

CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DA FERRITA DE COBRE E CHUMBO PRODUZIDA PELO MÉTODO DE COMBUSTÃO*

Danúbia Bordim de Carvalho¹
Gabriela Azevedo Loureiro²
Camila Oliveira Baptista³
Letícia dos Santos Aguilera⁴
José Brant Campos⁵
Ronaldo Sérgio De Biasi⁶
André Ben-Hur da Silva Figueiredo⁷

Resumo

Ferrita mista de cobre e chumbo (Cu-Pb) com estrutura de espinélio, foi sintetizada utilizando método de combustão, com estequiometria $Pb_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ($x= 0,0; 0,1; 0,2$). A caracterização estrutural foi realizada por difração de raios X (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados mostraram que a ferrita de cobre ($x=0,0$) é formada com estrutura de espinélio cúbico e $x=0,1$ e $0,2$ são formadas possivelmente com estrutura do espinélio tetragonal.

Palavras-chave: Ferrita de Chumbo; Ferrita de Cobre; Efeito Jahn Teller; Microestrutura.

MICROSTRUCTURE CHARACTERIZATION OF COPPER AND LEAD FERRITE PRODUCED BY THE COMBUSTION METHOD

Abstract

Copper and lead mixed ferrite (Cu-Pb) with a spinel structure, was synthesized using the combustion method, with $Pb_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ($x = 0.0, 0.1, 0.2$) stoichiometry. The structural characterization was performed using X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). The results show that the copper ferrite ($x = 0.0$) is formed by the cubic spinel structure and $x = 0.1$ and 0.2 are formed by the structure of the tetragonal spinel.

Keywords: Lead Ferrite; Copper Ferrite; Jahn Teller Effect; Microstructure.

¹ Bacharel em Engenharia Química, Mestra em Ciência dos Materiais, Doutoranda em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Graduanda em Engenharia, Iniciação Científica – PIBITI/CNPq, Curso Básico, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

³ Bacharel em Engenharia Elétrica, Mestra em Engenharia Nuclear, Doutoranda em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁴ Bacharel em Engenharia de Petróleo, Mestra em Ciência dos Materiais, Doutora em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁵ Bacharel em Engenharia Metalúrgica, Mestre em Engenharia Metalúrgica, Doutor em Engenharia Metalúrgica, Professor, Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

⁶ Bacharel em Engenharia Elétrica, Mestre em Engenharia Elétrica, Ph.D. em Engenharia Elétrica Professor Emérito Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil

⁷ Bacharel em Física, Mestre em Engenharia Nuclear, Doutor em Ciência dos Materiais, Professor Associado, Curso Básico e Seção de Engenharia de Materiais, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

1 INTRODUÇÃO

Ferritas mistas Cu-Pb são materiais de interesse, devido às suas propriedades elétricas, dielétricas e magnéticas, com vasta aplicação em transformadores de potência para distribuição de energia, banda larga e baixa potência, absorvedores de micro-ondas, blindagem eletromagnética em áreas aeroespaciais e capacitores com baixa coercividade. As ferritas do tipo espinélio, apresentam fórmula química MFe_2O_4 , onde o M é um metal divalente. Os íons de oxigênio formam uma rede cristalina cúbica simples compacta com 64 sítios tetraédricos e 32 sítios octaédricos, no qual 8 sítios tetraédricos e 16 sítios octaédricos são ocupados por cátions [1,2]. O cátion divalente, tende a ocupar os sítios de coordenação tetraédrica para formar uma estrutura de espinélio normal, porém se estes cátions ocuparem os sítios de coordenação octaédrica formaram uma estrutura de espinélio inversa [1]. Quando estas ferritas são dopadas com chumbo, ocorre uma distorção na rede cristalina, onde a célula unitária do espinélio sofre um crescimento em uma das arestas, devido a inclusão de uma determinada quantidade de chumbo. O crescimento em uma das arestas modifica a simetria do espinélio cúbico para tetragonal, em que este efeito é denominado efeito Jahn-Teller [3 - 8]. Esta mudança na microestrutura, ocorre porque o Cu^{+2} têm a preferência em ocupar os interstícios tetraédricos ou octaédricos, enquanto o Fe^{+3} passa a ocupar os interstícios tetraédricos [9]. As propriedades elétricas e magnéticas destas ferritas dependem da composição química, do tamanho de partícula e da estrutura cristalina. Estudos apontam que o tamanho de partícula é um dos parâmetros que mais afetam as propriedades magnéticas das ferritas. A dopagem com PbO auxilia o crescimento do tamanho de partícula durante a sinterização, aumentando a densificação com a diminuição da porosidade do material [10].

