

ANTONIO ITAMAR RAMOS FILHO

DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITO MAGNÉTICO MOLE
COM REVESTIMENTOS DE COMPOSTOS DE BORO EM
PARTÍCULAS DE FERRO

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, como requisito parcial para a obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Aloisio Nelmo Klein
Coorientadora: Gisele Hammes

FLORIANÓPOLIS
2016

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

Ramos Filho, Antonio Itamar Ramos Filho
DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITO MAGNÉTICO MOLE COM
REVESTIMENTOS DE COMPOSTOS DE BORO EM PARTÍCULAS DE
FERRO / Antonio Itamar Ramos Filho Ramos Filho ;
orientador, Aloisio Nelmo Klein Klein,
coorientadora, Gisele Hammes Hammes, 2016.
73 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de
Santa Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-
Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais,
Florianópolis, 2016.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2.
Metalurgia do pó. 3. Compósito magnético mole. 4.
Revestimento de partículas. 5. Compostos de boro. I.
Klein, Aloisio Nelmo Klein. II. Hammes, Gisele
Hammes. III. Universidade Federal de Santa
Catarina. Programa de Pós-Graduação em Ciência e
Engenharia de Materiais. IV. Título.

DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITO MAGNÉTICO MOLE
COM REVESTIMENTOS DE COMPOSTOS DE BORO EM
PARTÍCULAS DE FERRO

Esta Dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de
“Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais” e aprovada em sua
forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia
de Materiais.

Florianópolis, 13 de setembro de 2016.

Prof. Dr. Guilherme Mariz de Oliveira Barra
Coordenador do Curso

Prof. Dr. Ing. Aloisio Nelmo Klein
Orientador

Dr. Eng. Gisele Hammes
Coorientadora

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Ing Lírío Schaeffer
Universidade Federal do Rio
Grande do Sul

Prof. Dr. Cristiano Binder
Universidade Federal de Santa
Catarina

Prof. Dr. Valderes Drago
Universidade Federal de Santa Catarina

A minha família, por todo amor e
confiança.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Aloisio Nelmo Klein, pela confiança e orientação durante toda minha formação e pelo exemplo de profissional, sempre indicando o melhor caminho.

A Dra. Gisele Hammes, pelo apoio e orientação durante o desenvolvimento do trabalho.

Ao Professor Cristiano Binder, pelos conselhos pessoais e profissionais recebidos desde do início da graduação e como mestrando.

Aos Professores Antônio Pedro Novaes de Oliveira e Guilherme Mariz de Oliveira Barra e ao Rogério Campos, representantes do PGMAT, pelo auxílio nos assuntos envolvendo a pós-graduação.

Em especial, aos meus alunos, Bianca, Stephan e Leticia por toda a ajuda durante as atividades e pela oportunidade de aprendizado, vocês tornaram possível o término deste trabalho.

A todos os demais amigos de LabMat, em especial, Anderson, Fred, Maisa, Paulo e Shioga pela amizade e apoio no trabalho desenvolvido.

Ao GRUCAD, pela atenção e contribuição nas caracterizações das propriedades elétricas e magnéticas.

A empresa Embraco, a CAPES e o BNDES, pelo financiamento de toda a pesquisa.

Aos amigos da República TNT, pelos momentos de descontração e testes de paciência que com certeza contribuíram para meu crescimento pessoal.

Aos meus pais, Itamar e Maria Inês, a minha irmã, Adriana, e a minha namorada, Fernanda, por todo carinho, dedicação, paciência e amor. Por sempre acreditarem em meu sucesso, mesmo quando eu duvidava.

A todas demais pessoas que contribuíram para minha formação neste curso de pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais.

Enfim, a todos minhas sinceras gratidões.

“As oportunidades normalmente se
apresentam disfarçadas de trabalho árduo
e é por isso que muitos não as
reconhecem.”

- Ann Landers

RESUMO

Neste trabalho foi estudada a formação de uma camada de compostos de boro, isolante elétrico, nas partículas de ferro para o desenvolvimento de um compósito magnético mole. Os revestimentos foram obtidos a partir de duas rotas de fabricação, a primeira foi a transformação de ácido bórico em óxido de boro e vapor de água e a segunda foi o tratamento termoquímico de boretação em caixa das partículas de ferro. A formação e a estabilidade das camadas foram estudadas utilizando as caracterizações de microscopia eletrônica de varredura, microscopia ótica, análises térmicas, densidade e propriedades mecânicas. Foram ainda analisadas as propriedades elétricas e magnéticas dos compósitos. Para desenvolver o revestimento a base de óxido de boro, partiu-se de três concentrações diferentes de ácido bórico (1, 2 e 5 % em massa) adicionadas via mistura líquida de uma solução com álcool isopropílico. As análises térmicas mostram que as reações de transformação ocorrem nas temperaturas de 160°C e 180°C. As imagens de microscopia eletrônica de varredura nas partículas de ferro mostram que há uma camada de ácido bórico que varia de acordo com a concentração do ácido. As amostras tratadas à 900°C indicaram camadas homogêneas na metalografia, porém os resultados de resistividade foram próximos aos do Fe-AHC compactado, indicando que há muitos contatos metal-metal entre as partículas de ferro. A partir desses resultados, os compósitos foram tratados a 700°C, mostrando que a resistividade aumentou de 0,31 para 9,1 $\mu\Omega\cdot\text{m}$ para amostra com 2 % de ácido bórico. O tratamento termoquímico de boretação formou uma camada de boreto de ferro (Fe_2B) na superfície das partículas. Esse revestimento mostrou-se estável até 900°C onde foi realizado o tratamento térmico do compósito. No entanto, a mistura boretante não foi separada de forma eficiente, deixando partículas não magnéticas no compósito. As propriedades magnéticas de permeabilidade foram maiores que as amostras com óxido de boro, porém o Fe_2B não apresenta elevada resistividade, aumentando as perdas por correntes parasitas. O compósito que apresentou melhores resultados nas propriedades elétricas, magnéticas e mecânicas, neste estudo, foi formado a partir do ácido bórico. As propriedades magnéticas de permeabilidade foram de 160, a uma indução de 300 mT e 60 Hz, para amostra contendo 1% de ácido e 6,74 W/kg de perdas totais, a 800 mT e 60 Hz.

Palavras-chave: Metalurgia do pó, compósito magnético mole, revestimento de partículas, compostos de boro.

ABSTRACT

In this work was studied the formation of boron compounds layer as electric isolated in the iron particles to development of a soft magnetic composite. The coatings were obtained from two productions routes, the first one was the boric acid to boron oxide and water vapor transformation and the second one was the thermochemical treatment of boriding of the iron particles. The coating formation and stability was investigated using the characterizations of scanning electron microscopy, optical microscope, thermal analysis, density and mechanical properties, they were also analyzed the electric and magnetic properties of the composites. For boron oxide coating was split in three different concentrations of boric acid, 1, 2, 5 %_{wt.} in the composite, via the liquid mixture added a solution with isopropyl alcohol. The thermal analysis showed that the transformation reactions occur at temperatures of 160°C and 180°C. The scanning electron microscopy in the iron particles show that there is a boric acid layer varies according to the acid concentration. The samples treated at 900°C indicated the homogeneous layers in metallography, but the resistivity results were close to the compacted pure iron, indicating that there is a lot contacts between the particles. From these results, the composites were treated at 700°C, showing that resistivity increased from 0.31 to 9.1 $\mu\Omega\cdot\text{m}$ for sample with 2% boric acid. The thermochemical treatment of boriding formed an iron boride (Fe_2B) layer on the surface of the particles iron. The coating remained stable up to 900°C where it was carried out the heat treatment of the composite. However, boriding mixture was not separated efficiently, leaving non-magnetic particles in the composite. The magnetic permeability properties were higher than the samples containing boron oxide, but the iron boride does not have high resistivity, increasing eddy current losses. The composite demonstrated better results in this study was formed from a boric acid containing 1%. The magnetic permeability properties were 160, at an induction of 300 mT e 60 Hz, for the sample content 1% of acid and 6,74 W/kg of total loss, at 800 mT e 60 Hz.

Key-words: Powder metallurgy, soft magnetic composite, particles coating, boron compounds.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Campo magnético no interior de um solenoide.	3-27
Figura 2 - Método de caracterização do fluxo magnético em um toroide.	3-27
Figura 3 - Curva típica de magnetização de um material ferromagnético mole.....	3-28
Figura 4 - Curva de histerese típica de um material magnético mole.	3-29
Figura 5 - Esquema da configuração dos domínios magnéticos e da parede de domínio.....	3-30
Figura 6 - Curva de magnetização inicial e permeabilidade relativa de materiais magnéticos moles.	3-31
Figura 7 – Esquema da microestrutura de um SMC.....	3-32
Figura 8 - Reações de transformação de ácido bórico em óxido de boro e água com a temperatura.....	4-35
Figura 9 - Mapa de fluxo de processo para desenvolvimento de recobrimento isolante de óxido de boro.	4-36
Figura 10 - Matérias primas utilizadas no desenvolvimento de recobrimento com óxido de boro.....	4-37
Figura 11 - Parâmetros utilizados para obter a solução de álcool isopropílico e ácido bórico.	4-38
Figura 12 - Toroide utilizado para medida das propriedades elétricas e magnéticas.....	4-38
Figura 13 - Mapa de fluxo de processo para desenvolvimento de recobrimento isolante de boreto de ferro.....	4-40
Figura 14 - Matérias primas utilizadas para desenvolvimento de revestimento isolante de boreto de ferro.	4-41
Figura 15 - Parâmetros do tratamento termoquímico de boretação....	4-41
Figura 16 - Esquema do dispositivo de caracterização da resistividade elétrica.	4-45
Figura 17 - Imagens de MEV mostrando a influência do teor de ácido bórico no recobrimento da partícula.....	5-47
Figura 18 - Medida de EDS mostrando a composição química do revestimento no pó.	5-48
Figura 19 - Curva de análise térmica diferencial (DTA) e termo gravimetria (TG) do ácido bórico.....	5-49
Figura 20 - Curvas de análise térmica diferencial (DTA) e termo gravimetria (TG) do Fe-AHC e das partículas recobertas com 1, 2 e 5% de ácido bórico.	5-50

Figura 21 - Variação dimensional durante o tratamento térmico, medido em dilatômetro, para ao Fe-AHC e as amostras contendo ácido bórico.	5-51
Figura 22 - Densidade a verde, relativa e após o tratamento térmico a 900°C das composições de ácido bórico.	5-52
Figura 23 - Microestrutura das amostras contendo ácido bórico após o tratamento térmico a 900°C.	5-53
Figura 24 - Microestrutura e análise química da camada de óxido de boro analisada em microscópio eletrônico de varredura.	5-54
Figura 25 - Espectro de difração de Raios X mostrando as fases de óxidos formadas no tratamento térmico a 900°C das amostras contendo ácido bórico.	5-55
Figura 26 - Microdureza Vickers do Fe-AHC e das amostras contendo ácido bórico.	5-55
Figura 27 - Tensão máxima obtida do ensaio de resistência a flexão das amostras contendo ácido bórico e do Somaloy.	5-56
Figura 28 - Microestrutura das partículas de pó após o tratamento termoquímico de boretação.	5-57
Figura 29 - Espectro de difração de Raios-X mostrando a fase Fe ₂ B formada no tratamento de boretação.	5-58
Figura 30 - Curva de análise térmica diferencial do Fe-AHC e das partículas recobertas com Fe ₂ B.	5-59
Figura 31 - Diagrama de fase ferro-boro.	5-59
Figura 32 - Variação dimensional durante o tratamento térmico, medido em dilatômetro, para ao Fe-AHC e a amostra com camada de Fe ₂ B entre as partículas.	5-60
Figura 33 - Microestrutura da amostra com revestimento de boreto de ferro após o tratamento térmico a 900°C.	5-61
Figura 34 - Microestrutura em MEV mostrando as partículas de SiC.	5-62
Figura 35 - Microdureza das partículas de ferro com revestimento de Fe ₂ B após o tratamento térmico a 900 °C.	5-62
Figura 36 - Laço B – H dos toroides contendo 1 e 2% de ácido bórico, revestimento de Fe ₂ B e do Somaloy.	5-64
Figura 37 - Gráfico da permeabilidade em função da indução máxima para os toroides contendo 1 e 2 % de ácido bórico, revestimento de Fe ₂ B e do Somaloy.	5-65
Figura 38 - Gráfico das perdas totais em função a indução máxima para os toroides contendo 1 e 2 % de ácido bórico, revestimento de Fe ₂ B e do Somaloy.	5-66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Percentual em massa e em volume de óxido de boro a partir da adição de ácido bórico.....	5-54
Tabela 2 - Resistividade das amostras contendo ácido bórico, Fe-AHC e Somaloy.....	5-63

SUMÁRIO

1	Introdução.....	1-21
2	Objetivos	2-23
2.1	Objetivos específicos.....	2-23
3	Revisão Bibliográfica	3-25
3.1	Materiais magnéticos.....	3-25
3.2	Materiais magnéticos moles	3-29
3.3	Compósito de material magnético mole	3-31
4	Metodologia de desenvolvimento.....	4-35
4.1	Planejamento Experimental – Óxido de Boro.....	4-35
4.2	Procedimento experimental – Boreto de ferro.....	4-39
4.3	Metodologias de caracterização	4-42
4.3.1	Medida de densidade	4-42
4.3.2	Análises Térmicas Simultâneas	4-42
4.3.3	Sinterização em dilatômetro	4-42
4.3.4	Microscopia Óptica.....	4-43
4.3.5	Microscopia eletrônica de varredura.....	4-43
4.3.6	Microdureza.....	4-44
4.3.7	Difração de Raios X	4-44
4.3.8	Resistência à flexão	4-44
4.3.9	Resistividade elétrica	4-44
4.3.10	Propriedades magnéticas	4-45
5	Resultados e discussões.....	5-47
5.1	Desenvolvimento da camada de óxido de boro.....	5-47
5.2	Desenvolvimento da camada de boreto de ferro	5-57
5.3	Propriedades elétricas e magnéticas	5-63
6	conclusões	6-69
7	Sugestão para trabalhos futuros.....	7-71
8	Referências bibliográficas	8-73

1 INTRODUÇÃO

A eficiência energética vem sendo tema de estudo em diversas áreas de engenharia dada a grande preocupação mundial com o consumo de energia e emissões de gás carbônico. Em resposta a esses estudos, existe um esforço contínuo quanto a criação de leis e regulamentos com o objetivo de estabilizar e reduzir as emissões de CO₂ na transformação de energia, no consumo residencial e comercial, no transporte e na indústria (Csanyi, Edvard, 2011). Sendo assim, o desenvolvimento de novos materiais, com propriedades e microestrutura projetados para uma determinada aplicação, possui um papel fundamental para a melhoria da eficiência dos sistemas.

Neste contexto, os materiais magnéticos possuem extrema importância pois são aplicados em vários campos de engenharia como: circuitos elétricos, dispositivos de comunicação, microeletrônica, indústria automotiva e aparelhos eletrodomésticos. Todas essas aplicações usam as propriedades dos materiais magnéticos para converter energia e esses processos geram perdas relacionadas à montagem dos componentes e às propriedades eletromagnéticas dos materiais (Csanyi, Edvard, 2011).

