



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

Bernardo Sena da Silva

**AVALIAÇÃO DE COMPÓSITO MAGNÉTICO MOLE BASEADO EM
PARTÍCULAS FERROMAGNÉTICAS RECOBERTAS COM PENTÓXIDO DE
NIÓBIO NANOPARTICULADO E FASES VÍTREAS**

FLORIANÓPOLIS

2023

Bernardo Sena da Silva

**AVALIAÇÃO DE COMPÓSITO MAGNÉTICO MOLE BASEADO EM
PARTÍCULAS FERROMAGNÉTICAS RECOBERTAS COM PENTÓXIDO DE
NIÓBIO NANOPARTICULADO E FASES VÍTREAS**

Dissertação de Mestrado apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal de Santa Catarina como requisito para a obtenção do grau de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Aloisio Nelmo Klein, Dr. Eng.

Coorientador: Leandro Lima Evangelista, Dr. Eng.

Florianópolis

2023

Bernardo Sena da Silva

**AVALIAÇÃO DE COMPÓSITO MAGNÉTICO MOLE BASEADO EM
PARTÍCULAS FERROMAGNÉTICAS RECOBERTAS COM PENTÓXIDO DE
NIÓBIO NANOPARTICULADO E FASES VÍTREAS**

Esta dissertação foi julgada adequada para obtenção do Título de “Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais” e aprovada em sua forma final por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Guilherme Oliveira Neves, Dr. Eng.

Membro externo

Universidad del Bío-Bío

Prof. Cristiano Binder, Dr. Eng.

Membro

Universidade Federal de Santa Catarina

Certificamos que essa 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. Eng.

Coordenador do curso

Prof. Aloisio Nelmo Klein, Dr. Eng.

Orientador

Leandro Lima Evangelista, Dr. Eng.

Coorientador

Florianópolis, setembro de 2023

À minha família.

AGRADECIMENTOS

À Universidade Federal de Santa Catarina, ao Departamento de Engenharia Mecânica e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, pela oportunidade a mim concedida.

Ao meu orientador prof. Aloísio Nelmo Klein, pela confiança, orientação e pelo exemplo de profissional, sempre indicando o melhor caminho a ser seguido.

Ao meu coorientador Dr. Leandro Lima Evangelista pelo acompanhamento, apoio, instrução e amizade desenvolvida que não se limitaram apenas ao desenvolvimento deste trabalho, mas também foram essenciais para o meu desenvolvimento pessoal e profissional.

Aos Prof. Cristiano Binder, Prof. João Batista Rodrigues Neto, Prof. Valderes Drago, Prof. Rodrigo Perito Cardoso, Prof. Tatiana Bendo e Dra. Giselle Hammes pela oportunidade cedida e confiança depositada, pela disponibilização da estrutura e recursos do Labmat, bem como por toda experiência compartilhada.

Aos colegas de projeto, Antonio Itamar Ramos Filho, Millene Pauli e Stefanie Bevilaqua pela ajuda prestada, pelas trocas de informações e discussões de resultados, bem como pelos momentos de descontração e amizade.

Aos demais colegas que conviveram comigo no dia a dia durante essa etapa no LabMat, principalmente, Diego Salvaro, Frederico Pereira Junior, Guilherme Fatalla, Guilherme Mônico, Guilherme Neves, Gustavo Alves Lau, João Dudy, Letícia Machado, Mateus Cardoso, Mauricio Baesso e Tainan Andrioni, agradeço pelo companheirismo, auxílio e apoio nos trabalhos realizados.

Aos amigos do Cativ. e do Chiq., ambientes extremamente salubres os quais morei durante esta etapa, Artur Basso, Artur Beal, Bruno Roque, Gustavo Costa, Lincoln Machado e Lucas Fatore, agradeço pelas infinitas risadas e momentos de parceria.

À minha família e aos amigos de outros círculos, minha gratidão pelo incentivo, apoio e confiança em minhas escolhas, fazendo sempre o possível para que eu alcance meus objetivos. Ao meu irmão Benício Mocelin da Silva, o qual nasceu durante esta etapa, por ser meu mais novo motivo de alegria e esperança.

Ao CNPq, às empresas parceiras do laboratório pelo apoio financeiro às pesquisas que permitiram a realização deste trabalho e aos laboratórios LINDEN-metro e Central de Análises – EQA/UFSC pela parceria.

“Como diz o poeta, escritor e dramaturgo italiano do século XVIII, Pietro Metastasio,
"não existe passado, a memória o modifica. Não existe o futuro,
a esperança o transforma. Só existe o presente,
e ele está sempre sumindo.”

Jô Soares.

RESUMO

A eficiência energética é um dos principais focos do desenvolvimento tecnológico mundial e, sendo assim, os materiais magnéticos ganham destaque, visto que novos desenvolvimentos nessa área buscam a otimização de dispositivos ligados à geração e à conversão de energia elétrica. Os compósitos magnéticos moles (*Soft Magnetic Composites* – SMCs) são uma classe de materiais magnéticos cuja configuração visa à redução de perdas devido à alta resistividade elétrica introduzida pelo revestimento isolante de partículas ferromagnéticas em um compactado, permitindo a condução do fluxo magnético de maneira isotrópica em três dimensões e possibilitando a miniaturização de motores elétricos, designs inovadores e aplicações mais sofisticadas. Essas vantagens têm sido vinculadas ao aumento na frequência de trabalho destes motores. No entanto, esse aumento leva a uma maior perda energética por conta da aparição de correntes parasitas no núcleo magnético. Uma forma de mitigar esses efeitos se dá através do desenvolvimento de propriedades nos SMCs que tragam simultaneamente alta magnetização de saturação e elevada resistividade elétrica. Tais propriedades são dependentes das características da partícula ferromagnética e do revestimento isolante. Portanto, tendo tudo isto em vista, o objetivo deste trabalho é avaliar um SMC contendo como primeira camada nanopartículas de óxido de nióbio (Nb_2O_5) e como segunda camada uma fase vítrea. Estas nanopartículas óxidas foram obtidas através de uma suspensão estável de Nb_2O_5 recebida de uma empresa parceira e caracterizadas por meio de análises de distribuição de tamanho de partícula, MEV-EDX, potencial zeta e tamanho hidrodinâmico. Adicionalmente, a utilização de uma fase vítrea composta por óxido de boro foi utilizada com parâmetros fixados para avaliar como a camada óxida interagiria com a camada vítrea, sendo o silicato de potássio do tipo vidro líquido o gerador da camada vítrea estudada nesta pesquisa. A mesma, então, foi dividida em quatro etapas: na primeira, o pó de ferro utilizado teve suas propriedades magnéticas melhoradas através de um tratamento térmico prévio em forno resistivo e caracterizadas com microscopia óptica e medição de propriedades magnéticas. Este tratamento reduziu em 43% as perdas por histerese e aumentou em 17% a permeabilidade em relação ao pó de ferro comercial. Na segunda etapa, houve o revestimento com Nb_2O_5 variando tempo de mistura da solução com Nb_2O_5 e sua concentração molar. A amostra com menor concentração molar de Nb_2O_5 e menor tempo de mistura (10 mM – 15 min) se destacou como mais promissora. Na terceira etapa, novos métodos de medição magnética e elétrica foram desenvolvidos e dispositivos de medição magnética e elétrica foram produzidos devido a problemas ocorridos no equipamento comercial, onde os resultados obtidos nestes dispositivos foram comparados e validados com êxito. Por fim, ocorreu a última etapa: o recobrimento com silicato de potássio, variando a concentração de sólidos da solução. O novo SMC de dupla camada produzido foi avaliado utilizando as ferramentas de medição desenvolvidas no laboratório com resultado de resistividade promissor para fração de silicato de potássio de 1,5% em massa.

Palavras-chave: perdas magnéticas, resistividade elétrica, compósito magnético mole, nanopartículas, óxido de nióbio, óxido de boro, silicato de potássio.

ABSTRACT

Energy efficiency is one of the main focuses of global technological development and, therefore, magnetic materials gain prominence, as new developments in this area seek to optimize devices linked to the generation and conversion of electrical energy. Soft Magnetic Composites (SMCs) are a class of magnetic materials whose configuration aims to reduce losses due to the high electrical resistivity introduced by the insulating coating of ferromagnetic particles in a compact, allowing the conduction of magnetic flux in an isotropic manner in three dimensions and enabling the miniaturization of electric motors, innovative designs and more sophisticated applications. These advantages have been linked to the increase in the working frequency of these engines. However, this increase leads to greater energy loss due to the appearance of eddy currents in the magnetic core. One way to mitigate these effects is through the development of properties in SMCs that simultaneously bring high saturation magnetization and high electrical resistivity. Such properties are dependent on the characteristics of the ferromagnetic particle and the insulating coating. Therefore, with all this in mind, the objective of this work is to evaluate an SMC containing niobium oxide nanoparticles (Nb_2O_5) as the first layer and a glass phase as the second layer. These oxide nanoparticles were obtained through a stable suspension of Nb_2O_5 received from a partner company and characterized through analysis of particle size distribution, SEM-EDX, zeta potential and hydrodynamic size. Additionally, the use of a glass phase composed of boron oxide was used with fixed parameters to evaluate how the oxide layer would interact with the glass layer, with liquid glass-type potassium silicate being the generator of the glass layer studied in this research. It was then divided into four stages: in the first, the iron powder used had its magnetic properties improved through prior heat treatment in a resistive furnace and characterized with optical microscopy and measurement of magnetic properties. This treatment reduced hysteresis losses by 43% and increased permeability by 17% compared to commercial iron powder. In the second stage, there was coating with Nb_2O_5 varying the mixing time of the solution with Nb_2O_5 and its molar concentration. The sample with the lowest molar concentration of Nb_2O_5 and the shortest mixing time (10 mM – 15 min) stood out as the most promising. In the third stage, new magnetic and electrical measurement methods were developed and magnetic and electrical measurement devices were produced due to problems occurring in commercial equipment, where the results obtained from these devices were successfully compared and validated. Finally, the last stage occurred: coating with potassium silicate, varying the concentration of solids in the solution. The newly produced double-layer SMC was evaluated using the measurement tools developed in the laboratory with promising resistivity results for a potassium silicate fraction of 1.5% by mass.

Keywords: magnetic losses, electrical resistivity, soft magnetic composite, nanoparticles, niobium oxide, boron oxide, potassium silicate.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Curva de histerese BxH típica para materiais ferromagnéticos.	21
Figura 2 – Domínios magnéticos dentro de um material policristalino.	23
Figura 3 - Movimentação das paredes e rotação dos domínios no processo de magnetização.	23
Figura 4 – Esboço das componentes da perda total no ferro em função da frequência.	24
Figura 5 - Correntes parasitas geradas em um material condutor maciço (direita) e em chapas isoladas (esquerda) por uma variação de fluxo magnético.	27
Figura 6 - Caminhos de corrente parasita em compósitos magnéticos moles: interparticulares e intraparticulares	28
Figura 7 - Áreas de aplicação para ferrites, chapas de aço elétrico e SMCs.	32
Figura 8 - Principais aplicações em potencial para o SMC na indústria automotiva.	32
Figura 9 - Esquema da microestrutura de um SMC.	33
Figura 10 - Ilustração das correntes parasitas intrapartículas, interpartículas e mesoscópicas.	35
Figura 11 - Esquema contendo os métodos propostos para reduzir as perdas totais no ferro.	36
Figura 12 - Etapas de recobrimento das partículas de ferro para formação do pó SMC de dupla camada.	40
Figura 13 – Esquemático da evolução da interface entre partículas na sequência de produção do SMC de dupla camada ZnO+H ₃ BO ₃	41
Figura 14 - Resumo da busca, situação legal e histórico de publicação de patentes relacionadas com óxido de nióbio e compósitos magnéticos moles.	43
Figura 15 - Resumo da busca, situação legal e histórico de publicação de patentes relacionadas com óxido de nióbio em conjunto com fase vítrea em aplicações elétricas e magnéticas.	44
Figura 16 – Fluxograma do procedimento experimental.	47
Figura 17 - Distribuição de tamanho de partícula do pó de ferro Fe _{40.37}	48
Figura 18 - Micrografia do pó de ferro Fe _{40.37} como recebido.	48
Figura 19 - Ciclo térmico para crescimento de grão de pó de ferro em forno tubular.	49
Figura 20 - Dimensões das amostras para medição das propriedades magnéticas do SMC.	53
Figura 21 - Ciclo térmico para alívio de tensões das amostras compactadas.	53

Figura 22 - Esquemático do funcionamento do dispositivo para medição da permeabilidade magnética relativa de forma preliminar.....	59
Figura 23 - Esquemático de medição de resistividade e foto do dispositivo construído.	60
Figura 24 – Micrografias ilustrando o tamanho de grão do pó antes (esquerda) e após (direita) o beneficiamento.....	62
Figura 25 – Distribuição do tamanho de partícula do pó como recebido e desagregado após o beneficiamento magnético.....	63
Figura 26 – Comportamento das perdas totais (esquerda) e da permeabilidade magnética relativa (direita) em 10 Hz dos pós de ferro Fe40.37 antes e após o beneficiamento magnético.	64
Figura 27 – Imagens de MEV (esquerda) e TEM (direita) das nanopartículas de óxido de nióbio.....	65
Figura 28 – Gráfico obtido através da análise de potencial zeta e tamanho hidrodinâmico das nanopartículas de óxido de nióbio.	65
Figura 29 – Análise de área superficial (BET) das nanopartículas de óxido de nióbio.	66
Figura 30 – Gráficos dos resultados de estabilidade (acima) e distribuição de tamanho de partícula (abaixo) da suspensão com nanopartículas de óxido de nióbio.....	67
Figura 31 - Imagens via SE e BSE de partículas de ferro recobertas com Nb ₂ O ₅ como demonstra a textura observada na superfície das partículas.	68
Figura 32 - Porcentagem de nióbio, interpretada como comparativo para espessura de camada de Nb ₂ O ₅ , em função dos parâmetros utilizados no processo de recobrimento das partículas de ferro.	69
Figura 33 - Coeficientes de perdas K _H e K _D atribuídos por meio de ajuste à curva de perdas das amostras produzidas neste projeto que puderam ser mensuradas.	70
Figura 34 - Correlação entre K _H e permeabilidade magnética relativa máxima.	72
Figura 35 - Curvas de tensão no bobinamento secundário versus corrente aplicada ao bobinamento primário (esquerda) e derivada da tensão em função da corrente aplicada (direita) para amostras de SMC comerciais cujos valores de permeabilidade magnéticas, indicados na legenda, foram previamente mensurados em bancada especializada.	73
Figura 36 - Correlação entre os valores obtidos para dV/di máximo de cada uma das amostras de SMC comerciais e seus valores de permeabilidade mensurados em bancada especializada.	73
Figura 37 - Correlação entre resistividade elétrica e coeficiente de perdas dinâmicas K _D	74

Figura 38 - Medidas de resistividade elétrica (esquerda) e relação entre tensão e corrente para determinação da permeabilidade magnética (direita) das amostras produzidas com recobrimento de silicato de potássio..... 75

Figura 39 - Compilado de resultados de permeabilidade e resistividade elétrica (dV/di) das amostras produzidas com silicato de potássio como segundo revestimento do SMC. 75

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Efeitos da composição e processamento sobre propriedades dos SMCs.	35
Tabela 2 – Condições preliminares de processamento das amostras durante execução do recobrimento com Nb ₂ O ₅ coloidal.....	54
Tabela 3 – Tratamento realizados com os comparativos magnéticos entre as amostras, onde C = número de ciclagens, RL = resfriamento lento e RP = resfriamento padrão.	63

LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGLAS

H ₃ BO ₃	Ácido bórico
BET	Brunauer-Emmet-Teller
H	Campo magnético aplicado
B	Campo magnético resultante
K _D	Coefficiente de perdas dinâmicas e parasitas
K _H	Coefficiente de perdas por histerese
β	Coefficiente geométrico
EDX	Espectroscopia por energia dispersiva de raios-x
Fe	Ferro
GGI	Grupo de Gestão da Informação
Hz	Hertz
μm	Micrometro
TEM	Microscópio eletrônico de transmissão
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
mM	Milimolar
nm	Nanômetro
B ₂ O ₃	Óxido de boro
ZnO	Óxido de zinco
Nb ₂ O ₅	Pentóxido de nióbio
μ	Permeabilidade magnética
J	Polarização magnética
ρ_r	Resistividade elétrica
K ₂ O·mSiO ₂	Silicato de potássio
SMC	<i>Soft magnetic composite</i> - Compósito magnético mole
T _g	Transição vítrea

SUMÁRIO

1.	Introdução	17
2.	Objetivos.....	19
2.1.	Objetivo Geral.....	19
2.2.	Objetivos Específicos.....	19
3.	Revisão bibliográfica	20
3.1.	Histerese e propriedades magnéticas	20
3.2.	Domínios magnéticos.....	22
3.3.	Perdas magnéticas em campos alternados	24
3.3.1.	Perda por histerese (W_h)	25
3.3.2.	Perda por correntes parasitas (W_{ep})	26
3.3.3.	Perda excedente (W_{exc}).....	28
3.4.	Materiais magnéticos moles.....	30
3.4.1.	Compósitos magnéticos moles (SMCs).....	32
3.4.1.1	Revestimentos isolantes aplicados em SMCs.....	37
3.4.1.2	SMCs de dupla camada	39
3.5.	Óxido de nióbio em SMCs.....	41
3.5.1.	Retrospecto científico	42
4.	Materiais e métodos.....	47
4.1.	Matérias-primas	47
4.1.1.	Pó de ferro base	48
4.1.2.	Óxido de nióbio	50
4.2.	Recobrimento das partículas de ferro	50
4.2.1.	Primeiro recobrimento: óxido de nióbio nanoparticulado	50
4.2.2.	Segundo recobrimento: fase vítrea	51
4.3.	Conformação e tratamento térmico.....	52

4.4.	Planejamento experimental	53
4.4.1.	Recobrimento com Nb ₂ O ₅ coloidal	54
4.4.2.	Recobrimento com silicato de potássio	55
4.5.	Técnicas de caracterização.....	55
4.5.1.	Microscopia óptica	55
4.5.2.	Microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	56
4.5.3.	Potencial zeta e diâmetro hidrodinâmico.....	56
4.5.4.	Área superficial (BET)	56
4.5.5.	Estabilidade e distribuição de tamanho de partículas	57
4.5.6.	Permeabilidade magnética e perdas.....	57
4.5.6.1	Dispositivos para avaliação magnética e elétrica	58
5.	Resultados e discussão.....	62
5.1.	Beneficiamento térmico do pó de ferro base	62
5.2.	Características do óxido de nióbio coloidal	64
5.3.	Avaliação do processo de recobrimento com Nb ₂ O ₅	67
5.4.	Validação dos dispositivos simplificados para avaliação magnética e elétrica	70
5.5.	Avaliação do processo de recobrimento com silicato de potássio	74
6.	Conclusão	77
7.	Sugestão de trabalhos futuros	79
8.	Referências	80

1. INTRODUÇÃO

A economia de energia tem sido um dos principais motivos para o desenvolvimento de novos materiais (ENERDATA, 2018), impulsionada pela preocupação mundial em torno do contínuo aumento no consumo de energia, das potenciais dificuldades no fornecimento de energia limpa a preços acessíveis, da contenção de recursos e dos impactos ambientais causados pelos processos produtivos (GUTFLEISCH et al., 2011; PÉRIGO et al., 2018). Nesse contexto, graças a desenvolvimentos voltados ao setor, realizados desde 2000, em nível mundial, foi possível evitar a necessidade de um aumento de 12% na demanda de energia elétrica global em 2017 (INTERNATIONAL ENERGY AGENCY, 2018). Em um cenário mais atual pós-pandemia, a demanda global por eletricidade aumentou 5%, alimentada por um inverno mais frio e pela dramática recuperação econômica mundial (INTERNATIONAL ENERGY AGENCY, 2021).

Com a motivação trazida por esse cenário de oportunidade, um fator que vem ganhando grande importância desde o início do século XXI é a eficiência dos produtos elétricos (ESPÍNDOLA, 2003). Dentro desse contexto, os materiais magnéticos desempenham um importante papel, uma vez que se encontram em um grande número de aplicações em produtos e em processos industriais dentro de diversos setores. Os mesmos se destacam no desenvolvimento de aplicações energéticas, principalmente por estarem relacionados à busca pela otimização de dispositivos relacionados à geração, ao condicionamento, ao transporte e à conversão de energia elétrica (GUTFLEISCH *et al.*, 2011). Dentre esses materiais, incluem-se os chamados materiais magnéticos moles, que apresentam a capacidade de amplificar a intensidade de um campo magnético ao qual são submetidos. Além de motores e geradores elétricos, esses materiais são também utilizados em uma grande gama de dispositivos como solenóides, dispositivos de controle de fluxo, sistemas de freio ABS, controle de tração positiva, relés e atuadores (LALL, 1992).

Dentre os materiais que possuem as características necessárias para utilização nessas aplicações, os compósitos magnéticos moles (*soft magnetic composite* – SMC) atendem especialmente bem as aplicações voltadas para média e alta frequência devido à sua alta resistividade elétrica, mas sendo utilizados até mesmo em baixas frequências em projetos especiais de máquinas elétricas. Esses compósitos, formados por partículas ferromagnéticas revestidas por uma camada isolante elétrica, apresentam características isotrópicas, permitindo assim o carregamento de fluxo magnético em três dimensões, diferentemente das tradicionais chapas de aço elétrico que são limitadas a duas dimensões (ANDERSSON, 2009; BOEHM;

HAHN, 2012). Tal característica permite a miniaturização de dispositivos contendo componentes em SMC, assim como a obtenção de designs inovadores, melhor eficiência energética e aplicações mais sofisticadas (HULTMAN; JACK, 2003). Além disso, o processamento de componentes baseados nessa tecnologia seguem técnicas da metalurgia do pó, gerando componentes com a geometria final ou com necessidades de apenas pequenas alterações, possibilitando alta produtividade e um menor desperdício de material (ANDERSSON, 2009; CREMONEZI; LOPES, 2009; SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

Embora determinada aplicação exija um dado desempenho, de maneira geral, para os materiais ferromagnéticos moles, incluindo os SMCs, busca-se uma combinação de elevados valores de magnetização de saturação, resistividade e permeabilidade, e baixas coercividade e perdas magnéticas (GUTFLEISCH *et al.*, 2011; PÉRIGO *et al.*, 2018). Particularmente, a tecnologia de preparação e a composição do SMC são os fatores mais importantes para a otimização dessas propriedades (LAUDA *et al.*, 2016). Sendo que as mesmas dependem tanto das características da partícula ferromagnética, quanto do seu revestimento isolante. Dessa forma, um dos campos de pesquisa de destaque dentro dessa área se concentra no desenvolvimento destes revestimentos.

Tendo tudo isso em vista, o presente trabalho tem como objetivo avaliar o desenvolvimento de um compósito magnético mole baseado em partículas ferromagnéticas recobertas com pentóxido de nióbio nanoparticulado e fases vítreas – óxido de boro e silicato de potássio. Através da sinergia entre os compostos isolantes selecionados e ajustes de parâmetros dos recobrimentos (tempo de mistura entre pó de ferro e suspensão de Nb_2O_5 , concentração molar da solução de nanopartículas de óxido de nióbio e concentração mássica de silicato de potássio) pôde-se ainda investigar os efeitos destes parâmetros sobre as propriedades elétricas e magnéticas do compósito desenvolvido, visando principalmente a minimização das perdas magnéticas. A fase vítrea de silicato de potássio - com elevada resistividade elétrica, baixo custo e fácil manipulação - foi utilizada em substituição ao precursor de fase vítrea ácido bórico, utilizado em desenvolvimentos anteriores.

Propõe-se neste estudo a realização de um plano experimental que visa encontrar os melhores parâmetros de recobrimento das nanopartículas de Nb_2O_3 com o pó de ferro em um SMC de dupla camada utilizando como camada vítrea o óxido de boro, com parâmetros de recobrimento fixados baseados em resultados anteriores obtidos no laboratório. Assim, possibilitando identificar as amostras com combinação de parâmetros de recobrimento com

Nb_2O_3 mais promissora e, posteriormente, o recobrimento da fase vítrea com silicato de potássio.

2. OBJETIVOS

2.1. Objetivo Geral

Este trabalho tem como objetivo central avaliar a utilização de nanopartículas de pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) e fases vítreas como recobrimentos isolantes de partículas ferromagnéticas em compósitos magnéticos moles. O trabalho busca avaliar os efeitos dos processos de recobrimento sobre as propriedades magnéticas do novo compósito magnético mole de dupla camada.

