

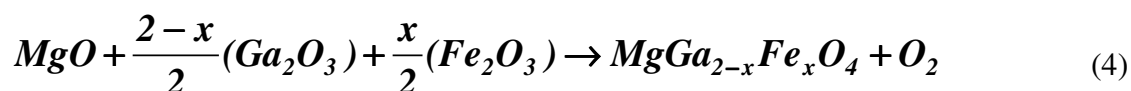
Capítulo 4 – Materiais e métodos

Neste capítulo IV serão apresentados os materiais que foram utilizados para a produção das ferritas, síntese e os métodos de caracterização que foram realizados para o estudo das propriedades magnéticas e elétricas das ferritas de galáto de magnésio.

4.1. Material

Para sintetizar os pós pelo processo da metalurgia do pó, foram utilizados: óxido de ferro (Fe_2O_3), óxido de magnésio (MgO) e óxido de gálio (Ga_2O_3).

As ferritas diluídas com as quais trabalhamos, possuem fórmula química geral $\text{MD}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_4$ onde M e D são os íons diamagnéticos, sendo D o íon de dopagem substitucional. A estequiometria é determinada a partir da reação:



As ferritas diluídas foram preparadas com a esquiometria nominal $\text{MgGa}_{(2-x)}\text{Fe}_x\text{O}_4$, onde x é a concentração de ferro. As pesagens do pó cerâmico foram realizadas através de uma balança analítica eletrônica (Mettler AE 240), conforme apresentada na Figura 4.1.



Figura 4.1- Balança analítica (Mettler AE 240)

4.2. Síntese das ferritas

Neste item serão apresentadas as etapas da síntese das ferritas de galáto de magnésio, que são divididas em: Pesagem do pó, moagem do pó cerâmico, prensagem do pó, sinterização.

4.2.1. Moagem do pó cerâmico

A Ferrita de $MgGa_{2-x}Fe_xO_4$ é o produto da mistura de óxido de ferro (Fe_2O_3), óxido de magnésio (MgO) e óxido de gálio (Ga_2O_3). O pó cerâmico foi moído em um almofariz de ágata com pistilo de mesmo material, conforme apresentado na Figura 4.2.

Inicialmente, o pó cerâmico foi quebrado em movimentos de prensagem e em seguida, com movimentos rotatórios lentos diminuiu-se o tamanho das partículas do pó.



Figura 4.2 – Almofariz e pistilo de ágata

Fonte: Laboratório de materiais cerâmicos da Universidade Federal de Itajubá.

4.2.2. Prensagem do pó cerâmico

A prensagem do pó é usada para fabricar composições tanto argilosas como não-argilosas, incluindo cerâmicas eletrônicas e magnéticas, bem como alguns produtos à base de tijolos refratários. O grau de compactação é maximizado e a fração de espaço vazio é minimizado pelo uso de partículas maiores e mais finas misturadas em proporções apropriadas. Na prensagem uniaxial, o pó é compactado em um molde metálico através de uma pressão que é aplicada ao longo de uma única direção. A peça conformada assume a configuração do molde e do cursor da prensa através do qual é aplicada.

A cavidade do molde foi preenchida com o pó aglutinado de cada cerâmica, conforme apresentado na Figura 4.3. O pó foi compactado por meio de pressão uniaxial, aplicada sobre a parte inferior do molde através de uma prensa hidráulica manual (Marconi MA 098/A), conforme apresentada na Figura 4.4. Prensamos 2,5 toneladas por 5 minutos, depois dos 5 minutos retornamos a pressão de 2,5 toneladas e retiramos a amostra. Retirou-se a peça do molde e colocou-a em um cadinho de alumina (Al_2O_3). 14 pastilhas da ferrita de galáto de magnésio foram preparadas com diferentes concentrações de ferro ($0,002 \leq x \leq 0,35$), conforme apresentada na Figura 4.5.



Figura 4.3 – A cavidade do molde é preenchida com o pó aglutinado de cada cerâmica
Fonte: Laboratório de materiais cerâmicos da Universidade Federal de Itajubá.



