# MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

### UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGE3M

# JAIME ANDRÉ BACK

# ESTUDO DE UM COMPÓSITO MAGNÉTICO MACIO A BASE DE PARTÍCULAS FERROMAGNÉTICAS REVESTIDAS POR DUPLA CAMADA ISOLANTE

Porto Alegre

# MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO

### UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Escola de Engenharia

Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais

PPGE3M

# ESTUDO DE UM COMPÓSITO MAGNÉTICO MACIO A BASE DE PARTÍCULAS FERROMAGNÉTICAS REVESTIDAS POR DUPLA CAMADA ISOLANTE

# JAIME ANDRÉ BACK

Porto Alegre

### JAIME ANDRÉ BACK

# ESTUDO DE UM COMPÓSITO MAGNÉTICO MACIO A BASE DE PARTÍCULAS FERROMAGNÉTICAS REVESTIDAS POR DUPLA CAMADA ISOLANTE

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para a obtenção da do título de Doutor em Engenharia.

Área de Concentração: Processos de Fabricação.

Orientador: Prof. Dr. Rafael Menezes Nunes

Porto Alegre

### UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

Reitor: Prof. Dr. Carlos André Bulhões Mendes Vice-Reitora: Prof.<sup>a</sup> Dra. Patrícia Helena Lucas Pranke

ESCOLA DE ENGENHARIA

Diretora: Prof.<sup>a</sup> Dra. Carla Schwengber ten Caten Vice-Diretor: Prof. Dr. Afonso Reguly

# PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS, METALURGIA E DE MATERIAIS

Coordenador: Prof. Dr. Afonso Reguly Vice-Coordenadora: Prof.<sup>a</sup> Dra. Andréa Moura Bernardes

## CIP - Catalogação na Publicação

Back, Jaime André

ESTUDO DE UM COMPÓSITO MAGNÉTICO MACIO A BASE DE PARTÍCULAS FERROMAGNÉTICAS REVESTIDAS POR DUPLA CAMADA ISOLANTE / Jaime André Back. -- 2022.

137 f. Orientador: Rafael Menezes Nunes.

Tese (Doutorado) -- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, Porto Alegre, BR-RS, 2021.

1. Engenharia de Materiais. 2. Eletromagnetismo. 3. Compósitos Magnéticos Macios. 4. Revestimentos de Partículas Ferromagnéticas. 5. Motores Elétricos de Fluxo Axial. I. Nunes, Rafael Menezes, orient. II. Título.

Elaborada pelo Sistema de Geração Automática de Ficha Catalográfica da UFRGS com os dados fornecidos pelo autor.

### JAIME ANDRE BACK

# ESTUDO DE UM COMPÓSITO MAGNÉTICO MACIO A BASE DE PARTÍCULAS FERROMAGNÉTICAS REVESTIDAS POR DUPLA CAMADA ISOLANTE

Esta Tese foi analisada e julgada adequada para a obtenção do título de Doutor em Engenharia e aprovada em sua forma final pelo Orientador e pela Banca Examinadora.

Orientador: \_\_\_\_\_

Prof. Dr. Rafael Menezes Nunes Doutor pelo PPGE3M / UFRGS

### BANCA EXAMINADORA:

Profa. Dra. Claudia Oliveira – FEEVALE Doutora pelo PPGE3M / UFRGS

Profa. Dra. Natália de Freitas Daudt – UFSM Doutora pelo PPGCEM / UFRN

Prof. Dr. Paulo Eckert – UFRGS Doutor pelo PPGEE / UFRGS

> Coordenador do PPGE3M: \_\_\_\_\_ Prof. Dr. Afonso Reguly

> > Porto Alegre, dezembro de 2022

# DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha esposa Fernanda e as minhas filhas Amanda e Sofia, pelo amor, pela compreensão e pelo imenso apoio dado principalmente nos momentos de maior dificuldade.

### AGRADECIMENTOS

Agradeço a minha família, em especial minha esposa Fernanda e filhas Amanda e Sofia, pelo apoio e compreensão nesse período da minha vida. A minha amada mãe, Teresinha, e meu pai Dirceu (em memória), responsáveis pela formação do meu caráter.

Ao meu orientador Prof. Dr. Rafael Nunes, pelo incentivo e confiança depositada, pela orientação dedicada, e pelos importantes conselhos nesta intensa fase final de trabalho.

Ao Eng. Pedro Mazza, consultor da área de materiais magnéticos da Höganäs Brasil Ltda, sempre prestativo e atencioso, sendo sua ajuda de excepcional importância na execução desta tese. Também deixo meu agradecimento à Höganäs Brasil que de alguma forma ajudou neste processo.

Agradeço ao Prof. Dr. Paulo Eckert, do Laboratório de Máquinas Elétricas, Acionamentos e Energia (LMEAE) – PPGEE / UFRGS, pela realização das medições das propriedades magnéticas das amostras desenvolvidas para validação da proposta.

À Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, em especial ao Laboratório de Transformação Mecânica da Escola de Engenharia (LdTM), e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGE3M, pela oportunidade de convívio com todos os funcionários, professores e colegas.

Por fim, a todos que colaboraram direta ou indiretamente na elaboração deste trabalho, o meu reconhecimento.

"Deixem que o futuro diga a verdade e avalie cada um de acordo com o seu trabalho e realizações. O presente pertence a eles, mas o futuro pelo qual eu sempre trabalhei pertence a mim."

Nikola Tesla

### **RESUMO**

O uso dos compósitos magnéticos macios (SMC) no desenvolvimento de núcleos magnéticos para utilização em motores elétricos é um tema atual e de alto potencial para projetos que envolvam topologias de maior complexidade, como no caso de motores elétricos de fluxo axial. O conceito de SMC é baseado no recobrimento das partículas magnéticas com uma camada superficial, da ordem de nanômetros, eletricamente isolante e unidas em forma de matriz tridimensional de um compacto acabado. Assim, o objetivo principal deste estudo é avaliar o desenvolvimento de um pó magnético recoberto por dupla camada isolante, bem como uma rota de produção de baixo custo destes materiais. Em relação a etapa de recobrimento, considerou-se a utilização de uma solução de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> diluída em acetona, para a formação da camada inorgânica de fosfato nas partículas metálicas de Fe puro ASC 100.29. Já para a segunda camada, foram utilizados como recobrimento orgânico elementos como resina fenólica e sílica, em diferentes relações de massa. Neste contexto, corpos de prova foram fabricadas pelo processo de metalurgia do pó, e em seguida submetidas ao processo de sinterização, para aquisição de resistência mecânica. Posteriormente, as amostras foram caracterizadas quanto à microestrutura, composição química, homogeneidade da camada isolante, contatos metal-metal entre partículas e presença de poros. Também foram submetidas a ensaios magnéticos, onde procurou-se mensurar parâmetros como densidade máxima de fluxo (B<sub>max</sub>), permeabilidade magnética máxima, coercividade e perdas totais por laço de histerese. Os resultados apresentados pelas imagens metalográficas demonstram a viabilidade da utilização do processo de fosfatização como alternativa para o recobrimento das partículas de Fe a partir de uma rota de produção de baixo custo comparada com SMC comerciais. A densidade específica de perdas magnéticas na frequência de 60 Hz foram de 9,23 W/kg e 18,15 W/kg das amostras fosfatizadas e por mistura a seco, comparadas aos 10,08 W/kg do Somaloy 3P. A permeabilidade máxima das amostras foi de 352 e 390 com  $B_{max}$  de 1,27 T e 1,25 T, respectivamente.

Palavras-chaves: Partícula de Ferro Revestida, Fosfatização, Revestimento Isolante, SMC, Perdas Magnéticas no Núcleo, Máquinas Elétricas, Curva *B.H*, Laço de Histerese.

### ABSTRACT

The use of soft magnetic composites (SMC) in the development of magnetic cores for electric motors is a current theme with great potential for projects involving more complex topologies, as in the case of axial flux electric motors. The SMC concept is based on the coating of magnetic particles with a superficial layer, in the order of nanometers, electrically insulating and united in the form of a three-dimensional matrix of a finished compact. Thus, the main objective of this study is to evaluate the development of a magnetic powder coated with a double insulating layer, as well as a low-cost production route for these materials. As for the coating step, the use of a solution of H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> diluted in acetone was considered for the formation of the inorganic phosphate layer on the metallic particles of pure Fe ASC 100.29. In the second layer, elements such as phenolic resin and silica were used as an organic coating, in different mass proportions. In this context, specimens were manufactured by a powder metallurgy process, and subsequently submitted to the sintering process, to acquire mechanical resistance. Subsequently, the samples were characterized in terms of microstructure, chemical composition, homogeneity of the insulating layer, metal-metal contacts between particles and the presence of pores. They were also subjected to magnetic tests, in which parameters such as maximum flux density (B<sub>max</sub>), maximum magnetic permeability, coercivity and total losses per hysteresis loop were measured. The results presented by the metallographic images demonstrate the viability of using the phosphating process as an alternative for the coating of Fe particles from a low cost production route in relation to the commercial SMC. The specific gravity of the magnetic losses at the 60 Hz frequency was 9.23 W/kg and 18.15 W/kg for the phosphated and dry blended samples, compared to 10.08 W/kg for Somaloy 3P. The maximum permeability of the samples was 352 and 390 with  $B_{max}$  of 1.27 T and 1.25 T, respectively.

# Keywords: Coated Iron Particle, Phosphating, Insulating Coating, SMC, Magnetic Core Losses, Electrical Machines, *B.H* Curve, Hysteresis Loop.

# LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – As regiões aplicáveis para SMCs quando usados em campos magnéticos AC23
Figura 2 – Fluxograma do processo experimental e análise de resultados no desenvolvimento de SMCs neste trabalho
Figura 3 – Orientação aleatória dos domínios magnéticos em um SMM, que deste modo se encontra não magnetizado
Figura 4 – Ciclo de histerese de um material ferromagnético inicialmente desmagnetizado29
Figura 5 – Evolução microestrutural de um laminado GNO obtido por microscopia ótica, do aço com (a) 1 % de Si e (b) 2 % de Si. Ataque com Nital 2%31
Figura 6 – Método padrão para testes de resposta magnética utilizando uma toróide32
Figura 7 – Gráficos de excitação elétrica e de resposta magnética. Sendo que (a) representa a tensão, corrente e o campo e (b) representa o laço de histerese
Figura 8 – Perdas por histerese ( <i>W</i> ) em um dado intervalo de tempo: sendo (a) energia fornecida e (b) energia devolvida
Figura 9 – Perdas totais por ciclo devido a histerese (energia dissipada por volume)35
Figura 10 – Esquemático dos caminhos percorridos pelas correntes parasitas em um SMC. Esboço das correntes parasitas intra e inter-partículas
Figura 11 – Representação gráfica das perdas $W_h$ , $W_{cl}$ , $W_{exc}$ em função da frequência
Figura 12 – Representação gráfica das perdas em 60 Hz de um material ferromagnético, onde (a) corresponde a separação das perdas e (b) separação das perdas corrigidas
Figura 13 – Diferenças de comportamento magnético entre o aço laminado e o material SMC: direções preferenciais do fluxo magnético e caminhos de correntes parasitas41
Figura 14 – Micrografia de partículas de ferro recobertas por uma fina camada isolante42
Figura 15 – Circulação de fluxo magnético na microestrutura do material: (a) fluxo magnético mais baixo (0,8 T) e (b) fluxo magnético elevado (1,8 T)42
Figura 16 – Arranjo principal de um atomizador por jato d'água. Onde (a) liga derretida; (b) jato; (c) <i>spray</i> d'água; (d) pó; (e) fonte de pressão; e (f) câmara
Figura 17 – Tipos de revestimentos isolantes SMC: (a) camada orgânica, (b) camada orgânica espessa, (c) camada inorgânica, (d) camada inorgânica fosfatada, (e) camada orgânica preenchida com nanopartículas e (f) multicamadas com a natureza híbrida44
Figura 18 – Morfologia do revestimento do pó de Fe com diferentes teores de Ácido Fosfórico. (a) proporção em massa de 0,05 %, (b) 0,1 %, (c) 0,3 % e (d) 0,5 %45

Figura 19 – Imagem (a) MEV das partículas isoladas com recobrimento hibrido a base de fosfato-alumina e (b) laços de histerese para diferentes espessuras da camada
Figura 20 – Esquemático para a preparação de revestimento de SMCs à base de Fe com camada isolante contendo resina
Figura 21 – Imagem Microscópica dos (a) pós de ferro originais; (b) fotografia em corte transversal de pós de ferro isolados, (c) a amostra revestida com 1,25% em peso de $SiO_248$
Figura 22 – Imagens MEV comparando camada de fosfato (a) cristalina e (b) amorfa49
Figura 23 – Ilustração do processo químico de fosfatização da superfície do Ferro51
Figura 24 – Esquema da evolução da camada de revestimento para os pós FeSiAl53
Figura 25 – O efeito do processo de fosfatização e revestimento híbrido na superfície da partícula. (a) partícula de ferro, (b) recobrimento de fosfato (c) dupla camada
Figura 26 – Segmentos (núcleos) ferromagnéticos: (a) segmento SMC produzido por M/P e (b) segmento laminado produzido pelo método convencional
Figura 27 – Exemplo ilustrativo do fluxo de produção de componentes magnéticos contendo como base os pós Somaloy <sup>®</sup>
Figura 28 – Comparação entre (a) núcleos laminados e (b) SMC para laços de histerese CC e para frequências de excitação AC de 300 Hz
Figura 29 – Gráficos das curvas de magnetização (a) e das perdas (b) para o Somaloy <sup>®</sup> 3P e para as chapas laminadas (0,35 mm e 0,65 mm)
Figura 30 – Relação entre a resistência mecânica <i>vs</i> perdas magnéticas nos SMCs Somaloy <sup>®</sup> : 1P – Linha de base, para dispositivos genéricos; 3P – Resistência mecânica e maior permeabilidade; e 5P – Menores perdas e menor resistência
Figura 31 – Gráfico para sinterização dos componentes a base de Somaloy <sup>®</sup> 1P, 3P e 5P. Este gráfico apresenta as três curvas de sinterização utilizadas em cada um dos tipos de pós59
Figura 32 – Alguns modelos: (a) cilíndrico; (b) cúbico; (c) cone duplo; e (d) dupla concha61
Figura 33 – Esquema do processo de compactação demostrando as reações das partículas62
Figura 34 – Sequência de compactação uniaxial de duplo efeito. (1 e 2) preenchimento da cavidade, (3 e 4) compactação e (5 e 6) extração e remoção do compactado verde
Figura 35 – Máquinas AFPM Torus-S (a) duplo rotor, único estator e arranjo de ímãs NS; (b) duplo rotor, único estator e arranjo de ímãs NN; (c) único rotor e duplo estator
Figura 36 – Imagem da de máquina YASA: (a) em três dimensões e (b) modo planificado64
Figura 37 – Segmento da armadura em SMC: (a) invólucro plástico e bobina; (b) forma geométrica dos segmentos SMC; e (c) segmentos SMC bobinados

