OBTENÇÃO DOS ADITIVOS DE Mg-Mn NANOESTRUTURADOS PARA APLICAÇÃO EM ABSORÇÃO DE ONDAS ELETROMAGNÉTICAS NA BANDA-X PELO MÉTODO CVD: UM ESTUDO DE CASO

C.A.Reis de Freitas

IEAv-Instituto de Estudos Avançados Rod dos Tamoios km 5,5 São José dos Campos-SP cep 12228-840 E

Resumo — Neste trabalho apresenta-se uma proposta da metodologia de produção de aditivos de pós de nanoestruturadas de Mg-Mn ferritas com características de absorção sintonizada na faixa de freqüência de 8 a 12 GHz. São estudadas as de absorção da características radiacão eletromagnética (medidas de refletividade), em três amostras com diferentes estequiometrias com medida granulométrica de 12 µm de tamanho. Os dados de refletividade são apresentados e comparados entre as diferentes amostras. Em seguida discute-se um modelo de obtenção destas amostras de forma nanoestruturada, a fim de aperfeiçoar as características de absorção do pó. Para tal, discutemse técnicas de nanoestruturas em substituição ao método cerâmico tradicional de obter os aditivos de Mg-Mn.

Palavras Chaves — nano estruturas de Mg-Mn, aditivos de Mg-Mn, ferritas, absorção de radiação.

I-INTRODUÇÃO

Os aspectos eletromagnéticos de projeto de um material absorvedor de radiação eletromagnética são focalizados, principalmente, sobre a sua síntese, exploração de técnicas para obtenção de diretamente com o estudo dos materiais e tecnologia de produção desses materiais absorvedores está relacionada diretamente com o estudo dos materiais eexploração de técnicas para obtenção de revestimentos com qualidades de absorção da radiação eletromagnética, para uma faixa cada vez mais ampla do espectro [1-5].

As aplicações desses materiais concentram-se no setor da indústria de telecomunicações e aeronáutica, podendo-se relacionar:

-revestimentos de câmara anecóica para ensaios eletromagnéticos,

- blindagem de ambientes com fontes intensas de RF danosas ao tecido humano,

antenas de alto desempenho,

- controle de interferência eletromagnética,

-redução seção reta radar (" *radar-cross-section*") de aeronaves e artefatos [6].

Neste trabalho, faz-se um estudo das características de absorção de radiação eletromagnética de ferritas com granulometria da ordem de micrômetros e, em seguida, analisam-se algumas técnicas de fabricação de ferritas nano estruturadas.

II - PROCESSO DE FABRICAÇÃO DAS AMOSTRAS DE FERRITAS

Foram selecionados no diagrama de fases da Figura 1, quatro pontos para formulação e fabricação dos pós de ferrita, descritos na Tabela 1.

Carlos Alberto Reis de Freitas,, E-mail: <u>careis@ieav.cta.br</u>, Tel +55-12-39475517



Figura 1 - Diagrama de fases [7].

TABELA I- FORMULAÇÃO DAS COMPOSIÇÕES DAS AMOSTRAS DE FERRITAS.

Composição	MnO (%)	MgO (%)	$Fe_2O_3(\%)$
Amostra 1	10	60	30
Amostra 2	20	50	30
Amostra 3	10	50	40

O processo de fabricação dos aditivos de MgO-MnO-Fe₂O₃ contou com as seguintes etapas [6]:

- Pesagem,
- Pré-cozimento em forno,
- Micronização,
- Sinterização em 1350 °C,
- Micronização.

Na primeira etapa, as massas dos óxidos foram medidas em balança de precisão e introduzidas no moinho de bolas, para a mistura dos pós. Uma mistura homogênea foi obtida após período de 24 horas de operação (segunda etapa), seguido do processo de secagem em estufa, durante 6 horas. A terceira etapa constituiu-se do processo de pré-cozimento a 900 °C, em forno com atmosfera de oxigênio. Esta etapa de pré-cozimento foi realizada para promover a reação inicial dos componentes, seguindo o diagrama ilustrado na Figura 2. A micronização do composto obtido correspondeu à etapa seguinte, com o objetivo de se conseguir uma mistura em pó com partículas de dimensões em torno de 10 μ m (micronizador ilustrado na Figura 3).

