Obtenção de ímãs de ferrita de estrôncio

Moisés de Mattos Dias¹, Lirio Schaeffer²

¹Dr. Eng. Prof. Engenharia Eletrônica - Centro Universitário Feevale - ICET; ²Dr. Ing. Prof. DEMET - UFRGS

Resumo

Este trabalho tem por objetivo a descrição das etapas para a obtenção de ímãs de ferrita de estrôncio, isotrópicos e anisotrópicos, através dos processos da Metalurgia do Pó (M/P). Os ímãs de ferrita são materiais cerâmicos, obtidos a partir de óxidos, e possuem alta resistividade elétrica e boas propriedades magnéticas de retentividade e coercitividade. Ímãs de ferrita de estrôncio anisotrópicos são compactados em matrizes acopladas à bobinas, formando um circuito magnético de baixa relutância. Uma corrente elétrica elevada circula nas bobinas, gerando um campo magnético elevado, necessário para orientação das partículas de pó na compactação. Os ímãs de ferrita são, atualmente, os ímãs de menor custo e maior produção mundial. São utilizados, por exemplo, na construção de alto falantes, motores elétricos, sensores e instrumentos de medição.

Palavras-chave

Ferrita de estrôncio, ímãs anisotrópicos, metalurgia do pó.

Abstract

The aim of this work is to describe the steps for obtaining permanent magnets of strontium ferrite, isotropics and anisotropics, by powder technology process. The ferrite magnets are ceramic materials, obtained from oxides, and have high electrical resistivity and good magnetic properties of retentivity and coercitivity. Anisotropic magnets of strontium ferrite are pressed into dies involved by coils, which produce a magnetic circuit of low relutance. A high electrical current circulates in the coils, producing a high magnetic field, that is necessary to align the powder particles during pressing. The ferrite magnets are presently the less expensive and more produced magnets in the world. They are used, for example, in loudspeakers, electric machines and transductors.

Key words

Strontium ferrite, anisotropic magnets, powder technology.

Introdução

As ferritas são materiais a base de óxidos e sua sinterização produz um material cerâmico que tem alta resistividade elétrica e baixa condutividade. Sua fabricação se dá a partir do processo da metalurgia de transformação, denominada de *metalurgia do pó* (**M/P**).^{1,2,3}

Existem, basicamente, 3 tipos de ferritas produzidas atualmente que são as *ferritas macias*, as *ferritas duras (isotrópicas e anisotrópicas)* e as *ferritas flexíveis*. As ferritas macias estão no grupo dos materiais magnéticos macios e são utilizadas, principalmente, em circuitos eletrônicos de seleção de freqüência de rádio, TV e outros aparelhos eletrônicos. Ímãs flexíveis de ferrita, também conhecidos como ímãs aglomerados, são produzidos através de uma mistura apropriada do pó de ferrita com uma proporção de polímero e pode ser prensado, injetado, ou extrudados para a forma final. As ferritas duras são aqueles materiais conhecidos popularmente como ímãs permanentes e são utilizados na construção de microfones, alto falantes, motores, aparelhos de medição e outros equipamentos elétricos e eletrônicos.^{1,2,3}

A fabricação de ímãs permanentes sinterizados iniciou com os ímãs de ferrita, sendo que a *ferrita de estrôncio* vem superando, gradativamente, a *ferrita de bário*, que até meados da década de 70 era produzida em maior quantidade.^{4,5}

