EFEITO DA TEMPERATURA NA SUBDIVISÃO DE PERDAS HISTERÉTICAS EM ALTA E BAIXA INDUÇÃO EM FERRITAS DE MnZn¹

Victoria Lázaro-Colán² Jeanete Leicht³ Suzilene Real Janasi⁴ Fernando José Gomes Landgraf⁵

Resumo

A energia dissipada por ciclo das ferritas de MnZn foi medida em amostras sinterizadas, com atmosfera controlada. As perdas histeréticas foram subdivididas em duas regiões. A separação das regiões de baixas e altas induções ocorre na indução da permeabilidade máxima na curva de histerese. A perda de alta indução corresponde à área acima da indução de máxima permeabilidade, e a perda de baixa indução à área abaixo da indução de máxima permeabilidade. Foram realizados ensaios de curvas de histerese a partir de 25 até 100°C, a 0,2T com o objetivo de avaliar o efeito da temperatura nas duas parcelas da perda histerética. Amostras sinterizadas com a menor pressão de oxigênio apresentaram um melhor comportamento mostrando uma temperatura de mínimo de perda.

Palavras-chave: Ferrita manganês zinco; Propriedades magnéticas; Subdivisão de perdas histeréticas; Curva de histerese.

EFFECT OF TEMPERATURE IN THE SUBDIVISION OF THE HYSTERESIS LOSSES IN HIGH AND LOW INDUCTION OF MnZn FERRITE

Abstract

Energy loss per cycle of the MnZn ferrite samples sintered under controlled atmosphere was measured. The hysteresis losses have been subdivided in two components, the high induction region (area above induction at maximum permeability) and the low induction region (area below induction at maximum permeability). The hysteresis curve of MnZn ferrite has been measured from 25 until 100°C, at 200mT in order to evaluate the effect of temperature in the components of the hysteresis loss. Sinterized samples with lower oxygen pressure showed a better behavior as a temperature of the minimum loss.

Key words: Manganese zinc ferrite; Magnetic properties; Subdivision of hysteresis loss; Hysteresis curve.

¹ Contribuição técnica ao 63° Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1° de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² Doutoranda do Programa de Pós Graduação do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP.

³ Pesquisadora do Laboratório de Metalurgia e Materiais Cerâmicos do IPT.

⁴ Pesquisadora bolsista do programa PIPE, FAPESP.

⁵ Professor do Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais da EPUSP.

1 INTRODUÇÃO

O principal problema de um núcleo de ferrita é a perda de potência, que provoca aquecimento.. Em geral, as perdas podem ser divididas em perda residual, perda histerética, perda de excesso e perda parasita clássica. A perda residual é importante somente a baixos níveis de indução e pode ser considerada insignificante nas aplicações das ferritas de potencia de MnZn. Devido à alta resistividade elétrica dessas cerâmicas, a perda parasita clássica também é desprezível. Neste trabalho será abordado o comportamento da perda histerética.

A perda histerética $P_H = W_h \cdot f$, onde $W_H = \int H dB$ é a energia representada pela área do ciclo de histerese medido a partir de algum valor de indução máxima, e depende de muitos parâmetros;

Os fatores que governam as perdas histeréticas são: anisotropia magnetocristalina K₁, magnetostricção λ , tensão mecânica residual σ , porosidade p, tamanho de grão, e magnetização de saturação M_s. Para baixas perdas histeréticas K₁, λ , σ , e p devem ser baixas e, a princípio, o tamanho de grão deve ser grande. Estes parâmetros podem ser controlados pela composição química; entretanto a porosidade e a tensão mecânica são controladas a maioria das vezes pela microestrutura e impurezas.⁽¹⁾

A constante de anisotropia magnetocristalina (K₁) é afetada pela composição química do material, pela temperatura do ensaio e pelo teor de Fe^{2+} , que por sua vez deve ser controlado pelo teor de ferro do material, pelo teor de oxigênio da atmosfera durante o patamar de sinterização e resfriamento.⁽²⁻³⁾

Uma abordagem importante foi apresentada por Landgraf et al.⁽⁴⁾ que propõe subdividir as perdas histeréticas em duas regiões: uma região de alta indução e outra de baixa indução. Na maioria dos casos, foi observado que a curva de magnetização se junta ao laço direito da curva de histerese, justamente abaixo do ponto de permeabilidade máxima, perto da posição do "joelho" da curva de histerese. Esse "joelho" das curvas é usualmente associado com a mudança no mecanismo de magnetização, sugerindo que as perdas histeréticas podem ser subdivididas em duas parcelas: uma parcela de baixa indução e outra de alta indução. Essa abordagem foi aplicada em amostras de ferrita de MnZn e os resultados desta subdivisão são discutidos neste trabalho.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho foram utilizadas amostras preparadas com dois tipos de matéria prima importada. A matéria prima foi analisada em material sinterizado em MEV, utilizando o ferramental EDS de um microscópio eletrônico de varredura Philips XL– 30 da Escola Politécnica da USP.

