



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO TECNOLÓGICO - CTC
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE
MATERIAIS - PGMAT

Marina Silveira Tagliari Hoffmann

Estabilidade Térmica de Ímãs Compósitos à Base de Nd-Fe-B

Florianópolis

2021

Marina Silveira Tagliari Hoffmann

Estabilidade Térmica de Ímãs Compósitos à Base de Nd-Fe-B

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais

Orientador: Prof. Paulo Antônio Pereira Wendhausen, Dr.

Florianópolis

2021

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

Hoffmann, Marina

Estabilidade Térmica de Ímãs Compósitos à Base de Nd-Fe-B
/ Marina Hoffmann ; orientador, Paulo Antônio Pereira
Wendhausen, 2021.

82 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro Tecnológico, Programa de Pós-Graduação em
Ciência e Engenharia de Materiais, Florianópolis, 2021.

Inclui referências.

1. Ciência e Engenharia de Materiais. 2. Ímãs
compósitos. 3. Nd-Fe-B. 4. Envelhecimento. 5. Estabilidade
térmica. I. Pereira Wendhausen, Paulo Antônio. II.
Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós
Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais. III. Título.

Marina Silveira Tagliari Hoffmann
Estabilidade Térmica de Ímãs Compósitos à Base de Nd-Fe-B

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Tiago Staudt, Dr.
Nidec Global Appliance

Prof. Fernando José Gomes Landgraf, Dr.
Universidade de São Paulo

Prof. Leonardo Ulian Lopes, Dr.
Universidade Federal de Santa Catarina

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de mestre em Ciência e Engenharia de Materiais

Prof. João Batista Rodrigues Neto, Dr.
Coordenador do Programa

Prof. Paulo Antônio Pereira Wendhausen, Dr.
Orientador

Florianópolis, 26 de Fevereiro de 2021.

À minha família.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC) e ao Programa de Pós-Graduação em Ciências e Engenharia de Materiais (PGMAT), por me oportunizar um aperfeiçoamento gratuito e de excelência.

Ao meu orientador Prof. Dr. Paulo Antônio Pereira Wendhausen, pela orientação e pelas oportunidades de crescimento profissional.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES), cujo apoio no presente trabalho foi muito importante.

À empresa Magnequench, pelo fornecimento de matérias-primas para realização do presente trabalho.

Aos alunos de iniciação científica que trabalharam diretamente comigo, Cid Batista de Carvalho Neto e Julia de Moraes Siedschlag. A ajuda de vocês tornou este trabalho possível.

Aos meus queridos amigos do laboratório MAGMA, Valmir da Silva, Jonas Monteiro, Juliano Baron, Marcelo Rosa e Karen Bóris, por partilhar as conquistas, as dores e o crescimento frutos deste desafio.

Ao meu namorado, pela escuta, pelo abraço e pela força que foram essenciais para a realização deste trabalho.

E finalmente, à minha família, que me ensinou com muito amor a ser quem sou e está ao meu lado independente da luta!

RESUMO

A crescente demanda tecnológica por dispositivos mais leves e miniaturizados põe os ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B como excelentes candidatos frente a seus concorrentes ímãs de ferrites sinterizados. Os primeiros apresentam produto-energia máximo muito superior ao de seus concorrentes e inúmeras possibilidades de fabricação de ímãs em seu formato final. Entretanto, a crescente utilização destes ímãs em dispositivos elétricos tem trazido à tona a questão da estabilidade térmica destes ímãs e a ocorrência de alterações nos valores de polarização durante a vida útil destes dispositivos. O comportamento magnético deste ímã frente a exposição em temperatura durante longos períodos de tempo é pouco conhecido, acarretando em dificuldades na seleção de materiais adequados para a aplicação destes ímãs à temperaturas elevadas. Neste trabalho, o comportamento da propriedade da polarização magnética (J_A) para tempos prolongados de exposição de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B à temperatura é estudado, de modo a aplicar um modelo matemático que permite prever esse comportamento. Para tal, foram utilizadas três classes distintas de ímãs, de forma a discorrer comparativamente sobre a estabilidade magnética das mesmas. Ímãs fabricados a partir de três classes distintas (MP1, MP2 e MP3) foram testados em ciclos de envelhecimento de 95 e 150 °C durante 1000 horas. As classes denominadas MP2 e MP3 utilizam Co (15,4% em massa) e Nb (1,8% em massa), respectivamente, em suas composições. Além disso, a superfície de suas partículas foi passivada durante o processo de produção da liga. Já a MP1 utiliza 1,8% de Co em sua composição. A J_A foi apurada a partir de uma bobina de Helmholtz em diversos momentos ao longo dos ciclos. A predição dos valores desta propriedade foi realizada através de regressão linear para os tempos de 1 ano, 3 anos, 5 anos e 10 anos. Os dados estatísticos gerados pelas regressões demonstram a validade estatística destas previsões, que estimam valor de redução de J_A após 10 anos em 2,8% (MP3) a 12,3% (MP1) para o ciclo de envelhecimento C1 (150 °C). A utilização de elementos de liga como Nb e Co e a superfície passivada da partícula (MP2 e MP3) mostram-se vantajosas para estabilidade térmica de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B pela minimização das perdas permanentes ocorridas devido a processos de degradação do ímã, que equivale a 61% das perdas totais para MP1 frente a 32% para MP3.

Palavras-chave: Ímãs compósitos. Nd-Fe-B. Envelhecimento. Estabilidade térmica.

ABSTRACT

The growing technological demand for lighter and miniaturized devices brings bonded magnets based on Nd-Fe-B as an excellent alternative to their competitors, the sintered ferrite magnets. The former having a much higher maximum energy product than the latter, and countless possibilities for manufacturing magnets near net shape. However, the growing utilization of this class of magnets in electronic devices brings to question its thermal stability and the changes on its polarization value during the devices' life cycle. The magnetic behavior of this magnet when exposed to temperature through long periods of time is yet little known, leading to challenges on the selection of adequate materials when this magnet is applied to high temperature situations. In this work, the behavior of the magnetic polarization (J_A) property during long exposition of bonded magnets based on Nd-Fe-B to high temperature will be studied, so that a mathematical model that allows to predict this behavior can be applied. For that purpose, three distinct classes of magnets were used, so that their magnetic stability can be compared. Magnets made of three distinct classes (MP1, MP2, and MP3) were tested in aging cycles of 95 °C and 150 °C for 1000 hours. The classes named MP2 and MP3 utilize Co (15.4% wt) and Nb (1.8% wt), respectively, in their compositions. Furthermore, the surface of the particles in both these classes were passivated during the manufacturing of the alloy. The class MP1 utilizes 1.8% Co in mass in its composition. The J_A was measured with a Helmholtz coil in several different moments throughout the cycles. The prediction of this property's value was made using linear regression for life cycles of 1 year, 3 years, 5 years, and 10 years. The statistical data created by the linear regressions proves the statistical validity of these forecasts, which estimates a reduction of J_A after 10 years between 2.8% (MP3) to 12.3% (MP1) for the aging cycle C1 (150 °C). The use of alloying elements such as Nb and Co and the passivated surface of the particles (MP2 and MP3) are shown advantageous for bonded magnets based on Nd-Fe-B by reducing the permanent losses due to degradation processes of the magnet, which correspond to 61% of the total losses for MP1 compared to 32% for MP3.

Keywords: Bonded Magnets. Nd-Fe-B. Aging. Thermal Stability.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Representação esquemática de (a) domínios magnéticos em um material ferromagnético policristalino e (b) alteração da direção de magnetização de domínios adjacentes através das paredes de domínio (paredes de Bloch)	19
Figura 2 - Linha cronológica da fabricação de ímãs permanentes e seus respectivos valores de produto-energia máximo- $(BH)_{max}$	20
Figura 3 - Estrutura cristalina da fase $Nd_2Fe_{14}B$	21
Figura 4 - Diagrama esquemático que relaciona as características microestruturais com os métodos de fabricação de ímãs à base de Nd-Fe-B.	22
Figura 5 - Esquema do dispositivo de solidificação rápida.	23
Figura 6 - Microestrutura evidenciando (a) morfologia do pó fabricado por solidificação rápida (b) grãos de particulado fabricado por solidificação rápida (c) microestrutura de ímãs compostos contendo pó fabricado via solidificação rápida.	25
Figura 7 - Curva de desmagnetização de materiais ferromagnéticos	28
Figura 8 - Estrutura de domínios de um ímã permanente (a) saturado e (b) parcialmente desmagnetizado.	30
Figura 9 - Perfis de energia de um sistema biestável.	30
Figura 10 - Curva genérica da perda de fluxo em função do tempo. Fonte: (TROUT, 2001a)	33
Figura 11 - Fluxograma geral da metodologia adotada para desenvolvimento do trabalho. ...	36
Figura 12 - Imagem obtida por MEV do particulado da liga de Nd-Fe-B revestida com resina epóxi da matéria-prima (a) MP1, (b) MP2 e (c) MP3.	38
Figura 13 - Fluxograma da etapa de fabricação de ímãs.	38
Figura 14 - Amostra utilizada no trabalho.	39
Figura 15 - Fluxograma da etapa de caracterização inicial de ímãs (pré envelhecimento).	39
Figura 16 - Diagrama dos ciclos de envelhecimento térmico, indicando interrupções para tomada de dados.	40
Figura 17 - Valores de polarização magnética ao longo do ciclo de envelhecimento (a) C1 (95 °C) e (b) C2 (150 °C).	44
Figura 18 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C1, MP1.	48
Figura 19 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C1, MP2.	49

Figura 20 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C1, MP3.	51
Figura 21 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C2, MP1.	53
Figura 22 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C2, MP2.	54
Figura 23 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C2, MP3.	56
Figura 24 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 1, MP1.....	58
Figura 25 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 1, MP2.....	59
Figura 26 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 1, MP3.....	60
Figura 27 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 2, MP1.....	62
Figura 28 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 2, MP2.....	63
Figura 29 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 2, MP3.....	64
Figura 30 - Polarização magnética de amostras MP1 testadas no ciclo C1 em diferentes condições.	66
Figura 31: Polarização magnética de amostras MP2 testadas no ciclo C1 em diferentes condições.	67
Figura 32 - Polarização magnética de amostras MP3 testadas no ciclo C1 em diferentes condições.	67
Figura 33 - Polarização magnética de amostras MP1 testadas no ciclo C2 em diferentes condições.	68
Figura 34 - Polarização magnética de amostras MP2 testadas no ciclo C2 em diferentes condições.	69
Figura 35 - Polarização magnética de amostras MP3 testadas no ciclo C2 em diferentes condições.	70

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades referentes a estabilidade térmica de ímãs fabricados a partir de diferentes materiais.....	32
Tabela 2 - Composição química (em massa) das matérias-primas utilizadas no trabalho.	37
Tabela 3 - Propriedades magnéticas e físicas típicas de ímãs fabricados com matérias primas utilizadas no trabalho.....	37
Tabela 4 - Valores médios e respectivos desvios das propriedades magnéticas B_r , H_{cJ} , H_{cB} , $BH_{máx}$ e J_A das amostras virgens, posteriormente utilizadas no ciclo de envelhecimento C1..	43
Tabela 5 - Valores médios e respectivos desvios das propriedades magnéticas B_r , H_{cJ} , H_{cB} , $BH_{máx}$ e J_A das amostras virgens, posteriormente utilizadas no ciclo de envelhecimento C2..	43
Tabela 6 - Redução da polarização magnética observada ao final das 1000h horas de envelhecimento.....	45
Tabela 7 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C1 realizado na matéria prima MP1.....	47
Tabela 8 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C1 realizado na MP1.	47
Tabela 9 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C1 realizado na matéria prima MP2.....	48
Tabela 10 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C1 realizado na MP2.	49
Tabela 11 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C1 realizado na matéria prima MP3.....	50
Tabela 12 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C1 realizado na MP3.	50
Tabela 13 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C2 realizado na matéria prima MP1.....	52
Tabela 14 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C2 realizado na MP1.	52
Tabela 15 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C2 realizado na matéria prima MP2.....	53
Tabela 16 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C1 realizado na MP2.	54

Tabela 17 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C2 realizado na matéria prima MP3.....	55
Tabela 18 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C2 realizado na MP3.	56
Tabela 19 - Dados relativos à regressão linear do ciclo de envelhecimento C1.	56
Tabela 20 - Dados relativos à regressão linear do ciclo de envelhecimento C2	57
Tabela 21 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP1.	58
Tabela 22 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP1.....	58
Tabela 23 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP1.	59
Tabela 24 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP1.....	60
Tabela 25 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP3.	61
Tabela 26 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP3.....	61
Tabela 27 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP1.	62
Tabela 28 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP1.....	62
Tabela 29 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP2.	63
Tabela 30 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP2.....	64
Tabela 31 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP3.	65
Tabela 32 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP3.....	65
Tabela 33 - Resumo do teor e tipologia de perdas decorrentes do envelhecimento de ímãs no ciclo C1.....	71
Tabela 34 - Resumo do teor e tipologia de perdas decorrentes do envelhecimento de ímãs no ciclo C2.....	71

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

B – Boro

Co - Cobalto

C1 – Ciclo de envelhecimento 1 (95 °C)

C2 – Ciclo de envelhecimento 2 (150 °C)

Dy - Disprósio

Fe - Ferro

HDDR – Hidrogenação-Desproporção-Dessorção-Recombinação

MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura

MP1 – Matéria-prima 1

MP2 – Matéria-prima 2

MP3 – Matéria-prima 3

Nd - Neodímio

Nb - Nióbio

Pr - Praseodímio

Sm - Samário

SR – Solidificação Rápida

LISTA DE SÍMBOLOS

B – Campo induzido ou Densidade de fluxo magnético (T)

B_r – Remanência (T)

b_0 – Estimativa populacional do parâmetro β_0

b_1 - Estimativa populacional do parâmetro β_1

$BH_{\text{máx}}$ – Produto-energia máximo (kJ/m^3)

H – Campo magnético aplicado (A/m)

H_{cB} – Coercividade (A/m)

H_{cJ} – Coercividade Intrínseca (A/m)

H_0 – Hipótese nula

H_1 - Hipótese alternativa

J – Polarização magnética (T)

J_A – Polarização magnética medida em circuito aberto (T)

J_S – Polarização de saturação (A/m)

k – Constante de Boltzmann

K – Constante de anisotropia

M – Magnetização magnética (T)

S – Viscosidade magnética

S_e - Erro padrão da estimativa

t – Tempo (horas)

T – Temperatura ($^{\circ}\text{C}$ ou K)

T_c – Temperatura de Curie ($^{\circ}\text{C}$ ou K)

t_0 – Tempo inicial ($^{\circ}\text{C}$ ou K)

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	OBJETIVOS.....	17
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	18
2.1	MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS	18
2.1.1	Ímãs Permanentes	19
2.1.2	Ímãs à base de Nd-Fe-B	21
2.1.2.1	Solidificação Rápida.....	23
2.1.2.2	Ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B	24
2.2	PERDA DE POLARIZAÇÃO EM MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS	26
2.2.1	A polarização magnética (J)	26
2.2.2	Histerese Magnética	27
2.2.2.1	Teorias do fenômeno de histerese	29
2.2.2.2	Magnetização Reversa.....	29
2.2.2.3	Viscosidade Magnética.....	31
2.3	ESTABILIDADE TÉRMICA DE ÍMÃS.....	32
2.3.1	Estado da Arte	Erro! Indicador não definido.
3	PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL.....	36
3.1	MATÉRIA-PRIMA.....	36
3.2	FABRICAÇÃO DE ÍMÃS	38
3.3	CARACTERIZAÇÕES DE ÍMÃS – PRÉ ENVELHECIMENTO	39
3.4	CICLOS DE ENVELHECIMENTO TÉRMICO.....	40
3.5	CARACTERIZAÇÃO DA POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA DURANTE O CICLO DE ENVELHECIMENTO	40
3.6	CÁLCULOS.....	41
3.6.1	Regressão Linear Simples.....	41
3.6.2	Projeção da Polarização Magnética.....	42

3.7	DETERMINAÇÃO DAS PERDAS PERMANENTES E IRREVERSÍVEIS.....	42
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	43
4.1	CARACTERIZAÇÕES DE ÍMAS – PRÉ ENVELHECIMENTO	43
4.2	CICLOS DE ENVELHECIMENTO TÉRMICO.....	44
4.3	REGRESSÃO LINEAR.....	46
4.3.1	Regressões lineares - Ciclo 1 (95 °C).....	46
4.3.1.1	Regressão linear Ciclo 1 - MP1.....	46
4.3.1.2	Regressão linear Ciclo 1 - MP2.....	47
4.3.1.3	Regressão linear Ciclo 1 - MP3.....	49
4.3.2	Regressões lineares - Ciclo 2 (150 °C).....	51
4.3.2.1	Regressão linear Ciclo 2 - MP1.....	51
4.3.2.2	Regressão linear Ciclo 2 - MP2.....	53
4.3.2.3	Regressão linear Cico 2 - MP3.....	55
4.3.3	Tabela Resumo – Regressão Linear.....	56
4.4	EXTRAPOLAÇÃO DA POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA.....	57
4.4.1	Extrapolação de J_A - Ciclo 1 (95 °C).....	57
4.4.1.1	Extrapolação de J_A Ciclo 1 - MP1.....	57
4.4.1.2	Extrapolação de J_A Ciclo 1 - MP2.....	59
4.4.1.3	Extrapolação de J_A Ciclo 1 - MP3.....	60
4.4.2	Extrapolação de J_A - Ciclo 2 (150 °C).....	61
4.4.2.1	Extrapolação de J_A Ciclo 2 - MP1.....	61
4.4.2.2	Extrapolação de J_A Ciclo 2 - MP2.....	63
4.4.2.3	Extrapolação de J_A Ciclo 2 - MP3.....	64
4.5	DETERMINAÇÃO DAS PERDAS PERMANENTES E IRREVERSÍVEIS.....	65
4.5.1	Tipologia das Perdas no Ciclo 1 (95 °C).....	65
4.5.2	Tipologia das perdas no Ciclo 2 (150 °C).....	68
4.5.3	Tabela Resumo- Tipologia de Perdas	70

5	CONCLUSÕES	72
5.1	SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS.....	74
	REFERÊNCIAS	75

1 INTRODUÇÃO

Os ímãs de terras-raras são assim classificados por possuírem em sua composição elementos do grupo dos Lantanídeos, como o neodímio (Nd), samário (Sm), disprosio (Dy), praseodímio (Pr), entre outros. Os ímãs à base de samário e cobalto (SmCo) foram os primeiros a serem aplicados comercialmente e suas excelentes propriedades em altas temperaturas permitem que sejam utilizados até hoje. Em meados da década de 80, o desenvolvimento dos materiais à base de neodímio, ferro e boro ($\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) possibilitou a fabricação de ímãs com produto-energia máximo maior, aliado a um custo menor que os ímãs de SmCo. (HADJIPANAYIS; KIM, 1988)

A fabricação destes ímãs pode ser feita por uma série de rotas, sendo estas relacionadas com os resultados obtidos nas propriedades magnéticas, a complexidade da geometria da peça, a situação de trabalho do componente, entre outros fatores. As duas alternativas mais comuns são ímãs fabricados pela rota de sinterização ou ímãs compósitos.