As ferritas duras, também conhecidas por ferroxdure, possuem uma estrutura cristalina hexagonal simples. São representadas pela composição química $MO.6Fe_2O_3$, onde M representa bário, estrôncio, ou uma combinação de ambos. Alguns aditivos como SiO_2 , $BiO_2 e Al_2O_3$ são benéficos para aumentar a coercitividade e ajudar na sinterização possibilitando, por exemplo, dimininuição da temperatura de sinterização. Os lubrificantes utilizados são a base de estearatos. Uma típica ferrita dura é obtida pela mistura de SrO ou carbonatos (ferrita de estrôncio), ou BaO (ferrita de bário), com Fe_2O_3 . A mistura é calcinada em temperatura acima de 1095 °C para formar os compostos complexos. Posteriormente, é realizada a moagem a úmido para partículas finas em torno de alguns micrometros, em que o composto é compactado em matriz e após, sinterizado. A pressão de compactação é, em torno, de 150 a 200 MPa, e a sinterização é feita entre 1200 e 1300 °C. Na sinterização, a peça contrai linearmente entre 10 e 20% e esta contração depende, principalmente, da pressão de compactação. Quanto maior a pressão de compactação menor será a contração na sinterização e vice-versa.^{1,2,3}

A origem da alta força coercitiva de todas ferritas duras é claramente devido a sua alta anisotropia magnetocristalina. A direção do campo, aplicado na magnetização, deve ser a mesma da direção de prensagem para melhores resultados. A sinterização deve ser executada de forma a se obter tão altas densidades quanto possível e, assim, obter-se altos valores de retentividade sem um apreciável crescimento de grão, uma vez que este resulta no decréscimo de coercitividade.^{1,2,3}

Propriedades magnéticas

As propriedades magnéticas de retentividade e coercitividade são analisadas a partir da curva de histerese. Esta curva relaciona campo magnético H, aplicado a um material com indução magnética B resultante. Para os materiais magnéticos duros ou ímãs permanentes, a relação BxH tem as características mostradas na Figura 1.^{2,6}



Figura 1 - Ciclo de histerese para um material magnético.

O ponto em que a curva corta o eixo de **B**, no quadrante superior esquerdo, é denominado de *magnetismo remanente* ou *retentividade* **B**_r e representa a indução magnética residual que permanece no material sem campo magnético aplicado (**H** = 0). No sistema CGS de unidades (mais utilizados para caracterização de materiais magnéticos), B é dado em Gauss [**G**]. O ponto em que a curva corta o eixo de **H** no mesmo quadrante é denominado de *força coercitiva* ou *coercitividade* **H**_c e representa o campo magnético necessário para desmagnetizar o espécime (**B** = 0). No sistema CGS H tem como unidade o Oersted [**Oe**]. Outro fator importante na identificação dos materiais magnético é o produto energético **BH**_{max}, cuja unidade no sistema CGS é Mega Gauss Oersted [**MG.Oe**] e está associado com a densidade de energia armazenada num ímã permanente.^{2,6}

Metalurgia do pó

Entre as tecnologias de fabricação mais utilizadas na obtenção de materiais magnéticos, através de processos metalúrgicos, cita-se a *fundição* e um ramo mais recente da metalurgia de transformação denominada *Metalurgia do Pó (M/P)*. A M/P é utilizada, pois, através destes processos, consegue-se a orientação magnéticas das partículas que constituem o material trabalhado. Assim, é possível obter-se propriedades magnéticas de retentividade muito superiores àqueles obtidos pelos processos metalúrgicos convencionais como a fundição. Acrescenta-se a isto que pós de diferentes naturezas químicas são fáceis de se obter, bastando que se misture os pós homogeneamente.^{7,8,9}

A produção de ímãs de ferrita, por se tratar de materiais cerâmicos e, conseqüentemente, ponto de fusão elevado, devem ser fabricados por metalurgia do pó, uma vez que, na tecnologia de fundição, exigiria fornos com temperaturas muito elevadas.