Os materiais magnéticos moles são uma importante classe de materiais ferromagnéticos, sua principal característica é a facilidade de ser magnetizado e desmagnetizado, em outras palavras, alinhar o campo magnético interno em relação a um fraco campo externo e desalinhar quando cessada a aplicação do campo externo. Eles são aplicados em transformadores, indutores, motores elétricos e geradores e podem trabalhar em corrente alternada ou contínua (Gutfleisch *et al.*, 2011).

Os materiais utilizados, tipicamente, são chapas eletricamente isoladas de ferro puro, ferro silício, ferro níquel e ferro cobalto ou óxido de ferro, devido elevada resistência elétrica. Essa propriedade é fundamental para diminuir as perdas por corrente de fuga, gerada pela variação do campo magnético dentro do material. Os avanços tecnológicos dos últimos anos e a busca por utilizar menos matéria prima e recursos naturais tem aumentado a demanda por tecnologias mais sofisticadas que testam os limites das soluções tradicionais (Oikonomou, 2014).

Uma alternativa promissora para a substituição das chapas de aço elétrico usadas no estator ou rotor de motores elétricos são os compósitos magnéticos moles (SMC – *Soft Magnetic Composite*) produzidos a partir

da compactação de pó de material magnético mole com um isolamento elétrico entre as partículas (Persson *et al.*, 1995). Essa solução foi concebida a mais de 100 anos atrás, porém está tecnologia permaneceu pouco desenvolvida, devido as propriedades deficientes alcançadas pelas tecnologias de fabricação utilizadas e os dispositivos, onde os SMC's podem ser competitivos, não estavam bem desenvolvidos.

No entanto, a melhoria dos processos de fabricação via metalurgia do pó e o avanço tecnológico nas áreas de eletrônica, comunicações e aplicações para altas frequências, tem contribuído para o aumento do uso dos SMCs. As principais vantagens apresentadas por essa classe de materiais são a sua alta resistividade elétrica e a possibilidade de conduzir o fluxo magnético de maneira isotrópica em três dimensões (3D), enquanto as chapas de aço elétrico ficam limitada a 2 dimensões. Está característica possibilita o desenvolvimento de novos designs e redução de peso, de perdas energéticas e de custo de produção (Taghvaei, A H *et al.*, 2009).

A seleção da matéria prima, o processamento e a formação do isolamento elétrico são aspectos importantes para a obtenção de propriedades elétricas e magnéticas, como resistividade, permeabilidade e saturação magnética, que podem possibilitar o uso de SMCs em novas aplicações. Sendo assim, neste trabalho será desenvolvido o processamento de material magnético mole com dois isolamentos elétricos inorgânicos, de boreto de ferro e óxido de boro, entre as partículas, a partir do tratamento na superfície do pó e do ajuste das etapas de processamento, compactação e tratamento térmico.

O presente estudo faz parte de um projeto de pesquisa em parceria com o BNDES e a Embraco que tem o objetivo de desenvolver novos materiais, a partir da metalurgia do pó, para serem aplicados em compressores herméticos. Outros trabalhos também estão sendo desenvolvidos na área de materiais magnéticos moles.

2 OBJETIVOS

O objetivo global deste trabalho é desenvolver um compósito magnético mole contendo uma camada inorgânica de isolante elétrico entre as partículas de ferro gerado a partir de dois compostos de boro, obtidos via mistura líquida e tratamento termoquímico.

2.1 Objetivos específicos

- Desenvolver rota de recobrimento de partículas de ferro com ácido bórico via mistura líquida e evaporação do solvente;
- Desenvolver recobrimento de boro de ferro em partículas de ferro via tratamento termoquímico de boretção;
- A partir dos pós produzidos, caracterizar a estabilidade e a formação da camada de isolamento;
- Correlacionar os parâmetros de processamento e as microestruturas obtidas com a resistividade elétrica, permeabilidade magnética e perdas.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Materiais magnéticos

Teoricamente, todos os materiais são magnéticos, em outras palavras, respondem de alguma maneira a um campo magnético externo. Isso porque, todos os materiais são formados por átomos e o comportamento a um campo magnético externo pode ser atribuído a estrutura atômica, ou seja, o movimento orbital do elétron ao redor do núcleo e o spin em torno do seu próprio eixo causam momentos magnéticos separados que interagem com o campo externo. De acordo com sua interação são classificados em (Askeland, Fulay e Wright, 2011):

- Ferromagnéticos: Os momentos magnéticos eletrônicos se alinham paralelamente com um campo magnético externo. Esses materiais apresentam a formação de domínios magnéticos e uma curva de histerese;
- Ferrimagnéticos: Em materiais cerâmicos, os íons apresentam diferentes momentos magnéticos e em um campo externo um tipo de íon se alinha enquanto outro se opõe ao campo. Como o número de dipolos não é igual, há uma magnetização resultante fazendo com que esse material se alinhe com o campo aplicado, mas com uma resposta mais fraca do que aquela apresentada pelos materiais ferromagnéticos;
- Diamagnéticos: O campo magnético externo induz um dipolo magnético contrário ao campo, sendo a sua magnetização menor que zero;
- Paramagnéticos: Possuem elétrons desemparelhados que se alinham com o campo externo, porém são necessários campos magnéticos fortes para alinhar todos os dipolos e assim que o campo é retirado o alinhamento é perdido;
- Antiferromagnéticos: Os momentos magnéticos vizinhos se alinham opostos um em relação a outro.

A história do magnetismo começou com a descoberta de um material encontrado na natureza chamado de magnetita, nome derivado da região onde havia grandes depósitos deste mineral. Posteriormente, foi descoberto que quando a magnetita, com um formato adequado, fosse colocada de maneira a flutuar na água, uma das extremidades apontaria, aproximadamente, para o norte geográfico e outra para o sul. Uma agulha de aço se comportaria da mesma maneira se friccionada a magnetita, o

que levou ao desenvolvimento da bússola (Cullity e Graham, 2008; Lowrie, 1997).

A extremidade do ímã que aponta para o norte geográfico foi chamada de polo norte magnético e a outra, polo sul. Como polos iguais se repelem e polos diferentes se atraem, esta convenção define que há um polo sul magnético próximo ao polo norte geográfico. O primeiro estudo científico a respeito dos materiais magnéticos e do comportamento da bússola foi realizado por William Gilbert (1540-1603) e seu livro, *On the Magnet*, foi publicado em 1600. Seus estudos definiram com precisão o campo magnético da Terra, ele foi o primeiro a utilizar os termos atração elétrica, força elétrica e polos magnéticos (Gilbert, 2016).

Após a publicação de Gilbert não houve grandes descobertas, pois, para obter ímãs era necessário possuir magnetita ou atritar outros materiais nela. Até que em 1825, foi produzido o primeiro ímã eletromagnético a partir da descoberta de Hans Christian Oersted (1775-1851), em que um fio onde percorre uma corrente elétrica produz um campo magnético, tornando possível produzir campos e ímãs mais intensos (Orsted, Hans Christian; Jelved, Keren; Jackson, 2014).

A intensidade do campo magnético, H , a uma distância r , produzido por uma corrente elétrica, i que passando por um fio é dado pela equação (1).

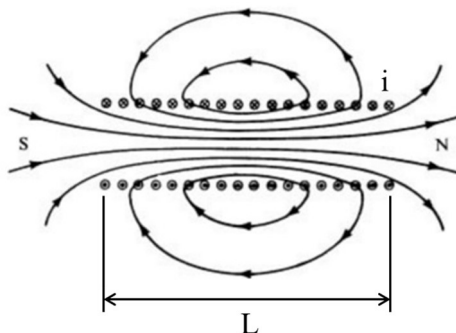
$$H = \frac{2i}{10r} \quad (1)$$

A unidade do sistema internacional para o H é A/m. Quando uma corrente elétrica passa por um enrolamento helicoidal produz um campo magnético uniforme no interior da bobina, representado na Figura 1. O campo no interior da bobina é dado pela equação (2).

$$H = \frac{4\pi ni}{10L} \quad (2)$$

onde n é o número de espiras, L é o tamanho do enrolamento e i a corrente elétrica.

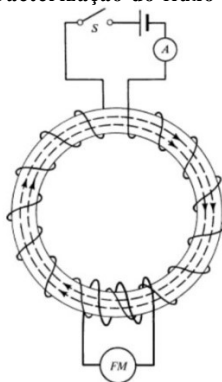
Figura 1 - Campo magnético no interior de um solenoide.



Fonte: Adaptado de (Cullity e Graham, 2008).

Um material pode ser colocado dentro da espira variando a densidade de fluxo magnético no seu interior. A intensidade deste fenômeno pode ser medida, a Figura 2 mostra um dos métodos para se obter o fluxo magnético. O enrolamento helicoidal é feito em uma amostra no formato de um anel e esse formato evita a formação de polos magnéticos simplificando a interpretação dos resultados, este enrolamento, chamado de primário, é conectado a uma fonte de corrente alternada e a um amperímetro. Outro enrolamento, chamado de secundário é colocado em parte ou em todo o anel e conectado a um integrador eletrônico. Este anel é chamado de toroide.

Figura 2 - Método de caracterização do fluxo magnético em um toroide.

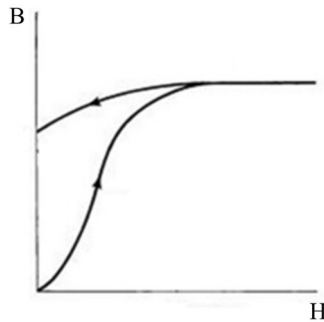


Fonte: Adaptado de (Fiorillo, 2004a).

Quando a corrente alternada circula pelo enrolamento primário é produzido um campo H , considerando a área transversal do toroide temos um fluxo magnético variável. Este fluxo variável através do enrolamento secundário induz uma diferença de potencial elétrico que integrado no tempo representa a densidade de fluxo magnético B no toroide, no sistema internacional a unidade de medida de B é Tesla (T).

Se não houver material no lugar do toroide o fluxo magnético produzido pelo enrolamento primário é proporcional ao fluxo medido pelo enrolamento secundário. Quando é colocado um material ferromagnético o aumento do H produz um aumento no B . A Figura 3 mostra a curva B - H típica de um material ferromagnético mole.

Figura 3 - Curva típica de magnetização de um material ferromagnético mole.



Fonte: Adaptado de (Cullity e Graham, 2008).

Alguns fenômenos podem ser observados neste gráfico:

- A saturação magnética onde apesar do aumento do campo externo H , a magnetização permanece quase constante, resultando em um aumento muito pequeno de B ;
- A histerese, onde a diminuição do H para zero não anula a magnetização do material permanecendo um campo interno, ou seja, tornando-se um ímã permanente;
- Uma dependência não linear entre o B e H , sendo a relação entre eles é chamada de permeabilidade, esta é representada na equação (3).

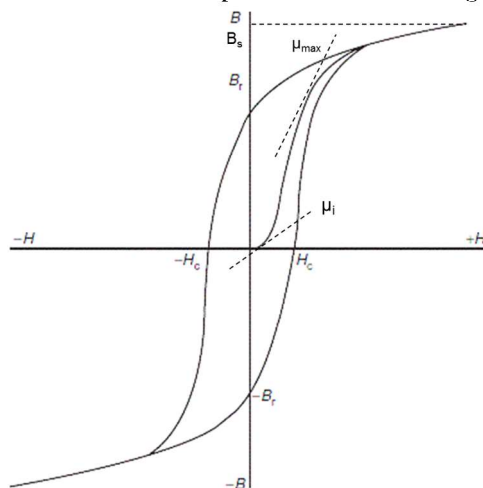
$$\mu = \frac{B}{H} \quad (3)$$

A permeabilidade magnética não possui um valor constante, sendo, normalmente, um valor menor no início da magnetização, aumentando com o aumento de H e diminuindo drasticamente próximo a saturação.

3.2 Materiais magnéticos moles

Materiais magnéticos moles, em inglês *soft magnetic materials*, são um tipo de material ferromagnético ou ferrimagnético que pode aumentar a densidade de fluxo em até 6 ordens de grandeza com campos externos de baixa magnitude, graças a sua elevada permeabilidade magnética e alta indução de saturação. Além disso, esses materiais também apresentam uma magnetização resultante baixa, em outras palavras, quando o campo externo H é desligado, o campo magnético no interior do material diminui para décimos ou centésimos de Tesla. A Figura 4 mostra uma curva de histerese onde está representada a permeabilidade inicial μ_i e a máxima μ_{\max} , a indução de saturação B_s e a magnetização resultante B_r .

Figura 4 - Curva de histerese típica de um material magnético mole.

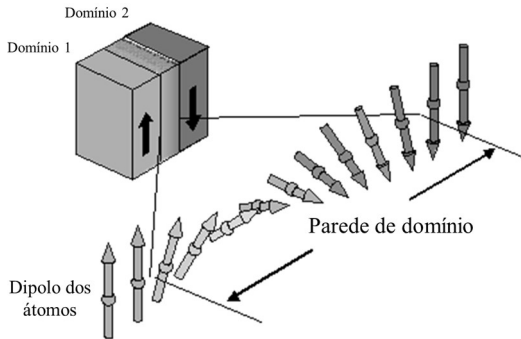


Fonte: Adaptado de (Csanyi, Edvar, 2011).

Inicialmente, os momentos magnéticos dos átomos que compõem um material magnético mole estão alinhados dentro de regiões bem definidas, semelhante ao que ocorre com os cristais (grãos), chamadas de domínios magnéticos. Quando o material ferromagnético se encontra no estado macroscopicamente desmagnetizado, seus domínios possuem orientação diferente entre si, de modo que eles se anulam, não

apresentando uma magnetização resultante. A região que separa os domínios com orientações distintas de momentos magnéticos é chamada de parede de domínio e apresenta uma variação de orientações de dipolos magnéticos gradativa de um domínio para outro. A Figura 5 exemplifica os domínios magnéticos e a estrutura da parede de domínio.

Figura 5 - Esquema da configuração dos domínios magnéticos e da parede de domínio.



Fonte: Adaptado de (GITAM, 2016).

Os materiais ferromagnéticos sob a ação de um campo externo alinham seus momentos com a orientação do campo. Este fenômeno ocorre pela movimentação das paredes de domínio e pela rotação dos momentos magnéticos até que todos estejam com a mesma orientação do campo externo. Este movimento é irregular e descontínuo, por mais lento e contínuo que seja o aumento do campo externo, devido aos saltos repentinos das paredes de domínio de uma posição para outra. Nos materiais magnéticos moles essa movimentação necessita de menos energia que os materiais magnéticos duros, da mesma forma, que para retirar a magnetização resultante são necessário também campos externo menores no materiais moles (Williams, H. J.; Shockley, 1949)

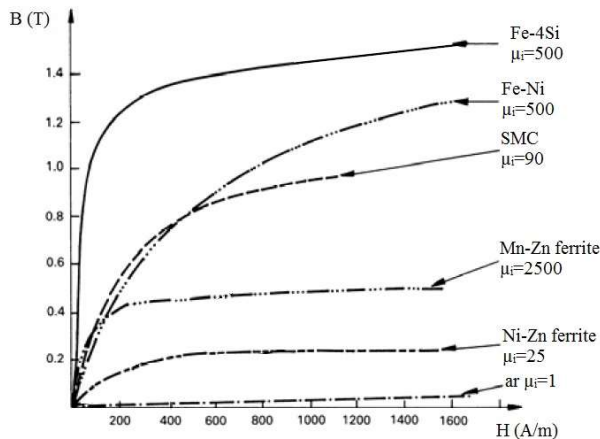
A facilidade com que o material alinha seus domínios com o campo externo é afetada pelas imperfeições no material, que são um impedimento a movimentação desses domínios. As inclusões e as tensões mecânicas residuais são as principais restrições para a movimentação dos domínios.