Figura 38 – Diagrama esquemático do processo de preparação da camada de recobrimento e produção dos corpos de prova: Etapa 1 (Fosfatização); Etapa II (Mistura a Seco); e Etapa III (Compactação e Sinterização dos corpos de prova/amostras)67
Figura 39 – Processo de Fosfatização: (a) mostra o ferro fosfatizado com uma maior concentração de $H_3PO_4$ e (b) ferro fosfatizado com uma menor concentração de $H_3PO_4$ 70
Figura 40 – Matriz para compactação dos corpos de prova: (a) na forma de barra; (b) na forma de anel; (c) compactação das barras; e (d) compactação dos anéis
Figura 41 – Detalhe do processo de compactação: (a) prensa hidráulica marca EKA-PKL40, (b) matriz cilíndrica e (c) matriz retangular utilizadas
Figura 42 – O processo de sinterização: (a) forno tubular SANCHIS, (b) porta-amostras, (c) atmosfera de Nitrogênio e (d) sensor de medição de temperatura
Figura 43 – Gráfico da curva de ajuste do controlador para a sinterização das amostras, sendo o valor de "SetPoint" inserido pelo usuário e "Sensor" o valor lido pelo sensor
Figura 44 – Corpos de prova Somaloy <sup>®</sup> em (a) formato de barras do tipo 1P e 5P, e (b) formato de barras e anel do tipo 3P, após processo de sinterização
Figura 45 – Gráfico das curvas de sinterização para diferentes composições/misturas77
Figura 46 – Resultado da sinterização dos corpos de prova das amostras SOM-01 a SMC-04.
Figura 47 – Resultado da sinterização dos corpos de prova das amostras experimentais da Etapa II (SMC-06 a SMC-10)
Figura 48 – Preparação de uma amostra em forma de anel para ser utilizada em medições magnéticas como curva magnética e laço de histerese
Figura 49 – Bobinagem das amostras em formato de anel padrão, com enrolamento (a) primário e (b) secundário
Figura 50 – Diagrama do princípio de medição e exemplo de sinais de tensão no circuito primário durante um período e o laço de histerese
Figura 51 – Equipamento de medição de parâmetros magnéticos REMAGRAPH <sup>®</sup> C. Sedo (a) a estação de medição, (b) o Yoque MJR 5 para medição de barras e (c) em anel
Figura 52 – Ilustração do (a) traçador de curvas de histerese magnética e (b) da conexão do corpo de prova ao equipamento
Figura 53 – Exemplo de caracterização da microestrutura, e a diferença entre partícula, grão e aglomerado de um material
Figura 54 – Amostras embutidas a quente e já polidas em base de baquelite, sendo (a) SMC- 3P, (b) ASC-29, (c) FOS-01 e (d) FOS-02
Figura 55 – Imagem ilustrativa do microscópio metalúrgico invertido Olympus GX5185

Figura 56 - Imagem ilustrativa do microscópio eletrônico de varredura Zeiss EVO MA10...85 Figura 57 – Microestrutura da amostra SMC-8316, sinterizada a 520 °C e ataque Nital 2%. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 140 µm e um isolamento médio de 1,32 µm. Figura 58 – Imagem MEV e respectivos EDS da superfície da amostra SMC-8316......87 Figura 59 – Microestrutura da amostra SMC-0908, sinterizada a 520 °C e ataque Nital 2%. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 142 µm e um isolamento médio de 1,75 µm. Figura 61 – Microestrutura da amostra SMC-8518, sinterizada a 520 °C e ataque Nital 2%. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 128 µm e um isolamento médio de 1,05 µm. Figura 63 – Gráfico da curva de magnetização das amostras do grupo Somaloy® 1P......93 Figura 64 – Laços de histerese da amostra do tipo Somaloy<sup>®</sup> 1P e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m para os anéis Figura 65 – Gráfico da curva de magnetização das amostras do grupo Somaloy<sup>®</sup> 3P......94 Figura 66 – Laços de histerese da amostra do tipo Somaloy<sup>®</sup> 3P e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m para os anéis SMC-0911 e SMC-0912......94 Figura 67 – Gráfico da curva de magnetização das amostras do grupo Somaloy<sup>®</sup> 5P......95 Figura 68 – Laços de histerese da amostra do tipo Somaloy<sup>®</sup> 5P e suas perdas para as frequências de 0.05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m para os anéis SMC-8517 e SMC-8518......95 Figura 69 – Imagem da microestrutura da composição SOM-3P, feitas por microscopia ótica, após sinterização a 520 °C, ataque químico com Nital 2 % e aumento de 200 vezes. Verificouse um tamanho médio de partículas de 178 µm e um isolamento médio de 3,32 µm......96 Figura 70 – Imagem da microestrutura da composição ASC-29, feitas por microscopia ótica, após sinterização a 520 °C e ataque Nital 2% e aumento de 200 vezes. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 136 µm e um isolamento médio de 1,34 µm. ......97 Figura 71 – Imagens da microestrutura (ataque Nital 2 %) da composição FOS-01 com concentração  $1/50 (0.5 \text{ g/ml de H}_3\text{PO}_4 \text{ para 25 g/ml de Fe na mistura})$ . Verificou-se um tamanho 

Figura 73 – Imagens da microestrutura (a) SMC-01 e (b) SMC-02. Em (a) verificou-se um tamanho médio de partículas de 92  $\mu$ m e um isolamento médio de 3,75  $\mu$ m., já em (b) Verificou-se um tamanho médio de partículas de 123  $\mu$ m e um isolamento médio de 2,68  $\mu$ m.......100

Figura 76 – Imagens da microestrutura da composição SMC-07, após sinterização a 520 °C e atacada com Nital 2 %. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 84,5  $\mu$ m e um isolamento médio de 1,02  $\mu$ m. 103

Figura 79 – Laços de histerese da amostra ASC-29 (ferro puro) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m......106

Figura 80 – Laços de histerese da amostra FOS-02 (Fe fosfatizado) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m. ...... 107

Figura 81 – Laços de histerese da amostra SMC-01 (compósito) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m. ...... 107

Figura 84 – Laços de histerese da amostra SMC-06 (compósito/mistura) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m. ......109

Figura 87 – Resumo das imagens metalográficas dos SMCs desenvolvidos: (a) SOM-3P, (b) SMC-01, (c) SMC-02, (d) SMC-04, (e) SMC-06, (f) SMC-08, ataque Nital 2 %111
Figura 88 – Metalografia ótica da amostra SMC-04 após 90 dias da sua sinterização, verificando-se a formação de áreas de oxidação. Ataque Nital 2 %
Figura 89 – Gráfico relacionando os tamanhos de partícula vs a coercividade magnética 113
Figura 90 – Gráfico relacionando os tamanhos de poros vs a densidade da peça sinterizada. 
Figura 91 – Gráfico relacionando a espessura do isolamento dielétrico vs as perdas totais115
Figura 92 – Gráfico relacionando os tamanhos de partículas vs a coercividade magnética das amostras SMC das amostras do teste II e III
Figura 93 – Gráfico relacionando os tamanhos de poros vs a densidade das amostras SMC dos Testes II e III
Figura 94 – Gráfico relacionando a espessura do isolamento dielétrico vs as perdas das amostras SMC dos Testes II e III
Figura 95 – Comparação entre as curvas de magnetização dos compósitos desenvolvidos e de outros estudos (com marcação *), como o de Ferraris <i>et al.</i> (2016) e Pošković <i>et al.</i> (2018).
Figura 96 – Laços de Histerese das amostras em nível de frequência CC para corpos de prova (a) a base de Fosfato e (b) por mistura a seco
Figura 97 – Laços de Histerese em 10 Hz de frequência para amostras (a) para corpos de prova (a) a base de Fosfato e (b) por mistura a seco
Figura 98 – Laços de Histerese em 60 Hz de frequência para amostras (a) para corpos de prova (a) a base de Fosfato e (b) por mistura a seco
Figura 99 – Relação entre os valores densidade máxima de fluxo magnético, permeabilidade relativa e coercividade das amostras
Figura 100 – Gráfico com as perdas totais em função em 10 e 60 Hz, comparados com a B <sub>max</sub> e a densidade de compactação
Figura 101 – Gráfico com as perdas totais em função da frequência para um $H_{max}$ de 6 kA/m. 
Figura 102 – Gráfico das perdas totais em função da indução máxima <i>B<sub>max</sub></i>

# LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Listagem de materiais utilizados na parte experimental deste trabalho68
Tabela 2 – Nomenclaturas utilizadas para os pós base de ASC 100.2970
Tabela 3 – Tabela com as nomenclaturas dos Pós utilizados na Etapa I
Tabela 4 – Materiais utilizados nas misturas a seco (composições com Fe Fosfatizado)72
Tabela 5 – Materiais utilizados nas misturas a seco (testes finais com Fe ASC como base)72
Tabela 6 – Nomenclaturas utilizadas para os corpos de prova Somaloy <sup>®</sup>
Tabela 7 – Valores calculados seguindo as expressões apresentadas anteriormente
Tabela 8 – Espectros dos elementos químicos presentes na amostra Somaloy® 1P88
Tabela 9 – Espectros dos elementos químicos presentes na amostra Somaloy <sup>®</sup> 3P90
Tabela 10 – Espectros dos elementos químicos presentes na amostra Somaloy <sup>®</sup> 5P91
Tabela 11 – Resumo dos valores encontrados no processamento digital das micrografias para compor os parâmetros da camada isolante e de tamanho de partículas das amostras Somaloy®. 
Tabela 12 – Resumo dos valores encontrados no processamento digital das micrografias para compor os parâmetros da camada isolante e de tamanho de partículas das amostras referência.
Tabela 13 – Resumo dos valores encontrados no processamento digital das micrografias para compor os parâmetros da camada isolante e de tamanho de partículas dos SMCs102
Tabela 14 – Resumo dos valores encontrados no processamento digital das micrografias para compor os parâmetros da camada isolante e de tamanho de partículas das amostras104
Tabela 15 – Tabela resumo com a relação final dos parâmetros magnéticos dos compósitos. 

# LISTA DE ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

$A_C$	Área da secção transversal
AFIS	Axial Flux Internal Stator
AFPM	Axial Flux Permanent Magnet
Al	Volume do núcleo
AWG	American Wire Gauge
В	Densidade de fluxo magnética
$B_f$	Valor final do fluxo <i>B</i>
$B_i$	Valor inicial do fluxo <i>B</i>
$B_m$	Amplitude máxima da indução magnética
B <sub>max</sub>	Densidade máxima de fluxo magnético
Br	Magnetização remanescente
B <sub>sat</sub>	Magnetização de saturação
CA	Corrente Contínua
CC	Corrente Alternada
den	Densidade do anel
$d_{ m pri}$	Densidade de espiras do primário
$d_S$	Diâmetro de partícula esféricas
$d_{e\!f\!f}$	Dimensão efetiva das correntes
EDS	Espectroscopia de Raios-X
$\boldsymbol{e}_{(t)}$	Tensão induzida no enrolamento
f	Frequência de excitação
GO	Grão Orientado
GNO	Grão Não-Orientado
Н	Intensidade do Campo magnético

$H_c$	Campo magnética coercivo (coercividade)
$\dot{i}_m$	Corrente de magnetização
$I_{arphi}$	Corrente de excitação
$I_p$	Corrente no enrolamento primário
Is	Corrente no enrolamento secundário
LdTM	Laboratório de Transformação Mecânica
MEV	Microscópio Eletrônico de Varredura
M/P	Metalurgia do Pó
Ν	Número de espiras da bobina
$N_p$	Número de espiras do enrolamento primário
$N_s$	Número de espiras do enrolamento secundário
R <sub>e</sub>	Raio externo do anel de Rowland
$R_i$	Raio interno do anel de Rowland
S	Seção transversal do material magnético
SMC	Soft Magnetic Composites
SMM	Soft Magnetic Materials
ti	Tempo inicial
$t_f$	Tempo final
$v_p$	Tensão de entrada no enrolamento primário
Vs	Tensão induzida no enrolamento secundário
Vo	Tensão de saída no circuito amplificador
$W_{cl}$	Perdas por correntes parasitas
Wexc	Perdas anômalas ou por excesso
$W_h$	Perdas por ciclo de histerese
W <sub>tot</sub>	Perdas totais ciclo de histerese
XPS	Espectrômetro de Fotoelétrons de Raios-X

	٠	٠	٠
YV	1	1	1
Λν	T	1	T

XRD	Difração de Raios-X
$\Phi$	Amplitude média do fluxo magnético
$arPhi_{ m max}$	Amplitude máxima do fluxo magnético do núcleo
<del>О</del> е	Diâmetro externo do anel
<i>O</i> i	Diâmetro interno do anel
£	Largura do anel
Δ	Espessura do núcleo
$\Phi_{ m B}$	Fluxo magnético atravessando uma única espira
ω	Frequência elétrica aplicada ou frequência angular = $2\pi f$
μ	Permeabilidade magnética do meio
μr	Permeabilidade magnética relativa
ρ <sub>R</sub>	Resistividade elétrica do material

# SUMÁRIO

Rŀ	ESUM	0		vii	
AI	BSTR	АСТ		viii	
LI	STA I	DE ILU	JSTRAÇÕES	ix	
LI	STA I	DE TAI	BELAS	XV	
LI	STA I	DE AB	REVIATURAS E SÍMBOLOS	xvi	
1	INT	RODU	ÇÃO	22	
	1.1	Motiv	vação da Tese	24	
	1.2	Objeti	ivo Geral	24	
	1.3	Objeti	ivos Específicos	25	
	1.4	Organ	nização do Trabalho	25	
2	REV	<b>VISÃO</b>	DE LITERATURA	27	
	2.1	Introd	lução aos Materiais Ferromagnéticos	27	
	2.2	Ligas	de Aço para Fins Eletromagnéticos		
	2.3	<ul> <li>2.3 Excitação Eletromagnética: Regime Senoidal</li> <li>2.4 Perdas em Materiais Magnéticos</li> </ul>			
	2.4				
		2.4.1	Componentes de Perdas por Histerese (Wh)	34	
		2.4.2	Componente de Perda por Foucault (Wcl)		
		2.4.3	Componente de Perda Excedente (Wexc)		
		2.4.4	Perdas Totais e Métodos de Separação (W <sub>tot</sub> )		
	2.5	2.5 Os Compósitos Magnéticos Macios			
		2.5.1	Partículas de Pós Metálicos Atomizado	43	
		2.5.2	Partículas Ferromagnéticas Revestidas	44	
		2.5.3	Revestimentos Orgânicos	45	
		2.5.4	Revestimentos Inorgânicos	46	
		2.5.5	Revestimentos Híbridos	47	
	2.6	O Pro	cesso de Fosfatização	49	
		2.6.1	Conceitos Básicos sobre Fosfatização	49	
		2.6.2	As Reações Envolvidas no Processo		