A microestrutura de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B é composta por material particulado da fase $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, envolto por um ligante polimérico. Em comparação com os ímãs sinterizados de Nd-Fe-B, a presença do ligante polimérico na fase acarreta na diluição das propriedades magnéticas. Dessa forma, a utilização do ímã compósito de Nd-Fe-B é justificado principalmente na substituição dos ímãs cerâmicos (ferrites), que representaram cerca de 85% do volume de vendas no ano de 2016. A utilização destes ímãs torna-se vantajosa no sentido da obtenção de dispositivos de engenharia com elevado desempenho magnético aliado a pequenos volumes. Nesse sentido, a substituição de motores elétricos tradicionais pelos novos motores com ímãs permanentes possibilita não apenas o aumento do desempenho dos motores, como também a miniaturização destes. (CONSTANTINIDES, 2016)

O Nd-Fe-B sinterizado, apesar de seus altos valores de produto-energia máximo, possui custo relativo a matéria prima relativamente elevado. Já a ferrite representa um baixo valor de desempenho magnético, mas também um custo bastante inferior. O ímã compósito de Nd-Fe-B atua em um meio termo entre estas duas tipologias de ímãs, representando vantagens em relação as propriedades magnéticas da ferrite, com um custo inferior do que o ímã sinterizado de Nd-Fe-B.

A utilização de um ligante polimérico na fabricação de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B, permite ainda liberdade maior de forma na obtenção de ímãs quando comparado com as ferrites ou até mesmo àqueles ímãs de Nd-Fe-B fabricados pela rota de sinterização. Nesse contexto, os componentes podem ser fabricados praticamente em seu formato final, minimizando a necessidade de etapas de acabamento.

Apesar disso, existem algumas características nesse tipo de material que devem ser consideradas no momento do projeto de suas respectivas aplicações, que dizem respeito à sua estabilidade térmica e resistência a corrosão. A temperatura de Curie, temperatura esta que representa a transição de um material ferromagnético para paramagnético, é relativamente baixa (entre 300 e 400 °C). (RODEWALD; FERNENGEL, 1988a). As temperaturas de operação dos ímãs comerciais reportadas nos catálogos comerciais variam entre 60 e 200 °C, dependendo da classe de ímã estudada. A problemática destas definições é que não existe um conceito definido deste termo “temperatura máxima de operação” e tão pouco um padrão internacional de classes destes ímãs. Desta forma, cabe ao fornecedor da matéria-prima definir o que é entendido por este termo. (TROUT, 2001a)

Em motores e geradores, as temperaturas em que os ímãs estão expostos pode alcançar temperaturas próximas a 200 °C. O projeto destes dispositivos e a seleção dos ímãs utilizados devem ser avaliados de forma criteriosa, de forma a garantir que a eficiência do dispositivo não seja prejudicada pelas condições de operação. Na prática, o projeto destes dispositivos leva em conta as alterações instantâneas das características dos ímãs, as quais são quantificadas através dos coeficientes de temperatura. Porém, não existe nenhuma normativa que aborda alterações que possam ocorrer a longo prazo. Considerando que a vida útil destes dispositivos pode chegar a 30 anos e a eficiência destes deve permanecer constante durante todo este período, informações consistentes acerca do comportamento de desmagnetização dos ímãs ao longo do tempo devido a estas exposições em temperatura tornam-se primordiais de forma a garantir o funcionamento do dispositivo durante o tempo de vida em que é exigido. (IGLESIAS, 2002)

1.1 OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo a maior previsibilidade da estabilidade térmica de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B de diferentes composições frente à ciclos de envelhecimento térmico.

Busca-se como objetivos específicos:

- Aplicar modelo matemático de previsão da polarização magnética para os ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B submetidos a ciclos de envelhecimento térmico, utilizando métodos estatísticos para reforçar previsões.
- Investigar efeitos do uso de diferentes classes de matérias-primas para a produção de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B na estabilidade térmica, correlacionando modos de fabricação e composição química de diferentes ímãs com as perdas de polarização decorrentes da exposição do ímã em temperaturas elevadas por tempos prolongados.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

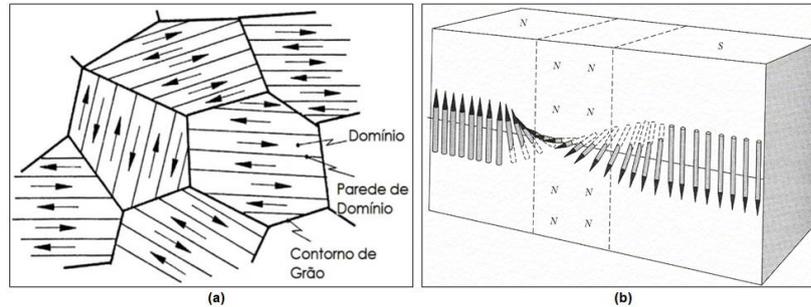
O foco do presente trabalho recai sobre um conjunto consistente de materiais, os chamados de materiais magnéticos duros, em especial os ímãs à base de Nd-Fe-B. Portanto, para a compreensão do trabalho, esta seção apresenta uma sucinta fundamentação teórica, primeiramente sobre os principais conceitos de ferromagnetismo e, em seguida, sobre ímãs permanentes à base de Nd-Fe-B. Além disto, serão abordados os fundamentos referentes a estabilidade térmica destes ímãs e o processo de desmagnetização.

2.1 MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS

Uma vez que a magnetização tem origem no momento magnético orbital e de spin dos elétrons, define-se magnetização (M) como o somatório dessas contribuições por unidade de volume. O fenômeno da magnetização espontânea dos momentos magnéticos mesmo na ausência de campo é chamado de ferromagnetismo. Esta característica ocorre devido a existência de um campo magnético interno que decorre de uma interação eletrônica chamada de interação de troca. A energia do sistema é minimizada quando os dipolos magnéticos estão alinhados paralelamente. Ferro, cobalto e níquel são exemplos de elementos em que este comportamento é observado. (JILES, 1991)

Este tipo de material pode existir tanto no estado magnetizado, quanto no desmagnetizado. Assim, cada átomo se comporta como um ímã permanente e, espontaneamente, se alinha de forma paralela a seus vizinhos em regiões no interior do material. Estas regiões, nas quais predominam uma direção de magnetização são chamadas de domínios magnéticos, representados esquematicamente a partir da Figura 1a. (FARIA; LIMA, 2005) Em seu estado desmagnetizado, cada domínio do ímã é magnetizado até o seu valor de saturação, mas a orientação dos domínios ocorre de tal forma que a soma vetorial da contribuição destas regiões seja nula. As paredes de domínio (Figura 1b) (também conhecidas como paredes de Bloch) tem espessura entre 0,03 e 0,20 μm e nela ocorre uma mudança gradual da direção de magnetização. (LALL, 1992)

Figura 1- Representação esquemática de (a) domínios magnéticos em um material ferromagnético policristalino e (b) alteração da direção de magnetização de domínios adjacentes através das paredes de domínio (paredes de Bloch)



Fonte: Adaptado de (LALL, 1992)

2.1.1 Ímãs Permanentes

Ímãs permanentes são componentes fabricados a partir de materiais magnéticos que, uma vez magnetizados, retêm uma parcela significativa de seus momentos alinhados na direção do campo aplicado, mesmo quando cessada a aplicação do mesmo. Desta forma, o ímã permanente torna-se uma fonte de campo magnético que pode interagir com outros materiais ou com correntes elétricas. (STRNAT, 1990)

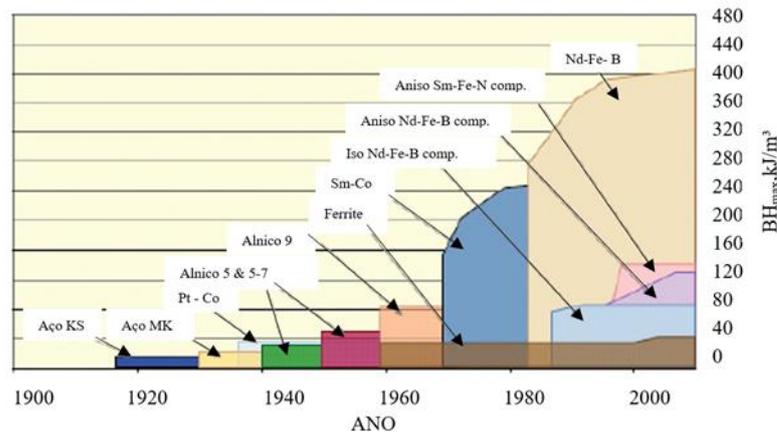
Naturalmente, as características de diferentes tipos de ímãs permanentes são bastante distintas em diversos aspectos, como propriedades magnéticas, preço, processamento, resistência à corrosão, estabilidade térmica, entre outras. Além disso, as aplicações podem ser nos âmbitos industriais, domésticos, automobilísticos, aeroespaciais, entre outros. As aplicações envolvendo utilização destes materiais vem sendo não apenas expandidas, mas também aprimoradas. Como consequência, dispositivos tradicionais estão sendo repensados. (HIROSAWA; NISHINO; MIYASHITA, 2017) A busca é por soluções de dispositivos mais leves, menores e mais eficientes, de modo que o maior custo inicial seja compensado ao longo do tempo com o menor consumo energético. (STRNAT, 1990)

A propriedade que mensura as características listadas acima é o produto energia-máximo ($BH_{m\acute{a}x}$). Esta propriedade é dada, no sistema internacional de unidades, em joule por

metro cúbico (J/m^3) e sugere a capacidade de energia armazenada por unidade de volume do material.

Dentre os ímãs comerciais de maior relevância tem-se os ímãs de terras-raras como Nd-Fe-B e Sm-Co, os ímãs Alnico (alumínio, níquel, cobalto) e os ímãs cerâmicos de ferrite. A descoberta dos ímãs de terras-raras em meados dos anos 60 alavancou as tecnologias envolvendo materiais magnéticos, por permitir dispositivos miniaturizados. (HADJIPANAYIS, 2003) Um cronograma histórico dos valores de produto-energia máximo é apresentado na Figura 2.

Figura 2 - Linha cronológica da fabricação de ímãs permanentes e seus respectivos valores de produto-energia máximo- $(BH)_{\text{max}}$.



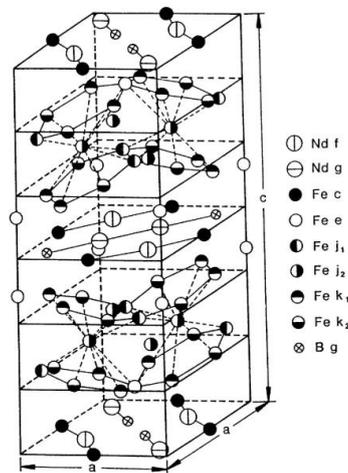
Fonte: Adaptado do sítio da revista eletrônica *Magnetics Magazine*.

Com relação ao produto-energia máximo, o destaque fica para os ímãs fabricados a partir de elementos terras-raras. Os elementos terras-raras são pertencentes ao grupo dos Lantanídeos, tendo como principais representantes o neodímio (Nd), samário (Sm), disprósio (Dy), praseodímio (Pr), entre outros. A liga à base de samário e cobalto foi a primeira a ser aplicada comercialmente, apresentando excelentes propriedades em altas temperaturas, o que justifica sua utilização até os dias atuais. Na década de 80, materiais à base de neodímio, ferro e boro (contendo fase ferromagnética $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$) possibilitaram a fabricação de ímãs com produto-energia ainda maior, aliado a um custo menor que os ímãs de Sm-Co. (HADJIPANAYIS, 2003)

2.1.2 Ímãs à base de Nd-Fe-B

Os ímãs à base da fase $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$, por possuírem os maiores valores de produto-energia máximo comparados com os demais materiais utilizados até então para utilização como ímãs permanentes, substituíram os demais para aplicações de alto desempenho. A fase $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ apresenta estrutura cristalina tetragonal contendo 68 átomos por célula unitária (Figura 3), apresentando uma única direção de fácil magnetização ao longo do eixo c. (BETANCOURT, 2002)

Figura 3 - Estrutura cristalina da fase $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$.

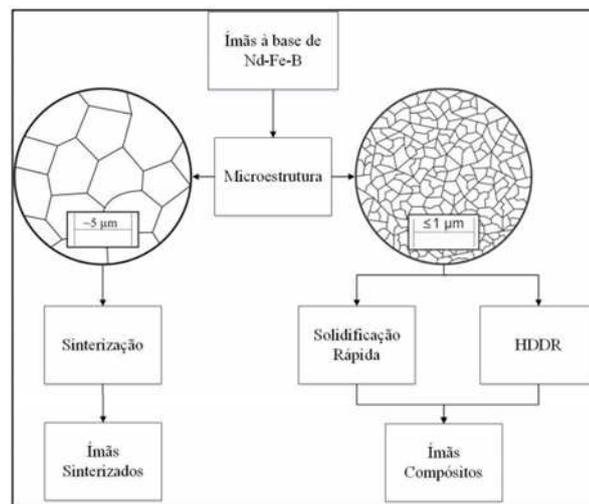


Fonte: (BETANCOURT, 2002)

Ímãs de Nd-Fe-B podem ser produzidos por diferentes rotas. A rota tradicional envolve a produção da liga por fusão, moagem, compactação e sinterização. Materiais produzidos por essa rota produzem ímãs com alta coercividade (H_{cJ}) e remanência (B_r). A microestrutura característica desses materiais é a fase $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ permeada por uma fase paramagnética rica em Nd de ponto de fusão mais baixo que auxilia na sinterização e desacopla os grãos ferromagnéticos. O ímã obtido por sinterização, apresenta valores elevados de produto-energia máximo $(BH)_{\text{máx}}$ e uma microestrutura de grãos na ordem de 3 a 5 μm , proveniente de um pó monocristalino, conforme demonstrado na Figura 4. (FARIA; LIMA, 2005)

Uma rota alternativa de fabricação de ímãs de Nd-Fe-B é o de ímãs compósitos. Existem algumas rotas de produção de pós policristalinos para tal finalidade. A principal delas é uma técnica de resfriamento rápido conhecida como solidificação rápida. Os ímãs policristalinos possuem uma estrutura composta por nanogrãos com cerca de 20 nm.(FARIA; LIMA, 2005) Este pó é então aglomerado com ligantes poliméricos e a partir disso, surge uma série de peculiaridades do ponto de vista de fabricação.

Figura 4 - Diagrama esquemático que relaciona as características microestruturais com os métodos de fabricação de ímãs à base de Nd-Fe-B.



Fonte: Adaptado de (ENGERROFF, 2015)

No intuito de evitar a nucleação e crescimento de domínios reversos, existem mecanismos de aumento de coercividade que auxiliam na manutenção do alinhamento magnético. Os dois principais mecanismos de endurecimento são: *nucleação de domínios reversos* e *ancoramento das paredes de domínio*.

O mecanismo denominado de nucleação é minimizado por meio da inserção de uma fase paramagnética entre os grãos de fase ferromagnética. A presença desta fase assegura o isolamento dos domínios de uma determinada região, fazendo com que estes não tenham influência na orientação do grão ferromagnético vizinho. (COEY, 1996) Os ímãs à base de Nd-Fe-B obtidos por sinterização possuem microestrutura de acordo com o descrito. Sendo assim, estes produtos apresentam fase ferromagnética $Nd_2Fe_{14}B$ envolta de fase paramagnética, rica em neodímio. A quantidade destas fases está intimamente relacionada com as propriedades magnéticas obtidas no produto final.

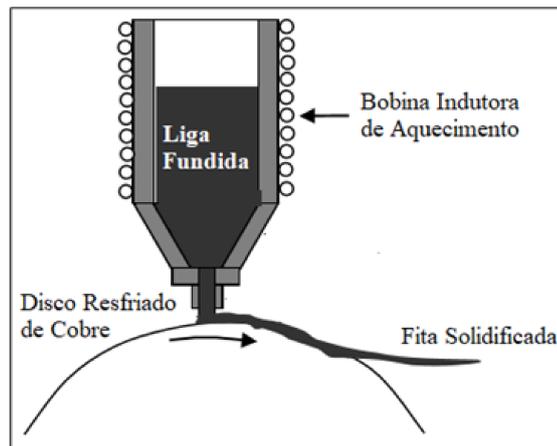
Outra possibilidade consiste na criação de paredes de ancoramento de domínios, como contornos de grão. Sendo assim, o refinamento da microestrutura atua no sentido de inibir a propagação de tais domínios reversos. (COEY, 1996) A produção de ímãs compósitos se baseia na utilização de matéria prima que possibilite o refino microestrutural, contendo grãos submicrométricos, a partir dos processos de solidificação rápida (SR) e Hidrogenação–Desproporção–Dessorção–Recombinação (HDDR).

2.1.2.1 Solidificação Rápida

O processo de solidificação rápida (SR), conhecido pelo nome *Melt Spinning*, consiste em resfriar rapidamente a liga fundida, de tal forma que o produto final consiste em fitas nanocristalinas, ou até mesmo amorfas. A microestrutura resultante depende da taxa de resfriamento do metal, que pode atingir até 10^6 K/s.

A Figura 5 esquematiza o funcionamento de um dispositivo de solidificação rápida. Este resfriamento normalmente está atrelado ao derramamento do metal em uma roda de cobre resfriada com água, devido à alta condutividade térmica deste metal. (HERBST, 1991)

Figura 5 - Esquema do dispositivo de solidificação rápida.



Fonte: Adaptado de (MOOSA; ZIDI, 2017)

O pequeno tamanho de grão obtido no processo de solidificação rápida resulta em valores elevados de coercividade. Valores acima de 1200 kA/m para a fase de $\text{Nd}_2\text{Fe}_{14}\text{B}$ já foram reportados utilizando esta técnica. (GUTFLEISCH, 2000)

A coercividade intrínseca (H_{cJ}) dos materiais magnéticos é a propriedade que quantifica a dificuldade que um ímã apresenta de desmagnetizar. Esta desmagnetização está atrelada a desorientação dos domínios magnéticos quando submetidos a interações com seus vizinhos e acontece devido a propagação de domínios reversos, consumindo aqueles que se encontravam alinhados no sentido da magnetização. (COEY, 1996)

2.1.2.2 Ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B

Em comparação com os ímãs sinterizados, a principal vantagem dos ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B reside na questão da usinabilidade e moldabilidade. As altas fragilidade e dureza dos ímãs sinterizados impõe restrições no processo de usinagem, o tornando caro e moroso. Os compósitos, em contrapartida, devido às concentrações relativamente altas de material polimérico, possibilitam processos de usinagem facilitados. Ao mesmo tempo, a moldabilidade induzida pela inserção da matriz polimérica resulta em ímãs mais próximos de sua forma final (conceito *near net shape*). A utilização de uma matriz de fase não magnética em ímãs compósitos faz com que as propriedades magnéticas (sobretudo o produto-energia máximo) sejam ligeiramente inferiores a de um ímã produzido pelo processo de sinterização. Ainda assim estas propriedades são muito superiores ao de seus concorrentes diretos, as ferrites, o que alavanca o desenvolvimento de componentes de engenharia cada vez mais miniaturizados.

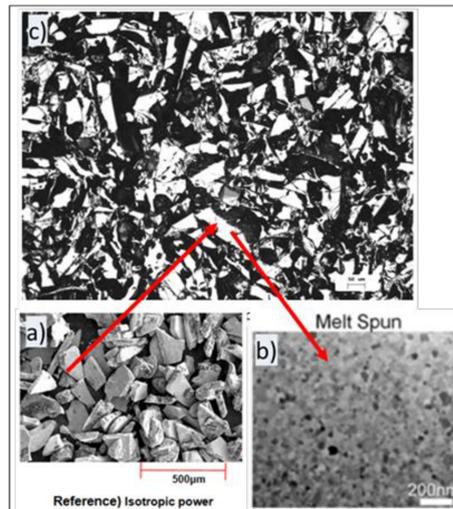
Os ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B tem gerado interesse em uma vasta gama de aplicações. O desenvolvimento econômico, o crescimento da indústria informática e as crescentes regulamentações relativas à eficiência de equipamentos eletrônicos e automóveis proporcionam uma crescente oportunidade para essa tipologia de ímãs. Os fabricantes, tanto de matéria prima como de ímãs, defrontam-se com a necessidade constante de aprimorar seus produtos e introduzir novas classes de pós e métodos de manufatura para essa oportunidade em expansão. (MA *et al.*, 2002)

Para a obtenção do ímã compósito, o particulado com a fase desejada é misturado com resinas poliméricas e passam por um processo mecânico para obtenção de um corpo sólido, que possuem propriedades físicas, químicas e magnéticas definidas. (GRÖNEFELD, 2003)

Resinas termofixas, como epóxi e suas variações, são mais utilizadas para processos de compressão. As resinas termoplásticas são utilizadas em processos como injeção e extrusão. As resinas elastoméricas e termoplásticas no estado borrachoso apresentam elasticidade

interessante, possibilitando a utilização na produção de materiais magnéticos flexíveis. (CONSTANTINIDES, 2006)

Figura 6 - Microestrutura evidenciando (a) morfologia do pó fabricado por solidificação rápida (b) grãos de particulado fabricado por solidificação rápida (c) microestrutura de ímãs compostos contendo pó fabricado via solidificação rápida.