2.2. Objetivos Específicos

- Estudar e otimizar o tratamento térmico de beneficiamento das propriedades magnéticas do pó de ferro base Fe40.37 através do crescimento de seus grãos;
- Investigar os efeitos dos parâmetros de mistura (concentração de Nb_2O_5 e tempo de mistura) sobre as propriedades magnéticas do SMC de dupla camada;
- Desenvolver métodos para caracterização magnética e elétrica das amostras do SMC através da produção de dispositivos simplificados;
- Avaliar a variação das propriedades magnéticas do SMC de dupla camada em função da concentração mássica de silicato de potássio.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

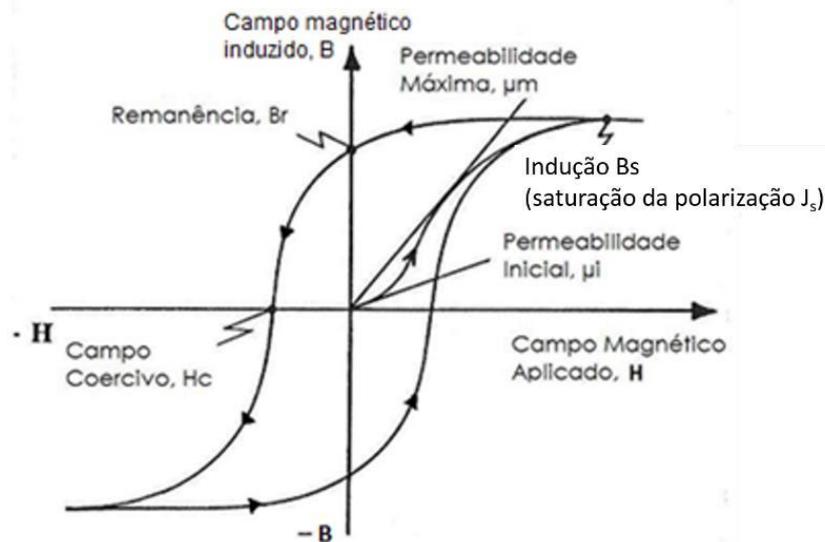
Esta seção trata sobre os temas relevantes para o desenvolvimento e total entendimento deste trabalho. O primeiro tópico introduz os procedimentos de medição magnética e apresenta brevemente conceitos e propriedades de interesse para desenvolvimento de materiais magnéticos; o segundo tópico aprofunda essa discussão apresentando como ocorre o arranjo de pequenas regiões dentro do material (domínios magnéticos) como resposta à aplicação de campos magnéticos externos durante o processo de magnetização; o terceiro tópico finaliza a explicação das propriedades de interesse introduzindo o conceito de perdas magnéticas em campos alternados, uma das principais respostas nas caracterizações de materiais magnéticos moles; o quarto tópico introduz de forma ampla o conceito de materiais magnéticos moles em termos de aplicação e materiais clássicos, aprofundando essa revisão do estado da arte para compósitos magnéticos moles (SMC), uma classe que vem se destacando dentro da área de materiais magnéticos moles; e, por fim, o quinto tópico introduz o óxido de nióbio em SMCs, apresentando também uma pesquisa de anterioridade científica e patentária sobre os mesmos contendo Nb_2O_5 em sua composição, apontando as oportunidades que motivaram o desenvolvimento deste trabalho.

3.1. Histerese e propriedades magnéticas

Independente do estado físico, todos os materiais apresentam características magnéticas resultantes do estado de spin dos elétrons dos átomos e de sua interação quando submetidos a campos magnéticos externos (CULLITY; GRAHAM, 2008). Porém, são os materiais ferromagnéticos que ao serem colocados na presença de um campo magnético se imantam fortemente, gerando um campo magnético muitas vezes maior do que o aplicado. É verificado que a presença de um material ferromagnético torna o campo magnético resultante centenas de vezes mais intenso (CULLITY; GRAHAM, 2008; LALL, 1992).

As propriedades magnéticas dos materiais ferromagnéticos, as quais naturalmente determinam as aplicações desses materiais, são comumente avaliadas através de uma curva de histerese gerada através da aplicação de um campo H sobre o material em que se mede a resposta em termos da densidade de fluxo B (JILES, 1991; VACHON; GELINAS, 2014), como apresentado na Figura 1.

Figura 1 – Curva de histerese BxH típica para materiais ferromagnéticos.



Fonte: Adaptado de LALL, 1992.

A permeabilidade magnética (μ), dada pela razão entre a densidade de fluxo e o campo aplicado, definida pela Equação (1) (JAKUBOVICS, 1987), é indicada pelas linhas tangentes à curva de magnetização inicial, ou seja, à curva que parte do material desmagnetizado (coordenadas (0,0) no gráfico). Sendo bastante comum a comparação de materiais de acordo com a sua permeabilidade máxima, μ_m , tomada como a maior razão B/H de uma curva de magnetização inicial, representada pela semi-reta que liga a origem à tangente ao “joelho” da curva BxH saturada como apresentado na Figura 1 (LALL, 1992).

$$\mu = B/H \quad (1)$$

A permeabilidade magnética também pode ser caracterizada como o grau de facilidade com que um fluxo magnético consegue atravessar o material (CSANYI, 2011). Se o material apresenta boa permeabilidade significa que o mesmo é de fácil magnetização. Em outras palavras, ela pode ser descrita como um amplificador de propriedades magnéticas do material ferromagnético (BOTELHO, 2012).

À medida que H é aumentado além do valor de campo aplicado onde se atinge a permeabilidade máxima, a taxa em que ocorre o aumento da densidade de fluxo vai se tornando cada vez menor até que se atinja um ponto de saturação J_s associado a uma indução magnética apresentada como B_s na Figura 1. A partir desse ponto, um campo externo aplicado não mais terá efeito de polarização no material e o material é dito encontrar-se no estado saturado.

Após atingir a saturação magnética no material e reduzir o valor de H , a curva de magnetização segue um caminho distinto do inicial, o que justifica o termo "histerese". Quando o campo aplicado é reduzido a zero, permanece uma indução residual B_r , conhecida como remanência. Para restaurar a condição de indução magnética igual a zero, é necessário aplicar um campo coercivo H_c (SILVEYRA et al., 2018), de magnitude oposta ao campo inicialmente induzido. Ao aumentar o campo aplicado além de H_c , ocorre a saturação da polarização no sentido oposto, porém com a mesma magnitude em relação à saturação alcançada na magnetização inicial. Por fim, ao retirar o campo aplicado e aumentar H na direção inicial, fecha-se o ciclo de histerese, resultando em uma curva simétrica. A área dentro desse ciclo é responsável por importantes propriedades do material, denominadas perdas magnéticas (JAKUBOVICS, 1987).

3.2. Domínios magnéticos

O cientista francês Pierre Weiss, em 1906, introduziu dois notáveis conceitos que permitiam um melhor entendimento dos materiais ferromagnéticos. O primeiro deles destaca que tais materiais demonstram uma magnetização intrínseca, mesmo na ausência de um campo magnético externo. O segundo conceito refere-se à subdivisão desses materiais em pequenas regiões conhecidas como domínios magnéticos, onde os momentos magnéticos atômicos estão alinhados na mesma direção. Esses domínios são separados por estruturas chamadas de paredes de domínio (LALL, 1992).

A teoria formulada por Pierre Weiss sugere que, com o intuito de minimizar a energia magnetostática, cada domínio é direcionado ao longo da direção mais fácil, porém em uma orientação oposta ao domínio adjacente. Dessa maneira, a indução de cada domínio se neutraliza com a do domínio vizinho, resultando em uma indução total nula quando consideramos todo o material em seu estado desmagnetizado. A Figura 2 apresenta um esquema da organização dos domínios magnéticos em um material policristalino. Devido às variações na orientação cristalográfica de grão para grão, a direção da fácil magnetização também acompanha essas variações. (LALL, 1992).

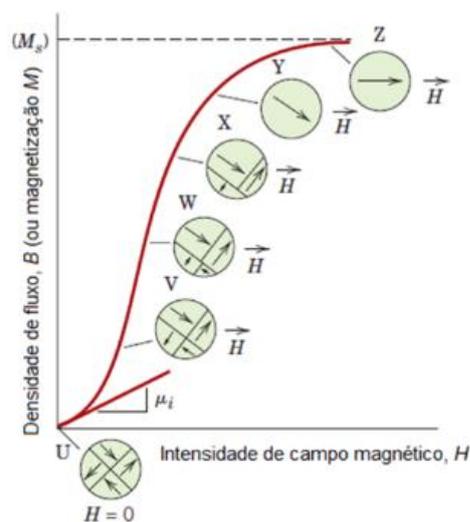
Figura 2 – Domínios magnéticos dentro de um material policristalino.



Fonte: GORKUNOV; DRAGOSHANSKY, 2000.

A teoria dos domínios é fundamental para explicar o processo de magnetização e desmagnetização, que se manifesta na curva de histerese do material. Quando um campo magnético é aplicado a um material ferromagnético que inicialmente está desmagnetizado, esse campo tem o efeito de promover o crescimento dos domínios que estão alinhados com a sua direção preferencial, em detrimento dos domínios orientados de outras formas. Esse crescimento é alcançado por meio da movimentação das paredes de domínio. À medida que a intensidade do campo magnético externo aplicado aumenta, os domínios restantes são compelidos a girar para se alinhar com o campo aplicado, como ilustrado na Figura 3. Durante o processo de desmagnetização, a resposta do material depende de vários fatores, incluindo a mobilidade das paredes de domínio e a presença de domínios na direção oposta (LALL, 1992).

Figura 3 - Movimentação das paredes e rotação dos domínios no processo de magnetização.



Fonte: traduzido de CULLITY; GRAHAM, 2008.

3.3. Perdas magnéticas em campos alternados

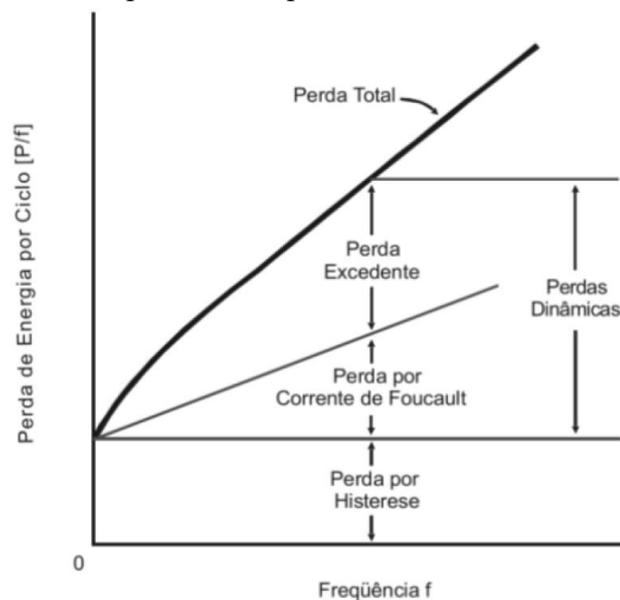
A procura por processos que resultem em materiais com perdas cada vez menores está atrelada ao avanço no conhecimento dos mecanismos que geram as perdas magnéticas (ESPÍNDOLA, 2003).

Estas perdas magnéticas consistem na energia que se perde quando a mesma é aplicada para atingir determinado nível de indução magnética em um campo alternado com frequência definida. Esta energia despendida é geralmente convertida em calor e diminui a eficiência da máquina elétrica (KOLLÁR et al., 2013).

De acordo com a teoria de separação de perdas, a perda total no ferro W_t , para qualquer material, pode ser decomposta na soma de uma parcela estática, composta pela perda por histerese, W_h (FIORILLO, 2004), e outra parcela dinâmica, sendo esta última formada pelas perdas por correntes parasitas (ou por corrente de Foucault), W_{cp} , e perdas excedentes, W_{exc} (BERTOTTI, 1988). A Equação (2), bem como a Figura 4, ilustram esta separação de perdas para uma dada frequência de magnetização, f expressa em Hz.

$$W_t(f) = W_h + W_{cp}(f) + W_{exc}(f) \quad [\text{J/m}^3] \quad (2)$$

Figura 4 – Esboço das componentes da perda total no ferro em função da frequência.



Fonte: SILVA JÚNIOR, 2007.

A componente de perdas por histerese, W_h , é independente da frequência de magnetização, enquanto as componentes de perdas por correntes parasitas, $W_{cp}(f)$, e de perdas

excedentes, $W_{exc}(f)$, aumentam com a frequência de magnetização. Estas três componentes são associadas a diferentes mecanismos que serão discutidos brevemente a seguir.

Essas perdas também são comumente estudadas na forma das potências dissipadas, partindo da multiplicação da Equação (2) pela frequência de magnetização e divisão pela densidade do material, ρ , resultando na Equação (3):

$$P_t(f) = P_h(f) + P_{cp}(f) + P_{exc}(f) = W_h \frac{f}{\rho} + W_{cp}(f) \frac{f}{\rho} + W_{exc}(f) \frac{f}{\rho} \quad [\text{W/kg}] \quad (3)$$

As perdas totais são ainda comumente modeladas para utilização em softwares de simulação e desenvolvimento de dispositivos eletromagnéticos através da equação de Steinmetz e suas variações, de onde o modelo mais comumente utilizado para chapas de aço elétrico é dado na Equação (4). Em que K_H , α , K_{cp} e K_{exc} são coeficientes de ajuste para o material modelado, sendo os dois primeiros associados às perdas por histerese, enquanto os dois últimos são respectivamente associados às perdas por corrente parasita e às perdas excedentes.

$$P_t = K_H B^\alpha f + K_{cp} B^2 f^2 + K_{exc} B^2 f^{1,5} \quad [\text{W/kg}] \quad (4)$$

Originalmente o formalismo de separação de perdas foi desenvolvido e testado para aços elétricos laminados, porém, pode ser expandido para outros materiais magnéticos, como os compósitos magnéticos moles, se devidamente consideradas as diferenças estruturais e magnéticas destes (KOLLÁR et al., 2013).

3.3.1. Perda por histerese (W_h)

A perda por histerese (W_h) consiste na energia dissipada resultante do fenômeno da histerese magnética, em que o material, após ter sido magnetizado, não retorna sua magnetização a zero com a retirada do campo magnetizante, retendo um valor residual que necessita de energia adicional para ser levado a zero.

Esse tipo de perda está relacionado com a dificuldade na movimentação das paredes de domínio durante a magnetização/desmagnetização do material. Durante esse processo, a inversão de fluxo se concentra nas paredes de domínio e, mesmo com uma excitação quase estática, surgem pequenas correntes parasitas devido ao deslocamento destas paredes. Este deslocamento também pode ser dificultado por defeitos estruturais, ocorrendo de forma

intermitente e brusca (efeito Barkhausen). Pulsos de correntes, com duração de aproximadamente 10^{-9} s, são gerados em volta destes segmentos de parede de domínio a cada deslocamento brusco e dissipados por efeito Joule. Como o tempo destes pulsos é de ordens de magnitude menor do que o período de magnetização ($1/f$), pode-se dizer que W_h é independente de f , sendo por isso também chamada de perda estática (FIORILLO, 2004).

A perda por histerese, de uma maneira mais geral, pode ser dada pela Equação (5):

$$W_h = \oint HdB \quad [\text{J/m}^3] \quad (5)$$

Em aplicações de baixas frequências, é importante destacar que a principal contribuição para as perdas totais é a perda por histerese. No entanto, essa perda pode ser reduzida por meio de processos que diminuam a coercividade do material, o que pode ser alcançado através de diversas estratégias, como o aumento do tamanho de grão, a redução das impurezas, o aumento da densidade do material e o alívio das tensões residuais. Isso ocorre porque os contornos de grão, as impurezas e as regiões tensionadas atuam como pontos de ancoragem para as paredes de domínio, aumentando a resistência à magnetização. Além disso, porosidades no material também contribuem para a geração de campos desmagnetizantes, os quais aumentam as perdas (KOLLÁR et al., 2013; SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

3.3.2. Perda por correntes parasitas (W_{cp})

A segunda componente na Equação (2), W_{cp} , é uma parcela diretamente dependente da frequência de magnetização, sendo calculada mediante a aplicação das leis de Maxwell ao material (FIORILLO, 2004). Essa contribuição de perdas está intrinsecamente ligada à circulação de correntes parasitas no núcleo ferromagnético, as quais são induzidas pelo campo magnetizante alternado (KOLLÁR et al., 2013). A componente de perdas associada a estas correntes em um material maciço é dada pela Equação (6):

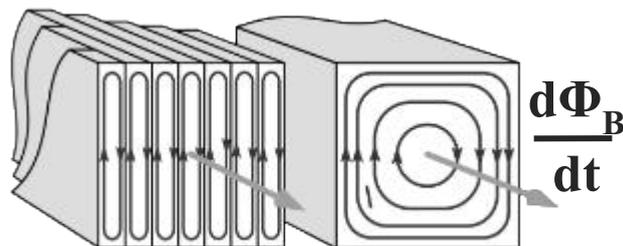
$$W_{cp} = \frac{(\pi d_{ef} B_m)^2}{\beta \rho_R} f \quad [\text{J/m}^3] \quad (6)$$

Onde d_{ef} é a dimensão efetiva das correntes parasitas, B_m a indução magnética máxima do ciclo de magnetização, ρ_R a resistividade elétrica do material e β um coeficiente geométrico.

Uma estratégia eficaz para reduzir a componente W_{cp} em rotores e estatores de motores elétricos envolve o empilhamento de chapas de ferro-silício laminado, mantendo-as isoladas umas das outras. Essa abordagem tem o propósito de diminuir o caminho efetivo d_{ef} por onde as correntes parasitas circulam. Ao empilhar e isolar as chapas de forma paralela à direção do campo magnético alternado, conforme ilustrado na Figura 5, as correntes parasitas ficam confinadas na espessura de cada chapa, resultando em uma drástica redução da componente W_{cp} (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

Além disso, a laminação das chapas oferece a vantagem adicional de aumentar a permeabilidade do material, graças ao processo de texturização e à possível orientação dos grãos. No entanto, é importante ressaltar que essa abordagem de alta eficiência é mais adequada a geometrias que permitem o fluxo bidimensional, com as chapas alinhadas paralelamente ao eixo da indução magnética (BOEHM; HAHN, 2012).

Figura 5 - Correntes parasitas geradas em um material condutor maciço (direita) e em chapas isoladas (esquerda) por uma variação de fluxo magnético.

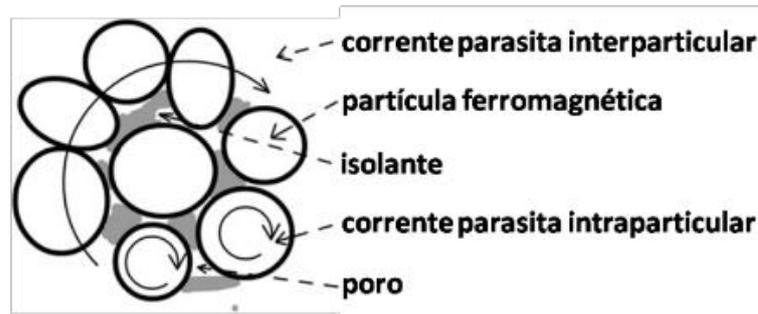


Fonte: adaptado de TONTINI, 2017.

Outra estratégia eficaz para reduzir a componente W_{cp} envolve a produção de materiais compostos nos quais cada partícula de material magnético é completamente revestida por um material isolante. Isso tem o efeito de confinar as correntes parasitas dentro de cada partícula, minimizando suas contribuições. Esses materiais são conhecidos como compostos magnéticos moles, ou SMCs, os quais serão explorados em detalhes adiante.

Em relação a esses materiais, as perdas clássicas devido às correntes parasitas podem ser compreendidas como a combinação de dois tipos de correntes: aquelas que ocorrem no interior de cada partícula, de maneira perfeitamente isolada (correntes intraparticulares), e aquelas que se desenvolvem entre as partículas quando há alguma falha no revestimento isolante (correntes interparticulares), como ilustrado na Figura 6 (KOLLÁR et al., 2013).

Figura 6 - Caminhos de corrente parasita em compósitos magnéticos moles: interparticulares e intraparticulares



Fonte: traduzido de KOLLÁR et al., 2013.

No que diz respeito às perdas clássicas por corrente parasita interparticulares (W_{cp}^{inter}), o comportamento dessas perdas pode ser equacionado tal qual a apresentada para os materiais *bulk* da Equação (6), onde ρ_R é a resistividade elétrica do compósito magnético mole.

Em relação às perdas por corrente parasita intraparticulares (W_{cp}^{intra}), pode-se estimar o valor dessas perdas considerando uma aproximação em que o material é composto por partículas esféricas perfeitamente isoladas. Nessa abordagem, o valor de W_{cp}^{intra} pode ser estimado utilizando o diâmetro médio das partículas como d_{ef} e um valor de $\beta=20$, conforme mostrado na Equação (7). Nesse contexto, ρ_N representa a resistividade elétrica do material ferromagnético no interior da partícula.

$$W_{cp}^{intra} = \frac{(\pi d B_m)^2}{20 \rho_N} f \quad (7)$$

Porém, caso não haja integridade completa da fase isolante, este valor estimado é muito inferior ao observado experimentalmente. Nesse caso, deve-se considerar d_{ef} como uma média da distribuição do tamanho de conjuntos de partículas em contato, ou diâmetro circular efetivo de partículas interconectadas (RODRIGUES et al., 2001).

3.3.3. Perda excedente (W_{exc})

A perda excedente ou perda anômala, como o próprio nome indica, é originada supostamente pelo excesso de correntes induzidas e está associada ao movimento não

conservativo das paredes dos domínios magnéticos durante o processo de magnetização devido a heterogeneidades no material (BERTOTTI, 1988).

Várias teorias foram construídas para avaliar estas perdas chamadas excedentes. A mais aceita atualmente baseia-se em uma análise estatística da organização dos domínios e paredes magnéticas. Foi definida uma nova entidade física, o “objeto magnético” ou OM, que representa um “pacote” de domínios magnéticos que se invertem acompanhando a direção do campo magnético (BERTOTTI, 1988). Para vários materiais magnéticos, a componente é expressa pela Equação (8):

$$W_{exc} = 2B_m n_0 V_0 \left(\sqrt{1 + \frac{16GSB_m f}{n_0^2 V_0 \rho_R}} - 1 \right) \quad [\text{J/m}^3] \quad (8)$$

Onde n_0 é o número de objetos magnéticos ativos no processo de magnetização com corrente contínua, V_0 é o parâmetro do material referente ao ancoramento local do campo magnético, S a seção reta do material perpendicular ao fluxo magnético, B_m a indução máxima, f a frequência de magnetização, ρ_R a resistividade elétrica do material e G um coeficiente adimensional igual a 0,1356 (KOLLÁR et al., 2013).

Se a condição $(16GSB_m f / n_0^2 V_0 \rho_R) \gg 1$ é satisfeita, encontra-se a dependência $W_{exc} \sim f^{1/2}$ (BERTOTTI, 1988). No entanto, segundo Kollár *et al.*, para materiais heterogêneos com altos valores de ρ_R e/ou n_0 , como os SMCs, vale a condição $(16GSB_m f / n_0^2 V_0 \rho_R) \ll 1$, permitindo uma expansão de Taylor da Equação (9), levando à expressão:

$$W_{exc} = \frac{16GSB_m^2 f}{n_0^2 \rho_R} \quad (9)$$

Desta forma, no caso de SMCs, a componente de perda excedente W_{exc} apresentaria a mesma dependência linear com a frequência que a componente W_{cp} , de tal forma que para SMCs a equação de Steinmetz, diferentemente da apresentada previamente na Equação (4) para chapas de aço, assume a forma das Equações (10) e (11) a seguir (PÉRIGO et al., 2018):

$$P_t = K_H B^\alpha f + K_{cp} B^2 f^2 + K_{exc} B^2 f^2 \quad (10)$$

$$P_t = K_H B^\alpha f + K_D B^2 f^2 \quad (11)$$

em que o coeficiente K_D representa as perdas dinâmicas, soma das perdas parasitas intra e interparticulares com as perdas excedentes.

Considerando que as perdas totais durante o processo de magnetização têm origens diversas, abordagens e materiais variados são empregados para reduzi-las em situações específicas, onde se requerem níveis definidos de indução máxima e frequência de magnetização. Portanto, ao escolher materiais magnéticos moles, é crucial analisar minuciosamente como eles se comportam em termos de perdas nas condições específicas de uma determinada aplicação.

3.4. Materiais magnéticos moles

Dentre os materiais magnéticos moles disponíveis comercialmente, as chapas de aço elétrico desempenham um papel proeminente na fabricação de máquinas e componentes elétricos. No entanto, devido à alta condutividade elétrica desses materiais, sua eficiência é consideravelmente reduzida em aplicações de média e alta frequência (geralmente acima de 400 Hz). Como resultado, o uso do aço elétrico está geralmente limitado a aplicações de baixa frequência (BOEHM; HAHN, 2012). Adicionalmente, o aço elétrico laminado é eficaz na condução do fluxo magnético em apenas duas dimensões, o que restringe as opções de design para componentes. Por fim, é importante ressaltar que o processo de estampagem utilizado na produção de estatores e rotores com essas chapas resulta em um significativo desperdício de material (BOEHM; HAHN, 2012).