		2.6.3	O Uso de Fosfatantes em SMCs	52
		2.6.4	Estratégias de Fosfatização em SMCs	53
	2.7	Os Pó	s Magnéticos Comerciais	55
		2.7.1	Propriedades de Interesse em SMC	57
		2.7.2	Grupo de Produtos Somaloy <sup>®</sup>	58
		2.7.3	Sinterização dos Pós Somaloy®	59
	2.8	Proces	sso de Fabricação por Metalurgia do Pó (M/P)	60
		2.8.1	Mistura de Pós Metálicos para Composição da Camada	61
		2.8.2	Compactação de Componentes Magnéticos	61
	2.9	Máqui	inas de Fluxo Magnético Axial	63
		2.9.1	Topologia YASA	64
		2.9.2	Aplicação dos SMCs	65
3	PRC	OCEDI	MENTOS EXPERIMENTAIS	66
	3.1	Metod	lologia de Fabricação dos SMCs	66
	3.2	Etapa	I: O Processo de Fosfatização	69
		3.2.1	A Fosforização por Imersão (Banho)	69
		3.2.2	Pó Metálico Fosfatizado	70
	3.3	Etapa	II: Mistura e Homogeneização dos Pós	71
	3.4	Etapa	III: Compactação e Sinterização das Amostras	73
		3.4.1	O Processo de Compactação	73
		3.4.2	O Processo de Sinterização	74
	3.5	Amos	tras Somaloy <sup>®</sup> Sinterizadas	76
	3.6	Amos	tras Experimentais Sinterizadas	77
	3.7	Caract	terização dos Parâmetros Magnéticos	78
		3.7.1	Preparação das Amostras para Medição Magnética	79
		3.7.2	Processo Simplificado de Medição Computacional	81
		3.7.3	Equipamentos Utilizados para Medição Magnética	81
	3.8	Caract	terização da Microestrutura	83
		3.8.1	Corpo de Prova Embutido	84
		3.8.2	Microscópio Óptico Metalográfico Invertido	85
		3.8.3	Microscópio Eletrônico de Varredura	85

4	RES	SULTA	DOS EXPERIMENTAIS	86			
	4.1	Image	ens MEV e Mapa EDS dos Pós Somaloy <sup>®</sup>	86			
		4.1.1	Amostra Somaloy® 1P	86			
		4.1.2	Amostra Somaloy® 3P	88			
		4.1.3	Amostra Somaloy <sup>®</sup> 5P	90			
	4.2	Carac	terização Magnética das Amostras Somaloy <sup>®</sup>	92			
		4.2.1	Amostras Somaloy® 1P	93			
		4.2.2	Amostras Somaloy® 3P	94			
		4.2.3	Amostras Somaloy® 5P	95			
	4.3 Microscopia Ótica das Amostras Experimentais			96			
		4.3.1	Amostras de Referência (Teste I)	96			
		4.3.2	SMCs a Base de Fe <sub>1/250</sub> (Teste II)	100			
		4.3.3	SMCs por Mistura a Seco (Teste III)	102			
	4.4	Carac	Caracterização Magnética das Amostras Experimentais105				
		4.4.1	Amostras de Comparação (Teste I)	105			
		4.4.2	SMCs a Base de Fe <sub>1/250</sub> (Teste II)	107			
		4.4.3	SMCs por Mistura a Seco (Teste III)	109			
5	DISCUSSÃO DOS RESULTADOS111						
	5.1	Comparação dos Resultados Metalográficos1					
	5.2	Análise dos Resultados das Amostras Somaloy <sup>®</sup> 11					
	5.3	Análise dos Resultados dos SMCs Experimentais11					
	5.4	Anális	Análise do Desempenho Magnético dos SMCs1				
		5.4.1	Comparativo entre as Curvas de Magnetização	118			
		5.4.2	Comparativo entre os Laços de Histerese	120			
		5.4.3	Análise das Perdas Magnéticas	124			
6	CONCLUSÃO126						
7	REFERÊNCIAS129						

### 1 INTRODUÇÃO

Os compósitos magnéticos macios (SMCs – Soft Magnetic Composites) representam um importante avanço no que diz respeito aos já conhecidos e consolidados materiais magnéticos macios, devido às suas propriedades magnéticas particulares, como elevada magnetização de saturação, permeabilidade estável, e baixas perdas de núcleo em frequências de operação intermediárias (por exemplo, de centenas de Hertz até dezenas de quilo Hertz), possuindo assim uma alta gama de aplicações em conversão de energia (HU *et al.*, 2020; SUNDAY; TAHERI, 2017; ZHOU *et al.*, 2020b).

O SMC é utilizado tanto para aplicações de corrente contínua como para corrente alternada. As aplicações em CC são caracterizadas pela necessidade de um campo magnético constante, o qual é gerado por uma fonte polarizada (POŠKOVIĆ; FRANCHINI; FERRARIS, 2022). Suas principais características magnéticas são permeabilidade, força coercitiva e indução de saturação (ISHIZAKI *et al.*, 2017; SILVEYRA *et al.*, 2018; SUNDAY; TAHERI, 2017). Para aplicações em CA, um campo variável é aplicado ao material, causando influências devido à frequência de indução da bobina, à densidade de campo magnético e pela resistividade elétrica dos materiais que compõem este núcleo. Assim, os principais parâmetros magnéticos a se considerar nestas aplicações são permeabilidade relativa, a saturação magnética e as perdas totais do núcleo resultantes do campo/fluxo magnético alternado (PÉRIGO *et al.*, 2018).

O conceito de SMC é baseado no recobrimento das partículas magnéticas com uma camada superficial, da ordem de nanômetros, eletricamente isolante e unidas em forma de matriz tridimensional de um compacto acabado (WANG *et al.*, 2021). Tem-se que, durante o seu uso quanto material magnético, este deve estar magnetizado ao longo das diversas direções dos grãos, para que idealmente, se deva ter o mesmo comportamento em cada um desses, ou seja, a ausência de anisotropia cristalina (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007). Assim, propriedades magnéticas 3D uniformes são adquiridas devido à natureza isotrópica deste material, o que proporciona maior flexibilidade na criação do design da peça naqueles projetos de mais alta complexidade (BIRČÁKOVÁ *et al.*, 2020; LEI *et al.*, 2019; LUO *et al.*, 2019; POŠKOVIĆ; FRANCHINI; FERRARIS, 2022; XIA *et al.*, 2019; ZHOU *et al.*, 2019b).

As partículas ferromagnéticas são o núcleo da estrutura *core-shell*, que juntas compõem a forma dos materiais SMC, e tais partículas podem ser de tamanhos diferentes, variando de dezenas a até centenas de micrometros, e recobertas por uma fina camada isolante (POŠKOVIĆ; FRANCHINI; FERRARIS, 2022). Além disso, diferentes tipos de recobrimentos podem ser aplicados sobre as partículas magnéticas para formar a camada isolante, sendo divididas em camadas orgânicas e inorgânicas, metálicas e não metálicas.

Camadas isolantes tratadas com ácido fosfórico são descritas em (CHEN *et al.*, 2020; ISHIZAKI *et al.*, 2017; PAN *et al.*, 2020; XIA *et al.*, 2019) e nas patentes (ISHIMINE *et al.*, 2015; SKARMAN; YE; VIDARSSON, 2017; TOYODA *et al.*, 2012; YE; STAFFANSSON, 2018), assim como a adição de algum tipo de óxido (um isolante de óxido, além de fosfato de ferro, fosfato de manganês, fosfato de zinco, fosfato de cálcio, fosfato de alumínio, óxido de silício, óxido de titânio, óxido de alumínio ou óxido de zircônio).

Além das camadas formadas com fosfato e óxidos, outros tipos de composições e métodos de recobrimento são estudados, de forma a garantir um filme fino e homogêneo, melhorando o isolamento elétrico entre as partículas, suas respostas magnéticas e mecânicas. Dentre alguns exemplos, podem-se citar a adição de zinco (LEI *et al.*, 2019; XIA *et al.*, 2019), a utilização de óxido de boro (EVANGELISTA *et al.*, 2020; ISHIZAKI *et al.*, 2017).

Os materiais SMC têm o potencial de preencher a lacuna entre os núcleos laminados tradicionais e os de ferrite, como ilustrado na Figura 1. Os núcleos laminados possuem alta densidade de fluxo magnético (até 2 Tesla), mas são limitados a baixas frequências de operação, enquanto os núcleos de ferrite são capazes de suportar frequências muito altas, mas possuem baixa densidade de fluxo magnético (geralmente na ordem de 0,3 T).



Figura 1 – As regiões aplicáveis para SMCs quando usados em campos magnéticos AC. Fonte: Adaptado de (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

Estes materais se tornam uma alternativa promissora quando são integrados aos projetos de máquinas elétricas rotativas, principalmente aquelas que derivam das topologias de motores elétricos sem escovas, como por exemplo os motores de fluxo magnético axial, Asssim, ao se considerar as dificuldades encontradas na frabricação dos núcleos magnéticos com pacotes de lâminas de comprimento variável no empilhamento.

Assim a maior motivação deste trabalho e sua futura aplicação está justamente nas dificuldades de fabricação dos núcleo magnéticos (pacotes de lâminas), devido ao comprimento variável das laminações e seu posteri empilhamento como peça única. Além disso, em termos estruturais haverá uma redução de peças e facilidade de integração entre as partes, já que os núcleos magnéticos são moldados em uma única peça pelo método de Metalurgia do Pó (M/P) (ANDRADA *et al.*, 2019; SUNDAY; TAHERI, 2017). Outrossim o desenvolvimento de tecnologias novas e nacionais é justificável principalmente onde se considera que o material em forma de pó atualmente utilizado para esta aplicação é importado e tem um custo elevado.

### 1.1 Motivação da Tese

Os materiais magnéticos macios são alvo de constantes estudos, assim como sua aplicação em diferentes áreas da elétrica, eletrônica, e na conversão de energia, já que possibilitam a produção de componentes eletromagnéticos complexos atrelado às técnicas avançadas de M/P. A utilização dos SMCs como matéria prima permite o desenvolvimento de novos produtos, ou mesmo o redesenho dos já existentes.

Entretanto, uma das maiores dificuldades na obtenção de propriedades ótimas dos SMCs se concentra no tipo, na forma e na espessura do recobrimento das partículas magnéticas, já que este é responsável pelo isolamento elétrico entre partículas além de promover a resistividade mecânica da peça após o tratamento térmico.

Assim, a motivação desta pesquisa consiste no desenvolvimento de um SMC de mais baixo custo (pó de ferro elementar) e um processo alternativo em relação ao convencional (Höganäs). O processo sugerido tende a ter um custo reduzido na produção do Pó. Também justifica desta forma desenvolver tecnologias novas aqui no Brasil. Além disso não há no estado da arte pesquisas que utilizam fosfatização combinado com mistura a seco para o uso neste tipo de aplicação.

#### 1.2 Objetivo Geral

O objetivo geral deste trabalho é apresentar os resultados do desenvolvimento de rotas alternativas para a produção de SMC de baixo custo através do recobrimento de partículas de ferro (Fe atomizado ASC 100.29) com dupla camada isolante.

#### 1.3 Objetivos Específicos

Além dos objetivos mais gerais deste trabalho, no que diz respeito ao desenvolvimento do compósito magnético macio propriamente dito, tem-se os seguintes objetivos específicos:

- desenvolver rotas de produção de um compósito magnético macio de baixo custo;
- desenvolver técnicas e processos para revestimento do pó de Fe puro com uma fina camada isolante de fosfato e segunda camada com a adição de P, Zn, Sílica e Resina;
- determinar propriedades eletromagnéticas dos materiais desenvolvidos como saturação magnética, permeabilidade magnética, coercividade e a densidade das perdas;
- determinar propriedades metalúrgicas dos materiais desenvolvidos como sua microestrutura, camada isolante e a influência da sinterização nas mesmas;
- validar o compósito desenvolvido por comparação de resultados obtidos pelos métodos analíticos, numérico e experimental.

#### 1.4 Organização do Trabalho

Para a implementação da referida proposta e solução final da problemática levantada neste trabalho, o mesmo é divido em seis capítulos, sendo o Capítulo 1 de introdução e os demais capítulos são descritos a seguir:

No Capítulo 2, é apresentada uma revisão da literatura, onde os Compósitos Magnéticos Macios são introduzidos juntamente com os tipos de núcleo em pó (*core-shell*), além de formas e materiais para o revestimento isolante. Uma visão geral da metalurgia do pó e as principais etapas de processamento é fornecida. Os principais requisitos e desafios do desenvolvimento de uma camada de revestimento isolante, em termos de propriedades mecânicas e magnéticas, são discutidos, bem como o estado da arte destes processos.

No Capítulo 3, são apresentados os métodos de processamento para fabricar SMCs, incluindo mistura, revestimento, compactação e sinterização. Diferentes métodos experimentais são descritos para conseguir um produto final a partir de procedimentos de baixo custo.

Já no Capítulos 4 são apresentados os resultados experimentais obtidos a partir das análises das amostras produzidas na etapa metodológica. Estes resultados são divididos em duas linhas, sendo uma a caracterização metalúrgica dos corpos de prova, e outra a caracterização magnética, como aquisição da curva de magnetização e aplicação do laço de histerese. O Capítulo 5 discute os resultados obtidos, tanto das amostras do Somaloy<sup>®</sup>, como dos SMCs desenvolvidos na rota metodológica (Fosfatização, Mistura a Seco, Compactação e Sinterização). Estes resultados serão relacionados entre si e também comparados com resultados de outros trabalhos, permitindo assim validar o objetivo geral proposto nesta tese.

O Capítulo 6 apresenta a conclusão final do trabalho, alinhada com os objetivos específicos inicialmente propostos, com a discussão dos resultados, e com as contribuições científicas observadas. Por fim, são apresentadas sugestões para trabalhos futuros.

Assim, de forma a ajudar no entendimento da proposta e do seu desenvolvimento, um fluxo do processo é apresentado pela Figura 2. As caixas em laranja (conectadas) representam a rota de produção do SMC a base de fosfato. A contribuição para novos conhecimentos é destacada em caixas na cor verde claro, que listam as principais variáveis investigadas e técnicas utilizadas para avaliar esses novos materiais.



