

INFLUÊNCIA DA COMPACTAÇÃO E DA ATMOSFERA NO COMPORTAMENTO DA SINTERIZAÇÃO E MICROESTRUTURA DA FERRITE DE Mn-Zn

Liana Maria F.G. Mitteregger e José Octavio A. Paschoal
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - Comissão Nacional de Energia Nuclear
Caixa Postal 11049 - Pinheiros - 05422-970 - São Paulo - SP

RESUMO

No presente trabalho procurou-se avaliar a influência de alguns parâmetros operacionais do processo de fabricação de ferrites de Mn-Zn no comportamento da sinterização e microestrutura do produto final. Para tanto, amostras de ferrites foram compactadas unidirecionalmente e isostaticamente, com pressão variando entre 25 e 600 MPa. A etapa de sinterização foi avaliada em um dilatômetro, utilizando-se ar e nitrogênio como atmosfera. A morfologia do pó inicial e a microestrutura final foram analisadas em um microscópio eletrônico de varredura.

INTRODUÇÃO

Ferrites moles são utilizadas na manufatura de núcleos de indutores nas telecomunicações, em transformadores de baixa potência e transformadores de alto fluxo para sistemas defletores de aparelhos televisivos[1-3].

Para se atingir as propriedades magnéticas desejadas é necessário proceder a uma cuidadosa seleção de matérias-primas e de aditivos, bem como controlar o processo de fabricação para evitar contaminação e heterogeneidades no produto final[4,5].

No presente trabalho procurou-se estudar a influência de alguns parâmetros do processo de fabricação da ferrite no comportamento de sinterização e na microestrutura resultante, que é um dos fatores determinantes das propriedades magnéticas finais.

PARTE EXPERIMENTAL

O material de partida foi fornecido pela empresa Philips Components, na forma granular, com composição $(\text{Mn}_{0,65}\text{Zn}_{0,26}\text{Fe}_{2,09})\text{O}_4$. Os grânulos foram compactados unidirecionalmente em matriz de aço de duplo efeito em pressões que variaram de 25 a 600 MPa. Utilizou-se também uma prensa isostática para compactação das amostras a 200, 400 e 600 MPa.

As amostras, após compactação, foram sinterizadas em um dilatômetro da marca Netzsch, modelo 402E. Todas as amostras foram

sinterizadas a 1300°C durante 3 horas e as taxas de aquecimento e resfriamento empregadas foram aproximadamente 10°C/minuto. Parte das amostras foram sinterizadas ao ar e parte sinterizadas em atmosfera de nitrogênio seco.

A análise microestrutural foi realizada em um microscópio eletrônico de varredura. Para tanto, as amostras sinterizadas foram preparadas, utilizando-se lixas (320, 400 e 600), pasta de diamante (6, 3 e 1 μm) e ataque químico em solução contendo 70 ml de água, 20 ml de HNO_3 e 10 ml de HF.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Na figura 1 são apresentados os resultados dos ensaios dilatométricos obtidos durante a fase de aquecimento até 1300°C. A curva 1 refere-se à sinterização sob atmosfera de nitrogênio e a curva 2 à sinterização ao ar. Nota-se que, acima de 300°C, ocorre uma expansão na amostra sinterizada em nitrogênio, seguida da retração acima de 900°C. Ao ar não se observa a fase de expansão; a retração ocorre acima de 900°C. No estágio de sinterização à temperatura constante e igual a 1300°C (figura 2), observa-se uma maior retração em atmosfera de nitrogênio quando comparada ao ar. Esse comportamento foi idêntico para todas as amostras, independente da densidade a verde, ou seja, da pressão de compactação e

do processo de compactação (uniaxial ou isostático), como pode ser observado na figura 3, para as amostras sinterizadas ao ar. Dessa forma, a atmosfera de sinterização para ferrites parece ser o parâmetro de processo mais importante a ser controlado.

