

SÍNTESE E CARACTERIZAÇÃO DA HEXAFERRITA $Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22} (Co_2Y)$

G. F. M. Pires Júnior ^a, H. O. Rodrigues ^b, J. C. Sales ^c, E. O. Sancho ^d, A.S. B. Sombra ^e

^a Departamento de Teleinformática (DETI), Universidade Federal do Ceará (UFC), CEP 60455-760, Fortaleza. Ceará, Brasil. e-mail: guipiomusic@yahoo.com.br

^b Departamento de Teleinformática (DETI), Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza. Ceará, Brasil.

^c Departamento de Engenharia, Universidade Estadual Vale do Acaraú (UVA), Fortaleza, Ceará, Brasil.

^d Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza, Ceará, Brasil.

^e Laboratório de Telecomunicações e Ciências e Engenharia de Materiais (LOCEM), Departamento de Física, Universidade Federal do Ceará (UFC), Fortaleza. Ceará, Brasil.

RESUMO

O objetivo desse trabalho é sintetizar e caracterizar a Hexaferrita $Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22} (Co_2Y)$. A Hexaferrita tipo Y (Co_2Y) foi preparada pelo método convencional cerâmico. Os pós moídos por 1 h foram calcinados a 1050°C por 3 h. Depois da calcinação os pós foram caracterizados por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Difração de Raios-X (DRX) usando um Difratorômetro DMAXB da Rigaku (Japão), radiação CuK_{α} ($\lambda=1.5405 \text{ \AA}$) numa taxa de 0.5°/min e faixa linear (20° a 80°) em 2 θ . A caracterização mais detalhadas por DRX foi feita utilizando o programa DBWS9807a que utiliza o método de Rietveld para refinamento de estruturas cristalinas e confirmou a obtenção isolada da fase (Co_2Y) com estrutura cristalina hexagonal ($a = b = 5.8560 \text{ \AA}$ e $c = 43.4977 \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = 90^\circ$ e $\gamma = 120^\circ$) com densidade e volume da cela unitária calculados de 5.45g/cm³ e 1292.3 \AA^3 respectivamente.

Palavras - chave: Hexaferrita tipo Y, Método convencional cerâmico, Difração de Raios - X.

INTRODUÇÃO

No passado, os materiais cerâmicos eram conhecidos como cerâmicas tradicionais, cuja matéria prima era a argila e servia para utilização de porcelana, louças, telhas, tijolos, azulejos e cerâmicas de alta temperatura. Com o passar do tempo à necessidade de novas cerâmicas com propriedades promissoras para atender os sistemas de telecomunicação fez com que o estudo e conhecimento de cerâmicas magnéticas (ferritas) crescessem muito nos últimos 60 anos ⁽¹⁾. Os pioneiros no estudo dessas cerâmicas com propriedades promissoras foram Takeshe Takei e Kato no Japão, posteriormente J.L. Snock na Holanda, e hoje essas cerâmicas tem um papel fundamental na ciência e tecnologia, bem como no estudo da síntese de novos materiais ⁽²⁾.

Devido ao rápido progresso nos sistemas de telecomunicação em microondas as cerâmicas magnéticas se tornaram muito atrativas para uso nesse crescente setor. As mesmas para serem utilizadas para esses fins devem ser bem estudadas e caracterizadas quanto a respeito de sua estrutura cristalina, densificação e crescimento de grão, que são de grande importância em certas propriedades, tais como: alta permissividade dielétrica para redução de tamanho, alto valor do fator de qualidade (perdas dielétricas mínimas) que são indispensáveis nos dispositivos eletrônicos que operam nesta frequência. A maior largura de banda das microondas devido a sua maior frequência faz com que elas transportem mais informações do que as de rádio. Com isso, os sistemas atuais de comunicação que incluem: telefones celulares, internet sem fio, e a comunicação via satélite utilizam-se de componentes dielétricos e magnéticos, tais como os ressoadores para acoplar, selecionar e filtrar microondas.

O estudo de novos materiais para aplicação em tecnologia atual é de muita importância. Muitos são os fatores que conduzem à substituição desses materiais, o custo é o principal, além de propriedades específicas mais promissoras que atendam a demanda de mercado ^(3,4).