Figura 2 – Fluxograma do processo experimental e análise de resultados no desenvolvimento de SMCs neste trabalho.

Fonte: do Autor

### 2 REVISÃO DE LITERATURA

Neste capítulo é apresentado uma breve revisão sobre os materiais ferromagnéticos, necessário para o entendimento do funcionamento dos sistemas eletromagnéticos. Em relação aos SMCs, são vistos os conceitos que envolvem seu comportamento quando aplicados em novas topologias. Também são descritas as formas de obtenção das camadas isolantes, baseados em diversos artigos científicos de referência até este momento, apresentando algumas estratégias e procedimentos utilizados, como o processo de fosfatização e misturas a seco. Além disso, uma introdução ao processo de metalurgia do pó e a importância da sinterização na manutenção da camada isolante. Por fim, um resumo sobre motores elétricos e sua modelagem para simulação computacional faz o fechamento deste capítulo.

#### 2.1 Introdução aos Materiais Ferromagnéticos

O crescimento contínuo das demandas de dispositivos de conversão de energia, associado a potenciais dificuldades na expansão da oferta de energia limpa e seus altos custos associados, surgem como fatores importantes impulsionando pesquisas para o desenvolvimento de materiais mais eficientes do ponto de vista energético. Nesse cenário, os materiais magnéticos macios (SMMs) ocupam posição econômica de destaque devido à sua importância em aplicações de conversão de energia, exemplificadas principalmente pelos motores elétricos, geradores e transformadores (PÉRIGO *et al.*, 2018).

Materiais ferromagnéticos são aqueles cuja permeabilidade magnética relativa  $\mu_r$  possui valor muito superior ao do ar, ou seja,  $\mu_r >> 1$ . Por esse motivo, são de extrema importância nos projetos de dispositivos eletromagnéticos. Outras duas características fundamentais destes materiais, e que não podem ser negligenciadas (além da permeabilidade, é claro) são a temperatura Curie e sua saturação magnética (PIRES, 2008).

A primeira trata-se de um valor térmico crítico, particular de cada material, que se ultrapassado faz com que o meio perca as suas propriedades ferromagnéticas e passe a se comportar de maneira paramagnética. Para o ferro, por exemplo, a temperatura Curie fica em torno de 770 °C. A segunda diz respeito ao fenômeno da não-linearidade de  $\mu_r$ , que depende da intensidade (ou módulo) do campo magnético *H* aplicado no material (PRASAN K. S.; JOSEPH W. N., 2015). Os SMMs são produzidos contendo como base materiais ferromagnéticos, que são normalmente compostos de ferro e de ligas de ferro com cobalto, tungstênio, níquel, alumínio e outros metais, são os materiais magnéticos mais comuns utilizados (UMANS, 2019). Ainda que esses materiais sejam caracterizados por uma ampla faixa de propriedades, os fenômenos básicos responsáveis por suas propriedades são comuns a todos eles. O ferro e o cobalto têm altas saturações magnéticas. Cobalto e suas ligas em geral não são utilizados, exceto para aplicações especiais, devido ao seu alto custo, escassez e dificuldade de sinterização. Em comparação, o ferro é barato e bastante comum. Como o níquel e as ligas de níquel têm saturação magnética muito menor que o ferro (0,6 T versus 2 T), e são mais caros, eles são usados principalmente onde se deseja uma maior permeabilidade (NEWKIRK; SAMAL, 2015).

Embora o ferro (bastão, cubo ou outra forma) seja ferromagnético, ele não funciona como um ímã porque os átomos de ferro em cada domínio têm polos apontando em direções diferentes, resultando em um momento magnético líquido de zero (material não magnetizado). Isso resulta da necessidade de minimizar a energia total e evitar polos livres (energia magneto-estática). Cada domínio tem momentos magnéticos individuais alinhados em uma direção. Domínios adjacentes têm momentos magnéticos apontando na direção oposta (NEWKIRK; SAMAL, 2015). Uma parede de limite de domínio existe onde dois desses volumes com diferentes alinhamentos se encontram, conforme ilustrado na Figura 3.



Figura 3 – Orientação aleatória dos domínios magnéticos em um SMM, que deste modo se encontra não magnetizado.

Fonte: Adaptado de (GURU; HIZIROGLU, 2001-).

Quando o material magnético é colocado em um campo magnético externo, todos os dipolos tendem a se alinhar ao longo desse campo magnético. Pode-se esperar que alguns domínios do material magnético já estejam mais ou menos alinhados na direção do campo. Esses domínios tendem a crescer em tamanho às custas dos domínios vizinhos. O crescimento de um domínio apenas muda seus limites e o movimento dos limites do domínio, entretanto, depende da estrutura do grão do material (GURU; HIZIROGLU, 2001-; UMANS, 2019).

Os SMMs podem ser facilmente magnetizados e desmagnetizados. As características mais importantes desejadas para um material magnético macio são máxima indução magnética  $B_{max}$ , alta permeabilidade, baixa coercividade  $H_c$  e baixas perdas no núcleo. No entanto, se a direção da magnetização for invertida, a curva de magnetização não se retrai, mas possui uma propriedade conhecida como histerese. Devido a esta histerese, um loop em vez de uma curva é gerado (PRASAN K. S.; JOSEPH W. N., 2015), como mostra a Figura 4.



Figura 4 – Ciclo de histerese de um material ferromagnético inicialmente desmagnetizado. Fonte: Adaptado de (PRASAN K. S.; JOSEPH W. N., 2015).

Assim, o ciclo de histerese de um SMM inicialmente em um estado não magnetizado, em que a magnetização aparece como um campo magnético H induzido, modifica e eventualmente elimina a microestrutura dos domínios ferromagnéticos magnetizados em diferentes direções, para revelar a magnetização espontânea  $B_m$ . Estão ainda presentes no loop de histerese a remanência  $B_r$ , que permanece quando o campo aplicado é restaurado a zero, e a coercividade  $H_c$ , que é o campo reverso necessário para reduzir a magnetização a zero (COEY, 2009; CULLITY; GRAHAN, 2009; NEWKIRK; SAMAL, 2015).

Além do mais, as propriedades magnéticas destes materiais dependem da composição química e da sua microestrutura. Por exemplo, a taxa de indução de saturação depende principalmente da composição química. Já a permeabilidade, coercividade e remanência dependem da microestrutura do material magnético. Como a sinterização, o tamanho dos grãos e as impurezas influenciam fortemente na microestrutura, as propriedades magnéticas são influenciadas da mesma forma (LEFEBVRE; PELLETIER; GÉLINAS, 1997).

#### 2.2 Ligas de Aço para Fins Eletromagnéticos

Uma liga de aço elétrico ideal para aplicações magnéticas é aquela que pode ser magnetizado em seu maior nível de indução com o menor campo magnético externo e apresentar a menor quantidade de perdas totais. Os aços elétricos são utilizados por terem uma qualidade única, não disponível em outros metais, polímeros ou cerâmicas, é a sua capacidade de amplificar milhares de vezes um campo magnético externamente aplicado. Também são denominados materiais magneticamente macios, e muito utilizados em núcleos de motores elétricos, geradores, transformadores entre outras aplicações que se necessite a circulação de fluxo magnético no interior do material (LANDGRAF, 2002).

Os aços planos siliciosos são classificados em Grão Orientado (GO) e de Grão Não-Orientado (GNO). A principal diferença entre os aços GO e GNO está nesta estrutura cristalográfica de ambos. De acordo com Landgraf (2002), o aço ao silício GO apresenta uma textura pronunciada, chamada textura de Goss, cujos cristais apresentam a direção de mais fácil magnetização como a direção [001], que corresponde à aresta do cubo paralela à direção de laminação, e o plano diagonal do cubo (110) paralelo ao plano da chapa. Esta característica do GO lhe confere excelentes propriedades magnéticas na direção de laminação da chapa e o torna adequado para uso em núcleos estáticos, onde o fluxo magnético coincide com a direção de laminação, como no caso dos transformadores.

O aço GNO não apresenta uma textura pronunciada, ou seja, há uma dispersão na orientação dos grãos, e tem os valores das propriedades magnéticas parecidas em todas as direções do plano da chapa, o que o faz adequado para aplicações que exigem isotropia das propriedades magnéticas ao longo do plano da chapa, onde o fluxo magnético muda de direção, tais como motores elétricos e geradores de energia. Resumindo, aços GO possuem as propriedades magnéticas otimizadas na direção de sua laminação, enquanto os aços GNO apresentam boas propriedades em qualquer direção considerada (BRISSONNEAU, 1984).

A Figura 5 mostra as micrografias de dois materiais conforme tratamento térmico que foram submetidos. O aumento da temperatura de recozimento causa o aumento do tamanho do grão nos dois materiais, entretanto no aço com 2 % de Si esse aumento é bem superior, comparados ao aço com 1 % Si. Ainda, percebe-se que aços com menor adição de Si, o grão das componentes de textura cresce de maneira uniforme, independente da orientação, à medida que a temperatura de recozimento aumenta (FREITAS, 2011).



Figura 5 – Evolução microestrutural de um laminado GNO obtido por microscopia ótica, do aço com (a) 1 % de Si e (b) 2 % de Si. Ataque com Nital 2%.

Fonte: Adaptado de (FREITAS, 2011).

#### 2.3 Excitação Eletromagnética: Regime Senoidal

Em sistemas de corrente alternada, as formas de onda de tensão e de fluxo magnético são bem próximas de funções senoidais, em função de tempo (UMANS, 2019). Para descrever as características da excitação e das perdas associadas à operação CA dos materiais magnéticos em regime permanente, utiliza-se como modelo um circuito fechado, obtendo-se os seguintes equacionamentos:

$$E_{max} = \omega N \phi_{max} = 2\pi f N A_c B_{max}$$
 Eq. 1

Então:

$$E_{ef} = \frac{2\pi}{\sqrt{2}} f N A_c B_{max} = \sqrt{2\pi} f N A_c B_{max}$$
 Eq. 2

Considerando  $\phi_{max}$  como a amplitude máxima do fluxo do núcleo magnético  $\varphi$ ,  $B_{max}$  é a amplitude máxima da densidade de fluxo B,  $E_{max}$  é a tensão máxima ( $\omega N \phi_{max}$ ),  $E_{ef}$  é a tensão eficaz em regime permanente,  $A_c$  é a área da seção reta do núcleo,  $\omega$  é a frequência angular  $(2\pi f)$ , f é a frequência em Hz e N é o número de espiras da bobina.

Por exemplo, pode ser usada uma configuração em anel para medir as características magnéticas de metais elétricos, conforme apresentado na Figura 6. Neste caso, dois enrolamentos envolvem esse anel: o primeiro, também chamado de primário, é composto por  $N_p$  espiras e é usado para produzir um campo magnético no interior do núcleo; o segundo, conhecido como secundário, contendo  $N_s$  espiras, é usado para captar o fluxo magnético através da tensão ou corrente induzida na saída desse enrolamento.



Figura 6 – Método padrão para testes de resposta magnética utilizando uma toróide. Fonte: Adaptado de (NEWKIRK; SAMAL, 2015).

A maior exatidão dos resultados requer que a densidade de fluxo seja uniforme dentro do material. Isso é conseguido se a largura dos anéis for muito menor que o raio interno do anel  $(L << R_{int})$ , e se o enrolamento de excitação envolver uniformemente todo o núcleo do anel. Já a relação entre a intensidade de campo magnético *H* no material e a corrente no primário, é dado como:

$$H = \frac{N_p i_p}{2\pi (R_{ext} + R_{int})/2} = \frac{N_p i_p}{\pi (R_{ext} + R_{int})}$$
Eq. 3

Onde  $N_p$  é número de espiras do primário,  $i_p$  é a corrente na bobina primária,  $R_{int}$  e  $R_{ext}$ são os raios internos e externos do anel; e  $v_s$  é a tensão induzida no enrolamento secundário.

A tensão  $v_s$  no tempo em razão da variação do fluxo *B* é expressa pela Equação 4.

$$v_s = \frac{d}{dt} [N_s(L\Delta)B] = N_s \Delta \frac{dB}{dt}$$
 Eq. 4

Por fim, a relação entre a tensão  $v_o$  e a densidade de fluxo é:

$$v_o = G \int v_s dt = G N_s \pounds \Delta B$$
 Eq. 5

Sendo  $N_p$  o número de espiras do enrolamento primário,  $N_s$  o número de espiras do secundário, B é a densidade de fluxo magnético, G é o ganho (constante conhecida ou determinada),  $\Delta$  é a espessura do núcleo e f é a largura do anel.

Caso se comece com um material não magnetizado, e, variando-se a corrente de enrolamento em uma série de pequenos passos, e em cada passo, a intensidade do campo magnético H pode ser calculada, pois a intensidade magnética dentro do toróide é inalterada pela presença do núcleo de ferro. Cada vez que H é alterado, há uma alteração correspondente em B e, portanto, uma mudança no fluxo através da bobina secundária.

Assim, as propriedades magnéticas não-lineares do núcleo requerem que a forma de onda da corrente de excitação  $I_{\varphi}$  seja diferente da forma senoidal do fluxo (UMANS, 2019). A curva da corrente  $I_{\varphi}$  em função do tempo pode ser obtida graficamente a partir das características magnéticas do material do núcleo, Figura 7(a). Como  $B_{\rm r}$  e  $H_{\rm c}$  se relacionam com  $\varphi$  e  $I_{\varphi}$  por constantes, o laço de histerese pode ser desenhado conforme Figura 7(b).



Figura 7 – Gráficos de excitação elétrica e de resposta magnética. Sendo que (a) representa a tensão, corrente e o campo e (b) representa o laço de histerese.
 Fonte: Adaptado de (FITZGERALD; JR.; UMANS, 2004).

Pode-se concluir que, devido aos efeitos de saturação magnética do material, acentuados picos de corrente de excitação na forma de onda  $I_{\varphi}$  serão gerados, ocasionam assim um achatamento no gráfico de histerese resultante. As características de excitação CA dos materiais usados em núcleos são descritas frequentemente em termos de volts-ampères eficazes, em vez de uma curva de magnetização que relacione *B* com *H*.

É importante esclarecer que as curvas *B*.*H* (magnetização) não devem ser confundidas com a curva de histerese do material. O laço *B*.*H* obtido em ensaio depende do valor do campo magnético aplicado, assim o mesmo material ferromagnético pode apresentar diferentes laços, dependendo do nível de saturação da amostra.