As ferritas de MnZn foram produzidas pelo método cerâmico. Os pós cerâmicos foram compactados na forma de toróides e sinterizados controlando a temperatura e atmosfera, em forno tipo Batch, numa empresa, IMAG. Foram usados 3 ciclos de sinterização idênticos com diferentes pressões de oxigênio no patamar, estabelecidos como sendo um valor A, um segundo valor que é o dobro da pressão parcial do primeiro, 2A, e um terceiro valor que é o triplo da pressão de referência, 3A (Tabela 1). A temperatura do forno no patamar de sinterização foi 1290°C por 6h. As amostras foram colocadas dentro do forno em placas colocadas em alturas diferentes, e como existe uma variação de temperatura entre as placas, foi medida a temperatura em cada placa por meio do Anel de Controle de Temperatura de

Processo (PTCR). Para esse anel cerâmico existe uma correlação entre diâmetro (ou seja, contração) e temperatura (anel Durst).

Os dados fornecidos pelo fabricante estão relacionados na Tabela 2 e foram utilizadas como base, para a investigação dos melhores parâmetros de sinterização.

| Amostra | %O ₂ |
|---------|-----------------|
| C1 | A |
| T1 | A |
| C2 | 2A |
| T2 | 2A |
| C3 | 3A |
| Т3 | 3A |

| Tabela 1. Valores do teor de O ₂ correspondente a | cada amostra. |
|--|---------------|
|--|---------------|

Tabela 2. Principais características das matérias-primas cerâmicas de ferrita de MnZn fornecidas pelos fabricantes.

| Material | Material D (g/cm ³) ui T | | Tc (°C) | Pt (mW/cm³) 100kHz, 200mT | |
|----------|--------------------------------------|----------|---------|------------------------------|---------|
| | - (5 / | Pri | | 25°C | 100°C |
| Т | 4,80±0,10 | 2300±25% | 210 | 680 máx | 460 máx |
| С | 4,80±0,10 | 2500±25% | 210 | 750 máx | 650 máx |

As medidas das curvas histeréticas foram realizadas no IPT. A curva de histerese quasi-estática (5mHz) das amostras de forma toroidal foi medida utilizando um fluxímetro conectado ao enrolamento secundário do núcleo magnético. Um gerador de funções, conectado a um amplificador de potência, foi utilizado para fornecer a corrente primária, cujo valor é obtido através de um resistor shunt conectado a um multímetro. Para ensaio em temperatura se inclui ao sistema um forno de temperatura controlada.

As perdas histeréticas foram subdivididas em duas regiões. A separação das regiões de baixas e altas induções se dá na indução em que ocorre a permeabilidade máxima na curva de histerese: regiões de alta indução (área acima da indução de máxima permeabilidade) e de baixa indução (área abaixo da indução de máxima permeabilidade).

A densidade das amostras sinterizadas foi determinada pelo método hidrostático (principio de Arquimedes).

Para analise da microestrutura, as amostras foram lixadas com lixa grado 600 e 1000, e polidas usando pasta diamantada de 6, 3 e 1 μ m. Depois as amostras passaram por um acabamento num equipamento minimet com pasta diamantada de 1/4 μ m e com sílica coloidal (suspensão 0,06 μ m) por 20 minutos e logo no mesmo equipamento 25 min mais só com sílica coloidal. Finalmente as amostras foram atacadas com HCI concentrado por 2 min. As micrografias óticas foram obtidas usando um microscópio Neophot 32. O tamanho de grão médio foi determinado pelo método do intercepto.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O resultado da análise química quantitativa das matérias-primas cerâmicas é mostrado na Tabela 3. Os resultados obtidos estão apresentados em porcentagem molar dos três óxidos constituintes e representação da estequiometria.

 Tabela 3. Resultados da análise química das matérias-primas importadas, medido em amostras sinterizadas.

| Matéria-prima | Fe₂O₃ (mol %) | ZnO (mol %) | MnO (mol %) | Estequiometria |
|---------------|------------------|----------------|----------------|---|
| T1, T2 , T3 | 52,5 | 11,6 | 35,8 | Mn _{0.7} Zn _{0.23} Fe _{2.07} O ₄ |
| C1, C2, C3 | 53,1 | 11,6 | 35,3 | Mn _{0.69} Zn _{0.23} Fe _{2.08} O ₄ |

A Tabela 4 mostra as dimensões (diâmetros externo e interno, espessura) das amostras de forma toroidal ,e a Tabela 5 mostra a densidade e o tamanho de grão obtidos em amostras sinterizadas em 3 atmosferas diferentes, 1, 2 e 3, correspondentes à pressões parciais de oxigênio de A, 2A e 3A.

| Amostra | %O ₂ | Diâmetro externo (mm) | Diâmetro interno (mm) | Espessura (mm) |
|---------|-----------------|--------------------------|--------------------------|-------------------|
| C1 | А | 10,27 | 5,60 | 6,64 |
| T1 | А | 10,33 | 5,68 | 6,66 |
| C2 | 2A | 10,27 | 5,56 | 6,60 |
| T2 | 2A | 10,31 | 5,64 | 6,63 |
| C3 | 3A | 10,23 | 5,57 | 6,60 |
| Т3 | 3A | 10,30 | 5,65 | 6,66 |

Tabela 4. Dimensões das ferritas de MnZn em forma de toróides.