Fonte: Adaptado de (HONO; SEPEHRI-AMIN, 2012; LOPES, 2008)

Embora todos os processos de fabricação apresentados sejam comuns, aqueles de maior interesse para a fabricação de ímãs compostos rígidos de Nd-Fe-B são o de moldagem por compressão e moldagem por injeção, detalhados a seguir. Com maquinários adequados, estes dois métodos são capazes de produzir ímãs do conceito *near net shape*. (MA *et al.*, 2002)

A principal vantagem da fabricação de ímãs compostos a partir do processo de moldagem por injeção é a possibilidade de obtenção de componentes com formatos complexos e com excelente tolerância dimensional mais facilmente, com possibilidade de injetar o ímã direto no interior do componente, na presença de campo magnético. São menos frágeis que os compactados, fazendo com que tenham maior resistência ao lascamento. Ainda, devido ao menor teor de carga magnética (entre 60 e 65% do volume), as propriedades magnéticas destes são inferiores às dos compactados. (CONSTANTINIDES, 2006; GRÖNEFELD, 2003)

O processo de moldagem dos ímãs por compressão permite maior carga de material magnético quando comparado com o ímã injetado (cerca de 80% em volume), resultando em propriedades magnéticas superiores. (BONDED MAGNET MATERIALS AND

PROCESSING OPTIONS, 2016) Entretanto, a geometria do ímã fica limitada a seções transversais constantes. Sendo assim, são comuns componentes cilíndricos, retangulares e segmentos de arcos. Os componentes possuem boa tolerância dimensional em relação a componentes sinterizados. (CONSTANTINIDES, 2006)

As características descritas nesta sessão sugerem grandes vantagens na utilização dos ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B no contexto atual e futuro da engenharia. Não obstante, estes dispositivos muitas vezes são utilizados em condições de temperatura específicas. O projeto destes dispositivos, portanto, deve levar em consideração questões de estabilidade térmica das propriedades magnéticas destes ímãs de forma a garantir a manutenção da eficiência destes materiais nas condições de operação. A próxima sessão será destinada a compreender o fenômeno que resulta em perdas de polarização em materiais ferromagnéticos.

2.2 PERDA DE POLARIZAÇÃO EM MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS

Durante o processo de magnetização de um material ferromagnético, os momentos magnéticos pertencente aos pequenos domínios magnéticos são orientados com a assistência de um campo magnético externo, de forma a obter um ímã em seu estado polarizado. Isso significa que, após este processo, o ímã consiste em dois polos magnéticos responsáveis por originar um campo magnético externo entre estes. Este estado de magnetização é metaestável e, havendo energia em quantidade suficiente a ser introduzida neste ímã, o processo pode ser revertido. A desmagnetização parcial acarreta perdas de polarização e diminuem o campo magnético externo gerado pelo ímã.

O estado metaestável da polarização é baseado na curva de histerese dos materiais. O fenômeno e as curvas de histerese dos materiais serão apresentados em mais detalhes nas sessões seguintes.

2.2.1 A polarização magnética (J)

Quando um material ferromagnético desmagnetizado é inserido no interior de um solenoide, as linhas de campo se concentram no interior do ímã e de seus domínios, de forma a intensificar o campo magnético aplicado (H) pela bobina originalmente. O campo magnético (H) induz no interior do sólido à amplificação deste campo, criando como resposta o chamado

campo induzido, ou fluxo magnético (B) do material. A relação entre estas duas grandezas é regida pela equação (1).

$$B = \mu_0 H + \mu_0 M \quad (1)$$

Outra forma de representar esta equação é através da equação(2):

$$B = \mu_0 H + J \quad (2)$$

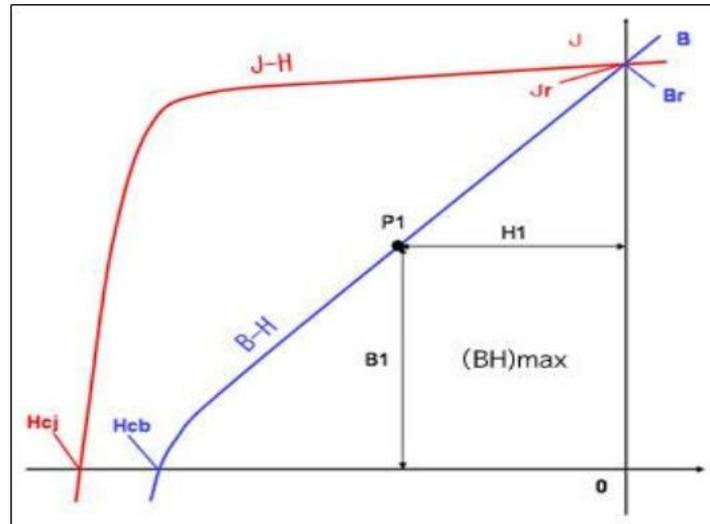
Onde J é a polarização do material, dada pelo produto $\mu_0 M$, e μ_0 representa a permeabilidade do vácuo ($4\pi \times 10^{-7}$ henry por metro, SI). A grandeza M, chamada de intensidade de magnetização ou simplesmente de magnetização, é definida como momento magnético por unidade de volume de um determinado material. (COEY, 2010) A polarização magnética é uma grandeza que representa a densidade de dipolos magnéticos em um material magnético e afeta diretamente o campo gerado por um material ferromagnético.

2.2.2 Histerese Magnética

O estado de magnetização de materiais é dependente do histórico de magnetização. Quaisquer mudanças com relação ao campo magnético externo aplicado no material formam estados metaestáveis em seu interior. Retornar o material ao seu estado de origem exige acréscimo de energia. A forma mais comum de representar o comportamento de materiais ferromagnéticos é através de curvas de histerese. Estas curvas consistem na relação entre a polarização magnética (J) ou intensidade de magnetização (M) e intensidade de campo aplicado (H). Alternativamente, podem ser plotados gráficos com as grandezas densidade de fluxo (B) em função do campo aplicado (H), mas estes contêm a mesma informação, conforme relações propostas pelas Equações (1) e (2). (JILES, 1991)

Em termos de micromagnetismo, o fenômeno de histerese magnética ocorre devido a movimentação das paredes de domínio. Se o campo magnético aplicado for reduzido a zero depois de o material alcançar sua saturação, este retém ainda certa quantidade de densidade de fluxo magnético, chamada de **remanência (B_r)**. (CULLITY; GRAHAM, 2009) A remanência é o nome dado a propriedade que descreve o valor de magnetização remanescente após cessada a aplicação de campo magnético externo em material previamente magnetizado até sua saturação e representa o início do segundo quadrante da curva de histerese (Figura 7), ou curva de desmagnetização do ímã.

Figura 7 - Curva de desmagnetização de materiais ferromagnéticos



Fonte: (LOPES, 2008)

Analisando mais a fundo o segundo quadrante da curva de histerese, à medida que o campo reverso é aumentado, a desmagnetização do ímã ocasionada pela presença de domínios reversos ao sentido de magnetização começa a ocorrer. Temos na **coercividade (H_{cB})** e a **coercividade intrínseca (H_{cJ})**, por sua vez, a representação do campo magnético aplicado no sentido contrário ao de magnetização que é necessário para reduzir a zero o valor de densidade de fluxo magnético e polarização magnética, respectivamente. (JILES, 1991)

O **produto-energia máximo - $(BH)_{max}$** – também é uma propriedade muito importante do ponto de vista da aplicação, representando matematicamente a área do maior quadrilátero inscrito no segundo quadrante da curva $B \times H$. Na prática, esta propriedade sugere a quantidade de energia que pode ser armazenada dentro de uma unidade de volume. Sendo assim, altos valores desta propriedade possibilitam a produção de pequenos ímãs com elevado desempenho magnético. (ÖCHSNER, 2017)

As informações obtidas através destas curvas são de extrema relevância para a ciência. A partir da análise aprofundada das mesmas, torna-se capaz a combinação de informações relativas às propriedades magnéticas intrínsecas aos materiais, a magnetização espontânea (J_s) que existe nos domínios magnéticos e outras propriedades extrínsecas, como a remanência (B_r) e coercividade (H_{cB}), que dependem de uma série de fatores externos, incluindo o formato da amostra, defeitos microscópicos e outros. (COEY, 2010)

2.2.2.1 Teorias do fenômeno de histerese

A teoria do fenômeno de histerese magnética é dividida em três classes: histerese independente da taxa, histerese dependente da taxa e relaxação térmica. (BERTOTTI, 1998)

A **histerese independente da taxa** é a clássica e desconsidera quaisquer efeitos temporais e térmicos que possam ocorrer no material e assume que cada ponto B/H corresponde ao estado de equilíbrio, fenômeno ocorrido apenas na temperatura de 0 K (Kelvin).

O conceito de **histerese dependente da taxa** inclui alguns mecanismos de dissipação, como correntes parasitas, que limitam a taxa a qual o sistema responde ao campo externo. Na prática, a curva de histerese magnética aumenta em área com o aumento da taxa de aplicação de campo devido ao aumento da coercividade.

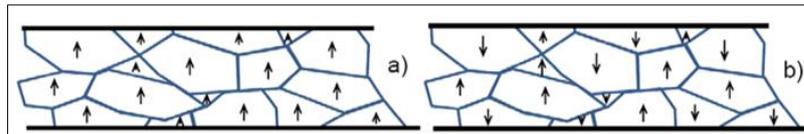
A **relaxação térmica**, por sua vez, provoca uma aproximação do estado de equilíbrio termodinâmico através de flutuações térmicas. Este fenômeno resulta em valores de coercividade inferiores. A viscosidade magnética é produto da relaxação térmica e este fenômeno será discutido nos capítulos seguintes. (RODEWALD; FERNENGEL, 1988b)

A precisão do fenômeno de histerese no conceito de histerese independente da taxa é garantida apenas à temperatura de 0 K, apesar disso os projetos de dispositivos que envolvem utilização de ímãs permanentes usualmente utilizam do conceito. Efeitos térmicos são considerados apenas através da obtenção da curva MxH em diferentes temperaturas. A viscosidade magnética é normalmente considerada tão pequena que a aproximação ao conceito de histerese independente da taxa pode ser seguramente aplicada. (HAAVISTO, 2013)

2.2.2.2 Magnetização Reversa

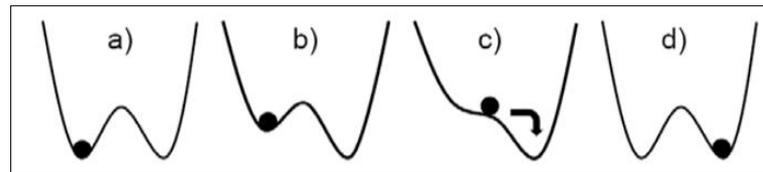
Quando o ímã está saturado, cada domínio pode ser considerado como um sistema bi-estável, onde existem dois possíveis estados de magnetização: para cima e para baixo. O perfil energético para cada domínio neste estado está demonstrado de acordo com Figura 9a. Nele, existem dois estados de mínima energia, correspondendo às duas direções de magnetização. A barreira de energia entre estes dois estados representa a dificuldade de que a direção de magnetização para este domínio se reverta espontaneamente. (HAAVISTO, 2013)

Figura 8 - Estrutura de domínios de um ímã permanente (a) saturado e (b) parcialmente desmagnetizado.



Fonte: Adaptado de (HAAVISTO, 2013)

Figura 9 - Perfis de energia de um sistema biestável.



Fonte: Adaptado de (HAAVISTO, 2013).

A medida em que o campo magnético externo é aumentado, o estado de energia mínimo do domínio tende a aumentar (Figura 9b). Este estado atual de energia mínima não mais corresponde ao mínimo do sistema tornando-se um sistema metaestável. Quando o domínio atinge a coercividade intrínseca, esse mínimo desaparece (Figura 9c) e um domínio reverso surge (Figura 9d).

Em um sistema em que coexistem diversos domínios, a coercividade intrínseca é diferente para cada um destes. Alguns deles atingem sua coercividade em um valor, enquanto outros atingem em valores diferentes. Sendo assim, resultam numa configuração vetorial semelhante a apresentada na Figura 8b, onde a reversão do sentido de magnetização ocorre em apenas alguns domínios. Sendo a resultante de magnetização proporcional a soma vetorial no interior de um ímã, a desmagnetização parcial nestes materiais não representa o valor de propriedades magnéticas otimizadas nos mesmos.

O processo de desmagnetização dos ímãs é representado também como uma função do tempo, onde estados metaestáveis transformam-se em estados estáveis através das variações de campo induzido (que tem relação com a presença de campos desmagnetizantes variáveis) e a ativação térmica. (FOLKS; STREET, 1994; STREET; BROWN, 2003). Quando os ímãs trabalham em regimes constantes de campo induzido, a evolução da desmagnetização é uma resposta causada apenas pela ativação térmica. Esse comportamento é referido como viscosidade magnética.

2.2.2.3 Viscosidade Magnética

A dependência temporal das propriedades magnéticas devido a viscosidade magnética é também conhecida como envelhecimento. Ainda na década de 40, as primeiras descrições do fenômeno de viscosidade magnética começaram a ser realizadas, como é o exemplo dos trabalhos de (STREET; WOOLLEY, 1949) e (STONER; WOHLFARTH, 1948).

A viscosidade magnética é entendida como um fenômeno estatístico de relaxação. Em condições constantes de campo induzido, o sistema magnético se aproxima do equilíbrio termodinâmico por meio de flutuações térmicas. A probabilidade de que picos energéticos excedam as barreiras de energia entre os dois estados de magnetização determina se há ocorrência da reversão do sentido de magnetização de cada domínio.

Em condições constantes de aplicação de campo, o avanço da magnetização é resultado da ativação térmica, através de processos irreversíveis. Na prática, essa queda dos valores de magnetização (M) de um ímã é obtida uma função do tempo (t) e do campo magnético (H) e pode ser descrita pela equação (3) abaixo (SKOMSKI; SKOMSKI; D, 2000):

$$J(t) = J(t_0) - S \ln\left(\frac{t}{t_0}\right) \quad (3)$$

Onde S é a constante fenomenológica da viscosidade magnética e t_0 é o tempo de referência.

(WOHLFARTH; P, 1984) define a constante de viscosidade magnética conforme equação (4):

$$S(H) = \frac{kT}{vK} f(H, t) J_s \quad (4)$$

Onde kT representa a dependência da temperatura (k é a constante de Boltzmann, T é a temperatura), vK (v é o volume de ativação, K é a constante de anisotropia) é relativo ao material e a microestrutura, e $f(H, t)J_s$ é uma função complexa, que descreve a natureza do processo de magnetização. Assim, as perdas no valor de magnetização ao longo do tempo dependem do campo magnético, da temperatura, do tipo de material e sua microestrutura e do processo de magnetização. (WOHLFARTH; P, 1984).

O coeficiente de viscosidade S de um determinado material apenas é uma constante quando este está sofrendo influência de campos desmagnetizantes e temperaturas constantes. Serão nestas condições que os experimentos desse trabalho serão realizados.

O modelo de Stoner e Wohlfarth utilizou de materiais com partículas anisotrópicas e monodomínio para sua formulação. Sabe-se que as diferenças microestruturais dos ímãs, decorrente do processo de fabricação, têm forte influência nos processos de magnetização e desmagnetização deste tipo de material. Nas próximas sessões deste trabalho são apresentados conceitos importantes de ímãs à base de Nd-Fe-B, em especial os compósitos, de forma a apontar aspectos da microestrutura e sua influência nas perdas de polarização.

2.3 ESTABILIDADE TÉRMICA DE ÍMÃS

O fenômeno de desmagnetização parcial nos ímãs associado a estabilidade térmica pode ter diferentes características, sendo dividido em três tipologias. Estes fenômenos usualmente ocorrem de forma concomitante e denominam-se perdas:

- Reversíveis;
- Irreversíveis;
- Permanentes.

As perdas reversíveis são aquelas que, uma vez o ímã retornando a temperatura ambiente, são totalmente recuperadas sem necessidade de novo processo de magnetização. São mensuradas através dos coeficientes α e β . Os coeficientes α e β expressam a variação percentual da remanência (B_r) e da coercividade intrínseca (H_{cJ}), respectivamente, em função da variação de temperatura. (TROUT, 2001a). Algumas propriedades relacionadas a estabilidade térmica de diferentes materiais magnéticos estão resumidas na Tabela 1.

Tabela 1 - Propriedades referentes a estabilidade térmica de ímãs fabricados a partir de diferentes materiais.

	Ferrite	Alnico	SmCo		NdFeB	
			1:5	2:17	Compósito	Sinterizado
α (%/°C)	-0,18	-0,02	-0,045	-0,035	-0,105	-0,12
β (%/°C)	+0,4	-0,015	-0,3	-0,3	-0,4	-0,6
T_c (°C)	460	890	727	825	360	310

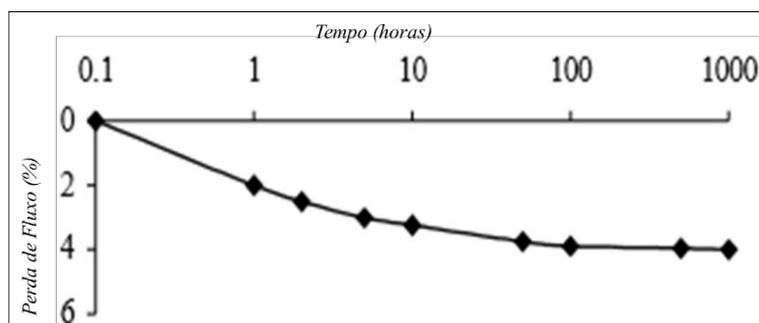
Fonte: Adaptado de (TROUT, 2001b)

Na prática, isso significa que as propriedades magnéticas dos ímãs de Nd-Fe-B que atuam em temperaturas elevadas tem suas propriedades menores do que a temperatura ambiente. O conhecimento dos coeficientes de temperatura e o entendimento dos cálculos envolvidos nos projetos dos dispositivos são essenciais para garantir o funcionamento adequado destes componentes.

Além disso, existem ainda as perdas irreversíveis. Estas correspondem a uma parcela da perda de polarização magnética dos ímãs que não é recuperada com o simples resfriamento do ímã a sua temperatura original. A recuperação destas propriedades só é possível através de novo processo de magnetização. Apesar de estas perdas serem recuperáveis através da remagnetização do componente, elas devem ser minimizadas, uma vez que este procedimento é normalmente inviável durante a vida útil destes equipamentos. Estas perdas ocorrem devido a exposição do ímã a temperaturas elevadas por longos períodos e estão atreladas ao surgimento de domínios reversos associados a agitação e relaxamento térmico. (Trout, 2001).

O decaimento das propriedades magnéticas usualmente ocorre de forma logarítmica em função do tempo, de modo que as perdas são mais evidentes em temperaturas elevadas e em tempos prolongados, conforme apresentado em exemplo genérico na Figura 10. Ciclos de envelhecimento são realizados de modo a identificar as perdas relativas de fluxo e polarização magnética dos ímãs ao longo do tempo. A equação (3) descreve este processo de desmagnetização.