#### 2.4 Perdas em Materiais Magnéticos

As perdas de energia no material magnético significam uma dissipação de energia proveniente dos mecanismos irreversíveis dos processos de magnetização quando um campo magnético externo variável no tempo é aplicado (BIRČÁKOVÁ *et al.*, 2020). O quadro geral de perdas de energia é baseado no efeito Joule das correntes parasitas induzidas pelas mudanças na densidade do fluxo magnético acompanhando o deslocamento da parede do domínio e a rotação do vetor de magnetização, tanto no processo de magnetização CC quanto CA (BUSCHOW, 2005-; COEY, 2009).

As perdas nos materiais magnéticos macios podem ser divididas em perdas por ciclo de histerese ( $W_h$ ), perdas por correntes parasitas ( $W_{cl}$ ), e perdas anômalas ou por excesso ( $W_{exc}$ ) (BUSCHOW, 2005-; COEY, 2009). As perdas por curva de histerese aumentam com o aumento da frequência, já as perdas por correntes parasitas possuem dependência quadrática. Se isso for considerado, devido ao aumento da frequência em um determinado momento, as perdas totais serão menores no material SMC do que nos aços laminados (KOLLÁR *et al.*, 2013; SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007; SUNDAY; TAHERI, 2017).

Perdas dentro de um núcleo de ferro ocorrem devido à diminuição da resistência elétrica que o campo elétrico alternado produz. Dois efeitos são observados em materiais quando correntes parasitas são induzidas: magnetização incompleta do material e aumento nas perdas do núcleo. Ao contrário das perdas por correntes parasitas, mais proeminentes com o aumento da frequência, as perdas por histerese são quase que totais em baixas frequências (KOLLÁR *et al.*, 2013; PÉRIGO *et al.*, 2018).

#### 2.4.1 Componentes de Perdas por Histerese (Wh)

O processo de magnetização do material ferromagnético tem duas etapas. A etapa de alinhamento dos domínios magnéticos e a etapa de movimento destes domínios. Quando o material magnético é submetido a um campo magnético alternado, os dipolos magnéticos se atritam para inverter sua polaridade norte-sul em cada ciclo (BIRČÁKOVÁ *et al.*, 2020; COEY, 2009; KOLLÁR *et al.*, 2013). As perdas por histerese correspondem ao aquecimento do material ferromagnético devido a este atrito constante, gerando perdas por calor. Assim, em um dado intervalo de tempo, a energia dissipada no núcleo magnético pode ser calculada por:

$$W = \int_{t_i}^{t_f} NA \frac{dB}{dt} \frac{Hl}{N} dt = Al \int_{B_i}^{B_f} HdB \qquad [J] \qquad \text{Eq. 6}$$
Sendo *Al* o volume do núcleo e  $\int_{B_i}^{B_f} H dB$  é a área acima da curva *B*.*H*,  $t_i$  é o tempo inicial,  $t_f$  é o tempo final,  $B_i$  é o valor inicial do fluxo *B* e  $B_f$  é o valor final.

A energia total W por unidade de volume, é:

$$W = \int_{B_i}^{B_f} H dB \qquad [J/m^3] \qquad Eq. 7$$

A Figura 8 ilustra essas perdas, onde a Figura 8(a) representa a  $\Delta W_{fornecida}$ , causada pelo aumento na densidade de fluxo magnético *B* no interior do material. Já a Figura 8(b) corresponde a  $\Delta W_{devolvida}$ , causada pelo decréscimo na densidade de fluxo magnético *B*. O total de perdas pelo ciclo de histerese é representado pela Eq. 8.



Figura 8 – Perdas por histerese (*W*) em um dado intervalo de tempo: sendo (a) energia fornecida e (b) energia devolvida.

Fonte: Adaptado de (APPINO, 2013).

Então as perdas podem ser calculadas por:

$$\Delta W_{perdas} = \Delta W_{fornecida} - \Delta W_{devolvida}$$
 Eq. 8

As perdas por histerese  $W_h$  em J/m<sup>3</sup> representam a quantidade de energia por volume dissipada no material magnético durante um ciclo de magnetização (Figura 9).



Figura 9 – Perdas totais por ciclo devido a histerese (energia dissipada por volume). Fonte: Adaptado de (APPINO, 2013).

Elas são consideradas independentes da frequência e podem ser obtidas por extrapolação da dependência da frequência para f = 0 ou determinadas experimentalmente como a área do ciclo de histerese CC. A integral  $\int HdB$  para o laço de histerese completo fornece a área interna do ciclo e corresponde às perdas de histerese por energia dissipada em forma de calor (Joule) ou unidade de volume do núcleo (J/m<sup>3</sup>) por ciclo:

$$W_{p\ ciclo} = \oint H dB$$
 [J/m<sup>3</sup>] Eq. 9

$$W_{p\ ciclo} = Al \oint HdB$$
 [J] Eq. 10

# 2.4.2 Componente de Perda por Foucault (Wcl)

A perda por Foucault (ou por correntes parasitas)  $W_{cl}$ , é uma relação quadrática e dependente da frequência de magnetização, podendo ser calculada aplicando as leis de Maxwell ao material assumindo que este é completamente homogêneo do ponto de vista magnético, ou seja, na ausência de paredes de domínio (COEY, 2009).

Quando o meio é um condutor, este caminho é percorrido por uma corrente gerada pela força eletromotriz induzida e sua presença em um determinado material tem o significado de que parte da energia criada pelo campo é dissipada em forma de calor para o meio externo (KOLLÁR *et al.*, 2013).

Em geral, além da resistividade elétrica do material ferromagnético, as perdas clássicas são definidas também pela geometria da amostra, principalmente a dimensão efetiva que determina o fluxo das correntes parasitas na seção transversal da amostra. Também em SMCs as correntes parasitas podem fluir na seção transversal de uma amostra inteira no caso de partículas isoladas não perfeitas (correntes parasitas inter-partículas), como ilustrado na Figura 10. Além disso, em SMCs é necessário considerar que as correntes parasitas são fechadas dentro das partículas ferromagnéticas (correntes parasitas intra-partículas) (BIRČÁKOVÁ *et al.*, 2020; KOLLÁR *et al.*, 2013; PÉRIGO *et al.*, 2018).



Figura 10 – Esquemático dos caminhos percorridos pelas correntes parasitas em um SMC. Esboço das correntes parasitas intra e inter-partículas.

Fonte: Adaptado de (PÉRIGO et al., 2018).

As perdas clássicas inter-partículas  $W_{cl}^{inter}$  podem ser calculadas (na densidade de fluxo magnético senoidal) se simplificarmos o SMC como um material maciço (*bulk*) homogêneo com resistividade elétrica específica (SHEN; HARMS; SCHWARZ, 2002):

$$W_{cl}^{inter} = \frac{(\pi d_{eff} B_m)^2}{\beta \rho_R} f^2$$
 Eq. 11

Onde *deff* é a dimensão efetiva das correntes parasitas (a própria espessura no caso de um material *bulk*),  $B_m$  é a amplitude máxima da indução magnética,  $\rho_R$  a resistividade elétrica do material e  $\beta$  um coeficiente geométrico. Por exemplo, para um material com seção retangular (altura  $h \ge largura w$ ) perpendicular à direção do fluxo magnético (APPINO, 2013).

$$\beta = \frac{6}{1 - 0.633 \left(\frac{W}{h}\right) tanh\left(\frac{1.58h}{W}\right)}$$
Eq. 12

Para valores de *h* muito maior do que *w*, o valor de  $\beta$  na Equação 12 tende a 6, conhecido para as chapas de aço laminado. Para uma seção quadrada (*h* = *w*),  $\beta$  adquire o valor de 14,3. Já para uma seção reta circular,  $\beta$  vale aproximadamente 20 (KOLLÁR *et al.*, 2013).

Para o cálculo das perdas clássicas intra-partícula  $W_{cl}^{intra}$  (na densidade de fluxo magnético senoidal) de uma partícula magnética esférica, a seguinte relação pode ser derivada:

$$W_{cl}^{intra} = \frac{(\pi dB_m)^2}{20\rho_R} f^2$$
 Eq. 13

Onde *d* é o diâmetro da partícula magnética,  $B_m$  é a máxima da indução magnética e  $\rho R$  é a resistividade específica do componente ferromagnético de SMC (TAGHVAEI *et al.*, 2009).

### 2.4.3 Componente de Perda Excedente (Wexc)

Vários modelos para cálculo dessas perdas são derivados das equações de Maxwell e fornecem os mesmos resultados em sua essência. Contudo, a medida experimental das perdas totais resulta em um valor maior do que a simples soma das componentes  $W_h$  e  $W_{cl}$ . Esta diferença é referente a componente de perdas excedentes ou anômalas ( $W_{exc}$ ).

A componente  $W_{\text{exc}}$  inclui perdas por movimentação, relaxação e ressonância das paredes de domínio e outros efeitos dependentes de *f* devido a heterogeneidade da estrutura magnética do material (APPINO, 2013; SHEN; HARMS; SCHWARZ, 2002; TAGHVAEI *et al.*, 2009). Desta forma, no caso de SMCs, a componente  $W_{\text{exc}}$  apresenta a mesma dependência da frequência que a componente  $W_{\text{cl}}$ , não podendo ser ignorada no SMC.

$$W_{exc} = \frac{16(0,1356)SB_m^2 f^2}{n\rho_R}$$
 Eq. 14

O quadro geral de perdas de energia, (Figura 11), é baseado no efeito Joule das correntes parasitas induzidas pelas mudanças na densidade do fluxo magnético acompanhando o deslocamento da parede do domínio e a rotação do vetor de magnetização, tanto no processo de magnetização CC quanto CA (como no aumento da frequência) (COEY, 2009).



Figura 11 – Representação gráfica das perdas  $W_h$ ,  $W_{cl}$ ,  $W_{exc}$  em função da frequência.

Fonte: Adaptado de (COEY, 2009).

Para materiais compósitos constituídos por partículas ferromagnéticas isoladas, supõese que a combinação desses modelos em um seja mais apropriada e adequada para a descrição das perdas em excesso. Um parâmetro importante é a distância entre as paredes do domínio que é inversamente proporcional ao número de paredes do domínio móveis simultaneamente presentes na seção transversal da amostra (COEY, 2009; CULLITY; GRAHAN, 2009).

### 2.4.4 Perdas Totais e Métodos de Separação (Wtot)

A perda eletromagnética pode ser avaliada por meio de uma separação de perdas, onde a perda total  $W_{tot}$ , é composta pela soma de três componentes (BUSCHOW, 2005):

$$W_{tot} = W_h + W_{cl} + W_{exc}$$
 Eq. 15

Os modelos de perdas no ferro apresentados podem ser reunidos em uma única equação simplificada, que pressupõe que os três tipos de perdas não interagem entre si, sendo um sistema linear e que se pode aplicar o princípio da superposição dos efeitos. A equação 16 representa matematicamente as perdas magnéticas totais para qualquer amplitude de indução B e qualquer frequência *f*. O valor de  $f_t$  representa a frequência em que foi realizado a medida da perda total, ou seja, para qual valor de *f* as constantes  $k_f$  e  $k_e$  foram calculadas.

$$W_{tot} = k_h \cdot B^{\alpha} + \frac{f}{f_t} \cdot k_f \cdot B^2 + \sqrt{\frac{f}{f_t}} \cdot k_e \cdot B^{1,5}$$
 [J/kg] Eq. 16

Para medir cada uma das três componentes de perdas magnéticas, devem-se realizar ensaios específicos que possibilitem separar numericamente cada uma das parcelas. A única parcela das três que pode ser medida diretamente é a perda por histerese, considerando que em uma frequência baixa as perdas dinâmicas possam ser desprezadas (BATISTELA *et al.*, 2004).

Todavia, para contornar a dificuldade prática de medir perdas em uma frequência muito baixa, onde são necessários equipamentos especiais, é possível realizar a separação das componentes de perdas realizando um ensaio em frequências diferentes (a norma NBR 5161 indica as frequências de 50Hz e 60Hz). Extrapolando esta curva para um valor de f = 0, o valor extrapolado corresponderá à perda por histerese. A Figura 12 Apresenta essa separação de perdas, bem como as medições corrigidas das perdas após a estrapolação.



Figura 12 – Representação gráfica das perdas em 60 Hz de um material ferromagnético, onde (a) corresponde a separação das perdas e (b) separação das perdas corrigidas.

Fonte: Adaptado de (BATISTELA et al., 2004).

## 2.5 Os Compósitos Magnéticos Macios

O desenvolvimento de SMC consiste em partículas de pó de ferro eletricamente isoladas com um comportamento magnético isotrópico onde o material isolante atua como aglutinante do pó metálico, assumindo assim o papel principal da natureza do SMC, tornando dessa forma o processo de revestimento um fator crítico, mesmo quando preparado com diferentes técnicas (POŠKOVIĆ *et al.*, 2021). As propriedades magnéticas e energéticas finais de um SMC dependem da relação de volume entre o pó magnético e o material isolante/ligante, de modo que a camada isolante deve ser minimizada ao redor de cada partícula ferromagnética (JACK; HULTMAN, 2003; SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

Por outro lado, o efeito de ligação da camada é inversamente proporcional à sua espessura. Portanto, as atividades de pesquisa são orientadas para otimizar camadas de ligantes mais finas e uniformes, mantendo boas propriedades mecânicas e dielétricas (POŠKOVIĆ; FRANCHINI; FERRARIS, 2022). Assim, compósitos magnéticos macios podem ser entendidos como um sistema multifásico em massa onde pelo menos uma fase dielétrica reveste um SMM originalmente na forma de pó, e que é normalmente produzido usando técnicas de M/P, como procedimentos de compactação e sinterização (SUNDAY; TAHERI, 2017).

Espera-se que os SMCs, como qualquer outro SMM de engenharia, exibam perda de energia mínima em combinação com baixa magnetostrição k (variação da dimensão física quando um campo magnético está presente no ambiente), polarização de alta saturação  $B_{sat}$  (relacionada à orientação de momentos magnéticos por unidade de volume do material magnético), e maior permeabilidade possível (GIMÉNEZ *et al.*, 2006).

Existem diferentes variações de partículas e isoladores que são processados metalurgicamente em pó em um material composto complexo. Pó de Fe puro, ligas de ferro como por exemplo Ni, Co, Si, bem como materiais amorfos e nanocristalinos, são os materiais comuns para as formar as partículas magnéticas (NOWOSIELSKI, 2007). Já as camadas podem ser de origem orgânica ou inorgânica (PÉRIGO *et al.*, 2018; SUNDAY; TAHERI, 2017).

A vantagem mais evidente proporcionada pelo material SMC diz respeito às possíveis direções do fluxo magnético, como possíveis direções do fluxo magnético, conforme destacado na Figura 13(a-b). O caminho do fluxo magnético tem o mesmo comportamento em todas as direções para os SMCs, e além disso, as correntes parasitas são restritas apenas às dimensões das partículas (POŠKOVIĆ; FRANCHINI; FERRARIS, 2022).



