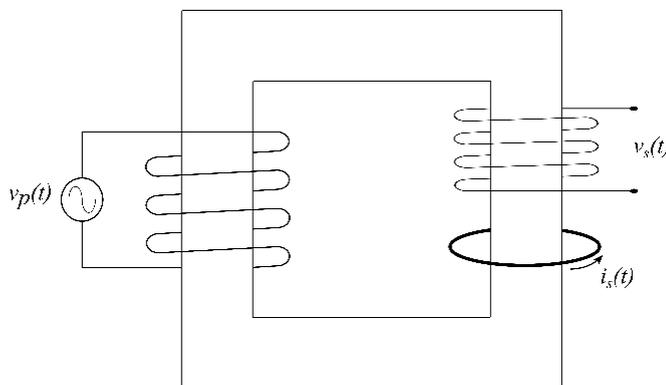
Imagens de microscopia óptica foram obtidas e analisadas através de um software (Leica Application Suite - LASv4.5) acoplado ao microscópio óptico Leica DM4000 M/DFC450.

4.5.6 – Resistividade Elétrica

A resistividade dos materiais foi medida a partir dos corpos de prova toroidais através de um aparato experimental desenvolvido pelo Grupo de Concepção e Análise de Dispositivos Eletrônicos (GRUCAD - UFSC), como apresentado na Figura 17.

O equipamento consiste em um núcleo de material ferromagnético de alta permeabilidade envolvido por um enrolamento primário e um enrolamento secundário. Pode-se abrir o circuito magnético formado pelo núcleo para inserção do anel toroidal (espira curto-circuitada), sendo que o toróide é constituído do material SMC a ser avaliado.

Figura 17 - Ilustração do circuito magnético confeccionado pelo GRUCAD - UFSC.



Fonte: Ilustração fornecida por GRUCAD - UFSC (2016).

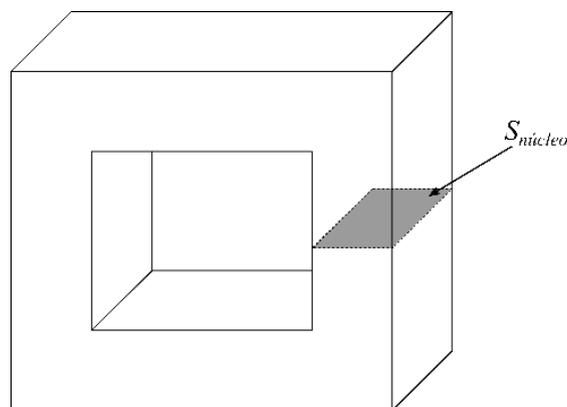
Uma tensão $v_p(t)$ é aplicada no enrolamento primário para a excitação do circuito magnético, gerando um fluxo magnético no núcleo. A variação temporal do fluxo que atravessa o toróide provoca uma corrente induzida $i_s(t)$ no mesmo. A tensão induzida na amostra é calculada a partir do valor da tensão medida $v_s(t)$ no enrolamento secundário.

A tensão induzida ao longo da amostra pode ser obtida pelo princípio da indução magnética da lei de Faraday, a qual diz que a variação do fluxo magnético $d\Phi(t)/dt$ na seção transversal S da espira induz uma força eletromotriz (tensão induzida) $v_s(t)$ conforme a Equação [17].

$$v_s(t) = - \frac{d\Phi(t)}{dt} \quad [17]$$

Uma ilustração do núcleo e da seção $S_{\text{núcleo}}$ é apresentada na Figura 18. Devido a alta permeabilidade do material do núcleo, considera-se que todo o fluxo magnético gerado pela bobina de excitação atravessa esta seção.

Figura 18 - Detalhe da seção do núcleo do circuito magnético.



Fonte: Ilustração fornecida por GRUCAD - UFSC (2016).

A resistência elétrica da amostra pode ser calculada de duas maneiras: i) tomando a relação entre a tensão, a corrente e o ângulo de defasagem θ entre estas duas grandezas elétricas, dada pela Equação [18], e ii) através do cálculo da potência média dissipada na amostra devido à circulação de corrente elétrica, dada pela Equação [19].

$$R = \frac{V}{I} \cos \theta \quad [18]$$

$$R = \frac{P}{I^2} \quad [19]$$

A resistência elétrica R de um componente é uma característica que está relacionada com as suas dimensões e com a resistividade ρ_R do material que o compõe. A relação entre resistência elétrica R e resistividade ρ_R do material é dada pela Equação [20], onde S_{anel} corresponde à seção transversal da amostra e l ao seu caminho magnético médio, r_e e r_i são respectivamente os raios externo e interno do toroide e h a sua altura.

$$\rho_R = \frac{RS_{anel}}{l} = \frac{R(r_e - r_i)h}{2\pi(r_e - r_i)/\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} \quad [20]$$

O procedimento de obtenção dos valores da resistência elétrica e subsequente cálculo da resistividade no material é feito através de um instrumento virtual programado em LabVIEW.

4.5.7 – Permeabilidade e Perdas Eletromagnéticas

As propriedades magnéticas de interesse (permeabilidade e perdas) para materiais ferromagnéticos moles são extraídas do laço B-H, que é uma curva de padrão sigmoidal que relaciona valores da indução magnética B com o campo magnético H. As perdas no material estão relacionadas à área do laço de B-H e a permeabilidade é obtida da relação entre os valores máximo de indução e campo magnético (B/H) para vários laços.

As propriedades magnéticas das amostras em formato toroidal foram obtidas através do método *ring core test*, utilizando a bancada da marca Brockhaus, modelo MPG 100D. Este método consiste em recobrir a amostra com dois enrolamentos sobrepostos de espiras de cobre, onde no enrolamento chamado de primário (130 voltas) é aplicada uma corrente elétrica de maneira que no outro enrolamento, chamado de secundário (500 voltas), obtenha-se uma tensão senoidal induzida pela variação do fluxo magnético dentro do núcleo do circuito.

Os enrolamentos de cobre foram confeccionados com o auxílio de uma bobinadeira toroidal.

4.5.8 – Resistência Mecânica à Flexão

O ensaio de resistência à flexão a 3 pontos foi realizado em uma máquina universal de ensaios mecânicos MTS 810 – TestStar 2s de acordo com a norma MPIF 41 (27) e, portanto, a distância utilizada entre os apoios das amostras foi de 25,4 mm. A tensão de ruptura é calculada de acordo com a Equação [21].

$$\sigma_{3P} = \frac{3FL}{2bd^2} \quad [21]$$

Na Equação [21], F é a carga aplicada em Newtons, L é a distância entre os apoios, b e d são respectivamente a largura e a espessura do corpo de prova de seção retangular em mm. Foram ensaiados 7 corpos de prova para cada composição, e os resultados apresentados são uma média da tensão máxima de fratura observada.

5 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos no decorrer deste trabalho. Este é dividido em três sessões correspondentes às três etapas do trabalho, sendo elas: Etapa I: Exploração; Etapa II: Processamento; e Etapa III: Otimização.

5.1 – ETAPA I: EXPLORAÇÃO

Nesta etapa, foi realizada uma exploração para determinar qualitativamente a molhabilidade do silicato nas partículas de ferro e a viabilidade da sua utilização para o objetivo do trabalho, bem como para identificar o comportamento da revestimento vítreo sem e com partículas cerâmicas dispersas quando submetido às temperaturas de processamento.

5.1.1 - Etapa I: Secagem do Silicato

A solução de silicato de sódio alcalino (R2447) como adquirida foi aquecida ao ar a 85 °C por 24h, 130 °C por 1 h e 500 °C por 1 h. Após cada um destes patamares, a massa do material foi medida para verificar a perda de água.

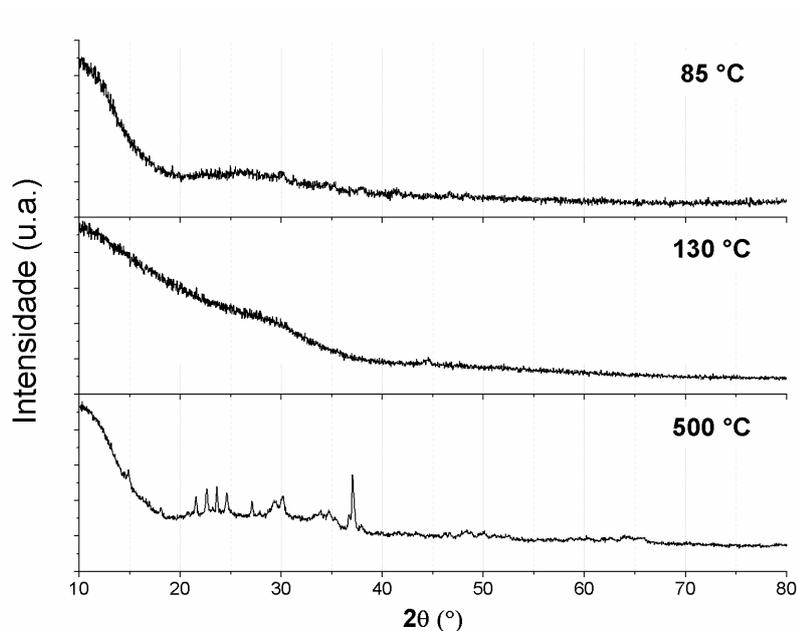
Após a secagem a 85 °C/24 h, a água da solução evapora, resultando em um material com 68 % da sua massa original, vitrificado, porém um pouco flexível. Esta flexibilidade ocorre devido a água de cristalização, que não foi removida a esta temperatura. Resultado equivalente é obtido quando o material é aquecido a 85 °C/2 h sob vácuo.

Em seguida, a 130 °C/1 h, ocorreu a desidratação resultando no produto com aproximadamente 48 % da massa original e perda de toda a flexibilidade, restando um material sólido, duro e frágil. Devido à saída da água de cristalização o material expande consideravelmente e fica com uma alta porosidade. Neste estágio, se deixado na presença de umidade, o silicato reidrata recuperando a água de cristalização.

Após desidratado, a massa do material praticamente não se altera com o aumento da temperatura. Porém, a 500 °C a porosidade e o volume do material diminuem lentamente à medida que este começa a amolecer e se acomodar. Simultaneamente, a esta temperatura a mobilidade atômica devido à redução da viscosidade do material amorfo permite o início da cristalização da fase vítrea (28) como pode ser visto nos perfis de

DRX das amostras na Figura 19. Os picos visíveis no perfil da amostra de silicato de sódio tratado a 500 °C por 1 h estão de acordo com o padrão ICSD 034688 para silicato de sódio ($\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$). A fase cristalina do silicato não reabsorve a água de cristalização.

Figura 19 - Perfis de DRX do silicato de sódio aquecido a 85 °C, 130 °C e 500 °C respectivamente.

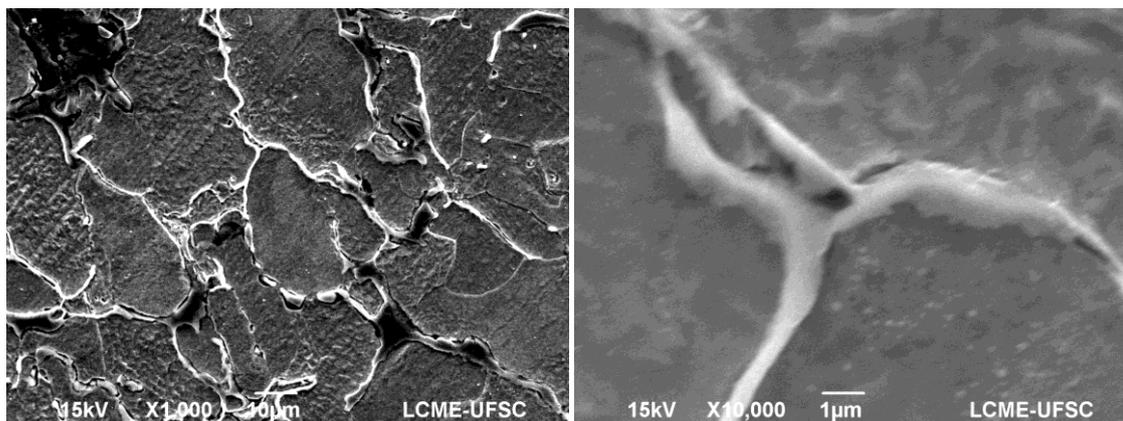


Fonte: Autoria Própria

5.1.2 - Etapa I: Primeiro Teste

Um corpo de prova formado pela amostra **AHC(11_{Na})** foi compactado e tratado termicamente a 750 °C por 1 h sob fluxo de argônio. Imagens metalográficas de MEV são apresentadas na Figura 20.

Figura 20 - Metalografia de corpo de prova AHC(11_{Na}) tratado termicamente a 750 °C por 1 h sob fluxo de argônio, com taxa de aquecimento de 10 °C/min.