As inclusões são, normalmente, oriundas dos processos de fabricação e podem estar presentes de diferentes formas, como por exemplo, partículas de segunda fase formadas pela precipitação de elementos que excederam o limite de solubilidade, inclusão não metálicas, ou seja, óxidos, sulfatos ou fosfatos advindos de impurezas no metal. No ponto de vista de materiais magnéticos são consideradas,

também, trincas e poros. De maneira geral inclusões são regiões que apresentam magnetização diferente da redondeza. Além disso, tensões internas também afetam a movimentação dos domínios. As tensões, neste caso, podem ser em escalas maiores, como o lixamento ou conformação e em escala microestrutural causadas pelas discordâncias ou átomos em solução sólida intersticial ou substitucional. Durante o movimento das paredes de domínio ocorre o fenômeno de magneto-estricção onde há distorções elásticas nessas regiões, interagindo com as tensões internas de forma a impedir a movimentação das paredes de domínio.

Os elementos puros que, a temperatura ambiente, apresentam as propriedades de um material ferromagnético mole são Fe, Ni e Co. No entanto, há outros compostos e ligas que também podem ser classificados dessa forma e são largamente utilizados em diversos produtos, são eles: aço elétrico (ligas de Fe-Si), ligas de Fe-Ni e Fe-Co, óxidos mistos de ferro, níquel, manganês e zinco (Ferrites), ligas amorfas (Fe-Co-B-Si ou Fe-B-Si) e compósitos de material magnético moles (SMC). A Figura 6 mostra as curvas de magnetização inicial de alguns materiais magnéticos moles e a permeabilidade relativa (μ_i).

Figura 6 - Curva de magnetização inicial e permeabilidade relativa de materiais magnéticos moles.



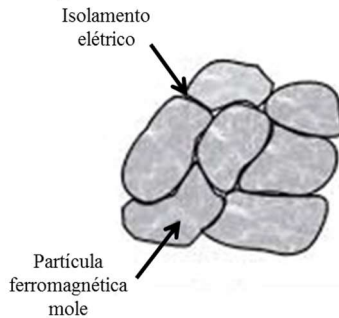
Fonte: adaptado de (Fiorillo, 2004b).

3.3 Compósito de material magnético mole

Compósito de material magnético mole (Soft Magnetic Composite – SMC) é um compactado de partículas ferromagnéticas moles (Fe, Fe-Si

ou Fe-P) circundadas por um isolamento elétrico, conforme o esquema apresentado na Figura 7. Pesquisas envolvendo SMCs para aplicações eletromagnéticas são um campo de contínuo crescimento. Este conceito tem como objetivo reduzir as perdas no núcleo por introduzir uma elevada resistividade através do aumento do isolamento interfacial. A resistividade pode ser modificada de acordo com a aplicação de interesse, variando o tamanho de partícula e a espessura do isolamento. Desta maneira, os compósitos magnéticos moles apresentam uma flexibilidade em termos de aplicações por exibir vários níveis de combinações de saturação magnética e resistividade elétrica (Shokrollahi e Janghorban, 2007).

Figura 7 – Esquema da microestrutura de um SMC.



Fonte: adaptado de (Gramatyka *et al.*, 2006).

A ideia de produzir um material compactado com um isolamento de resina entre as partículas é antiga, datando de cerca de 100 anos atrás, porém esses compósitos eram raramente utilizados porque as suas propriedades, as técnicas de fabricação e as aplicações não estavam suficientemente desenvolvidas. Com o melhoramento da matéria prima e desenvolvimento de novas técnicas de processamento os SMCs aumentaram seu uso principalmente substituindo as chapas de ferro-silício utilizadas em motores elétricos.

Uma das principais vantagens dos compósitos magnéticos moles está no fato de abrirem novas possibilidades de projeto de motores devido a sua natureza isotrópica. Diferentemente das chapas de Fe-Si, normalmente utilizadas para essas aplicações, este material tem a possibilidade de conduzir o fluxo magnético de forma homogênea em 3 dimensões. Designs inovadores e aplicações mais sofisticadas podem ser realizadas, reduzindo o tamanho do motor e a quantidade de cobre utilizada (Guo *et al.*, 2006; Skarrie, 2001).

Comparados com as chapas de Fe-Si os SMCs apresentam uma baixa perda em altas frequências (normalmente, acima de 500 Hz) e um processamento mais sustentável e com menor custo. Por ser produzido via metalurgia do pó, é possível fabricar componentes próximos a forma final com elevada tolerância, propriedades consistentes, utilização eficiente de material e possibilitando um grande volume de produção (Hultman e Jack, 2003).

O revestimento isolante que deve separar individualmente cada partícula de pó é a característica fundamental desta tecnologia. A sua espessura, cobertura e resistência sob as diferentes etapas do processamento são aspectos chave para as propriedades finais do componente. De forma geral, podem ser divididos em dois grandes grupos os orgânicos e inorgânicos e servem para dois propósitos no componente, o primeiro é aumentar a resistividade elétrica e o segundo é atuar como um ligante aumentando a resistência mecânica. Os métodos mais comuns de aplicação desta camada na superfície do pó são banhos de imersão, oxidação durante o tratamento térmico, processo de dissolução, mistura e secagem, método sol-gel e polimerização na superfície do pó (Rebeyrat *et al.*, 2000; Taghvaei, A.H. *et al.*, 2009; Wu *et al.*, 2012).

Os isolamentos orgânicos são amplamente utilizados e podem ser divididos em termofixos e termoplásticos (Shokrollahi e Janghorban, 2007). Eles atuam como um ligante e exibem uma boa resistência mecânica, no entanto não devem ser utilizados em grandes volumes por reduzirem a permeabilidade magnética. A principal desvantagem em utilizar revestimentos orgânicos é a estabilidade térmica; isto não permite que as partículas de pó passem por um alívio de tensões adequado, que ocorre acima de 450°C, permanecendo os defeitos gerados durante a compactação, dificultando a movimentação das paredes de domínio e aumentando a perda por histerese (Hemmati, Hosseini e Miraghaei, 2007).

Os tipos mais comuns de isolamento inorgânico utilizado nos compósitos magnéticos moles são os fosfatos (Zn, Fe e Mn) seguido por óxidos e sulfetos (Shokrollahi e Janghorban, 2007). A fosfatização é um método convencional bem estabelecido para tratamento de superfície e é largamente utilizado na indústria de aço. Um material comercial chamado de Somaloy®, produzido pela Hognas é um dos SMCs mais utilizados e serviu como base de comparação para os compósitos desenvolvidos neste trabalho (Patrícia Jansson e Larsson, 2002). Este processo pode ser combinado com ligantes orgânicos para produzir SMCs com maior resistividade. Apesar do revestimento contendo fosfatos apresentar uma maior estabilidade térmica comparado aos orgânicos, ainda apresenta

uma temperatura de degradação de, aproximadamente, 350°C, sendo o tratamento térmico realizado a 500°C, controlando o tempo de patamar para evitar a degradação total.

Os SMCs possuem propriedades que permitem a utilização desses materiais em alternadores, geradores, motores elétricos aplicados em ferramenta elétrica, como furadeiras, serras, lixadeiras, cortadores de grama e aparadores. Cada uma dessas aplicações necessita de propriedades específicas que são controladas com os parâmetros de processamento.

4 METODOLOGIA DE DESENVOLVIMENTO

Como já abordado na introdução, no presente estudo foram estudados dois métodos de formação de camada isolante entre as partículas de Fe. Nos capítulos a seguir está descrito o procedimento experimental das duas técnicas utilizando compostos de boro.

4.1 Planejamento Experimental – Óxido de Boro

Para obter um revestimento de óxido de boro (B_2O_3) entre as partículas de pó de material ferromagnético foi utilizado o ácido bórico (H_3BO_3). À temperatura ambiente, este ácido é sólido e se encontra na forma de pó. Este ácido foi escolhido devido a sua característica de transformação em óxido de boro com a temperatura, ou seja, até $200^\circ C$ ocorrem reações endotérmicas que transformam o ácido bórico em óxido de boro e água. As reações estão exemplificadas na Figura 8.

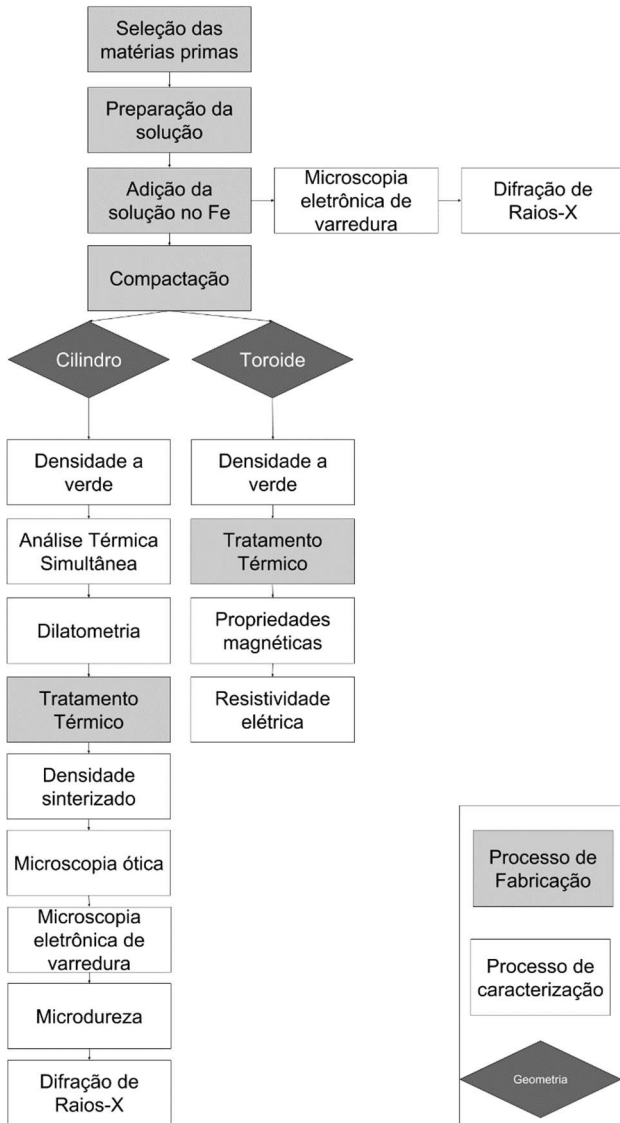
Figura 8 - Reações de transformação de ácido bórico em óxido de boro e água com a temperatura.



Fonte: adaptado de (Sevim et al., 2006).

Para adicionar o ácido bórico no pó de Fe foi preparada uma solução com álcool isopropílico e adicionada via spray, de maneira que não acumule solução no pó de ferro. Após a adição de toda a mistura e secagem em capela da mistura o H_3BO_3 precipita na superfície das partículas de ferro. Este pó revestido segue para a compactação, tratamento térmico e caracterizações. O mapa de fluxo do processo está apresentado na Figura 9.

Figura 9 - Mapa de fluxo de processo para desenvolvimento de recobrimento isolante de óxido de boro.



Fonte: autoria própria.

As matérias primas utilizadas estão apresentadas na Figura 10 - Matérias primas utilizadas no desenvolvimento de recobrimento com óxido de boro. A solução com ácido bórico foi feita com álcool isopropílico devido à evaporação rápida, não apresentar toxicidade e ainda não reage com o ácido, mantendo assim a característica do recobrimento.

Figura 10 - Matérias primas utilizadas no desenvolvimento de recobrimento com óxido de boro.

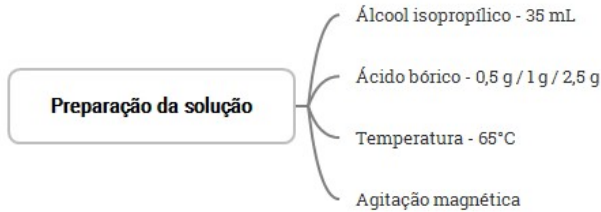


Fonte: autoria própria.

O pó de ferro da empresa Hognas AHC 100.29 apresenta uma larga distribuição de tamanho de partícula e uma topografia irregular, características que dificultam a formação de um isolamento contínuo devido à elevada área de superfície. Portanto, foi realizado o peneiramento do pó e a faixa de tamanho utilizada foi de 106 a 180 μm eliminando principalmente as partículas mais finas. Após a separação, foi realizado também um processo de arredondamento das partículas, onde um tambor cilíndrico carregado com 500 gramas de esferas de aço AISI 52100 de diâmetro 15,65 mm, 250 gramas de esferas de aço AISI 52100 com diâmetro de 4,10 mm e 60 gramas de pó de Fe é acoplado a um misturador com uma rotação de 45 rpm durante 3 horas. Esses dois processos contribuem para diminuição da área de superfície das partículas de pó facilitando o recobrimento com o isolante. As proporções de esferas e o tempo no misturador foram testados e otimizados nesses valores.

A preparação da solução de álcool isopropílico e ácido bórico é uma das etapas mais importantes do processamento, pois o controle do percentual de H_3BO_3 e da homogeneidade do recobrimento influencia diretamente nas propriedades do compósito. Foram preparadas 3 soluções com concentrações diferentes para obter pós com 1, 2 e 5% de H_3BO_3 , porém mantendo a relação entre a massa de pó e o volume de solução. Como a solubilidade do ácido no álcool isopropílico é baixa a temperatura ambiente, para aumentar a concentração, a solução foi preparada a 65°C e com auxílio de agitação magnética. A Figura 11 apresenta as condições de preparação da solução.

Figura 11 - Parâmetros utilizados para obter a solução de álcool isopropílico e ácido bórico.

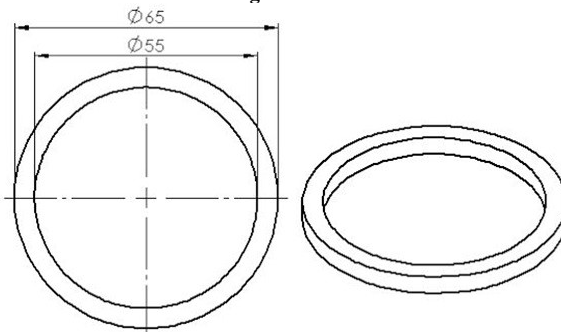


Fonte: autoria própria.

A solução é adicionada ao Fe, para se obter 50 gramas de mistura, utilizando um borrifador e de maneira gradual de modo que as partículas sejam molhadas pela solução e sem acúmulo de líquido. A secagem ocorre em capela de modo a evaporar todo o álcool e haver a precipitação do ácido bórico.

Após a secagem, o pó é misturado com o lubrificante de compactação na proporção de 0,6% em massa. Para realizar as caracterizações descritas no mapa de fluxo de processo, foi necessária, a compactação de três geometrias: cilindros com 10 mm de diâmetro e 7 mm de altura para caracterização microestrutural e análises térmicas, e amostras para ensaio de flexão de acordo com a norma MPIF 41; além disso, amostras na forma de toroides com 65 mm de diâmetro externo, 55 mm de diâmetro interno e 5 mm de altura, conforme apresentado na Figura 12, para as caracterizações das propriedades elétrica e magnéticas. A pressão de compactação foi de 800MPa.