Figura 13 – Diferenças de comportamento magnético entre o aço laminado e o material SMC: direções preferenciais do fluxo magnético e caminhos de correntes parasitas.

Fonte: Adaptado de (POŠKOVIĆ; FRANCHINI; FERRARIS, 2022).

Quando comparados às tradicionais laminações de aço silício, os materiais SMC têm uma permeabilidade menor, e isso se deve ao revestimento e às lacunas entre as partículas individuais de ferro (JACK; HULTMAN, 2003). Já em relação aos valores de indução de saturação magnética, estes podem ser semelhantes aos dos aços laminados, bem como obter menores perdas de correntes parasitas em mais altas frequências devido à resistividade elétrica conseguida através do seu revestimento isolante (SUNDAY; HANEJKOB; TAHERIA, 2017).

A permeabilidade magnética do SMC é diretamente influenciada pelo tipo de material isolante, eliminando os caminhos de corrente de partícula-a-partícula, minimizando assim as perdas por correntes parasitas. No entanto, este revestimento também reduz a permeabilidade devido à criação de espaços não magnéticos entre as partículas (entreferros) e, em certa medida (proporcional à fração de volume do revestimento), a magnetização de saturação do composto.

Para fornecer uma máxima permeabilidade magnética, a quantidade de isolamento deve ser minimizada e o conteúdo ferromagnético deve ser maximizado (BIRCAKOVA *et al.*, 2014; PÉRIGO *et al.*, 2018; WU *et al.*, 2020). Além da espessura do revestimento, a permeabilidade magnética máxima do SMC é também limitada pela presença de vazios (poros) na direção da circulação do fluxo magnético devido às cavidades das partículas de ferro. Essa porosidade do material está diretamente relacionada ao nível de pressão de compactação (CYR *et al.*, 2009).

No desenvolvimento de um novo material SMC, tenta-se aumentar a permeabilidade magnética enquanto se mantém a resistividade elétrica e a resistência mecânica suficientemente equilibradas. Assim, a análise é representativa das variações no tamanho, forma e homogeneidade do revestimento dielétrico de um material SMC típico. A Figura 14 apresenta a micrografia de amostras de SMC tirada com um microscópio eletrônico de varredura (MEV) para revelar partículas de ferro, revestimento dielétrico e poros no material.



Figura 14 – Micrografia de partículas de ferro recobertas por uma fina camada isolante. Fonte: Adaptado de (CYR *et al.*, 2009).

Em relação as propriedades magnéticas, a indução magnética do SMC é diretamente proporcional à densidade de compactação. Sendo assim, a indução de saturação do SMC de altas densidades pode atingir valores próximos aos dos aços laminados (LANDGRAF, 2002).

A melhoria do desempenho magnético de materiais compostos magnéticos macios (SMC) requer a ligação da microestrutura à lei de comportamento magnético macroscópico (HENNERON; BENABOU; CLENET, 2012). Como ilustração dos estados magnéticos para dois níveis de *H*, mapas da permeabilidade magnética efetiva são dados na Figura 15.



Figura 15 – Circulação de fluxo magnético na microestrutura do material: (a) fluxo magnético mais baixo (0,8 T) e (b) fluxo magnético elevado (1,8 T).

Fonte: Adaptado de (CYR et al., 2009).

Quanto mais violeta a cor da área, menor é a permeabilidade magnética. Assim, para um nível mais alto de *H*, várias saturações locais aparecem na Figura 15(b). Este fenômeno contribui para reduzir a permeabilidade. Nesse nível médio de indução de operação, a permeabilidade magnética do SMC não é apenas inferior à permeabilidade do ferro puro porque há um revestimento dielétrico, mas também porque as cavidades entre as partículas de ferro induzem a saturação magnética local.

## 2.5.1 Partículas de Pós Metálicos Atomizado

Os pós são obtidos por uma série de processos, que variam em função das propriedades do material, tais como sua resistência mecânica, ponto de fusão e comportamento químico. Os processos mais utilizados para a obtenção de pós metálicos são: moagem, quebra, processos químicos, termoquímicos e atomização. Nos dias atuais, o pó de ferro de alta pureza (<0,25% em peso) produzido pelo processo de atomização com jato d'água tornou-se extremamente acessível. O pó de ferro atomizado pode ser compactado em densidades verdes entre 6,8 e 7,5 g/cm3 (PRASAN K. S.; JOSEPH W. N., 2015). A Figura 16 mostra o esquema da atomização por jato d'água.

A atomização pelo processo de jato de água é uma maneira moderna e produtiva (até 50 toneladas por lote) para obter pós metálicos para a produção de peças por M/P (DANNINGER; CALDERON; GIERL-MAYER, 2017). O princípio da atomização da água é desintegrar uma corrente de fusão em queda livre, fornecida a partir de um bocal no funil, por jatos de água. O fundido desintegrado solidifica imediatamente e a superfície oxida.



Figura 16 – Arranjo principal de um atomizador por jato d'água. Onde (a) liga derretida; (b) jato; (c) spray d'água; (d) pó; (e) fonte de pressão; e (f) câmara.

Fonte: Adaptado de (DANNINGER; CALDERON; GIERL-MAYER, 2017).

Os pós finais têm uma forma irregular que fornece uma boa força para a peça verde pelo intertravamento das partículas. O processo envolve muitas variáveis: a temperatura e o superaquecimento do material fundido (relacionado à composição); a relação entre água e metal; o diâmetro do material derretido; o fluxo de metal; a geometria do bocal (quantidade de jatos de água e ângulo de incidência) e a pressão da água. A pressão normal dos jatos de água (<15 MPa) resulta em tamanhos de partículas de 30 a 400 µm.

A forma e o tamanho da partícula são as duas características mais importantes no pó metálico devido às influências que causam como densidade aparente, densidade verde, velocidade de escoamento, compressibilidade e superfície aparente. A resistência dos compactados decresce com o aumento do tamanho de partícula do pó, ao passo que a densidade verde cresce (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007).

### 2.5.2 Partículas Ferromagnéticas Revestidas

Os materiais de revestimento das partículas ferromagnéticas podem ser orgânicos ou inorgânicos, ou até mesmo a junção de ambas. A principal característica do revestimento é isolar o pó metálico para que não exista contato entre as paredes de partículas vizinhas. No entanto, a adição de um revestimento causa diluição magnética, levando a uma redução na permeabilidade magnética e na saturação magnética deste material (DYER, 2021). A Figura 17 apresenta os diferentes tipos de recobrimento isolante.



Figura 17 – Tipos de revestimentos isolantes SMC: (a) camada orgânica, (b) camada orgânica espessa, (c) camada inorgânica, (d) camada inorgânica fosfatada, (e) camada orgânica preenchida com nanopartículas e (f) multicamadas com a natureza híbrida.

Fonte: Adaptado de (POŠKOVIĆ; FRANCHINI; FERRARIS, 2022).

Por exemplo, se considerar uma camada de revestimento do tipo orgânica, um ligante polimérico à base de resinas é mais frequentemente adotado, e em geral, a resina epóxi sendo preferível (POŠKOVIĆ *et al.*, 2018). Entretanto, as resinas fenólicas apresentam excelentes propriedades isolantes e mecânicas (DIAS *et al.*, 2013; FERRARIS; POŠKOVIĆ; FRANCHINI, 2016). Além disso, a resina de silicone é uma boa solução para temperaturas de

operação até 500 °C (LUO; WU; YAN, 2018). Às vezes, o ligante polimérico é preenchido com materiais metálicos e magnéticos para melhorar as propriedades estruturais e a permeabilidade magnética (BIRČÁKOVÁ *et al.*, 2019; MENG *et al.*, 2020; ZHOU *et al.*, 2020a)

## 2.5.3 Revestimentos Orgânicos

Os revestimentos orgânicos, Figura 17(a-b), permitem o isolamento completo das partículas, infiltrando-se na estrutura do pó ferroso e distribuindo uniformemente as camadas de isolamento, criando uma matriz embutida e resultando em alta resistividade elétrica. No entanto, eles têm baixa estabilidade térmica, por exemplo, resinas epóxi quebram a 300 °C deixando poros grandes e contato metal-metal (SUNDAY; TAHERI, 2017). Esses materiais são não magnéticos, portanto, sua inclusão reduz o volume magnético total disponível, diminuindo a permeabilidade e a saturação magnética, e aumentando a coercividade do SMC. O efeito deletério das regiões não magnéticas é ainda mais dominante do que o dos contornos de grão, pois atuam como regiões internas desmagnetizantes.

Pó de ferro atomizado com tamanho médio de partícula de 140  $\mu$ m foi usado no experimento de Chen *et al.* (2020). A distribuição do tamanho das partículas do pó de ferro é ampla, variando de 10 a 250 mm. O ácido fosfórico e poliamida são usados como agentes fosfatantes e precursores para pó magnético, respectivamente. Na preparação do pó magnético, 200 g de pó de ferro foram primeiro misturados com 100 ml de acetona e dispersos por ultrassom por 3 min. Foram adicionadas separadamente uma quantidade de ácido fosfórico de acordo com a proporção em massa de 0,05 %, 0,1 %, 0,3 %, 0,5 % e 1,5 % em peso.

A morfologia do pó magnético foi examinada usando MEV, Figura 18(a-d). A identificação da fase da camada isolante foi caracterizada por difração de raios-X (XRD). U espectrômetro de fotoelétrons de raios X (XPS) com uma fonte de excitação foi usado para determinar o estado do elemento do revestimento de fosfato.



Figura 18 – Morfologia do revestimento do pó de Fe com diferentes teores de Ácido Fosfórico. (a) proporção em massa de 0,05 %, (b) 0,1 %, (c) 0,3 % e (d) 0,5 %.

Fonte: Adaptado de (CHEN et al., 2020).

# 2.5.4 Revestimentos Inorgânicos

Os revestimentos inorgânicos, Figura 17(c-e), podem ser subdivididos em diferentes categorias, incluindo fosfatos, óxidos e ferritas moles. Assim, no caso das camadas isolantes inorgânicas diferentes soluções são propostas e adotadas à base de sílica, partículas de silício, partículas de ferrita, pó amorfo e óxidos metálicos (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MnO, TiO<sub>2</sub> entre outros) (PENG *et al.*, 2017; SUNDAY; HANEJKOB; TAHERIA, 2017; ZHOU *et al.*, 2019a). Algumas dessas soluções apresentaram resultados promissores, porém ainda estão em desenvolvimento, principalmente no caso dos revestimentos a base de vidro líquido, em que se necessita melhorar seu desempenho mecânico.

Outro fator relevante está no fato de que os revestimentos inorgânicos permitem temperaturas de sinterização mais elevadas do que os revestimentos orgânicos, antes da sua degradação. Os fosfatos, por exemplo, são um dos materiais de revestimento mais utilizados para isolamento em materiais SMC (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007; XIE; LIN; LIN, 2014). Os recobrimentos de fosfato são normalmente produzidos por um processo de conversão, onde a superfície do pó do núcleo é convertida em um revestimento por um processo químico ou eletroquímico.

Os tratamentos de fosfatização fornecem um revestimento de cristais de metal-fosfato insolúveis que aderem fortemente ao metal base, além de possuírem boa estabilidade térmica. Por exemplo, os revestimentos de fosfato de ferro resistem até 500 °C, acima do qual ele tende a se degradar em fosfeto de ferro e óxidos de ferro devido à difusão mútua de ferro, fosfato e oxigênio (HUANG *et al.*, 2015b; TAGHVAEI *et al.*, 2009). O fosfato de manganês tem uma temperatura de fusão mais alta de 600 °C, permitindo temperaturas de sinterização levemente maiores comparadas com os revestimentos de fosfato tradicionais (LEE; CHOI; KIM, 2017).

As propriedades magnéticas detectadas nas amostras SMC-Epóxi e SMC-Fenólica, particularmente quando se usa Epóxi como aglutinante, são de interesse significativo (POŠKOVIĆ *et al.*, 2018), já que atingem valores magnéticos compatíveis com o Somaloy<sup>®</sup>. Outra consideração importante diz respeito ao processo de produção, que é simples para ambas as resinas, e em particular, os valores de baixa temperatura solicitados no processo de sinterização permitem prever um baixo custo de produção, ainda mantendo características mecânicas compatíveis com a dos SMCs comerciais.

## 2.5.5 Revestimentos Híbridos

Por fim, os revestimentos híbridos, Figura 17(f), têm o potencial de combinar propriedades favoráveis de materiais de revestimento orgânicos e inorgânicos, ganhando assim cada vez mais destaque em pesquisas desta área. Como no trabalho de Evangelista *et al.* (2020), em que se desenvolveu um revestimento híbrido de óxido de zinco e óxido de bário, onde a combinação dos dois materiais teve um efeito sinérgico, resultando em propriedades superiores às de materiais de revestimento quando usados isoladamente.

No trabalho de Pan *et al.* (2020) novos compósitos magnéticos macios à base de Fe com camadas híbridas de fosfato-alumina foram preparados por métodos sol-gel e moinho de bolas. Foram estudados os efeitos dos métodos de fabricação e da adição de partículas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sobre a microestrutura e o desempenho magnético suave de SMCs. A formação da camada híbrida fosfato-alumina, Figura 19 (a), não só leva à diminuição da perda total do núcleo, mas também resulta na redução da permeabilidade e magnetização da saturação, Figura 19(b). Assim, as camadas isolantes híbridas melhoraram efetivamente a estabilidade de frequência da permeabilidade e reduziram a perda total do núcleo nos SMCs.



Figura 19 – Imagem (a) MEV das partículas isoladas com recobrimento hibrido a base de fosfato-alumina e (b) laços de histerese para diferentes espessuras da camada.
Fonte: Adaptado de (PAN *et al.*, 2020).

No trabalho de Meng *et al.* (2019) é apresentada uma estratégia de revestimento para produção de compostos magnéticos baseados em metal de alto desempenho (Figura 20), exibindo altas induções magnéticas e menor perda de núcleo. Partículas de FeCo de alta pureza foram dispersas em resina de silicone para formar um filme isolante magnético, que foi então revestido uniformemente na superfície da partícula de pós de Fe com tamanho de partícula de 170 µm para formar um novo tipo SMC. Essas camadas magnéticas isoladas podem manter uma magnetização saturada muito alta e uma baixa perda de núcleo.



Figura 20 – Esquemático para a preparação de revestimento de SMCs à base de Fe com camada isolante contendo resina.

Fonte: Adaptado de (MENG et al., 2019).