Os quatro processos básicos da M/P são: Obtenção dos pós, mistura, compactação e sinterização. Às vezes, é necessária uma quinta etapa como a retificação. Na M/P os pós, depois de serem misturados, são compactados em matrizes onde adquirem a forma da cavidade da matriz. Após, são colocados em fornos para sinterização onde adquirem consistência e resistência mecânica.^{7,8,9}

Para a fabricação de ímãs permanentes, acrescenta-se a etapa de magnetização. Nessa etapa, os ímãs a serem magnetizados são colocados em circuitos magnéticos, compostos por núcleos de ferro e bobinas. A corrente elétrica que circula nas bobinas são elevadas, podendo atingir até milhares de Ampères. Esta corrente elevada é fornecida por fontes de tensão contínua, sendo a mais conhecida, a descarga capacitiva. A Figura 2 mostra o fluxograma de fabricação de ferritas.¹⁰

A Figura 3 mostra, esquematicamente, uma matriz para compactação de duplo efeito, utilizada para compactação de pós de materiais magnéticos:^{7,8,9}

- 1) punção superior;
- 2) matriz;
- 3) cavidade onde o pó é colocado;
- 4) punção inferior.

Para a obtenção de ímãs anisotrópicos (alto produto energético), os pós são compactados sob campo magnético, gerado a partir de bobinas. Com isto há uma orientação das partículas de pó na compactação, concedendo a estes materiais melhores propriedades magnéticas.²

Para obtenção de formas complexas de ímãs, um processo da M/P que está em desenvolvimento é o *powder injection molding* (modelamento de pós por injeção), que não deve ser confundido com *injection molding magnet* (ímã aglomerado) em que a forma é dada por um polímero para a produção de ímãs flexíveis. No powder injection molding, o ímã é puramente cerâmico. O processo consiste em uma mistura do material magnético com um aglomerante que é injetado em um molde. Nos ímãs anisotrópicos, durante a injeção, é aplicado um campo magnético elevado para direcionamento das partículas. Após esta moldagem, é feita uma retirada do aglomerante por aquecimento ou aplicação de solventes. A partir daí, as etapas de produção são idênticas à metalurgia do pó convencional.¹¹





Figura 3 - Matriz de duplo efeito utilizada para compactação de materiais magnéticos.

100 REVISTA TECNOLOGIA E TENDÊNCIAS

Pó de ligas magnéticas como a ferrita também pode ser utilizado para preparar ímãs aglomerados pela mistura apropriada deste com uma proporção de polímero e pode ser prensado, injetado, ou extrudados para a forma final. As propriedades magnéticas destes ímãs aglomerados são geralmente inferiores àqueles sinterizados, mas as tolerâncias dimensionais são conservadas e os custos do processo são mantidos baixos. Semelhantes aos ímãs convencionais, ímãs flexíveis anisotrópicos são injetados sob forte campo magnético. Como resultado, temos um imã flexível, utilizado principalmente como elemento de fixação.¹¹

Ímãs anisotrópicos

Na obtenção de ímãs *anisotrópicos*, o processo de compactação se dá sob a ação de um forte campo magnético gerado a partir de bobinas, processo este necessário para orientação das partículas do pó antes da consolidação. Ímãs compactados sem campo (compactação convencional) são denominados de ímãs *isotrópicos*. A magnitude deste campo magnético aplicado pode atingir até milhões de A/m, sendo por este motivo, necessária fonte de tensão ou corrente elétrica elevadas, da ordem de centenas de Volts e/ou Ampères.^{2,5}

A Figura 4 mostra que, geralmente, uma partícula de material magnético, não consiste de um único cristal ou grão, mas de agregados de grãos que por sua vez se dividem nos domínios magnéticos. A anisotropia magnetocristalina faz com que o momento magnético de cada átomo alinhe-se, coletiva e espontaneamente em uma direção preferencial. Esta é chamada *direção de fácil magnetização* daquela fase, e corresponde a uma família de direções. Num monocristal ou grão, podem coexistir vários domínios magnéticos, mas no interior de cada domínio a magnetização de todos os átomos será paralela. Os domínios orientam-se de tal forma que a energia seja mínima, isto é, os domínios adjacentes estão com polaridade contrária, o que diminui a relutância e, em conseqüência, a energia no campo magnético e a magnetização total é nula. Diminuindo o tamanho dos fragmentos, cada partícula pode tornar-se do tamanho de um grão ou monocristal, o que ocorre quando esta atinge o tamanho de alguns μm .⁵