Nosso trabalho tem com principal objetivo sintetizar e caracterizar a Hexaferrita $Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22} (Co_2Y)$ pelo método convencional cerâmico (reação de estado sólido) através da moagem mecânica de alta energia, utilizando o estudo da Difração de Raios-X (DRX) e a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Como principal motivação temos o crescimento do mercado da comunicação sem fio nos

últimos anos devido ao volume de aparelhos telefônicos móveis. A antena é de grande importância nesses dispositivos porque é o principal componente da rede, e a Hexaferrita estudada poderia ter grande aplicabilidade na fabricação de antenas ressoadoras nesses sistemas de comunicação que exige qualidade e miniaturização⁽⁵⁾.

MATERIAL E MÉTODOS

A Hexaferrita tipo Y (Co_2Y) foi preparada pelo método convencional cerâmico utilizando para isso os óxidos de partida BaCO_3 , Co_2O_3 e Fe_2O_3 com alto grau de pureza da *Aldrich*. Esses reagentes foram colocados juntos respeitando a estequiometria para a obtenção da fase desejada num moinho de bolas planetário (*Pulverisette 6*) depois da pesagem em balança eletrônica e foram moídos por 1 hora para homogeneizar e tentar tornar a mistura mais reativa. Os pós moídos foram postos em um cadinho e calcinados em um forno elétrico resistivo (*Jung - modelo N1100*) a uma temperatura de 1050°C por 3 horas em ar e deixados resfriar lentamente a temperatura ambiente. Depois de calcinado os pós foram investigados por Difração de Raios-X (DRX) usando um Difrátômetro para amostras policristalinas modelo *DMAXB* fabricado pela *Rigaku* (Japão) constituído de um gerador de Raios-X com potência máxima de 2kW e tubo específico do tipo CuK_α usando a geometria de Bragg – Brentano numa taxa de $0.5^\circ/\text{min}$ e uma faixa linear de 20° a 80° em 2θ . A confirmação da fase (Co_2Y) e caracterização da estrutura cristalina foi feita usando o programa *DBWS9807a* que utiliza o método de Rietveld para refinamento de estruturas cristalinas. Posteriormente, foram sinterizadas em refratários a uma temperatura de 1150°C por 4 horas peças contendo 0.8g cada dos pós calcinados que foram conformados utilizando forma rígida de aço de 12 mm de diâmetro que foi submetida à pressão uniaxial de $13 \times 10^6 \text{ N/m}^2$ em prensa hidráulica durante 10 minutos. As peças foram polidas com a intenção de obter superfícies planas e micrografias foram feitas usando um Microscópio Eletrônico de Varredura modelo *TESCAN* fabricado pela *Bruker* com detector *AXS*.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Para caracterização da Hexaferrita a técnica de Difração de Raios-X (DRX) foi indispensável. A Figura 1a e 1b ilustra os difratogramas padrão e o obtido pela moagem mecânica de alta energia com a temperatura e tempo de calcinação para a Hexaferrita respectivamente. A identificação de todos os picos mais intensos no perfil de difração obtido confirma a presença isolada da fase $\text{Ba}_2\text{Co}_2\text{Fe}_{12}\text{O}_{22}$ que foi de fundamental importância para o posterior refinamento da amostra.