Figura 10 - Curva genérica da perda de fluxo em função do tempo. Fonte: (TROUT, 2001a)



Fonte: (Trout, 2001a)

Por fim, a remagnetização de ímãs submetidos a estes ciclos nem sempre permite a recuperação integral de valores originais das propriedades magnéticas. O último fenômeno de perdas ocorridas devido a estabilidade térmica do ímã é chamado de perdas permanentes e está

atrelado a perdas estruturais do material, normalmente devido a degradação e oxidação da microestrutura. Para projetos de componentes que utilizem ímãs, a perda de fluxo que normalmente é significativa envolve a soma das perdas irreversíveis e permanentes.

Durante o envelhecimento magnético dos ímãs permanentes é comum observar alterações nas propriedades magnéticas dos ímãs, conforme demonstrado nos parágrafos anteriores. As alterações mais comuns são a queda nos valores de remanência (promovendo perda de polarização magnética gerado pelo ímã), a queda na coercividade e a mudança na quadratura da curva de desmagnetização do material. Tais alterações são frutos da soma das perdas reversíveis, irreversíveis e permanentes que ocorrem simultaneamente durante o processo de envelhecimento. (TROUT, 2001a).

As perdas irreversíveis são um grande impasse no desenvolvimento de tecnologias que utilizem ímãs em temperaturas elevadas. A temperatura a qual o ímã é submetido pode fornecer a energia de ativação necessária para a desmagnetização parcial, ocasionando a diminuição da magnetização total do ímã. O resfriamento deste a temperatura ambiente não fará com que os domínios retornem a suas posições originais, uma vez que não existe geração de energia suficiente associado ao resfriamento.

2.3.1 Trabalhos realizados envolvendo a temática de estabilidade térmica de ímãs

A produção de materiais pelo método de solidificação rápida permite a obtenção de microestruturas mais refinadas. Os desenvolvimentos atuais estão pautados na obtenção de materiais com elevados valores de remanência, custos reduzidos e proteção de ambientes oxidantes e uma série de trabalhos vem sendo realizados com o intuito de aprimorar a estabilidade térmica e minimizar as perdas irreversíveis em ímãs de Nd-Fe-B.

Algumas das técnicas mais estudadas são baseadas no aumento da coercividade do ímã a partir da adição de elementos na produção da liga. (ORMEROD, 2000; PANCHANATHAN, 1995)

Clegg et al. e Mildrum et al. provaram em trabalhos que a temperatura, o coeficiente de permeância e a coercividade dos ímãs sinterizados afetam diretamente nas propriedades magnéticas e que essas dependem ainda do tempo de exposição dos ímãs frente a estas condições de operação. A desmagnetização dos ímãs em condições constantes de campo e temperatura ocorre devido ao efeito térmico de viscosidade magnética. Haavisto publicou uma

série de trabalhos utilizando deste fenômeno para prever o comportamento de ímãs sinterizados de Nd-Fe-B na escala de horas e anos.

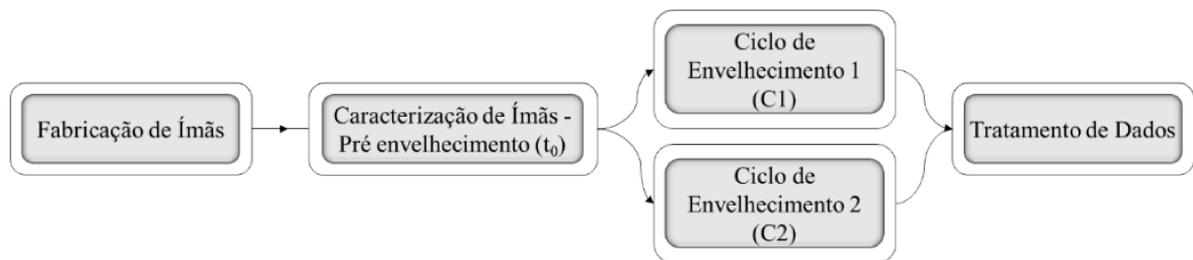
Sabe-se, portanto, que devido aos diferentes mecanismos de coercividade dos ímãs, os ímãs sinterizado e compósito tem níveis distintos de perdas irreversíveis. Kato investigou em seu trabalho a temperatura que resultaria perdas irreversíveis no nível de 3% para diferentes ímãs comerciais de Nd-Fe-B por meio de ciclos térmicos. Para ímãs compósitos essa temperatura seria de 80 °C, enquanto para os sinterizados na faixa de 120 – 180 °C.

Em termos de ímãs compósitos, uma série de trabalhos debate sobre ciclos de envelhecimento e fatores de influência na estabilidade térmica dos ímãs. O foco deste trabalho é avaliar a redução do valor de polarização magnética que ocorre em ímãs compósitos de diferentes composições quando este encontra-se em temperaturas diferentes de aplicação por tempos prolongados e, matematicamente extrapolar o valor destas perdas para tempos variados de modo a estudar métodos que possam garantir o funcionamento adequado dos sistemas dependentes de ímãs compósitos ao longo de toda a vida útil do material.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Este capítulo contém a descrição dos materiais e procedimentos utilizados na execução deste trabalho. As principais etapas do trabalho estão indicadas no fluxograma da Figura 11 e serão descritas com mais detalhes nas seções seguintes. A primeira etapa consiste na fabricação dos ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B utilizados neste desenvolvimento. Em seguida estes ímãs tiveram suas propriedades magnéticas caracterizadas antes do início dos ciclos de envelhecimento. Esta caracterização inicial dos ímãs ocorreu no momento 0 do ciclo de envelhecimento (t_0). Em seguida, as amostras foram submetidas a dois ciclos de envelhecimento térmicos com temperaturas distintas, tendo os dados de polarização magnética dos ímãs caracterizados em diversos momentos no decorrer dos ciclos. Por fim, a última etapa consistiu no tratamento matemático dos dados obtidos, de forma a se obter as conclusões necessárias para este desenvolvimento.

Figura 11 - Fluxograma geral da metodologia adotada para desenvolvimento do trabalho.



3.1 MATÉRIA-PRIMA

Para este trabalho, foram utilizadas três matérias primas isotrópicas de diferentes classes. Estas foram fabricadas pela Neo Magnequench pelo processo de solidificação rápida. Sendo estes materiais utilizados para a fabricação de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B pelo processo de compressão, optou-se pela obtenção de particulado já encapsulado pela resina epóxi, nas proporções exatas para processamento (1,5% em massa).

Foram utilizadas três classes de matéria-prima para fabricação dos ímãs, com variações em suas composições químicas (Tabela 2), de forma a estudar o efeito destas diferentes propostas no envelhecimento das propriedades magnéticas. Estas são dominadas da seguinte forma neste trabalho:

- MP1: classe MQP-B+;
- MP2: classe MQP-C com tecnologia anti-envelhecimento;
- MP3: classe MQP-15-12 com tecnologia anti-envelhecimento.

As propriedades magnéticas e físicas destas matérias-primas estão expostas na Tabela 3 e as imagens do particulado obtidas por microscópio eletrônico de varredura (MEV), na Figura 12.

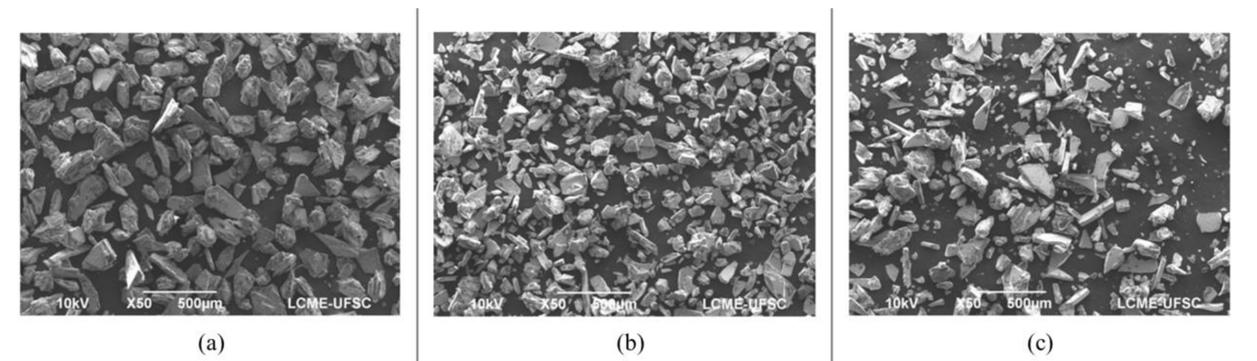
Tabela 2 - Composição química (em massa) das matérias-primas utilizadas no trabalho.

Elemento Matéria-Prima	Composição mássica dos elementos na liga (%)					
	Nd	Pr	B	Co	Nb	Fe
MP1	25,8	0,1	1,0	1,8	-	71,3
MP2	28,5	-	1,0	15,4	-	55,1
MP3	26,0	-	1,0	-	1,9	71,1

Tabela 3 - Propriedades magnéticas e físicas típicas de ímãs fabricados com matérias primas utilizadas no trabalho.

Propriedade	MP1	MP2	MP3
Br (T)	0,70	0,62	0,66
H_{cJ} (kA/m)	741	1277	976
BH_{máx} (kJ/m³)	79	66	76
α (%/°C)	-0,11	-0,07	-0,14
β (%/°C)	-0,35	-0,40	-0,36
T_c (° C)	330	470	300

Figura 12 - Imagem obtida por MEV do particulado da liga de Nd-Fe-B revestida com resina epóxi da matéria-prima (a) MP1, (b) MP2 e (c) MP3.



3.2 FABRICAÇÃO DE ÍMÃS

A fabricação dos ímãs compostos deste trabalho consiste em três etapas: a etapa de compactação, a etapa de cura e a etapa de magnetização (Figura 13). A compactação foi realizada de forma uniaxial, utilizando a pressão de 590 MPa. Logo após a consolidação destes materiais, estes passaram por um processo de cura ativado termicamente, cuja temperatura foi de 175 °C por 45 minutos. Por fim, as amostras foram magnetizadas em campo pulsado de 4 T no magnetizador GlobalMag CP2000. A partir deste processo foram obtidos 5 ímãs compostos de cada classe de matéria-prima (MP1, MP2 e MP3), totalizando 15 amostras cilíndricas com diâmetro aproximado de 9,30 mm e altura de 8,00 mm (Figura 14).

Figura 13 - Fluxograma da etapa de fabricação de ímãs.

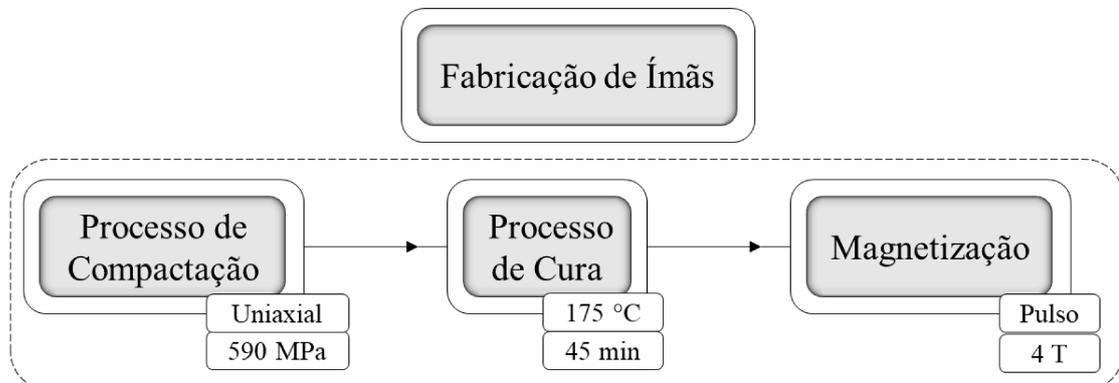


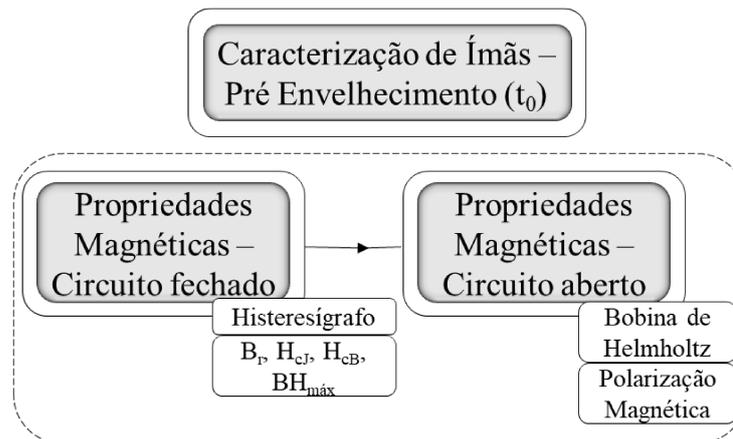
Figura 14 - Amostra utilizada no trabalho.



3.3 CARACTERIZAÇÕES DE ÍMÃS – PRÉ ENVELHECIMENTO

Antes de submeter os ímãs aos ciclos de envelhecimento, as características magnéticas (em circuito fechado e aberto) foram apuradas, conforme esquematizado na Figura 15. As propriedades magnéticas em circuito fechado foram obtidas através da curva de histerese magnética, utilizando o histeresígrafo Brockhaus modelo EM1180. Já a polarização magnética foi caracterizada fazendo uso de uma Bobina de Helmholtz Brockhaus 150.

Figura 15 - Fluxograma da etapa de caracterização inicial de ímãs (pré envelhecimento).



3.4 CICLOS DE ENVELHECIMENTO TÉRMICO

A etapa de ciclos de envelhecimento consiste em dois ciclos com duração de 1000 horas cada, em temperaturas distintas (95 °C e 150 °C) e serão chamados de C1 e C2 respectivamente.

Estes ciclos foram realizados em forno tubular, à atmosfera ambiente, e interrompidos nos seguintes tempos de envelhecimento (em horas): 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 e 1000 horas para caracterização da polarização magnética em Bobina de Helmholtz, de forma a compor curvas que relacionam a polarização magnética com o tempo de exposição do ímã à temperatura de envelhecimento.

Figura 16 - Diagrama dos ciclos de envelhecimento térmico, indicando interrupções para tomada de dados.



3.5 CARACTERIZAÇÃO DA POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA DURANTE O CICLO DE ENVELHECIMENTO

Nas interrupções indicadas na Figura 16, as amostras tiveram os valores de polarização magnética em circuito aberto (J_A) computadas de modo a avaliar seus comportamentos em ciclos de envelhecimento térmico.

Por se tratar de um ensaio destrutivo, as propriedades magnéticas em circuito fechado obtidas através de um histeresígrafo foram obtidas apenas no momento inicial. A leitura de J_A na Bobina de Helmholtz, por ser um ensaio não destrutivo, foi realizada nas interrupções de 50, 100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900 e 1000 horas (indicadas pelos retângulos acinzentados na Figura 16). Este equipamento permite a medição de uma mesma amostra repetidas vezes, sem etapas intermediárias de magnetização que seriam necessárias caso fosse realizado no histeresígrafo. Assim, realiza-se a obtenção dos dados de J_A de forma contínua, sem alterações de valores de magnetização que seriam induzidas por uma nova etapa de magnetização.

3.6 CÁLCULOS

3.6.1 Regressão Linear Simples

Os dados amostrais de polarização magnética obtidos durante os ciclos de envelhecimento foram correlacionados com a variável temporal através da equação 3 por meio do método estatístico de regressão linear simples, que analisa se a relação entre variáveis genéricas x e y é a de uma reta (equação (5)), onde β_0 representa o coeficiente linear da reta e β_1 , o coeficiente angular.

O objetivo é observar o grau de correlação entre as variáveis polarização magnética (J_A) e o logaritmo natural do tempo de envelhecimento ($\ln t/t_0$), gerando uma equação linear estimada (equação (6)) que descreva o relacionamento entre elas em termos matemáticos de forma a ajustar uma reta que minimize a soma dos quadrados dos desvios, analisando os parâmetros estatísticos gerados e extrapolando este comportamento para diferentes tempos.

Na equação (6), \hat{y} representa o valor estimado de polarização magnética, b_0 é a estimativa populacional do parâmetro β_0 , b_1 é a estimativa populacional do parâmetro β_1 e x , os valores de $\ln(t/t_0)$, sendo t_0 equivalente a 50 horas.

$$y = \beta_0 - \beta_1 * x \quad (5)$$

$$\hat{y} = b_0 - b_1 * x \quad (6)$$

Para verificação da validade estatística desta regressão, assume-se como hipótese nula (H_0) que b_0 e b_1 são iguais a 0. Já a hipótese alternativa (H_1) assegura que a variável independente influenciará a variável dependente Y dado um grau de significância α , portanto, b_0 e b_1 são diferentes de zero.

A observação da estatística F permite verificar se os valores de x justificam a variação de y . Já o valor- P é o maior valor de nível de significância para o qual o teste é significativo (maior valor de nível de significância que rejeita a hipótese H_0). (LAPPONI, 2005)

O intervalo de confiança de uma projeção média \hat{y} para um determinado x é obtido com a equação (7), já o intervalo de confiança de uma projeção individual de \hat{y} para um dado x é obtido com a equação (8):

$$\hat{y} \pm t_c * S_e * \sqrt{h_i} \quad (7)$$

$$\hat{y} \pm t_c * S_e * \sqrt{1 + h_i} \quad (8)$$

Onde t_c é definido a partir do grau de liberdade igual ao tamanho da amostra menos dois e nível de significância α de 0,05. S_e é o erro padrão da estimativa e h_i é definido pela equação (9):

$$h_i = \frac{1}{n} + \frac{(x_i - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2} \quad (9)$$

3.6.2 Projeção da Polarização Magnética

Após a obtenção das equações de regressão linear e intervalos de confiança, se torna possível a extrapolação dos valores de polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento dos ímãs. Neste trabalho, estas projeções foram realizadas para os tempos de 1 ano (8760 horas), 3 anos (26280 horas), 5 anos (43800 horas) e 10 anos (87600 horas).

3.7 DETERMINAÇÃO DAS PERDAS PERMANENTES E IRREVERSÍVEIS

Ao fim do ciclo de envelhecimento, a redução observada da polarização magnética do material é resultado não apenas de perdas irreversíveis (decorrentes da desmagnetização parcial dos domínios magnéticos), mas também de perdas originárias de reações estruturais nas amostras, como degradação e oxidação das fases presentes no material. Estas perdas são nomeadas de perdas permanentes e não são recuperadas com uma nova magnetização.

Para identificar a proporção destas perdas nos ciclos realizados, os ímãs submetidos ao ciclo de envelhecimento são remagnetizados e tem seus valores de polarização magnética apurados na bobina de Helmholtz.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

O presente capítulo trata dos resultados e discussões, de forma a contemplar as etapas do trabalho conforme apresentado na sessão de materiais e métodos. A primeira abordagem está relacionada à investigação das propriedades magnéticas dos ímãs após a fabricação. Em seguida, serão discutidos os resultados da polarização magnética dos ímãs após os ciclos de envelhecimento, bem como os cálculos e extrapolações dos testes realizados. Por fim, será discutido acerca da caracterização da tipologia das perdas decorrente destes ciclos.

4.1 CARACTERIZAÇÕES DE ÍMÃS – PRÉ ENVELHECIMENTO

As propriedades magnéticas obtidas através do histeresígrafo (B_r , H_{cJ} , H_{cB} e $BH_{máx}$) e da bobina de Helmholtz (J_A) das amostras testadas neste trabalho estão expostas a seguir. Sendo apontadas as médias e desvios padrões destas propriedades para as amostras virgens utilizadas posteriormente no ciclo de envelhecimento C1 e C2 nas Tabela 4 e Tabela 5, respectivamente.