Figura 12 - Toroide utilizado para medida das propriedades elétricas e magnéticas.



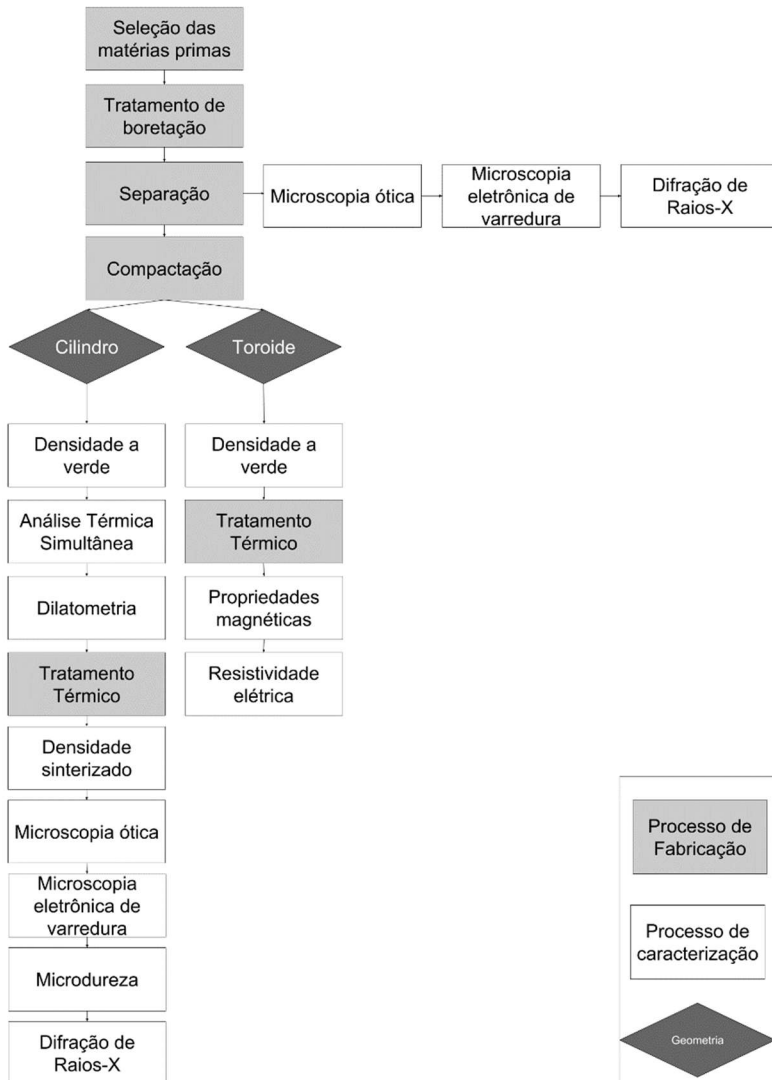
Fonte: autoria própria.

O tratamento térmico, neste trabalho, não se denominou sinterização devido ao objetivo ser a consolidação da camada de isolamento e não formação de *necks* ou contatos entre as partículas de pó de ferro. Foram estudadas duas temperaturas 900°C e 700°C, sendo que este parâmetro tem influência direta na continuidade do filme isolante e nas propriedades magnéticas. Essa escolha de temperatura baseia-se no fato de que em temperaturas acima de 900°C ocorre o coalescimento do revestimento e, em decorrência, aumenta o contato metal-metal entre as partículas de ferro, diminuindo a resistividade. Já em temperaturas abaixo de 700°C não há uma recristalização efetiva para eliminação das tensões residuais e discordâncias geradas na compactação, o que influencia na movimentação dos domínios magnéticos, diminuindo a permeabilidade. A atmosfera utilizada foi de gás inerte (argônio) com um fluxo de 0,4 litros por minuto, uma taxa de aquecimento de 5 °C/min e um patamar para a extração do lubrificante de compactação em 400°C durante 30 min.

4.2 Procedimento experimental – Boreto de ferro

O desenvolvimento de uma camada de boreto de ferro na superfície das partículas foi realizado através de um tratamento termoquímico de boretação em caixa no pó de ferro. Este tratamento é semelhante ao utilizado na indústria para formação de camadas de boretos na superfície de peças de aço; neste caso, ao invés de peças, o material tratado está na forma de pó. As partículas de ferro foram misturadas com uma mistura boretante e após o tratamento térmico separadas por peneiramento e separação magnética. O mapa de fluxo de processos utilizado neste estudo está apresentado na Figura 13.

Figura 13 - Mapa de fluxo de processo para desenvolvimento de recobrimento isolante de boreto de ferro.



Fonte: autoria própria.

A Figura 14 resume a seleção das matérias primas para a formação da camada de boreto de ferro na superfície das partículas. O pó de Fe foi o AHC 100.29 fornecido pela Hogan e com o mesmo processo de

peneiramento e esferoidização descrito no item 4.1. A mistura boretante EKABOR[®] contém carboneto de boro (B_4C) como fonte de boro e carboneto de silício (SiC) como agente redutor e como preenchimento, para facilitar a percolação dos gases na mistura.

Figura 14 - Matérias primas utilizadas para desenvolvimento de revestimento isolante de boreto de ferro.

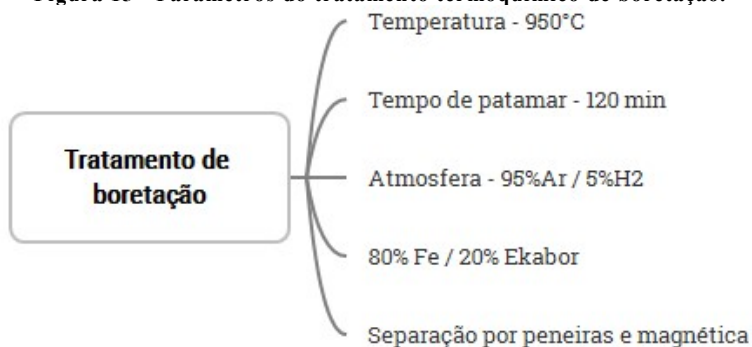


Fonte: autoria própria.

O tratamento termoquímico de boretação foi realizado conforme apresentado na Figura 15. Foi misturado 80% de Fe e 20% de mistura boretante, em massa, e aquecido a uma temperatura de $950^{\circ}C$ durante 120 min, em atmosfera de mistura padrão 95%Ar e 5% H_2 . Essas condições foram definidas com base no trabalho de Sahin *et al.*, 2010, no qual o objetivo era produzir partículas de boreto de ferro a partir do tratamento termo químico no pó.

O processo de separação foi escolhido com base nas diferenças de tamanho de partícula entre o B_4C e o pó de ferro e a característica diamagnética do pó de carboneto de silício.

Figura 15 - Parâmetros do tratamento termoquímico de boretação.



Fonte: autoria própria.

A compactação de cilindros de 10 mm de diâmetro e dos toroides, assim como o tratamento térmico, seguiram o mesmo procedimento aplicado para o desenvolvimento do isolamento de óxido de boro.

4.3 Metodologias de caracterização

4.3.1 Medida de densidade

As medidas de densidade foram realizadas com o intuito de controlar o processo e avaliar suas influências nas propriedades magnéticas. Para medidas nos cilindros e nos toroides utilizou-se um paquímetro digital e um micrômetro digital Mitutoyo com precisão de 0,01 e 0,001 mm respectivamente, enquanto que a massa foi medida em uma balança Mettler Toledo com precisão de 0,01 mg.

4.3.2 Análises Térmicas Simultâneas

As análises de DTA/TG foram realizadas no equipamento Netzsch STA 449 F3. Esta técnica foi útil para identificar as reações durante o tratamento térmico. No caso da formação do revestimento de óxido de boro, buscou-se identificar as temperaturas de transformação do ácido e as trocas de fase do óxido de boro. No caso do boreto, buscou-se detectar as transformações de fase nas partículas de Fe e como ela se altera com a camada de boreto e a solução sólida de boro.

As amostras foram compactadas sem lubrificante e quebradas para voltarem a forma de pó e então prensadas no fundo do cadinho cerâmico. Esta técnica garante uma melhor resolução do sinal do termopar e imita a condição das amostras compactadas. A quantidade de material foi mantida na faixa de 1 grama.

As amostras com revestimento de óxido de boro foram ensaiadas com um ciclo térmico idêntico ao de tratamento térmico descrito no item 4.1. Para o revestimento de boreto de Fe o ciclo térmico foi semelhante, porém a temperatura máxima foi de 1200°C para identificar a estabilidade da fase isolante.

4.3.3 Sinterização em dilatômetro

A variação dimensional da amostra durante o tratamento térmico, medida em um dilatômetro contribui para o entendimento dos fenômenos

que ocorrem durante o aquecimento e patamar do ciclo térmico e também da influência da natureza da camada e variáveis de processamento.

Nesta dissertação foi utilizado um dilatômetro Netzsch DIL402/4/G. As amostras dos dois métodos para obter o revestimento foram compactadas a 800MPa com lubrificação apenas na matriz para evitar a degradação do lubrificante dentro do dilatômetro. Cilindros de 10 mm de diâmetro e 7 mm de altura foram ensaiados com o ciclo térmico e atmosfera semelhante ao descrito no item 4.1, com exceção do patamar de extração do lubrificante. A medição da variação dimensional iniciava após o forno atingir a temperatura de 100°C; caso contrário a curva apresentaria um comportamento anômalo devido à estabilização térmica do interior do forno em relação às resistências no exterior.

4.3.4 Microscopia Óptica

A microestrutura foi analisada em microscópio Leica – DM 4000 M com câmera digital acoplada (Leica DC 300). Dois tipos de amostras foram utilizados, o pó boretado e os cilindros após o tratamento térmico. Para a preparação metalográfica do pó, foi colocado na embutidora uma pequena quantidade de pó misturado a uma resina de alta dureza e completado com baquelite para obter um tamanho ideal. Após a cura da resina, o pó embutido passou por uma sequência de lixamento e polimento de maneira que as secções transversais das partículas pudessem ser analisadas.

As amostras compactadas e tratadas termicamente foram seccionadas utilizando-se uma máquina de corte (Isomet) com disco adiamantado de baixa densidade. Em seguida as amostras foram embutidas com resina baquelite e submetidas a uma sequência de lixamento e polimento. A microestrutura (contornos de grãos, camada de boreto) foi revelada utilizando-se o reagente Nital 2%.

4.3.5 Microscopia eletrônica de varredura

A microestrutura também foi analisada com microscópio eletrônico de varredura (MEV) Philips XL30, onde foram obtidas imagens com elétrons secundários e retro espalhados e composição química via espectro de energia dispersiva de raios X (EDS). Foram analisados os pós revestidos pelos dois métodos e as amostras após o tratamento térmico. O MEV utilizado pertence ao Laboratório Central de Microscopia Eletrônica (LCME/UFSC).

4.3.6 Microdureza

A microdureza das partículas de pó foi medida pelo método Vickers, com carga de 25 gramas. Foram realizadas 10 indentações em cada amostra em um microdurômetro LECO AMH 43.

4.3.7 Difração de Raios X

Para a caracterização das fases de boreto e óxido de boro presentes no pó e nas amostras após o tratamento térmico, foi utilizado difratômetro Philips X'Pert MPD com ânodo de cobre, radiação $K\alpha$ ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$). Os parâmetros de leitura utilizados foram tamanho do passo angular de $0,05^\circ$ e tempo de passo igual a 1 segundo. A análise de fases foi realizada com o auxílio do programa computacional Philips - PC Identify 2.1 e do banco de dados ICDD PDF-2 2012.

4.3.8 Resistência à flexão

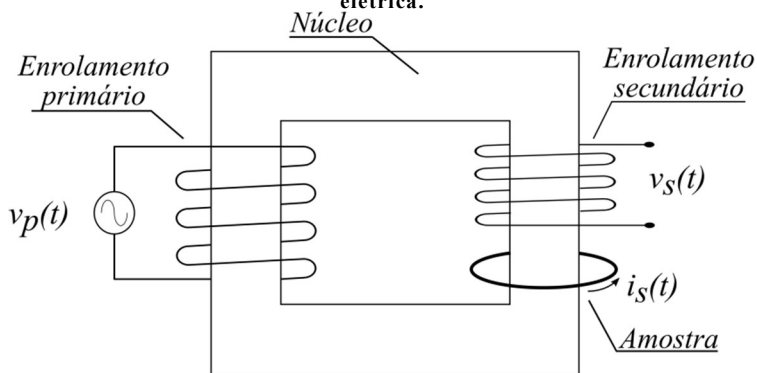
O ensaio de resistência à flexão do método de isolamento de óxido de boro foi realizado em uma máquina universal de ensaios mecânicos (*MTS 810 – TestStar 2s*). Foram ensaiados 5 corpos de prova para cada teor de ácido bórico no ensaio de flexão 3 pontos onde foi observada a tensão de fratura. Os corpos de prova e as características do ensaio forma baseados na norma MPIF 41.

4.3.9 Resistividade elétrica

O método utilizado para a medida de resistividade elétrica foi desenvolvido em parceria com o GRUCAD (Grupo de Concepção e Análise de Dispositivos Eletromagnéticos) do Departamento de Engenharia Elétrica da UFSC. A Figura 16 apresenta um esquema do dispositivo, que é constituído de um núcleo ferromagnético onde há envolvido um enrolamento primário, um enrolamento secundário em aberto e o toroide, sendo este uma espira em curto circuito.

O enrolamento primário é utilizado para gerar um fluxo magnético no núcleo. Este fluxo varia no tempo induzindo uma corrente elétrica $i_s(t)$ no toroide. O enrolamento secundário é utilizado para medida da tensão induzida $v_s(t)$ na amostra, essa medida é necessária para o cálculo da resistividade.

Figura 16 - Esquema do dispositivo de caracterização da resistividade elétrica.



Fonte: autoria própria.

Para se obter a resistividade elétrica da amostra é necessário, primeiramente calcular a resistência elétrica do componente. Esta foi calculada através da potência média dissipada na amostra devido à circulação de corrente elétrica, dada pela equação (4).

$$R = \frac{P}{I^2} \quad (4)$$

A resistividade foi calculada a partir da resistência e das dimensões do toroide pela equação (5), onde l_{anel} é o caminho médio magnético e S_{anel} a área da secção transversal do toroide. O procedimento de obtenção dos valores da resistividade no material é feito através do software LabVIEW.

$$\rho = \frac{RS_{anel}}{l_{anel}} \quad (5)$$

4.3.10 Propriedades magnéticas

As propriedades magnéticas de interesse para materiais ferromagnéticos moles são extraídas da curva de histerese. Esta curva foi medida nos toroides pelo modo *ring core test*, utilizando uma bancada MPG 100 da Brockhaus. Este método consiste em fazer o enrolamento de uma bobina de cobre, chamado de secundário, onde é medida a tensão induzida na bobina pelo campo magnético aplicado através do enrolamento primário, que é feito sobre o secundário, onde é aplicada uma corrente elétrica senoidal gerando um campo magnético no toroide. Este enrolamento foi realizado com o auxílio de uma bobinadeira toroidal.