Figura 4.4 – Prensa hidráulica uniaxial manual (Marconi MA 098/A)
Fonte: Laboratório de materiais cerâmicos da Universidade Federal de Itajubá.



Figura 4.5 – Pastilhas da ferrita de $\text{MgGa}_{2-x}\text{Fe}_x\text{O}_4$
Fonte: Laboratório de materiais cerâmicos da Universidade Federal de Itajubá.

4.2.3. Sinterização das amostras

A sinterização é a etapa do processo de produção da cerâmica da metalurgia do pó que consiste em aquecer as amostras a temperaturas inferiores às do ponto de fusão das ligas, em condições controladas de tempo e ambiente. Pela aplicação desta operação, as partículas que constituem o compactado ligam-se entre si, formando um corpo mais denso e maior resistência mecânica, conforme apresentada na Figura 4.6 [4].

Todas as amostras foram colocadas nos cadinhos de alumina e foram dispostos no meio de um forno elétrico tipo Mufla por 8 h, até a temperatura de 800 °C, conforme apresentado na Figura 4.7

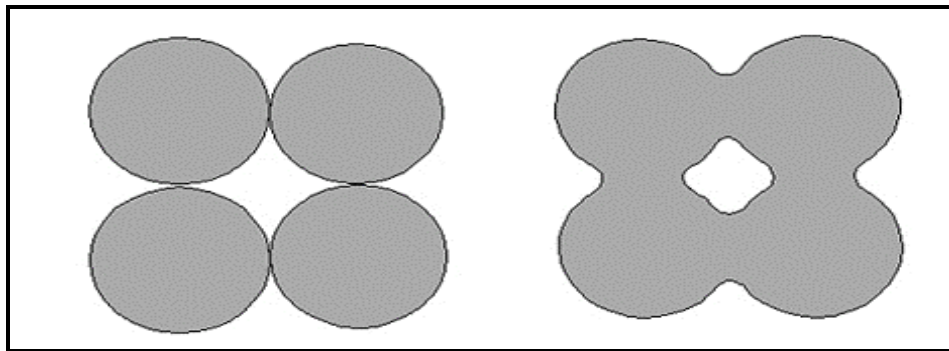


Figura 4.6 – No tratamento térmico as partículas ligam-se entre si, formando um corpo mais denso.



Figura 4.7 – Forno elétrico tipo Mufla (15x 15 x 25) para temperaturas até 1200 °C.
Fonte: Laboratório de materiais cerâmicos da Universidade Federal de Itajubá.

4.3. Métodos de caracterização

Neste item apresentaremos os métodos de caracterização que foram utilizados para os estudos das propriedades magnéticas e elétricas das ferritas de galáto de magnésio.

4.3.1. Caracterização magnética

Os resultados da caracterização magnética foram obtidos por um magnetômetro de amostra vibrante (VSM) EG&G-Princeton Applied Research (modelo 4500), do laboratório de magnetismo e materiais magnéticos do Instituto de Física da UFRJ, conforme apresentada na Figura 4.8.(a). Este magnetômetro de amostra vibrante possui capacidade para campos magnéticos aplicados de até 10 KOe e pode-se variar a temperatura entre a ambiente até 1000 °C com o auxílio de um acessório de alta temperatura (modelo 151 H) Princeton Applied Research. As amostras para a caracterização magnética devem possuir dimensões de 3 mm de diâmetro e espessura o menor que 2 mm. O magnetômetro mede o momento magnético (emu) da amostra em função do campo aplicado. Os resultados são fornecidos em arquivo de dados (.dat) que podem ser trabalhados no programa Microcal Origin 7.0.

Na figura 4.8.(b) é apresentado o Lock-in (controlador), (c) - Fonte de corrente, (d)- Eletroímã que produz o campo magnético e (e)- Computador.