A sinterização da mistura foi realizada em forno programável, também em atmosfera de oxigênio, seguindo a taxa de aquecimento ilustrado na Figura 4. A operação foi iniciada em uma temperatura ambiente de t = 35 °C, com uma taxa de aquecimento de 200°C/h, durante um período de 2,5 horas. A atmosfera de oxigênio foi administrada enquanto as amostras estivessem em temperatura igual ou superior a 300°C. Foi estabelecido um patamar de temperatura de 1235 °C, por um período de 2 horas. Logo após foi aplicada uma rampa de resfriamento de 200°C/h, até atingir a temperatura inicial do processo: 35°C. Deve-se ressaltar que o oxigênio foi retirado quando o forno atingiu a temperatura de 300°C, ficando a amostra submetida à atmosfera ambiente.



Figura 2 - Diagrama da temperatura para o pré-cozimento.



Figura 3 – Micronizador para obtenção de partícula de 12µm.



Figura 4 - Diagrama da temperatura para sinterização.

Após a sinterização, as misturas sofreram novo processo de micronização, até atingir um tamanho médio de partículas de 10μ m, de acordo com análises por microscopia de varredura, sendo esta a

granulometria final dos aditivos de ferritas ilustrado na Figura 5, utilizados nos revestimentos absorvedores.



Figura 5 - Amostra do pó do aditivo Mg-Mn.

III - RESINA EPÓXI

Os revestimentos absorvedores de única camada foram confeccionados com a mistura das amostras de ferritas com as resinas alifáticas da CIBA Performance Polymers Division - Brasil, conforme as formulações apresentadas na Tabela II. Basicamente, a matriz amorfa foi obtida com a mistura de resina flexibilizadora (GY 298), um diluente (DY3601), para controlar a dureza do sistema e garantir sua estabilidade com o tempo, e um agente de cura ou endurecedor (HY 840) [8].

TABELA II- FORMULAÇÃO DA COMPOSIÇÃO DA MANTA A BASE DE RESINAS ALII	FÁTICAS.
---	----------

Composição	Massa de ferrita (g)	Massa HY 840 (g)	Massa DY 3601(g)	Massa GY 298 (g)
Amostra 1	179.8	42	70.5	97.7
Amostra 2	177.72	42	70.5	97.7
Amostra 3	179.8	42	70.5	97.7

As misturas foram preparadas e colocadas em formas para se obter revestimentos nas dimensões de 30 cm x 20 cm x 2 mm. O processo de cura foi acelerado submetendo as amostras à temperatura de 100°C, por 20 minutos em estufa. A Figura 6 ilustra a manta absorvedora em sua forma final.



Figura 6- - Manta absorvedora a base de resina epóxi.

IV - ENSAIOS DE MEDIDAS DE REFLETIVIDADE

A eficiência de um material absorvedor é medida em função da densidade do fluxo de energia refletida pelo objeto, normalizada pela densidade do fluxo da radiação incidente, na direção da fonte receptora. Esta razão é denominada de refletividade e o ensaio do Arco (NRL), conforme as Figuras 7 e 8 é o método mais utilizado para a sua determinação, em função do seu arranjo experimental simples, e por permitir o ensaio com amostras de revestimento com diversos tamanhos e geometrias [6]. O aparato experimental montado permitiu a avaliação das amostras para a faixa de freqüência de 8 a 12 GHz.

Os valores dos níveis de refletividade são representados em escala logarítmica, obedecendo a seguinte expressão:



Figura 7 - Arco NRL utilizado para medidas de refletividade [7]



Figura 8- Interior da câmara anecóica [7].

As medidas de refletividade estão apresentadas na Figura 9. Observa-se que a amostra A1 apresenta a absorção em torno de -4 dB, em toda faixa de freqüência, com poucas variações. A amostra A2 é caracterizada por um máximo de absorção de -10 dB, na freqüência de 9,5 GHz.



Figura 9. Níveis de absorção em função da freqüência [7].

A amostra A3, apresentou maior absorção, aproximadamente -16 dB, sendo a de maior nível de absorção na freqüência de 9 GHz.