5 Resultados e discussões

Neste capítulo são apresentados os resultados das duas metodologias de formação da camada isolante, contendo compostos de boro, entre as partículas de Fe.

Primeiramente, é exposto como ocorre a formação do óxido de boro entre as partículas de Fe a partir da adição de ácido bórico e qual a influência do teor de H_3BO_3 na continuidade do filme isolante e nas propriedades mecânicas.

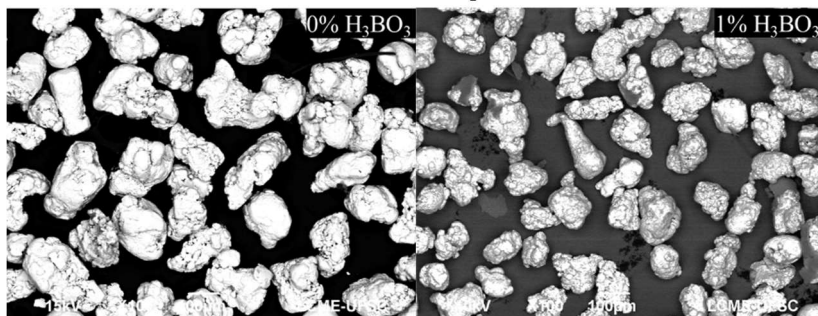
Na sequência, descreve-se a obtenção da camada de Fe_2B na superfície das partículas, as características do isolamento após a compactação desse pó, considerando os aspectos microestruturais.

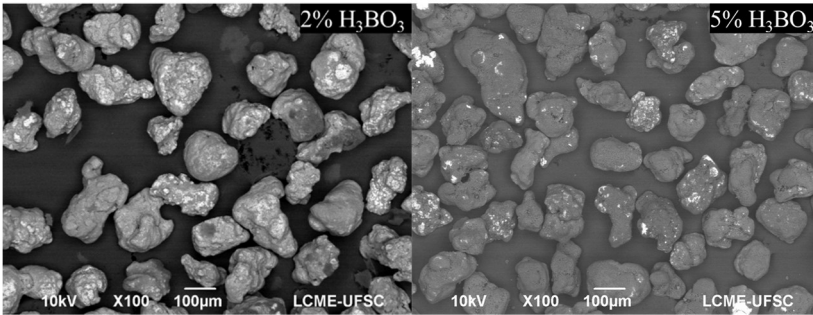
Por fim, apresenta-se os resultados de resistividade e propriedades magnéticas obtidos a partir das duas técnicas.

5.1 Desenvolvimento da camada de óxido de boro

Este desenvolvimento inicia com o pó de Fe peneirado e esferoidizado conforme descrito no procedimento experimental. As partículas de Fe após a adição, via spray, de ácido bórico, analisadas em MEV com imagens de elétrons retroespalhados são apresentadas na Figura 17. O fundo da imagem representa a fita de carbono onde foram coladas as partículas de pó, as regiões com maior brilho representam elementos com maior peso atômico, neste caso o Fe e as regiões mais escuras representam o ácido bórico, nota-se que o aumento do teor de ácido bórico aumenta a área de recobrimento das partículas de Fe.

Figura 17 - Imagens de MEV mostrando a influência do teor de ácido bórico no recobrimento da partícula.

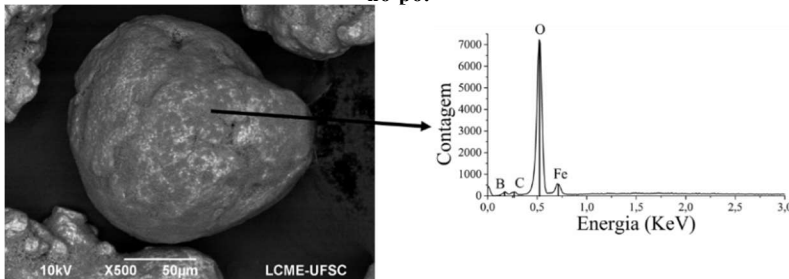




Fonte: autoria própria.

A figura indicando 0% de ácido bórico representa o pó peneirado e esferoidizado. Com 1% de ácido, a precipitação ocorre principalmente nos vales deixando sem revestimento o restante das partículas. A adição de 2% de ácido bórico aumenta a área recoberta, porém há partículas onde apenas os vales estão recobertos, já na adição de 5% nota-se que em algumas partículas apresentam excesso de H_3BO_3 e os picos não apresentam camada. A homogeneidade da camada de ácido bórico pode influenciar de maneira significativa a formação da camada de óxido de boro e por consequência as propriedades elétricas e magnéticas. A composição química nas regiões escuras da partícula, ou seja, no revestimento de ácido bórico, medida via EDS, mostra a presença de boro e oxigênio; o carbono pode ser oriundo de contaminação. Este método não é adequado para análise quantitativa de composição química de elementos com baixo peso atômico, como o B e o oxigênio.

Figura 18 - Medida de EDS mostrando a composição química do revestimento no pó.

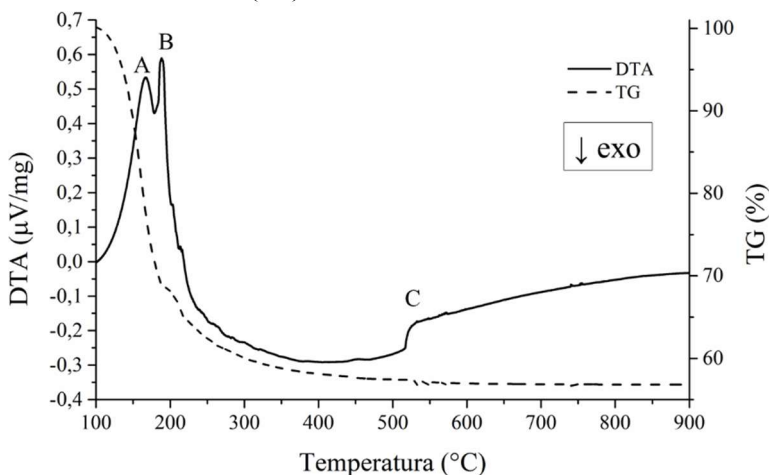


Fonte: autoria própria.

Primeiramente, foi realizado um ensaio de análise térmica simultânea (STA) apenas no ácido bórico para identificar as reações de transformação do ácido em óxido de boro. Os picos A e B indicado na Figura 19 mostram as reações de transformação do ácido bórico em óxido

de boro e vapor d'água, sendo que são próximas às temperaturas encontradas na literatura, conforme mostrado no item 4.1. O ponto C, próximo a 520°C indica a temperatura de transição vítrea do óxido de boro. O gráfico de termogravimetria (TG) mostra uma perda de massa intensa até 300°C onde as reações de transformação acontecem, após essa temperatura a taxa de variação de massa é pequena.

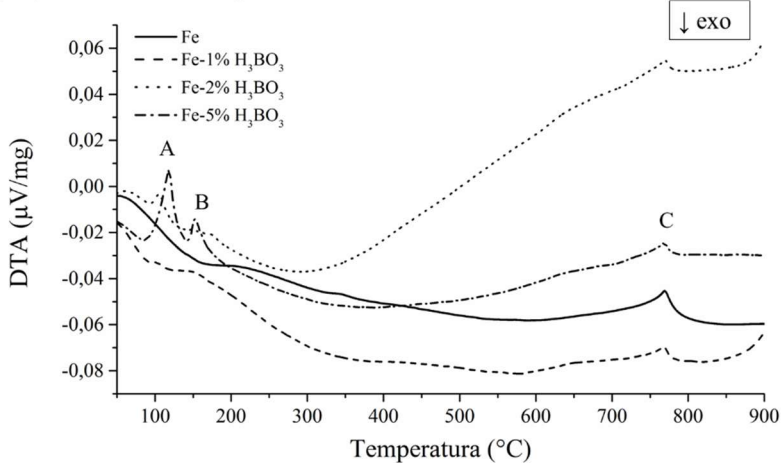
Figura 19 - Curva de análise térmica diferencial (DTA) e termo gravimetria (TG) do ácido bórico.



Fonte: autoria própria.

A análise de DTA dos pós após a mistura com ácido bórico está apresentada na Figura 20, onde os pontos A e B, mais nítidos nas composições de 5 e 2% de H_3BO_3 , que representam as reações de transformação do ácido em óxido de boro. Na curva da composição contendo 1% os picos não estão evidentes devido à sensibilidade do STA para a quantidade de energia consumida na reação. A região C, presente em todas as composições e na mesma temperatura, próximo de 770°C indica a temperatura de Curie, onde as partículas de Fe passam de ferromagnéticas para paramagnéticas.

Figura 20 - Curvas de análise térmica diferencial (DTA) e termo gravimetria (TG) do Fe-AHC e das partículas recobertas com 1, 2 e 5% de ácido bórico.



Fonte: autoria própria.

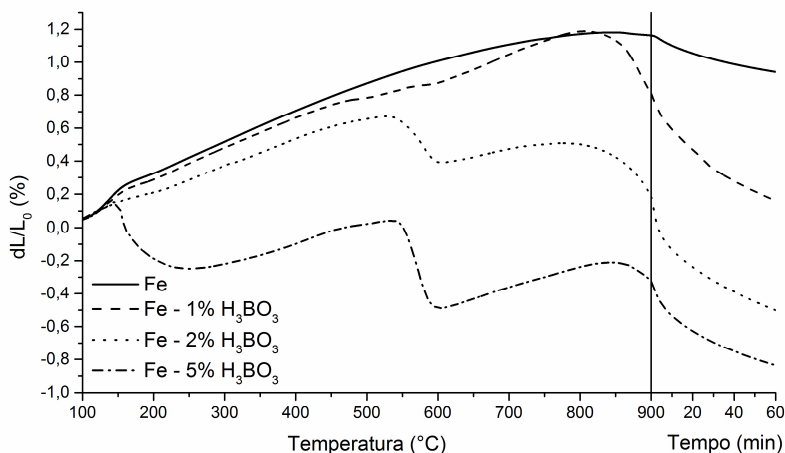
Os ensaios de análises térmicas mostram o comportamento do material durante o tratamento térmico, do ponto de vista de reações e variações dimensionais. A Figura 21 mostra as curvas obtidas nos ensaios em dilatômetro para o Fe-AHC e as composições de ácido bórico. A curva do Fe-AHC foi ensaiada para servir de base e auxiliar na identificação dos fenômenos que ocorrem nas amostras contendo ácido bórico. O ciclo térmico foi escolhido como sendo o mesmo utilizado para o processamento das amostras para caracterização microestrutural e de propriedades elétricas e magnéticas.

A curva de variação dimensional do Fe-AHC apresenta uma dilatação inicial devido ao aumento da energia vibracional dos átomos com o aumento de temperatura. A partir de 700°C, esta taxa de expansão é alterada pela retração devido à sinterização das partículas que passa a interferir de modo significativo até 900°C, onde inicia o patamar de sinterização. Como em temperatura constante não ocorre expansão térmica, durante o patamar ocorre apenas a retração devido ao transporte de massa nos contatos das partículas, diminuindo a porosidade e aumentando os *necks*. Nesta temperatura a sinterização ocorre antes da transformação de fase α - γ que é em 912°C, ou seja, a estrutura cristalina das partículas é cúbica de corpo centrada.

As amostras contendo ácido bórico apresentam um comportamento semelhante, porém, com o aumento do teor de H_3BO_3 , os fenômenos de variação dimensional ficam mais evidentes. Próximo a

150°C ocorrem as reações de transformação e uma retração nas amostras, mais perceptível para a composição de 5%. Após as reações, a expansão devido ao aumento de energia vibracional dos átomos é predominante até, aproximadamente 550°C, onde ocorre mais uma retração que está ligada à temperatura de transição vítrea do óxido de boro. Em 850°C, a retração devido à movimentação da fase vítrea passa a ser mais efetiva que a dilatação térmica e durante o patamar esta taxa de retração diminui.

Figura 21 - Variação dimensional durante o tratamento térmico, medido em dilatômetro, para o Fe-AHC e as amostras contendo ácido bórico.

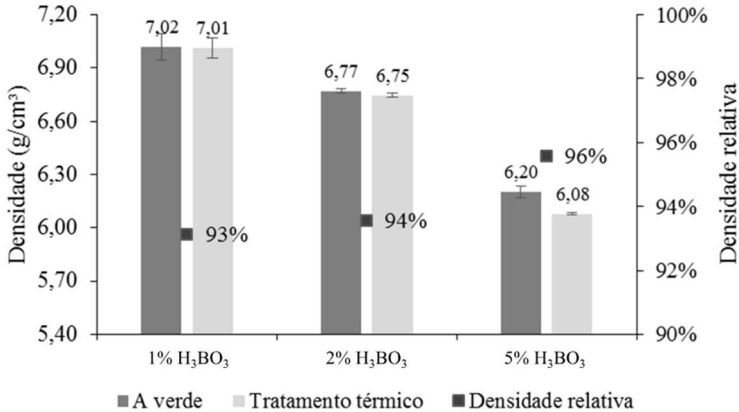


Fonte: autoria própria.

A densidade das amostras é um importante parâmetro, pois a porosidade influencia de maneira significativa nas propriedades magnéticas de modo a diminuir a permeabilidade e aumentar as perdas por histerese (Castro e Landgraf, 2003). Foram medidas as densidades a verde e após o tratamento térmico de 5 amostras de cada composição, o resultado está apresentado na Figura 22. A densidade relativa foi calculada com base na lei das misturas e apenas para amostras a verde devido a imprecisão em estimar o teor de óxido de boro presente nas amostras após o tratamento térmico. A densidade relativa aumenta com o aumento do teor de ácido bórico devido ao efeito de lubrificante do ácido, diminuindo o coeficiente de atrito entre as partículas e entre o pó e a parede da matriz. As amostras contendo 1 e 2% não apresentam diferenças significativas de densidade após o tratamento térmico, já amostra contendo 5% apresenta uma pequena diminuição da densidade, provavelmente devido à perda de massa, ou seja, eliminação de H₂O durante a reação de transformação do ácido bórico. Nesta amostra a

retração no tratamento térmico não foi suficiente para compensar a diminuição da massa. Nesses compósitos, a etapa de compactação é a única responsável pela densificação das amostras, devido à temperatura de tratamento térmico.

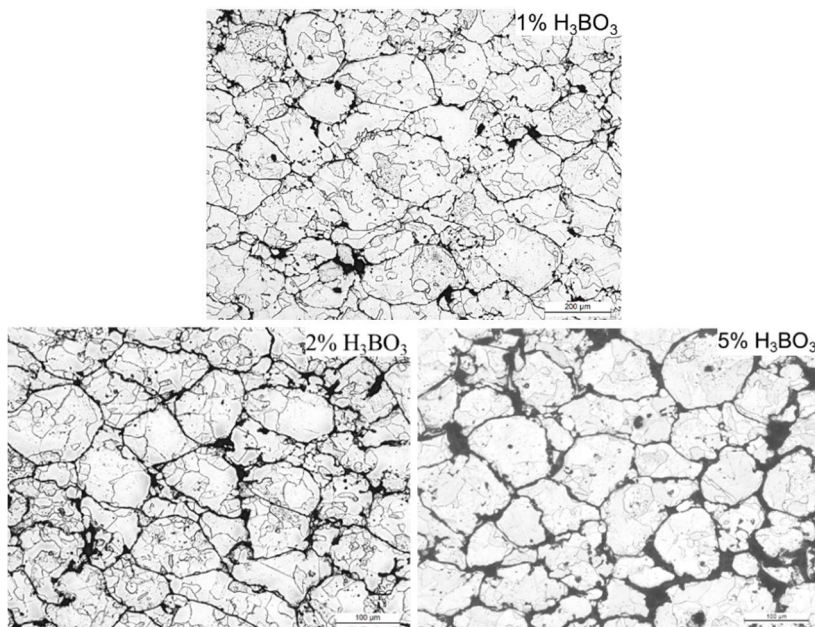
Figura 22 - Densidade a verde, relativa e após o tratamento térmico a 900°C das composições de ácido bórico.