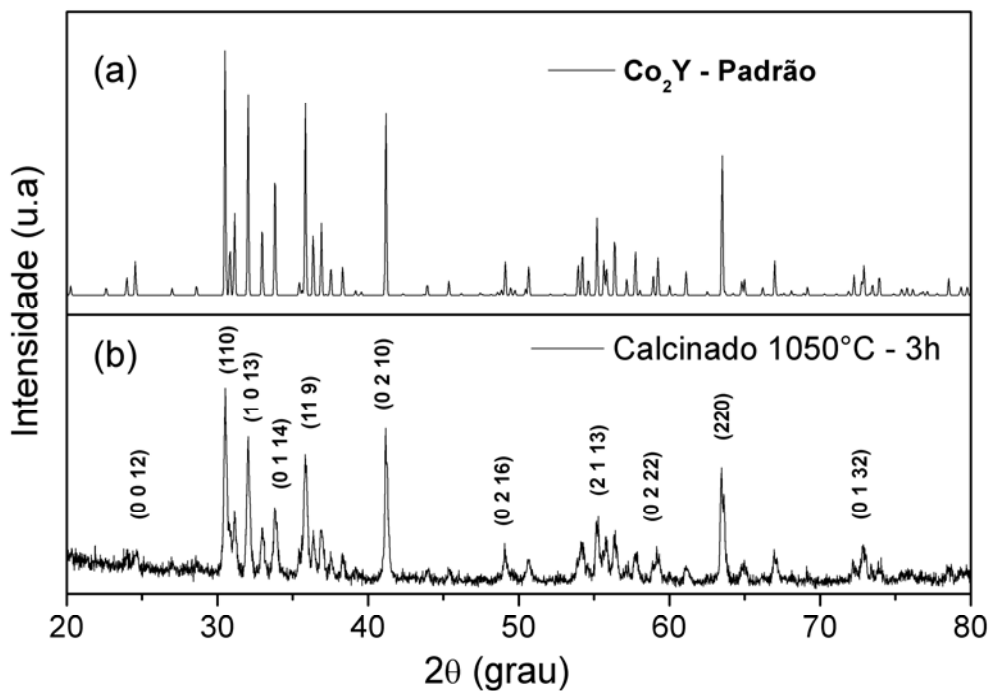


Figura 1 - Difratograma padrão e o obtido através da moagem mecânica por 1h ($\text{CuK}\alpha$, $\lambda=1.5405 \text{ \AA}$)

A análise quantitativa de fase feita pelo refinamento da amostra é apresentada na figura 2, e confirma o aparecimento isolado da fase $\text{Ba}_2\text{Co}_2\text{Fe}_{12}\text{O}_{22}$, observando uma boa concordância entre o valor observado (a) e o calculado (b), já que a diferença entre esses valores (c) obtido foi mínima.