Neste trabalho será produzida e caracterizada a ferrita mista de cobre e chumbo (Cu-Pb) com estrutura de espinélio, utilizando método de combustão.

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 MATERIAL E MÉTODO

As amostras com estequiometria $Pb_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ($x = 0,0; 0,1; 0,2$) foram preparadas pelo método de combustão, utilizando nitrato de cobre, nitrato de ferro, nitrato de chumbo e a glicina $C_2H_5NO_2$ com 98,5% de pureza, ambos da marca Sigma Aldrich. Os nitratos e a glicina foram pesados, misturados e diluídos em água deionizada, com a finalidade de obter homogeneidade na solução precursora. A solução foi colocada em uma placa de aquecimento Ika Ret CT S32, onde a água foi evaporada a $100^\circ C$ e, em seguida, ocorreu uma ignição instantânea, exotérmica e autossustentável. A combustão do material formou uma espuma que se tornou pó após a maceração manual.

2.2 CARACTERIZAÇÃO

A caracterização estrutural foi realizada pela técnica de difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura. A difração de raios X foi feita utilizando-se um difratômetro da marca Panalytical modelo Xpert Pro MPD com radiação $CuK\alpha$. As imagens das amostras foram feitas em um microscópio eletrônico de varredura de alta resolução (MEV-FEG).

2.3 RESULTADO E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta os difratogramas das amostras de ferrita de cobre e ferritas de cobre dopadas com a concentração estequiométrica de 0,1 e 0,2 em chumbo.

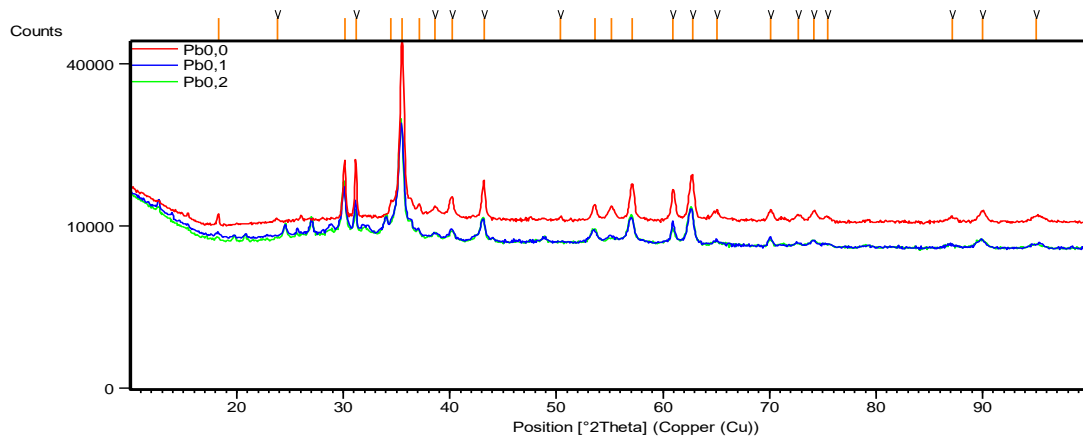


Figura 1. Difratogramas de raios X das amostras sintetizadas $Pb_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ($x=0,0; 0,1; 0,2$).

Através do difratograma, observa-se que a amostra isenta de chumbo tem exclusivamente estrutura de espinélio com simetria cúbica (JCPDF 74-8585) e as amostras com a estequiometria de 0,1 e 0,2, as fases são formadas possivelmente com estrutura de espinélio com simetria tetragonal. A mudança da estrutura cúbica para a tetragonal, é um indício que as amostras estão sofrendo o efeito Jahn-Teller, que pode ser encontrado em elevadas concentrações de cobre [11].

As Figuras 2 a 4 mostram as micrografias das amostras $Pb_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ($X=0,0; 0,1; 0,2$). Pode-se notar a presença de poros irregulares, e que as amostras são formadas por aglomerados com morfologia esférica.

A adição de chumbo leva a um aumento no tamanho médio das partículas, em que aumento destas está relacionado com a adição de íons de chumbo nas amostras [12].