Fonte: autoria própria.

A microestrutura das amostras após o tratamento térmico a 900°C, analisada em microscopia ótica, mostra que há uma camada escura entre as partículas de ferro, possivelmente de óxido de boro. Este revestimento mostra-se mais contínuo para as composições de 2 e 5% e com várias interrupções para amostra com 1 %. Devido à elevada pressão de compactação a porosidade também é baixa, conforme indicava a densidade relativa. A amostra contendo 5% de ácido bórico apresenta uma grande quantidade de óxido de boro aglomerado em algumas regiões, o que pode ser prejudicial às propriedades magnéticas. O ataque revela os grãos nas partículas de ferro, que se apresentaram menores do que o ideal para um material magnético mole. O ideal seria que cada partícula fosse monocristalina, pois os contornos de grão são uma barreira para a movimentação dos domínios magnéticos, diminuindo a permeabilidade. No entanto, nesta temperatura e tempo de tratamento térmico o crescimento dos grãos não foi suficiente.

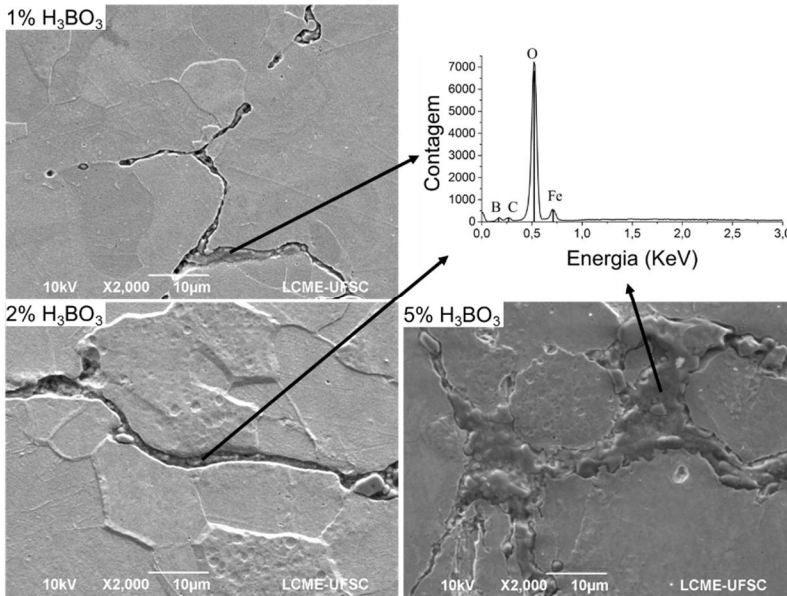
Figura 23 - Microestrutura das amostras contendo ácido bórico após o tratamento térmico a 900°C.



Fonte: autoria própria.

A análise em microscopia eletrônica de varredura, apresentada na Figura 24, mostra a descontinuidade da camada da amostra contendo 1 % de H_3BO_3 , o revestimento mais homogêneo formado com 2% e os aglomerados de óxido de boro na composição com 5%. A análise de EDS mostra, de maneira qualitativa, que a camada contém oxigênio, boro e Fe. Novamente é identificado o carbono, porém possivelmente devido a contaminações na amostra.

Figura 24 - Microestrutura e análise química da camada de óxido de boro analisada em microscópio eletrônico de varredura.



Fonte: autoria própria.

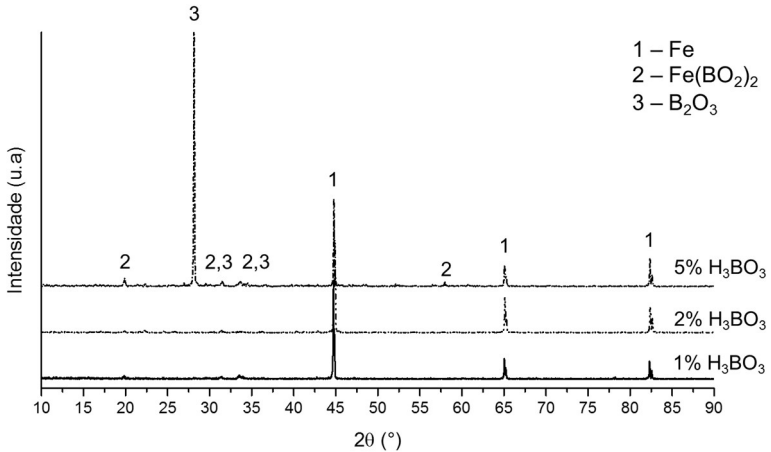
A análise de difração de raios X indica as fases presentes na amostra. A Figura 25 mostra os espectros medidos nas amostras contendo 1, 2 e 5% de ácido bórico após o tratamento térmico a 900°C. A superfície analisada foi das amostras compactadas para o ensaio de flexão, sem modificações na superfície. Todas as composições apresentam os picos referentes ao Fe na fase cúbica de corpo centrado e apenas a amostra contendo 5% de ácido bórico indica a presença de óxido de boro (B_2O_3) e óxido misto de ferro e boro ($Fe(BO_2)_2$). As composições de 1 e 2 % não apresentam os picos do óxido pois as quantidades presentes nas amostras são insuficientes para a sensibilidade do equipamento. A Tabela 1 mostra os percentuais de óxido de boro calculados a partir da reação de transformação de H_3BO_3 em B_2O_3 .

Tabela 1 - Percentual em massa e em volume de óxido de boro a partir da adição de ácido bórico.

$\%_m H_3BO_3$	$\%_m B_2O_3$	$\%_{vol} B_2O_3$
1	0,57	1,79
2	1,14	3,55
5	2,88	8,66

Fonte: autoria própria.

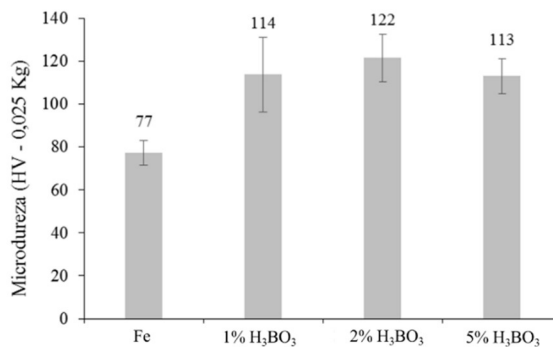
Figura 25 - Espectro de difração de Raios X mostrando as fases de óxidos formadas no tratamento térmico a 900°C das amostras contendo ácido bórico.



Fonte: autoria própria.

As análises realizadas em microdurômetro, apresentadas na Figura 26, mostram que a adição de ácido bórico aumentou a dureza em relação ao Fe-AHC e não varia com os diferentes percentuais estudados. Este comportamento pode estar relacionado a difusão de boro nas partículas de Fe e formação de solução sólida intersticial, porém nas análises realizadas com EDS não foi possível identificar esta difusão, sendo necessário maior investigação para comprovação desta hipótese.

Figura 26 - Microdureza Vickers do Fe-AHC e das amostras contendo ácido bórico.

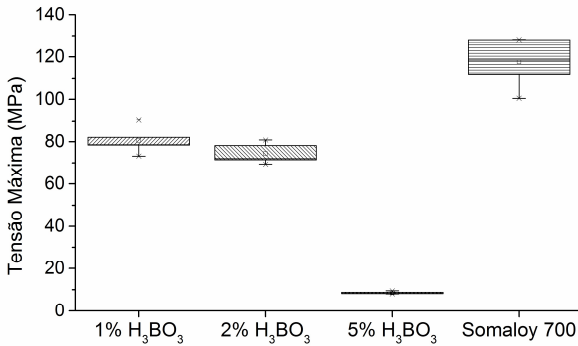


Fonte: autoria própria.

Outra caracterização mecânica realizada foi a resistência à flexão, o gráfico *box plot*, da Figura 27, apresenta os resultados obtidos do ensaio

com as amostras contendo ácido bórico, com tratamento térmico a 700°C, e Somaloy. Observa-se no gráfico que não há diferenças significativas de resistência à flexão entre as amostras com 1 e 2% de H_3BO_3 , no entanto a amostra contendo 5 % mostra uma considerável diminuição dos valores de resistência devido a maior espessura de revestimento e os aglomerados de óxido de boro. O Somaloy apresenta a maior resistência, provavelmente, devido à maior consolidação da camada de óxido formada durante o tratamento térmico, pois a resistência mecânica do Somaloy está associada à formação da rede de óxidos (Gimenez *et al.*, 2006) (Oikonomou *et al.*, 2014) (Evangelista *et al.*, 2016).

Figura 27 - Tensão máxima obtida do ensaio de resistência a flexão das amostras contendo ácido bórico e do Somaloy.

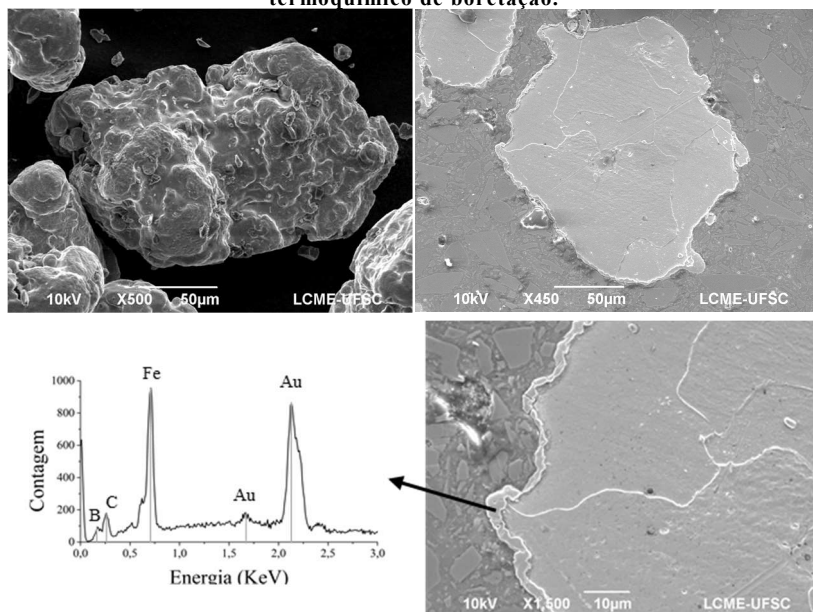


Fonte: autoria própria.

5.2 Desenvolvimento da camada de boreto de ferro

O pó de ferro AHC peneirado e esferoidizado foi misturado à mistura boretante comercial para realizar o tratamento termoquímico de boretação. Após o tratamento e a separação dos pós foi realizada a análise da superfície e da microestrutura das partículas boretadas via microscopia eletrônica de varredura. A Figura 28 apresenta a camada formada com o tratamento de 2 horas.

Figura 28 - Microestrutura das partículas de pó após o tratamento termoquímico de boretação.



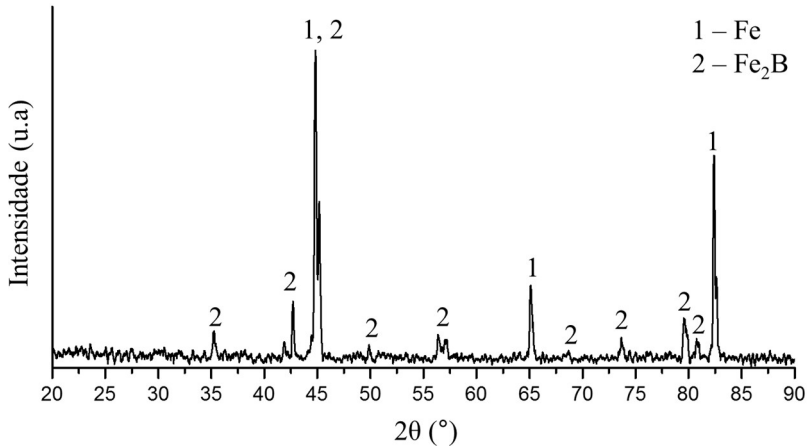
Fonte: autoria própria.

A superfície da partícula de ferro não apresenta diferenças significativas após a boretação, no que diz respeito a tamanho e morfologia das partículas. No entanto, analisando a microestrutura do pó nota-se a presença de uma camada na superfície. A análise química via EDS indica de maneira qualitativa a presença de boro e ferro. O ouro e o carbono identificados no espectro são devido ao recobrimento da amostra para evitar acúmulo de elétrons nas partículas e a região de análise estar próxima à resina de embutimento.

A partir do tratamento termoquímico de boretação é possível obter dois tipos de boreto de ferro, Fe_2B e FeB . O primeiro é formado no início do tratamento termoquímico, e com o aumento do teor de boro, acima de

50% atômico, a segunda fase de boreto é formada. Por apresentar propriedades de densidade, módulo de elasticidade e dilatação térmica próximas às do ferro, a fase Fe_2B é desejada. Para identificar a fase de boreto presente nas partículas foi realizado o ensaio de DRX. A Figura 29 mostra que o boreto formado foi Fe_2B .

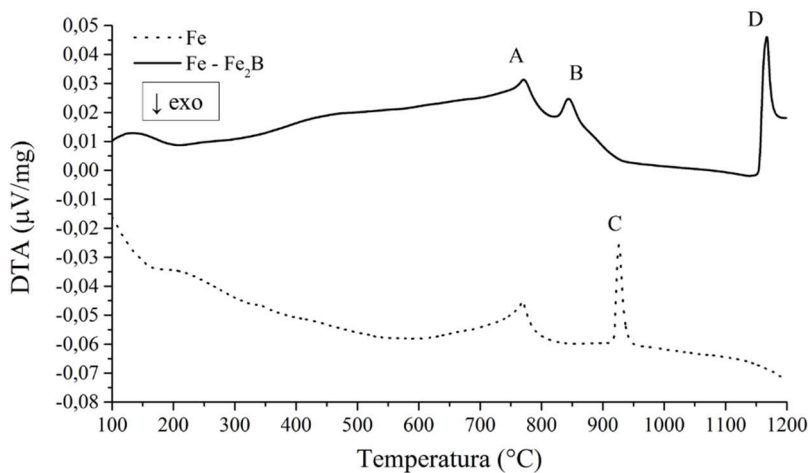
Figura 29 - Espectro de difração de Raios-X mostrando a fase Fe_2B formada no tratamento de boretação.



Fonte: autoria própria.