Os componentes sinterizados à base de Fe, Ni e Co ou combinação desses elementos possuem aplicações principalmente na indústria eletroeletrônica (CREMONEZI; LOPES, 2009). Esses normalmente apresentam alta densidade de fluxo magnético, a qual é associada com a pureza do material e densidade da peça sinterizada (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007). No entanto, devido à alta condutividade elétrica desses materiais, o uso dos mesmos em aplicações em alta frequência é limitado, assim como acontece com os aços elétricos.

Uma alternativa de materiais magnéticos moles utilizada para alta frequência são as ferrites moles, como as ferrites de Mn-Zn e Ni-Zn. Esses materiais apresentam alta resistividade e, portanto, não possuem grandes problemas em aplicações de alta frequência como os aços elétricos. Por outro lado, as ferrites apresentam baixa densidade de fluxo magnético, o que

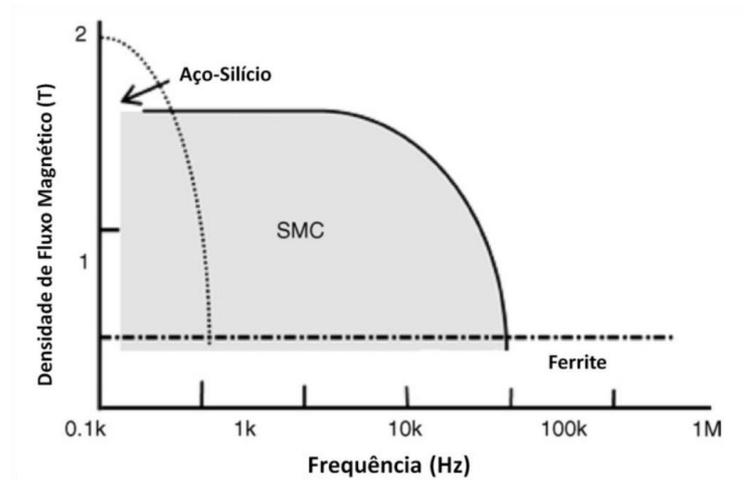
exigiria, para muitas aplicações, um núcleo ferromagnético demasiadamente grande para compensar o baixo nível de indução (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

No caso dos compósitos magnéticos moles, com densidade de fluxo máxima superior à das ferrites moles e que apresentam uma resistividade consideravelmente superior à dos aços elétricos, é viável sua utilização em uma ampla faixa de frequências (DE WULF et al., 2002; GIMÉNEZ et al., 2006; SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007; SLUSAREK et al., 2013). Adicionalmente, esses compósitos exibem uma distribuição isotrópica de fluxo magnético, oferecendo aos projetistas uma gama maior de opções de formatos em comparação com chapas elétricas. Isso, por sua vez, pode resultar em possibilidades de miniaturização e economia de materiais que interagem com componentes ferromagnéticos, como fios de cobre e ímãs permanentes em motores elétricos (DE WULF et al., 2002; SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

Apesar da resistência mecânica dos componentes em SMC ser geralmente inferior à do aço elétrico, ela tende a ser suficiente para suportar as demandas típicas das aplicações. Vale ressaltar que, graças ao aproveitamento das técnicas de metalurgia do pó na produção, as peças fabricadas com esses compósitos em pó apresentam baixíssimo desperdício, uma vez que podem ser produzidas diretamente em suas formas finais ou requerer apenas pequenas modificações geométricas (BOEHM; HAHN, 2012; CREMONEZI; LOPES, 2009; DE WULF et al., 2002). Além disso, os componentes podem ser produzidos de forma modular, o que facilita operações de montagem e reciclagem dos dispositivos que se utilizam desses materiais.

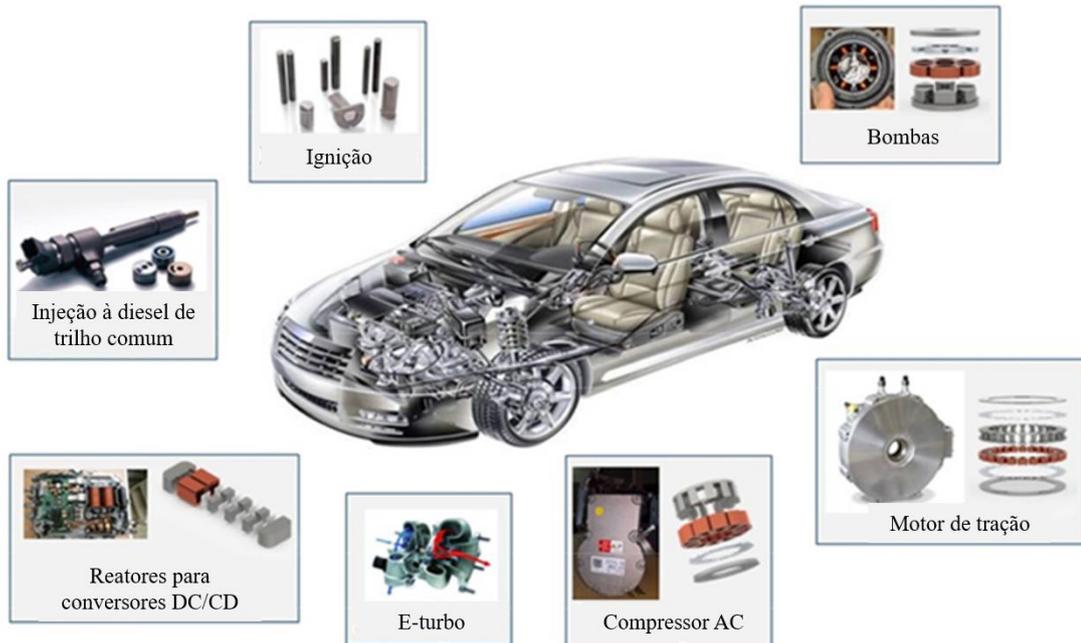
A Figura 7 mostra as regiões de aplicação em termos de frequência de magnetização e densidade de fluxo magnético para os materiais magnéticos moles apresentados anteriormente. A combinação de alta densidade de fluxo máxima e utilização em alta frequência são características chave para miniaturização de dispositivos elétricos com manutenção da potência (SCHOPPA; DELARBRE, 2014), tornando o SMC a escolha ideal para aplicações com espaços limitados como em componentes para a indústria automotiva, conforme demonstrado na Figura 8.

Figura 7 - Áreas de aplicação para ferrites, chapas de aço elétrico e SMCs.



Fonte: traduzido de SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007.

Figura 8 - Principais aplicações em potencial para o SMC na indústria automotiva.



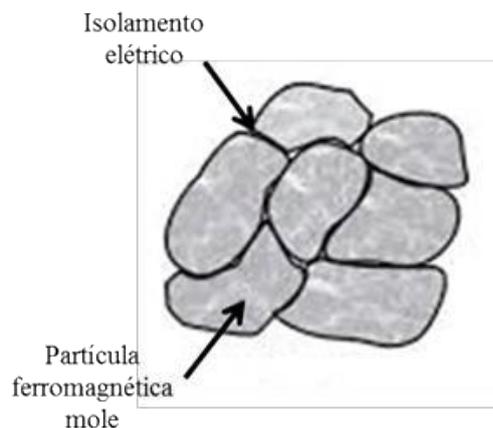
Fonte: adaptado de TAN et al., 2020.

3.4.1. Compósitos magnéticos moles (SMCs)

Os compósitos magnéticos moles podem ser entendidos, de maneira geral, como um núcleo multifásico onde pelo menos uma fase isolante elétrica recobre partículas compostas por um material ferromagnético mole, tipicamente ferro puro, conforme esquematiza a Figura 9.

Pesquisas envolvendo SMCs para aplicações eletromagnéticas são um campo de contínuo crescimento. Este conceito tem como objetivo reduzir as perdas no núcleo por introduzir uma elevada resistividade através do aumento do isolamento interfacial. A resistividade pode ser modificada de acordo com a aplicação de interesse, variando o tamanho de partícula e a espessura do isolamento, por exemplo. Desta maneira, os compósitos magnéticos moles apresentam uma flexibilidade em termos de aplicações por exibirem vários níveis de combinações de saturação magnética e resistividade elétrica (PÉRIGO et al., 2018; SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

Figura 9 - Esquema da microestrutura de um SMC.



Fonte: adaptado de GRAMATYKA et al., 2006.

A ideia de produzir um material compactado com um isolamento entre as partículas é antiga, datando de cerca de 100 anos atrás, porém esses compósitos eram raramente utilizados devido as suas propriedades, as técnicas de fabricação e as aplicações não estarem suficientemente desenvolvidas. Com o melhoramento da matéria-prima e desenvolvimento de novas técnicas de processamento, os SMCs tiveram seu uso aumentado recentemente principalmente substituindo as chapas de ferro-silício utilizadas em motores elétricos (ANDERSSON, 2009; BARBOZA, 2009; BOEHM; HAHN, 2012; CASTRO; RODRIGUES; LANDGRAF, 2004; LIEW et al., 2007; MAGNUSSEN et al., 2004; PENNANDER; JACK, 2003; SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

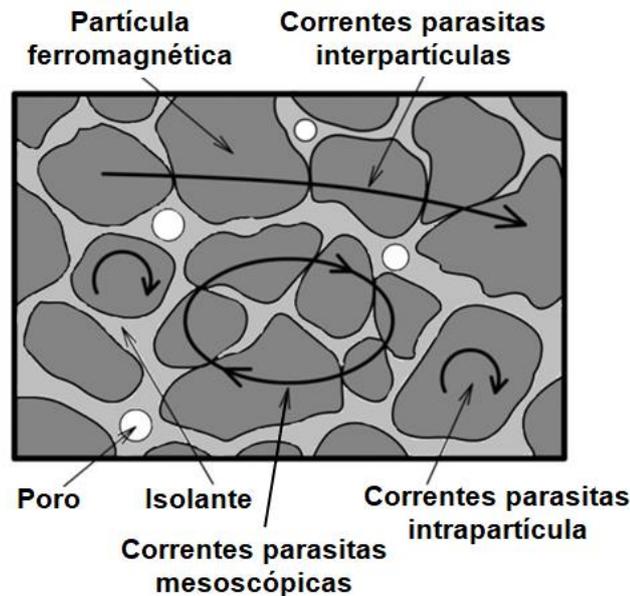
Uma das principais vantagens dos compósitos magnéticos moles está no fato de abrirem novas possibilidades de projeto de motores devido a sua natureza isotrópica. Diferentemente das chapas de Fe-Si, normalmente utilizadas para essas aplicações, estes materiais têm a possibilidade de conduzir o fluxo magnético de forma homogênea em 3 dimensões. Designs inovadores e aplicações mais sofisticadas podem ser realizadas, reduzindo o tamanho e a

quantidade de cobre utilizada (GUO et al., 2006; SKARRIE, 2001). Os SMCs são adequados para várias aplicações eletromagnéticas de corrente alternada ou de corrente contínua, como em transformadores e eletromotores, e também como circuitos eletromagnéticos, sensores, dispositivos de atuação eletromagnética, sistemas de vedação magnética e blindagem de campo magnético, por exemplo (KOLLÁR et al., 2013).

Ainda comparados com as chapas de Fe-Si, os SMCs apresentam uma baixa perda em altas frequências (normalmente, acima de 400 Hz) e um processamento mais sustentável. A operação de estampagem realizada nas chapas induz tensões que prejudicam as propriedades magnéticas, gera certa quantidade de sucata e, usualmente, também requer uma etapa de rebarbação. Enquanto isso, através da metalurgia do pó, é possível obter componentes em geometrias relativamente complexas, fabricados em formato próximo ao de projeto, com grande precisão dimensional, utilização eficiente de material e alta produtividade (HULTMAN; JACK, 2003; KOLLÁR et al., 2013; MACHADO, 2020; OIKONOMOU et al., 2014; VACHON; GELINAS, 2014).

Em frequências mais altas, as perdas por correntes parasitas se tornam mais importantes e, em materiais heterogêneos como os SMCs, elas podem aparecer em diferentes formas, como mostra a Figura 10. Existem correntes parasitas entre partículas, que circulam entre partículas ferromagnéticas não perfeitamente isoladas entre si (com caminhos de corrente semelhantes aos dos materiais homogêneos), e as correntes parasitas intrapartículas, fluindo em seções transversais das partículas ferromagnéticas. Nessa ilustração, também são mostradas correntes parasitas mesoscópicas, que estão relacionadas à possibilidade de criação de correntes de fuga em aglomerados de partículas ferromagnéticas com contato elétrico, dependendo de como essas partículas estão arranjas (PÉRIGO *et al.*, 2018).

Figura 10 - Ilustração das correntes parasitas intrapartículas, interpartículas e mesoscópicas.



Fonte: traduzido de PÉRIGO et al., 2018.

O revestimento isolante que deve separar individualmente cada partícula de pó é a característica fundamental desta tecnologia. A sua espessura, cobertura e resistência sob as diferentes etapas do processamento são aspectos chave para as propriedades finais do componente (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007). De forma resumida, a Tabela 1 apresenta as dependências de cada propriedade em relação à composição e ao processo de fabricação dos SMCs. A Figura 11 apresenta de maneira esquemática meios de se reduzir as perdas eletromagnéticas nos mesmos.

Tabela 1 – Efeitos da composição e processamento sobre propriedades dos SMCs.

	I	II	III	IV	V
Permeabilidade	↑	↓	↓	↑	↑
Máxima densidade de fluxo	↑	↓	↓	↑	↑
Coercividade	↑	—	—	↑	↓
Resistividade	↓	↑	↑	—	↓
Condutividade térmica	↑	↓	↓	↑	↑
Resistência mecânica	↓	↓	↑	↑↓*	↑**

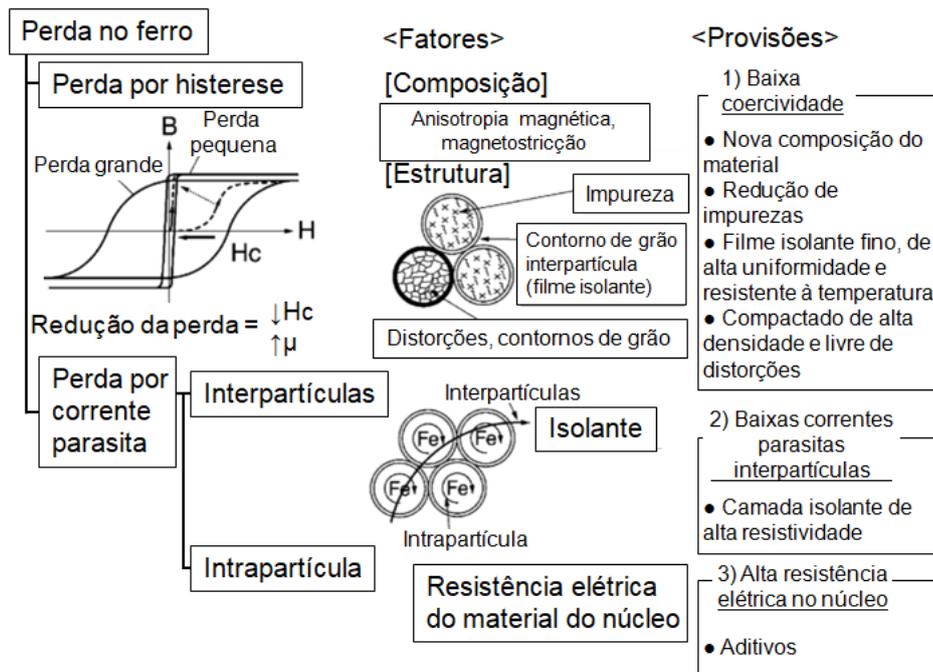
(I) Aumento do tamanho de partícula; (II) Adição de lubrificante; (III) Adição de ligante; (IV) Aumento da pressão de compactação; (V) Tratamento térmico.

* Em um material contendo ligante, a resistência mecânica aumenta com o aumento da compactação, enquanto o comportamento contrário ocorre em um material sem ligante.

** Em um material com resina, a resistência mecânica aumenta até temperaturas próximas de 200 °C devido a uma melhor distribuição da resina. Acima dessa temperatura, a resina deteriora e a resistência decai. Em material sem resina, tem-se um aumento monótono da resistência com o aumento da temperatura.

Fonte: traduzido de SKARRIE, 2001.

Figura 11 - Esquema contendo os métodos propostos para reduzir as perdas totais no ferro.



Fonte: traduzido de SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007.

Apesar de seguirem a rota convencional da metalurgia do pó, conforme comentado, os SMCs não passam pela etapa de sinterização em altas temperaturas, sendo submetidos apenas a um tratamento térmico de alívio de tensões e aumento da resistência mecânica do compósito. Devido à susceptibilidade de degradação do revestimento isolante, este tratamento térmico muitas vezes é realizado em temperaturas relativamente baixas.

Embora apresentem muitas vantagens, os compósitos magnéticos moles têm algumas limitações. Quando comparados aos aços elétricos, possuem menor permeabilidade magnética máxima, tornando-os preferíveis em aplicações onde a permeabilidade não é crítica, como em motores elétricos de ímãs permanentes, por exemplo (VACHON; GELINAS, 2014). Além disso, os SMCs têm perdas por histerese mais elevadas, limitando, assim, a sua utilização em baixa frequência, bem como possuem menor resistência mecânica (MACHADO, 2020).

Conforme exposto nessa seção, o conceito de SMC é muito flexível, uma vez que as propriedades finais do componente dependem das características do pó ferromagnético, do revestimento isolante e do processamento (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007). No entanto, o revestimento é considerado um parâmetro crítico e um dos principais desafios nessa área (VACHON; GELINAS, 2014). Suas propriedades físicas, morfológicas, elétricas e químicas, tais como espessura, porosidade, resistência, aderência, resistividade e durabilidade química após o tratamento térmico estão intimamente ligadas à densidade, resistência,

permeabilidade, magnetização de saturação e perdas do material em desenvolvimento, que são características de extrema importância para o seu desempenho (OIKONOMOU et al., 2014).

3.4.1.1 Revestimentos isolantes aplicados em SMCs

Os revestimentos isolantes que são aplicados aos compósitos magnéticos moles têm como função primordial envolver individualmente cada partícula de ferro, isolando-as entre si e garantindo a resistividade elétrica necessária ao material. No entanto, é fundamental que esses revestimentos sejam o mais finos possível, a fim de minimizar a atenuação do fluxo magnético, conforme destacado por KOLLÁR et al., 2013.

Em termos gerais, esses revestimentos podem ser categorizados em dois amplos grupos: orgânicos e inorgânicos. Ambos desempenham duas funções essenciais nos componentes: em primeiro lugar, aumentam a resistividade elétrica; em segundo lugar, atuam como ligantes para aumentar a resistência mecânica. Os métodos mais comuns para a aplicação dessa camada na superfície do pó incluem imersão em banho, oxidação durante o tratamento térmico, processo de dissolução, mistura e secagem, método sol-gel e polimerização na superfície do pó (REBEYRAT et al., 2000; TAGHVAEI et al., 2009; WU et al., 2012).

Os isolamentos orgânicos são amplamente utilizados e podem ser divididos em termofixos e termoplásticos (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007). Eles atuam como um ligante e exibem uma boa resistência mecânica, no entanto não devem ser utilizados em grandes volumes por reduzirem a permeabilidade magnética. A principal desvantagem em utilizar revestimentos orgânicos é a estabilidade térmica, não permitindo que as partículas de pó passem por um alívio de tensão adequado. Com isso, os defeitos gerados durante a compactação permanecem, dificultando a movimentação das paredes de domínio e aumentando a perda por histerese (HEMMATI; HOSSEINI; MIRAGHAEI, 2007).

Já os revestimentos inorgânicos permitem que o tratamento térmico de alívio de tensões ocorra em temperaturas mais altas, maximizando as propriedades magnéticas. Eles podem ser de óxidos, boratos, fosfatos e sulfatos, principalmente, aplicados por processos a seco (*mechanical alloying*) ou via úmida (imersão ou *incipient wetness*) (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007). Dentre esses, os fosfatos (Zn, Fe e Mn) são largamente utilizados. Inclusive, um dos materiais comerciais de maior relevância atualmente, o Somaloy, comercializado pela Höganäs AB, utiliza compostos de fósforo como revestimento.

No entanto, os revestimentos inorgânicos enfrentam um desafio durante a etapa de compactação, devido às altas pressões geralmente aplicadas e à disparidade de dureza entre as

partículas de ferro e o material do revestimento. A quebra dos revestimentos isolantes pode resultar no contato metálico entre partículas vizinhas, comprometendo a resistividade elétrica do material.

Uma solução para contornar esse problema envolve o uso de revestimentos à base de materiais vítreos. Estes são obtidos pela adição de um precursor de camada vítrea ou por meio da dispersão das partículas ferromagnéticas em vidro líquido, entre outros métodos. Quando submetidos a tratamentos térmicos a temperaturas superiores à sua temperatura de transição vítrea (T_g), esses materiais têm a capacidade de se autorregenerar em caso de eventuais quebras na continuidade do revestimento isolante. Isso resulta na formação de uma fase vítrea contínua, assegurando assim a manutenção da resistividade elétrica do material (DING et al., 2015).

A obtenção da camada vítrea proposta por Vachon e Gelinás (VACHON; GELINAS, 2014) envolve o revestimento úmido das partículas ferromagnéticas com um composto contendo boro, principalmente o ácido bórico (H_3BO_3). Esse composto se decompõe em temperaturas relativamente baixas, formando óxido de boro (B_2O_3) durante o tratamento térmico, o qual apresenta características vítreas. Pequenas quantidades de compostos contendo elementos alcalinos foram adicionadas à camada para modificar a estrutura vítrea e aumentar significativamente a resistividade elétrica do material após o tratamento térmico.

Este processo foi também explorado por Ramos Filho (RAMOS FILHO, 2016) em seu estudo sobre revestimentos de compostos de boro para compósitos magnéticos moles. No entanto, ele observou que, ao usar temperaturas entre $700\text{ }^\circ\text{C}$ e $900\text{ }^\circ\text{C}$ para o tratamento de alívio de tensões, a resistividade elétrica diminuía à medida que a temperatura aumentava. Isso indica a instabilidade térmica da camada vítrea composta puramente por B_2O_3 , onde os cristais de óxido formados na superfície do metal se fundem e segregam para reduzir a área de interface, permitindo o contato metálico entre as partículas de ferro, devido à baixa afinidade entre o óxido de boro e o ferro metálico.

Em contraste, Tajima et al. (TAJIMA et al., 2005) descreveram uma camada isolante composta por dois elementos: um formador de fase vítrea, como boro, fósforo, oxigênio e ferro, e um modificador da camada vítrea. Ácido bórico e ácido fosfórico foram utilizados como precursores da fase vítrea, enquanto o segundo elemento, como cálcio, estrôncio e ítrio, foi adicionado para aumentar a resistência térmica da camada vítrea e evitar sua segregação com o aumento da temperatura.

Tontini (TONTINI, 2017) também empregou um mecanismo semelhante, utilizando silicato de sódio como camada vítrea e nanopartículas óxidas como modificadores. O uso de silicato puro resultou em baixa viscosidade do revestimento acima de $600\text{ }^\circ\text{C}$, levando ao

escoamento e à acumulação nos poros, permitindo o contato metálico e diminuindo a resistividade elétrica. No entanto, a adição de nanopartículas cerâmicas aumentou a resistência térmica da camada vítrea, evitando esse escoamento e mantendo a integridade da camada.

Em uma abordagem semelhante, Evangelista et al. (EVANGELISTA et al., 2019, 2020) utilizaram nanopartículas óxidas, principalmente de zinco, mas também de titânio, magnésio, alumínio e manganês, para reduzir o escoamento da camada vítrea. Isso envolveu a formação de uma primeira camada isolante contendo apenas as nanopartículas óxidas, responsável por aumentar a resistividade elétrica e ancorar a camada vítrea, melhorando assim o molhamento da fase vítrea nas partículas de ferro.

As pesquisas mencionadas acima foram realizadas de diversas maneiras, resultando em diferentes processos e materiais. A seleção de materiais para a camada isolante desempenha um importante papel nas propriedades e aplicações dos SMCs (MACHADO, 2020). Tendo tudo isso em vista, pode-se perceber que materiais vítreos são bastante utilizados no desenvolvimento de SMCs, devido à sua capacidade de autorregeneração durante o tratamento térmico de alívio de tensões. No entanto, também é perceptível que medidas são tomadas para assegurar a integridade da camada vítrea formada durante o tratamento térmico.