Já Sun *et al.* (2019) apresenta SMCs à base de ferro revestidos com uma camada amorfa de SiO<sub>2</sub>, que foram produzidos utilizando tetraetoxisilano no método de microemulsão reversa e, em seguida, os efeitos da quantidade de adição de SiO<sub>2</sub> e da temperatura de recozimento nas propriedades magnéticas foram investigados. Os resultados mostram que a superfície dos pós de Fe contém uma fina camada de isolamento amorfo de SiO<sub>2</sub>, Figura 21(a-c), que efetivamente diminui a perda magnética de materiais magnéticos sintetizados. Além disso, o processo de recozimento aumentou a indução magnética, bem como a permeabilidade inicial e a máxima.



Figura 21 – Imagem Microscópica dos (a) pós de ferro originais; (b) fotografia em corte transversal de pós de ferro isolados, (c) a amostra revestida com 1,25% em peso de SiO<sub>2</sub>. Fonte: Adaptados de (SUN *et al.*, 2019).

Os resultados mostraram que as propriedades magnéticas macias resultantes dependem não apenas da quantidade de fase eletro-isolante, mas também da forma das partículas de ferro, do tipo de polímero e do método de preparação aplicado. Infelizmente, a alta permeabilidade está conectada com altas perdas de núcleo e amostras opostas com baixas perdas de núcleo exibem baixos valores de permeabilidade.

### 2.6 O Processo de Fosfatização

A fosfatização é usada na indústria metalúrgica para tratar substratos como ferro, aço, aço galvanizado, alumínio, cobre e magnésio, e suas ligas. É um tratamento de conversão de metal bem conhecido, especialmente na indústria automotiva. Normalmente usados para fornecer ao material uma fina camada de um revestimento de fosfato que confere à superfície propriedades anticorrosão e de resistência ao desgaste. Outras aplicações incluem fornecer resistência à corrosão temporária para metais não pintados, resistência elétrica entre outros.

No caso dos SMCs, uma camada de fosfatização pode ser formada na superfície do pó atomizado no processo de fosfatização para aumentar a resistividade elétrica e assim reduzir as perdas por correntes parasitas (LONG *et al.*, 2022), no caso de núcleos magnéticas produzidos pelo processo de metalurgia do pó.

#### 2.6.1 Conceitos Básicos sobre Fosfatização

Revestimentos de conversão de fosfatos são compostos de fosfatos terciários de metais (Me) insolúveis, Me<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.xH<sub>2</sub>O. Nesta fórmula, Me representa cátions metálicos divalentes de um ou mais elementos metálicos. A camada de fosfato, ou revestimento, é formada sobre o substrato pela exposição do metal a um banho fosfatizante (GUERREIRO, 2009). A principal distinção pode ser feita entre camadas de fosfato cristalinas, como da Figura 22(a), e camadas de fosfato amorfas, mostrada na Figura 22(b).



Figura 22 – Imagens MEV comparando camada de fosfato (a) cristalina e (b) amorfa. Fonte: Adaptado de (OGLE; WOLPERS, 2003)

As camadas amorfas são comumente usadas para proteção à corrosão temporária, com faixa de peso depositada de 0,1 a 4,0 g/m<sup>2</sup>. Essas camadas são formadas por fosfatização alcalina ou por fosfatização sem enxágue. A fosfatização sem enxágue é utilizada

principalmente na indústria para revestimento de bobinas e significa que a solução de fosfatização é aplicada diretamente as chapas de aço e seca sem enxágue. Camadas de fosfato amorfas são formadas usando soluções à base de zinco e ferro.

Já as camadas de fosfato cristalinas são mais facilmente classificadas por sua aplicação pretendida (GUERREIRO, 2009). Para aplicações sob pintura, camadas de fosfato a base de zinco, formadas por processos com baixo teor de zinco, ou zinco padrão, são usadas com massa de revestimento depositada na faixa de 1 a 7 g/m<sup>2</sup>.

A hopeíta e fosfofilita são os compostos mais comumente observados. Atualmente, o estado da arte da maioria dos revestimentos de conversão (pré-tratamento para pintura) consiste de  $Zn^{2+}$  em combinação com um ou mais revestimentos de  $Mn^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  e Fe<sup>2</sup> (OGLE; WOLPERS, 2003).

# 2.6.2 As Reações Envolvidas no Processo

Quando um material metálico, por exemplo o ferro, é imerso em uma solução de fosfato, os íons de ferro são fornecidos pelo substrato por meio de dissolução e uma reação química ocorre na superfície. Então uma dissolução (corrosão) do ferro é iniciada nos micro-ânodos presentes no substrato pelo ácido fosfórico livre presente no banho (KOPELIOVICH, 2013; OGLE; WOLPERS, 2003). A evolução do hidrogênio ocorre nos sítios micro-catódicos de acordo com as seguintes equações:

$$M + nH^+ \rightarrow M^{n+} + n/2 H_2O$$
 Eq. 17

Podendo-se admitir:

- Reação anódica:  $M \rightarrow M^{n+} + ne$
- Reação catódica:  $nH^+ + ne \rightarrow n / 2H_2$

Exemplificando para o caso do ácido fosfórico, ter-se-á:

$$M + 2H_3PO_4 \rightarrow M(H_2PO_4)_2 + H_2$$
 Eq. 18

Em que o ácido fosfórico atua apenas como agente corrosivo, formando o fosfato primário do metal (solúvel). Além disso, ocorre a formação de fosfatos secundários e terciários (insolúveis), que podem depositar-se sobre a superfície metálica. Têm-se então os equilíbrios:

$$M(H_2PO_4)_2 \leftrightarrow MHPO_4$$
 Eq. 19

$$3MHPO_4 \leftrightarrow M_3(PO_4)_2 + H_3PO_4 \qquad \qquad Eq. 20$$

Partindo-se de uma solução contendo um fosfato primário metálico e ácido fosfórico livre, a seguinte reação química ocorrerá:

 $3M(H_2PO_4)_2 + xH_3PO_4 + (4+x)Fe \rightarrow M_3(PO_4)_2^{jmn} + (4+x)FePO_4 + 3/2 (4+x)H_2$  Eq. 21 Onde M = Zn, Ca, Mn, Fe, etc.

Por exemplo, para o caso Fe como metal-base, tem-se:

$$Fe + 2H_3PO_4 \rightarrow Fe^{2+} + 2H_3PO_4 + H_2$$
 Eq. 22

$$Fe(H_2PO_4)_2 \leftrightarrow FeHPO_4 + H_3PO_4$$
 Eq. 23

$$3Fe(H_2PO_4)_2 \leftrightarrow H_3PO_4 + 4H_3PO_4$$
 Eq. 24

$$2\text{FeHPO}_4 \leftrightarrow \text{Fe}(\text{PO}_4)_2 + \text{H}_3\text{PO}_4$$
 Eq. 25

A natureza química do recobrimento fosfatizante será função do valor do pH na interface banho/metal: quando o metal base reage com íons H<sup>+</sup> presentes no banho, haverá um consumo daqueles íons (acidez livre), com uma subsequente elevação do pH na interface; haverá assim a chance de formar inicialmente Fe(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>, que é solúvel, para então um em pH próximo a 4, formar-se FeHPO<sub>4</sub>, que é insolúvel, e deposita-se sob a forma de cristais (OGLE; WOLPERS, 2003). Um esquema simplificado do processo de fosfatização é mostrado na Figura 23:



Figura 23 – Ilustração do processo químico de fosfatização da superfície do Ferro. Fonte: Adaptado de (NIKAS, 2013).

Os íons existentes são ânions de hidrogênio e o revestimento resultante é fosfato de ferro, conforme indicado pelas reações químicas. O tratamento é realizado agitando-se o pó de ferro continuamente no banho de solução, a fim de expor cada partícula.

Durante o processo, uma pequena quantidade de metal é removida da superfície e então depositada de forma irregular. No entanto, esta gravação também tem o efeito colateral de remover permanentemente parte do metal, uma vez que nem todo ele é depositado novamente. Os principais parâmetros que devem ser controlados para obter um revestimento de fosfato de qualidade são concentração, temperatura, pH e tempo de permanência. Esses parâmetros também afetam a espessura do revestimento que, por sua vez, afeta o grau de cristalinidade do revestimento. Revestimentos mais finos mostram uma estrutura amorfa, enquanto os mais espessos tendem a dar mais estrutura cristalina.

## 2.6.3 O Uso de Fosfatantes em SMCs

A fosfatização é um método bem estabelecido e eficaz na produção de finas camadas isolantes. Geralmente, as camadas de fosfato reduzem as perdas por correntes parasitas, aumentam a resistividade e resistem a faixas de temperatura de até 500 - 600 °C (POŠKOVIĆ *et al.*, 2021). A versatilidade da utilização dos fosfatos permite que operem em diferentes condições. No entanto, a estabilidade térmica limitada deste fosfato, especialmente em temperaturas próximas aos 600 °C, é de certa forma conhecida (HUANG *et al.*, 2015a).

O método de banho químico é o principal processo de revestimento de fosfato baseado em ácido fosfórico H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (LEE; CHOI; KIM, 2017; XIA *et al.*, 2019), bem como o método de aplicação por *spray*. Em alguns casos, a adição de outros elementos pode melhorar as propriedades específicas do material.

Na prática, a cobertura da superfície dos pós de ferro pelo revestimento de fosfato de ferro consiste essencialmente em fósforo, ferro e oxigênio, assumindo-se assim que um fosfato de ferro é formado. Pode-se então concluir que o processo de fosfatização dá origem a uma grande cobertura da superfície dos pós (TAGHVAEI *et al.*, 2009). Entretanto, a alta concentração de fosfato dá origem ao acúmulo de tensão na interface e, assim, a camada de revestimento torna-se mais suscetível a reabsorção e danos. E para baixa concentração, o revestimento de fosfato é muito fino para ser consolidado e compactado (PAN *et al.*, 2020; WANG *et al.*, 2021).

## 2.6.4 Estratégias de Fosfatização em SMCs

A formação de fosfato em ácido fosfórico é o método mais comum devido à sua adesão ao pó magnético e também pela sua compatibilidade industrial (CHEN *et al.*, 2019). Por exemplo, o solvente na solução de passivação é um solvente orgânico, como acetona e etanol. No entanto, como solventes de baixo ponto de ebulição (ponto de ebulição da acetona é 65 °C e do álcool é 78 °C), eles são facilmente volatilizados durante a reação de passivação, afetando assim o tempo de reação. Todavia, sabe-se que a aglomeração do pó será mais evidente devido à superposição térmica de passivação e corrosão, problema comum na produção em função do material em pó. Assim, tem-se os seguintes procedimentos:

- Processo de Passivação: Primeiramente, foram preparadas soluções aquosas de ácido fosfórico com teor de 0,4 % em peso. Em seguida, 50 g de FeSiAl em pó foram colocados em 200 g de solução de passivação sob ultrassom por 5, 10 e 20 min.
- A preparação do núcleo magnético: O pó de passivação FeSiAl foi agitado por hastes de vidro sob ultrassom e seco em fornos. Depois de adicionar 2,5 % em peso de aglutinante sólido, as amostras foram prensadas a uma pressão de 2.000 MPa obtendo um corpo em anel (27 mm x 14,6 mm x5 mm). Posteriormente, as amostras foram colocadas em um forno tubular para sinterização a 400 °C sob a proteção de N<sub>2</sub> por 1 h.

Inicialmente a camada floculante caiu gradualmente e ocorreu nova reação com  $H_3PO_4$ e se torna mais densa devido à formação de fosfatos como  $Al(PO_3)_3$ , FePO<sub>4</sub> e Fe<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>. Quando o tempo de reação é superior a 20 min, a reação de corrosão foi suprimida e a espessura da camada de barreira permanece estável. Pode-se confirmar que o  $Al_3$  e PO<sub>3</sub> dominam a reação. Como a concentração de  $H_3PO_4$  é relativamente baixa e a espessura da camada precipitada sofre crescimento competitivo e dissolução, a camada isolante se torna muito fina (Figura 24).



Figura 24 – Esquema da evolução da camada de revestimento para os pós FeSiAl. Fonte: Adaptado de (CHEN *et al.*, 2019).

No estudo de Xia *et al.* (2019) foi realizado o processo de fosfatização em pós de FeSiCr amorfos que foram preparados usando dois métodos de fosfatização para formar SMCs. Os efeitos do tratamento de fosfatação na morfologia e composição das camadas de fosfato de partículas de FeSiCr amórficas e os mecanismos do processo de fosfatação foram investigados.

Os pós bases FeSiCr fosfatados foram revestidos com resina de silicone. Dois métodos diferentes de fosfatação foram utilizados para fosfatizar pós de FeSiCr (XIA *et al.*, 2019):

- Processo (a): 50 g de pós de FeSiCr foram adicionados à acetona com 35 % em peso. Depois foi adicionado Ácido Fosfórico com 6 % em peso dos pós e, em seguida, agitado mecanicamente por 30 min em temperatura ambiente. O excesso de acetona foi drenado dos pós e depois foram lavados com álcool e secos a 60 °C durante 3 horas.
- Processo (b): a solução de fosfato de zinco (10 g) foi adicionada em 200 ml de água deionizada e aquecida a 45 °C num banho de água. Em seguida, pós amorfos foram adicionados à solução e agitados mecanicamente por 30 min. O excesso de solução foi drenado, depois lavado três vezes com água deionizada e seco a 110 °C durante 3 horas.

Por fim, em Long *et al.* (2022), SMCs com camada isolante de duplo revestimento foram estudadas, Figura 25(a-c), e os melhores parâmetros de processo foram determinados através do processo de fosfatização e do revestimento de isolamento de poli-imida (PI), para reduzir a perda do núcleo, incluindo perda por histerese e perda por corrente parasita. O processo de preparação de FeSiCr com primeira camada de fosfato e revestimento duplo de camada PI é dividido em três etapas: fosfatização, revestimento e recozimento. Primeiro, os pós de FeSiCr foram pré-tratados com fosfato, conforme mostra a Figura 25(b), sendo este procedimento de fosfatização realizado em 50 mL de acetona, agitação mecânica por 1 hora seguida de secagem.



Figura 25 – O efeito do processo de fosfatização e revestimento híbrido na superfície da partícula. (a) partícula de ferro, (b) recobrimento de fosfato (c) dupla camada.

Fonte: Adaptado de (LONG et al., 2022).

Em segundo lugar, prepara-se o revestimento PI para que em seguida os pós possam ser misturados uniformemente com várias dosagens, Figura 25(c), desde 0,7 % até 1,0 % em peso (o PI não pode ser dissolvido na solução de água ou álcool) e seco ao ar a 80 °C por 12 h.