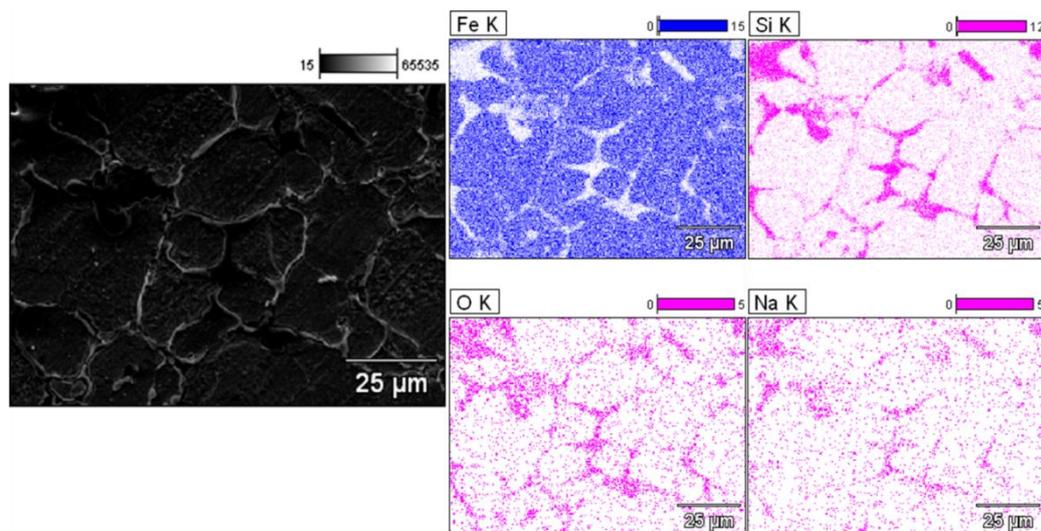


Fonte: Autoria própria

Tratada a 750 °C, a amostra apresenta uma irregular e grossa fase isolante nas interfaces entre as partículas, com aproximadamente 2 μm de espessura. Um mapa químico (Figura 21), formado por espectroscopia de energia dispersiva (EDX) da mesma amostra **AHC(11_{Na})**, tratada a 750 °C por 1 hora, mostra que, de fato, os revestimentos contêm principalmente os elementos que compõe o silicato de sódio (Si, O e Na), enquanto o interior das partículas é formado por Fe.

Além da irregularidade na espessura do revestimento das partículas, este também apresentou várias falhas, permitindo o contato entre as partículas metálicas, que pode decorrer dos processos de compactação e tratamento térmico.

Figura 21 - Mapa químico da amostra AHC(11_{Na}) tratada a 750 °C por 1 h.

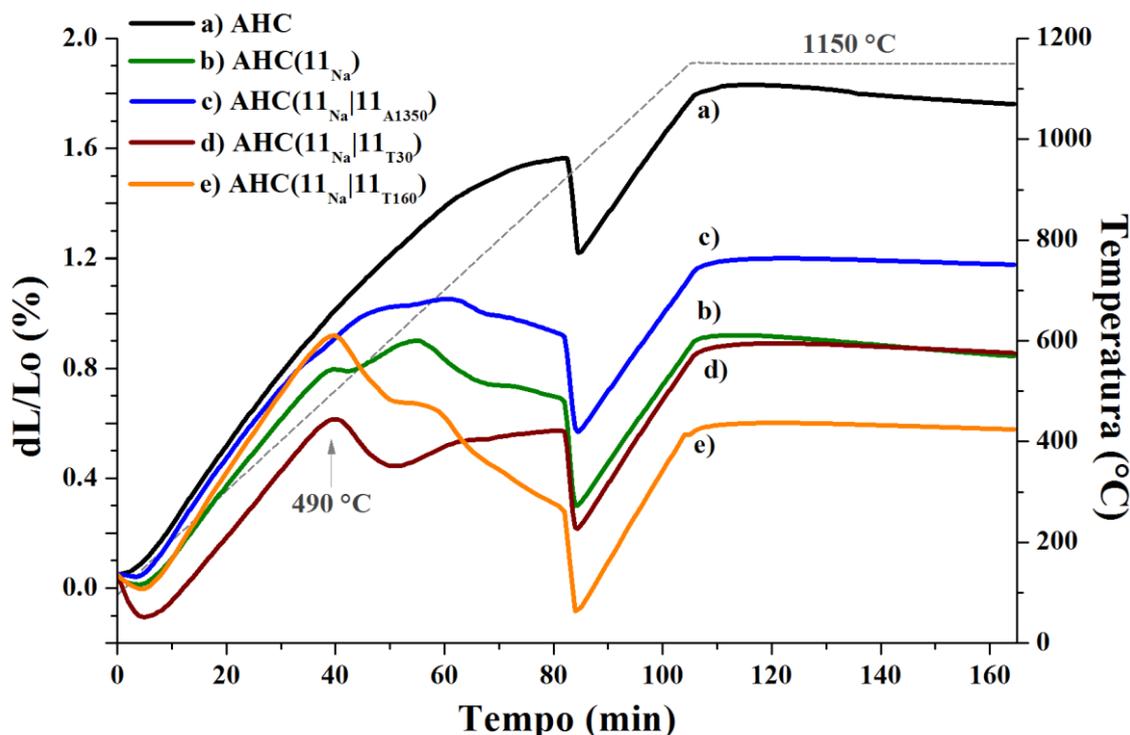


Fonte: Autoria própria

5.1.3 - Etapa I: Tratamento Térmico em Dilatômetro

A Figura 22 apresenta as curvas de tratamento térmico em dilatômetro dos materiais **AHC**, **AHC(11_{Na})**, **AHC(11_{Na}|11_{A1350})**, **AHC(11_{Na}|11_{T30})**, **AHC(11_{Na}|11_{T160})** tratados termicamente a 1150 °C por 1 h, com taxa de aquecimento de 10 °C/min e atmosfera de argônio.

Figura 22 - Curvas de variação dimensional dos materiais da etapa I tratados a 1150 °C por 1 h, com taxa de aquecimento de 10 °C/min e atmosfera de argônio.



Fonte: Autoria própria

O corpo de prova de ferro puro, **AHC**, dilata termicamente de forma constante até aproximadamente 700 °C quando as partículas começam a sinterizar diminuindo a taxa de dilatação. Em aproximadamente 912 °C começa a ocorrer uma brusca variação dimensional devido à transição de fase do Fe alfa (CCC) para Fe gama (CFC) durante o aquecimento (20).

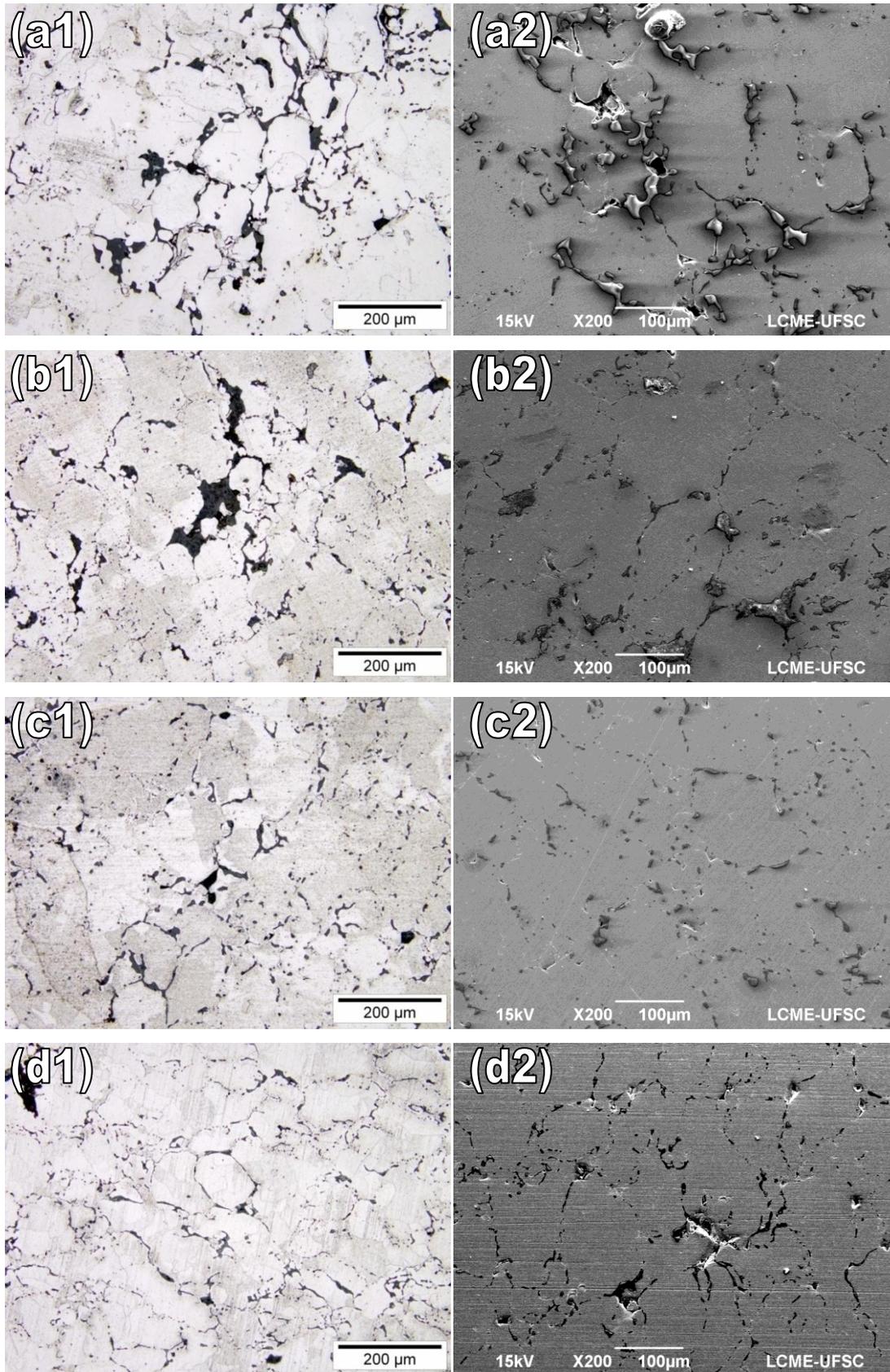
A amostra **AHC(11_{Na})**, contendo apenas o silicato de sódio como revestimento das partículas de **AHC**, apresenta uma dilatação térmica aproximadamente constante até 490 °C. A partir desta temperatura o revestimento de silicato de sódio começa a amolecer, permitindo às partículas se acomodarem umas com as outras e a variação de comprimento

inconstante, devido à movimentação e acomodação das partículas de ferro na presença da fase viscosa. A transição de fase ocorre com a mesma temperatura, indicando que provavelmente o revestimento não causou nenhuma alteração na composição da matriz ferrosa. Durante o patamar a 1150 °C, a retração é similar a da amostra **AHC**, indicando que o vidro foi expulso da interface permitindo contato e sinterização entre as partículas metálicas.

As amostras **AHC(11_{Na}|11_{T30})** e **AHC(11_{Na}|11_{T160})** apresentam uma curva de variação dimensional semelhante ao da amostra **AHC(11_{Na})** com uma retração abrupta iniciando em 490 °C. Existe uma diferença no comportamento entre as amostras no intervalo entre 500 °C e a transição de fase do Fe, sendo que a amostra **AHC(11_{Na}|11_{T160})** retrai com uma taxa mais acentuada em relação à **AHC(11_{Na}|11_{T30})**. Isto se deve a dinâmica instável da sinterização enquanto a viscosidade da fase vítrea varia. Apenas com as curvas de variação dimensional, não é possível evidenciar o comportamento das partículas de TiO₂ de diferentes tamanhos e se elas podem ser responsáveis pela diferença das curvas.

A dilatação térmica da amostra **AHC(11_{Na}|11_{A1350})** ocorre até aproximadamente 490 °C semelhante às amostras com partículas de TiO₂. Porém, a partir desta temperatura, a retração ocorre de forma muito mais suave do que as outras amostras revestidas. Como uma grande porção das partículas de Al₂O₃ ($d = 1,35 \pm 0,67 \mu\text{m}$) tem um tamanho da ordem de grandeza do revestimento vítreo, a medida que o silicato de sódio diminui sua viscosidade, as partículas cerâmicas servem de suporte mantendo as partículas de Fe afastadas e impedindo-as de se acomodar.

Figura 23 - Imagens de MO (esquerda) e MEV (direita) das amostras AHC(11_{Na}) (a), AHC(11_{Na}|11_{A1350}) (b), AHC(11_{Na}|11_{T30}) (c) e AHC(11_{Na}|11_{T160}) (d).



Fonte: Autoria própria

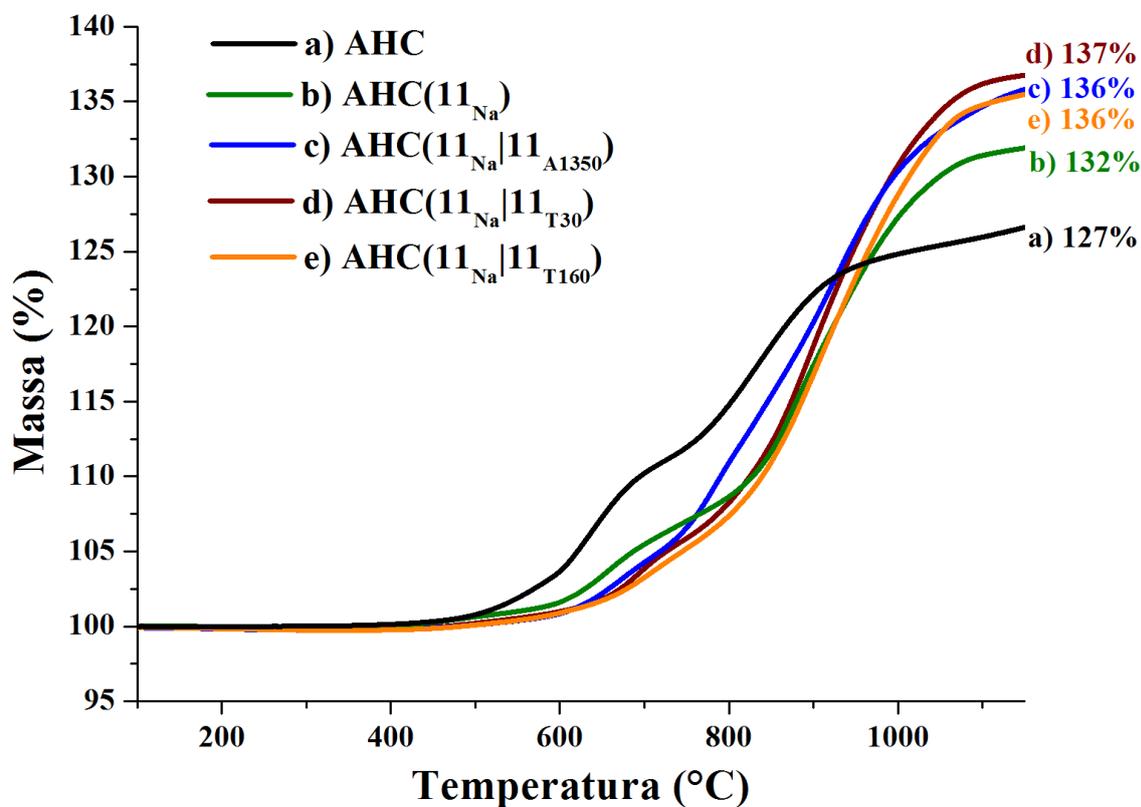
Imagens de microscopia óptica (MO) e microscopia eletrônica de varredura (MEV) da secção reta dos corpos de prova após a análise em dilatômetro são apresentadas na Figura 23. Percebe-se que o tratamento térmico a 1150 °C é muito severo fazendo com que o vidro líquido seja expulso da interface entre partículas, se acumulando nos poros e permitindo o contato do material metálico e sua sinterização. As amostras **AHC(11_{Na}|11_{T30})** (Figura 23-c) e **AHC(11_{Na}|11_{T160})** (Figura 23-d) apresentam uma menor concentração do material isolante nos poros, o que pode ser causado devido às nanopartículas dispersas no vidro líquido formando uma fase coloidal com maior viscosidade e diminuindo seu movimento na interface. A estabilidade das partículas na fase coloidal é fortemente dependente dos tamanhos das partículas dispersas, o que pode justificar a amostra **AHC(11_{Na}|11_{A1350})** (Figura 23-b) apresentar maior concentração de vidro nos poros.