A fim de tirar proveito das vantagens associadas ao uso de fases vítreas como revestimentos isolantes, pode-se pensar na estratégia de combinar esse tipo de revestimento com uma camada intermediária capaz de promover um melhor ancoramento de tais fases vítreas sobre as partículas metálicas.

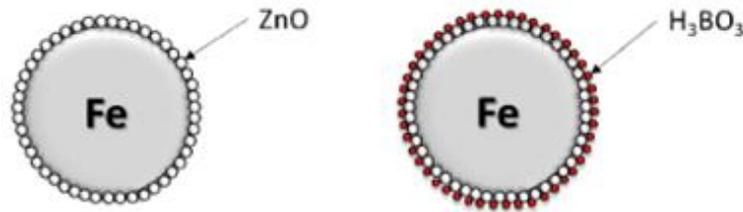
3.4.1.2 SMCs de dupla camada

Foram executados alguns trabalhos de desenvolvimento no Laboratório de Materiais para criação de um SMC a partir de pó de ferro contendo uma camada óxida e uma camada de composto vítreo. Alguns dos artigos, patentes, teses e dissertações (BINDER et al., 2020; EVANGELISTA, 2020; EVANGELISTA et al., 2019, 2020, 2021; MACHADO, 2020) lançados nesse tema demonstraram que o efeito sinérgico é bastante benéfico para redução das perdas do SMC. Os próximos parágrafos focam no SMC de dupla camada composto por nanopartículas de óxido de zinco (ZnO) e por ácido bórico (H_3BO_3 , precursor da fase vítrea óxido de boro B_2O_3). Este SMC, desenvolvido por EVANGELISTA, 2020, é o que mais se aproxima da estratégia a ser executada neste trabalho.

O processo de recobrimento utilizado na concepção deste SMC de dupla camada ($ZnO+H_3BO_3$) consiste primeiramente no recobrimento das partículas de ferro com

nanopartículas de óxido de zinco (ZnO) e, posteriormente, no recobrimento das partículas de ferro contendo ZnO com ácido bórico (H_3BO_3), como ilustrado na Figura 12.

Figura 12 - Etapas de recobrimento das partículas de ferro para formação do pó SMC de dupla camada.

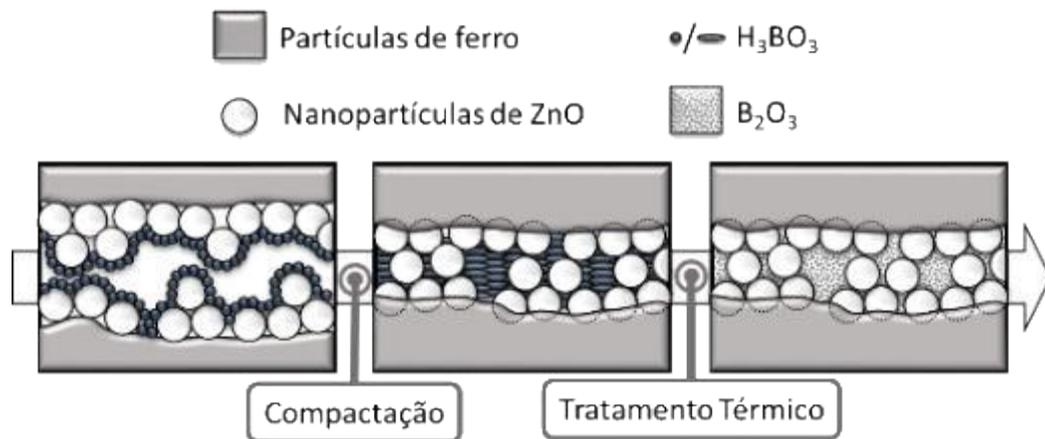


Fonte: EVANGELISTA, 2020.

Tendo em mente a disposição dos recobrimentos, as nanopartículas de óxido de zinco tendem a incrustar na superfície das partículas de ferro durante a etapa de compactação, dada a diferença de dureza entre os dois materiais. Além disso, durante a compactação, o ácido bórico pode cisalhar, atuando como lubrificante (DAMERA; PASAM, 2008).

Na sequência, o material é levado ao forno para realização de um tratamento térmico para alívio de tensões das partículas de ferro. Durante esse tratamento, o ácido bórico se decompõe liberando vapor d'água e formando uma camada de óxido de boro (B_2O_3), que possui temperatura de transição vítrea igual a $307\text{ }^\circ\text{C}$ (BOTTA et al., 2008). Dado o excelente molhamento do óxido de boro em relação ao óxido de zinco, como explorado por diversos autores em outras aplicações (KUSHNIRENKO; MARKEVICH; RUSAVSKY, 2010; UTSUMI; MURAKAMI; ISHII, 1981), é esperado que à medida em que é dado tempo para que o óxido de boro vítreo molhe as nanopartículas de ZnO incrustadas no ferro, tenha-se também o isolamento entre as próprias partículas de ferro. A Figura 13 apresenta o mecanismo sugerido de forma esquemática na interface entre duas partículas do pó produzido. Tal mecanismo foi avaliado através do conjunto das propriedades apresentadas pelos compósitos e avaliação microestrutural apoiada em microscopia eletrônica de varredura e publicado em EVANGELISTA et al., 2020.

Figura 13 – Esquemático da evolução da interface entre partículas na sequência de produção do SMC de dupla camada ZnO+H₃BO₃.



Fonte: EVANGELISTA, 2020.

A sinergia entre as nanopartículas de ZnO e a fase vítrea B₂O₃ foi evidenciada ao comparar as propriedades do SMC com dupla camada (ZnO+H₃BO₃) com as obtidas em uma segunda amostra contendo somente as nanopartículas de ZnO e uma terceira amostra contendo apenas H₃BO₃. Os resultados obtidos demonstraram uma alta resistividade elétrica no material desenvolvido (ZnO+H₃BO₃) em relação aos materiais com apenas uma camada isolante (ZnO e H₃BO₃). Esta sinergia também foi avaliada em relação às propriedades magnéticas, onde as perdas da amostra ZnO+H₃BO₃ são consideravelmente menores do que aquelas apresentadas pelas amostras ZnO e H₃BO₃. Isso se dá pelo aumento da resistividade elétrica e consequente diminuição das perdas dinâmicas.

Portanto, destaca-se o potencial do SMC de dupla camada, principalmente com a otimização dos recobrimentos, sendo o primeiro por óxido e o segundo por uma fase vítrea. Neste trabalho, foi estudada a utilização de uma nova fase vítrea (silicato de potássio) com vista a facilitar uma potencial transferência tecnológica por conta do baixo custo e facilidade de manipulação, além do recobrimento vítreo com B₂O₃ com parâmetros fixados já otimizados em trabalhos anteriores no LabMat.

3.5. Óxido de nióbio em SMCs

Os melhores resultados de SMC de dupla camada atingidos pela equipe de trabalho da área de SMCs do Laboratório de Materiais demonstram um material com propriedades promissoras para utilização em máquinas elétricas especialmente operando em média frequência. No entanto, esse presente estudo aponta para uma possibilidade de aprimorar ainda

mais as propriedades magnéticas do SMC com dupla camada através da redução da espessura da camada de nanopartículas óxidas. Ao utilizar uma camada de óxido com partículas da ordem de 200 nm, a redução da espessura fica limitada, sendo necessário partir para suspensões coloidais de menor tamanho de partícula, bem como avaliar o impacto da redução do tempo de mistura nas propriedades magnéticas do material. Deve-se, porém, atentar para a existência dessa camada em uma espessura mínima que ainda permita produzir o efeito sinérgico observado nos resultados anteriormente apresentados.

Portanto, novas possibilidades de melhoria do SMC de dupla camada incluem o uso de suspensões estáveis com partículas menores que 200 nm. Vê-se aqui como candidato promissor as nanopartículas de Nb_2O_5 , uma vez que esse material apresenta: (i) uma estrutura eletrônica que resulta em resistividade elétrica ainda superior ao ZnO (*band gap* do Nb_2O_5 varia entre 3,3-3,9 eV (KURMAEV et al., 2002), enquanto a do ZnO é reportada entre 3,10-3,37 eV (DAVIS et al., 2019); e (ii) elevada afinidade química com fases vítreas como B_2O_3 e silicatos, sendo bastante explorado na composição de novos materiais vítreos e vitrocerâmicos (KOMATSU et al., 2022). Soma-se ainda o fato de o nióbio ser um mineral estratégico e de forte interesse nacional para desenvolvimento de aplicações nas mais diversas áreas de engenharia.

3.5.1. Retrospecto científico

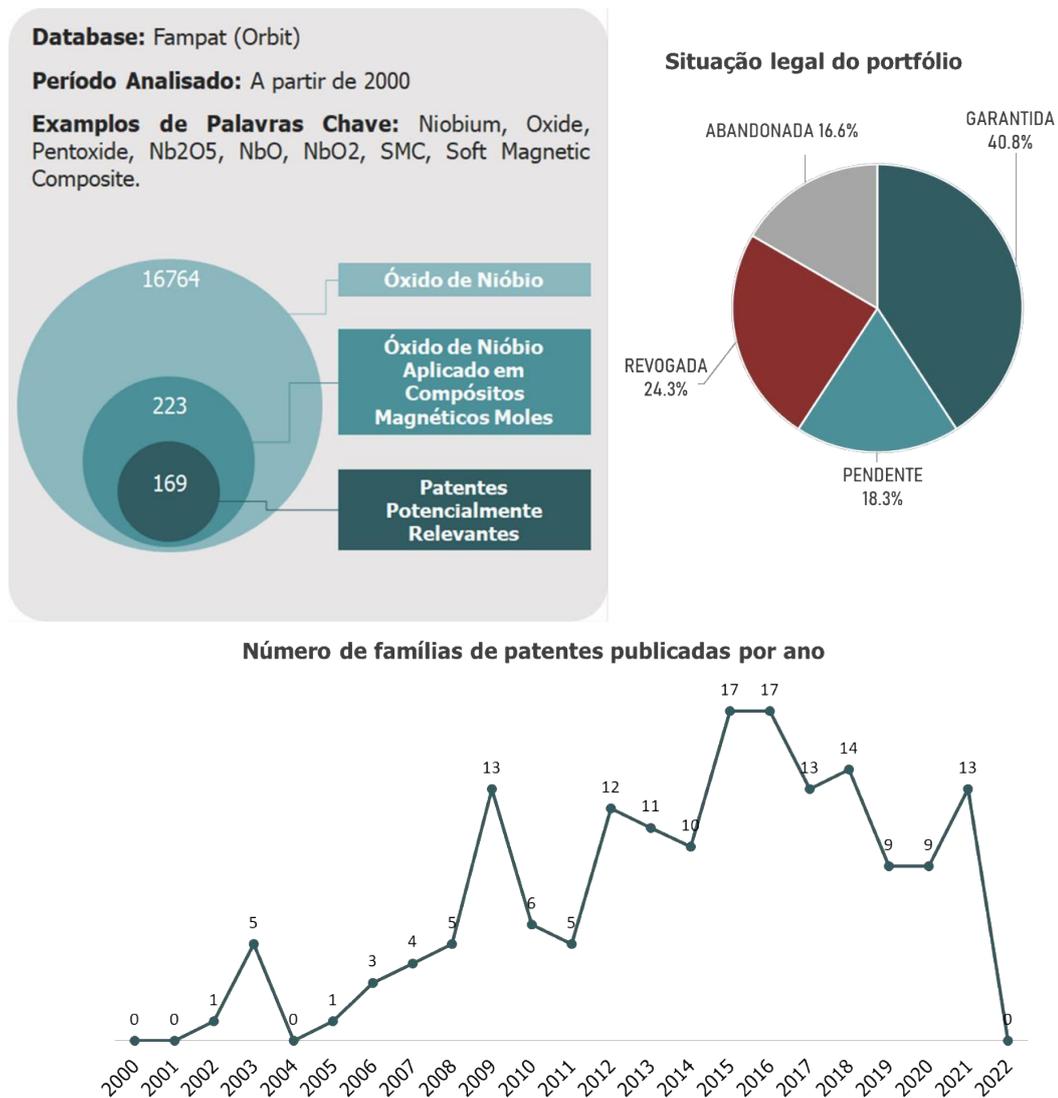
As buscas realizadas por artigos científicos relacionando SMCs recobertos com óxidos de nióbio não retornaram resultados satisfatórios, sendo que os poucos resultados que apareceram, na verdade, estavam relacionados à produção de ferrites moles ou de ligas amorfas/nanocristalinas.

Dentro dos esforços de inovação, complementarmente às buscas realizadas na literatura acadêmica, o Laboratório de Materiais costuma realizar uma ampla pesquisa de patentes, por meio da plataforma dedicada Orbit, que potencialmente apresentem conflitos com os seus desenvolvimentos. Neste caso, em um primeiro levantamento, iniciou-se por uma busca que inclui todas as patentes que citassem “Óxidos de Nióbio”, além de palavras-chave similares, para criação de um banco de dados inicial, resultando em 16.764 patentes. A partir daí, foram incluídas palavras-chave para refinamento do banco de dados a fim de localizar as patentes relacionadas a compósitos magnéticos moles contendo qualquer tipo de óxido de nióbio, chegando-se em 223 patentes. Posteriormente, por se tratar de um número relativamente pequeno de documentos, uma avaliação manual foi efetuada pelo Grupo de Gestão de Informação (GGI) do laboratório, chegando a 169 patentes potencialmente relevantes.

No geral, observou-se uma tendência crescente no número de patentes publicadas ao longo dos anos, porém vale aqui a ressalva de que os dados a partir de 2020 são afetados pelos 18 meses de sigilo após o pedido de patente (aparecendo erroneamente menores). Além disso, observou-se uma fração relevante dessas patentes em situação legal garantida (40,8%). Observou-se ainda uma predominância de patentes publicadas na China, seguido pelo Japão; sendo que as patentes chinesas representam mais de 80% das patentes potencialmente relevantes, enquanto as japonesas representam apenas 4%. A

Figura 14 apresenta de forma gráfica alguns dos resultados desta busca.

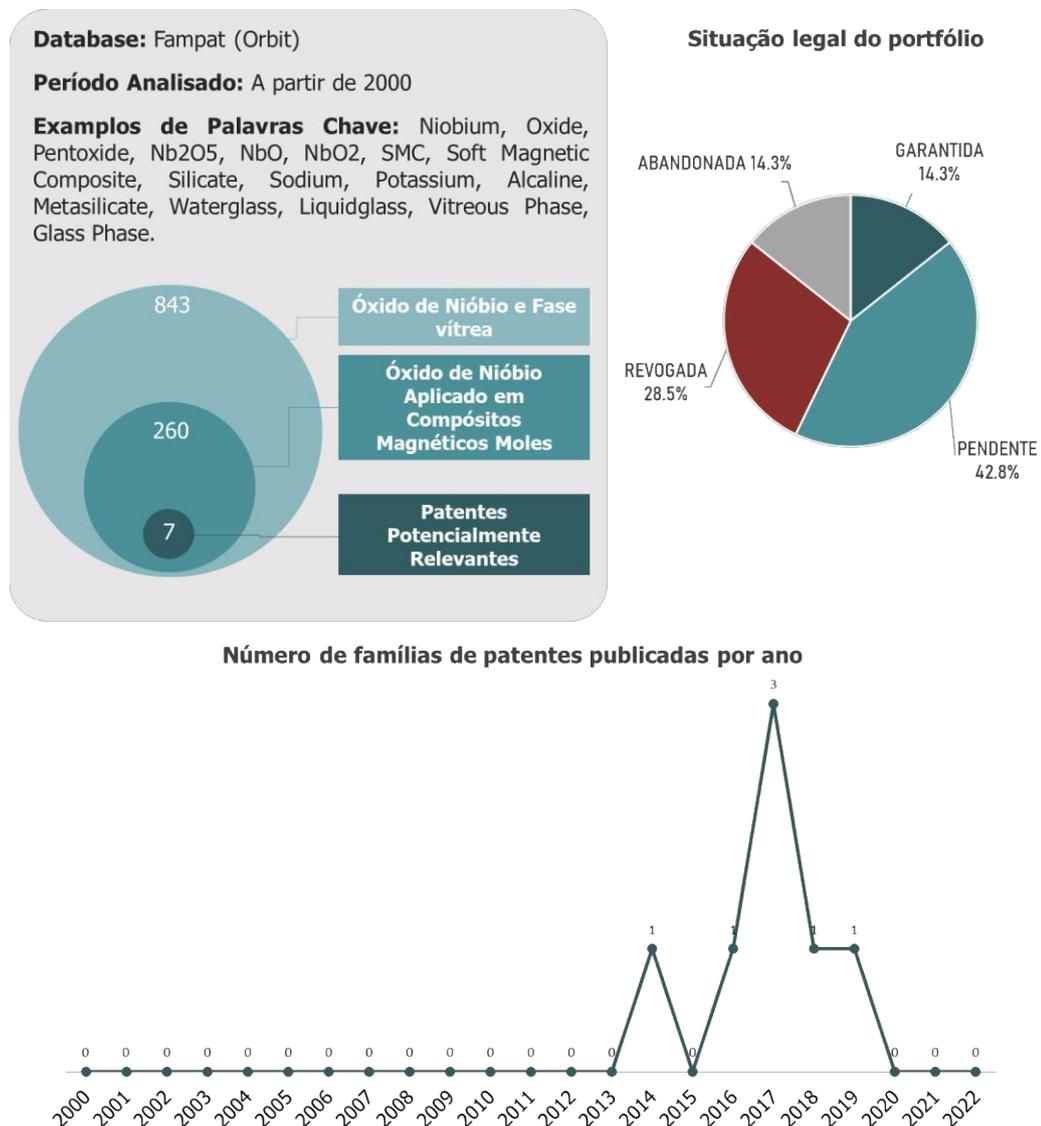
Figura 14 - Resumo da busca, situação legal e histórico de publicação de patentes relacionadas com óxido de nióbio e compósitos magnéticos moles.



Fonte: resultados de busca realizada pelo GGI-LabMat/UFSC, 2022.

Em um segundo levantamento realizado, buscou-se patentes que mostrassem SMC contendo Nb_2O_5 e fase vítrea. A estratégia de busca desta vez começou por formar uma base de dados inicial que continha patentes que citassem qualquer óxido de nióbio em conjunto com uma fase vítrea, resultando em 843 patentes. Posteriormente, uma restrição foi feita para encontrar apenas patentes que tratassem dos materiais citados anteriormente em qualquer aplicação elétrica ou magnética, formando uma base de 260 patentes. Na sequência, essa base foi filtrada manualmente, resultando em 7 patentes potencialmente relevantes segundo análise do GGI. A Figura 15 apresenta de forma gráfica alguns dos resultados desta busca.

Figura 15 - Resumo da busca, situação legal e histórico de publicação de patentes relacionadas com óxido de nióbio em conjunto com fase vítrea em aplicações elétricas e magnéticas.



Fonte: resultados de busca realizada pelo GGI-LabMat/UFSC, 2022.

Após as análises realizadas pelo GGI, a equipe de trabalho da área de SMCs fez a avaliação das patentes selecionadas. Como resultado dessa avaliação técnica mais especializada na área, observou-se que 165 das 176 patentes, selecionadas pelas duas estratégias de busca, tratam na verdade de óxido de nióbio aplicado como aditivo em ferrites. Embora ainda contempladas dentro das aplicações elétricas e magnéticas, as ferrites são aplicadas tipicamente em eletrônica de potência, já que possuem elevadíssima resistividade elétrica, ao custo de apresentarem uma indução de saturação extremamente baixa quando comparada aos SMCs e aços elétricos. Dos demais documentos, patentes não relacionadas diretamente com SMC ainda surgiram na busca com temas como aço elétrico, sistema de manipulação de peças, fabricação de alvo para pulverização catódica, processamento de outros materiais cerâmicos, liga de vanádio-nitrogênio e supercondutores. Restando, ao fim das análises, duas patentes consideradas verdadeiramente relevantes, as quais são detalhadas na sequência. Destaca-se que tais patentes são protegidas apenas no Japão.

A primeira delas é a patente de número JP2018067686, “*Method for producing composite magnetic sheet and composite magnetic sheet*” (TOSHIYUKI, 2016), da japonesa Tokin Corporation, indústria de produtos elétricos, eletrônicos e manufatura de peças automotivas. Nessa patente, os inventores descrevem um método para recobrimento de partículas metálicas planas com Nb_2O_5 , utilizando de uma barbotina com $\text{pH} \geq 7$, tempo de mistura superior a 40 minutos em um banho aquecido a 95 °C, sob atmosfera com pressão reduzida (máximo de 0,1 MPa). Na sequência, essas partículas são misturadas a um ligante orgânico para formação de laminados contendo as partículas metálicas. Enquanto a existência dessa patente indica a possibilidade de recobrimento de partículas de ferro com o óxido de nióbio de forma satisfatória, o processo de recobrimento realizado por esses inventores pede por um processamento mais complexo do que protocolos já realizados no LabMat com outras composições de óxidos.

A segunda patente considerada relevante é pertencente à Panasonic e possui número JP2020170823, “*Coated particle powder and manufacturing method*” (TANABE et al., 2019). Essa patente utiliza de uma dupla camada de isolantes elétricos especificamente baseados em Al_2O_3 , Cr_2O_3 , Nb_2O_5 e Ti_2O_3 . A patente prevê recobrimento de partículas ferromagnéticas (entre 0,1-100 μm) nanocristalinas e/ou amorfas com duas camadas isolantes, contendo pelo menos um dentre os compostos: Nb_2O_5 , TiO_2 , Al_2O_3 ou Cr_2O_3 . A patente expressa ainda que uma das camadas deve ser formada por um processo a seco, enquanto a outra será produzida por via úmida. Além disso, os inventores preveem o uso de silicatos de Nb, Ti, Al e Cr em uma das camadas, mas não é previsto o uso de outras fases vítreas como B_2O_3 , tampouco é

mencionada a necessidade de uma das camadas ser um composto vítreo para obter uma sinergia entre as camadas que resulte em resistividade elétrica mais elevada.

Dessa forma, entende-se que o desenvolvimento executado e apresentado na presente dissertação, baseado nas experiências anteriores do LabMat-UFSC, se diferencia desta patente da Panasonic por alguns motivos:

- I. a patente não expressa a utilização de uma fase vítrea como segunda camada isolante e limita-se ao uso de silicatos de Nb, Ti, Al e Cr. A combinação de uma fase vítrea e uma fase óxida não-vítrea para aumento da resistividade elétrica é o conceito central dos desenvolvimentos anteriores de melhor performance magnética;
- II. a patente expressa a necessidade de que o recobrimento para formação das camadas seja necessariamente uma formada a seco e outra a úmido. Nos desenvolvimentos anteriores do laboratório, foi prevista a formação das duas camadas por via úmida, forma em que se observou maior homogeneidade da camada formada.
- III. a patente indicada limita-se ao recobrimento de partículas de tamanho reduzido (0,1-100 μm) com estrutura nanocristalina, amorfa ou mistura de partículas nanocristalinas e amorfas, dando a entender que a patente busque materiais voltados a aplicações em alta frequência (eletrônica de potência). O desenvolvimento de SMCs dentro do Laboratório de Materiais, especialmente voltado para área de motores, se beneficia de partículas maiores (diâmetro médio $\sim 200 \mu\text{m}$) e policristalinas com grãos tão grandes quanto possível.