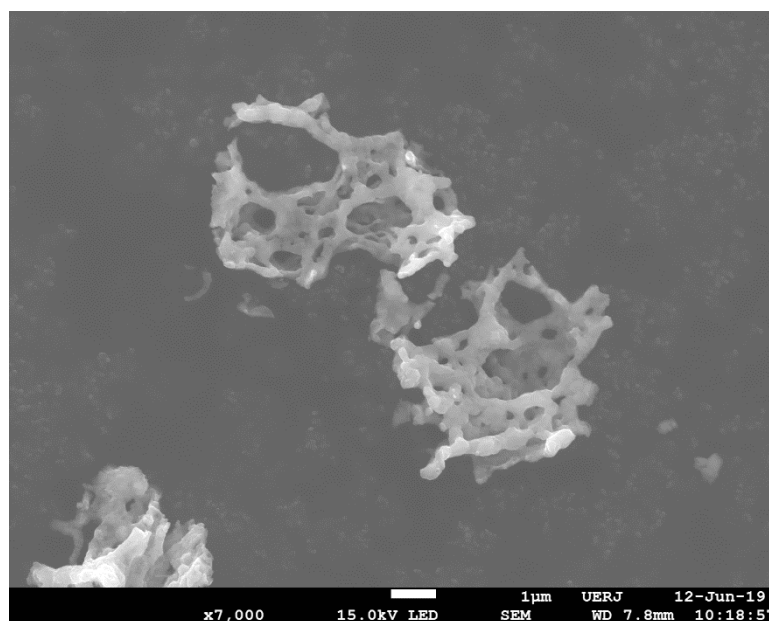


Figura 2. Imagem obtida por MEV da amostra sintetizada $Pb_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ($x=0$).

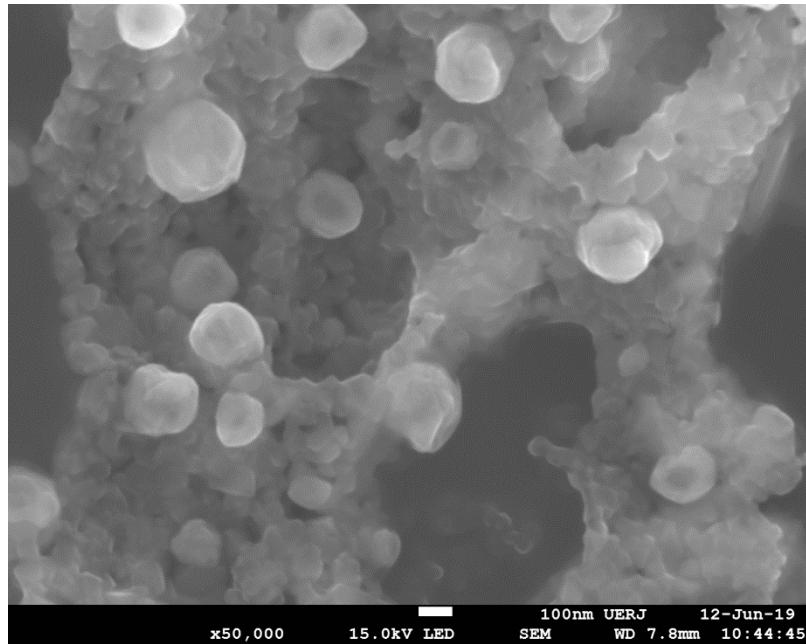


Figura 3. Imagem obtida por MEV da amostra sintetizada $Pb_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ($x=0,1$).