Tabela 4 - Valores médios e respectivos desvios das propriedades magnéticas B_r , H_{cJ} , H_{cB} , $BH_{máx}$ e J_A das amostras virgens, posteriormente utilizadas no ciclo de envelhecimento C1.

	Matéria- Prima	B_r (T)	H_{cJ} (kA/m)	H_{cB} (kA/m)	$BH_{máx}$ (kJ/m ³)	J_A (T)
Valor médio	MP1	0,661	730,72	417,98	68,7	0,611
	MP2	0,587	1263,24	388,20	56,0	0,540
	MP3	0,646	959,16	438,82	70,4	0,603
Desvio Padrão	MP1	0,004	3,22	0,61	0,2	0,001
	MP2	0,002	13,92	0,84	0,3	0,001
	MP3	0,002	2,04	2,11	0,7	0,001

Tabela 5 - Valores médios e respectivos desvios das propriedades magnéticas B_r , H_{cJ} , H_{cB} , $BH_{máx}$ e J_A das amostras virgens, posteriormente utilizadas no ciclo de envelhecimento C2.

	Matéria- Prima	B_r (T)	H_{cJ} (kA/m)	H_{cB} (kA/m)	$BH_{máx}$ (kJ/m ³)	J_A (T)
Valor médio	MP1	0,662	737,63	424,63	69,7	0,604
	MP2	0,584	1270,23	392,90	56,3	0,527
	MP3	0,636	948,46	435,61	68,6	0,591
Desvio Padrão	MP1	0,004	2,22	1,68	0,6	0,003
	MP2	0,003	1,09	0,39	0,1	0,006
	MP3	0,003	2,13	1,47	0,5	0,005

Os valores de coercividade intrínseca observados nas três matérias-primas possuem valores ligeiramente distintos entre si. O excesso de Neodímio (Nd), observado em maior quantidade na MP2 (28,5% em massa) é um fator de elevação da coercividade do material, devido a maior presença da fase rica em Nd ao redor dos contornos de grão da liga, local onde domínios reversos nucleiam em demasia. (ZHOU *et al.*, 2018) Já na MP3, observa-se a adição de 1,9% em massa de Nióbio (Nb). Este elemento, por possuir baixa solubilidade com o Ferro, precipita-se no contorno de grão formando boretos e outros compostos ternários, auxiliando no mecanismo de ancoramento das paredes de domínio e redução do tamanho de grão durante solidificação da liga.

Por outro lado, a diminuição da fração volumétrica de fase magnética dura nos ímãs resulta em decréscimo nos valores de remanência (B_r). (FIDLER; SCHREFL, 1996) Por esse motivo os valores de B_r , e conseqüentemente de J_A , são inferiores nestas duas matérias primas.

4.2 CICLOS DE ENVELHECIMENTO TÉRMICO

Os valores de polarização magnética em ambos os ciclos de envelhecimento obtidos a partir da utilização da bobina de Helmholtz são apresentados na Figura 17. A redução observada nos valores dessas propriedades ao final do ciclo de envelhecimento de 1000 horas está demonstrada através da Tabela 6.

Figura 17 - Valores de polarização magnética ao longo do ciclo de envelhecimento (a) C1 (95 °C) e (b) C2 (150 °C)

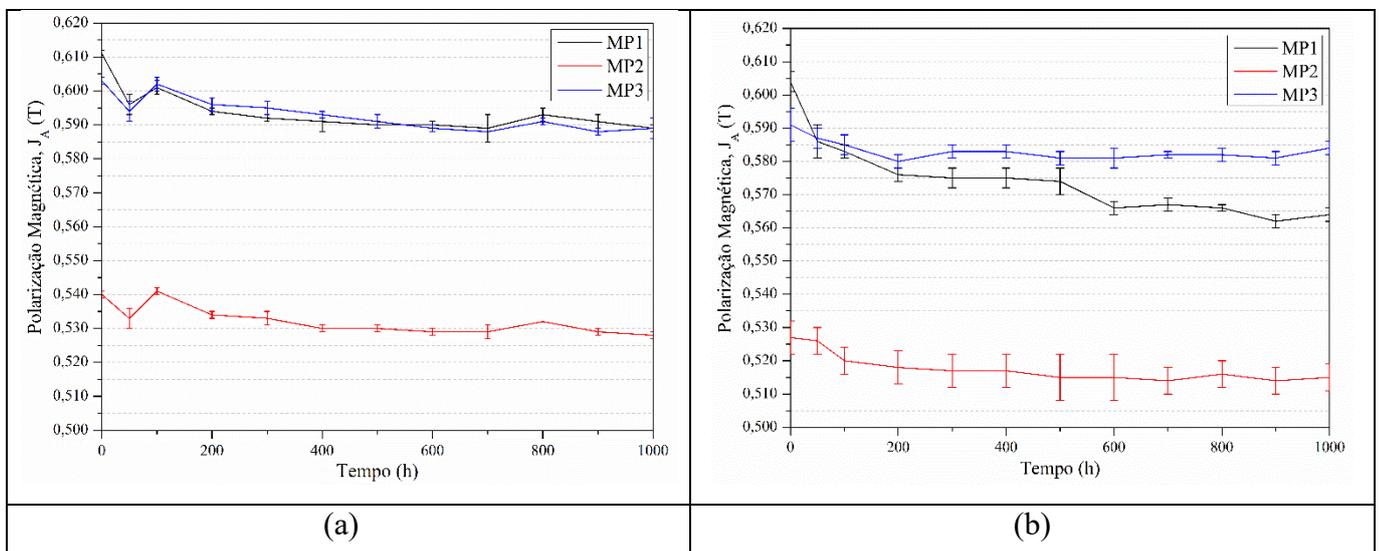


Tabela 6 - Redução da polarização magnética observada ao final das 1000h horas de envelhecimento.

	C1 (95 °C)	C2 (150 °C)
MP1	3,6%	6,6%
MP2	2,2%	2,7%
MP3	2,3%	1,2%

Através das curvas apresentadas na Figura 17 é possível perceber em ambos os ciclos de envelhecimento apresentam quedas constantes nos valores de polarização magnética ao decorrer do tempo de envelhecimento. A partir da análise das curvas de envelhecimento, nota-se que a redução da polarização nas primeiras 50 horas de envelhecimento, principalmente para o grupo de amostras MP1, é relevante frente a redução total das perdas observadas ao decorrer dos ciclos de envelhecimento.

Além disso, mediante observação da Tabela 6 verifica-se que, após expostos durante 1000 horas de envelhecimento, os ímãs compósitos apresentaram como tendência maior redução de J_A no ciclo C2, cuja temperatura de envelhecimento foi superior (150 °C). Em temperaturas mais elevadas, a queda da coercividade é mais pronunciada devido às perdas reversíveis que ocorrem em maior quantidade, o que facilita a propagação dos domínios nucleados pelo interior do ímã nestas temperaturas.

Ainda, a menor redução do valor de polarização magnética aconteceu nos ímãs fabricados a partir das MP2 e MP3. Os ímãs compósitos fabricados a partir da matéria-prima MP2 também tiveram pouca redução nos valores de J_A . Esse desempenho positivo pode ser efeito de um conjunto de circunstâncias. Primeiramente, o uso da tecnologia anti-envelhecimento, cuja passivação da superfície das partículas reduz a exposição do material à atmosfera oxidante. Em segundo, o excesso de Nd utilizado, que forma fase rica em Nd e que minimiza a nucleação de domínios. E por fim, a adição de 15,4% em massa do elemento Cobalto (Co), que substitui o Ferro (Fe) na fase $Nd_2Fe_{14}B$ e eleva a temperatura de Curie (T_c) a 470 °C. O coeficiente α de um material está inversamente relacionado à temperatura de Curie (T_c) deste. Quanto maior o valor de T_c , menor os valores de α . (TROUT, 2001a)

Além de fazer uso do processo tecnológico anti-envelhecimento, que consiste na passivação das partículas, os ímãs fabricados com a liga MP3 contaram com a adição de 1,9% em massa de Nb em sua composição. Dessa forma, espera-se que o efeito do tamanho de grão

diminuto aliado aos precipitados nos contornos do grão atue na minimização da propagação de domínios reversos através da maximização de sítios de ancoramento das paredes de domínio.(FIDLER; SCHREFL, 1996)

4.3 REGRESSÃO LINEAR

Para realização dos cálculos necessários para a regressão linear, relacionou-se a equação geral da reta (denominadas nesse trabalho de equação (7)) com a equação fenomenológica de envelhecimento térmico em ímãs (equação (3)). Deste modo, define-se como variável independente o logaritmo natural da razão entre o tempo de envelhecimento (t) e o tempo inicial de envelhecimento (t_0) $-\ln t/t_0$. Já a variável dependente é definida como a polarização magnética (J_A). A partir desta relação, são obtidos os coeficientes lineares (b_0) e angulares (b_1) da estimativa de reta que descreve o comportamento neste ciclo, calculados os intervalos de confiança e analisadas as informações estatísticas relevantes neste processo. Para tal, assume-se o nível de confiança de 95% (nível de significância α de 0,05), t_0 é igual a 50 horas e as seguintes hipóteses são testadas:

- $H_0: b_0, b_1 = 0$
- $H_1: b_0, b_1 \neq 0$

4.3.1 Regressões lineares - Ciclo 1 (95 °C)

4.3.1.1 Regressão linear Ciclo 1 - MP1

A regressão linear simples realizada na matéria prima MP1 no ciclo de envelhecimento 1 (C1) apresentou como resultado as estimativas descritas a seguir. Na Tabela 7 são descritos os coeficientes linear (b_0) e angular (b_1), bem como erro padrão, valor-p e intervalos de confiança associados ao comportamento da polarização magnética (J_A) no ciclo de envelhecimento.

O valor-p, para ambos os coeficientes, resultou em valores muito inferiores ao nível de significância (0,05). Assim, rejeita-se a hipótese H_0 e aceita-se a hipótese H_1 , indicando que com 95% de confiança a variável $\ln t/t_0$ tem influência sobre J_A dentro dos intervalos de confiança indicados na Tabela 7.

A partir destes dados é formulada (equação (10)) uma equação que descreve o comportamento da polarização magnética desta matéria prima para o ciclo em questão.

Tabela 7 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C1 realizado na matéria prima MP1.

			Intervalo de confiança (95%)		
	Coeficiente	Erro padrão	Valor-p	Inferior	Superior
b₀	0,599	0,001	$2,56 \cdot 10^{-103}$	0,597	0,601
b₁	-0,003	0,000	$1,13 \cdot 10^{-8}$	-0,004	-0,002

$$J_A = 0,599 - 0,003 * \ln \frac{t}{t_0} \quad (10)$$

Para validar a significância do modelo de regressão a estatística F de significação deve ser menor do que o nível de significância. Assim, considerando o valor obtido (Tabela 8), é possível afirmar com 95% de confiança que a regressão expressada pela equação (10) é significativa.

Tabela 8 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C1 realizado na MP1.

F de Significação
$1,12 \cdot 10^{-8}$

A Figura 18 representa o comportamento das variáveis avaliadas de forma resumida, apresentando a polarização estimada pela regressão e intervalos de confiança da média e individual calculados com base nos dados obtidos.

4.3.1.2 Regressão linear Ciclo 1 - MP2

A regressão linear simples realizada na matéria prima MP2 no ciclo de envelhecimento 1 (C1) apresentou como resultado as estimativas descritas a seguir. Na Tabela 9 são descritos os coeficientes linear (b_0) e angular (b_1), bem como erro padrão, valor-p e intervalos de confiança associados ao comportamento da polarização magnética (J_A) no ciclo de envelhecimento.

O valor-p, para ambos os coeficientes, resultou em valores muito inferiores ao nível de significância (0,05). Assim, rejeita-se a hipótese H_0 e aceita-se a hipótese H_1 , indicando que

com 95% de confiança a variável $\ln t/t_0$ tem influência sobre J_A dentro dos intervalos de confiança indicados na Tabela 9.

Figura 18 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C1, MP1.

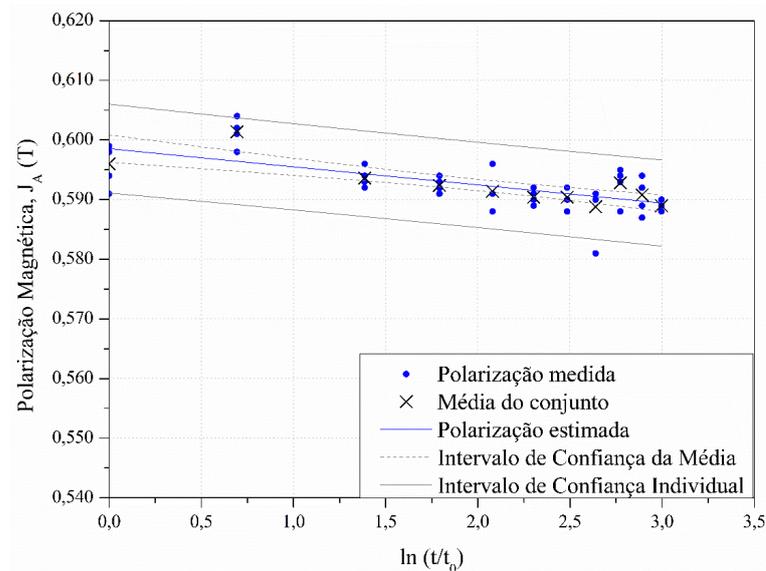


Tabela 9 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C1 realizado na matéria prima MP2.

				Intervalo de confiança (95%)	
	Coefficiente	Erro padrão	Valor-p	Inferior	Superior
b₀	0,537	0,001	$3,24 \cdot 10^{-102}$	0,536	0,539
b₁	-0,003	0,000	$1,38 \cdot 10^{-8}$	-0,004	-0,002

A partir destes dados é formulada (equação (11)) uma equação que descreve o comportamento da polarização magnética desta matéria prima para o ciclo em questão.

$$J_A = 0,537 - 0,003 * \ln \frac{t}{t_0} \quad (11)$$

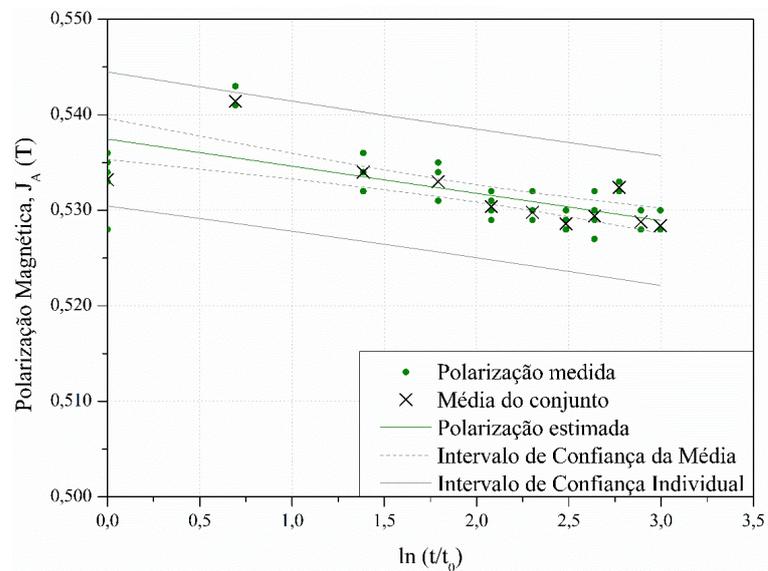
Para validar a significância do modelo de regressão a estatística F de significação deve ser menor do que o nível de significância. Assim, considerando o valor obtido (Tabela 10), é possível afirmar com 95% de confiança que a regressão expressada pela equação (11) é significativa.

Tabela 10 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C1 realizado na MP2.

F de Significação
$1,38 \cdot 10^{-8}$

A Figura 19 representa o comportamento das variáveis avaliadas de forma resumida, apresentando a polarização estimada pela regressão e intervalos de confiança da média e individual calculados com base nos dados obtidos.

Figura 19 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C1, MP2.



4.3.1.3 Regressão linear Ciclo 1 - MP3

A regressão linear simples realizada na matéria prima MP3 no ciclo de envelhecimento 1 (C1) apresentou como resultado as estimativas descritas a seguir. Na Tabela 11 são descritos os coeficientes linear (b_0) e angular (b_1), bem como erro padrão, valor-p e intervalos de confiança associados ao comportamento da polarização magnética (J_A) no ciclo de envelhecimento.

O valor-p, para ambos os coeficientes, resultou em valores muito inferiores ao nível de significância (0,05). Assim, rejeita-se a hipótese H_0 e aceita-se a hipótese H_1 , indicando que

com 95% de confiança a variável $\ln t/t_0$ tem influência sobre J_A dentro dos intervalos de confiança indicados na Tabela 11.

Tabela 11 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C1 realizado na matéria prima MP3.

				Intervalo de confiança (95%)	
	Coeficiente	Erro padrão	Valor-p	Inferior	Superior
b₀	0,599	0,001	$1,10 \cdot 10^{-102}$	0,597	0,601
b₁	-0,003	0,000	$1,25 \cdot 10^{-9}$	-0,004	-0,002

A partir destes dados é formulada (equação (12)) uma equação que descreve o comportamento da polarização magnética desta matéria prima para o ciclo em questão.

$$J_A = 0,599 - 0,003 * \ln \frac{t}{t_0} \quad (12)$$

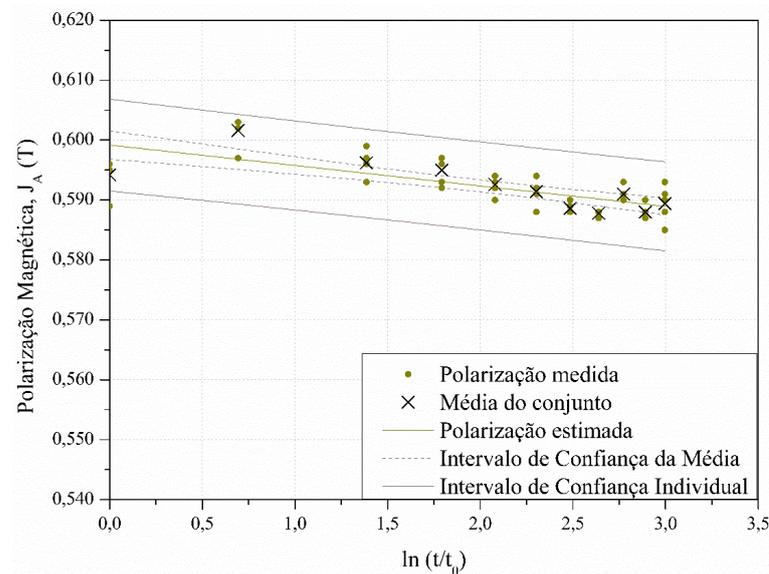
Para validar a significância do modelo de regressão a estatística F de significação deve ser menor do que o nível de significância. Assim, considerando o valor obtido (Tabela 12), é possível afirmar com 95% de confiança que a regressão expressada pela equação (12) é significativa.

Tabela 12 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C1 realizado na MP3.

F de Significação
$1,25 \cdot 10^{-9}$

A Figura 20 representa o comportamento das variáveis avaliadas de forma resumida, apresentando a polarização estimada pela regressão e intervalos de confiança da média e individual calculados com base nos dados obtidos.

Figura 20 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C1, MP3.



4.3.2 Regressões lineares - Ciclo 2 (150 °C)

4.3.2.1 Regressão linear Ciclo 2 - MP1

A regressão linear simples realizada na matéria prima MP1 no ciclo de envelhecimento 2 (C2) apresentou como resultado as estimativas descritas a seguir. Na Tabela 13 são descritos os coeficientes linear (b_0) e angular (b_1), bem como erro padrão, valor-p e intervalos de confiança associados ao comportamento da polarização magnética (J_A) no ciclo de envelhecimento.