Sob campo, antes e durante a compactação, as partículas tendem a girar para alinhar suas direções de fácil magnetização paralelamente a direção do campo magnético externo aplicado, inclusive alinhando os domínios na mesma direção e sentido, fazendo com que a peça apresente propriedades magnéticas. Na sinterização, como é ultrapassada a temperatura de Curie, os domínios adjacentes orientam-se em sentidos opostos, e a peça perde a magnetização, porém os domínios continuam alinhados paralelamente nas suas direções de fácil magnetização. Quando sujeitas a nova magnetização as peças magnetizam-se novamente, os domínios que já estavam alinhados na mesma direção, alinham-se agora no mesmo sentido não sendo necessário a rotação dos domínios, resultando em um ímã com retentividade maior que o ímã isotrópico.⁵



Figura 4 - Fragmento de material ferromagnético divido em grão e subdividido em domínios.

Quanto menor for o tamanho médio dos fragmentos do pó, mais anisotrópico o ímã será, ou seja, apresentará uma maior retentividade, entretanto, mesmo com diâmetro médio de partículas maiores, como algumas dezenas de µms, os ímã apresentarão propriedades magnéticas, que serão intermediárias entre os ímãs isotrópicos e anisotrópicos. A razão disto é que numa partí-

cula policristalina com vários grãos, embora a direção de orientação dos domínios seja paralela num mesmo grão, tal direção será aleatória de grão para grão. Mesmo com a rotação destas partículas, nem todos os domínios ficarão orientados no sentido do campo magnético aplicado na compactação, ou seja, na sua direção de mais fácil magnetização.⁵

Matriz experimental

A Figura 5-a mostra uma matriz experimental de duplo efeito, onde pode-se notar os punções inferior e superior e a matriz propriamente dita (cavidade). Os punções foram construídos com aço 1045 (aço magnético) e a matriz com aço inoxidável austenítico (aço não magnético). O diâmetro dos punções e, conseqüentemente, da cavidade é 15 mm. Esta matriz pode ser utilizada para compactação de ímãs de ferrita isotrópicos e anisotrópicos. Para compactação sob campo (ímãs anisotrópicos), bobinas são acopladas às matrizes, podendo ser colocadas de forma envolvente sobre a própria matriz (cavidade), ou sobre os punções, conforme mostra a figura 5-b. Cada bobina possui 500 espiras e foram confeccionadas com fio AWG 19. A Figura 5-c mostra a matriz experimental montada numa prensa, onde verifica-se que as bobinas dos punções inferior e superior estão conectadas por fios a uma fonte de tensão contínua elétrica ajustável de alta potência (à direita).



Figura 5 - Matriz para compactação sob campo - (b) punções associados às bobinas - (c) matriz montada na prensa.

Îmãs de ferrita de estrôncio isotrópicos

O pó para obtenção experimental de ímãs de ferrita de estrôncio isotrópicos foi cedido por um fornecer pronto para compactação. A composição química exata do pó não foi identificada pelo fabricante, que cedeu apenas os seguintes dados sobre o pó:

- Densidade: 1,25 g/cm³;
- Lubrificante: a base de estearato de zinco em torno de 0,7%.

Por este motivo, o pó foi submetido a avaliações de composição química, tamanho e forma de partícula.

A caracterização da composição química do pó foi através do método de *Difração de Raio X*, uma vez que as estruturas do reticulado de um determinado material podem ser determinadas experimentalmente através de análises de raio X, que também revelam a estrutura cristalina. A partir da análise do espectro obtido, comprovou-se que o pó era de ferrita de estrôncio, de composição química **S**, **0.6Fe**₂**O**₃. Pesquisou-se a coincidência de outros espectros como ferrita de bário, aditivos como SiO₂, BiO₂, Al₂O₃, e lubrificantes como estearato de zinco, porém não foi possível identificá-los por este método, uma vez que estas substâncias estão presentes em proporções muito pequenas, geralmente abaixo de 1%.