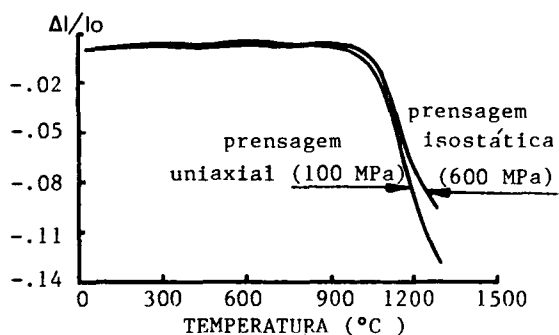


Figura 3-Varição dimensional ($\Delta l/l_0$) durante o aquecimento até 1300°C.

Na figura 4 são apresentadas as micrografias obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura a partir dos grânulos (4a) da ferrite de Mn-Zn como fornecida e das partículas agregadas formando o grânulo (4b).

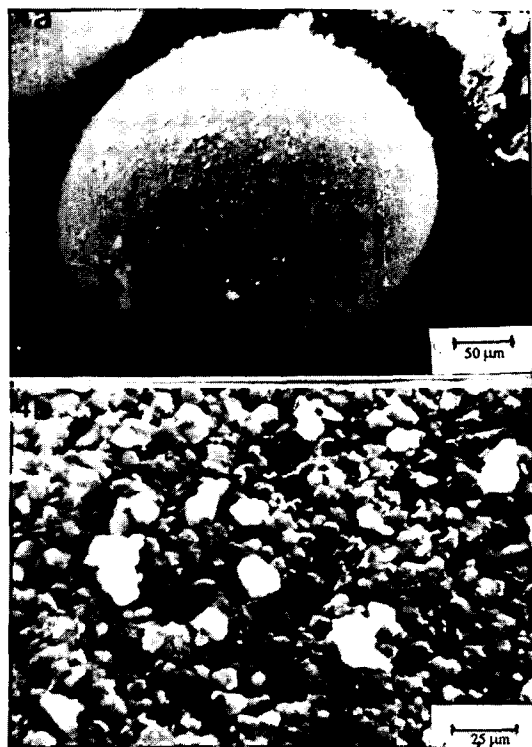


Figura 4- Micrografias obtidas por MEV em: (a) grânulos e (b) partículas que formam os grânulos.

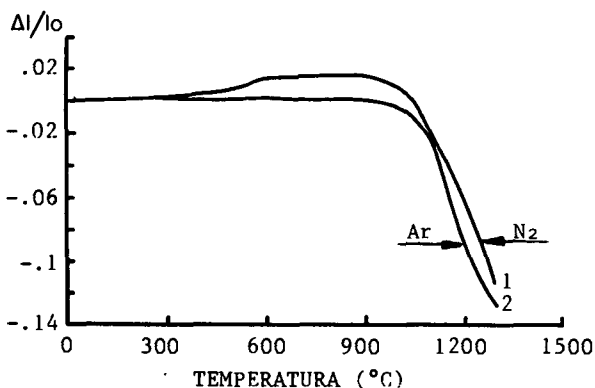


Figura 1-Varição dimensional ($\Delta l/l_0$) durante o aquecimento até 1300°C.

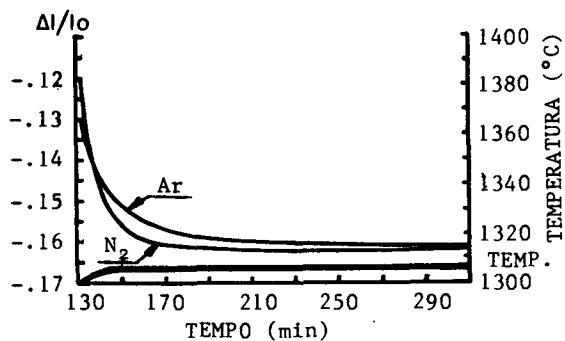


Figura 2-Varição dimensional ($\Delta l/l_0$) no estágio de temperatura constante (1300°C) durante 3 horas.