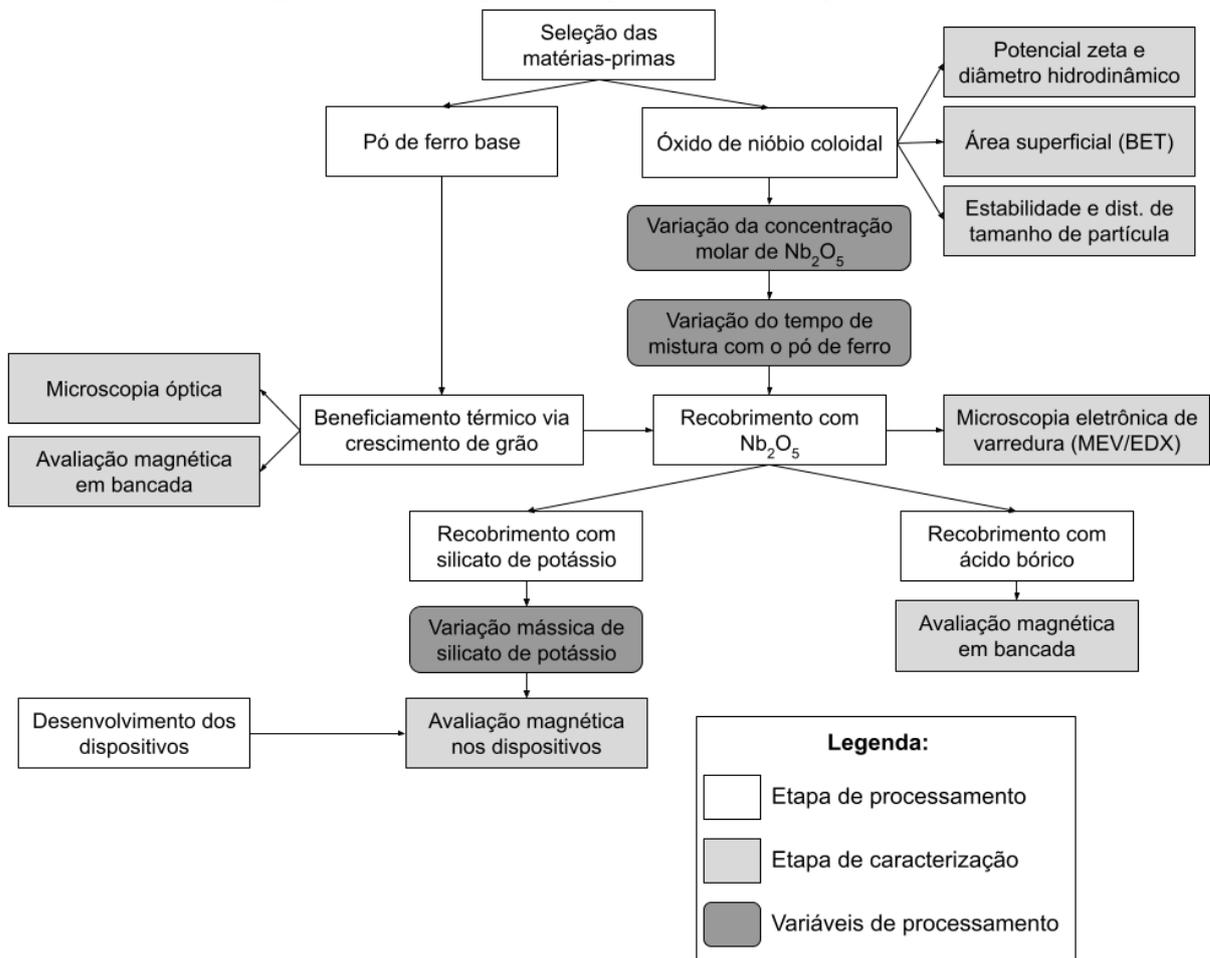
Com base nas informações apresentadas neste capítulo, considera-se bastante oportuna a abordagem de um novo SMC, ainda não reportado na literatura acadêmica ou patentária, na forma de um compósito de dupla camada combinando nanopartículas de Nb_2O_5 e fases vítreas. Ao mesmo tempo que essa estratégia ainda não foi relatada por outros pesquisadores, ainda é possível encontrar nas patentes acima mencionadas e na experiência do grupo de trabalho indicativos da viabilidade técnica da solução proposta para este projeto.

Dessa forma, a fim de testar o potencial do SMC de dupla camada utilizando suspensões coloidais estáveis de nanopartículas de Nb_2O_5 , as próximas seções detalham a metodologia utilizada neste trabalho, bem como técnicas, caracterizações e resultados alcançados.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Nesta seção são descritos os materiais que foram utilizados no trabalho bem como os métodos de processamento e caracterização dos mesmos. A Figura 16 apresenta em forma de fluxograma as etapas de processamento e caracterização propostas, bem como as variáveis estudadas.

Figura 16 – Fluxograma do procedimento experimental.



Fonte: autoria própria.

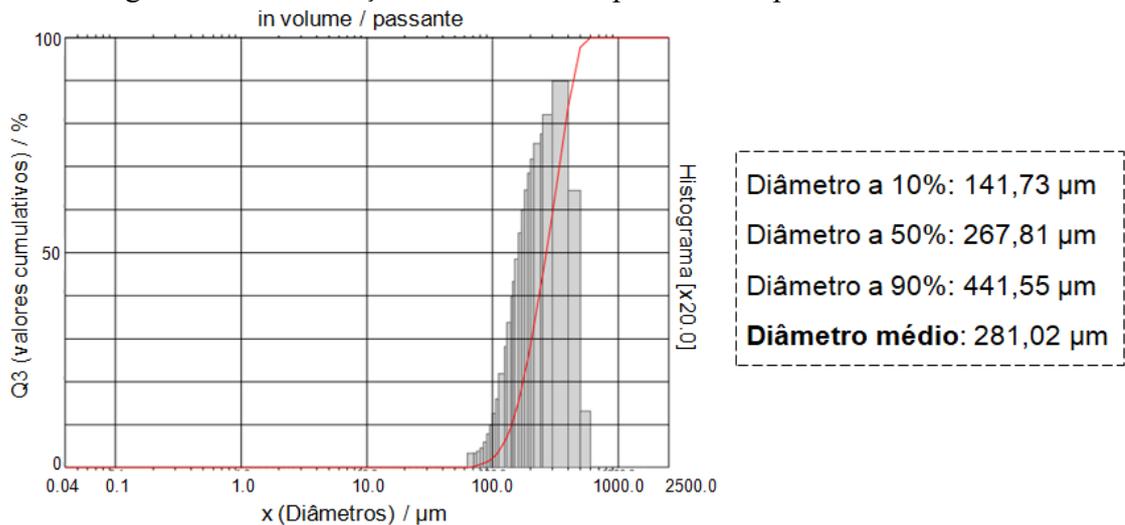
4.1. Matérias-primas

As matérias-primas utilizadas neste trabalho são divididas em dois grupos que estão descritos abaixo: o material utilizado para as amostras e o tipo de precursor de silício utilizado nos ciclos de enriquecimento.

4.1.1. Pó de ferro base

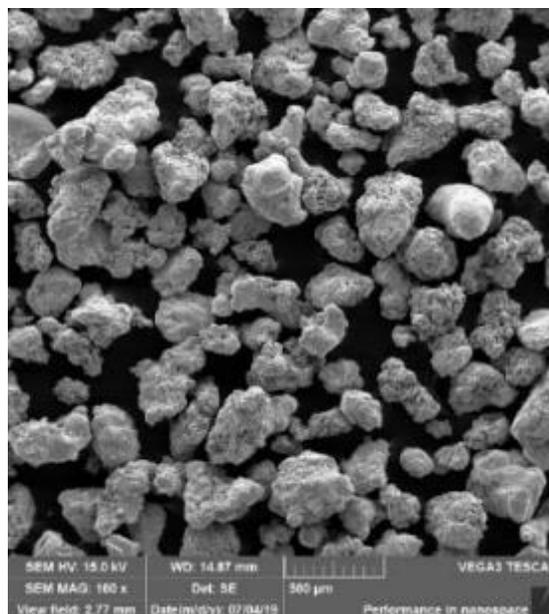
Foi utilizado o pó de ferro Fe40.37, comercializado pela fabricante CNPC, como partícula ferromagnética base para produção do compósito magnético mole, o qual possui tamanho de partícula médio de aproximadamente 280 μm , conforme mostrado na Figura 17. Esse material particulado apresenta morfologia irregular devido ao processo de atomização à água utilizado em sua produção, tal qual apresentado na Figura 18.

Figura 17 - Distribuição de tamanho de partícula do pó de ferro Fe40.37.



Fonte: MACHADO, 2020.

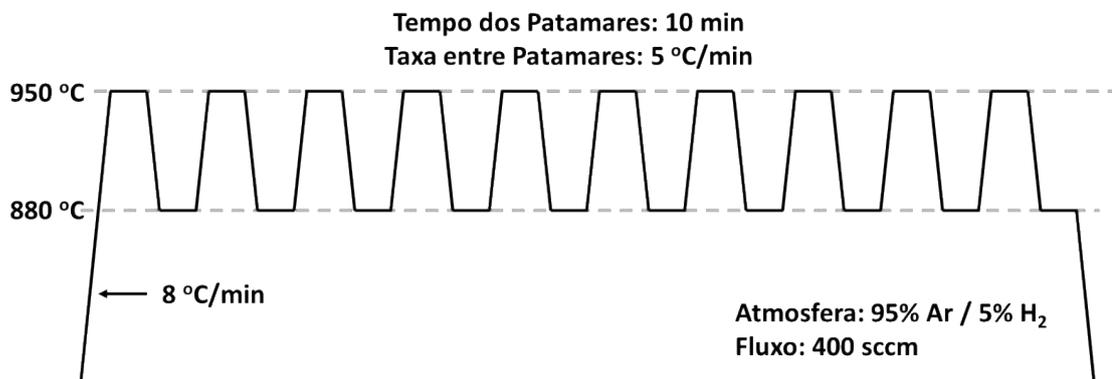
Figura 18 - Micrografia do pó de ferro Fe40.37 como recebido.



Fonte: autoria própria.

Previamente às etapas de revestimento, o pó de ferro passou por um processo de beneficiamento de propriedades magnéticas através do crescimento de seus grãos. Este processo foi desenvolvido no LabMat e aplicado primeiramente no trabalho de Tontini (TONTINI, 2017) para o pó de ferro AT 500 (HÖGANÄS AB). O processo de crescimento de grão descrito em Evangelista (EVANGELISTA, 2020) ocorreu de forma semelhante com o pó ABC100.30 (HÖGANÄS AB), sendo executado em forno tubular com aquecimento resistivo e atmosfera redutora (95% Argônio / 5% Hidrogênio). A proposta do tratamento, demonstrado na Figura 19, é oscilar entre patamares de temperatura em 880 °C e 950 °C, transitando o ferro entre as fases alfa (< 912 °C) e gama (> 912 °C) e conseqüentemente acelerando o processo de crescimento de grão das partículas (TONTINI, 2017).

Figura 19 - Ciclo térmico para crescimento de grão de pó de ferro em forno tubular.



Fonte: EVANGELISTA, 2020.

O tratamento térmico realizado no pó promove aumento da plasticidade do mesmo, que por conseqüência resulta em maior densidade do SMC, além da redução do número de contornos de grão no interior das partículas. Essas características levam a reduções sensíveis da perda por histerese e considerável aumento da permeabilidade do SMC (EVANGELISTA, 2020; TONTINI, 2017).

Portanto, sabendo do potencial já comprovado do tratamento de crescimento de grão no pó de ferro base para desenvolvimento de SMC, foi estudado neste trabalho o mesmo tratamento, porém no pó de ferro Fe40.37. No estudo, foi levantada a hipótese de alteração dos parâmetros deste tratamento térmico visando redução de tempo do processo e conseqüentemente redução de custos, como a diminuição do número de ciclagens juntamente com um possível resfriamento lento, com os resultados demonstrados a seguir.

4.1.2. Óxido de nióbio

O óxido de nióbio foi produzido pelo método de moagem recebido em forma de uma solução coloidal de uma empresa parceira do laboratório, com fração de sólidos de aproximadamente 20% em massa. Um longo tempo de moagem foi utilizado pela empresa parceira visando atingir um tamanho de partícula preferencialmente inferior a 200 nm e morfologia aproximadamente equiaxial. Uma maior caracterização das nanopartículas de óxido de nióbio foi realizada numa etapa inicial do trabalho e será apresentada na seção de resultados.

4.2. Recobrimento das partículas de ferro

Realizado o tratamento no pó de ferro base, passa-se a realizar os revestimentos das partículas de ferro a fim de se obter o pó que dará origem ao compósito magnético mole após compactação e tratamento térmico das amostras. O processo de recobrimento proposto se dá em duas etapas:

- a. Recobrimento das partículas de ferro com nanopartículas de óxido de nióbio (Nb_2O_5);
- b. Recobrimento das partículas de ferro contendo Nb_2O_5 com ácido bórico (H_3BO_3) ou ainda com silicato de potássio do tipo vidro líquido.

Nas subseções apresentadas na sequência, encontra-se o procedimento adotado para adição de cada uma das duas camadas de revestimento do pó SMC desenvolvido neste trabalho.

4.2.1. Primeiro recobrimento: óxido de nióbio nanoparticulado

A primeira etapa de recobrimento das partículas de ferro seguiu o protocolo, apresentado de forma generalizada, a seguir.

1. Preparação de uma suspensão “A” contendo uma concentração C (10 ou 20 mM) de óxido de nióbio em água com pH ajustado para manutenção da estabilidade da suspensão.
2. Adição de 40g de pó de ferro previamente tratado termicamente para crescimento de grão à suspensão “A”.
3. Agitação da suspensão contendo o pó de ferro com uma velocidade de rotação alta o suficiente para manter o pó de ferro suspenso (~600 rpm para um béquer de 250 ml contendo 100 ml de suspensão e 40 g de pó de ferro).
4. Manutenção da agitação por um tempo de mistura t .

5. Parada da agitação e remoção do excesso de suspensão, através de separação magnética para retenção do pó de ferro revestido.
6. Pré-secagem do pó revestido via filtração assistida por vácuo, visando facilitar a etapa de secagem posterior.
7. Secagem em uma estufa à vácuo, mantida em 80 °C por 30 minutos.

A partir do protocolo acima foram realizados testes preliminares baseados na avaliação microestrutural e magnética dos SMCs para selecionar os parâmetros (concentração de nanopartículas e tempo de mistura) mais promissores para utilização nas demais etapas do desenvolvimento.

4.2.2. Segundo recobrimento: fase vítrea

Após a realização do primeiro recobrimento com óxido de nióbio nanoparticulado conforme descrito, foi adicionada uma fase vítrea para promoção da sinergia que permite um melhor desempenho do SMC de dupla camada em relação aos SMCs de camada única como explorado na revisão deste trabalho.

Para o primeiro planejamento experimental, o qual será comentado a seguir, foi utilizado o recobrimento da segunda camada com ácido bórico (precursor de óxido de boro, B_2O_3 , vítreo). Tal procedimento foi utilizado com parâmetros fixados visando encontrar o ponto ótimo de processamento da primeira camada (com Nb_2O_5), baseados na adaptação da patente US20100224822 B2 da empresa Quebec Metal Powders Ltd., a qual trata da produção de SMCs com borax ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) e ácido bórico (H_3BO_3) (VACHON; GELINAS, 2014), e do protocolo adotado por Ramos Filho (RAMOS FILHO, 2016). Encontrado esse ponto ótimo do primeiro recobrimento com Nb_2O_5 , foi avaliado o segundo planejamento experimental com recobrimento de silicato de potássio. O processo de recobrimento para cada um desses dois compostos vítreos está descrito abaixo:

Recobrimento com ácido bórico

Após mensurar a massa do pó de ferro previamente revestido com Nb_2O_5 , 0,2% de ácido bórico em relação a essa massa é reservado para dar sequência à formação da segunda camada isolante seguindo as etapas do protocolo:

1. Dissolução, sob agitação magnética, do ácido bórico reservado (0,2% em relação à massa do pó de ferro contendo Nb_2O_5) em 10 ml de álcool isopropílico aquecido à $65\text{ }^\circ\text{C}$ com um tempo de homogeneização de 10 minutos;
2. Disposição da solução de ácido bórico em uma placa de Petri grande o suficiente para formar uma fina película da solução. Na sequência, espalha-se o pó de ferro sobre a solução evitando a formação de aglomerados;
3. Agitação leve de forma manual da placa de Petri até secagem completa do pó.

Recobrimento com silicato de potássio ($\text{K}_2\text{O}\cdot\text{mSiO}_2$)

Após a adição da camada de Nb_2O_5 , o seguinte protocolo é seguido para o recobrimento com silicato de potássio:

1. Prepara-se uma solução aquosa contendo silicato de potássio ($\text{K}_2\text{O}\cdot\text{mSiO}_2$, com $m = 3,0 - 3,5$) com uma concentração mássica de sólidos de 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0% e 2,5%;
2. A partir daí, 40g de pó de ferro previamente revestido são imersos na solução aquosa de silicato de potássio;
3. Após a imersão, o pó de ferro é agitado no interior da solução com auxílio de ímãs durante 5 minutos;

Passado esse tempo, o pó é separado magneticamente do restante da solução e levado para secagem em estufa à vácuo em $80\text{ }^\circ\text{C}$ por 30 minutos.

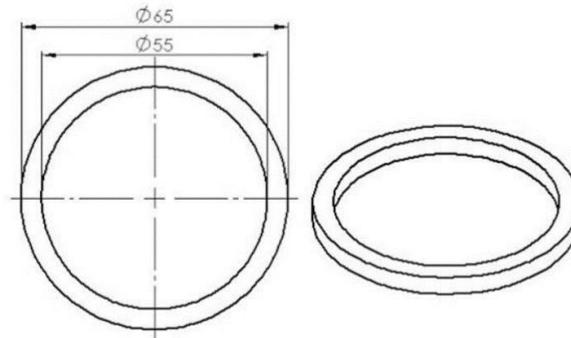
4.3. Conformação e tratamento térmico

Com o pó de ferro recoberto pelas camadas de Nb_2O_5 e fases vítreas, é possível então partir para a produção de amostras para posterior caracterização das propriedades magnéticas. Para tanto, é necessário realizar a conformação do pó e subsequente tratamento térmico para alívio de tensões e aumento de resistência mecânica, cujo procedimento adotado é dado por:

1. Mistura do pó SMC com 0,3% em massa de lubrificante Kenolube.
2. Compactação uniaxial a frio com duplo efeito utilizando 800 MPa de pressão de compactação para conformação de amostras em formato toroidal para medição de propriedades magnéticas. Dimensões das amostras definidas na Figura 20.
3. Tratamento térmico em forno tubular resistivo com atmosfera de ar sintético (80% N_2 / 20% O_2) contando com dois patamares: um em $320\text{ }^\circ\text{C}$ para extração do lubrificante e outro em $500\text{ }^\circ\text{C}$ para alívio de tensões.

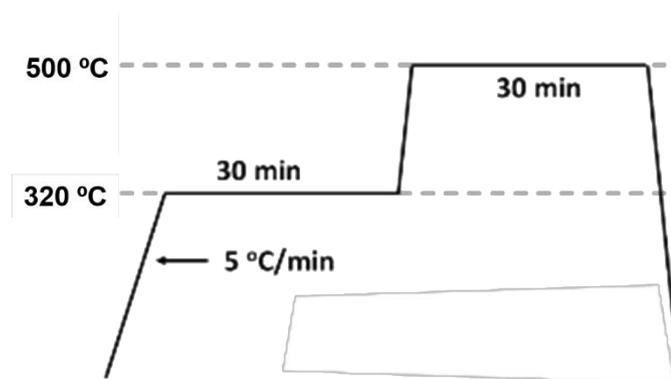
Estes parâmetros também foram escolhidos e fixados devido a resultados anteriores obtidos no laboratório. O ciclo térmico utilizado está representado na Figura 21.

Figura 20 - Dimensões das amostras para medição das propriedades magnéticas do SMC.



Fonte: EVANGELISTA, 2020.

Figura 21 - Ciclo térmico para alívio de tensões das amostras compactadas.



Fonte: autoria própria.

4.4. Planejamento experimental

No desenvolvimento realizado neste trabalho, algumas variáveis poderiam apresentar significativa interação entre elas, produzindo uma resposta distinta da que seria obtida ao fixar os demais parâmetros de processo e variar apenas um desses parâmetros de forma individual. No entanto, a avaliação de um grande número de combinações dessas variáveis tomaria um tempo muito grande do estudo. Justifica-se, portanto, o uso de ferramentas como a metodologia de superfície de resposta para modelar a resposta de interesse com base em um número reduzido de experimentos, o que permite extrapolar pontos ótimos com base em equações empíricas. Dessa forma, essa seção detalha os planejamentos de experimentos que foram executados ao longo do projeto a fim de avaliar como as variáveis, de ambas as etapas de recobrimento, atuam sobre as propriedades de interesse do material SMC.

4.4.1. Recobrimento com Nb₂O₅ coloidal

Os parâmetros concentração de Nb₂O₅ **C** e tempo de mistura **t**, mencionados anteriormente na descrição do protocolo para formação do primeiro recobrimento das partículas ferromagnéticas, foram avaliados em função da homogeneidade e da espessura do recobrimento (medida indireta por meio de EDX), além das medidas magnéticas, em especial das perdas em campo alternado.

As análises de microscopia eletrônica de varredura, apoiada por EDX, serviram como confirmação da faixa de parâmetros a ser utilizada para a produção de amostras a serem analisadas sob o ponto de vista magnético. O planejamento, baseado em experiência anterior com recobrimento usando outros óxidos, é dado pela Tabela 2. É importante mencionar ainda que a ordem das amostras se encontra aleatorizada visando evitar erros sistemáticos.

Tabela 2 – Condições preliminares de processamento das amostras durante execução do recobrimento com Nb₂O₅ coloidal.

Amostra	C_{Nb2O5} [mM]	t_{mistura} [minutos]
1	20	45
2	20	30
3	10	45
4	10	30

Fonte: autoria própria.

Adicionalmente à camada isolante de Nb₂O₅ obtida pelo processamento ditado pelo protocolo descrito na seção 4.2.1 e parâmetros conforme Tabela 2, fora adicionada uma camada vítrea com base em ácido bórico com fração fixa em 0,2% em relação ao peso total do pó, seguindo protocolo já desenvolvido em trabalho anterior (EVANGELISTA, 2020).

Após a produção, as amostras foram avaliadas em relação às suas propriedades magnéticas para que, ao fim deste planejamento experimental, fosse possível obter as condições que levam à formação de pequenas camadas homogêneas de Nb₂O₅ na superfície do pó de ferro. A condição tomada como mais promissora fora então utilizada nas demais etapas do trabalho. Durante a execução desta etapa do projeto houve um problema técnico com o equipamento de medição magnética, que apesar dos esforços empregados junto à empresa fabricante do equipamento, não foi solucionado. No entanto, novos métodos de medição foram elaborados e os dispositivos simplificados para medição de propriedades elétrica e magnéticas que foram também desenvolvidos neste trabalho permitiram dar continuidade ao mesmo. Estes dispositivos serão mostrados mais à frente.

4.4.2. Recobrimento com silicato de potássio

Na sequência dos resultados alcançados com o primeiro planejamento experimental, foi fixada a condição de recobrimento com as nanopartículas de Nb_2O_5 e variada a concentração de sólidos na solução de silicato de potássio (vidro líquido) para formação da segunda camada de recobrimento isolante. Como mencionado, a concentração mássica de sólidos na solução foi variada entre 0,5%, 1,0%, 1,5%, 2,0% e 2,5%. Foram produzidas 3 amostras para cada concentração, sendo que na concentração de 1,0% uma delas se quebrou durante o bobinamento, resultando em apenas 2 repetições, totalizando 14 amostras. Este incidente não teve impacto considerável na pesquisa pois, analisando todas as amostras, houve uma boa repetibilidade de processo. As amostras resultantes, então, seriam caracterizadas em função de suas propriedades magnéticas e a condição de processamento mais promissora seria fixada para uma possível aplicação industrial. No entanto, o problema ocorrido no equipamento de medição magnética impediu a completa observação dessas condições.

4.5. Técnicas de caracterização

Nesta seção serão detalhados os equipamentos e técnicas utilizadas para caracterização do material desenvolvido neste trabalho bem como para desenvolvimento dos dispositivos elaborados. As análises de potencial zeta e tamanho hidrodinâmico, área superficial (BET) e estabilidade e distribuição de tamanho de partículas foram feitas apenas na suspensão de nanopartículas de óxido de nióbio, visando uma pré-caracterização do material como recebido pela empresa parceira.

4.5.1. Microscopia óptica

As imagens de microscopia óptica, voltadas para avaliação do tamanho de grão das partículas de ferro ($\text{Fe}_{40.37}$) antes e depois do tratamento térmico descrito na seção 4.1.1, foram obtidas utilizando um microscópio Leica DM4000 M LED após preparação metalográfica e ataque das amostras com uma solução de nital 2%.

4.5.2. Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

As imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas com um equipamento da marca TESCAN, modelo VEGA3 LMU de 30 kV, equipado com sonda de espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDX).

A técnica de EDX foi empregada principalmente para observação do pó de ferro já revestido com a camada de Nb₂O₅ nanoparticulado visando a investigação da homogeneidade e espessura da camada formada na superfície das partículas de ferro de forma qualitativa e semi-quantitativa. Embora deva-se ter em mente que a quantificação via EDX não se traduz diretamente em uma massa de nióbio aderida ao ferro devido às particularidades da técnica, a mesma foi utilizada com sucesso com um fim similar em trabalhos anteriores (EVANGELISTA, 2020; EVANGELISTA et al., 2023), permitindo assim a obtenção de uma medida indireta da quantidade de Nb₂O₅ na superfície do pó de ferro. Para tanto, realizou-se a medida da porcentagem mássica de Nb com os parâmetros operacionais do MEV fixados:

- Distância de trabalho: 15 mm;
- Tensão no filamento: 18 kV;
- Intensidade do feixe: 15 mA.

Nas amostras produzidas nesta investigação, essa forma de medição foi adotada de modo comparativo a fim de entender o efeito dos parâmetros da etapa de recobrimento de Nb₂O₅ sobre a quantidade de óxido de nióbio efetivamente depositada sobre as partículas de ferro.