A caracterização do tamanho médio de partícula do pó foi através do método de *Difração* a Laser, uma vez que, partículas com diâmetros inferiores a 30 mm, não podem ser analisadas granulometricamente por peneiras. A análise foi realizada em meio aquoso, após condicionamento da amostra em ultra-som e agitação mecânica. Foi observado que as partículas aglomeravam com facilidade, principalmente em H₂O, caracterizando uma substância altamente *hidrofóbica*. A partir do histograma, representando a distribuição dos tamanhos de partículas por fração, observou-se que o diâmetro médio das partículas era de, aproximadamente, de 20 µm.

O pó utilizado foi analisado no microscópio ótico através do embutimento do pó em resinas acrílicas. Através de exame ao microscópio, observou-se que as partículas apresentavam-se aglomeradas. Teoricamente, isto ocorre devido ao efeito do lubrificante adicionado.

A compactação das amostras foi realizada em uma máquina universal de ensaios mecânicos com capacidade de 1000 Kgf (100 KN). A velocidade de compactação foi de 50 mm/minuto. Foram obtidas peças cilíndricas com diâmetro de 15 mm e altura de 5 mm. A pressão de compactação foi de 180 Mpa, e a redução de volume de pó na compactação foi de 3 para 1.

As amostras foram sinterizadas em um forno tipo mufla de resistência de carbeto de silício, com capacidade máxima de temperatura de 1500 °C. Este forno é controlado por tiristores, sendo o controle de temperatura realizado através de termopar Pt-PtRh 10%. O tempo de sinterização foi de 3 horas, com período de 60 minutos para retirada do lubrificante, e a taxa de aquecimento foi de 10 °C por minuto. A Figura 6 mostra os patamares de sinterização. Na sinterização, as peças tiveram uma contração linear de, aproximadamente, 12,5%.



Figura 6 - Patamares de sinterização dos ímãs de ferrita.

As peças sinterizadas foram submetidas a um campo magnetizante de 8 kOe. O magnetismo remanente no centro de uma das superfícies, lido a partir de um gaussímetro, foi de, aproximadamente, 550 Gauss.

A Figura 7-a mostra a curva de histerese dos ímãs obtidos com magnetização paralela a direção de compactação. A Figura 7-b mostra o mesmo tipo de ímã com magnetização perpendicular. As curvas foram traçadas com um equipamento conhecido por *magnetômetro de amostra vibrante*. Considerando a magnetização paralela, de melhores resultados, constatou-se uma coercitividade de, aproximadamente, 4,1 kOe. A retentividade foi de, aproximadamente, 2 kG, e foi calculada como

$$\mathbf{B}_{\mathrm{r}} = 4\pi \frac{\mathrm{emu}}{\mathrm{g}} \mathbf{\rho} \tag{(11)}$$

Para uma densidade observada da peça sinterizada de 4,7 g/cm³ e as propriedades magnéticas especificadas anteriormente, foram obtidos ímãs isotrópicos de ferrita de estrôncio, de acordo com as características de fornecedores comerciais.



Figura 7 - Curva de histerese dos ímãs de ferrita de estrôncio isotrópicos.

Îmãs de ferrita de estrôncio anisotrópicos

O mesmo pó indicado para ímãs isotrópicos foi compactado sob campo magnético superior a 10 kOe. Como resultado, obteve-se peças com magnetismo remanente superficial de, aproximadamente, 550 Gauss, medido a partir do gaussímetro; valor este idêntico ao ímã isotrópico.

Acrescentou-se a este mesmo pó, 1% do lubrificante de estearato de zinco. Com a aplicação, na compactação, do mesmo campo citado anteriormente, houve um acréscimo de, aproximadamente, 10% no magnetismo remanente superficial, com relação ao ímã isotrópico. A figura 8-a mostra a curva de histerese, onde pode-se observar uma retentividade 10% maior, com relação ao isotrópico, valor este calculado a partir da equação 1.