Uma dificuldade da análise microestrutural dos SMCs é que o processo de preparação metalográfica pode mascarar a microestrutura real do material, pois os revestimentos mais frágeis podem ser quebrados e as partículas de ferro, mais dúcteis, podem ser deformadas, cobrindo as interfaces durante o processo de lixamento e polimento. Desta forma, apesar de interessante para a exploração inicial, observou-se que a análise metalográfica dos materiais confere pouca informação sobre a integridade real do revestimento vítreo, principalmente quando este alcança espessuras menores que 1 µm. Portanto, no decorrer do trabalho, observou-se que a melhor forma de avaliar a integridade do revestimento vítreo se dá através da combinação da análise de TGA do pó em atmosfera de ar sintético e, principalmente, a medida de resistividade e perda eletromagnética do corpo de prova toroidal.

5.1.4 - Etapa I: TGA

As amostras em pó foram submetidas à análise termogravimétrica (TGA) até 1150 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/min e sob atmosfera de ar sintético (70 % de N₂ e 30 % de O₂). As curvas de TGA são apresentadas na Figura 24.

Figura 24 - Curvas de TGA até 1150 °C com taxa de aquecimento de 10 °C/min e atmosfera de ar sintético, indicando o ganho percentual de peso de cada amostra ao final do processo.



Fonte: Autoria própria

A oxidação da amostra de ferro puro **AHC** começa a se tornar apreciável antes de 500 °C. A amostra **AHC(11_{Na})** apresenta um aumento na taxa de oxidação a partir de 600 °C e as amostras que contém partículas de cerâmica dispersas na fase vítrea (**AHC(11_{Na}|11_{A1350})**, **AHC(11_{Na}|11_{T30})** e **AHC(11_{Na}|11_{T160})**) apresentam o aumento apreciável na taxa de oxidação apenas a partir de 650 °C. As curvas evidenciam um aumento na temperatura de oxidação das amostras, indicando que o revestimento vítreo impede o oxigênio de interagir com as partículas de ferro. Apesar de como revelado na análise em dilatômetro, o revestimento de silicato amorfo começar a diminuir sua viscosidade a partir de aproximadamente 490 °C, a oxidação das partículas somente se torna apreciável quando o revestimento vítreo diminui sua viscosidade suficientemente escoar para fora da superfície do ferro ou para permitir a difusão das moléculas de O₂. Quando partículas cerâmicas estão dispersas no silicato de sódio, estas funcionam como massas térmicas, absorvendo a energia e mantendo a estabilidade da fase vítrea por mais tempo, aumentando a temperatura de oxidação apreciável.

5.2 – ETAPA II: PROCESSAMENTO

Tendo passado pela etapa de exploração, optou-se por utilizar um pó base de ferro **AT**, com maior tamanho médio de partículas (222 μm), revestido por silicato de sódio com nanopartículas de Al_2O_3 (20 nm) dispersas. Avaliou-se os efeitos nas propriedades elétricas e magnéticas do processamento por metalurgia do pó em relação a presença ou não de nanopartículas de alumina dispersas no vidro líquido.

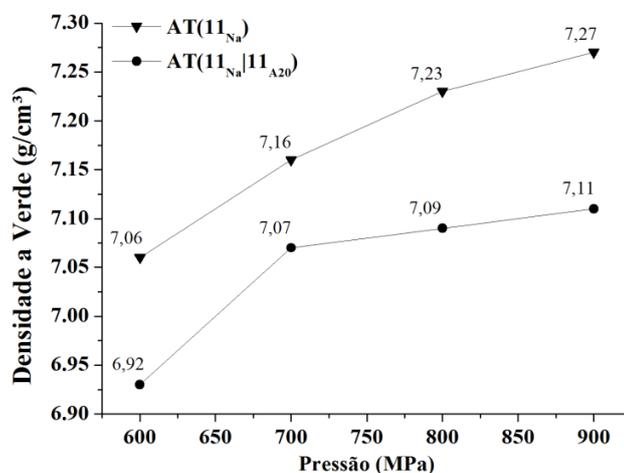
5.2.1 - Etapa II: Compactação

As curvas de densidade a verde em relação à pressão das amostras de ferro revestido por silicato de sódio puro, **AT(11_{Na})**, e por silicato de sódio com nanopartículas, **AT(11_{Na}|11_{A20})**, são apresentadas na Figura 25. Ambas misturadas com 0,5 wt% de lubrificante.

Entre as pressões de 600 e 900 MPa, a densidade a verde da amostra **AT(11_{Na})** aumenta devido à acomodação e deformação plástica das partículas, enquanto para a amostra **AT(11_{Na}|11_{A20})**, a densidade se mantém aproximadamente constante a partir de 700 MPa.

A adição das nanopartículas ao revestimento vítreo diminui a compressibilidade da amostra em relação ao vidro puro possivelmente por estas aumentarem a viscosidade da solução do revestimento, depositando mais material duro na superfície das partículas e dificultando a compactação do material.

Figura 25 - Curva de compressibilidade das amostras **AT(11_{Na})** e **AT(11_{Na}|11_{A20})**.



Fonte: Autoria Própria

5.2.2 - Etapa II: Tratamento Térmico

A Tabela 8 mostra alguns dados sobre as amostras produzidas na Etapa II antes e depois do tratamento térmico sendo estes, a relação "X" de massa de isolante dividida pela massa de ferro, a densidade "d" a verde e final após o tratamento térmico na temperatura "T". Também é apresentada na tabela a densidade a verde e final da amostra **Somaloy**, utilizada como referência para comparação.

Tabela 8 - Amostras de AT revestidas por dispersão de nanopartículas de alumina em silicato de sódio e tratadas termicamente a 500 °C, 600 °C e 700 °C sob atmosfera de argônio.

Nome	X (wt%)	d _{verde} (g/cm ³)	T (°C)	d _{final} (g/cm ³)
Somaloy	-	7,3	500*	7,3
AT(11 _{Na}) ⁵⁰⁰	0,30	7,1	500	6,8
AT(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁵⁰⁰	0,75	7,0	500	6,9
AT(11 _{Na}) ⁶⁰⁰	0,30	7,1	600	6,8
AT(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁶⁰⁰	0,75	7,0	600	7,0
AT(11 _{Na}) ⁷⁰⁰	0,30	7,1	700	7,1
AT(11 _{Na} 11 _{A20}) ⁷⁰⁰	0,75	7,0	700	7,2

* O ciclo térmico da amostra Somaloy foi ligeiramente diferente das outras, como descrito na Seção 4.4, sob atmosfera de ar sintético.

Fonte: Autoria Própria

O aumento na viscosidade da solução de vidro líquido devido à adição das nanopartículas de alumina faz com que a espessura do revestimento depositado sobre as partículas de ferro possa aumentar, implicando no aumento do valor de X. Porém, a própria alumina tem uma densidade maior do que o da fase vítrea em que está dispersa tornando difícil determinar quantitativamente a espessura da capa, tanto por não ter sido possível obter boas metalografias da seção reta dos materiais durante o trabalho, quanto por não ter sido possível determinar a densidade da fase vítrea depositada com e sem nanopartículas.

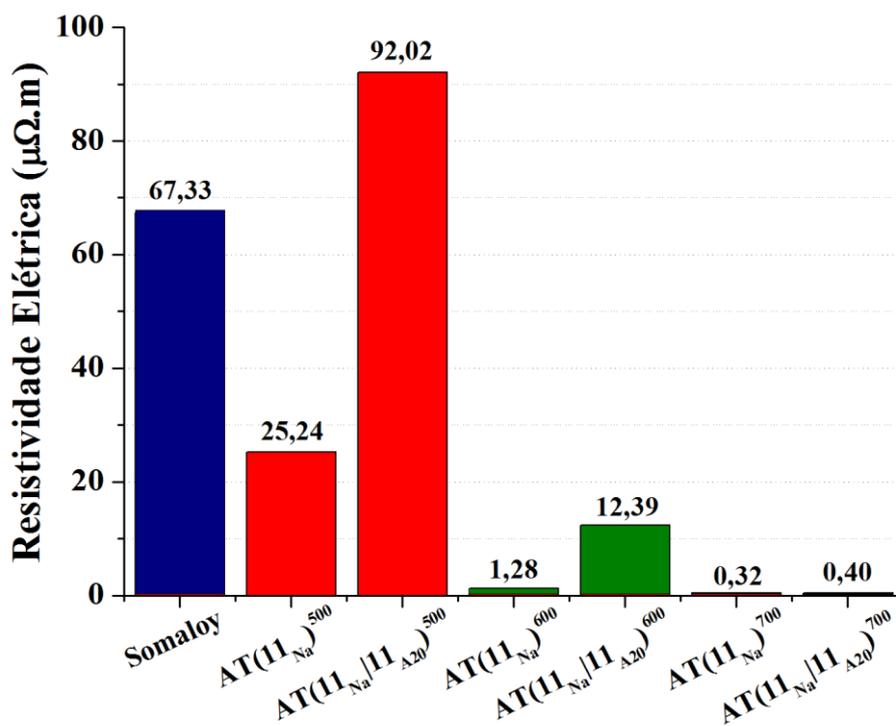
As amostras tratadas a 500 e 600 °C apresentam uma redução na sua densidade após o tratamento térmico. Isto se deve a uma expansão da fase vítrea durante a saída da água de coordenação presa às moléculas de silicato, que saem apenas em temperaturas

superiores a 100 °C. Já as amostras tratadas a 700 °C apresentam um aumento na densidade, indicando que provavelmente nesta temperatura a viscosidade do vidro diminuiu o suficiente para este começar a escoar para os poros, permitindo o contato entre as partículas de ferro e iniciando sua sinterização.

5.2.3 - Etapa II: Resistividade Elétrica

Valores da resistividade elétrica medida das amostras tratadas em diferentes temperaturas são apresentados na Figura 26 em conjunto com o valor da resistividade elétrica do material de referência **Somaloy**, medida pelo mesmo método. Com o aumento da temperatura de patamar do tratamento térmico, é perceptível a queda de resistividade elétrica das amostras.

Figura 26 - Resistividade elétrica das amostras AT(11_{Na}) e AT(11_{Na}|11_{A20}) por temperatura.



Fonte: Autoria Própria

Comparando as amostras AT(11_{Na})⁵⁰⁰ e AT(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰, é possível perceber que a adição das nanopartículas aumenta consideravelmente a resistividade elétrica do material. Este aumento ocorre pois a adição da alumina na fase vítrea aumenta tanto a espessura do revestimento quanto a própria resistividade da camada isolante.

A 600 °C a resistividade de ambas as amostras cai consideravelmente. Porém, a amostra **AT(11_{Na}|11_{A20})⁶⁰⁰** ainda mantém alguma integridade no revestimento corroborando o fato de que a dispersão da alumina no revestimento retarda o escoamento do vidro líquido para os poros discutido na Seção 5.1.4.

Ambas as amostras tratadas a 700 °C apresentaram uma resistividade da ordem do ferro puro ($\sim 0,1 \mu\Omega\cdot\text{m}$) indicando que, neste tratamento térmico, o revestimento vítreo não foi capaz de impedir o contato entre partículas de ferro, mesmo com a adição de nanopartículas de alumina.