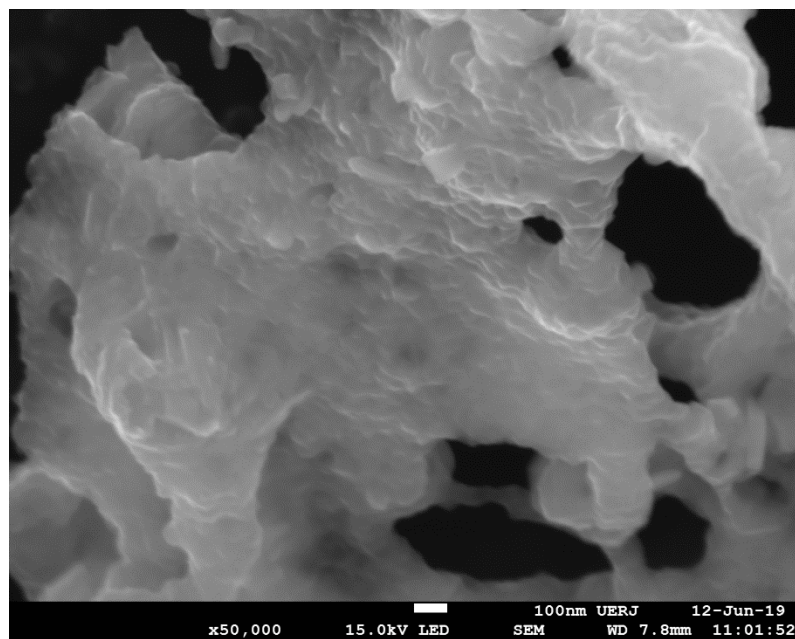


Figura 4. Imagem obtida por MEV da amostra sintetizada $Pb_xCu_{1-x}Fe_2O_4$ ($x=0,2$).

3 CONCLUSÃO

Através do refinamento do difratograma, é possível observar que os resultados mostram que a ferrita de cobre ($x=0,0$) é formada exclusivamente pela fase com a estrutura do espinélio, de simetria cúbica. Já as amostras com $x=0,1$ e $0,2$ as fases são formadas possivelmente com estrutura de espinélio com simetria tetragonal. E através das micrografias, foi possível observar nas amostras a presença de poros irregulares e a formação de aglomerados de morfologia esférica.

Agradecimentos

Os autores agradecem a CAPES e CNPq pelos apoios financeiros.

REFERÊNCIAS

- 1 SMIT, J., WIJN, H.P.J. Ferrites-Physical properties of Ferrimagnetic Oxides in Relation to Their Technical Applications. Eindhoven, Holland, N.V. Philips Gloeilampenfabrieken, 1959.
- 2 SRIDHAR, R., RAVINDER D., KUMAR, K. V. "Synthesis and Characterization of Copper Substituted Nickel Nano-Ferrites by Citrate-Gel Technique", Advances in Materials Physics and Chemistry, v. 2, n. 3, pp. 192-199, 2012.
- 3 HOQUE, S. M. ,ULLAH, M. S., KHAN, F.A.,et al. "Structural and magnetic properties of Li-Cu mixed spinel ferrites", Physica B, v. 406, n. 9, pp. 1799 – 1804, 2011.
- 4 DUNITZ, J. D., ORGEL, L. E. "Eletronic proprieties of transition metal oxides: Distortions from cubic symmetry", J. Phys. Chem. Solids, v. 3, n. 1-2, pp. 20-29, 1957.
- 5 DARUL, J. "Thermal instability of the tetragonally distorted structure of copper-iron materials", Z.Kristallogr.Suppl., v. 30, pp. 335-340, 2009.
- 6 TORQUATO, R. A., PORTELA, F. A., GAMA, L, et al. "Avaliação da microestrutura e das propriedades magnéticas de ferritas Ni-Zn dopadas com cobre", Cerâmica, v. 54, n. 329, pp. 55-62, 2008.
- 7 KULKARNI, R.G., PATIL, V.U. "Jahn-Teller-type crystal distortions in copper ferrite", Journal of Materials Science, v. 15, n. 9, pp. 2221-2223, 1980.
- 8 ATA-ALLAH, S. S., HASHHASH, A. "Jahn–Teller effect and superparamagnetism in zn substituted copper-gallate ferrite", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 307, n. 2, pp. 191–197, 2006.
- 9 XIAO, Z., JIN, S., WANG, X., et al. "Preparation, structure and catalytic properties of magnetically separable Cu–Fe catalysts for glycerol hydrogenolysis", J. Mater. Chem, v. 12, n. 32, pp. 16598–16605, 2012.
- 10 MIRZAEI, O. "Influence of PbO and TiO₂ additives on the microstructure development and magnetic properties of Ni–Zn soft ferrites", Journal of King Saud University - Engineering Sciences, v. 26, n. 2, pp. 152-158, 2013
- 11 Dos Santos Vander Alkmin, Pereira Amanda Carvalho, Oliveira Adhimar Flávio, Mendonça Claudiney de Sales Pereira, Da Silva Manoel Ribeiro. Avaliação da microestrutura e das propriedades magnéticas de ferrita de cobre dopada com chumbo sinterizada com fase líquida. Revista Matéria. 2016;21(02):330-341.
- 12 Ribeiro V.A.S, Rodrigues G., Pereira A.C., Oliveira A.F., Mendonça C.S.P., De Oliveira V.D., Correa R.C., Da Silva M.R. Investigação das propriedades magnéticas e microestrutura da ferrita de chumbo e cobre. Cerâmica. 2016; 98-104.