4.5.3. Potencial zeta e diâmetro hidrodinâmico

Caracterizações a respeito do potencial zeta e diâmetro hidrodinâmico das nanopartículas como recebidas pela empresa parceira, sem adição das partículas de ferro, foram executadas em um Zetasizer Nano ZS da Malvern Instruments no Laboratório LINDEN-Metro. A suspensão-mãe teve seu pH ajustado e sequencialmente aumentado pela adição de NaOH (conforme resultado de potencial zeta mostrado à frente), sendo as amostras analisadas obtidas pela remoção de uma alíquota da suspensão-mãe.

4.5.4. Área superficial (BET)

A análise é baseada no método Brunauer-Emmet-Teller (BET), onde é possível determinar a área superficial dos materiais ensaiados por quimissorção ou adsorção física de

gases. De modo geral, a extensão da adsorção é maior quanto maior for a área superficial específica. Este conhecimento possui grande importância prática, uma vez que influencia diretamente na capacidade de adsorção do material. Para isso, o equipamento utilizado foi o Quantachrome Instrument Autosorb da Central de Análises – EQA/UFSC, onde foram obtidas isotermas de N₂ a 77 K. A amostra foi testada com nitrogênio puro (99,999%) após etapa de degaseificação a 80 °C por 24 horas.

4.5.5. Estabilidade e distribuição de tamanho de partículas

Foi realizado o ensaio de estabilidade acelerada na temperatura de 25 °C em centrífuga analítica modelo LUMiSizer®, da empresa LUM GmbH, com velocidade de rotação de 4000 rpm, simulando a ação acelerada da gravidade. Perfis de transmissão de luz foram registrados em curtos períodos de tempo, gerando o gráfico de impressão digital da amostra e definindo o índice de instabilidade, bem como a distribuição de tamanho de partículas, com base na alteração da luz transmitida através da amostra em função do tempo.

4.5.6. Permeabilidade magnética e perdas

As propriedades magnéticas das amostras produzidas em formato toroidal obtidas após o primeiro procedimento experimental, detalhado na seção 4.4.1, foram obtidas através do método *ring core test*, utilizando uma bancada para medições de propriedades MPG200 da fabricante Brockhaus. Este método consiste em bobinar a amostra com dois enrolamentos sobrepostos de espiras de cobre, onde durante o ensaio é aplicada uma corrente elétrica no enrolamento primário e medida uma tensão senoidal induzida no enrolamento secundário. Os enrolamentos de cobre na amostra foram confeccionados com o auxílio de uma bobinadeira toroidal, utilizando 130 espiras no bobinamento primário e 500 no secundário.

Os ensaios foram realizados varrendo uma série de frequências, onde para cada frequência foram avaliadas as perdas e permeabilidade magnéticas em diversas induções. É importante mencionar que durante os ensaios, a bancada realiza o controle da corrente imprimida no bobinamento primário de forma que o sinal da tensão no bobinamento secundário seja mantido com um padrão senoidal, com fator de forma de $1,110 \pm 1\%$, respeitando a recomendação da norma NBR 5161.

4.5.6.1 Dispositivos para avaliação magnética e elétrica

Devido a problemas ocorridos com o equipamento que originalmente forneceria as principais respostas de desempenho dos materiais investigados neste estudo, tornou-se necessário desenvolver dispositivos de medição mais simples, porém capazes de fornecer informações preliminares. Para essa finalidade, foram empregadas amostras de SMC que já haviam sido submetidas a uma caracterização completa utilizando uma bancada de medição de propriedades magnéticas de alta precisão, conforme indicado no primeiro plano de experimentos, conforme demonstrado na seção 4.4.1. Além disso, amostras de SMC comercial previamente utilizadas em estudos anteriores à presente pesquisa também foram incluídas. Essas amostras foram empregadas para validar as medições realizadas com os dispositivos construídos em nosso laboratório. A seguir, serão apresentados esquemas de funcionamento desses dispositivos, enquanto a seção de resultados deste trabalho abordará o processo de validação dos mesmos.

Dispositivo para medição da permeabilidade

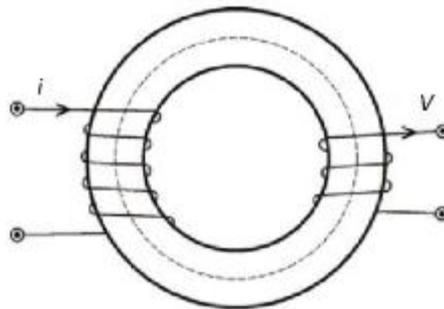
A medição direta das perdas não é algo trivial, pois é exigido que o sinal de tensão lido no bobinamento secundário seja uma senoide, isto é, que o fator de forma da onda seja igual a $1,11072 \pm 1$ (NBR 5161), o qual é obtido através de constante monitoramento da tensão e ajuste automático da forma de onda da corrente imprimida no bobinamento primário. Enquanto os circuitos eletrônicos para fazer este tipo de controle são extremamente complexos, o objetivo central da construção dos dispositivos aqui descrito é trazer informações que afetem os coeficientes de perdas K_H e K_D com circuitos mais simples de construir e mensurar. Do ponto de vista das perdas por histerese, representada pelo coeficiente K_H , é sabido que os fenômenos que regem tal fração de perdas estão bastante atrelados à própria permeabilidade magnética do material, especialmente se mensurada em baixa frequência para evitar efeito das correntes parasitas.

Para construção do dispositivo, utilizou-se da amostra com dois bobinamentos (como normalmente seria avaliada na bancada de precisão) realizando a impressão de corrente no bobinamento primário e o monitoramento da tensão resposta no bobinamento secundário (Figura 22). Como fonte de corrente, foi utilizado um regulador de tensão ligado em série com uma resistência para redução da corrente no circuito (a fim de permitir um melhor controle) e um amperímetro para leitura da corrente eficaz que passa pelo bobinamento primário. No bobinamento secundário, foi colocado um voltímetro para leitura da tensão eficaz gerada.

Diferentemente da bancada de precisão, neste simples dispositivo não é possível variar a frequência (fixa em 60 Hz), nem monitorar a corrente ou tensão ponto a ponto durante um ciclo de magnetização, se restringindo à coleta de dados com os valores ditos eficazes, também chamados de *rms* (do inglês, *root mean square*), das duas ondas. Outra limitação é que não há um controle da corrente para que a tensão no secundário siga um comportamento senoidal, nem de fato há monitoramento da tensão para saber se o comportamento da tensão segue ou não o fator de forma exigido pela norma de medição de propriedades magnéticas.

Por conta dessas limitações, decidiu-se não converter os valores mensurados de corrente e tensão em valores de campo aplicado e indução magnética, de maneira a evitar uma interpretação errônea do comparativo com materiais que porventura não tenham sido medidos no mesmo dispositivo. Dessa forma, o dispositivo aqui construído limita-se a ser utilizado de forma comparativa entre amostras medidas na mesma maneira.

Figura 22 - Esquemático do funcionamento do dispositivo para medição da permeabilidade magnética relativa de forma preliminar.

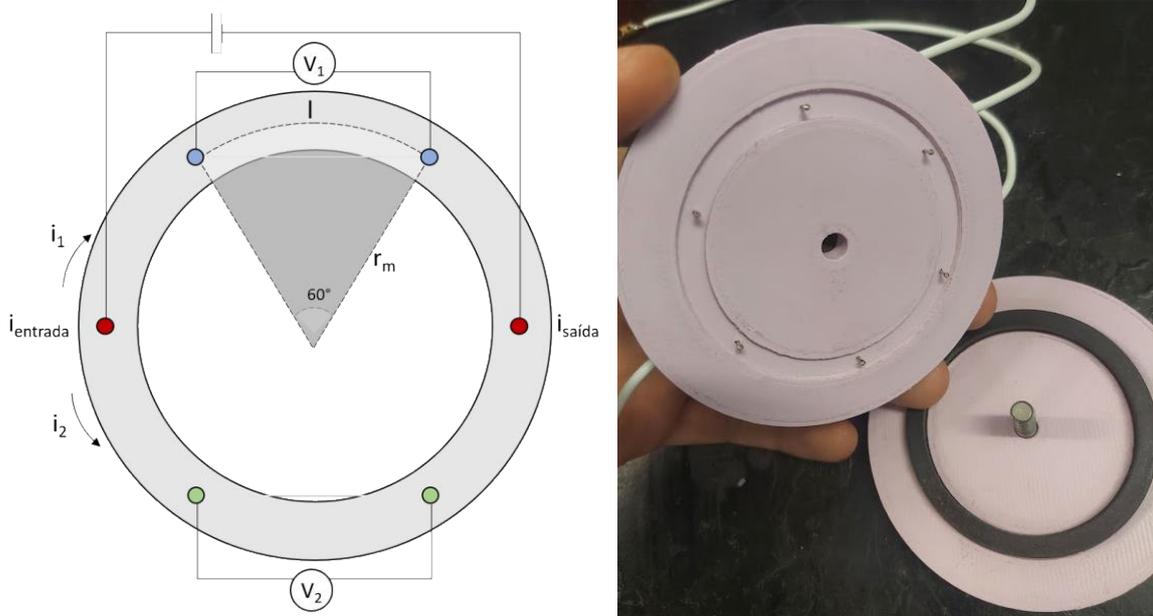


Fonte: autoria própria.

Dispositivo para medição da resistividade elétrica

Enquanto a medição da permeabilidade magnética fornece informações preliminares sobre o comportamento do material no que diz respeito às perdas por histerese, a avaliação indireta das perdas dinâmicas pode ser realizada através da medição da resistividade elétrica. Com esse propósito, foi desenvolvido um dispositivo por meio de impressão 3D para fixar a amostra de forma toroidal. Este dispositivo inclui seis agulhas de teste de baixa resistência de contato, típicas de placas eletrônicas, as quais incorporam molas em sua construção, permitindo assim a obtenção de uma pressão de contato mais consistente aplicada sobre a amostra e, conseqüentemente, maior repetibilidade nos resultados. Para o funcionamento do dispositivo de medição, é aplicada uma corrente fixa de 1 A entre os pontos indicados por i_{entrada} e $i_{\text{saída}}$ na Figura 23, realizando a tomada da queda de tensão entre os pontos marcados por V_1 e V_2 .

Figura 23 - Esquemático de medição de resistividade e foto do dispositivo construído.



Fonte: autoria própria.

Uma vez que o posicionamento entre os pontos de entrada e saída da corrente elétrica seguem uma distribuição simétrica da corrente (uma vez que o SMC é considerado isotrópico e a geometria da amostra é muito próxima da circular), assume-se que a corrente que passa entre os pontos monitorados por V_1 e por V_2 são iguais e equivalentes a 0,5 A. Dessa forma, a partir do valor conhecido da corrente aplicada e do valor tomado na queda de tensão entre os pontos monitorados pelo voltímetro, calcula-se a resistência elétrica do volume de amostra entre aqueles pontos. Os pontos entre V_1 estão dispostos na Equação (12):

$$V_1 = R_1 i_1 \quad (12)$$

Adicionando as características geométricas da amostra à Equação (12), pode-se calcular a resistividade elétrica da amostra com a Equação (13):

$$R_1 = \frac{V_1}{i_1} = \frac{\rho l}{A} = \frac{\rho}{bh} \cdot \frac{60 \pi r_m}{180}$$

$$\rho_1 = \frac{3 V_1 b h}{i_1 \pi r_m} \quad (13)$$

De forma semelhante, e dada a característica isotrópica do material, é esperado que o valor de resistividade observado entre os pontos de tensão monitorados por V_1 sejam bastante aproximados daquele observado entre os pontos monitorados por V_2 , como demonstrado na Equação (14). A medida de resistividade utilizada neste trabalho considera a média entre as medidas de ρ_1 e ρ_2 .

$$\rho_1 = \frac{3 V_1 b h}{i_1 \pi r_m} \approx \rho_2 = \frac{3 V_2 b h}{i_2 \pi r_m} \quad (14)$$

O processo de validação das medidas de resistividade foi realizado utilizando a comparação entre as medidas magnéticas, em especial o coeficiente de perdas dinâmicas K_D , e os valores de resistividade elétrica das amostras produzidas no planejamento de experimentos 1.

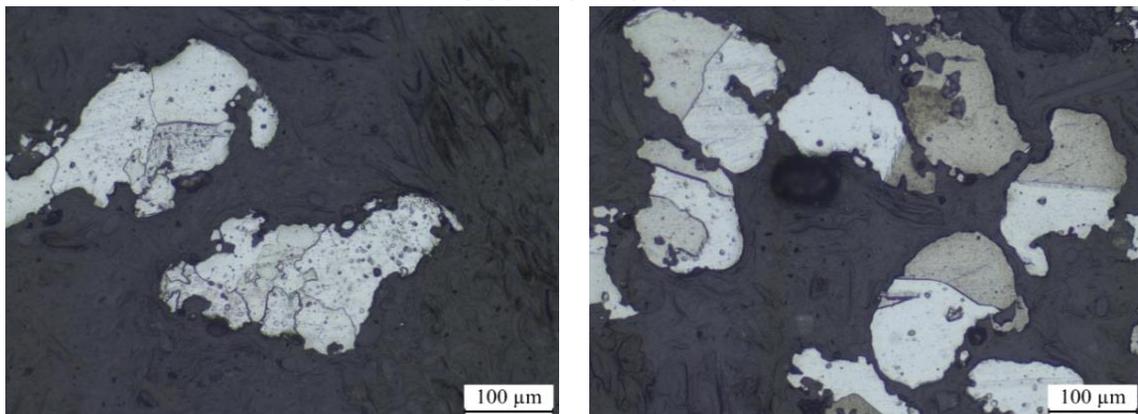
5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A partir da metodologia anteriormente apresentada, do conjunto de amostras produzido e das técnicas de caracterização desenvolvidas e empregadas, foram obtidos os resultados apresentados a seguir. Primeiramente são apresentados os resultados do processo de beneficiamento térmico do pó de ferro Fe40.37, seguidos dos resultados das caracterizações da suspensão de Nb₂O₅ como recebida, da avaliação do processo de recobrimento com o óxido de nióbio, da validação dos dispositivos desenvolvidos para medição da permeabilidade magnética e resistividade elétrica e, finalmente, dos resultados obtidos através da avaliação do recobrimento com silicato de potássio.

5.1. Beneficiamento térmico do pó de ferro base

O pó de ferro Fe40.37 foi avaliado, antes e após o beneficiamento térmico para crescimento de grão, em função da sua microestrutura. É possível observar que o tratamento leva a uma redução considerável no número de contornos de grão no interior das partículas, como apresentado na Figura 24.

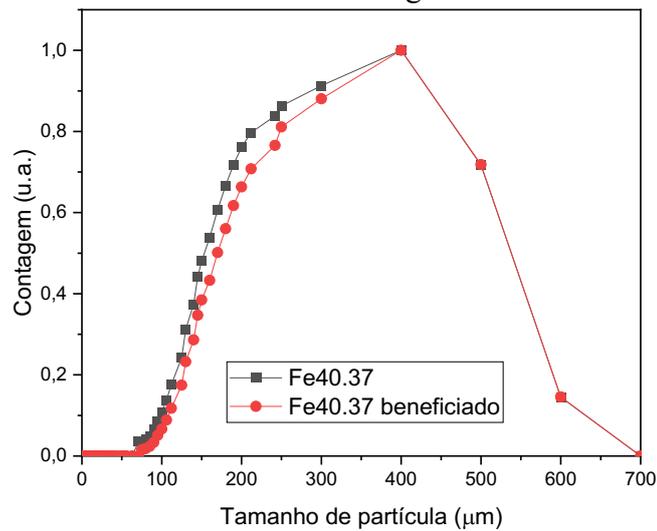
Figura 24 – Micrografias ilustrando o tamanho de grão do pó antes (esquerda) e após (direita) o beneficiamento.



Fonte: autoria própria.

O pó de ferro base também teve, antes e após o tratamento térmico, seu tamanho de partícula avaliado, visto que ao sair do forno o mesmo se apresenta em forma agregada, tendo que passar pelo processo de moagem manual com almofariz e pistilo. O resultado deste processo está apresentado na Figura 25, onde não há modificação significativa na distribuição do tamanho de partícula.

Figura 25 – Distribuição do tamanho de partícula do pó como recebido e desagregado após o beneficiamento magnético.



Fonte: autoria própria.

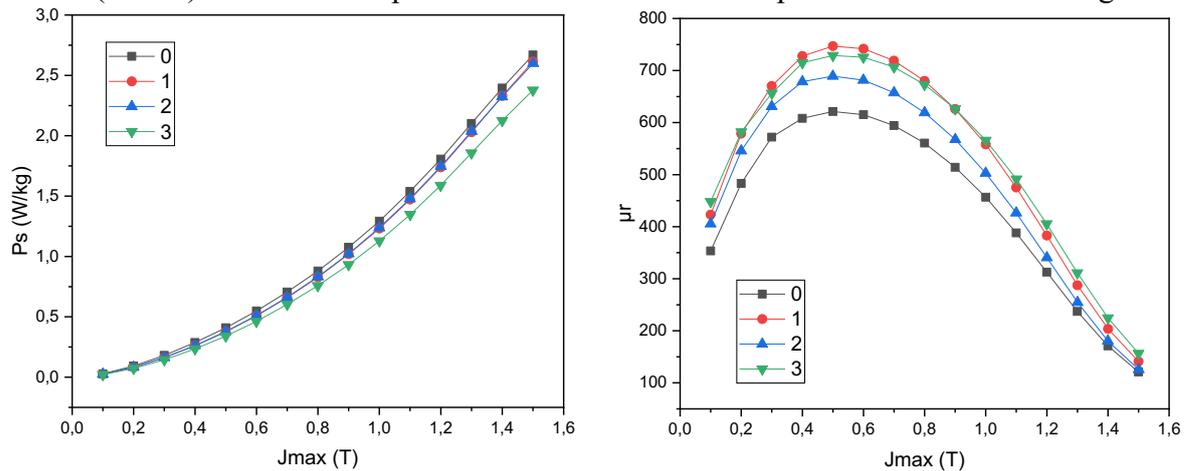
O pó foi ainda avaliado em função de suas propriedades magnéticas. Para tanto, amostras toroidais construídas a partir do pó de ferro, sem revestimento, foram preparadas e avaliadas com alguns diferentes parâmetros de tratamento térmico. A Tabela 3 apresenta os tratamentos realizados juntamente com o comparativo entre as amostras. Os resultados magnéticos das mesmas, avaliadas em regime de baixa frequência (10 Hz) para evitar influência do comportamento de correntes parasitas sobre a avaliação de suas propriedades, são apresentados na Figura 26.

Tabela 3 – Tratamento realizados com os comparativos magnéticos entre as amostras, onde C = número de ciclagens, RL = resfriamento lento e RP = resfriamento padrão.

Tratamento	Parâmetros	Em relação ao tratamento 0	
		% perdas por histerese (1T/10Hz)	% permeabilidade máxima
0	Recebida	-	-
1	2C-RL	-33%	20%
2	2C-RP	-29%	11%
3	10C-RP	-43%	17%

Fonte: autoria própria.

Figura 26 – Comportamento das perdas totais (esquerda) e da permeabilidade magnética relativa (direita) em 10 Hz dos pós de ferro Fe40.37 antes e após o beneficiamento magnético.



Fonte: autoria própria.

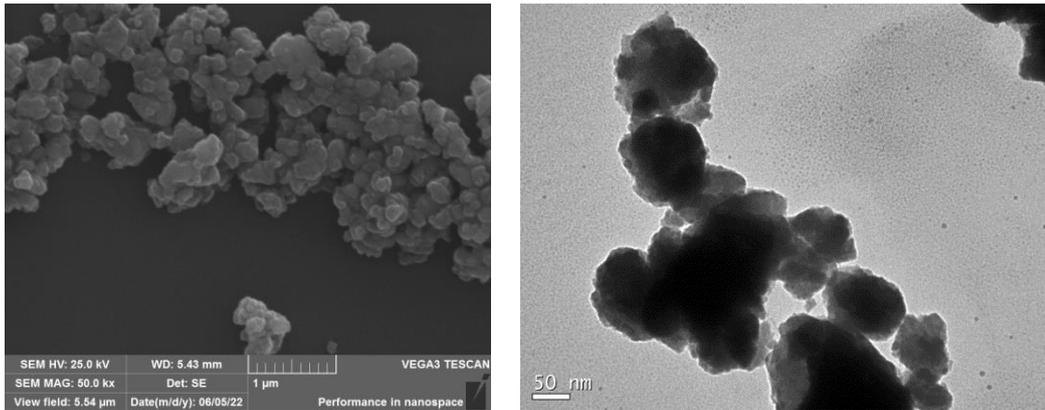
O tratamento 3, o qual já vinha sendo realizado em outros trabalhos, apresentou como resultado a amostra com menor perda por histerese. Esse comportamento se deve à maior plasticidade do pó, que promove maior densificação da amostra, e à eliminação de contornos de grão conforme as ciclagens entre a fase alfa e gama e também o tempo de resfriamento do tratamento, o que beneficia a performance magnética dos compósitos que foram produzidos a partir do pó beneficiado. Todavia, a amostra do tratamento 1 apresentou a maior permeabilidade, indicando que o resfriamento lento possui potencial para compensar o número reduzido de ciclagens devido à redução da introdução de tensões de origem térmica no pó durante o resfriamento. Entretanto, o tratamento térmico, que já é considerado longo, ficaria com um tempo de duração considerável dependendo do número de ciclagens, necessitando de um maior estudo para conclusão dos parâmetros ótimos. Portanto, o pó de ferro beneficiado pelo tratamento 3 foi utilizado para dar continuidade ao trabalho.

5.2. Características do óxido de nióbio coloidal

A suspensão de óxido de nióbio coloidal, vinda de uma empresa parceira, foi previamente caracterizada através das análises de microscopia eletrônica de transmissão (TEM), potencial zeta e diâmetro hidrodinâmico e área superficial (BET) pelo LabMat. As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e estabilidade e distribuição de tamanho de partícula foram realizadas neste estudo. Estas tiveram como objetivo a comprovação das informações iniciais recebidas pela empresa parceira e a obtenção das características das nanopartículas visando estabelecer os parâmetros do recobrimento das mesmas no pó de ferro base.

Nas imagens obtidas com as técnicas de MEV e TEM, apresentadas na Figura 27, foi possível observar aparentemente a larga distribuição de tamanho de partícula, tendo partículas tão pequenas quanto 20 nm via TEM, mas partículas (ou aglomerados) de até 500 nm via MEV. A falta de resolução para visualizar os contornos de partícula impediu uma análise de imagem para obtenção do tamanho médio via tais técnicas, porém observa-se nanopartículas com morfologia irregular a arredondada e partículas tanto aglomeradas quanto, também, dispersas.

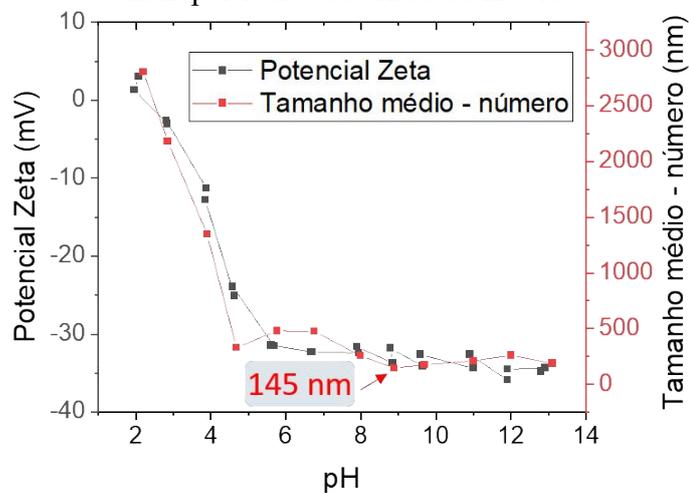
Figura 27 – Imagens de MEV (esquerda) e TEM (direita) das nanopartículas de óxido de nióbio.



Fonte: acervo LabMat – resultados não publicados previamente.

Na análise de potencial zeta e tamanho hidrodinâmico, representada na Figura 28, observa-se a alta estabilidade da solução a partir do pH acima de 5 juntamente com tamanhos médios em torno de 145 nm.

Figura 28 – Gráfico obtido através da análise de potencial zeta e tamanho hidrodinâmico das nanopartículas de óxido de nióbio.