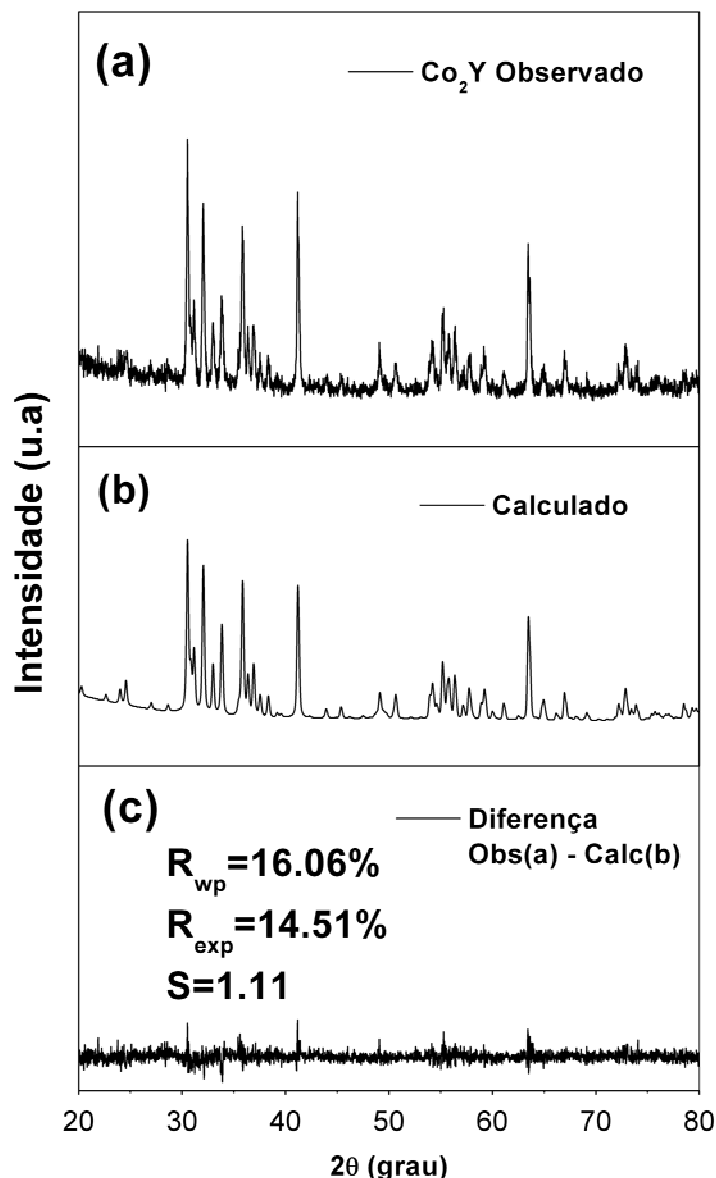


Figura 2 – Padrões de difração do refinamento de Rietveld para $\text{Ba}_2\text{Co}_2\text{Fe}_{12}\text{O}_{22}$ (a) Observado (b) Calculado e (c) Diferença (Observado – Calculado) (CuK_α , $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$)

Os resultados obtidos através da Difração de Raios-x confirmam o aparecimento isolado da Hexaferrita desejada como mostra a Figura 1. A Hexaferrita refinada (Figura 2) apresentou simetria cristalina hexagonal ($a = b = 5.8560 \text{ \AA}$ e $c = 43.4977 \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = 90^\circ$ e $\gamma = 120^\circ$) com densidade e volume da cela unitária calculados de 5.45 g/cm^3 e 1292.3 \AA^3 respectivamente, e os índices de confiança para o refinamento dessa estrutura R_{wp} , R_{exp} e S ("Goodness-of-fit") mostram uma boa convergência para os valores calculados^(6,7).