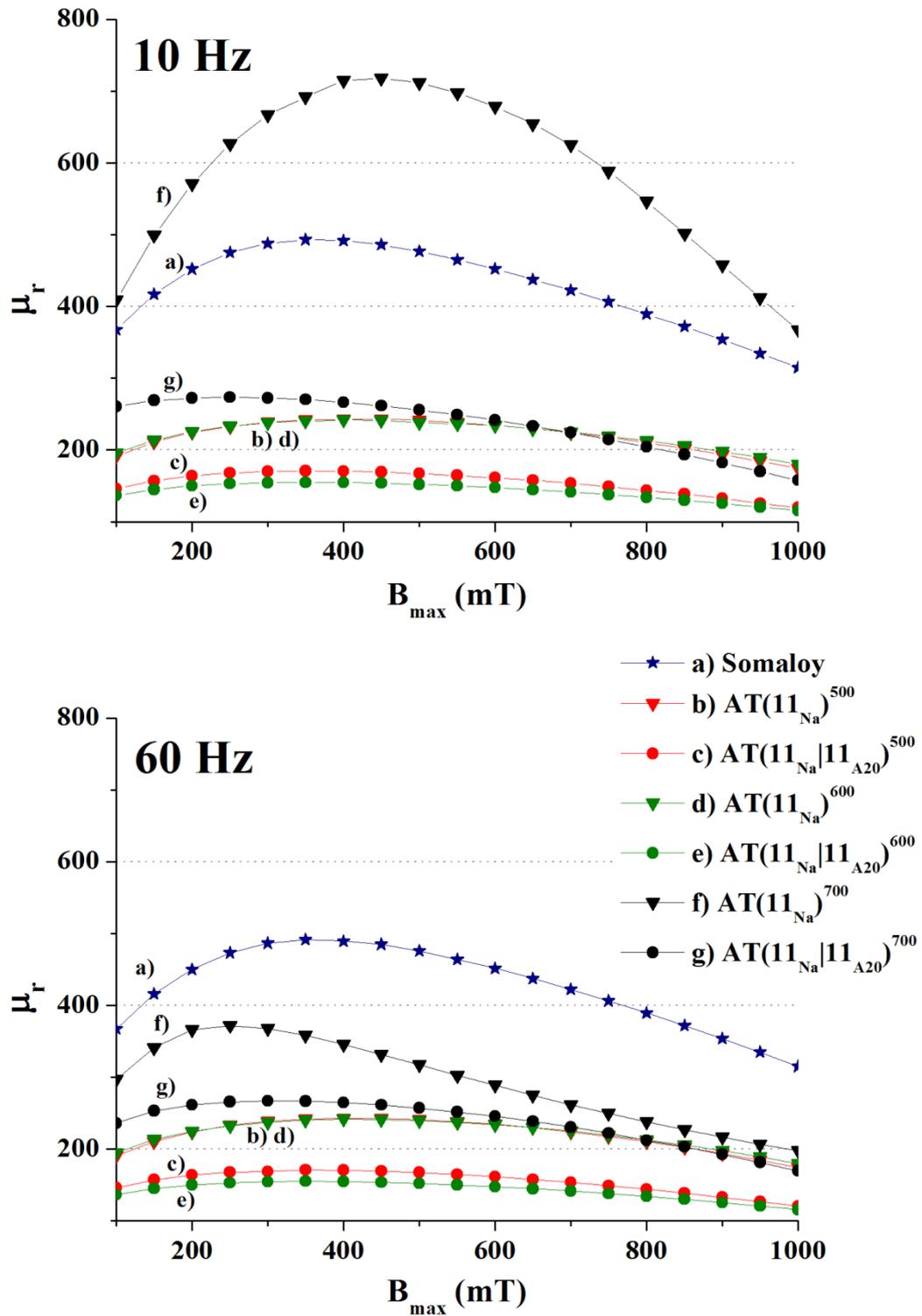
5.2.4 - Etapa II: Permeabilidade Magnética e Laços de Histerese

Após as medidas de resistividade, os corpos de prova toroidais das amostras foram bobinados e caracterizados quanto às suas propriedades magnéticas nas frequências de magnetização de 10 e 60 Hz. A Figura 27 mostra a permeabilidade magnética relativa (μ_r) obtida a 10 e 60 Hz para os materiais produzidos. As curvas de histerese das amostras referentes ao ponto de $B_{\text{max}} = 450 \text{ mT}$ para 10 e 60 Hz são apresentadas na Figura 28.

A partir das curvas medidas a 10 Hz na Figura 27 observa-se que, para uma mesma temperatura de tratamento térmico, as amostras **AT(11_{Na}|11_{A20})**, que contém nanopartículas dispersas no revestimento vítreo, apresentam uma permeabilidade inferior a das amostras revestidas apenas por silicato de sódio puro **AT(11_{Na})**.

Sendo a permeabilidade relativa medida em um corpo de prova formado pelo compósito compactado, o seu valor é dependente da densidade de material magnético presente na amostra e da distância entre as partículas ferromagnéticas (que dificulta a interação ferromagnética entre estas). Desta forma, este resultado é mais um indício de que a espessura do revestimento nas amostras **AT(11_{Na}|11_{A20})** é maior que nas amostras **AT(11_{Na})**.

Figura 27 - Permeabilidade magnética relativa a 10 e 60 Hz das amostras AT(11_{Na}) e AT(11_{Na}|11_{A20}) tratadas em 500, 600 e 700 °C.



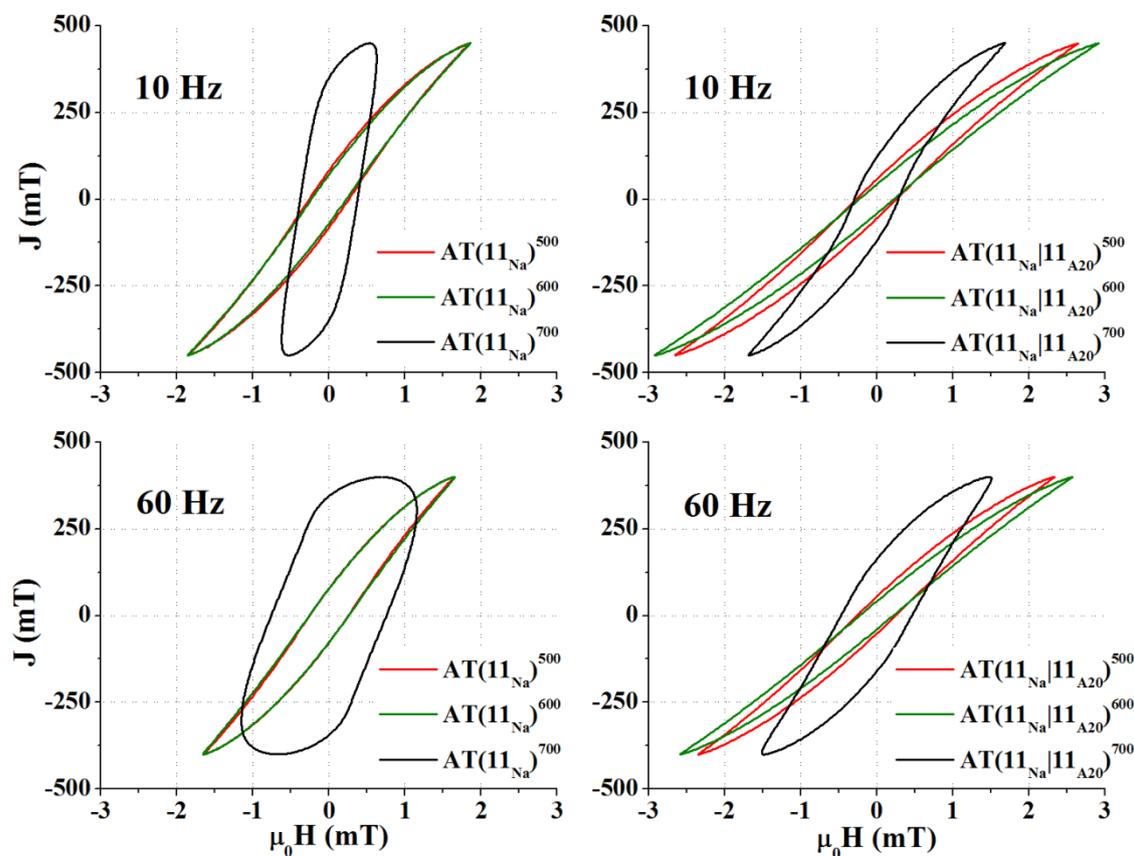
Fonte: Autoria Própria

Ambas as amostras tratadas a 700 °C apresentaram uma permeabilidade consideravelmente maior que aquelas tratadas a 500 e 600 °C. Como indicado pelos resultados de resistividade elétrica, a esta temperatura a integridade do revestimento vítreo foi perdida permitindo o contato das partículas de ferro, a maior densificação do material e o maior acoplamento ferromagnético. Além disso, a temperatura mais alta no tratamento térmico ajuda a aliviar as tensões residuais introduzidas nas partículas devido a deformação plástica durante a compactação, facilitando mais o movimento dos domínios magnéticos.

Comparando as curvas de 10 Hz e 60 Hz das amostras tratadas a 700 °C, principalmente no caso daquela com revestimento apenas de silicato, **AT(11_{Na})⁷⁰⁰**, ocorre uma queda nos valores da permeabilidade. Como estas amostras contém uma baixa resistividade elétrica e muitos contatos metálicos inter particulares, quanto maior a frequência, maiores são as intensidades das correntes parasitas que geram um campo magnético adicional que se opõe a variação de fluxo magnético, reduzindo a permeabilidade.

Pelos laços de histerese na Figura 28 é possível identificar o comportamento típico de amostras que sofrem perdas dinâmicas por correntes parasitas. A medida que aumenta-se a frequência de indução, aumentam-se as correntes parasitas, aumentando a coercividade do material, alargando o laço de histerese e conseqüentemente aumentando sua área. Quando as perdas dinâmicas são excessivas, como no caso da amostra **AT(11_{Na})⁷⁰⁰**, o valor de B_{max} e H_{max} deixam de coincidir tornando o valor da aproximação da permeabilidade relativa $\mu_r = B_{max}/H_{max}$ subestimado e impreciso, justificando o seu comportamento anômalo na Figura 27.

Figura 28 - Laços de histerese, medidos a 10 e 60 Hz com uma indução máxima de 450 mT, das amostras AT(11_{Na}) e AT(11_{Na}|11_{A20}) tratadas a diferentes temperaturas.



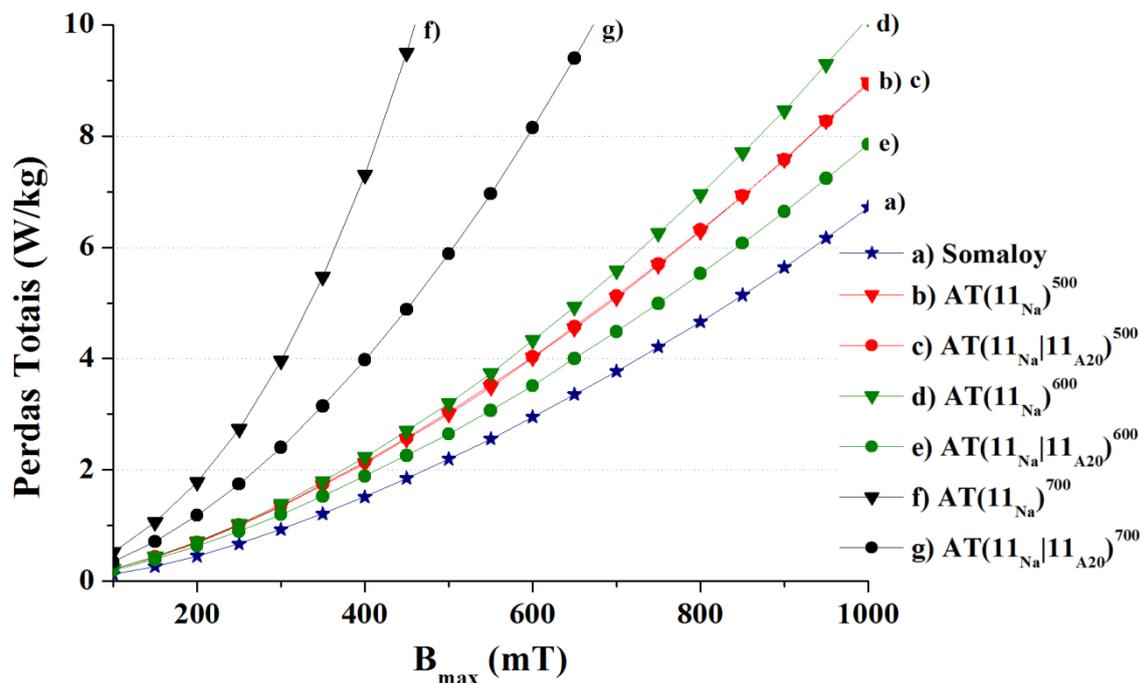
Fonte: Autoria Própria

5.2.5 - Etapa II: Perdas

A Figura 29 mostra a potência total dissipada por quilograma de material, ou simplesmente perda total, obtida a 60 Hz para os materiais tratados a diferentes temperaturas.

Como esperado a partir dos resultados de resistividade elétrica e curvas de histerese apresentados anteriormente, as amostras tratadas a 700 °C apresentam elevadas perdas totais devido a perda de integridade do revestimento e contato metálico das partículas. Ainda assim observa-se uma perda menor da amostra AT(11_{Na}|11_{A20})⁷⁰⁰ em relação a AT(11_{Na})⁷⁰⁰ pela maior quantidade de fase isolante na amostra.

Figura 29 - Perdas totais obtidas a 60 Hz das amostras Somaloy, AT(11_{Na}) e AT(11_{Na}|11_{A20}) tratadas a diferentes temperaturas.