 Tabela 5.
 Temperatura (PCTR), densidade e tamanho de grão dos toróides de ferritas de MnZn

| Amostra | Temperatura (PTCR) °C | Densidade (g/cm3) | Tamanho de grão (μm) |
|---------|--------------------------|----------------------|-------------------------|
| C1 | 1378 | 4,74 | 8,60 |
| T1 | 1378 | 4,81 | 8,00 |
| C2 | 1380 | 4,76 | 9,00 |
| T2 | 1380 | 4,84 | 9,20 |
| C3 | 1375 | 4,78 | 9,50 |
| Т3 | 1375 | 4,85 | 9,00 |

A Figura 1 mostra os dados brutos, todas as curvas de histerese quasi-estática medidas neste trabalho, sempre para indução máxima próxima de 0,2T. Podemos observar, considerando uma análise próxima aos pontos Br e Hc da curva, que a menor curva de histerese para a amostra C1 ocorre a 70°C. Pelos demais gráficos é possível notar que tanto a variação na atmosfera de sinterização, como a composição química das amostras interfere no valor da temperatura em que ocorrerá a menor área de histerese.



Figura 1. Curvas de histerese das seis amostras, cada amostra medida em 6 temperaturas, sempre para indução máxima próximo de 0,2T.

A Figura 2 mostra o efeito da temperatura de ensaio no campo coercivo Hc e na remanência Br. No caso das amostras C podemos observar que com o aumento da temperatura existe uma tendência de Hc diminuir até um ponto mínimo (C_1 : 70°C; C_2 : 60°C; C_3 : 70°C) a partir do qual volta a aumentar, o mesmo acontece para a remanência destas amostras. Para as amostras T, a oscilação nos pontos nos impede de chegar nesta mesma análise.



Figura 2. Efeito da temperatura de ensaio em Hc e Br.

A Figura 3 exemplifica a metodologia de definição das áreas de baixa e de alta indução numa curva de histerese, baseado no valor da indução de permeabilidade máxima.



Figura 3. Subdivisão da curva de histerese em altas e baixas induções.

A análise da Figura 4 mostra que o material T apresenta sistematicamente perdas menores que o material C. Também se observa que o material C apresentou um melhor comportamento mostrando um valor mínimo de perdas histeréticas totais, entre 60 e 70°C, para todas as pressões parciais de oxigênio. O material T somente teve ponto de mínimo de perda histerética para uma pressão de oxigênio de A%, e para as outras pressões parciais de oxigênio o comportamento não foi claro. Os resultados indicam que as perdas histeréticas de altas induções são desprezíveis em baixas temperaturas.



Figura 4. Efeito da temperatura de ensaio na perda histerética e suas parcelas de baixa e alta indução para os dois materiais C e T sinterizados nas 3 atmosferas A, 2A e 3A.

Embora a composição química e a temperatura de Curie de ambos os materiais sejam semelhantes, o material T apresenta perdas menores que o material C. Valores de densidade mais altos obtidos para o material T (Tabela 5) indicam que o mesmo apresenta porosidade menor e, portanto perdas histeréticas menores, conforme a literatura.⁽¹⁾

4 CONCLUSÕES

O material T apresenta sistematicamente perdas menores que o material C, como previsto pelo fornecedor da matéria-prima.

Em geral, amostras sinterizadas com a menor pressão de oxigênio (A%) apresentaram um melhor comportamento mostrando uma temperatura de mínimo de perda.

Os resultados mostram que a 0,2T de indução a parcela de perda histerética de baixa indução é predominante e que a parcela de perda histerética de alta indução é desprezível a baixas temperaturas.

Agradecimentos

Os autores agradecem o suporte financeiro da CAPES e da FAPESP e o auxílio técnico da empresa IMAG.

REFERÊNCIAS

- 1 ŽNIDARŠIČ, A.; DROFENIK, M. Influence of oxygen partial pressure during sintering on the power loss of MnZn ferrites. IEEE Transactions on Magnetics, v. 32, n. 3, p. 1941–1945, may. 1996.
- 2 STOPPELS, D. Developments in soft magnetic power ferrites. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, n.160, p.323-328, 1996.
- 3 ZASPALIS, V.; TSAKALOUDI, V.; PAPAZOGLOU, E.; KOLENBRANDER, M.; GUENTHER, R.; VAN DERVALK, P. Development of a new MnZn-ferrite soft magnetic material for high temperature power applications. Journal of Electroceramics, v.13, p. 585-591, 2004.
- 4 LANDGRAF, F.J.G.; TEIXEIRA, J.C.; EMURA, M.; DE CAMPOS, M.F.; MURANAKA, C.S. Separating components of the hysteresis loss of non-oriented electrical steels. Materials Science Forum, v. 302-303, p. 440-445, 1999.