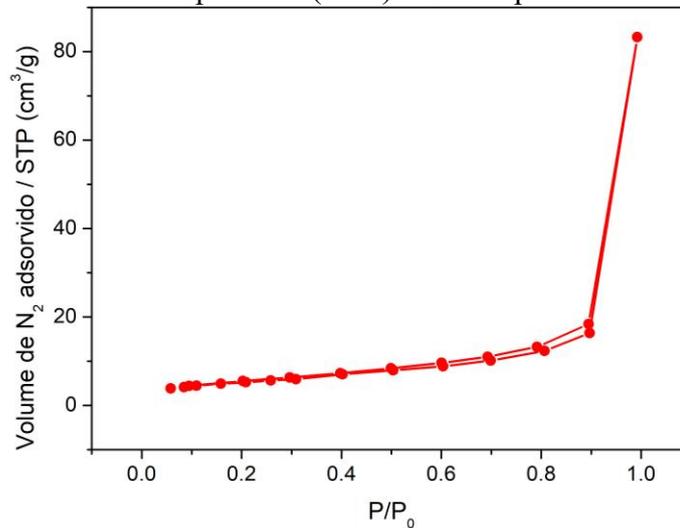


Fonte: acervo LabMat – resultados não publicados previamente.

A análise de área superficial Brunauer, Emmett e Teller (BET) teve como resultado uma área de superfície específica de 24,81 m²/g. Devido a heterogeneidade na dispersão e na

geometria das nanopartículas, não é possível estimar com precisão o diâmetro médio por esta análise. As isotermas de adsorção-dessorção, demonstradas na Figura 29, foram classificadas como do tipo II segundo a classificação de Brunauer, Emmet e Teller (1940), com histerese aparente no intervalo de P/P_0 0,6 – 0,9, indicando que estão presentes mesoporos.

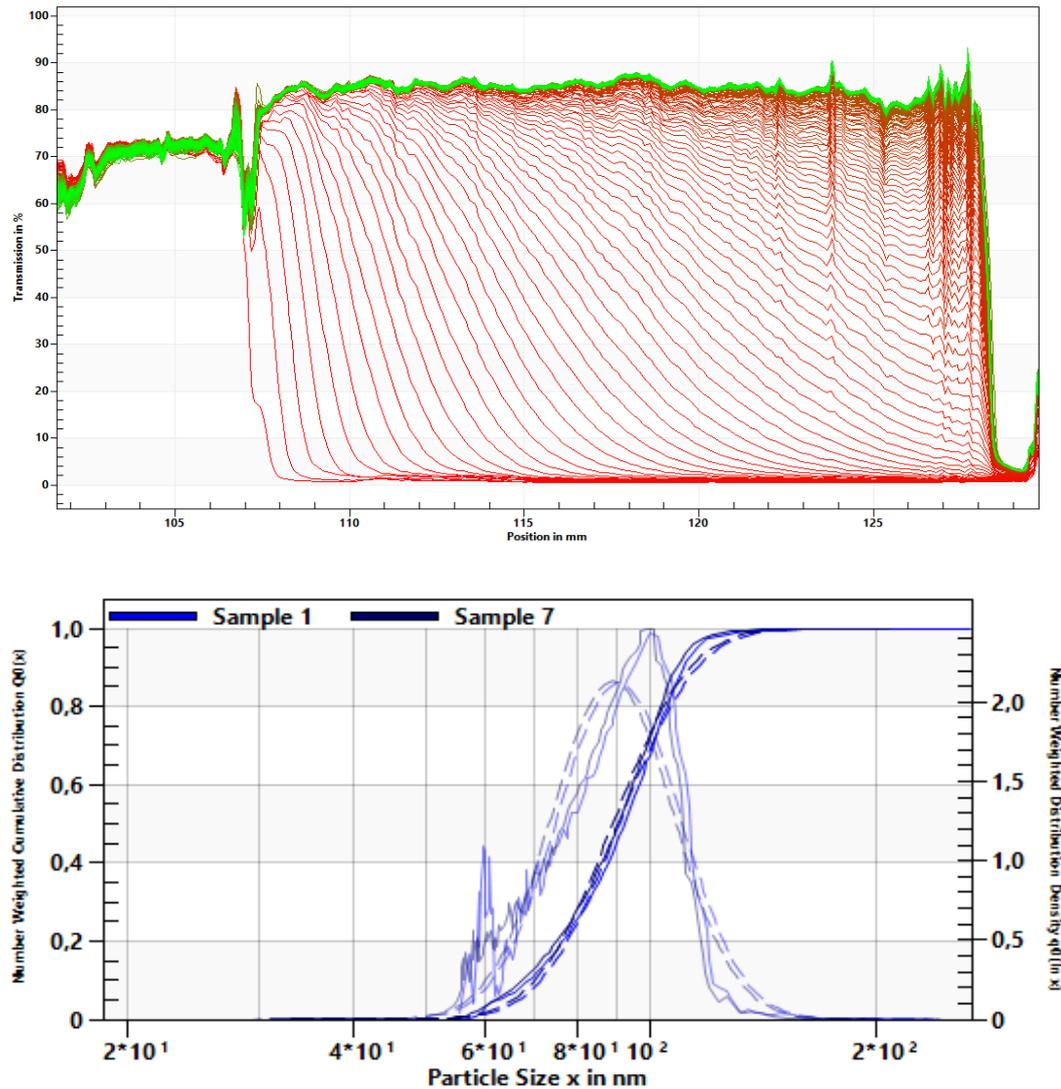
Figura 29 – Análise de área superficial (BET) das nanopartículas de óxido de nióbio.



Fonte: acervo LabMat – resultados não publicados previamente.

A técnica de análise da estabilidade e distribuição do tamanho de partícula via centrífuga analítica (LUMiSizer[®]) obteve como resultado um tamanho médio das nanopartículas de 91 nm, conforme demonstrado na Figura 30. Em relação a estabilidade, onde o ensaio seria equivalente a um tempo total de 175 dias sob ação da gravidade, demonstra que a suspensão perde sua estabilidade relativamente rápido. Tal comportamento é de certa forma esperado para uma suspensão bastante concentrada (cerca de 20% em massa de nanopartículas) e com ausência de surfactantes.

Figura 30 – Gráficos dos resultados de estabilidade (acima) e distribuição de tamanho de partícula (abaixo) da suspensão com nanopartículas de óxido de nióbio.



Fonte: autoria própria.

Portanto, tendo todas essas caracterizações em vista, observa-se a grande variação das técnicas de análise em obter o real tamanho médio das nanopartículas, devido principalmente aos aglomerados presentes na solução. Porém, como citado anteriormente neste trabalho, as nanopartículas, de modo geral, possuem um tamanho menor que 200 nm, comprovando seu potencial na formação da primeira camada do SMC.

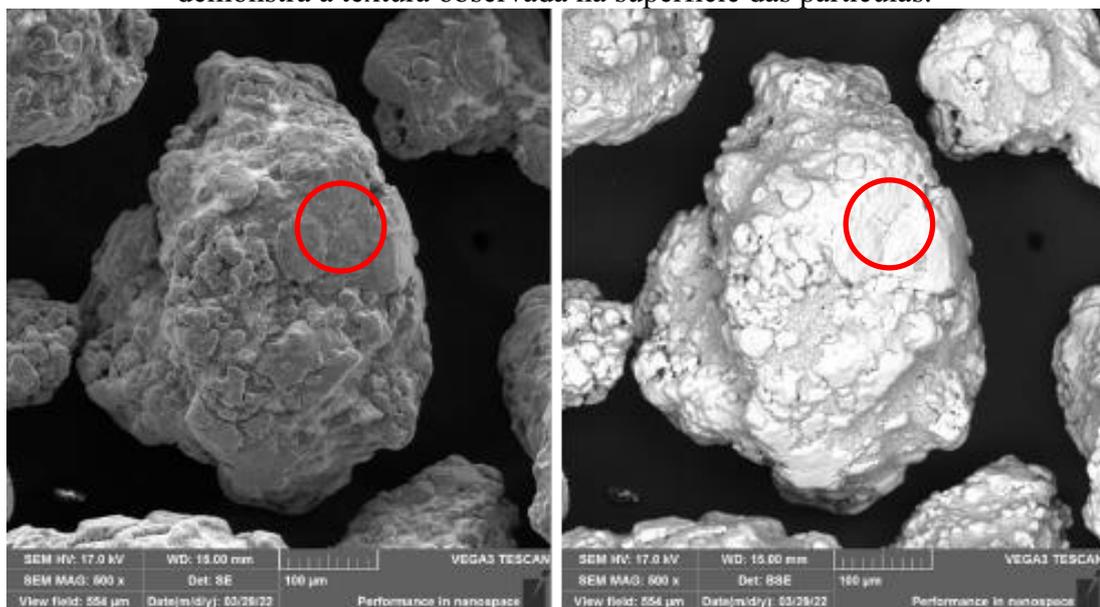
5.3. Avaliação do processo de recobrimento com Nb_2O_5

Partindo do pó beneficiado e das nanopartículas de Nb_2O_5 devidamente caracterizadas, foi realizada a produção das amostras conforme os parâmetros apresentados na metodologia deste trabalho: concentração de nanopartículas de Nb_2O_5 e tempo de mistura das mesmas com

o pó de ferro base. Em um primeiro momento, após o recobrimento das partículas com Nb_2O_5 , as partículas foram levadas ao MEV a fim de verificar o revestimento nas partículas de ferro e mensurar indiretamente a espessura de camada por meio de um comparativo entre a porcentagem mássica de nióbio detectado via EDX com a manutenção dos parâmetros do feixe de elétrons do MEV.

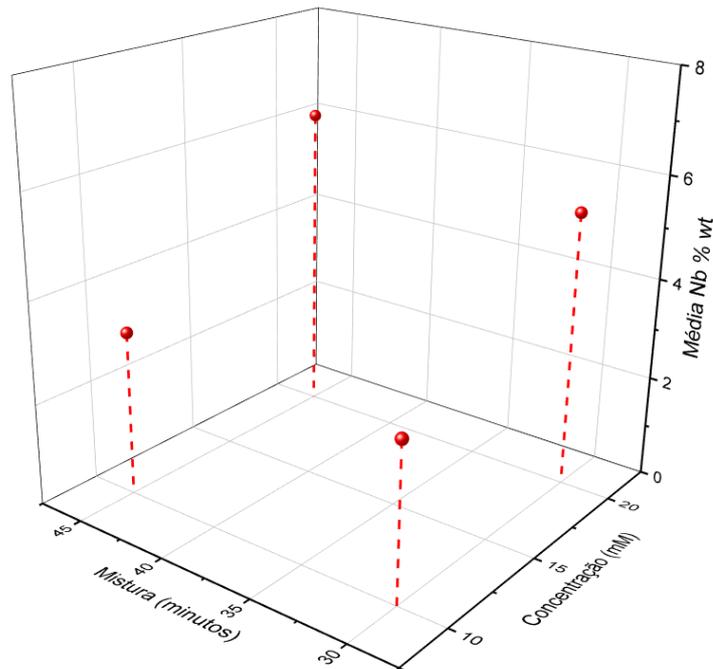
A Figura 31 apresenta as imagens obtidas via elétrons secundários e elétrons retroespalhados típicos das partículas de ferro recobertas com pentóxido de nióbio. Há uma texturização na superfície das partículas de ferro devido à presença das nanopartículas de Nb_2O_5 , as quais são mais frequentemente detectadas nas regiões côncavas do pó de ferro. Pôde-se também perceber um aumento do percentual de nióbio detectado, interpretado como aumento da espessura de camada de Nb_2O_5 , quando aumentado o tempo de mistura entre o pó de ferro e a suspensão de nanopartículas, assim como também ocorre quando é aumentada a concentração de nanopartículas na suspensão. O resultado dessas medições da porcentagem mássica de nióbio em função dos parâmetros de recobrimento é apresentado na Figura 32.

Figura 31 - Imagens via SE e BSE de partículas de ferro recobertas com Nb_2O_5 como demonstra a textura observada na superfície das partículas.



Fonte: autoria própria.

Figura 32 - Porcentagem de nióbio, interpretada como comparativo para espessura de camada de Nb_2O_5 , em função dos parâmetros utilizados no processo de recobrimento das partículas de ferro.



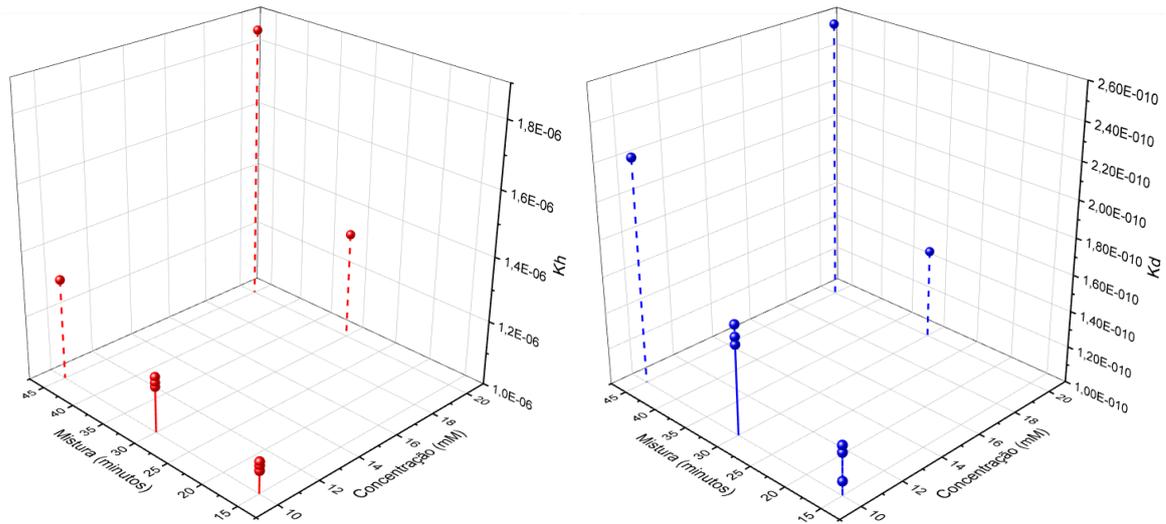
Fonte: autoria própria.

É importante salientar que, ao analisar os resultados da Figura 32, uma maior concentração de Nb_2O_5 não necessariamente resulta em uma maior resistividade elétrica para o SMC. Adicionalmente, foi produzida uma nova amostra com os parâmetros de 15 minutos de mistura e concentração de nanopartículas na solução de 10 mM, sendo que essa amostra teve sua produção repetida 3 vezes juntamente com a melhor amostra do planejamento experimental (amostra 4), visando a avaliação da repetibilidade do processo. Isto se deveu ao fato de que, cruzando o resultado de espessura de camada obtido via EDX juntamente com a tendência de redução das perdas magnéticas conforme redução de tal espessura, viu-se grande potencial em tal combinação de parâmetros de recobrimento. Logo, os coeficientes de perdas K_H e K_D foram obtidos e plotados em relação aos parâmetros de recobrimento na Figura 33. Se comparados com os resultados da Figura 32, fica evidente que as amostras produzidas com condições de processamento que resultaram em menores porcentagens de nióbio apresentaram melhor desempenho em termos de perdas (K_H e K_D mais baixos).

Embora esse comportamento seja esperado para o coeficiente K_H , visto que uma menor presença de nanopartículas no compósito implica em menor diluição da fase ferromagnética e maior interação entre as partículas vizinhas (o que reduz os campos desmagnetizantes internos), o resultado pode parecer um tanto contraditório para o coeficiente K_D . Afinal, uma maior "espessura da camada" deveria, teoricamente, resultar em uma maior resistividade elétrica. No

entanto, essa aparente contradição se deve à metodologia utilizada para avaliar indiretamente a espessura da camada. Isso ocorre porque a porcentagem mássica é medida em uma área específica da partícula. Se essa distribuição for muito heterogênea, pode haver regiões com alta concentração de nanopartículas próximas a regiões onde o revestimento é defeituoso. Isso levaria a uma porcentagem mássica elevada devido às áreas de aglomeração de nanopartículas, mas as falhas no isolamento elétrico resultariam em contato elétrico entre as partículas metálicas durante a fabricação das amostras, reduzindo a resistividade elétrica e aumentando o valor observado para K_D .

Figura 33 - Coeficientes de perdas K_H e K_D atribuídos por meio de ajuste à curva de perdas das amostras produzidas neste projeto que puderam ser mensuradas.



Fonte: autoria própria.

As medidas realizadas e apresentadas na Figura 33 demonstram que a utilização de menores tempos de mistura e menores concentração de Nb_2O_5 resultam não apenas em melhor performance magnética, mas também em um menor tempo de processamento e um menor custo para produção do revestimento (menor consumo de nanopartículas). Dessa maneira, tal condição de recobrimento foi utilizada para dar continuidade ao processamento das amostras da etapa seguinte, que foca sobre a otimização do revestimento vítreo (camada de silicato de potássio) sobre a camada de nanopartículas de Nb_2O_5 .

5.4. Validação dos dispositivos simplificados para avaliação magnética e elétrica

Ao final da etapa de trabalho com os resultados apresentados na seção 5.3, conforme mencionado na seção de materiais e métodos, ocorreu um problema técnico com a bancada comercial de medição de propriedades magnéticas. Tal problema acarretou na impossibilidade

de medições precisas das propriedades das amostras produzidas com recobrimento duplo contendo Nb_2O_5 e silicato de potássio. De forma a dar continuidade no desenvolvimento, ainda que de forma menos precisa, foram desenvolvidos alguns dispositivos, de construção simplificada, que permitissem avaliar de forma preliminar o desempenho dessas novas amostras de SMC.

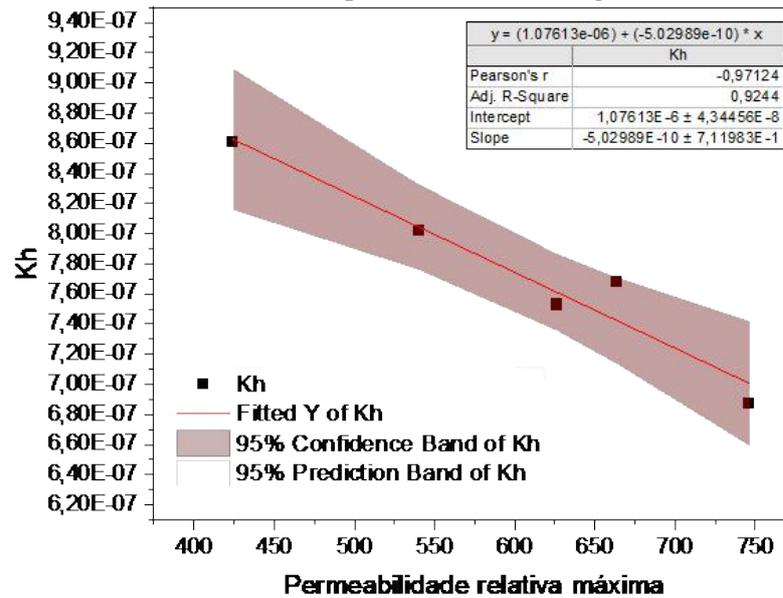
Para validação dos dispositivos desenvolvidos, foram utilizadas amostras de SMC que já haviam passado por um processo de caracterização completa utilizando a bancada de medição de propriedades magnéticas de maior precisão, incluindo as amostras produzidas neste estudo (resultados da seção 5.3) e também amostras de um SMC comercial utilizadas em estudos prévios a esta pesquisa.

Vale ressaltar a oportunidade de utilização desses dispositivos, após serem validados, em uma possível linha de produção, sendo uma maneira de conferir na própria linha se o componente que está em produção possui as características adequadas esperadas para o produto final. Isso se deve ao fato de que, para medição em bancada com um circuito fechado, a amostra deve possuir um padrão de geometria e dimensional em forma de toroide, impossibilitando a medição de um componente de formato diferente, principalmente na própria linha de produção. Os dispositivos criados foram pensados também para amostras toroidais, porém os princípios e os métodos utilizados para construção dos mesmos, após a validação, permitem extrapolar para dispositivos que avaliem diferentes componentes.

Dispositivo para medição da permeabilidade

Do ponto de vista das perdas por histerese, representada pelo coeficiente K_H , é sabido que os fenômenos que regem tal fração de perdas estão bastante atrelados à própria permeabilidade magnética do material, especialmente se mensurada em baixa frequência para evitar efeito das correntes parasitas. No caso das amostras utilizadas para validar a construção do dispositivo descrito nesta seção, a relação entre o coeficiente K_H e a permeabilidade magnética é dada na Figura 34. Vê-se nesta correlação que amostras com maiores valores de permeabilidade também costumam apresentar menores perdas por histerese. Os resultados apresentados aqui são referentes a amostra de um SMC comercial avaliados em estudos anteriores, uma vez que quando foi realizado o processo de desenvolvimento do dispositivo as amostras produzidas neste projeto já não se encontravam mais bobinadas para avaliação.

Figura 34 - Correlação entre K_H e permeabilidade magnética relativa máxima.

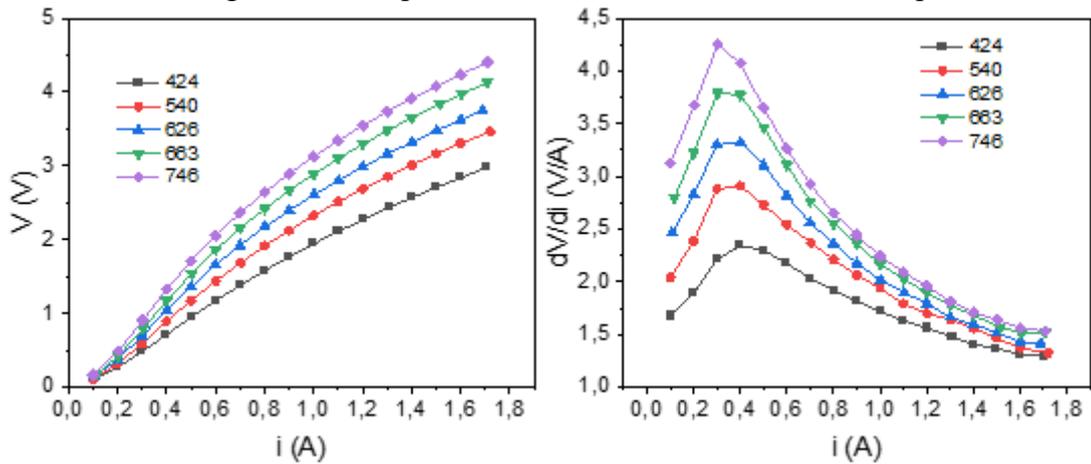


Fonte: autoria própria.

As curvas que mostram a relação entre a tensão e a corrente para as 5 amostras de SMC, juntamente com os valores conhecidos das permeabilidades magnéticas (indicados na legenda das curvas), são apresentadas na Figura 35. Além disso, na mesma figura, estão representadas as primeiras derivadas da tensão em relação à corrente. A partir da análise da relação de dV/di máxima de cada uma dessas curvas, é possível observar uma forte correlação com as medições das permeabilidades máximas obtidas anteriormente na bancada de medição de alta precisão, como ilustrado na Figura 36.

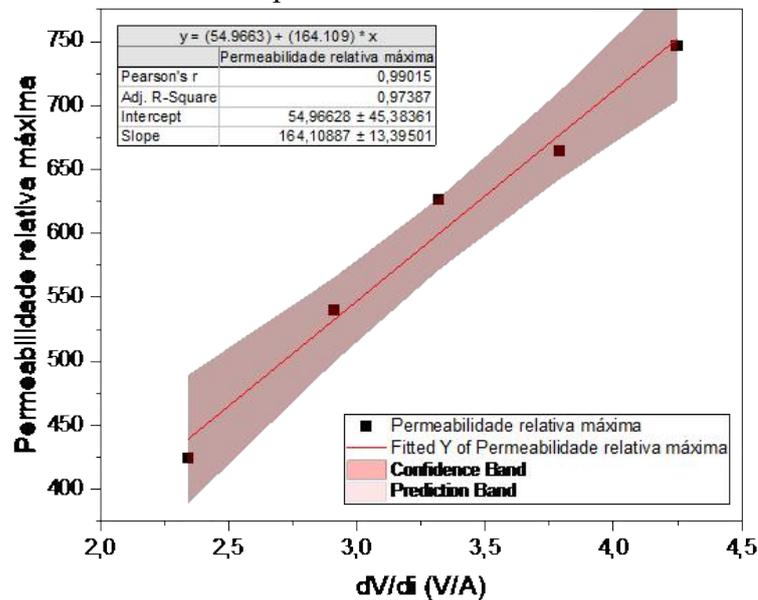
Com base nesses resultados, que demonstram uma consistência notável entre as medições realizadas na bancada de precisão com o dispositivo mais simples desenvolvido, considera-se o método de medição validado, permitindo realizar medições comparativas das permeabilidades magnéticas entre as amostras produzidas no âmbito do estudo com confiança.

Figura 35 - Curvas de tensão no bobinamento secundário versus corrente aplicada ao bobinamento primário (esquerda) e derivada da tensão em função da corrente aplicada (direita) para amostras de SMC comerciais cujos valores de permeabilidade magnéticas, indicados na legenda, foram previamente mensurados em bancada especializada.