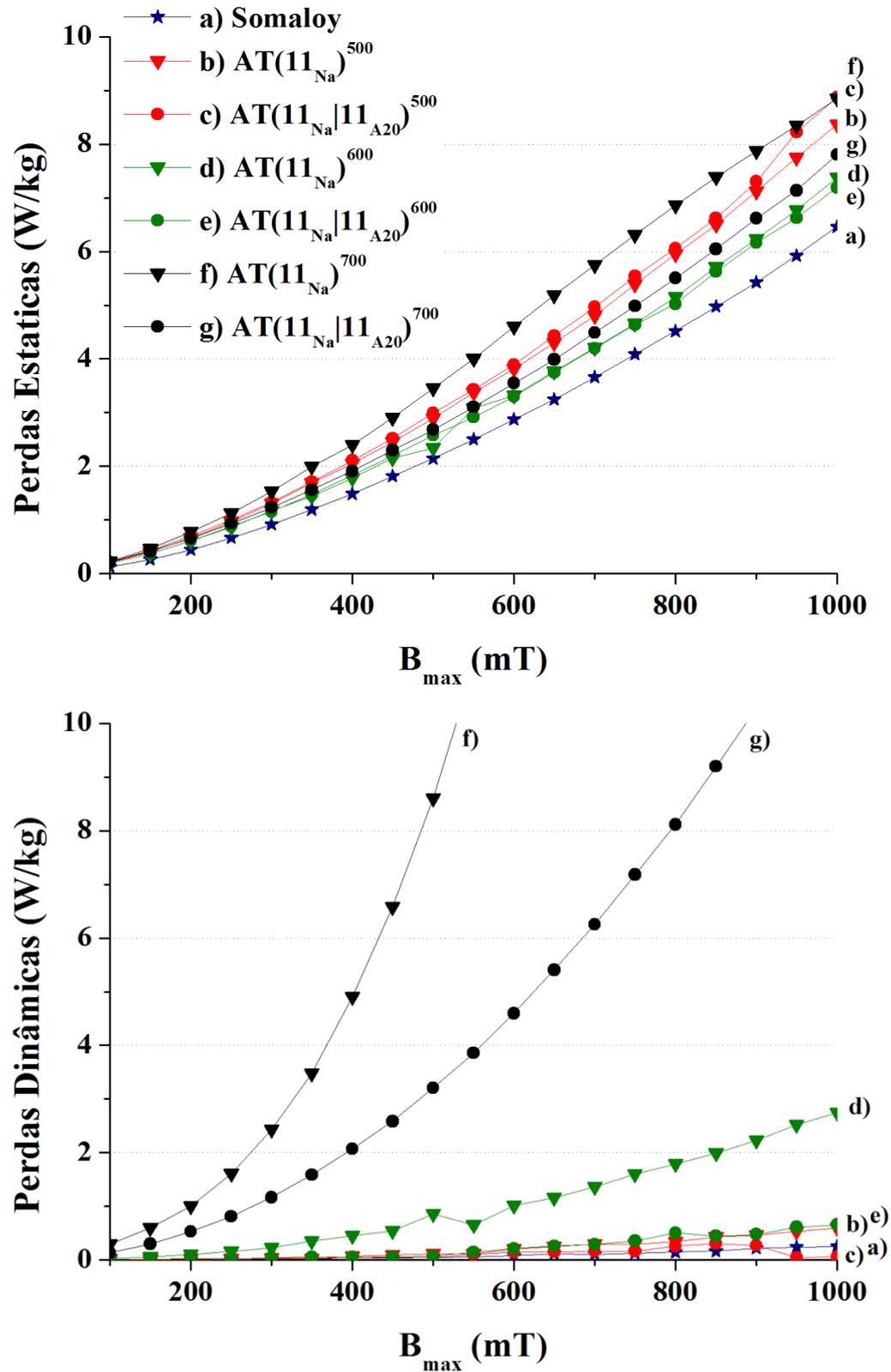
Fonte: Autoria Própria

Tratadas a 600 °C, observa-se uma redução nas perdas de ambas as amostras, indicando que o revestimento não escoou para os poros. A amostra com a presença de alumina, AT(11_{Na}|11_{A20})⁶⁰⁰, apresentou perdas menores que a amostra AT(11_{Na})⁶⁰⁰, concordando com os resultados obtidos na medida de resistividade elétrica de 12,39 e 1,28 μΩ·m respectivamente.

No entanto, para as amostras tratadas a 500 °C, apesar da resistividade elétrica da amostra AT(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰ ser muito maior do que da amostra AT(11_{Na})⁵⁰⁰, 92,02 e 25,24 μΩ·m respectivamente, as suas perdas totais apresentaram curvas coincidentes e inclusive maiores do que da amostra AT(11_{Na}|11_{A20})⁶⁰⁰. Para explicar este efeito, se faz necessário analisar a separação das frações estática e dinâmica das perdas, apresentada na Figura 30.

Como já discutido na Seção 3,3, a componente de potência dissipada por perdas estáticas é associada ao núcleo ferromagnético dos compósitos. Portanto, esta depende principalmente da pureza, microestrutura e tensões residuais do pó base. Já a potência dissipada pelas perdas dinâmicas está relacionada, principalmente, à resistividade e à integridade do revestimento isolante das partículas (1), além das correntes induzidas no núcleo ferromagnético.

Figura 30 - Separação de perdas a 60 Hz das amostras de Somaloy, AT(11_{Na}) e AT(11_{Na}|11_{A20}) tratadas a diferentes temperaturas.



Fonte: Autoria Própria

No caso da amostra de referência **Somaloy**, percebe-se que a componente estática das perdas totais é dominante, indicando um isolamento altamente resistivo e com integridade.

Para ambas as amostras tratadas a 700 °C, as perdas dinâmicas são dominantes, devido ao contato metálico das partículas de ferro, já evidenciado anteriormente na discussão. Enquanto para as tratadas a 600 °C e 500 °C, as perdas estáticas se tornam mais relevantes.

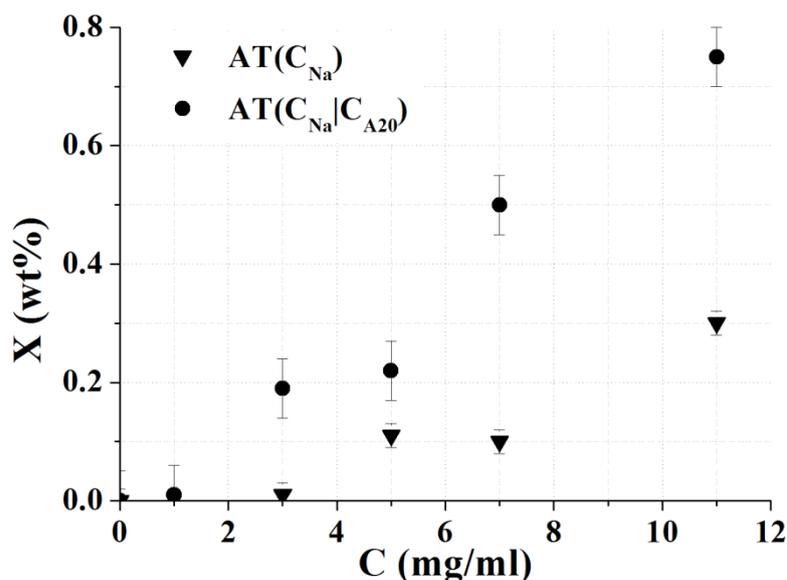
Analisando apenas as amostras tratadas a 500 °C, apesar de a amostra **AT(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰** apresentar uma contribuição sutilmente menor por parte das perdas dinâmicas do que a amostra **AT(11_{Na})⁵⁰⁰**, suas perdas estáticas foram maiores. A resistividade elétrica da amostra **AT(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰** é maior, como já apresentado anteriormente, diminuindo as correntes parasitas. Porém, como as partículas de ferro se encontram mais distantes umas das outras devido a maior espessura de revestimento, a interação ferromagnética espontânea entre as partículas é diminuída e a relutância magnética é maior, conseqüentemente, aumentando a energia necessária para alinhar os domínios magnéticos (aumentando as perdas estáticas). Coincidentemente as duas contribuições se compensam nas amostras deixando-as com perdas totais idênticas como visto na Figura 29.

Todas as amostras produzidas apresentaram também uma componente de perdas estáticas maior do que da amostra de referência devido principalmente a densidade do material e ao tamanho de grão elevado do núcleo ferromagnético do **Somaloy**.

Comparando os valores de resistividade elétrica obtidas pelo método de caracterização utilizado e curvas de perdas dinâmicas das amostras, evidencia-se que a relação entre estas para a frequência trabalhada de 60 Hz, sendo que amostras com resistividades maiores que 12,39 $\mu\Omega\cdot\text{m}$ (**AT(11_{Na}|11_{A20})⁶⁰⁰**) não apresentaram variação relevante na componente dinâmica, devendo a preocupação em otimização ser, neste caso, voltada para a sua componente estática e permeabilidade do material.

Ainda foram produzidas amostras com diferentes concentrações de silicato de sódio e nanopartículas de alumina na solução de revestimento, buscando a diminuição de sua espessura. A Figura 31 apresenta a razão percentual X entre massa de isolante e massa de ferro em função da concentração C. As amostras **AT(C_{Na})** contém apenas o silicato de sódio puro, sem a presença de nanopartículas. As amostras **AT(C_{Na}|C_{A20})** contém concentração C de silicato de sódio igual a de nanopartículas de Al₂O₃ dispersas.

Figura 31 - Razão percentual de massa entre isolante e ferro por concentração.



Fonte: Autoria Própria

Devido a defeitos técnicos na bancada Brockhaus, infelizmente não foi possível realizar as medidas eletromagnéticas referentes aos materiais $AT(C_{Na})$ e $AT(C_{Na}|C_{A20})$.

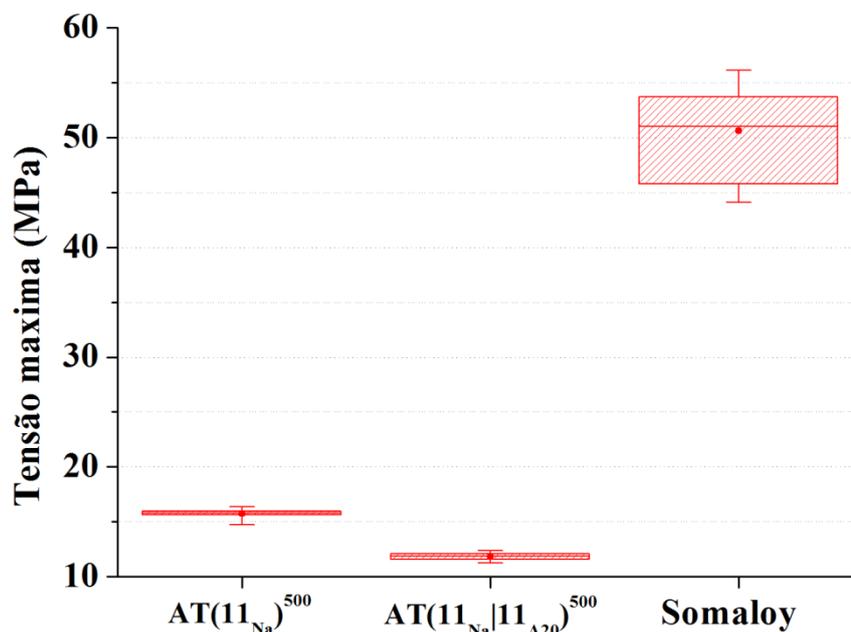
5.2.6 - Etapa II: Resistência Mecânica

As amostras $AT(11_{Na})^{500}$ e $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ foram ensaiadas quanto a resistência à flexão e os valores de tensão máxima de ruptura são apresentados na Figura 32, bem como a tensão máxima de ruptura do material de referência **Somaloy**.

A amostra revestida apenas com silicato de sódio puro, $AT(11_{Na})^{500}$, apresenta uma tensão máxima de ruptura de 16 MPa, enquanto a amostra $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$, revestida com nanopartículas dispersas no silicato, apresenta apenas 12 MPa. A tensão máxima de ruptura para a amostra de referência **Somaloy** foi de 52 MPa.

Em comparação com o **Somaloy**, os materiais de ferro revestido por fase vítrea apresentam uma resistência mecânica a flexão muito menor. Isto se deve ao processo de tratamento térmico. Como já discutido, o **Somaloy** obtém sua resistência mecânica devido à atmosfera oxidante do tratamento térmico (22). A superfície do compósito forma uma rede de óxidos mais resistente, enquanto o interior do compósito se mantém praticamente igual ao corpo a verde.

Figura 32 - Tensão máxima de ruptura no ensaio de resistência a flexão em 3 pontos para as amostras $AT(11_{Na})^{500}$, $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ e Somaloy.



Fonte: Autoria Própria

No caso da amostra $AT(11_{Na})^{500}$, tendo sido tratada sob atmosfera inerte, não existe a gaiola de óxidos na superfície e portanto a resistência mecânica é dada pela adesão entre os revestimentos vítreos das partículas. A 500 °C o silicato de sódio puro começa a amolecer e se aderir como discutido anteriormente (Figura 24). Enquanto isso na amostra $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$, que contém as nanopartículas de alumina, o amolecimento a esta temperatura ainda é muito dificultado, não formando uma matriz vítrea ligada.

Apesar da aparente baixa resistência mecânica, este material tem como objetivo a aplicação na produção de componentes para motores elétricos. Estes componentes não são sujeitos a tensões muito severas, sendo um dos processos mais críticos o de bobinamento. Como os corpos de prova de ambos os materiais foram bobinados com sucesso para as caracterizações magnéticas, acredita-se que estes contém resistência mecânica suficiente para futuras aplicações. Porém, se necessário, em detrimento de uma parcela da permeabilidade do material, pode-se elevar a resistência mecânica realizando o tratamento térmico sob atmosfera oxidante (22).

5.3 – ETAPA III: OTIMIZAÇÃO

A Tabela 9 sumariza todas as amostras e resultados discutidos no decorrer das Etapas II e III deste trabalho, ordenados por temperatura de patamar do tratamento. São apresentados os valores da relação mássica de revestimento por material ferromagnético X, densidade final dos corpos de prova toroidais d_f , resistividade elétrica ρ , permeabilidade relativa μ_r , potência total dissipada P_t , componente da potência dissipada por perdas estáticas P_h e dinâmicas P_w e a tensão máxima de ruptura por flexão a 3 pontos σ_{3P} . Os valores apresentados das medidas magnéticas (μ_r , P_t , P_h e P_w) são referentes a uma frequência de 60 Hz para um valor de indução máxima de 450 mT.