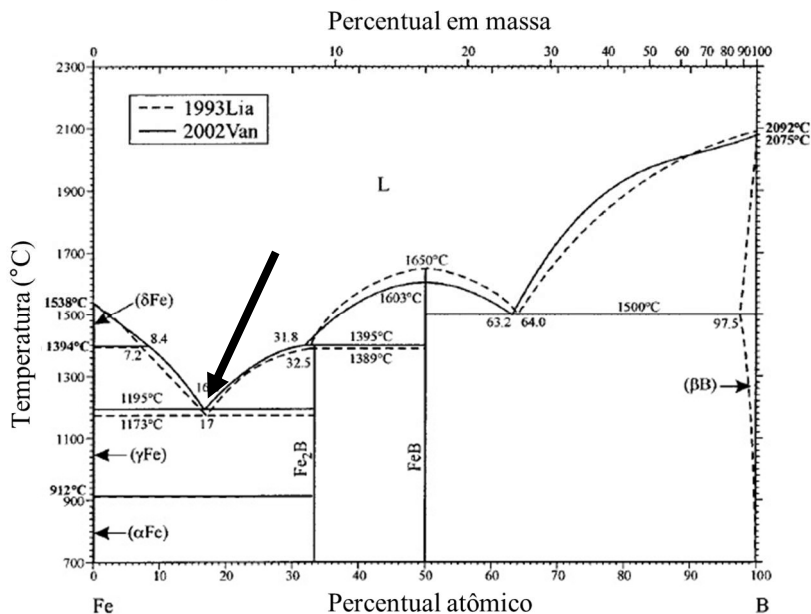
A estabilidade do boreto de ferro formado no tratamento termoquímico foi avaliada utilizando a análise térmica diferencial (DTA). Os resultados obtidos para o Fe-AHC e para a amostra com partículas boretadas estão apresentados na Figura 30. As duas curvas apresentam um pico endotérmico em 770°C , aproximadamente, indicando a temperatura de Curie, onde as partículas passam de ferromagnéticas para paramagnéticas. Os picos B e C representam a mudança de fase alfa para gama, que para o ferro é em 912°C e para a amostra com boreto é próximo a 850°C . Esta variação na temperatura de tratamento térmico indica a formação de solução sólida de boro ou carbono advindo do carboneto de silício presente na mistura boretante. O pico D, endotérmico, presente na amostra com revestimento de boreto é devido à formação de um eutético entre o Fe e o B, segundo o diagrama de fase, apresentado na Figura 31, é na temperatura de 1175°C .

Figura 30 - Curva de análise térmica diferencial do Fe-AHC e das partículas recobertas com Fe₂B.



Fonte: autoria própria.

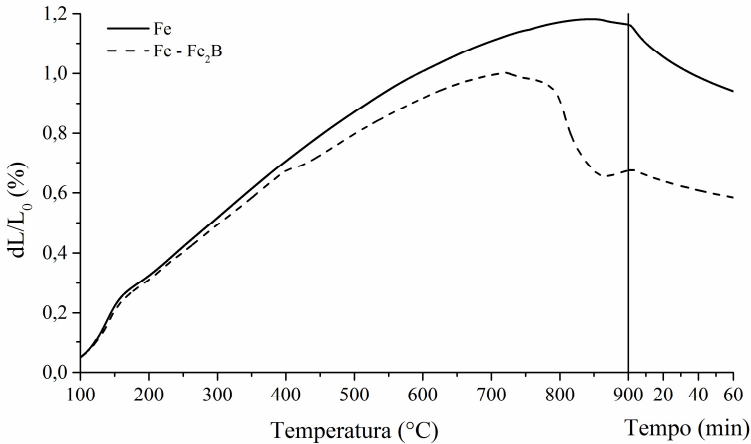
Figura 31 - Diagrama de fase ferro-boro.



Fonte: Adaptado de (Okamoto, 2004).

O ciclo térmico utilizado para caracterização da variação dimensional em dilatômetro foi o mesmo usado para as caracterizações microestruturais e das propriedades elétricas e magnéticas. Assim como no caso do revestimento de óxido de boro, a curva do Fe-AHC também é apresentada para auxiliar na identificação dos fenômenos que ocorrem durante o tratamento térmico. A Figura 32 mostra o gráfico de variação dimensional durante o tratamento térmico a 900°C. O comportamento do Fe-AHC já foi discutido no item 5.1. A curva da amostra com revestimento de boreto de ferro na superfície apresenta uma diminuição da taxa de expansão a 700°C onde a retração, devido à sinterização, passa a ser mais efetiva que a expansão térmica e, como foi identificado no gráfico de STA, próximo a 850°C ocorre a mudança de fase alfa para gama, por esse motivo, durante o patamar, a retração é menor em relação ao Fe-AHC, pois o coeficiente de difusão na fase gama é muito menor em relação à fase alfa.

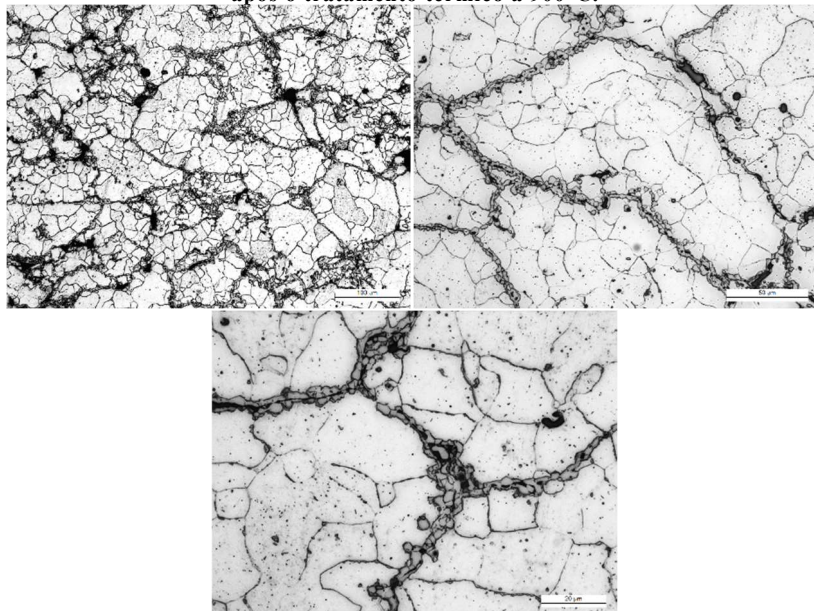
Figura 32 - Variação dimensional durante o tratamento térmico, medido em dilatômetro, para o Fe-AHC e a amostra com camada de Fe₂B entre as partículas.



Fonte: autoria própria.

A microestrutura da amostra compactada e tratada a 900°C está apresentada na Figura 33, mostrando que a fase de boreto permanece na superfície das partículas, porém não totalmente homogênea e contínua. A espessura da camada de boreto é de 2 μm, aproximadamente.

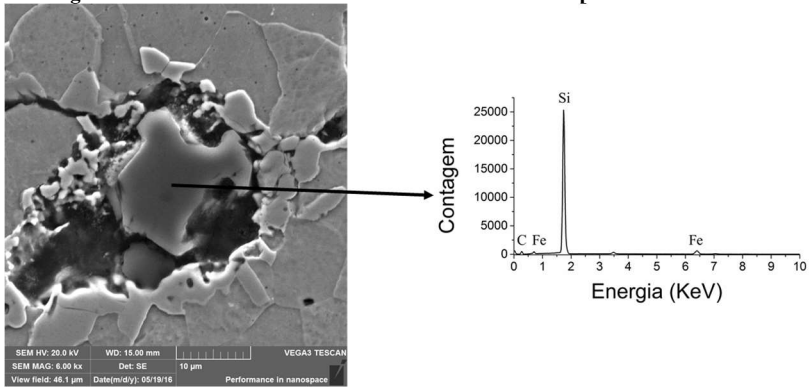
Figura 33 - Microestrutura da amostra com revestimento de boreto de ferro após o tratamento térmico a 900°C.



Fonte: autoria própria.

Outra característica identificada na microestrutura foi a presença de partículas de carboneto de silício. O SiC presente na mistura boretante não foi separado totalmente devido ao seu tamanho de partícula ser próximo ao do Fe-AHC, em torno de 100 μm e durante a separação magnética as partículas ferromagnéticas arrastavam as de carboneto de silício. As imagens de microscopia eletrônica de varredura juntamente com o EDS, apresentadas na Figura 34, indicam a presença do SiC. Esta última é indesejada pois influencia, significativamente, de modo negativo nas propriedades magnéticas, principalmente na permeabilidade, pois com o carbono em solução sólida ou precipitado na forma de carboneto dificulta a movimentação das paredes de domínio.

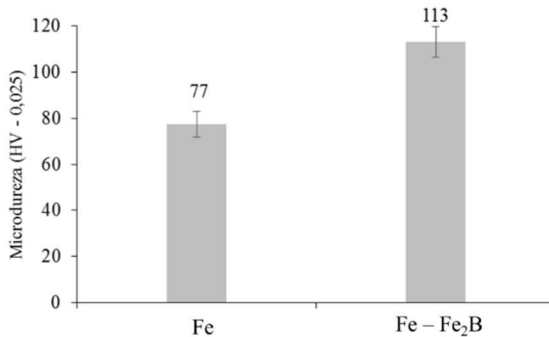
Figura 34 - Microestrutura em MEV mostrando as partículas de SiC.



Fonte: autoria própria.

A análise de microdureza mostra um aumento de dureza no interior da partícula indicando também que ocorreu difusão de boro e/ou carbono. O gráfico da Figura 35 mostra esse aumento.

Figura 35 - Microdureza das partículas de ferro com revestimento de Fe_2B após o tratamento térmico a $900\text{ }^\circ\text{C}$.



Fonte: autoria própria.

5.3 Propriedades elétricas e magnéticas

Inicialmente, foi medido a resistividade das amostras após o tratamento térmico a 900°C e está apresentada na Tabela 2. Também estão apresentados, na mesma tabela, valores de resistividade do Fe-AHC compactado e sinterizado a 1125°C e do Somaloy 3P – 700, um pó de SMC comercial fornecido pela empresa Hoganas e tratado termicamente a 500°C. O Somaloy 3P – 700 é tratado nesta temperatura, indicada pelo fabricante, devido à natureza do revestimento que é composto de fosfato. A resistividade das amostras está próxima a do Fe - AHC, apesar da microestrutura das amostras de 2 e 5% apresentarem uma continuidade da camada de óxido de boro. Portanto, este resultado mostra que houve a formação de contatos entre as partículas de Fe, de modo que a corrente elétrica, induzida pelo fluxo magnético variável no núcleo do aparato de medição, foi próxima a do Fe-AHC.

Tabela 2 - Resistividade das amostras contendo ácido bórico, Fe-AHC e Somaloy.

Amostra	Corrente RMS (A)	Resistividade ($\mu\Omega.m$)
1% H ₃ BO ₃ - 900°C	43,52	0,32
2% H ₃ BO ₃ - 900°C	32,66	0,31
5% H ₃ BO ₃ - 900°C	21,16	0,63
1% H ₃ BO ₃ - 700°C	4,28	3,28
2% H ₃ BO ₃ - 700°C	1,55	9,11
5% H ₃ BO ₃ - 700°C	1,84	8,18
Fe-Fe ₂ B - 900°C	34,04	0,37
Fe – AHC 100.29	62,55	0,25
Somaloy 3P – 500°C	0,38	67,33

Fonte: autoria própria.

A partir deste resultado optou-se por diminuir a temperatura de tratamento térmico de modo a evitar a descontinuidade da camada, sendo escolhida a temperatura de 700°C, por ser mais alta que o material comercial, na qual poderia ocorrer um maior crescimento de grão.

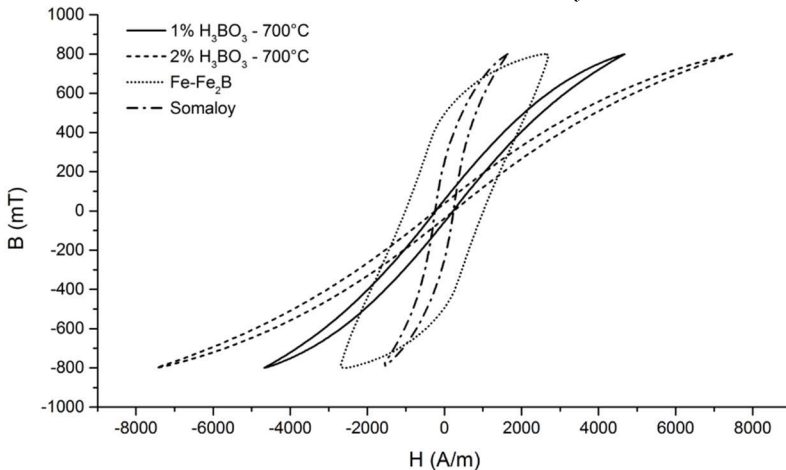
A outra maneira escolhida para promover um revestimento nas partículas com Fe₂B apresentou um resultado de resistividade próximo ao Fe-AHC compactado e sinterizado.

As amostras com tratamento térmico a 700°C apresentaram um aumento significativo de resistividade, porém abaixo do material comercial. A caracterização magnética foi realizada nas amostras com 1 e 2% de ácido bórico, por apresentarem as características mais

promissoras, ou seja, melhor continuidade de camada, sem aglomerados de óxidos, melhor resistividade e resistência a flexão próxima ao material comercial.

O toroide com revestimento de boreto de ferro, também foi caracterizado, apesar da baixa resistividade. A Figura 36 apresenta as curvas do laço B – H das amostras contendo 1 e 2% de ácido bórico, boreto de ferro e Somaloy, obtidas a 60 Hz com indução máxima de 800 mT.

Figura 36 - Laço B – H dos toroides contendo 1 e 2% de ácido bórico, revestimento de Fe_2B e do Somaloy.



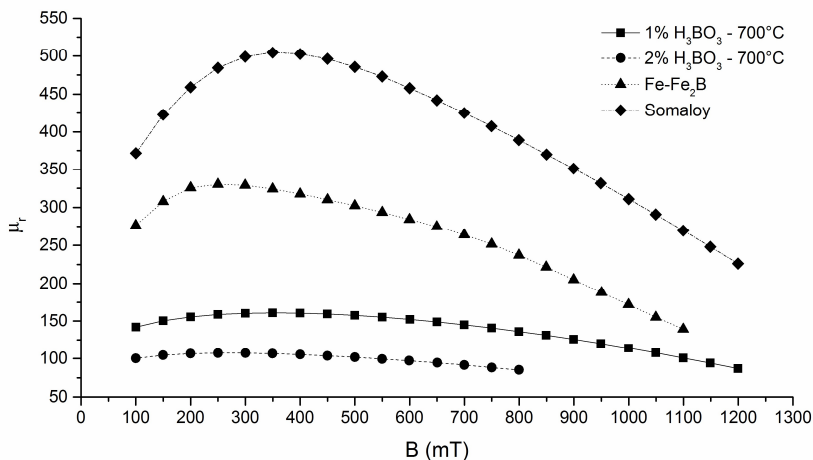
Fonte: autoria própria.

A partir das curvas do laço B – H é possível obter várias características do material ferromagnético que podem ser utilizados para o projeto do motor e a previsão do comportamento durante a aplicação. As curvas mostram que as amostras contendo ácido bórico apresentam uma inclinação pequena, comparado com as curvas do Somaloy e das amostras com boreto, indicando uma baixa permeabilidade magnética. A amostra de boreto apresenta uma curva mais larga em relação as outras indicando que as perdas totais são maiores neste caso.