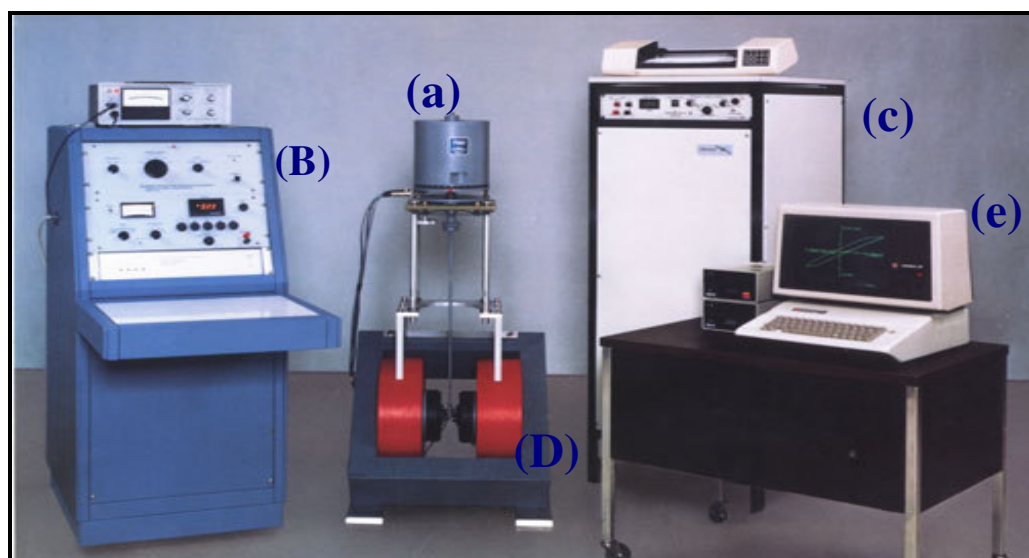


Figura 4.8- Magnetômetro de amostra vibrante

4.3.2. Caracterização por raio x (DXR)

Esta técnica permite a identificação das fases cristalográficas presentes na ferrita de galáto de magnésio, usando radiação monocromática CuK_α em 35 kV e 40 mA, sob ângulo 2θ de 10° até 70° . As fases cristalográficas foram identificadas com o auxílio de dados padrão do programa Microcal Origin.

O equipamento utilizado foi um difratômetro universal de raio x, modelo URD 65; da Seifert & Com. Gerador de raio x ID 3000, da Universidade Estadual Norte Fluminense, conforme representado na Figura 4.9.



Figura 4.9- Difratômetro de raio x utilizado para análise da estrutura cristalina nas ferritas de galáto de magnésio

4.3.3. Caracterização elétrica

Neste item apresentamos os equipamentos que foram utilizados na caracterização elétrica. Os equipamentos utilizados para a execução da experiência foram:

- a) Unidade fonte medidora de alta tensão – Keithley, modelo 237. Esta fonte é uma unidade fonte-medidora de alta precisão. Para o controle automatizado de aquisição de dados, este instrumento possui interface IEEE-488 padrão, o que permite a programação via microcomputador.

Ela pode funcionar tanto como fonte quanto como medidor, tanto fornecendo corrente e medindo tensão, como o inverso. O Keithley 237 pode fornecer tensões de 100 μ V até 1100 V e correntes de 100 fA até 100mA.

Possui uma alta precisão, podendo fazer medidas de tensões com resolução de 10 μ V e medidas de corrente com resolução de 10 fA, escalas estas fundamentais a medidas de baixos sinais e quaisquer outras que exijam precisão.

- b) Quando programada como fonte de tensão, o amperímetro conecta-se em série com a fonte de tensão e a saída.

Quando programada como fonte de corrente, o voltímetro conecta-se em paralelo entre fonte de corrente e a saída.

- c) Forno para temperaturas de até 800 K, em vácuo.
- d) Placa de aquisição de dados-National Instruments, modelo PCI6035E. Esta placa é conectada a um computador, e através do software Labview é feito o controle da temperatura do forno, e curvas I x V.