V – PROPOSTA DE OBTENÇÃO DOS ADITIVOS Mg-Mn

Com o objetivo de melhorar as características de absorção de radiação eletromagnética das ferritas, fez-se um estudo de metodologia de obtenção de partículas nano estruturada, em substituição ao método cerâmico tradicional. Esta formulação tem por base, teoria de crescimento de substrato de semicondutores, onde foram estudados três métodos conforme a referência [9], citada a seguir,

a) Deposição de vapor químico (CVD), que apresentam as seguintes características:

- a camada crescida tende a seguir a mesma orientação cristalográfica do substrato (epitaxia),
- a fonte dos elementos químicos é gasosa,

- o método é de baixo custo e de fácil obtenção de corpos de prova,
- imune a vários tipos de contaminantes.
- b) Epitaxia do Feixe Molecular (MBE):
- uma ou varias fontes (componentes) crescido são vapor,
- diminuição de problemas de contaminantes,
- a qualidade o estagio de crescimento são controlados em tempo real,

- sistema complexo e caro.
- c) Epitaxia de Fase Líquida (LPE):
- obtenção de nanoestruturas,
- não estruturas de difícil manipulação,
- sistema complexo e caro.

Tendo por base esta metodologia, propõe-se obter nano estruturas de Mg-Mn conforme o procedimento ilustrado na Figura 10, sendo que este processo substituirá os métodos cerâmicos atuais, sendo o método CVD escolhido, conforme a Figura 11.







Figura 11 - Proposta de obtenção de nanoestruturas usando o método CVD.

VI–CONCLUSÕES

O estudo acima se encontra em fase de desenvolvimento, supõe-se, que com uma granulometria menor dos aditivos de ferritas Mg-Mn, espera-se a obtenção de melhores índices de absorção dos pós nanoestruturadas em relação aos pós micronizados. O método utilizado para medir as curvas de absorção deverá ser o mesmo, para um estudo comparativo dos aditivos de ferritas Mg-Mn micronizados e nanométricos. Estes aditivos são muito utilizados para blindagens eletromagnéticas de equipamentos eletrônicos para o uso no setor aeroespacial e aplicações médicas no uso de não imãs. Portanto, num experimento futuro isto deverá ser comprovado, verificando a forma da composição nanoestruturada em relação à forma micronizada. Este estudo de caso teórico será de fundamental importância para esta análise.

AGRADECIMENTOS

Ao Pesquisador Francisco Sircilli Neto, IEAv-EFA pela cooperação e elaboração deste trabalho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Centro Técnico Aeroespacial, "Processo para Obtenção de Revestimentos Absorvedores de Microondas 2 -20 GHz à Base de Poliuretanos e Resinas Epóxi Aditados com Partículas de Carbono e Ferritas", Patente - Código de Registro: PI9805581, Dezembro 1998.
- [2] Centro Técnico Aeroespacial, "Processo para Obtenção de Manta Flexível para Absorção de Radiação Eletromagnética na Faixa de 2 - 20 GHz à Base de Poliuretanos Aditados com Ferrita, Fibras e/ou Partículas de Carbono", Patente - deposito em Dezembro 1998 Código do Registro: PI9806680, Dezembro 1998.
- [3] Y. C. De Polli, A. C. C. Migliano, C. R. S. Stopa, S. I. Nabeta and J. R. Cardoso, "Finite Element Analysis of Impedance of an Electron Beam Current Monitor", *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 35. NO. 3, pp1833-1836, May 1999.
- [4] A. C. C. Migliano, Y. C. De Polli, C. R. Stopa and S. I. Nabeta, "Simulation of the Electron Beam Current Monitor Using a Finite Element Method Coupled with Circuit", *Anais The Brazilian Conference on Electromagnetics-CBMAG98.* São Paulo, Brasil, vol. 1, pp284-287, Ed. Sociedade Brasileira de Eletromagnetismo, October1998.
- [5] Centro Técnico Aeroespacial, "Processo de Fabricação de Monitor de Corrente de Elétrons não Interceptante", Patente - Código do Registro: PI9902434, Junho 1999.

- [6] E. Knott, J. Shaeffer and M. Tuley, *Radar Cross Section*, 2^a Ed., Artech House, Inc., 1993.
- [7] C. A. Reis de Freitas, A. C. C. Migliano, F.C.Lourenço de Melo, "Características de Absorção da Radiação Eletromagnética em Revestimentos Planos à Base de Ferritas de Mg-Mn", *INATEL-Telecomunicões*, vol 1, dez 2002
- [8] C. A. Reis de Freitas, A. C. C. Migliano, "Blindagem de Radiação Eletromagnética em Circuitos Eletrônicos à Base de Ferritas de Mg-Mn", Anais do 5° Congresso Brasileiro de Eletromagnetismo-CBMAG2002. Gramado Rio Grande do Sul, Novembro de2002.
- [9] Yu, Peter and Cordona Manuel, "Fudamentals of Semiconductor", *Spring*, New York, 1966.