O valor-p, para ambos os coeficientes, resultou em valores muito inferiores ao nível de significância (0,05). Assim, rejeita-se a hipótese H_0 e aceita-se a hipótese H_1 , indicando que com 95% de confiança a variável $\ln t/t_0$ tem influência sobre J_A dentro dos intervalos de confiança indicados na Tabela 13.

A partir destes dados é formulada (equação (13)) uma equação que descreve o comportamento da polarização magnética desta matéria prima para o ciclo em questão.

Tabela 13 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C2 realizado na matéria prima MP1.

			Intervalo de confiança (95%)		
	Coefficiente	Erro padrão	Valor-p	Inferior	Superior
b₀	0,587	0,001	$2,13 \cdot 10^{-99}$	0,585	0,690
b₁	-0,008	0,001	$1,92 \cdot 10^{-20}$	-0,009	-0,007

$$J_A = 0,587 - 0,008 * \ln \frac{t}{t_0} \quad (13)$$

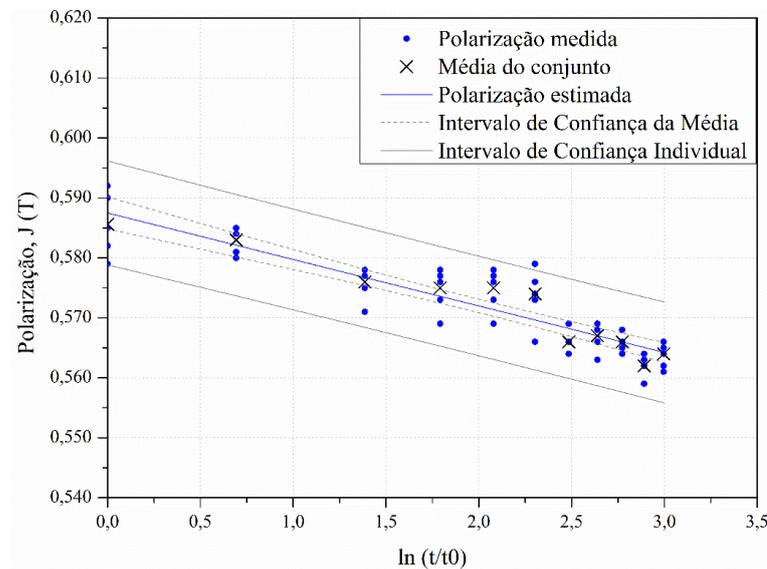
Para validar a significância do modelo de regressão a estatística F de significação deve ser menor do que o nível de significância. Assim, considerando o valor obtido (Tabela 14), é possível afirmar com 95% de confiança que a regressão expressada pela equação (13) é significativa.

Tabela 14 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C2 realizado na MP1.

F de Significação
$1,92 \cdot 10^{-20}$

A Figura 18 representa o comportamento das variáveis avaliadas de forma resumida, apresentando a polarização estimada pela regressão e intervalos de confiança da média e individual calculados com base nos dados obtidos.

Figura 21 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C2, MP1.



4.3.2.2 Regressão linear Ciclo 2 - MP2

A regressão linear simples realizada na matéria prima MP2 no ciclo de envelhecimento 2 (C2) apresentou como resultado as estimativas descritas a seguir. Na Tabela 15 são descritos os coeficientes linear (b_0) e angular (b_1), bem como erro padrão, valor-p e intervalos de confiança associados ao comportamento da polarização magnética (J_A) no ciclo de envelhecimento.

O valor-p, para ambos os coeficientes, resultou em valores muito inferiores ao nível de significância (0,05). Assim, rejeita-se a hipótese H_0 e aceita-se a hipótese H_1 , indicando que com 95% de confiança a variável $\ln t/t_0$ tem influência sobre J_A dentro dos intervalos de confiança indicados na Tabela 15.

Tabela 15 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C2 realizado na matéria prima MP2.

				Intervalo de confiança (95%)	
	Coeficiente	Erro padrão	Valor-p	Inferior	Superior
b_0	0,524	0,002	$6,66.10^{-88}$	0,520	0,527
b_1	-0,003	0,001	$7,82.10^{-5}$	-0,005	-0,002

A partir destes dados é formulada (equação (14)) uma equação que descreve o comportamento da polarização magnética desta matéria prima para o ciclo em questão.

$$J_A = 0,524 - 0,003 * \ln \frac{t}{t_0} \quad (14)$$

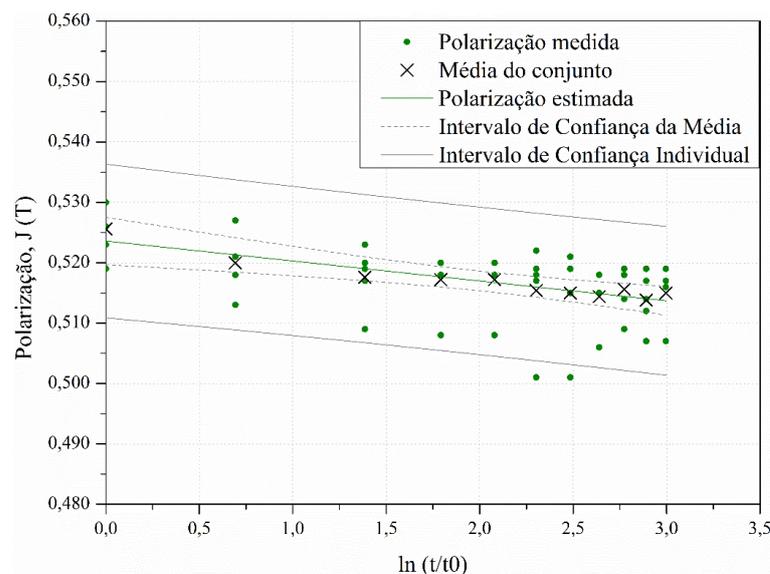
Para validar a significância do modelo de regressão a estatística F de significação deve ser menor do que o nível de significância. Assim, considerando o valor obtido (Tabela 16), é possível afirmar com 95% de confiança que a regressão expressada pela equação (14) é significativa.

Tabela 16 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C1 realizado na MP2.

F de Significação
$7,82 \cdot 10^{-5}$

A Figura 22 representa o comportamento das variáveis avaliadas de forma resumida, apresentando a polarização estimada pela regressão e intervalos de confiança da média e individual calculados com base nos dados obtidos.

Figura 22 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C2, MP2.



4.3.2.3 Regressão linear Cico 2 - MP3

A regressão linear simples realizada na matéria prima MP3 no ciclo de envelhecimento 2 (C2) apresentou como resultado as estimativas descritas a seguir. Na Tabela 17 são descritos os coeficientes linear (b_0) e angular (b_1), bem como erro padrão, valor-p e intervalos de confiança associados ao comportamento da polarização magnética (J_A) no ciclo de envelhecimento.

O valor-p, para ambos os coeficientes, resultou em valores muito inferiores ao nível de significância (0,05). Assim, rejeita-se a hipótese H_0 e aceita-se a hipótese H_1 , indicando que com 95% de confiança a variável $\ln t/t_0$ tem influência sobre J_A dentro dos intervalos de confiança indicados na Tabela 17.

Tabela 17 - Coeficientes da regressão linear simples e parâmetros estatísticos do ciclo de envelhecimento C2 realizado na matéria prima MP3.

				Intervalo de confiança (95%)	
	Coeficiente	Erro padrão	Valor-p	Inferior	Superior
b_0	0,586	0,001	$5,5 \cdot 10^{-105}$	0,584	0,587
b_1	-0,001	0,000	0,001	-0,002	-0,001

A partir destes dados é formulada (equação (15)) uma equação que descreve o comportamento da polarização magnética desta matéria prima para o ciclo em questão.

$$J_A = 0,586 - 0,001 * \ln \frac{t}{t_0} \quad (15)$$

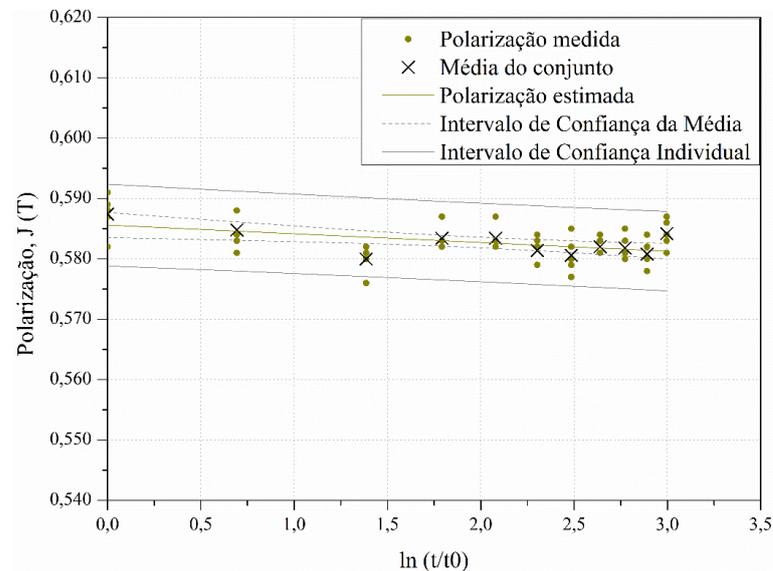
Para validar a significância do modelo de regressão a estatística F de significação deve ser menor do que o nível de significância. Assim, considerando o valor obtido (Tabela 18), é possível afirmar com 95% de confiança que a regressão expressada pela equação (15) é significativa.

Tabela 18 - Estatística F de significação da regressão linear simples do ciclo de envelhecimento C2 realizado na MP3.

F de Significação
$1,25 \cdot 10^{-9}$

A Figura 23 representa o comportamento das variáveis avaliadas de forma resumida, apresentando a polarização estimada pela regressão e intervalos de confiança da média e individual calculados com base nos dados obtidos.

Figura 23 - Dados experimentais e estimados do efeito da variável temporal na polarização magnética – ciclo C2, MP3.



4.3.3 Tabela Resumo – Regressão Linear

Um resumo dos dados obtidos através da regressão linear do ciclo de envelhecimento C1 e C2 são apresentados nas Tabela 19 e Tabela 20, respectivamente.

Tabela 19 - Dados relativos à regressão linear do ciclo de envelhecimento C1.

Ciclo C1			
	MP1	MP2	MP3
b₀	0,599	0,537	0,599
b₁	-0,003	-0,003	-0,003
F de significação	$1,16 \cdot 10^{-8}$	$1,38 \cdot 10^{-8}$	$1,25 \cdot 10^{-9}$

Tabela 20 - Dados relativos à regressão linear do ciclo de envelhecimento C2

Ciclo C2			
	MP1	MP2	MP3
b₀	0,587	0,524	0,586
b₁	-0,008	-0,003	-0,001
F de significação	$1,92 \cdot 10^{-20}$	$7,82 \cdot 10^{-5}$	0,001

A análise destas tabelas, considerando um nível de confiança da regressão linear em 95%, mostra que os F de significação das três matérias-primas utilizadas para fabricação de ímãs para esses ciclos estão definitivamente abaixo do valor de significância. As análises estatísticas realizadas demonstraram que as expressões matemáticas geradas produziram boas estimativas do comportamento desta propriedade frente aos ciclos estudados.

Além disso, b_0 , que representa a polarização magnética no tempo de envelhecimento $t_0 = 50$ horas, é bastante discrepante dos valores obtidos das caracterizações pré-envelhecimento (Tabela 4 e Tabela 5), sobretudo para as amostras MP1. Esta conclusão vai de acordo com a observação de perdas significantes nas primeiras horas do ciclo de envelhecimento.

4.4 EXTRAPOLAÇÃO DA POLARIZAÇÃO MAGNÉTICA

Este capítulo será destinado a predição do valor de polarização magnética e dos intervalos de confiança associados às matérias primas estudadas para tempos prolongados de ciclo de envelhecimento, sendo estes: 1 ano, 3 anos, 5 anos e 10 anos.

4.4.1 Extrapolação de J_A - Ciclo 1 (95 °C)

4.4.1.1 Extrapolação de J_A Ciclo 1 - MP1

Uma visão geral das extrapolações em diferentes tempos realizadas a partir da regressão linear de ímãs produzidos à base da MP1 frente ao ciclo C1 é apresentada na Figura 24. Nela, é possível identificar a polarização estimada e intervalos de confiança associados ao nível de confiança de 95%. Essas informações podem ser verificadas em mais detalhes nas Tabela 21 e Tabela 22.

Figura 24 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 1, MP1.

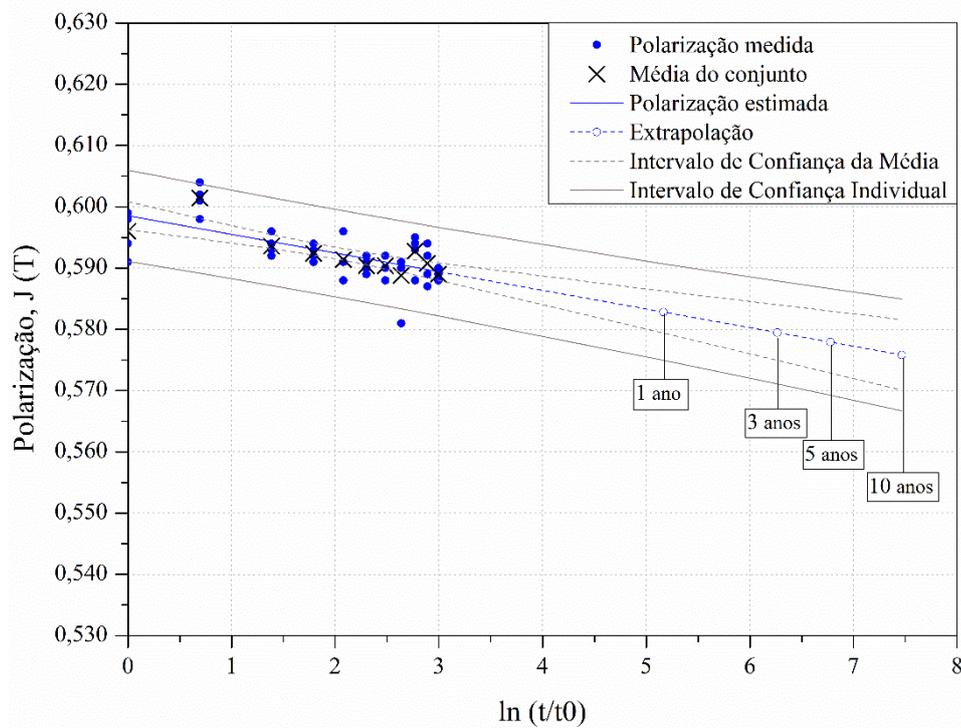


Tabela 21 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP1.

Tempo (anos)	J_A inicial (T)	J_A estimado (T)	Perda de Polarização (%)
1 ano	0,611	0,583	4,5%
3 anos		0,579	5,1%
5 anos		0,578	5,4%
10 anos		0,576	5,7%

Tabela 22 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP1.

Tempo (anos)	Intervalo de Confiança - Média		Intervalo de Confiança - Individual	
	Inferior	Superior	Inferior	Superior
1 ano	0,579	0,586	0,575	0,591
3 anos	0,575	0,584	0,571	0,588
5 anos	0,573	0,583	0,569	0,587
10 anos	0,570	0,582	0,567	0,585

4.4.1.2 Extrapolação de J_A Ciclo 1 - MP2

Uma visão geral das extrapolações em diferentes tempos realizadas a partir da regressão linear do comportamento de ímãs produzidos à base da MP2 frente ao ciclo C1 anos é apresentada na Figura 25. Nela, é possível identificar a polarização estimada e intervalos de confiança associados ao nível de confiança de 95%. Essas informações podem ser verificadas em mais detalhes nas Tabela 23 e Tabela 24.

Figura 25 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 1, MP2.

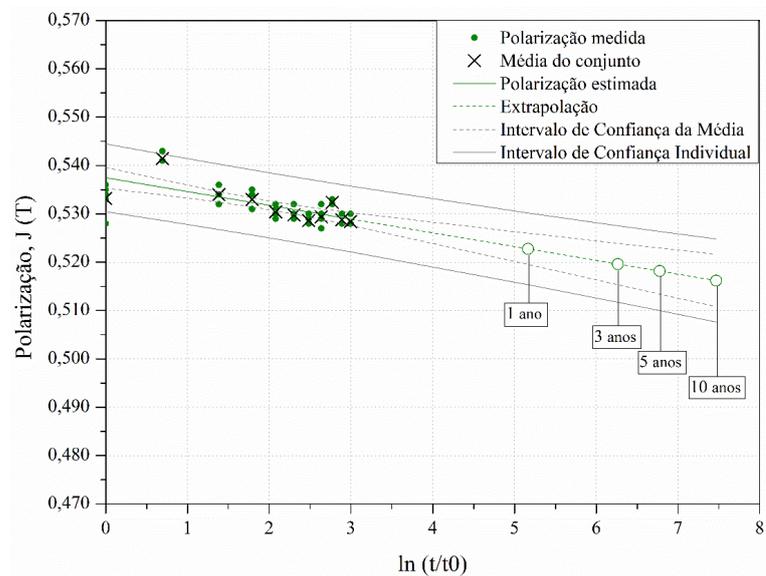


Tabela 23 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP1.

Tempo (anos)	J_A inicial (T)	J_A estimado (T)	Perda de Polarização (%)
1 ano	0,540	0,523	3,3%
3 anos		0,520	3,8%
5 anos		0,518	4,1%
10 anos		0,516	4,5%

Tabela 24 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP1.

Tempo (anos)	Intervalo de Confiança – Média		Intervalo de Confiança - Individual	
	Inferior	Superior	Inferior	Superior
1 ano	0,520	0,526	0,515	0,530
3 anos	0,515	0,524	0,512	0,528
5 anos	0,513	0,523	0,510	0,526
10 anos	0,511	0,522	0,508	0,525

4.4.1.3 Extrapolação de J_A Ciclo 1 - MP3

Uma visão geral das extrapolações em diferentes tempos realizadas a partir da regressão linear do comportamento de ímãs produzidos à base da MP3 frente ao ciclo C1 é apresentada na Figura 26. Nela, é possível identificar a polarização estimada e intervalos de confiança associados ao nível de confiança de 95%. Essas informações podem ser verificadas em mais detalhes nas Tabela 25 e Tabela 26.

Figura 26 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 1, MP3.

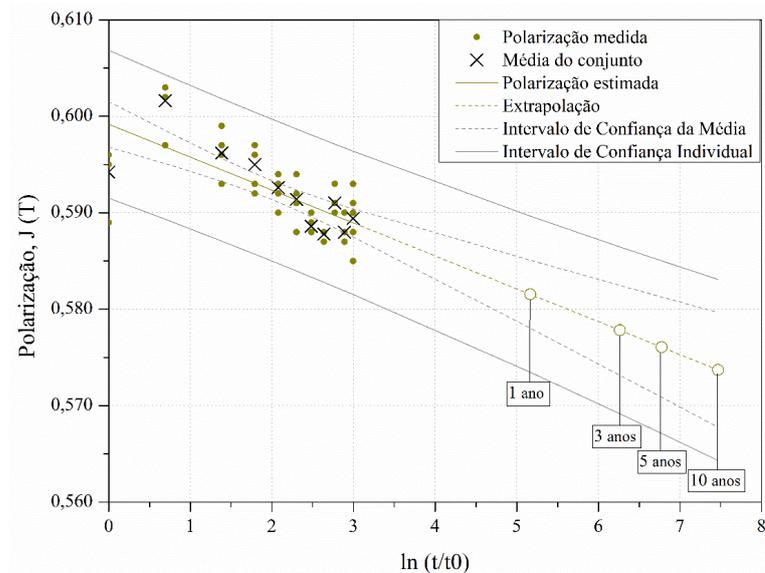


Tabela 25 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP3.