Tabela 9 - Resultados sumarizados das amostras apresentadas nas Etapas II e III.

Amostra	X (wt%)	d_f (g/cm ³)	ρ ($\mu\Omega\cdot m$)	μ_r^* (u.a.)	P_t^* (W/kg)	P_h^* (W/kg)	P_w^* (W/kg)	σ_{3P} (MPa)
Somaloy	-	7,3	67,93	475	1,84	1,81	0,03	52
AT(11_{Na})⁵⁰⁰	0,30	6,8	25,24	241	2,55	2,45	0,09	16
AT(11_{Na} 11_{A20})⁵⁰⁰	0,75	6,9	92,02	167	2,57	2,52	0,05	12
ATGC(11_{Na} 11_{A20})⁵⁰⁰	0,78	7,1	46,14	175	2,06	1,98	0,08	-
ATGC(11_K 11_{A20})⁵⁰⁰	0,56	7,2	97,91	213	1,94	1,90	0,04	-
AT(11_{Na})⁶⁰⁰	0,30	6,8	1,28	241	2,69	2,15	0,54	-
AT(11_{Na} 11_{A20})⁶⁰⁰	0,75	7,0	12,39	152	2,26	2,20	0,06	-
AT(11_{Na})⁷⁰⁰	0,30	7,1	0,32	317	9,48	2,90	6,58	-
AT(11_{Na} 11_{A20})⁷⁰⁰	0,75	7,2	0,40	258	4,88	2,30	2,58	-

* Medidos a frequência de 60 Hz para uma indução máxima de 450 mT.

Fonte: Autoria Própria

As amostras da Etapa III (Tabela 10) foram produzidas visando melhorar o material através da modificação de algum parâmetro pontual e verificar seu impacto principalmente nas suas propriedades elétricas e magnéticas.

Tabela 10 - Amostras da Etapa III, buscando a otimização das propriedades magnéticas.

Nome	X (wt%)	d_{verde} (g/cm ³)	T (°C)	d_{final} (g/cm ³)
ATGC(11_{Na} 11_{A20})⁵⁰⁰	0,78	7,1	500	7,1
ATGC(11_K 11_{A20})⁵⁰⁰	0,56	7,3	500	7,2

Fonte: Autoria Própria

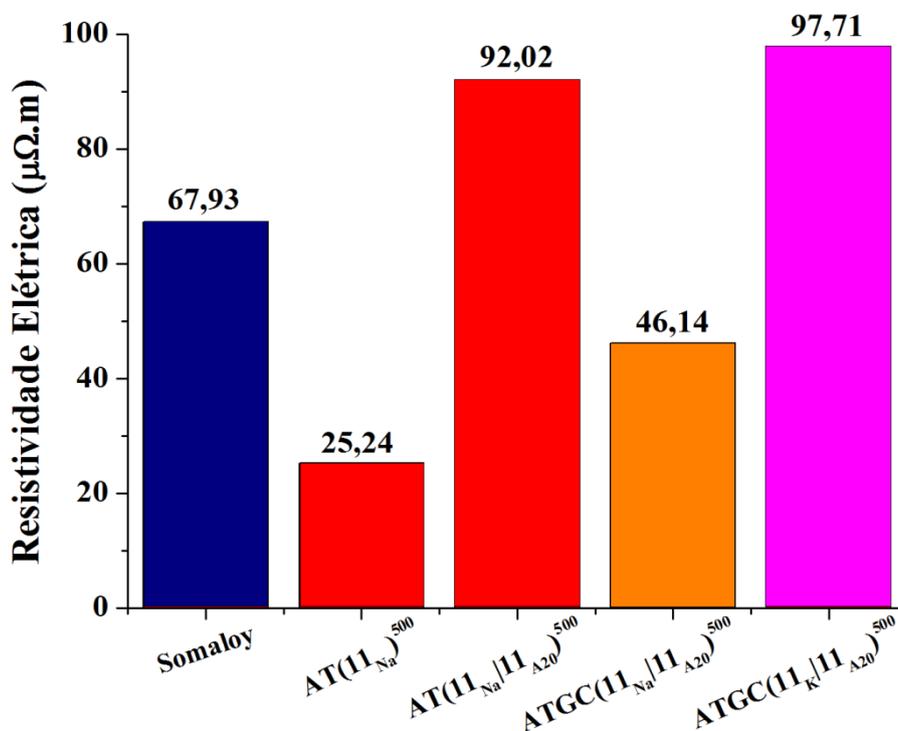
Uma das estratégias para otimização dos resultados obtidos, foi a de realizar um tratamento de crescimento de grão no pó base de ferro (Seção 4.1), anteriormente ao revestimento, formando a amostra **ATGC(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰**. Desta forma visando aumentar a permeabilidade e diminuir as perdas por histerese do material devido a menor quantidade de contornos de grão. A amostra **ATGC(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰** foi tratada a 500 °C por 30 min para evitar o risco de recristalização dos grãos devido as tensões residuais resultantes do processo de compactação.

Já a amostra **ATGC(11_K|11_{A20})⁵⁰⁰** foi produzida utilizando o pó base com grão crescido (ATGC) e silicato de potássio como fase vítrea, sendo que este apresenta uma resistividade maior do que o silicato de sódio (24). Esta amostra também foi tratada a 500 °C por 30 min sob atmosfera inerte.

Apesar da solução mais viscosa, o revestimento de silicato de potássio com alumina apresentou uma razão mássica para o ferro menor do que as amostras com silicato de sódio e alumina, indicando uma espessura mais fina, possivelmente devido a uma menor molhabilidade deste sobre as partículas metálicas. Também atingiu-se uma densidade a verde maior com a amostra **ATGC(11_K|11_{A20})⁵⁰⁰**.

A resistividade medida para as amostras **ATGC(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰** e **ATGC(11_K|11_{A20})⁵⁰⁰** é apresentada na Figura 33, em comparação com as amostras **Somaloy**, **AT(11_{Na})⁵⁰⁰** e **AT(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰**.

Figura 33 - Resistividade elétrica das amostras $ATGC(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ e $ATGC(11_K|11_{A20})^{500}$ em comparação com as amostras Somaloy, $AT(11_{Na})^{500}$ e $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$.



Fonte: Autoria Própria

A resistividade da amostra $ATGC(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ foi de $46,14 \mu\Omega\cdot m$, metade dos $92,02 \mu\Omega\cdot m$ apresentados pela amostra $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$. A diferença entre estes dois materiais foi apenas o tratamento de crescimento de grão no pó base prévio ao revestimento. Considerando que, após o tratamento de crescimento de grão, houve uma redução na microdureza do pó base de 142 HV para 104 HV devido ao crescimento de grãos e lembrando a discussão da Seção 3.4 sobre compatibilidade da dureza do pó base com o revestimento, é provável que o revestimento vítreo tenha se danificado mais durante o processo de compactação, permitindo uma maior quantidade de contatos metálicos entre as partículas de ferro.

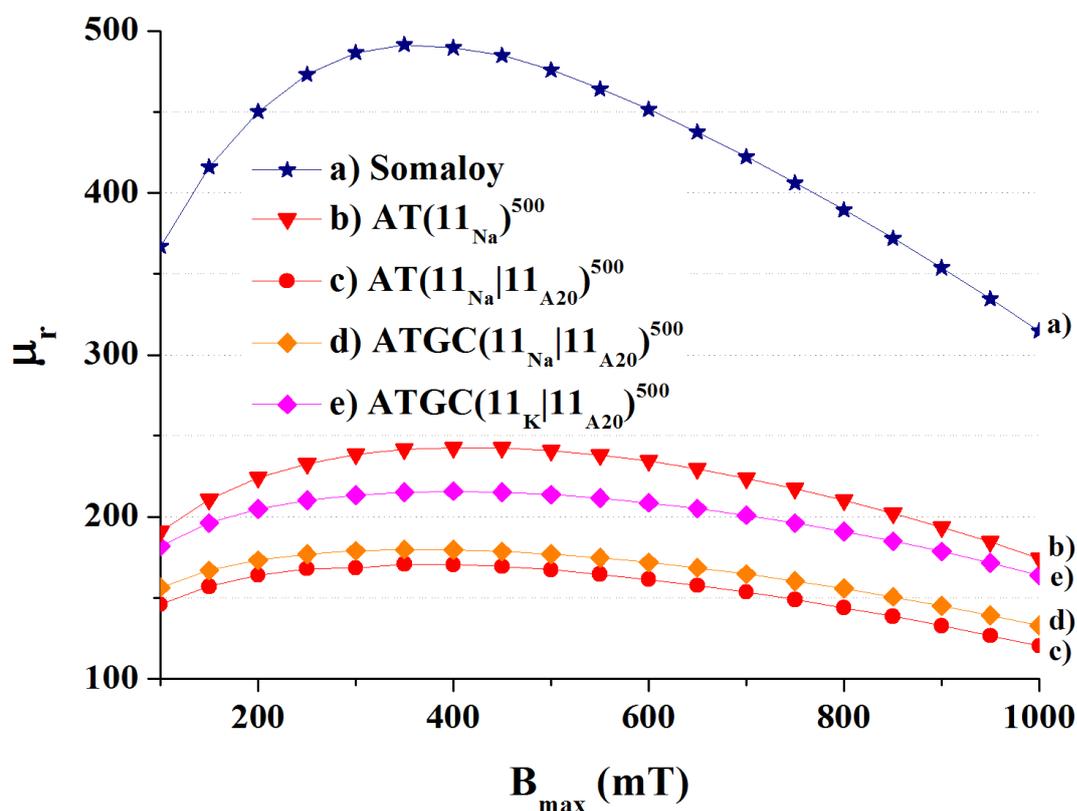
A resistividade da amostra $ATGC(11_K|11_{A20})^{500}$ foi de $97,71 \mu\Omega\cdot m$, mesmo com uma espessura diminuída, o que está de acordo com a resistividade maior do silicato de potássio em relação ao silicato de sódio.

A Figura 34 apresenta as curvas de permeabilidade das amostras **Somaloy**, $AT(11_{Na})^{500}$, $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$, $ATGC(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ e $ATGC(11_K|11_{A20})^{500}$ medidas com uma frequência de 60 Hz.

A amostra $\text{ATGC}(11_{\text{Na}}|11_{\text{A20}})^{500}$ não apresentou um aumento significativo de permeabilidade em relação a amostra $\text{AT}(11_{\text{Na}}|11_{\text{A20}})^{500}$, ficando ainda bastante abaixo da amostra $\text{AT}(11_{\text{Na}})^{500}$ sem nanopartículas dispersas no vidro. Este resultado é um forte indício de que apesar do tamanho de grão e pureza do pó base afetarem a permeabilidade, o fator dominante nesta propriedade dos SMCs é a espessura do revestimento isolante.

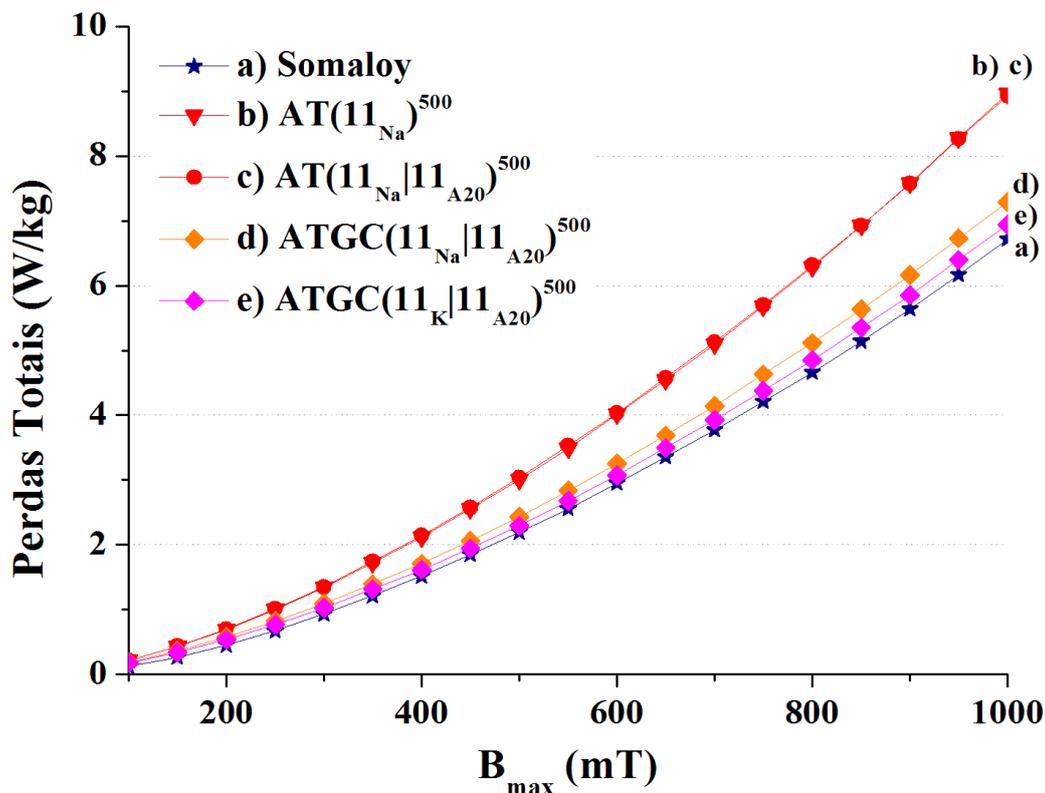
Tendo isso em vista, com a menor espessura de revestimento da amostra $\text{ATGC}(11_{\text{K}}|11_{\text{A20}})^{500}$, esta apresentou uma permeabilidade maior. Ainda assim, para atingir os valores da amostra de referência, se faz necessário uma grande redução nesta camada isolante.