Ainda o mesmo pó foi umedecido com água até tornar-se com aspecto tipo "barro", caracterizando uma compactação à úmido. Tentou-se umedecer o pó com óleo parafíneco, contudo observou-se que a matéria-prima vazou por entre as paredes da matriz e o punção, impossibilitando a compactação. A Figura 8-b mostra a curva de histerese, onde pode-se observar uma retentividade 30% maior, com relação ao isotrópico, valor este calculado a partir da equação 1.

A seguir, foi adquirido um pó de ferrita estrôncio específico para ímãs anisotrópicos. Com os mesmos parâmetros de pressão e campo na compactação e patamares de sinterização anteriores, foram obtidos peças com valores aproximados de coercitividade de 3 kOe, e retentividade de 3,85 kG, conforme dados obtidos a partir da curva de histerese da Figura 9. Para uma densidade observada de 4,7 g/cm³, foi possível obter-se ímãs anisotrópicos de ferrita de estrôncio com as características de ímãs comerciais deste material.



104 REVISTA TECNOLOGIA E TENDÊNCIAS



Figura 8 - Curva de histerese dos ímás anisotrópicos com - (a) acréscimo de lubrificante no pó - (b) umedecimento do pó utilizado na confecção de ímás isotrópicos.



Figura 9 - Curva de histerese dos ímãs anisotrópicos com pó específico.

Conclusões

A matéria-prima (pó) utilizada na obtenção de ímãs de ferrita de estrôncio isotrópicos e anisotrópicos são diferentes. O diâmetro médio das partículas de pó para ímãs isotrópicos é maior, comparado com os anisotrópicos, havendo uma certa dificuldade de orientação das partículas de pó de tamanho maiores.

Observando-se as curvas de histerese com relação a magnetização paralela e perpendicular à direção de compactação, observou-se valores maiores de retentividade com magnetização paralela à direção de compactação.

O aumento do lubrificante no pó, utilizado para ímãs isotrópicos (partículas maiores), permite uma melhor distribuição do mesmo sobre a superfície dos fragmentos (partículas) de pó; o que por sua vez diminui a força de atrito, permitindo que as partículas girem mais facilmente na direção do campo magnético aplicado, alinhando-se parcialmente na sua direção de mais fácil magnetização.

O umedecimento do pó, utilizado para ímãs isotrópicos, com água (*compactação à úmido*), também provoca uma diminuição da força de atrito entre as partículas do pó, permitindo que girem mais facilmente na direção do campo magnético aplicado, alinhando-se, parcialmente, na sua direção de mais fácil magnetização.

Referências Bibliográficas

1. CULLITY, B.D. Introduction to Magnetic Materials. Adison. Wesley Publishing Company, Massachusetts, 1967. 514p.

 JILES, D. Introduction to Magnetismo and Magnetic Materials. London, Chapman and Hall, 1991.440p.

3. SLICK, P.I. Ferro Magnetic Materials. Amsterdam. North - Holland Publisching Company, 1980. 239p.

4. PERMANENT MAGNET MATERIALS. Special-Purpose Material. Revised by J.W.Fiepke, Crucible Magnetics, a Division ou Crucible Material Corporation. p.782-803.

5. LANDGRAF, F.J.G. & RODRIGUES D. Materiais Magnéticos Produzidos por M/P. Artigo de Publicação Interna.- IPT. S.Paulo.

6. KRAUS, J.D. & CARVER, K.R. Eletromagnetismo. R.Janeiro, Guanabara, 1978. 780p

7. CHIAVERINI, V. Metalurgia do Pó. S. Paulo, Édile Serviços Gráficos e Editora Ltda, 1992. 352p.

BRADBURY, S. Powder Metallurgy Equipment Manual. New Jersey, USA, MPIF, 1986. 199p.
GERMAN, R.M. Powder Metallurgy Science. New Jersey, Metal Powder Industries Federation, 1984, 279p.

10. NFT. Catálogo de Consulta. Junho/1989. Alemanha.

11. KRUPP WIDIA. Permanent Magnet Material and Components.