Para a caracterização elétrica as amostras foram lixadas com malhas até 600. Começamos com uma lixa 220 (e desejamos um acabamento extremamente liso), continuamos com uma lixa 320, depois uma 400 e ainda 600. Para se obter um bom acabamento da superfície é obrigatório começar a lixação no sentido: lixa mais grossa primeira, lixa mais fina na seqüência. As amostras foram colocadas numa câmara, conforme apresentado nas Figuras 4.10.(a) e 4.11. O arranjo utilizado foi o tipo “sanduíche”, sendo o eletrodo inferior à própria porta-amostra, e o eletrodo superior com geometria anelar. O vácuo foi obtido utilizando uma bomba turbo molecular, conforme apresentado na Figura 4.10.(b), auxiliada por uma bomba mecânica, conforme apresentado na Figura 4.10.(c), atingindo vácuo de aproximadamente 10^{-4} Torr. Todas as medidas da condutividade elétrica DC foram realizadas utilizando o método de dois pontos.

As medidas corrente (A) em função da voltagem na amostra (V) foram feitas por um programa em plataforma Labview, o qual configura a fonte medidora e a faixa de tensão a ser medida. A amostra é conectada via cabo coaxial a um resistor em série e então conectada a fonte.

A fonte fornece a tensão determinada, e mede a corrente, a partir desta corrente o programa calcula a tensão sob o resistor em série, determinando assim a tensão e a corrente na amostra.

Inicialmente, realizamos medidas de 0 a 40 V, com passo de 10 V, primeiramente a temperatura ambiente até 320 °C. O contato foi garantido através de pressão mecânica dos eletrodos metálicos contra a amostra.

Para comparação dos resultados, foram feitas medidas de 0 a 40V, com passo de 10V, primeiramente a temperatura ambiente até 120 °C. Um filme de prata foi usado na parte superior e inferior das amostras para ocorrer um bom contato ôhmico [27].

Antes de cada medida esperou-se um tempo de aproximadamente 10min em cada uma das temperaturas.