Figura 34 - Curvas de permeabilidade a 60 Hz das amostras $\text{ATGC}(11_{\text{Na}}|11_{\text{A20}})^{500}$ e $\text{ATGC}(11_{\text{K}}|11_{\text{A20}})^{500}$ em comparação às amostras Somaloy, $\text{AT}(11_{\text{Na}})^{500}$ e $\text{AT}(11_{\text{Na}}|11_{\text{A20}})^{500}$.



Fonte: Autoria Própria

Figura 35 - Curvas de perdas totais a 60 Hz das amostras $ATGC(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ e $ATGC(11_K|11_{A20})^{500}$ em comparação às amostras Somaloy, $AT(11_{Na})^{500}$ e $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$.

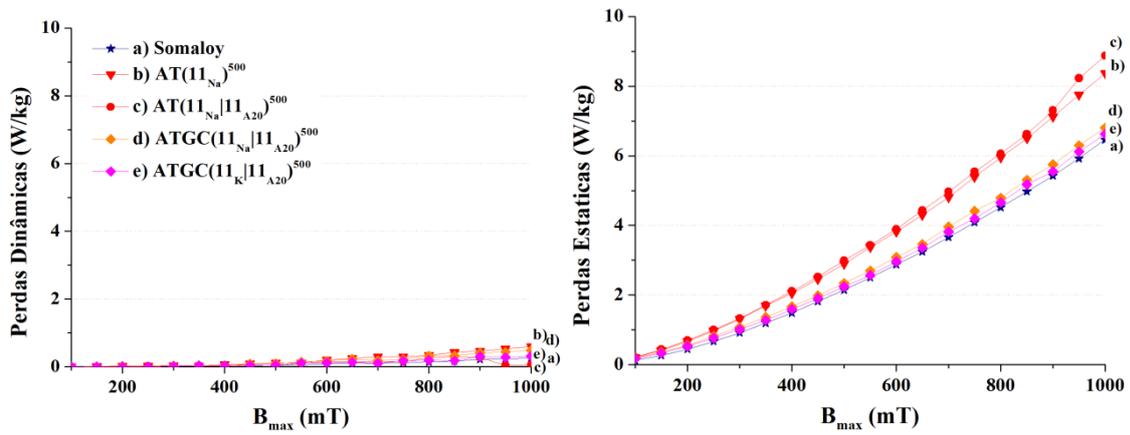


Fonte: Autoria Própria

Na medida de perdas a 60 Hz (Figura 35), a curva da amostra $ATGC(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ e $ATGC(11_K|11_{A20})^{500}$ apresentam perdas totais muito inferiores às amostras $AT(11_{Na})^{500}$ e $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$, quase se equiparando as perdas do material de referência Somaloy.

A divisão de perdas apresentada na Figura 36 mostra que a diminuição das perdas totais das amostras $ATGC(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ e $ATGC(11_K|11_{A20})^{500}$ pode ser totalmente atribuída à diminuição da componente de perdas estáticas. Apesar da amostra $ATGC(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ ter apresentado a metade da resistividade medida da amostra $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$, isto não foi o suficiente para causar um aumento considerável na componente de perdas dinâmicas como já discutido anteriormente.

Figura 36 - Separação de perdas a 60 Hz das amostra $ATGC(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ e $ATGC(11_K|11_{A20})^{500}$ em comparação às amostras Somaloy, $AT(11_{Na})^{500}$ e $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$.



Fonte: Autoria Própria

Apesar de não se mostrar determinante na permeabilidade do material, o tamanho de grão tem grande impacto na componente de perdas estáticas, evidenciando a importância do tratamento utilizado na otimização dos materiais.

6 – CONCLUSÕES

O presente trabalho teve como objetivo central o desenvolvimento de novos SMCs através do recobrimento de partículas de ferro puro por uma fina camada de silicato de sódio com nanopartículas cerâmicas dispersas na fase vítrea. O trabalho foi dividido em três etapas: I - Exploração, onde foi avaliado principalmente o comportamento em relação à temperatura do silicato de sódio com diferentes materiais particulados dispersos; II - Processamento, onde foi estudado o impacto dos parâmetros de processamento nas propriedades elétricas e magnéticas do material composto por ferro revestido por silicato de sódio sem e com a dispersão de nanopartículas de Al_2O_3 ; III - Otimização, visando melhorar o material estudado na etapa de processamento através da modificação de algum parâmetro pontual e verificar seu impacto principalmente nas suas propriedades de interesse. Com base nos resultados experimentais obtidos conclui-se o seguinte:

Etapa I - Exploração

- Uma rota de produção via simples imersão do pó metálico em solução de silicato alcalino, sem e com material particulado disperso, e subsequente secagem do material molhado em estufa, formou com sucesso um compósito magnético mole de partículas ferromagnéticas revestidas por fase vítrea isolante.
- A presença de um revestimento íntegro na superfície das partículas após a secagem pode ser identificada via termogravimetria do material sob ar sintético, sendo que enquanto íntegra, a fase vítrea impede o contato do oxigênio com o metal adiando sua oxidação para temperaturas mais altas.
- Enquanto o ferro puro sob atmosfera de ar sintético inicia sua oxidação abaixo de 500 °C, o revestimento de silicato de sódio puro previne esta oxidação, e portanto isola as partículas, até aproximadamente 600 °C. Após esta temperatura a viscosidade do revestimento se torna tão baixa que este escoia rapidamente para fora da superfície das partículas se acumulando nos poros.
- A adição de material particulado cerâmico na fase vítrea eleva a temperatura em que o material perde a integridade, pois as partículas servem como massas térmicas, aumentando a energia necessária para o revestimento atingir a transição vítrea e também aumentando a viscosidade deste após a transição.

- Da fase particulada dispersa na fase vítrea, quanto menores e menos agregadas forem as partículas, maior a resistência térmica do revestimento devido ao aumento da viscosidade deste após a transição.

Etapa II - Processamento

- A dispersão de nanopartículas de alumina na solução de silicato de sódio reduz a compressibilidade do compósito em relação ao material revestido com silicato de sódio puro. Compactadas a 800 MPa, a densidade a verde média do material diminui de 7,23 g/cm³ para 7,09 g/cm³ com a presença das nanopartículas na fase vítrea.
- A resistividade elétrica medida dos compósitos diminui com o aumento da temperatura de patamar final do tratamento térmico pois, após sofrer a transição vítrea, a viscosidade da fase isolante diminui com o aumento da temperatura e é escoado para os poros permitindo o contato metálico entre as partículas.
- A dispersão de nanopartículas de alumina na solução de silicato de sódio aumenta a resistividade elétrica dos materiais em relação aqueles revestidos por silicato de sódio puro. Tratadas a 500 °C por 30 min, por exemplo, a amostra revestida com silicato de sódio puro, $AT(11_{Na})^{500}$, apresentou resistividade de 25,24 $\mu\Omega\cdot m$, enquanto a amostra revestida com dispersão de nanopartículas, $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$, apresentou resistividade de 92,02 $\mu\Omega\cdot m$. A maior resistividade das amostras $AT(11_{Na}|11_{A20})$ em relação as amostras $AT(11_{Na})$ é consistente para todas as temperaturas.
- A adição das nanopartículas de Al₂O₃ no silicato de sódio aumenta a espessura do revestimento diminuindo tanto a densidade de ferromagnético no compósito quanto a interação ferromagnética entre as partículas metálicas e, portanto, diminuindo a permeabilidade relativa do compósito. Nas medidas de permeabilidade relativa a 60 Hz para uma indução máxima de 450 mT, as amostras $AT(11_{Na}|11_{A20})^{500}$ e $AT(11_{Na}|11_{A20})^{600}$ apresentaram um valor de 167 e 152 respectivamente. Aproximadamente 66 % do valor apresentado pelas amostras sem presença de nanopartículas, $AT(11_{Na})^{500}$ e $AT(11_{Na})^{600}$.
- Enquanto tratados a 700 °C a integridade dos revestimentos dos compósitos é debilitada aumentando a componente de perdas dinâmicas, o tratamento térmico a 500 °C é insuficiente para relaxar totalmente as tensões residuais introduzidas nas

amostras durante a etapa de compactação gerando uma maior componente de perdas estáticas. Para a amostra **AT(11_{Na}|11_{A20})**, o tratamento térmico com patamar a 600 °C apresentou a melhor relação entre as componentes resultando no menor valor de perdas totais.

- A diminuição da concentração de silicato de sódio e nanopartículas de alumina na solução de revestimento reduz efetivamente a espessura do depositado nas partículas, podendo levar a um aumento de permeabilidade.
- Tratadas termicamente sob atmosfera inerte, a resistência mecânica dos componentes produzidos com os materiais **AT(11_{Na})⁵⁰⁰** e **AT(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰** é bastante reduzida, 16 MPa e 12 MPa respectivamente. Porém, são suficientemente resistentes para suportar o manuseamento e bobinamento. Se desejado, aplicando o tratamento térmico sob atmosfera oxidativa, como utilizado para o material de referência **Somaloy**, pode-se adquirir uma resistência mecânica maior.

Etapa III - Otimização

- A redução da dureza do pó de ferro devido ao tratamento de crescimento de grão causou uma menor compatibilidade entre o pó base (mole) e o revestimento vítreo (duro) na amostra **ATGC(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰**, gerando mais contatos metálicos durante a compactação da amostra e por consequência diminuindo sua resistividade elétrica para 46,14 $\mu\Omega\cdot\text{m}$, 50% do valor da amostra **AT(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰**, cujo pó base não passou pelo tratamento anterior.
- Apesar da resistividade mais baixa, as perdas totais da amostra **ATGC(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰** apresentaram uma diminuição considerável em relação a amostra **AT(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰** devido a diminuição da componente de perda estática pelos maiores tamanhos de grão. Medida a 60 Hz para uma indução máxima de 450 mT, as perdas totais da amostra **ATGC(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰** apresentaram 78,6% do valor da amostra **AT(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰**.
- Apesar da maior viscosidade do silicato de potássio, a amostra **ATGC(11_K|11_{A20})⁵⁰⁰**, contendo a mesma concentração de sólido na solução de revestimento, apresentou uma espessura menor da fase vítrea do que a amostra **ATGC(11_{Na}|11_{A20})⁵⁰⁰** com silicato de sódio, resultando em uma maior permeabilidade e componente de perdas estáticas ligeiramente menores.

- As amostras $\text{ATGC}(11_{\text{Na}}|11_{\text{A20}})^{500}$ e $\text{ATGC}(11_{\text{K}}|11_{\text{A20}})^{500}$ apresentaram perdas totais comparáveis às do material de referência Somaloy mostrando potencial competitivo. Porém, é necessária a redução da espessura do revestimento para atingir o mesmo nível de permeabilidade relativa, o que pode ser conseguido com a redução na concentrações da solução de revestimento, tanto do silicato, quanto das nanopartículas.

7 – SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Caracterizar as medidas eletromagnéticas para os materiais utilizando diferentes concentrações de silicatos de sódio e nanopartículas de alumina, visando reduzir a espessura do revestimento.
- Realizar o tratamento térmico dos materiais sob atmosfera oxidativa, avaliando a influência nas propriedades eletromagnéticas e a melhoria na sua resistência mecânica como descrito por Evangelista L. L. (2016) (22).
- Estudar a influência da taxa de aquecimento e tempo de patamar do tratamento térmico nos materiais, buscando identificar a cristalização completa do silicato de sódio, através de um tratamento térmico mais longo. Falamaki (2003) (28) reporta que além do uso de sementes, um pré-aquecimento a temperaturas entre 150-200 °C pode favorecer a formação do dissilicato de sódio cristalino. Caso haja uma cristalização completa no revestimento, este pode vir a permitir temperaturas mais altas de tratamento térmico sem a perda da integridade.
- Estudar a influência de utilizar nanopartículas de outras composições como TiO_2 , ZrO_2 e B_2O_3 dispersas no silicato.
- Estudar o revestimento das partículas de ferro utilizando mistura de silicatos alcalinos, tendo em vista que as propriedades que envolvem mobilidade atômica de tais misturas, como a resistividade elétrica, não são necessariamente lineares com a concentração (24).
- Estudar a produção do material utilizando silicato de potássio no lugar do silicato de sódio mapeando as propriedades magnéticas para diferentes concentrações e temperaturas de tratamento térmico.

8 – REFERÊNCIAS

1. **Shokrollahi, H. e Janghorban, K.** Soft Magnetic Composite Materials (SMCs). *Journal of Materials Processing Technology*. 2007, Vol. 189, pp. 1-12.
2. **Daros, M. T.** RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS FERROMAGNÉTICAS COM ÓXIDOS ISOLANTES VIA MISTURAS DE PÓS A SECO. PGMAT, UFSC. Florianópolis/SC : 2016. Dissertação de Mestrado.
3. **Ramos Filho, A. I.** DESENVOLVIMENTO DE REVESTIMENTO DE COMPOSTOS DE BORO NA SUPERFÍCIE DE PARTÍCULAS DE FERRO. PGMAT, UFSC. Florianópolis/SC : 2016. Dissertação de Mestrado.
4. **Klein, A. N., et al.** PROCESSOS DE RECOBRIMENTO DE PARTÍCULAS, PROCESSO DE ENRIQUECIMENTO DE CAMADA DE SUPERFÍCIE DE PARTÍCULAS, MOTOR ELÉTRICO E PROCESSO DE MONTAGEM DE MOTOR ELÉTRICO. BR1020160196817 Brasil, 25 de Agosto de 2016. Privilégio de Inovação.
5. **Cullity, B. D. e Graham, C. D.** Introduction to Magnetic Materials. 2nd. New Jersey : John Wiley & Sons, Inc., 2009. ISBN 978-0-471-47741-9.
6. **Moskowitz, B. M.** Hitchhiker's Guide to Magnetism. HITCHHIKER'S GUIDE TO MAGNETISM. [Online] 5-8 de Junho de 1991. [Citado em: 2 de Setembro de 2016.] http://www.irm.umn.edu/hg2m/hg2m_index.html.
7. **Amorim, B. F.** Síntese e Caracterizações Estrutural e Magnética das Ferritas de Cobalto-Manganês ($\text{Co}_{[1-x]}\text{Mn}_{[x]}\text{Fe}_{[2]}\text{O}_{[4]}$ e $\text{Co}_{[1,2]}\text{Fe}_{[1,8-x]}\text{Mn}_{[x]}\text{O}_{[4]}$). Departamento de Física Teórica e Experimental, UFRN. Natal : 2015. Tese de Doutorado.
8. **Fiorillo, F.** Characterization and Measurement of Magnetic Materials. Torino : Elsevier Inc., 2004. ISBN 0-12-257251-3.
9. **Bertotti, G.** General Properties of Power Losses in Soft Magnetic Materials. *IEEE Transactions on Magnetism*. 1988, Vol. 24, 1.