Como pode ser observado na figura 5, a amostra compactada a 100 MPa e sinterizada ao ar (5a) apresenta menor porosidade e microestrutura mais uniforme quando comparada à amostra compactada a 100 MPa e sinterizada em nitrogênio (5b). Nota-se que a amostra (5c), compactada isostaticamente a 600 MPa e sinterizada ao ar, apresenta uma microestrutura semelhante a da micrografia (5a).

Uma combinação de atmosferas pode apresentar melhores resultados. Por exemplo, se durante o aquecimento até 1300°C a amostra for sinterizada ao ar e, em seguida, se introduzir nitrogênio, a microestrutura resultante é mais homogênea, como apresentada na micrografia (5d), contendo baixa porosidade.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Philips Components, em particular aos Srs. Paulo Corradini e José Costa Neto, pelo fornecimento do material de partida e pelas valiosas discussões.

REFERÊNCIAS

- [1] SNELLING, E.C.; GILES, A.D., Ferrites for Inductors and Transformers. New York, Wiley, 1983.
- [2] HENDRICKS, C.R.; AMARAKOON, V.W.R.; SULLIVAN, D., Ceramic Bulletin, n.70, p.817, 1991.
- [3] KULIKOWSKY, J.; LESNIEWSKY, A.J. J. Magn. Magn. Materials, n.19, p.117, 1980.
- [4] MOULSON, A.J.; HERBERT, J.M., Electroceramics, London, Chapman and Hall, 1990.
- [5] SIMSA, Z.; KOLACEK, J.; STICHAUER, L.; ZOUNOVA, F.; KAWAI, Y.; BRABERS, V., IEEE Trans. Magn., v.26, p.2232, 1990.

SUMMARY

In the present work the influence of some parameters of the Mn-Zn ferrites production process on the sintering behaviour and final microstructure has been investigated. Thus, ferrite samples have been uniaxially and isostatically pressed under a pressure range of 25 to 600 MPa. The sintering step has been evaluated with a dilatometer using an atmosphere of air and nitrogen. The initial powder morphology and the final microstructure have been investigated by scanning electron microscopy (SEM).

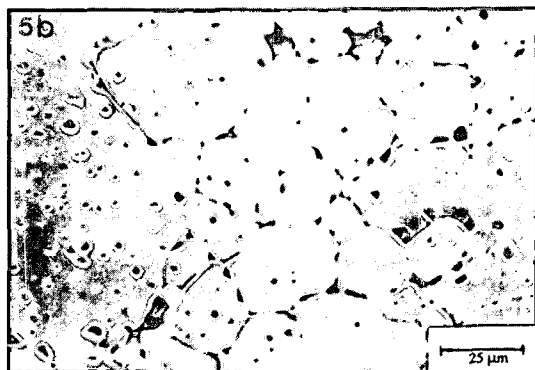
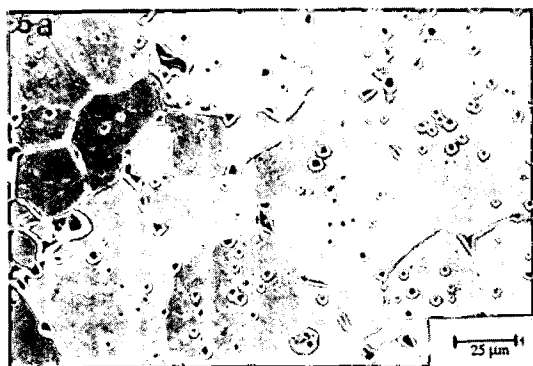


Figura 5- Micrografias obtidas por MEV para amostras: compactadas uniaxialmente a 100 MPa e (a) sinterizada ao ar e (b) sinterizada em nitrogênio; (c) compactada isostaticamente a 600 MPa e sinterizada ao ar; (d) sinterizada numa combinação de atmosferas: ar e nitrogênio.