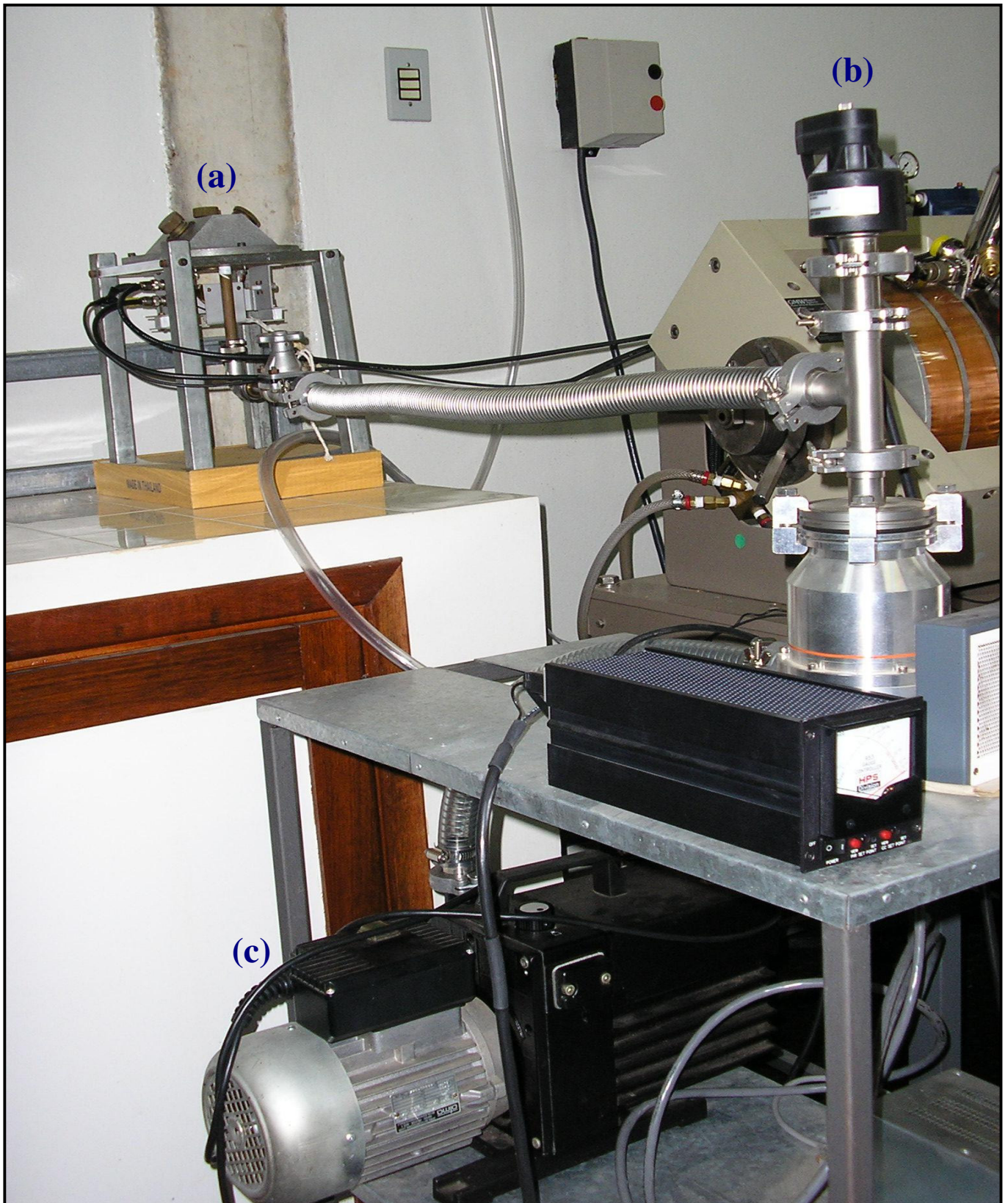


Figura 4.10 – Arranjo experimental utilizado na caracterização elétrica.

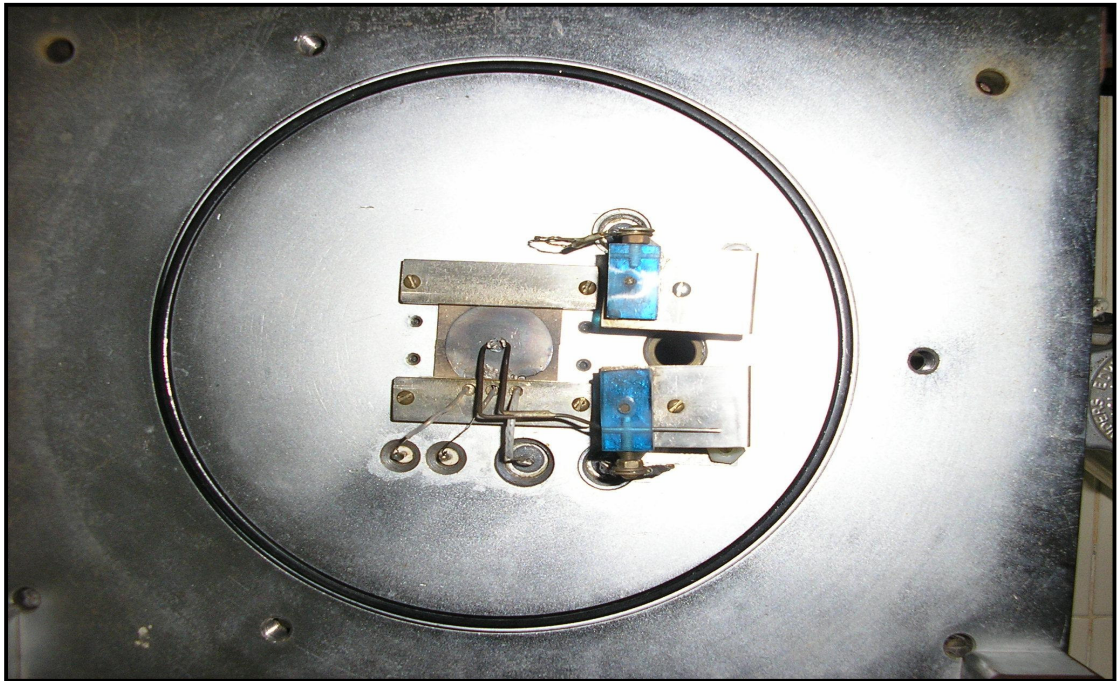


Figura 4.11 – Vista em planta no interior do forno.



Figura 4.12 – Unidade fonte medidora de alta tensão – Keithley, modelo 237