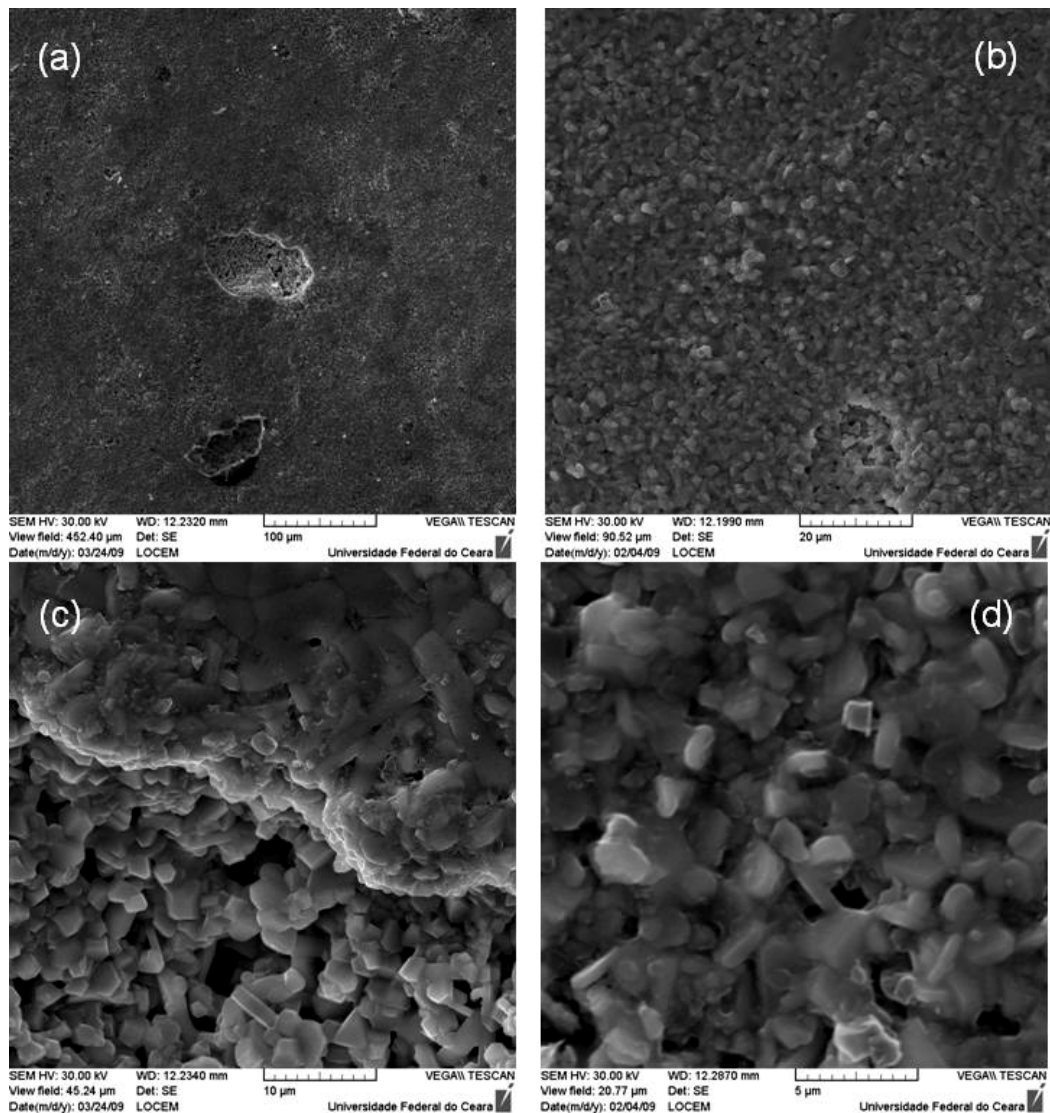


Figura 3 – Micrografia por MEV da Hexaferrita $Ba_2Co_2Fe_{12}O_{22}$: (a) Fator de ampliação: 500x, Escala: 100μm. (b) Fator de ampliação: 2500x, Escala: 20μm, (c) Fator de ampliação: 5000x, Escala: 10μm, (d) Fator de ampliação: 10000x, Escala: 5μm.

A morfologia dos grãos das amostras sinterizadas foi estudada por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A Figura 3(a-d) ilustra as micrografias da Hexaferrita com fator de ampliação: 500x, 2500x, 5000x e 10000x, respectivamente. Na micrografia da Figura 3a por inspeção visual constatamos fraturas na superfície da mesma devido ao polimento dado a peças. Podemos ver na Figura 3b outra fratura e alguns agregados (quase esférico) na superfície da amostra. A micrografia da Figura 3c mostra a vizinhança da borda da fratura (Fig. 3a) na superfície plana da amostra, como ilustra a Figura 4.

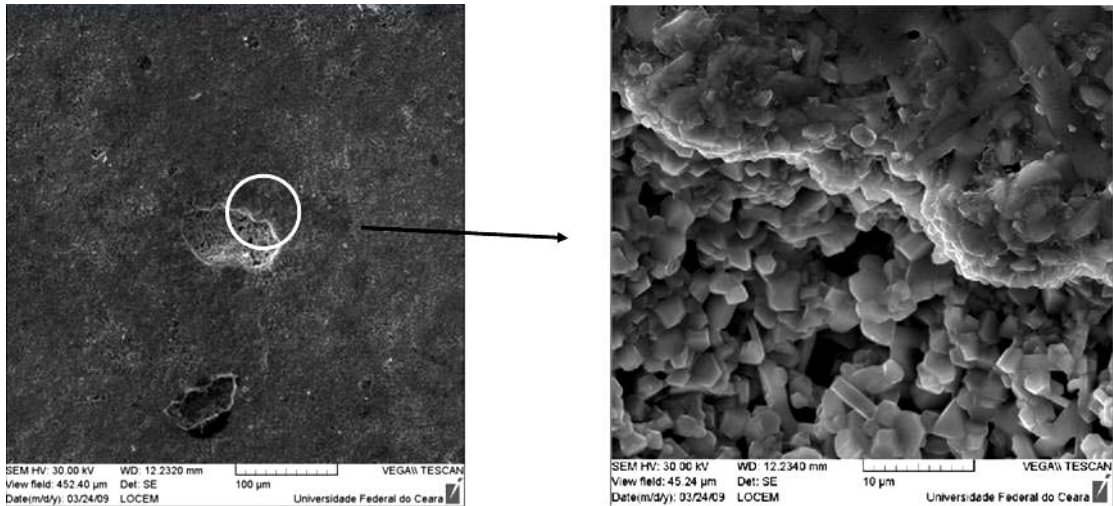


Figura 4 – Micrografia por MEV da Hexaferrita $\text{Ba}_2\text{Co}_2\text{Fe}_{12}\text{O}_{22}$ mostrando a vizinhança da borda da fratura na superfície.