A Figura 37 mostra a variação da permeabilidade em função da indução magnética. As amostras de Somaloy e Fe- Fe_2B apresentam uma permeabilidade relativa máxima de 504 a uma indução de 350 mT e 330 a 250 mT, respectivamente. As amostras contendo ácido bórico apresentam uma permeabilidade de 160 e 107 para 1 e 2% de H_3BO_3 a 300 mT. Esses valores estão abaixo do encontrado em chapas de Fe-Si,

material normalmente utilizado como estator de motores elétricos, onde a permeabilidade relativa é em torno de 2000 para induções de 800 mT.

Figura 37 - Gráfico da permeabilidade em função da indução máxima para os toroides contendo 1 e 2 % de ácido bórico, revestimento de Fe_2B e do Somaloy.



Fonte: autoria própria.

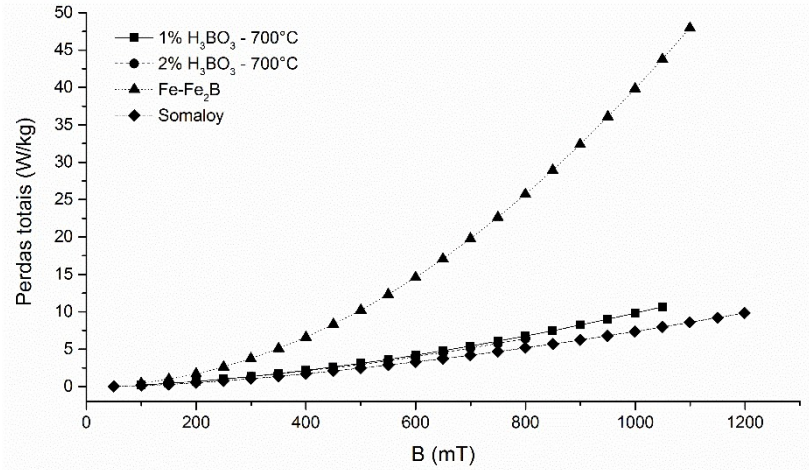
A diminuição da permeabilidade está relacionada a dois fatores o primeiro é a densidade, as chapas possuem 100% de material ferromagnético, densidade de $7,87\text{g/cm}^3$, já as amostras de SMC, caracterizadas neste estudo, apresentam valores menores, $7,35$ e $7,09\text{g/cm}^3$ para amostra de Somaloy e Fe_2B , respectivamente, e nos toroides contendo ácido bórico é ainda menor, $6,92$ e $6,71\text{g/cm}^3$ para 1 e 2 % respectivamente. Os toroides com menor quantidade de material isolante apresentaram maiores permeabilidades.

Outro fator que influencia na diminuição da permeabilidade é o tamanho de grão das amostras. As partículas de Fe do Somaloy possuem grãos maiores do que o pó de Fe utilizado. O contorno de grão atua como uma barreira para a movimentação das paredes de domínio magnético, sendo necessário campos externos maiores para alinhar os momentos magnéticos.

As perdas totais são outro parâmetro que pode ser obtido do laço $B - H$. A Figura 38 mostra as perdas totais em função da indução máxima para os toroides caracterizados. Novamente, o Somaloy apresenta os melhores resultados para as perdas sendo $4,79\text{ W/kg}$ para uma indução de 800 mT e 60 Hz. No entanto, os toroides contendo ácido bórico apresentam menores perdas em relação ao revestido com boreto de ferro,

6,74 e 6,39 W/kg para 1 e 2% de H_3BO_3 e 25,7 W/kg para amostra de Fe_2B , todos a 800 mT e 60 Hz.

Figura 38 - Gráfico das perdas totais em função a indução máxima para os toroides contendo 1 e 2 % de ácido bórico, revestimento de Fe_2B e do Somaloy.



Fonte: autoria própria.

As perdas totais podem ser divididas em 3 partes as perdas por histerese que está relacionada à energia gasta para movimentação dos domínios magnéticos e é influenciada principalmente pelas características microestruturais; as perdas por correntes parasitas devido à corrente induzida pela variação do fluxo magnético dentro do material, que nos SMCs está diretamente ligada à continuidade e resistividade do isolamento entre as partículas. Essa perda aumenta com a frequência do campo induzido e as perdas anômalas que são causadas pela ramificação e desdobramentos dos domínios magnéticos como forma de compensação ao campo magnético induzido pelas correstes parasitas (Giorgio Bertotti, 1988). As perdas por corrente parasitas e anômalas são chamadas de perdas dinâmicas (Kollár *et al.*, 2013).

As amostras contendo ácido bórico apresentam valores de perdas maiores que o Somaloy devido ao seu comportamento de resistividade e permeabilidade serem menores. Já a amostra com revestimento de Fe_2B mostra valores bem maiores que o material comercial e as composições de ácido bórico devido, principalmente, as perdas por correntes parasitas, consequência da sua baixa resistividade, $0,37 \mu\Omega.m$.

A separação das perdas foi realizada pela Brockhaus, sendo que são separadas em histerese e dinâmicas, não separando as perdas

anômalas e as de correntes parasitas. O método de separação utilizado pelo equipamento pode apresentar alguns erros, principalmente devido às frequências usadas neste estudo. Para os toroides com boreto de ferro e H_3BO_3 , as perdas dinâmicas representam 17,8 W/kg e 0,7W/kg representando 70 % e 11 %, respectivamente, das perdas totais. No caso do material comercial, devido a sua maior resistividade quando comparada com os compósitos analisados neste trabalho as perdas dinâmicas representam 1 % das perdas totais.

6 CONCLUSÕES

Este trabalho apresentou alguns resultados do estudo da formação de uma camada de isolante elétrico entre as partículas de ferro, a partir de duas rotas de obtenção do revestimento, via mistura líquida pela adição de ácido bórico diluído em álcool isopropílico e tratamento termoquímico nas partículas para formação de uma camada de boreto de ferro.

Para o revestimento obtido a partir do ácido bórico, as principais conclusões foram:

- A solução de ácido bórico e álcool isopropílico permitiu uma adição quase homogênea de H_3BO_3 na superfície das partículas, contribuindo com a formação da camada de óxido de boro após o tratamento térmico.
- As amostras produzidas com percentuais de 2 e 5% de ácido apresentaram uma menor densidade em relação ao material comercial e a amostra com 1%. Além disso, não foi identificada diferença significativa de resistividade elétrica entre as amostras produzidas; portanto, o teor de ácido deve ser no máximo de 1%.
- A transformação de H_3BO_3 em óxido de boro (B_2O_3) foi identificada, sendo que as temperaturas de reação não são influenciadas pelas partículas de Fe-AHC.
- A resistividade indicou que a temperatura de tratamento térmico deve ser abaixo de $900^\circ C$, pois nesta temperatura há a formação de contatos entre as partículas, que não foram identificados pela metalografia, porém é evidente ao analisar a resistividade.
- As propriedades magnéticas de permeabilidade e perdas se mostraram de qualidade inferior em relação ao material comercial, devido à influência da qualidade do pó de ferro AHC.

Quanto ao revestimento de boreto de ferro as conclusões foram:

- Com o processo de tratamento termoquímico de boretação em caixa obteve-se uma camada de Fe_2B na superfície das partículas de Fe-AHC.
- O agente boretante utilizado dificultou a separação, deixando resquícios de partículas de carboneto de silício no compósito final.

- O revestimento de boreto de ferro é estável, até a temperatura de 1175°C, onde ocorre a formação de um eutético e a camada não permanece mais na superfície das partículas.
- A fase de boreto de ferro possui uma resistividade menor em comparação com o óxido de boro e o fosfato, revestimentos presentes na rota anterior e no material comercial respectivamente; portanto, o compósito apresentou valores próximos ao Fe-AHC compactado.
- A permeabilidade magnética do material foi a que mais se aproximou do Somaloy, devido a densidade final do compactado ser maior em comparação com as amostras contendo ácido bórico.
- As perdas magnéticas totais apresentaram valores elevados devido a alta condutividade elétrica da fase de boreto.

Sendo assim, foi desenvolvida uma camada de isolante elétrico na superfície de partículas de Fe-AHC, sendo que o composto de boro que se mostrou viável foi o óxido de boro, B_2O_3 . A continuidade do trabalho pode melhorar as propriedades magnéticas e elétricas, tornando possível a aplicação deste material em motores ou componentes eletrônicos.

7 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

As propriedades elétricas e magnéticas obtidas com as condições escolhidas neste estudo ficaram abaixo do material comercial e do desejado para aplicações de compósitos magnéticos macios. Seguem algumas sugestões para trabalhos futuros que podem contribuir com o aumento da permeabilidade e resistividade e a diminuição das perdas totais:

- Seleção de um pó ferromagnético com maior pureza, tamanho de grão e tamanho médio de partícula, podendo ser ferro puro ou ligado com Si, Co, Ni ou Cr;
- Ao se utilizar uma distribuição de tamanho de partícula maior é possível diminuir a quantidade de ácido bórico, para concentrações menores que 0,5 %, o que provavelmente melhoraria a densidade e a permeabilidade;
- Formação in situ de óxido de boro na superfície das partículas boretadas durante o tratamento térmico para aumentar a resistividade do compósito;
- Testar outras misturas boretantes que facilitem a separação de maneira eficiente.

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ASKELAND, D.; FULAY, P.; WRIGHT, W. **The Science and Engineering of Materials**. 6. ed. [s.l.] Cengage Learning, 2011.
- CASTRO, N. A.; LANDGRAF, F. J. G. **Porosity and Magnetic Losses in Soft Magnetic Composites** Proceedings of 16 - Soft Magnetic Materials Conference. **Anais...**Dusseldorf: Verlag Stahleisen GmbH, 2003
- CSANYI, E. **Energy efficiency and specific CO₂ emissions**. Disponível em: <<http://www.eea.europa.eu/data-and-maps/indicators/energy-efficiency-and-specific-co2-emissions/energy-efficiency-and-specific-co2-emissions>>. Acesso em: 2 mar. 2016.
- CSANYI, E. **Materials with specific magnetic properties**. Disponível em: <<http://electrical-engineering-portal.com/materials-with-magnetic-properties>>. Acesso em: 2 mar. 2016.
- CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to magnetic materials**. 2. ed. Piscataway: Wiley-IEEE Press, 2008.
- EVANGELISTA, L. L. *et al.* Mechanical Strength and Energy Losses Optimization of Somaloy 3P 700-Based Components. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 52, n. 5, p. 5–8, 2016.
- FIORILLO, F. **Characterization and Measurement of Magnetic Materials**. San Diego: Elsevier, 2004a.
- FIORILLO, F. Soft Magnetic Materials. *In: Characterization and Measurement of Magnetic Materials*. San Diego: Elsevier, 2004b. p. 617–679.
- GILBERT, W. **Encyclopædia Britannica Online**. Disponível em: <<http://global.britannica.com/biography/William-Gilbert>>. Acesso em: 22 maio. 2016.
- GIMENEZ, S. *et al.* Effects of microstructural heterogeneity on the mechanical properties of pressed soft magnetic composite bodies. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 419, p. 299–305, 2006.
- GIORGIO BERTOTTI. General properties of power losses in soft ferromagnetic materials. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 24, n. 1, p. 621–630, 1988.
- GITAM, D. OF E. P. **Domain theory of Ferromagnetism**. Disponível em: <http://www.gitam.edu/eresource/Engg_Phys/semester_2/magnetic/domain.htm>. Acesso em: 2 mar. 2016.
- GRAMATYKA, P. *et al.* Soft magnetic composite based on. v. 15, n. 1, p. 27–31, 2006.
- GUO, Y. G. *et al.* 3D vector magnetic properties of soft magnetic composite material. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 302, n. 2, p. 511–516, jul. 2006.
- GUTFLEISCH, O. *et al.* Magnetic Materials and Devices for the 21st

- Century: Stronger, Lighter, and More Energy Efficient. **Advanced Materials**, v. 23, n. 7, p. 821–842, 2011.
- HEMMATI, I.; HOSSEINI, H. R. M.; MIRAGHAEI, S. Effect of processing parameters on electrical, mechanical and magnetic properties of iron–resin soft magnetic composite. **Powder Metallurgy**, v. 50, n. 1, p. 86–90, 2007.
- HULTMAN, L. O.; JACK, A. G. Soft magnetic composites-materials and applications. **IEMDC 2003 - IEEE International Electric Machines and Drives Conference**, v. 1, p. 516–522, 2003.
- KOLLÁR, P. *et al.* Power loss separation in Fe-based composite materials. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 327, p. 146–150, 2013.
- LOWRIE, W. **Fundamentals of geophysics**. Cambridge: Cambridge University press, 1997. v. 28
- OIKONOMOU, C. **Surface Characterization of Soft Magnetic Composite Powder and Compacts**. [s.l.] Chalmers University of Technology, 2014.
- OIKONOMOU, C. *et al.* Effect of heat treatment in air on surface composition of iron-phosphate based soft magnetic composite components. **Materials Science and Engineering: B**, v. 189, p. 90–99, 2014.
- OKAMOTO, H. B-Fe (boron-iron). **Journal of Phase Equilibria and Diffusion**, v. 25, n. 3, p. 297–298, 2004.
- ORSTED, HANS CHRISTIAN; JELVED, KEREN; JACKSON, A. D. **Selected Scientific Works of Hans Christian Orsted**. Princeton, New Jersey: Princeton University Press, 2014.
- PATRICIA JANSSON, V. L.-A.; LARSSON. **Phosphate coated iron powder and method for the manufacturing thereof**USA, 2002.
- PERSSON, M. *et al.* **Magnetic Composite Materials - Use for Electrical Machines**Electrical Machines and Drives. **Anais...**1995
- REBEYRAT, S. *et al.* Oxidation of phosphated iron powders. **Thin Solid Films**, v. 379, n. 1-2, p. 139–146, 2000.
- SAHIN, S.; MERIC, C.; SARITAS, S. Production of ferroboron powders by solid boronizing method. **Advanced Powder Technology**, v. 21, n. 4, p. 483–487, 2010.
- SEVIM, F. *et al.* Kinetic analysis of thermal decomposition of boric acid from thermogravimetric data. **Korean Journal of Chemical Engineering**, n. August, 2006.
- SHOKROLLAHI, H.; JANGHORBAN, K. Soft magnetic composite materials (SMCs). **Journal of Materials Processing Technology**, v. 189, n. 1-3, p. 1–12, jul. 2007.
- SKARRIE, H. **Design of Powder Core Inductors**. Lund University, Lund, Sweden, 2001.
- TAGHVAEI, A. H. *et al.* Eddy current and total power loss separation in the iron–phosphate–polyepoxy soft magnetic composites. **Materials & Design**, v. 30, n. 10, p. 3989–3995, dez. 2009.
- TAGHVAEI, A. H. *et al.* Eddy current and total power loss separation in the

iron–phosphate–polyepoxy soft magnetic composites. **Materials & Design**, v. 30, n. 10, p. 3989–3995, dez. 2009.

WILLIAMS, H. J.; SHOCKLEY, W. A Simple Domain Structure in an Iron Crystal Showing a Direct Correlation with the Magnetization. **Physical review**, v. 75, p. 178–183, 1949.

WU, S. *et al.* Iron-based soft magnetic composites with Mn-Zn ferrite nanoparticles coating obtained by sol-gel method. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 324, n. 22, p. 3899–3905, 2012.