Tempo (anos)	J_A inicial (T)	J_A estimado (T)	Perda de Polarização (%)
1 ano	0,603	0,582	3,6%
3 anos		0,578	4,2%
5 anos		0,576	4,5%
10 anos		0,574	4,9%

Tabela 26 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C1, matéria-prima MP3.

Tempo (anos)	Intervalo de Confiança - Média		Intervalo de Confiança - Individual	
	Inferior	Superior	Inferior	Superior
1 ano	0,578	0,585	0,573	0,590
3 anos	0,573	0,582	0,569	0,586
5 anos	0,571	0,581	0,567	0,585
10 anos	0,568	0,580	0,564	0,583

4.4.2 Extrapolação de J_A - Ciclo 2 (150 °C)

4.4.2.1 Extrapolação de J_A Ciclo 2 - MPI

Uma visão geral das extrapolações realizadas em diferentes tempos a partir da regressão linear do comportamento de ímãs produzidos à base da MP1 frente ao ciclo C2 é apresentada Figura 27. Nela, é possível identificar a polarização estimada e intervalos de confiança associados ao nível de confiança de 95%. Essas informações podem ser verificadas em mais detalhes nas Tabela 27 e Tabela 28.

Figura 27 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 2, MP1.

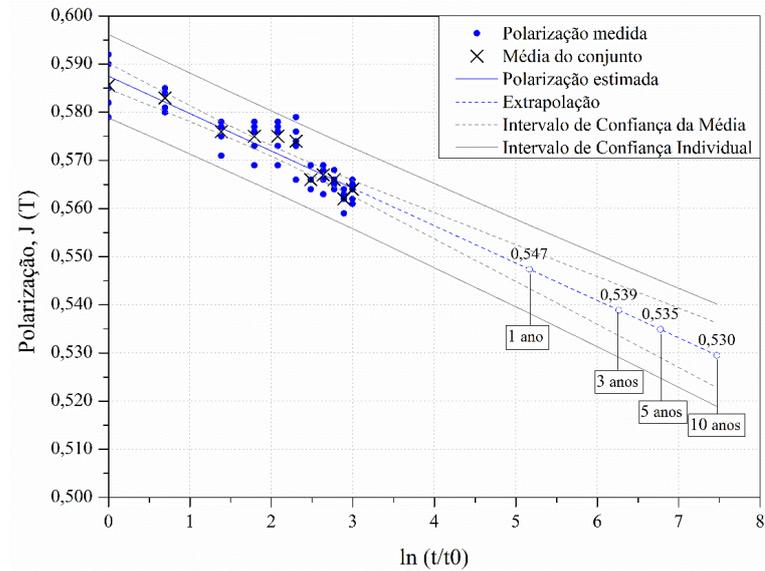


Tabela 27 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP1.

Tempo (anos)	J _A inicial (T)	J _A estimado (T)	Perda de Polarização (%)
1 ano	0,604	0,547	9,4%
3 anos		0,539	10,8%
5 anos		0,535	11,4%
10 anos		0,530	12,3%

Tabela 28 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP1.

Tempo (anos)	Intervalo de Confiança - Média		Intervalo de Confiança – Individual	
	Inferior	Superior	Inferior	Superior
1 ano	0,543	0,551	0,538	0,557
3 anos	0,534	0,544	0,529	0,549
5 anos	0,529	0,541	0,525	0,545
10 anos	0,523	0,536	0,519	0,540

4.4.2.2 Extrapolação de J_A Ciclo 2 - MP2

Uma visão geral das extrapolações realizadas em diferentes tempos a partir da regressão linear do comportamento de ímãs produzidos à base da MP2 frente ao ciclo C2 é apresentada na Figura 28. Nela, é possível identificar a polarização estimada e intervalos de confiança associados ao nível de confiança de 95%. Essas informações podem ser verificadas em mais detalhes nas Tabela 29 e Tabela 30.

Figura 28 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 2, MP2.

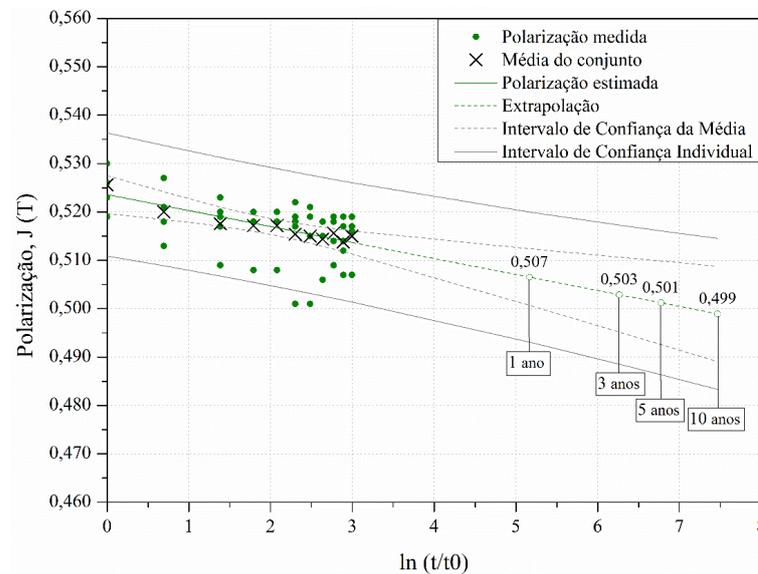


Tabela 29 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP2.

Tempo (anos)	J_A inicial (T)	J_A estimado (T)	Perda de Polarização (%)
1 ano	0,527	0,507	3,8%
3 anos		0,503	4,5%
5 anos		0,501	4,9%
10 anos		0,499	5,3%

Tabela 30 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP2.

Tempo (anos)	Intervalo de Confiança - Média		Intervalo de Confiança - Individual	
	Inferior	Superior	Inferior	Superior
1 ano	0,501	0,512	0,493	0,520
3 anos	0,495	0,511	0,489	0,517
5 anos	0,493	0,510	0,486	0,516
10 anos	0,489	0,509	0,483	0,515

4.4.2.3 Extrapolação de J_A Ciclo 2 - MP3

Uma visão geral das extrapolações em diferentes tempos realizadas a partir da regressão linear do comportamento de ímãs produzidos à base da MP3 frente ao ciclo C2 é apresentada na Figura 29. Nela, é possível identificar a polarização estimada e intervalos de confiança associados ao nível de confiança de 95%. Essas informações podem ser verificadas em mais detalhes nas Tabela 31 e Tabela 32.

Figura 29 - Extrapolação da polarização magnética para diferentes tempos de envelhecimento no ciclo 2, MP3.

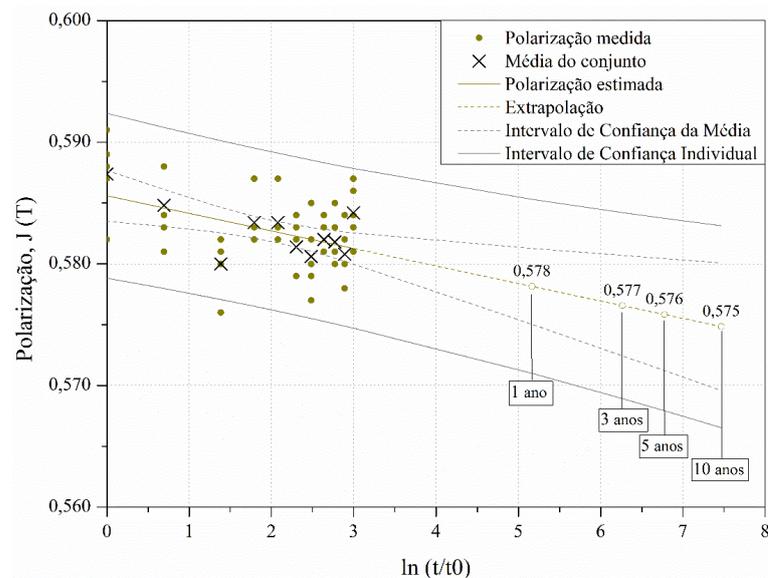


Tabela 31 - Extrapolações realizadas para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP3.

Tempo (anos)	J_A inicial (T)	J_A estimado (T)	Perda de Polarização (%)
1 ano	0,591	0,578	2,2%
3 anos		0,577	2,5%
5 anos		0,576	2,6%
10 anos		0,575	2,8%

Tabela 32 - Intervalos de confiança das extrapolações para diferentes tempos do ciclo C2, matéria-prima MP3.

Tempo (anos)	Intervalo de Confiança - Média		Intervalo de Confiança - Individual	
	Inferior	Superior	Inferior	Superior
1 ano	0,575	0,581	0,571	0,585
3 anos	0,572	0,581	0,569	0,584
5 anos	0,571	0,580	0,568	0,584
10 anos	0,570	0,580	0,567	0,583

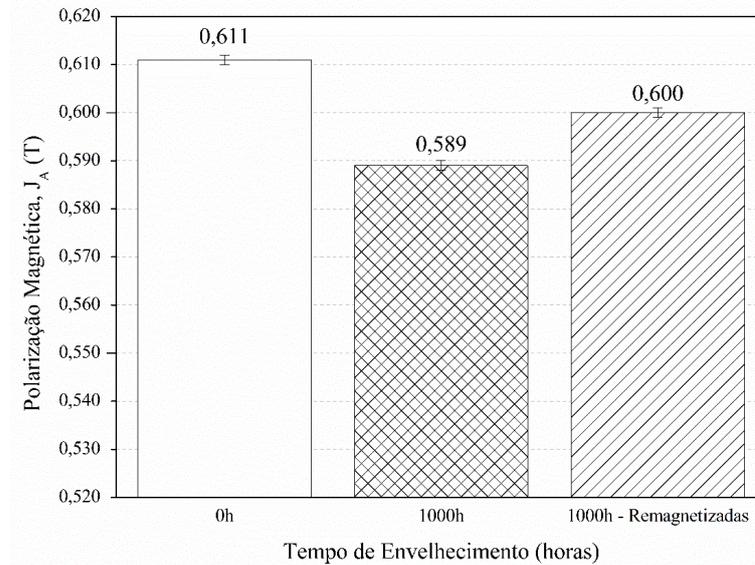
4.5 DETERMINAÇÃO DAS PERDAS PERMANENTES E IRREVERSÍVEIS

A polarização magnética avaliada antes do envelhecimento, após 1000h de envelhecimento e após remagnetização das amostras envelhecidas em ciclos de 1000h são apresentadas nas páginas a seguir. A partir destes dados é possível discutir acerca da origem da redução dos valores observados da polarização magnética.

4.5.1 Tipologia das Perdas no Ciclo 1 (95 °C)

Na Figura 30 estão expostos os valores de polarização magnética nas condições descritas anteriormente para a matéria-prima 1 (MP1). Em média, as amostras iniciaram o ciclo de envelhecimento com a polarização magnética observada de 0,611 T. Após ciclo de envelhecimento de 1000 horas à 95 °C a polarização magnética era de 0,589 T. Ou seja, houve redução de 3,6% nesta propriedade decorrente do ciclo de envelhecimento térmico.

Figura 30 - Polarização magnética de amostras MP1 testadas no ciclo C1 em diferentes condições.

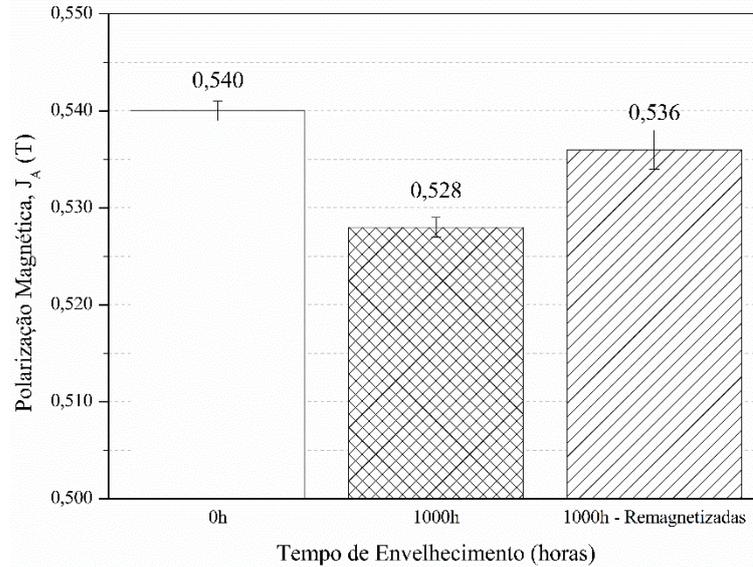


Para entender a origem desta redução de propriedades magnéticas, realizou-se uma nova etapa de magnetização destas amostras afim de modificar o estado de magnetização dos ímãs e verificar as reações observadas nos valores de polarização magnética. O processo de remagnetização não resultou na total recuperação da polarização magnética das amostras testadas, que atingiram 0,600 T, indicando que 1,8% da polarização inicial foram perdidas devido a reações microestruturais permanentes, o que representa aproximadamente 50% das perdas totais do ímã.

Já na Figura 31 estão expostos os valores de polarização magnética nas condições expostas anteriormente para a matéria-prima 2 (MP2). Em média, as amostras iniciaram o ciclo de envelhecimento com a polarização magnética observada de 0,540 T. Após ciclo de envelhecimento de 1000 horas à 95 °C a polarização magnética era de 0,528 T. Ou seja, houve redução de 2,2% nesta propriedade decorrente do ciclo de envelhecimento térmico.

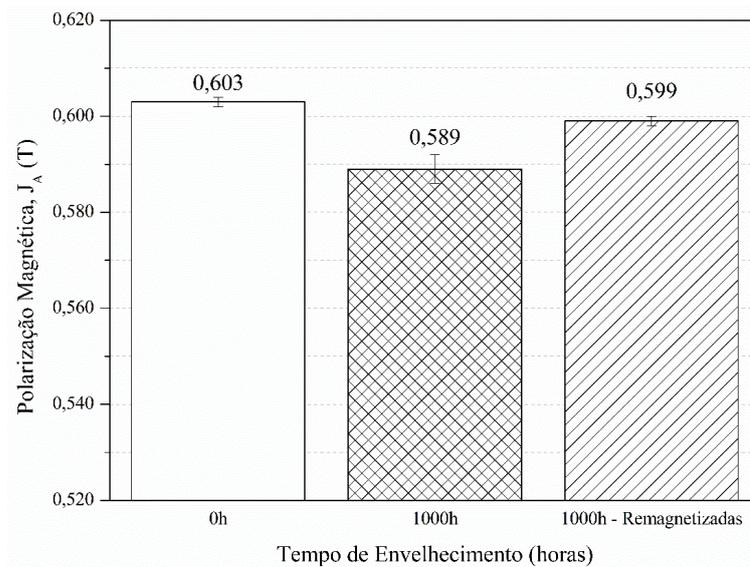
O processo de remagnetização não resultou na total recuperação da polarização magnética das amostras testadas, que atingiram 0,536 T, indicando que 0,7% da polarização inicial foi perdida devido a reações microestruturais permanentes, o que representa aproximadamente 32% das perdas totais do ímã.

Figura 31: Polarização magnética de amostras MP2 testadas no ciclo C1 em diferentes condições.



Por fim, na Figura 32 estão expostos os valores de polarização magnética nas condições expostas anteriormente para a matéria-prima 3 (MP3). Em média, as amostras iniciaram o ciclo de envelhecimento com a polarização magnética observada de 0,603 T. Após ciclo de envelhecimento de 1000 horas à 95 °C a polarização magnética era de 0,589 T. Ou seja, houve redução de 2,0% nesta propriedade decorrente do ciclo de envelhecimento térmico.

Figura 32 - Polarização magnética de amostras MP3 testadas no ciclo C1 em diferentes condições.

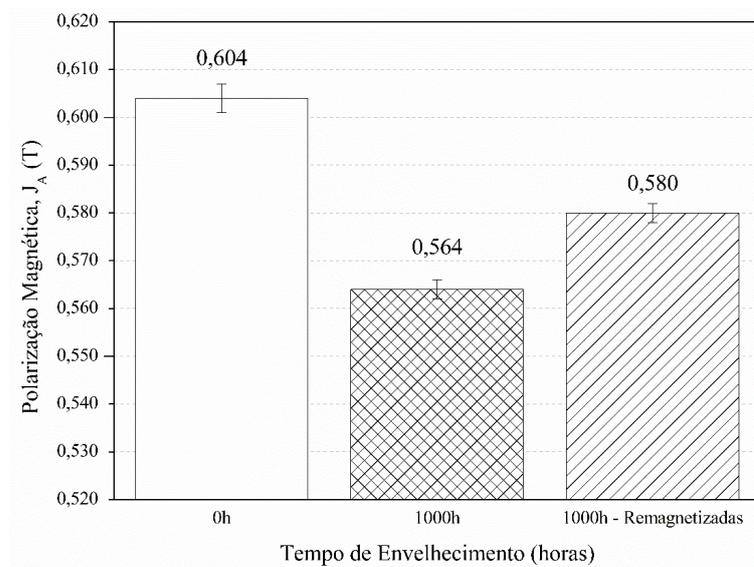


O processo de remagnetização não resultou na total recuperação da polarização magnética das amostras testadas, que atingiram em média 0,599 T, indicando que 0,6% da polarização inicial foi perdida devido a reações microestruturais permanentes, o que representa aproximadamente 29% das perdas totais do ímã.

4.5.2 Tipologia das perdas no Ciclo 2 (150 °C)

Na Figura 33 estão expostos os valores de polarização magnética nas condições descritas anteriormente para a matéria-prima 1 (MP1). Em média, as amostras iniciaram o ciclo de envelhecimento com a polarização magnética observada de 0,604 T. Após ciclo de envelhecimento de 1000 horas à 150 °C a polarização magnética era de 0,564 T. Ou seja, houve redução de 6,6% nesta propriedade decorrente do ciclo de envelhecimento térmico.

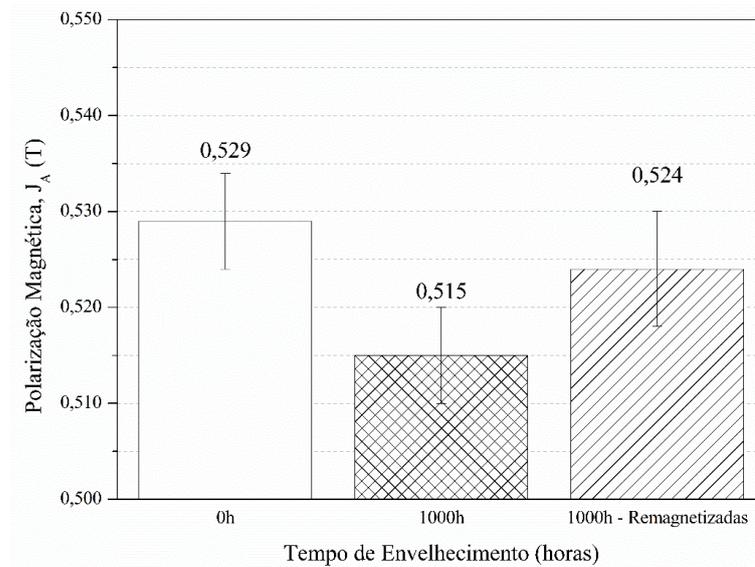
Figura 33 - Polarização magnética de amostras MP1 testadas no ciclo C2 em diferentes condições.



Para entender a origem desta redução de propriedades magnéticas, realizou-se uma nova etapa de magnetização destas amostras afim de modificar o estado de magnetização dos ímãs e verificar as reações observadas nos valores de polarização magnética. O processo de remagnetização não resultou na total recuperação da polarização magnética das amostras testadas, que atingiram 0,580 T, indicando que 4,0% da polarização inicial foram perdidas devido a reações microestruturais permanentes, o que representa aproximadamente 61% das perdas totais do ímã.