A Figura 3d com maior fator de ampliação, escala $10\mu\text{m}$, mostra agregados globulares (quase esférico) apresentando ampla distribuição de tamanho de grãos sem ocorrência de vazios, com formação de uma estrutura uniformemente compacta. É possível que isto ocorra ao tratamento operacional da sinterização. Assim, sugere-se que tenha sido atingida boa sinterização e conseqüentemente amostra bem densificada.

CONCLUSÃO

As conclusões do nosso trabalho podem ser listadas abaixo:

- A Hexaferrita Co_2Y pode ser obtida através do método convencional de reação de estado sólido.
- A Difração de Raios-X e o posterior refinamento de Rietveld confirmaram o aparecimento isolado da fase $\text{Ba}_2\text{Co}_2\text{Fe}_{12}\text{O}_{22}$ com estrutura cristalina hexagonal e com tempo de moagem menor que o da literatura.
- A análise estrutural através da Microscopia Eletrônica de Varredura mostrou a formação de uma estrutura com diversidade de tamanhos de grãos bem compactados e com formas globulares (quase esférico).
- A Hexaferrita (Co_2Y) estudada e caracterizada apresentou uma boa densificação, e pode atender as propriedades exigidas, como: alta permissividade dielétrica e baixas perdas elétricas com aplicabilidade como antenas ressoadoras em microondas.

AGRADECIMENTOS

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq e a Universidade Federal do Ceará – UFC.

REFERÊNCIAS

- [1] Moulson, A. J.; Herbet, J. M.; *Electroceramics: Materials, Properties and Applications*, 2nd, Wiley, 2003.
- [2] Goldman, A.; *Magnetic Ceramics (Ferrites)*. ASM International, V. 4, 1991.
- [3] Yang Bai, Ji Zhou, Zhilun Gui, Longtu li; An investigation of the magnetic properties of Co₂Y hexaferrite. *Materials Letters* 57 (2002) 807-811.
- [4] Yang Bai, Ji Zhou, Zhilun Gui, Zhensheng Yue, Longtu li; Preparation and magnetic characterization of Y-type hexaferrites containing zinc, cobalt and copper. *Materials Science & Engineering*. B99 (2003) 266-269.
- [5] Luk, K., Leung, K.; *Dielectric Resonator Antennas*. Hertfordshire, Research Studies Press LTD, 2003.
- [6] Paiva Santos; *Aplicações do Método de Rietveld*, Instituto de Química, Unesp.
- [7] Young, R. A.; Larson, A. C.; Paiva Santos, C. O. *Rietveld Analysis of X-ray and Neutron Powder Diffraction Patterns – user's guide to program DBWS 9807a*, 2000.

STUDY AND CHARACTERIZATION OF THE HEXAFERRITE Ba₂Co₂Fe₁₂O₂₂ (Co₂-Y)

ABSTRACT

The objective of this work is to synthesize and to characterize the Hexaferrite Ba₂Co₂Fe₁₂O₂₂ (Co₂Y). The Y-type Hexaferrite (Co₂Y) was prepared by the ceramic conventional method. The mixed powder by 1 h was calcined at 1050°C for 3 h. After of the calcination the powders were characterized by scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) using a diffractometer DMAXB of the Rigaku (Japan), CuK_α radiation ($\lambda=1.5405 \text{ \AA}$) in a tax of 0.5°/min and linear band (20° at 80°) in 2 θ . The characterization more detailed by XRD was made using the DBWS9807a

program that uses the method of Rietveld for refinement of crystalline structures and confirmed the isolated attainment of the phase (Co₂Y) with hexagonal crystalline structure ($a = b = 5,8560 \text{ \AA}$ and $c = 43,4977 \text{ \AA}$; $\alpha = \beta = 90^\circ$ and $\gamma = 120^\circ$) with density and volume of the unit cell calculated of 5.45g/cm^3 and $1292,3 \text{ \AA}$ respectively.

Key – words: Y-type Hexaferrite, Ceramic Conventional Method, X-ray Diffraction