10. **Kollár, P., et al.** Power loss separation in Fe-based composite materials. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2013, 327, pp. 146-150.
11. **Chetvorno.** Eddy Current - Wikipedia. Eddy Current. [Online] 3 de Fevereiro de 2016. [Citado em: 28 de Fevereiro de 2017.] https://en.wikipedia.org/wiki/Eddy_current.
12. **Cardoso, R. F. A.** INFLUÊNCIA DO TAMANHO DE GRÃO E DAS ADIÇÕES DE Al E Mn NAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DOS AÇOS ELÉTRICOS DE GRÃO NÃO ORIENTADO COM 3%Si. Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro : 2005. Dissertação de Mestrado.
13. **Cardoso, R. F. A.** AÇOS ELÉTRICOS DE ALTO SILÍCIO POR IMERSÃO A QUENTE: ANÁLISE DO PROCESSO E DA MICROESTRUTURA. Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro : 2010. Tese de Doutorado.
14. **Rodrigues, D., et al.** Properties of Iron Powder for AC Magnetic Application. *Advanced Powder Technology II*. 2001, Vols. 189-191, pp. 649-654.
15. **Watanabe, A. e Maeda, T.** Soft magnetic powder, granulated powder, dust core, electromagnetic component, and method for producing dust core. US 2012/0229245 A1 Osaka-shi, Osaka (JP), 2012. SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD..
16. **Ye, Z. e Skarman, B.** Soft magnetic powder. US 8,187,394 B2 Hoganas (SE), 2012. Hoganas AB.
17. **Vachon, G. e Gelinas, C.** Insulated iron-base powder for soft magnetic applications. US 2010/0224822 A1 Sorel-Tracy (CA), 2010. Quebec Metal Powders, Ltd..
18. **Watanabe, A., et al.** Soft magnetic powder, granulated powder, dust core, electromagnetic component, and method for producing dust core. US 2013/0181802 A1 Osaka-shi, Osaka (JP), 2013. SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD..

19. **Li, Yongjian, et al.** Magnetic Anisotropic Properties Measurement and Analysis of the Soft Magnetic Composite Materials. IEEE Trans. Appl. Supercond. 2014, Vol. 24, 5.
20. **Callister, W. D. e Rethwisch, D. G.** Fundamentals of materials science and engineering: An integrated approach. 6th ed. Hoboken : John Wiley & Sons, 2008. ISBN-10: 0-471-73696-1.
21. **Höganäs AB.** Soft Magnetic Composites. Site da Höganäs AB. [Online] Höganäs, Novembro de 2016. [Citado em: 28 de Fevereiro de 2017.] www.hoganas.com/somaloy.
22. **Evangelista, Leandro Lima.** INVESTIGAÇÃO DOS EFEITOS DO PROCESSAMENTO NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS, ELÉTRICAS E MAGNÉTICAS DE COMPÓSITOS MAGNÉTICOS MOLES. Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis : s.n., 2016. Dissertação de Mestrado.
23. **Lagaly, G., et al.** Silicates. s.l. : Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2000. DOI 10.1002/14356007.a23_661.
24. **Day, D. E.** Mixed Alkali Glasses - Their Properties and Uses. Journal of Non-Crystalline Solids. 1976, Vol. 3, 21, pp. 343-372.
25. **Barks, R. W.** Method of sealing leaks in a cooling system. US4708195 A EUA, 24 de Novembro de 1987. Invenção.
26. **DIATOM.** Silicato - Diatom. Diatom. [Online] Diatom, 2017. [Citado em: 22 de Março de 2017.] <http://www.diatom.com.br/pt-BR/produtos/silicato>.
27. **Metal Powder Industries Federation.** Determination of Transverse Rupture Strength of Powder Metallurgy Materials. MPIF Standard Test Methods. New Jersey : s.n., 1951. MPIF Standard No. 41.

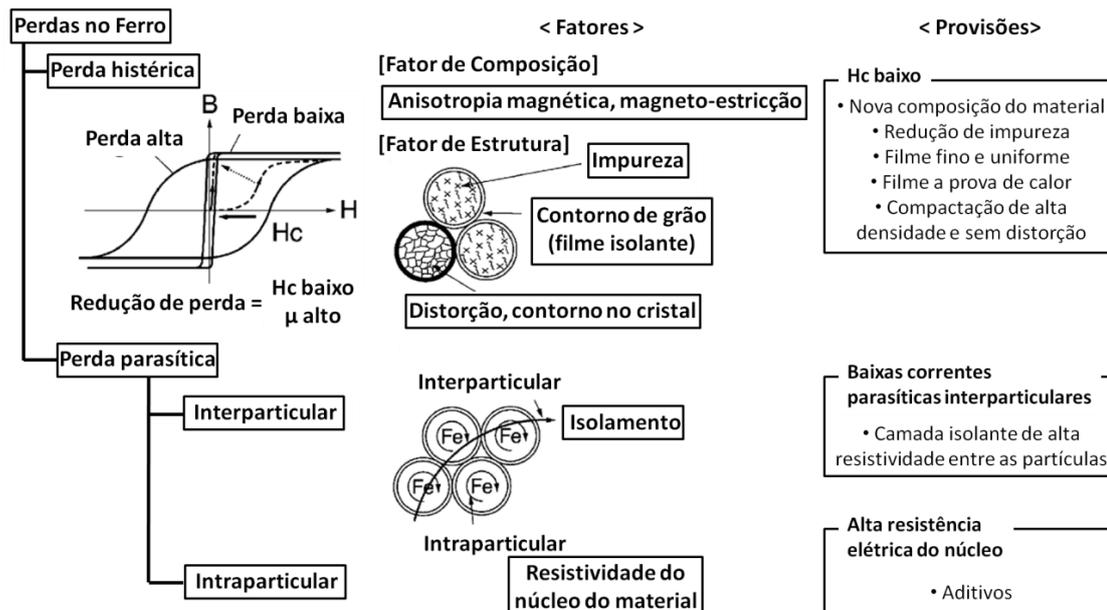
28. **Falamaki, Cavus.** Crystallization of δ -Na₂Si₂O₅-rich layered silicates from sodium silicate solutions: seeding and temperature programmed δ -phase embryo creation. *J. Eur. Ceram. Soc.* 2003, Vol. 23, 5, pp. 697–705.

29. **Yensen, Trygve D.** Magnetic and Other Properties of Iron-Silicon Alloys, Melted in Vacuo. Engineering Experiment Station, University of Illinois. Illinois : University of Illinois, 1915. Bulletin No. 83.

ANEXO A – PARÂMETROS E DEPENDÊNCIAS ASSOCIADOS A PERDAS MAGNÉTICAS

A Figura 37 apresenta um esquema conceitual de fatores associados a perdas magnéticas e possíveis provisões para a sua diminuição.

Figura 37 - Esquema conceitual de perdas magnéticas no ferro.



Fonte: Shokrollahi, H. e Janghorban, K. (2007) (1)

O Quadro 1 indica a dependência da composição e processos de fabricação nas características eletromagnéticas, térmicas e mecânicas do material.

Quadro 1 - Dependência da composição e processos de fabricação nos parâmetros do material.

Parâmetro	I	II	III	IV	V
Permeabilidade	↑	↓	↓	↑	↑
Densidade de Fluxo	↑	↓	↓	↑	↑
Coercividade	↑	-	-	↑	↓
Resistividade	↓	↑	↑	↓	↓
Condutividade térmica	↑	↓	↓	↑	↑
Resistência Mecânica	↓	↓	↑	↑	↑↓*

Fonte: Shokrollahi, H. e Janghorban, K. (2007) (1)

(I) Aumento no tamanho de partícula; (II) Adição de lubrificante; (III) Adição de ligante;

(IV) Aumento na pressão de compactação; (V) Tratamento térmico.

* Em um material com ligante, a resistência aumenta até 200 °C (Gelinas et al., 1998) e (Jansson, 2000), devido a melhora na distribuição do ligante, porém maiores temperaturas deterioram o ligante diminuindo a resistência. Um material sem ligante (ou lubrificante) apresenta um aumento monotônico na resistência com o aumento da temperatura (Jansson, 1998).

ANEXO B – FICHA TÉCNICA: SOMALOY® 700 3P - 800 MPa

Somaloy® 700 3P

800 MPa

General			
Base material: Somaloy 700 3P	Additive(s): 0.3% 3P Lube	Compaction: Pressure: 800 MPa Die temperature: 80°C	Heat treatment: Atmosphere: Steam Temperature: 530°C

Mechanical properties		Standards	
Transverse rupture strength/150°C [MPa]	125/125	SS-ISO 3325	
Tensile strength/Yield strength [MPa]	65/65	SS-EN 10002-1, ISO 2740	
Compressive Strength/Yield [MPa]	550/280	ASTM E9-89a	
Young's modulus [GPa]	190	ASTM E 1876-99	
Poisson's ratio	0.23	ASTM F 1876-00	
Impact Energy [J]	2	SS-EN 10045, SS-EN 25754	

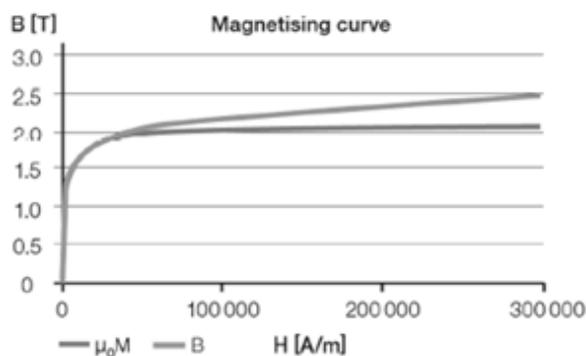
Magnetic properties		Standards	
B@4000A/m [T]	1.37	IEC 60404-4	
B@10000A/m [T]	1.61	IEC 60404-4	
H _c [A/m]	217	IEC 60404-4	
μ _r -max	850	IEC 60404-4	

Physical properties		Standards	
Density [g/cm ³]	7.57	SS-ISO 2738	
Thermal expansion [K ⁻¹]	11 e-06	ASTM E 228/MPF 35	
Thermal conductivity [W/m·K]	25	ISO 22007-2	
Resistivity [μΩm]	200	Four point measurements on non. size OD 50mm ID 45mm Height 6mm	

Powder properties		Standards	
Apparent density [g/cm ³]	3.32	ISO 3923/1	
Flow [g/50g]	34	ISO 4490	
Green density [g/cm ³]	7.59	ISO 3927	
Green strength [MPa]	24	ISO 3995	
Springback [%]	0.10	ISO 4492, ISO 2740	
Heat treated dim. change [%]	-0.01	ISO 4492, ISO 2740	
Total dim. change [%]	0.09	ISO 4492, ISO 2740	

Magnetising curve

Data adjusted for use in Finite Element modelling



H[A/m]	μ ₀ M[T]	B[T]	H[A/m]	μ ₀ M[T]	B[T]
0	0.00	0.00	11450	1.63	1.65
57	0.02	0.02	25469	1.82	1.85
96	0.05	0.05	49777	1.95	2.01
159	0.11	0.11	74777	2.00	2.09
218	0.18	0.18	99777	2.03	2.15
449	0.48	0.48	124777	2.05	2.20
624	0.64	0.64	149777	2.06	2.25
929	0.84	0.85	189777	2.08	2.32
1466	1.06	1.06	229777	2.09	2.38
2471	1.25	1.25	279777	2.11	2.46
5041	1.44	1.45	304777	2.113	2.50

Core loss

[W/kg]	50/60 Hz	100 Hz	200 Hz	300 Hz	400 Hz	500 Hz	600 Hz	700 Hz	800 Hz	900 Hz	1000 Hz	2000 Hz
0.5T	1.5/1.8	3.0	6.0	10	13	17	21	25	29	33	38	92
1.0T	5.0/6.1	10	21	33	45	58	71	86	101	116	132	331
1.5T	10/12	21	43	67	93	119	148	178	209	242	276	703

Measured according to CEI/IEC 60404-6:2003 on ring sample (OD55 ID45 H5 mm).

Loss model

K _h	0.099	K _{ep}	0.000027
----------------	-------	-----------------	----------

$$P_{tot} = K_h * f * B^{1.75} + K_{ep} * f^2 * B^2 + \frac{B^2 * f^2 * d^2}{1.8 * \rho * resistivity * 1000} \quad [W/kg]$$

Model is verified up to 1.5T and 5000Hz.

- K_h Hysteresis loss coefficient
 K_{ep} In particle eddy current coefficient
 d Smallest cross section of component [mm]
- f Frequency [Hz]
 B Field strength [T]
 ρ Density [g/cm³]
 resistivity [μΩm]