Fonte: autoria própria.

Figura 36 - Correlação entre os valores obtidos para dV/di máximo de cada uma das amostras de SMC comerciais e seus valores de permeabilidade mensurados em bancada especializada.



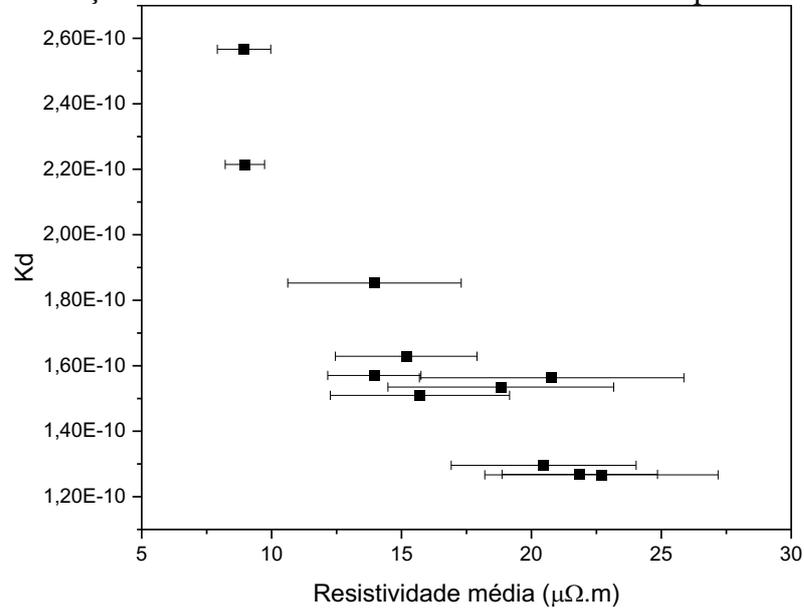
Fonte: autoria própria.

Dispositivo para medição da resistividade elétrica

Para validação do dispositivo, as amostras produzidas neste projeto foram desbobinadas e mensuradas um total de 5 vezes entre os pontos monitorados por V_1 e mais 5 vezes entre os pontos monitorados por V_2 . A Figura 37 apresenta os valores médios e o desvio padrão dessas medidas de resistividade juntamente com a correlação da resistividade medida com os valores assumidos de K_D para cada uma das amostras produzidas. A correlação observada aqui é

coerente com o comportamento típico observado para SMCs conforme observado em estudos anteriores (EVANGELISTA, 2020; EVANGELISTA et al., 2021), onde quanto maior o K_D menor será a resistividade, e vice-versa, de tal maneira que o dispositivo foi, então, considerado validado para medir as amostras produzidas na próxima etapa desse projeto.

Figura 37 - Correlação entre resistividade elétrica e coeficiente de perdas dinâmicas K_D .



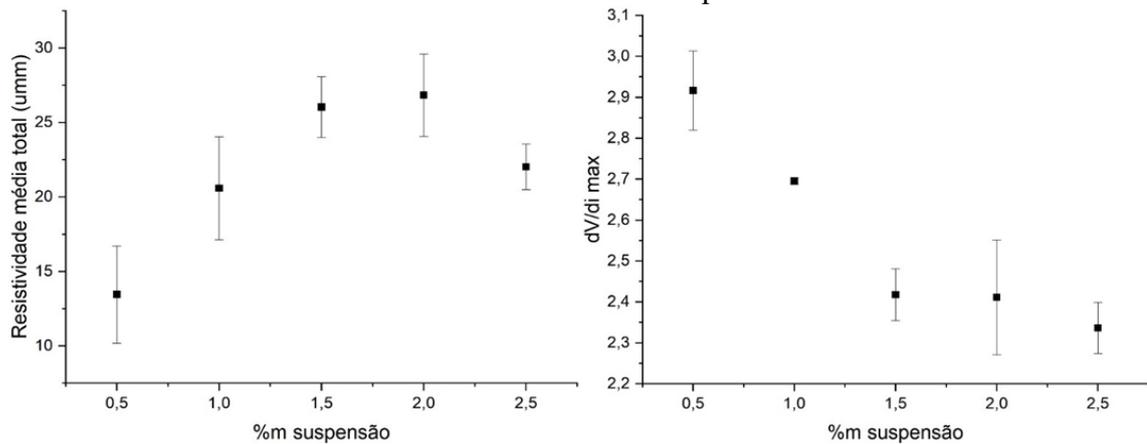
Fonte: autoria própria.

5.5. Avaliação do processo de revestimento com silicato de potássio

Fixada a condição de processo para formação da camada de Nb_2O_5 como demonstrado na seção 5.4, foram produzidas amostras de SMC contendo uma segunda camada isolante baseada em silicato de potássio do tipo vidro líquido. Para confecção das amostras, foi variada a porcentagem mássica da fração de sólidos presentes na solução quando seca entre 0,5% e 2,5%, conforme especificado na seção 4.4.2.

Utilizando dos novos dispositivos construídos para avaliação preliminar, foram tomadas medidas da relação entre tensão e corrente no ensaio para determinação da permeabilidade magnética e mensurada a resistividade elétrica das amostras produzidas com revestimento de silicato de potássio, sendo estes resultados expostos na Figura 38.

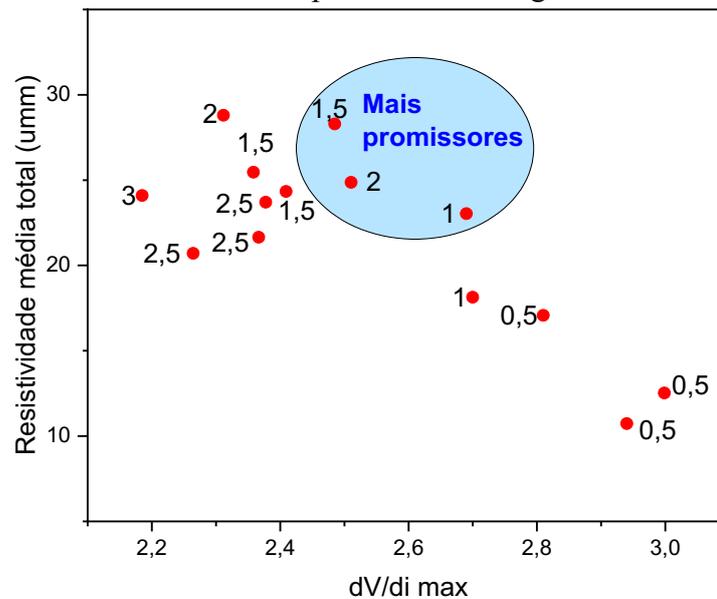
Figura 38 - Medidas de resistividade elétrica (esquerda) e relação entre tensão e corrente para determinação da permeabilidade magnética (direita) das amostras produzidas com recobrimento de silicato de potássio.



Fonte: autoria própria.

Os resultados dessas propriedades foram correlacionados e compilados no gráfico da Figura 39, onde os rótulos de dados ao lado de cada ponto indicam a fração de sólidos utilizada na solução de silicato de potássio para produção das amostras. As amostras tomadas como mais promissoras são aquelas que reúnem simultaneamente alta permeabilidade e alta resistividade elétrica (alto dV/di máximo).

Figura 39 - Compilado de resultados de permeabilidade e resistividade elétrica (dV/di) das amostras produzidas com silicato de potássio como segundo revestimento do SMC.



Fonte: autoria própria.

As amostras tomadas como mais promissoras incluem aquelas produzidas com fração de sólidos variando de 1 a 2%. Os parâmetros utilizados para produção destas amostras mais

promissoras seriam os escolhidos para uma possível produção em série caso o objetivo fosse o desenvolvimento de um motor, por exemplo. Por outro lado, não foi possível confirmar se esse resultado preliminar pode indicar que um processo com baixo controle da fração de sólidos seria suficiente para produzir sempre bons resultados. Tampouco é possível apontar se a resistividade elétrica ou se a permeabilidade tem mais influência sobre a performance magnética do SMC quando medido em bancada especializada, o que de fato também pode ser modificado de acordo com a frequência de interesse. Portanto, observa-se um potencial de aplicação na amostra produzida com $1,5 \pm 0,5\%$ de fração de sólidos, porém sem uma conclusão mais completa devido à falta de uma bancada de medição precisa.

6. CONCLUSÃO

O presente trabalho detalhou o desenvolvimento de um novo compósito magnético mole produzido através do revestimento de partículas de ferro com uma camada de nanopartículas de óxido de nióbio e uma segunda camada de fases vítreas. Para tanto, houve um estudo do beneficiamento magnético do pó de ferro base, foram desenvolvidas rotas de recobrimento para formação das duas camadas de isolantes, realizadas investigações a respeito do efeito dos parâmetros de recobrimento sobre a formação das camadas e, por fim, estudadas as propriedades elétricas e magnéticas dos SMCs produzidos, tanto em bancada comercial quanto em dispositivos simplificados desenvolvidos neste trabalho.

O pó de ferro Fe_{40.37}, previamente às operações de recobrimento com as camadas isolantes, foi tratado termicamente para crescimento de grão. Tal tratamento resultou em uma maior plasticidade das partículas durante a compactação, além de uma redução no número de contornos de grão no interior da partícula ferromagnética, os quais atuam como barreiras de movimentação das paredes de domínio magnético. O pó tratado termicamente apresentou 43% de redução nas perdas por histerese e um aumento de 17% da permeabilidade magnética máxima em relação ao pó de ferro não tratado. Dessa forma, entende-se que o benefício técnico sobre a performance magnética do material particulado devido ao tratamento crescimento de grão é de suma importância para tornar o SMC produzido competitivo em relação às suas propriedades magnéticas.

A partir do pó tratado, realizou-se o recobrimento com nanopartículas de óxido de nióbio. Para essa etapa, utilizou-se como principais parâmetros o controle de tempo da mistura entre as partículas de ferro e a suspensão de nanopartículas e a concentração molar dessa mesma suspensão. Avaliou-se de forma semi-quantitativa a espessura da camada de Nb₂O₅ via EDX, onde foi constatado um revestimento efetivo para todas as amostras avaliadas, uma vez que foi encontrado nióbio em todas elas. Tanto o aumento do tempo de mistura como o aumento da concentração molar de Nb₂O₅ na solução acarretaram em um aumento do percentual de nióbio detectado, indiretamente apontando para uma maior espessura de camada, conforme esperado.

Em relação ao resultado de propriedades magnéticas obtidos em bancada comercial das amostras da primeira etapa de planejamento experimental, ficou evidente que a amostra produzida com condições de processamento (15 minutos de mistura de 10 mM de concentração) que resultaram em menor porcentagem de nióbio apresentou melhor desempenho em termos de perdas (K_H e K_D mais baixos). Esta combinação de parâmetros, que além de permitir a melhoria da performance magnética, acaba também apresentando vantagens do ponto de vista de

produtividade e de redução de custo, foi escolhida para dar continuidade na segunda etapa de planejamento experimental.

Contudo, devido a problemas técnicos na banca de medição magnética, novos métodos de medição foram traduzidos pelo desenvolvimento de dispositivos simplificados de medição magnética e elétrica visando a continuidade do estudo. Estes dispositivos foram desenvolvidos no laboratório com aparatos já disponíveis, servindo como uma forma de sistema para verificação das amostras com maior potencial em relação à permeabilidade magnética e à resistividade elétrica. Os mesmos foram validados realizando a medição de amostras que já haviam sido medidas na bancada comercial de maior precisão. Os resultados obtidos de ambas as formas foram comparados e aprovaram os novos dispositivos, sendo que os princípios e o método utilizado para construção dos mesmos, após a validação, permitem extrapolar para dispositivos que avaliem componentes com diferentes geometrias e composições.

Fixada a condição de recobrimento da camada de Nb_2O_5 citada acima, foram produzidas amostras de SMC contendo uma segunda camada isolante baseada numa nova rota de recobrimento utilizando silicato de potássio do tipo vidro líquido. Entre as condições avaliadas nesta pesquisa, foram identificadas como mais promissoras as amostras produzidas com 1, 1,5 e 2% de fração de sólidos, sendo a amostra com 1,5% a com melhor balanço entre resistividade média total e permeabilidade. Uma conclusão mais completa em relação a estas amostras não pôde ser feita devido à falta de uma bancada de medição precisa, uma vez que não foi possível confirmar se a resistividade elétrica ou a permeabilidade tem mais influência sobre a performance magnética do SMC, o que de fato também pode ser modificado de acordo com a frequência de interesse.

7. SUGESTÃO DE TRABALHOS FUTUROS

- Estudo do número de ciclagens entre a fase alfa e gama do pó de ferro base durante o tratamento que visa o posterior beneficiamento das propriedades magnéticas do SMC com resfriamento lento;
- Expansão do *range* dos parâmetros (tempo de mistura e concentração molar das nanopartículas) de recobrimento com óxido de nióbio do primeiro planejamento experimental visando uma melhor previsão da região onde os parâmetros serão ótimos;
- Otimização do recobrimento da fase vítrea com silicato de potássio através da medição magnética das amostras em bancada comercial, possibilitando de fato a comparação dos resultados obtidos com SMCs comerciais e confirmando seu real potencial;
- Avaliação dos efeitos dos parâmetros de processamento para transformação do pó revestido em um componente *bulk* sobre a performance do SMC: pressão de compactação, temperatura máxima e atmosfera (ponto de orvalho);
- Melhoria dos sistemas de medição simplificado com incorporação de um gerador de sinais e osciloscópio para melhorar o monitoramento de corrente e tensão. Avaliação também do sistema para outras frequências e outras formas de onda de interesse.

8. REFERÊNCIAS

AGENCY, I. E. Market Report Series Energy Efficiency. 2018.

ANDERSSON, L. H. O. **Advances in SMC Technology – Materials and Applications**. EURO PM2009. **Anais...**Copenhagen: 2009.

BARBOZA, J. S. **Caracterização de Compósitos Magnéticos Macios Desenvolvidas Através da Metalurgia do Pó Aplicados a Núcleos de Máquinas Elétricas**. [s.l.] UFRGS, 2009.

BERTOTTI, G. General properties of power losses in soft ferromagnetic materials. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 24, n. 1, p. 10, 1988.

BINDER, R. et al. **Material particulado para obtenção de compósito magnético mole, processo de produção de material particulado para obtenção de compósito magnético mole e processo de produção de compósito magnético mole a partir de material particulado**. Brazil, 2020.

BOEHM, A.; HAHN, I. **Comparison of soft magnetic composites (SMCs) and electrical steel**. 2nd International Electric Drives Production Conference (EDPC). **Anais...IEEE**, out. 2012.

BOTELHO, R. A. **Laminações assimétricas e propriedades de aços elétricos GNO com 3,0% de silício**. Rio de Janeiro: Instituto Militar de Engenharia, 2012.

BOTTA, W. J. et al. Glass transition, thermal expansion and relaxation in B₂O₃ glass measured by time-resolved X-ray diffraction. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 354, n. 2–9, p. 325–327, 2008.

CASTRO, N. A.; RODRIGUES, D.; LANDGRAF, F. J. G. **Dificuldades na Aplicação de Pós de Ferro Microencapsulados em Substituição a Aços Elétricos de Grão Não Orientado**. 59º Congresso Anual da ABM. **Anais...**São Paulo: 2004.

CREMONEZI, A.; LOPES, H. SMC - Compósitos magnéticos moles. In: **A Metalurgia do Pó: alternativa econômica com menor impacto ambiental**. 1. ed. São Paulo: Metallum Eventos Técnicos e Científicos, 2009. p. 85–95.

CSANYI, E. **Materials with magnetic properties**.

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to Magnetic Materials**. 2. ed. Piscataway: Wiley-IEEE Press, 2008.

- DAMERA, N. R.; PASAM, V. K. Performance profiling of boric acid as lubricant in machining. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering**, v. 30, n. 3, p. 239–244, 2008.
- DAVIS, K. et al. Band gap engineered zinc oxide nanostructures via a sol-gel synthesis of solvent driven shape-controlled crystal growth. **Royal Society Chemistry Advances**, p. 14638–14648, 2019.
- DE WULF, M. et al. Magnetic properties and loss separation in iron powder soft magnetic composite materials. **Journal of Applied Physics**, v. 91, n. 10, p. 7845, maio 2002.
- DING, W. et al. Effect of iron particle size and volume fraction on the magnetic properties of Fe/silicate glass soft magnetic composites. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 378, p. 232–238, 15 mar. 2015.
- ENERDATA. **World Power consumption | Electricity consumption | Enerdata**. Disponível em: <<https://yearbook.enerdata.net/electricity/electricity-domestic-consumption-data.html>>. Acesso em: 9 jan. 2019.
- ESPÍNDOLA, A. A. DE. **Avaliação das perdas magnéticas em dispositivos submetidos a campos magnéticos rotacionais**. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 2003.
- EVANGELISTA, L. L. et al. **Material particulado para obtenção de compósito magnético mole e processo de produção de material particulado para obtenção de compósito magnético mole**. Inpi, 2019.
- EVANGELISTA, L. L. **Estudo de compósitos magnéticos moles de partículas de ferro recobertas por nanopartículas de óxido de zinco e ácido bórico**. [s.l.] Universidade Federal de Santa Catarina, 2020.
- EVANGELISTA, L. L. et al. Developments on soft magnetic composites with double layer insulating coating: Synergy between ZnO and B₂O₃. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 497, p. 166023, mar. 2020.
- EVANGELISTA, L. L. et al. Magnetic properties optimization of an iron-based soft magnetic composite coated by nano-ZnO and boron oxide. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 539, dez. 2021.
- EVANGELISTA, L. L. et al. Novel soft magnetic composite with insulating layers formed in situ from hydrothermal carbon nanospheres and boric acid. **Journal of Alloys and**

Compounds, v. 943, p. 169172, 2023.

FIORILLO, F. **Characterization and measurement of magnetic materials**. 1st. ed. Torino: [s.n.].

GIMÉNEZ, S. et al. Effects of microstructural heterogeneity on the mechanical properties of pressed soft magnetic composite bodies. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 419, n. 1–2, p. 299–305, ago. 2006.

GORKUNOV, E. S.; DRAGOSHANSKY, Y. N. **Interaction Between domain walls and structural defects as a background for magnetic inspection of steel structures**.

Proceedings of the 15th World Conference on Nondestructive Testing. **Anais...**Roma: 2000.

GRAMATYKA, P. et al. Soft magnetic composite based on. v. 15, n. 1, p. 27–31, 2006.

GUO, Y. G. et al. 3D vector magnetic properties of soft magnetic composite material. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 302, n. 2, p. 511–516, jul. 2006.

GUTFLEISCH, O. et al. Magnetic Materials and Devices for the 21st Century: Stronger, Lighter, and More Energy Efficient. **Advanced Materials**, v. 23, p. 821–842, 2011.

HEMMATI, I.; HOSSEINI, H. R. M.; MIRAGHAEI, S. Effect of processing parameters on electrical, mechanical and magnetic properties of iron–resin soft magnetic composite. **Powder Metallurgy**, v. 50, n. 1, p. 86–90, 2007.

HULTMAN, L. O.; JACK, A. G. **Soft Magnetic Composites - Materials and Applications**. IEEE International Electric Machines and Drives Conference, 2003. **Anais...**Madison, W: IEMDC'03, 2003.

INTERNATIONAL ENERGY AGENCY. **Global electricity demand is growing faster than renewables, driving strong increase in generation from fossil fuels**. [s.l: s.n.].

Disponível em: <<https://www.iea.org/news/global-electricity-demand-is-growing-faster-than-renewables-driving-strong-increase-in-generation-from-fossil-fuels>>.

JAKUBOVICS, J. P. **Magnetism and magnetic materials**. [s.l: s.n.].

JILES, D. **Introduction to Magnetisc and Magnetic Materials**. 1st. ed. [s.l.] Chapman and Hall, 1991.

KOLLÁR, P. et al. Power loss separation in Fe-based composite materials. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 327, p. 146–150, 2013.

KOMATSU, T. et al. Structural role of Nb₂O₅ in glass-forming ability, electronic

polarizability and nanocrystallization in glasses: A review. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 581, n. October 2021, p. 121414, 2022.

KURMAEV, E. Z. et al. Electronic structure of niobium oxides. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 347, p. 213–218, 2002.

KUSHNIRENKO, V. I.; MARKEVICH, I. V.; RUSAVSKY, A. V. Influence of boric acid as a flux on the properties of ZnO ceramics. **Radiation Measurements**, v. 45, n. 3–6, p. 468–471, 2010.

LALL, C. **Soft magnetism: Fundamentals for powder metallurgy and metal injection molding**. New Jersey: Metal Powder Industry, 1992.

LAUDA, M. et al. Magnetic properties and loss separation in FeSi/MnZnFe₂O₄ soft magnetic composites. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 411, p. 12–17, 2016.

LIEW, G. S. et al. **Analysis of a Segmented Brushless PM Machine Utilising Soft Magnetic Composites**. IECON 2007. Anais...Taipei: 2007.

MACHADO, L. E. **Desenvolvimento De Revestimento Isolante De Partículas Ferromagnéticas Obtido a Partir De Nanoesferas De Carbono E Óxido De Boro Para Aplicação Em Compósitos Magnéticos Moles**. [s.l: s.n.].

MAGNUSSEN, F. et al. **Analysis of a PM Machine with Concentrated Fractional Pitch Windings**. Nordic Workshop on Power and Industrial Electronics (NORPIE). Anais...Trondheim: 2004.

OIKONOMOU, C. et al. Effect of heat treatment in air on surface composition of iron-phosphate based soft magnetic composite components. **Materials Science and Engineering: B**, v. 189, p. 90–99, nov. 2014.

PENNANDER, L.; JACK, A. G. **Soft Magnetic Iron Powder Materials AC Properties and their Application in Electrical Machines**. EURO PM2003. Anais...Valencia: 2003.

PÉRIGO, E. A. et al. Past, present, and future of soft magnetic composites. **Applied Physics Reviews**, v. 5, n. 3, p. 031301, set. 2018.

RAMOS FILHO, A. I. **Desenvolvimento de compósito magnético mole com revestimentos de compostos de Boro em partículas de Ferro**. [s.l.] Universidade Federal de Santa Catarina, 2016.

REBEYRAT, S. et al. Oxidation of phosphated iron powders. **Thin Solid Films**, v. 379, n. 1–

2, p. 139–146, 2000.

RODRIGUES, D. et al. Properties of Iron Powder for AC Magnetic Application. **Key Engineering Materials**, v. 189–191, p. 649–654, 2001.

SCHOPPA, A.; DELARBRE, P. Soft Magnetic Powder Composites and Potential Applications in Modern Electric Machines and Devices. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 50, n. 4, p. 1–4, abr. 2014.

SHOKROLLAHI, H.; JANGHORBAN, K. Soft magnetic composite materials (SMCs). **Journal of Materials Processing Technology**, v. 189, n. 1–3, p. 1–12, jul. 2007.

SILVA JÚNIOR, P. A. DA. **Bancada para ensaios de materiais ferromagnéticos em chapa única sob campos rotacionais**. Florianópolis: Universidade Federal de Santa Catarina, 2007.

SILVEYRA, J. M. et al. Soft magnetic materials for a sustainable and electrified world. **Science**, v. 362, n. 6413, p. 1–11, 2018.

SKARRIE, H. **Design of Powder Core Inductors**. [s.l.] Lund University, Lund, Sweden, 2001.

SLUSAREK, B. et al. Characteristics of Power Loss in SMC a Key for Desining the Best Values of Technological Parameters. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 581, p. 699–704, abr. 2013.

TAGHVAEI, A. H. et al. Eddy current and total power loss separation in the iron–phosphate–polyepoxy soft magnetic composites. **Materials & Design**, v. 30, n. 10, p. 3989–3995, dez. 2009.

TAJIMA, S. et al. Properties of High-Density Magnetic Composite Fabricated From Iron Powder Coated With a New Type Phosphate Insulator. **IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS**, v. 41, n. 10, 2005.

TAN, Z. et al. New development of powder metallurgy in automotive industry. **Journal of Central South University**, n. 27, p. 1611–1623, 2020.

TANABE, M. et al. **Coated particle powder and manufacturing method**. , 2019.

TONTINI, G. **Estudo de compósitos magnéticos moles de ferro recoberto por suspensão de nanopartículas de alumina em vidro líquido**. [s.l.] Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2017.

TOSHIYUKI, I. **Method for producing composite magnetic sheet and composite**

magnetic sheet. , 2016.

UTSUMI, Y.; MURAKAMI, T.; ISHII, I. Reaction Mechanism of H₃BO₃-ZnO Bonding Material Under Hot-Pressing and Heat Treatment. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 64, n. 11, p. C-164- C-165, nov. 1981.

VACHON, G.; GELINAS, C. **Insulated iron-base powder for soft magnetic applications.** United States of America, 2014.

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