Já na Figura 34 estão expostos os valores de polarização magnética nas condições descritas anteriormente para a matéria-prima 2 (MP2). Em média, as amostras iniciaram o ciclo de envelhecimento com a polarização magnética observada de 0,529 T. Após ciclo de envelhecimento de 1000 horas à 150 °C a polarização magnética era de 0,515 T. Ou seja, houve redução de 2,7% nesta propriedade decorrente do ciclo de envelhecimento térmico.

Figura 34 - Polarização magnética de amostras MP2 testadas no ciclo C2 em diferentes condições.

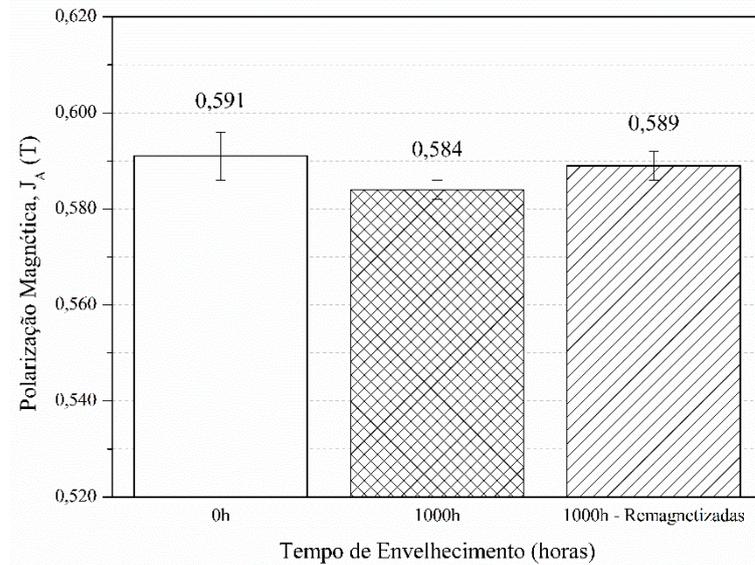


O processo de remagnetização não resultou na total recuperação da polarização magnética das amostras testadas, que atingiram 0,524 T, indicando que 0,9% da polarização inicial foram perdidas devido a reações microestruturais permanentes, o que representa aproximadamente 35% das perdas totais do ímã.

Por fim, na Figura 35 estão expostos os valores de polarização magnética nas condições descritas anteriormente para a matéria-prima 3 (MP3). Em média, as amostras iniciaram o ciclo de envelhecimento com a polarização magnética observada de 0,591 T. Após ciclo de envelhecimento de 1000 horas à 95 °C a polarização magnética era de 0,584 T. Ou seja, houve redução de 1,2% nesta propriedade decorrente do ciclo de envelhecimento térmico.

O processo de remagnetização desse grupo de amostras não resultou na total recuperação da polarização magnética média, que atingiu 0,589 T, indicando que 0,4% da polarização inicial foi perdidas devido a reações microestruturais permanentes, o que representa aproximadamente 33% das perdas totais do ímã.

Figura 35 - Polarização magnética de amostras MP3 testadas no ciclo C2 em diferentes condições.



4.5.3 Tabela Resumo- Tipologia de Perdas

As Tabela 33 e Tabela 34 relatam acerca do teor de perdas (redução nos valores de polarização magnética) dos ciclos C1 e C2, respectivamente, bem como suas tipologias. A partir destes dados é possível discorrer sobre algumas questões relevantes do ponto de vista de materiais magnéticos.

Analisando as tabelas, é possível verificar que a MP1 apresenta proporção superior de perdas permanentes, representando 50% no ciclo C1 contra 32% e 29% das MP2 e MP3. Já no ciclo C2, a proporção de perdas permanentes da MP1 é de 61% contra 35% e 33% das MP2 e MP3, respectivamente. Esta redução permanente da polarização magnética na MP1 acompanha a mesma proporção das perdas observadas nas primeiras 50 horas de envelhecimento, o que é um indício que estas perdas ocorrem majoritariamente nos momentos iniciais destes ciclos térmicos. Já nas demais matérias-primas utilizadas para fabricação de ímãs compósitos, esta proporção mostrou-se inferior provavelmente devido à superfície passivada do material particulado destas ligas, o que mostra a relevância da tecnologia anti-envelhecimento na estabilidade térmica de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B.

Tabela 33 - Resumo do teor e tipologia de perdas decorrentes do envelhecimento de ímãs no ciclo C1.

	MP1	MP2	MP3
Perdas Totais (%)	3,5	2,2	2,0
Perdas Irreversíveis (%)	1,8	1,5	1,4
Perdas Permanentes (%)	1,8	0,7	0,6
Proporção Perdas Permanentes (%)	50	32	29

Tabela 34 - Resumo do teor e tipologia de perdas decorrentes do envelhecimento de ímãs no ciclo C2.

	MP1	MP2	MP3
Perdas Totais (%)	6,6	2,7	1,2
Perdas Irreversíveis (%)	2,6	1,8	0,8
Perdas Permanentes (%)	4,0	0,9	0,4
Proporção Perdas Permanentes (%)	61	35	33

No mais, acerca das perdas totais observadas na polarização magnética, é possível observar uma tendência de aumento de magnitude das perdas totais à medida que a temperatura de envelhecimento é elevada, conforme evidenciado a partir da comparação entre as perdas totais do ciclo C1 (95 °C) e C2 (150 °C). As perdas permanentes e irreversíveis também acompanham este aumento. A proporção de perdas permanentes também é aumentada, principalmente devido a presença da resina polimérica, cuja degradação começa a ocorrer em média, na temperatura de 127 °C.(CICCHELLI *et al.*, 2018)

Entretanto, uma comparação entre o comportamento dos ímãs compósitos fabricados à base da MP2 e MP3 torna-se complicada devido à sobreposição das barras de erro das mesmas. O teor de perdas da propriedade decorrente de efeitos permanentes, no entanto, aparenta ser inferior na MP3, assim como nas extrapolações da polarização magnética em tempos prolongados de ciclos térmicos, onde apresentou 2,8% de perdas após 10 anos.

A utilização do elemento Nb nesta liga, conforme descrito anteriormente, conta com precipitados nos contornos de grão, o que além de possuir efeitos benéficos no refino microestrutural, minimiza a propagação de domínios reversos atuando como sítios de ancoramento das paredes de domínios.

5 CONCLUSÕES

O presente trabalho foi fundamentado em duas frentes de investigação. A primeira esteve relacionada à aplicação de um modelo de previsibilidade da polarização magnética de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B quando expostos à ciclos de envelhecimento térmico. A segunda etapa do trabalho foi, por sua vez, o estudo da estabilidade térmica de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B de diferentes classes, de forma a analisar o efeito das peculiaridades de cada classe na estabilidade térmica destes ímãs.

No que toca à primeira etapa do trabalho, 15 ímãs compósitos foram obtidos através do processo de compactação. Estes ímãs foram submetidos a dois ciclos de envelhecimento térmico de 1000 horas de duração e tiveram seus valores de polarização magnético caracterizados em diferentes momentos ao longo destes ciclos. Deste modo, foi possível aplicar um modelo matemático que descreve o comportamento da polarização matemática frente ao tempo de exposição em temperaturas prolongadas através da utilização da técnica de regressão linear. Por fim, a extrapolação destes resultados para os períodos de 1, 3, 5 e 10 anos utilizando as equações geradas através das regressões lineares.

As regressões lineares desta etapa foram realizadas considerando nível de confiança de 95% e todos os coeficientes gerados apresentaram valor-p inferior ao nível de significância (0,05). O F de significação da regressão também resultou em valores abaixo no nível de significância, demonstrando a validade estatística desta regressão dentro dos intervalos de confiança calculados.

Para o ciclo de envelhecimento em 95 °C, as reduções da polarização extrapoladas para 10 anos resultaram em média 5,7%, 4,5% e 4,5% para as três diferentes classes estudadas (MP1, MP2 e MP3). Já no ciclo de 150 °C, estas reduções atingiram em média 12,3%, 5,3% e 2,8%, respectivamente.

Quanto à segunda etapa do trabalho, avaliou-se o comportamento de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B de diferentes classes quanto à estabilidade térmica de suas propriedades magnéticas, quando submetidos a ensaios de envelhecimento térmico de 1000 horas de duração. Mediante análise de propriedades magnéticas em circuito aberto, revelou-se a maior resistência de ímãs com utilização da tecnologia anti-envelhecimento e adição de outros elementos no processo de fabricação das ligas das amostras MP2 e MP3.

No que se refere às perdas totais no ciclo de 150 °C, as amostras MP3, por exemplo, tiveram J_A reduzida 1,2% em relação ao valor inicial. Estas amostras contêm na composição de

sua liga a adição de Nb, elemento conhecido na literatura por auxiliar a estabilidade térmica de ímãs de Nd-Fe-B. Em contraste, as análises das amostras MP1 revelaram redução de J_A de até 6,6%.

Quanto a tipologia das perdas de J_A , percebe-se que a proporção de perdas permanentes no material, decorrentes do processo de degradação do ímã compósito é superior na MP1 (50% das perdas totais no ciclo de 95°C e 61% no ciclo de 150 °C) e possivelmente ocorre já nos primeiros momentos do ciclo. A utilização da tecnologia anti-envelhecimento, que consiste na passivação da superfície do pó pode ter auxiliado positivamente as amostras MP2 e MP3 neste sentido.

No contexto geral do presente trabalho, os objetivos foram alcançados. Os resultados de ambas as etapas do trabalho permitiram o entendimento de conceitos relevantes no que tange a estabilidade térmica de ímãs compósitos, evidenciando o método de extrapolação de propriedades, bem como as matérias-primas utilizadas para aplicações de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B em aplicações onde temperaturas elevadas sejam exigidas. Dessa forma, o presente trabalho contribui no desenvolvimento de alternativas no cenário atual das aplicações destes ímãs, auxiliando a previsibilidade da propriedade polarização magnética no tempo de vida das aplicações.

5.1 SUGESTÕES DE TRABALHOS FUTUROS

No desenvolvimento do presente trabalho, identificaram-se diferentes temáticas a serem abordadas em pesquisas relativas ao desenvolvimento de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B, no que tange a temática de estabilidade térmica. Como principais sugestões de trabalhos futuros para a aplicação de modelos de previsibilidade em ímãs compósitos, sugere-se:

- A realização de ciclos de envelhecimento superiores ao período de 1000 horas, de forma a melhorar as extrapolações realizadas na propriedade de polarização magnética.
- O estudo do efeito do envelhecimento térmico em outras propriedades de destaque, como a remanência (B_r), coercividade (H_{cB}) e coercividade intrínseca (H_{cJ}).

Já em relação às diferentes classes de materiais, sugere-se:

- Investigar o efeito da tecnologia anti-envelhecimento e dos elementos de adição de liga separadamente, de forma a identificar o efeito individual destas melhorias na estabilidade térmica de ímãs compósitos à base de Nd-Fe-B.

REFERÊNCIAS

BERTOTTI, G. **Hysteresis in magnetism, for physicists, materials scientists and engineers**. [S. l.]: Academic Press, 1998. *E-book*.

BETANCOURT, I. Nanocrystalline hard magnetic alloys. **Revista Mexicana de Física**, [S. l.], v. 48, n. 4, p. 283–289, 2002.

Bonded Magnet Materials and Processing Options. . DuBois: [s. n.], 2016. Disponível em: [http://www.magnetapplications.com/content/upload/files/TechBriefs-Bonded Magnet Materials.pdf](http://www.magnetapplications.com/content/upload/files/TechBriefs-BondedMagnetMaterials.pdf).

CICHELLI, Pedro Paulo Motta Barbosa *et al.* Estudo da resistência mecânica e análise térmica da resina epóxi. **Revista Eletrônica TECCEN**, [S. l.], v. 11, n. 2, p. 32–39, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.21727/teccen.v11i2.1430>

COEY, J. M. D. (org.). **Rare-Earth Iron Permanent Magnets**. New York: Oxford University Press Inc., 1996. *E-book*.

COEY, J. M. D. **Magnetism and Magnetic Materials**. Dublin: Cambridge University Press, 2010. *E-book*.

CONSTANTINIDES, Steve. A Manufacturing and Performance Comparison between Bonded and Sintered Permanent Magnets. *In*: 2006, **Anais [...]**. [S. l.: s. n.]

CONSTANTINIDES, Steve. Market Outlook for Ferrite, Rare Earth and other Permanent Magnets. *In*: 2016, Jacksonville. **The International Forum on Magnetic Applications, Technologies & Materials**. Jacksonville: [s. n.], 2016. p. 1–43. Disponível em: http://www.magneticsmagazine.com/conferences/2016/Presentations/Arnold_Constantinides.pdf

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to magnetic materials**. 2. ed. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., 2009. *E-book*. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(09\)70091-4](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(09)70091-4)

ENGERROFF, J. A. B. **Obtenção via HDDR de Pós Nanocristalinos Anisotrópicos à Base de Nd-Fe-B**. 2015. - Universidade Federal de Santa Catarina, [s. l.], 2015.

FARIA, R. N.; LIMA, Luis Felipe C. P. **Introdução ao Magnetismo dos Materiais**. São Paulo: Editora Livraria da Física, 2005. *E-book*.

FIDLER, J.; SCHREFFL, T. Overview of Nd-Fe-B magnets and coercivity (invited).

Journal of Applied Physics, [S. l.], v. 79, n. 8 PART 2A, p. 5029–5034, 1996. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.361565>

FOLKS, L.; STREET, R. Analysis and interpretation of time dependent magnetic phenomena. **Journal of Applied Physics**, [S. l.], v. 76, 1994. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.358276>

GRÖNEFELD, M. Review on Bonded Magnets. In: HADJIPANAYIS, G. (org.). **Bonded Magnets**. Dordrecht: Springer-Science+Business Media, 2003. p. 1–12. *E-book*.

GUTFLEISCH, O. Controlling the properties of high energy density permanent magnetic materials by different processing. **J. Phys. D: Appl. Phys.**, [S. l.], v. 33, p. R157–R172, 2000.

HAAVISTO, Minna. **Studies on the Time-Dependent Demagnetization of Sintered NdFeB Permanent Magnets**. 2013. - Tampere University of Technology, [s. l.], 2013.

HADJIPANAYIS, George C. **Bonded Magnets**. Newark: [s. n.], 2003. *E-book*.

HADJIPANAYIS, George C.; KIM, A. Domain wall pinning versus nucleation of reversed domains in RFeB magnets (invited). **Journal of Applied Physics**, [S. l.], v. 63, n. 3310, 1988. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.340821>

HERBST, J. F. R₂Fe₁₄B materials: Intrinsic properties and technological aspects. **Reviews of Modern Physics**, [S. l.], v. 63, n. 4, p. 819–882, 1991.

HIROSAWA, Satoshi; NISHINO, Masamichi; MIYASHITA, Seiji. Perspectives for high-performance permanent magnets : applications , coercivity , and new materials *. **Advances in Natural Science: Nanoscience and Nanotechnology**, [S. l.], v. 8, 2017.

HONO, K.; SEPEHRI-AMIN, H. Strategy for high-coercivity Nd-Fe-B magnets. **Scripta Materialia**, [S. l.], v. 67, n. 6, p. 530–535, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.06.038>

IGLESIAS, O. **Time Dependent Processes in Magnetic Systems**. 2002. - Universitat de Barcelona, [s. l.], 2002.

JILES, David. **Introduction to Magnetism and Magnetic Materials**. New Dalhi: Springer-Science+Business Media, B.V., 1991. *E-book*.

LALL, Chaman. **Soft Magnetism: Fundamentals for powder metallurgy and metal injection molding**. New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1992. *E-book*.

LAPPONI, Juan Carlos. **Estatística usando Excel**. [S. l.: s. n.]. *E-book*. Disponível em: <http://img5.imageshack.us/img5/6444/estusandoexcel.pdf>

LOPES, L. U. **Caracterização da Estabilidade Térmica das Propriedades**

Magnéticas de Ímãs Compósitos à Base de Nd₂Fe₁₄B. 2008. - Universidade Federal de Santa Catarina, [s. l.], 2008.

MA, B. M. *et al.* Recent development in bonded NdFeB magnets. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [S. l.], v. 239, p. 418–423, 2002.

MOOSA, Iessa Sabbe; ZIDI, Chiraz. Most Production routes of Nd-Fe-B permanent magnets. [S. l.], v. 2, n. 3, p. 139–144, 2017.

ÖCHSNER, Andreas. **Properties and Characterization of Modern Materials.** [S. l.: s. n.]. *E-book*.

ORMEROD, John. Polymer bonded magnets 2000. *In:* 2000, **Anais [...]**. [S. l.: s. n.] p. 32.

PANCHANATHAN, V. Magnequench magnets status overview. **Journal of Materials Engineering and Performance**, [S. l.], v. 4, n. 4, p. 423–429, 1995. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/BF02649302>

RODEWALD, W. (Vacuumschmelze GmBH); FERNENGEL, W. (Vacuumschmelze GmBH). Properties of Sintered Nd-Fe-TM-B Magnets. **IEEE Transactions on Magnetics**, [S. l.], v. 24, n. 2, p. 1638–1643, 1988 a.

RODEWALD, W.; FERNENGEL, W. Properties of sintered Nd-Fe-TM-B magnets. **IEEE Transactions on Magnetics**, [S. l.], n. 24(2), p. 1638–1640, 1988 b.

RODRIGUES, Daniel; CONCÍLIO, Gilberto V; ROCHA, Elisa P. Thermal Analysis Investigation of NdFeB Bonded Magnets Thermal Analysis Investigation of NdFeB Bonded Magnets. [S. l.], n. December, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.802.590>

SKOMSKI, R.; SKOMSKI, Ralph; D, Coey J. M. **Permanent Magnetism. Studies in Condensed Matter Physics.** [S. l.: s. n.]. *E-book*.

STONER, Edmund Clifton; WOHLFARTH, E. P. A Mechanism of Magnetic Hysteresis in Heterogeneous Alloys. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London Series A, Mathematical and Physical**, [S. l.], v. 240, n. 826, p. 599–642, 1948. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1098/rsta.1948.0007>

STREET, R.; BROWN, S. D. Magnetic viscosity , fluctuation fields , and activation energies. **Journal of Applied Physics**, [S. l.], v. 76, n. 1994, 2003. Disponível em: <https://doi.org/10.1063/1.358275>

STREET, R.; WOOLLEY, J. C. A Study of Magnetic Viscosity. *In*: 1949, **Physical Society A**. [S. l.: s. n.] p. 562. Disponível em: <https://doi.org/https://doi.org/10.1088/0370-1298/62/9/303>

STRNAT, Karl J. Modern Permanent Magnets for Applications in Electro - Technology. **Proceedings of the IEEE**, [S. l.], v. 78, n. 6, p. 1–35, 1990. Disponível em: <https://doi.org/10.1109/5.56908>

TROUT, S. R. Material selection of permanent magnets, considering thermal properties correctly. [S. l.], p. 365–370, 2001 a. Disponível em: <https://doi.org/10.1109/EEIC.2001.965683>

TROUT, S. R. Material Selection Of Permanent Magnets, Considering Thermal Properties Correctly. *In*: 2001b, Cincinnati. **Electrical Insulation Conference and Electrical Manufacturing and Coil Winding Conference (Cat. No.01CH37264)**. Cincinnati: IEEE, 2001. p. 365–370.

WOHLFARTH; P, E. The coefficient of magnetic viscosity. **Journal of Physics F: Metal Physics**, [S. l.], v. 14, p. 155–159, 1984.

ZHOU, Qing *et al.* Microstructure improvement related coercivity enhancement for sintered NdFeB magnets after optimized additional heat treatment. **Journal of Rare Earths**, [S. l.], v. 36, n. 4, p. 379–384, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jre.2017.11.007>