Posteriormente, o pó revestido é uniformemente misturado com lubrificante de estearato de zinco (0,6 % em peso). Finalmente, os pós são prensados em núcleos sob tensão axial aplicada de 600 MPa e tratados termicamente em diferentes temperaturas de 300 °C a 500 °C. Assim, SMCs revestidos com camada híbrida (fosfato mais PI orgânico) podem reduzir significativamente a perda do núcleo, sendo que a adição de PI pode aumentar a lubricidade do pó na etapa de prensagem de peças, fazendo com que o compacto prensado tenha alta densidade e reduza a existência de poros, o que é propício para reduzir a perda do núcleo.

### 2.7 Os Pós Magnéticos Comerciais

As ligas comerciais de SMC são comumente produzidas a partir de ferro de alta pureza e várias ligas ferrosas, como Fe-2Ni, Fe-3Si, Fe-0,45P, Fe-0,6P e 50Ni-50Fe (PRASAN K. S.; JOSEPH W. N., 2015), com tamanho médio na ordem de 180 µm, recobertas por uma camada de fosfato com espessura de poucos nanômetros que atua como isolante elétrico entre as partículas metálicas, promovendo um baixo nível de perdas por Foucault (HOGANAS, 2020).

Em geral, os diferentes produtos para aplicações magnéticas já incluem misturas em pó prontas para prensar. As técnicas de metalurgia do pó são eficazes na fabricação de componentes magneticamente macios para uso em aplicações nas quais peças magnéticas complicadas exigiriam diferentes e complexos processos de usinagem. Em algumas aplicações, a fabricação por M/P elimina a maioria das operações de usinagem ou retrabalho economizando assim uma quantidade substancial dos custos totais em comparação com a fabricação convencional (PRASAN K. S.; JOSEPH W. N., 2015).

Por exemplo, o projeto de segmentos (núcleos magnéticos) para motores elétricos é uma das aplicações interessantes para o SMC. Assim ao se utilizar o SMC em determinadas partes do motor (rotor ou estator), deve-se ressaltar as possibilidades geométricas únicas destes materiais para se obter as propriedades magnéticas desejadas, moldando o SMC em todas as três dimensões (o que se torna trabalhoso no caso de se utilizar chapas laminadas). Como exemplo da Figura 26, uma comparação é feita entre um estator produzido em SMC por metalurgia do pó e outro em ferro laminado de 0,5 mm produzido pelo método convencional.



Figura 26 – Segmentos (núcleos) ferromagnéticos: (a) segmento SMC produzido por M/P e (b) segmento laminado produzido pelo método convencional.

Fonte: Adaptado de (SUMITOMO, 2022).

O processamento para fabricação de componentes à base de Somaloy<sup>®</sup> pode ser visto na Figura 27. A sinterização, que pode ser realizado sob atmosfera inerte ou oxidante, subsequente à compactação, tem como objetivo garantir a resistência mecânica do material através da formação de uma rede de óxidos de ferro entre as partículas compactadas, além de diminuir as tensões causadas pelo processo compactação (GIMÉNEZ *et al.*, 2006).

Estes materiais são utilizados como um material de referência a fim de nortear as propriedades a serem alcançadas como material magnético macio. No entanto, a aplicação de temperaturas de sinterização mais elevadas são alguns dos parâmetros a serem otimizados no processo de pesquisa dos novos compósitos magnéticos.



Figura 27 – Exemplo ilustrativo do fluxo de produção de componentes magnéticos contendo como base os pós Somaloy<sup>®</sup>.

Fonte: Adaptado de (MAGNETWORLD, 2021).

## 2.7.1 Propriedades de Interesse em SMC

As propriedades físicas de interesse para uso de um determinado material compósito magnético macio destinado a núcleos de máquinas elétricas ou motores elétricos estão relacionadas a seguir:

- Propriedades magnéticas:
  - Permeabilidade e indução de saturação;
  - perdas magnéticas e coercitividade.
- Resistividade elétrica;
- Propriedades mecânicas.

Os materiais Somaloy<sup>®</sup> têm um entreferro distribuído, tendo assim uma menor permeabilidade em comparação com as laminações, porém perdas estáveis em maiores frequências de operação, como mostra a Figura 28(b). Além do mais, importância da permeabilidade depende da aplicação, fornecendo desta forma maior flexibilidade na utilização destes materiais.



Figura 28 – Comparação entre (a) núcleos laminados e (b) SMC para laços de histerese CC e para frequências de excitação AC de 300 Hz.

Fonte: Adaptado de (MAGNETWORLD, 2021).

A Figura 29(a) mostra as curvas de magnetização das chapas laminadas *versus* Somaloy<sup>®</sup>. Comparando os dados da amostra SMC com os dados das chapas laminadas, esta possui uma indução magnética *B* relativamente menor para campos magnéticos *H* baixos (até 20 kA/m, por exemplo). Porém, para campos magnéticos acima dos 50 kA/m, os SMCs apresentam um ponto *B* de saturação superior aos aços laminados.



Figura 29 – Gráficos das curvas de magnetização (a) e das perdas (b) para o Somaloy<sup>®</sup> 3P e para as chapas laminadas (0,35 mm e 0,65 mm).

Fonte: Adaptado de (HOGANAS, 2020; MAGNETWORLD, 2021).

A Figura 29(b) ilustra as perdas dos materiais em relação ao aumento da frequência. Pode-se perceber que o Somaloy<sup>®</sup> possui um aumento linear das perdas, enquanto que as chapas laminadas possuem um aumento quadrático das perdas em função do aumento da frequência (menores perdas em baixas frequências). No gráfico, pode-se perceber que as perdas das chapas laminadas de 0,65 mm de espessura ultrapassam as perdas do Somaloy<sup>®</sup> em aproximadamente 300 Hz, e as chapas laminadas de 0,35 mm em 1700 Hz, aproximadamente).

# 2.7.2 Grupo de Produtos Somaloy®

Uma gama de perfis de propriedades mecânicas e magnéticas podem ser obtidas dependendo de como os parâmetros do processo são selecionados. O tipo do recobrimento do pó utilizado, faixa de temperatura, ambiente controlado do forno, entre outros fatore influenciam no comportamento final do produto desenvolvido.

Assim, cada produto Somaloy<sup>®</sup> possui propriedades que podem ser cuidadosamente adaptadas para garantir um ótimo desempenho em seu componente, para uma ampla faixa de aplicações. Entretanto, a seleção correta dos materiais que atendam às necessidades específicas em um processo de desenvolvimento de produto deve ser observada. Por exemplo, para o desenvolvimento de núcleos de motores em SMC, de pode-se optar por três grupos básicos, Figura 30, com diferentes níveis de desempenho (P).



Figura 30 – Relação entre a resistência mecânica vs perdas magnéticas nos SMCs Somaloy<sup>®</sup>: 1P – Linha de base, para dispositivos genéricos; 3P – Resistência mecânica e maior permeabilidade; e 5P – Menores perdas e menor resistência.

Fonte: Adaptado de (HÖGANÄS AB, 2018).

Dentre estes grupos, destaca-se o pó Somaloy<sup>®</sup> 700 3P, por apresentar elevada indução magnética, e ao mesmo tempo uma elevada resistividade elétrica, o que é benéfico para a diminuição das perdas por corrente parasita. Seu processamento se dá pela compactação e posterior tratamento térmico de oxidação parcial, onde uma camada de óxido é formada e sua resistência mecânica é elevada. Ao mesmo tempo, um tempo de tratamento muito longo pode elevar as perdas de energia durante a operação do componente (DAROS M T, 2016).

# 2.7.3 Sinterização dos Pós Somaloy®

Uma gama de perfis de propriedades diferentes pode ser obtida dependendo de como os parâmetros do processo são selecionados. Uma temperatura de forno mais elevada significa, por exemplo, que o alívio de tensão será melhorado enquanto a resistividade será influenciada negativamente. Para a linha Somaloy<sup>®</sup>, deve-se seguir a curva de sinterização característica de cada grupo como mostra a Figura 31.





Fonte: Adaptado de (HOGANAS, 2018a, 2018b, 2018c)

Por meio da seleção e ajuste adequados dos parâmetros de processamento, o perfil de propriedade dos materiais pode ser ajustado para se adequar às demandas da aplicação. No entanto, é importante verificar que a escolha dos parâmetros de sinterização também depende do tamanho, densidade e forma dos componentes compactados.

Em resumo, cada um dos pós fornecidos pela Höganäs AB possui determinadas características e propriedades relacionadas à formação da camada isolante, o que reflete no tipo de curva de sinterização necessária. Por exemplo, Somaloy<sup>®</sup> 1P já possui em sua partícula um revestimento isolante, o Somaloy<sup>®</sup> 3P necessita de vapor a seco para que ocorra a ferro-oxidação da partícula ocasionando seu isolamento, e o Somaloy<sup>®</sup> 5P possui um recobrimento hibrido (orgânico e orgânico-metálico) que resulta nas suas propriedades finais.

### 2.8 Processo de Fabricação por Metalurgia do Pó (M/P)

Diferente de outros processos metalúrgicos, a metalurgia do pó não apresenta fase líquida ou apresenta somente presença parcial desta durante o processo. É uma técnica de fabricação que permite que se produzam peças em formatos definitivos ou praticamente definitivos, muitas vezes sem necessidade posterior de outros tipos de acabamento, como usinagem por exemplo.

A M/P também tem a vantagem de processar materiais que são difíceis de fabricar como formas de metal forjado. Por exemplo, as ligas de ferro-fósforo (Fe-P) não podem ser feitas em forma forjada devido à "falta de calor", mas são processadas de forma eficaz por métodos de M/P para uso em aplicações magnéticas suaves (PRASAN K. S.; JOSEPH W. N., 2015).

Diferenciando-se de processos metalúrgicos convencionais por utilizar-se de pós metálicos e não metálicos como matérias-primas. Neste processo, geralmente se produz peças com formas definitivas, dentro de determinadas tolerâncias, tornando desnecessário realizar usinagem posterior ou outro tipo de acabamento (CHIAVERINI, 2001).

O número reduzido de operações na produção da peça acabada e o aproveitamento quase total da matéria-prima (menos rejeitos) e baixo consumo de energia, são fatores econômicos e ambientais que contribuem para que a M/P venha sendo utilizada em larga escala (SCHAEFFER, 2016).

## 2.8.1 Mistura de Pós Metálicos para Composição da Camada

A composição química desejada para uma peça final é facilmente controlada na M/P. Basicamente, pós de diferentes metais podem ser misturados nas proporções especificadas, podendo-se partir diretamente de pós pré-ligados, ou outros elementos químicos (aglutinantes, resinas, entre outros), para se chegar à composição química desejada.

Em sistemas de produção de materiais compósitos, a etapa de mistura tem função de promover uma distribuição uniforme dos diferentes elementos da mistura, juntamente com o aglutinante (ou lubrificante). O lubrificante é utilizado para reduzir o atrito entre as partículas de pó e a parede da matriz, bem como entre as próprias partículas. O lubrificante serve também para reduzir a força de extração da peça após a compactação, evitando danos ao compactado, sendo removido dos compactados durante a etapa de aquecimento por volatilização, ou em uma operação isolada. Quando a mistura é eficiente, não ocorre a formação de aglomerados de partículas de um mesmo tamanho ou de um só tipo de metal (quando na formação de uma liga). A Figura 32(a-d) mostra as formas geométricas comuns de equipamentos para mistura de pós.



Figura 32 – Alguns modelos: (a) cilíndrico; (b) cúbico; (c) cone duplo; e (d) dupla concha. Fonte: Adaptado de (CHIAVERINI, 1992).

# 2.8.2 Compactação de Componentes Magnéticos

Na M/P, os pós depois de serem misturados, são compactados em matrizes onde adquirem a forma da cavidade da matriz. Durante a produção dos componentes magnéticos, estes são normalmente fabricados por compactação convencional, ou ainda técnicas como compactação a quente, multi-passo e recozimento magnético, seguido por uma sinterização adequada aos limites suportados pela camada isolante (SHOKROLLAHI; JANGHORBAN, 2007). Em sistemas particulados de misturas em pó, não existe difusão de gases e líquidos, portanto, a segregação de partículas é um fenômeno a ser considerado, principalmente pelo formato dessas partículas segregadas e de seus tamanhos (DANNINGER; CALDERON; GIERL-MAYER, 2017).

No processo de compactação, usualmente, são aplicadas pressões na faixa de 400 MPa a 800 MPa. A resistência a verde do compactado resulta principalmente do entrelaçamento mecânico das irregularidades das partículas. Isto é provido por deformação plástica durante a conformação superficial, conforme Figura 33.



Figura 33 – Esquema do processo de compactação demostrando as reações das partículas. Fonte: Adaptado de (DYER, 2021).

Entre os parâmetros de controle do processo, a densidade a verde é a densidade da peça compactada antes da sinterização. A densidade é função da pressão, composição da mistura, distribuição, tamanho e forma das partículas e uso ou não de lubrificante. O método mais utilizado é a compactação utilizando uma matriz, representado pela técnica de compactação de duplo efeito (Figura 34). Consiste em pressionar as peças utilizando uma prensa com forças de duas direções, produzindo peças com densidade uniforme.



Figura 34 – Sequência de compactação uniaxial de duplo efeito. (1 e 2) preenchimento da cavidade, (3 e 4) compactação e (5 e 6) extração e remoção do compactado verde. Fonte: Adaptado de (CHIAVERINI, 1992).

A compactação convencional é sempre executada em prensas mecânicas ou hidráulicas. Uma quantidade predeterminada é colocada numa cavidade formada pela matriz e machos (etapa 1 e 2), e é então compactada por uma série de deslocamentos dos punções superior e inferior (etapa 3 e 4), a temperatura ambiente. A extração da peça verde ocorre pelo movimento do punção inferior (etapa 5), e por fim em (etapa 6) a peça e removida ao mesmo tempo em que a cavidade é novamente preenchida com pó.

## 2.9 Máquinas de Fluxo Magnético Axial

As máquinas de fluxo magnético axial de ímãs permanentes (*Axial Flux Permanent Magnet* - AFPM) têm como característica apresentarem altas densidades de potência por unidade de volume ativo e por unidade de peso ativo. Isso as tornam ideais para aplicações na indústria aeroespacial, aviação, marítima e em veículos elétricos que necessitam potências elevadas com volume reduzido (KRISHNAN, 2017).

Em máquinas em que o fluxo magnético é axial, os condutores estão em posições radiais, que permite uma melhor utilização de espaço. Devido ao aspecto construtivo, o comprimento axial é curto e isso favorece por exemplo o emprego de acionamento direto (HEMEIDA *et al.*, 2016). A Figura 35 exibe máquinas denominadas NS Torus-S e NN Torus-S.



Figura 35 – Máquinas AFPM Torus-S (a) duplo rotor, único estator e arranjo de ímãs NS; (b) duplo rotor, único estator e arranjo de ímãs NN; (c) único rotor e duplo estator. Fonte: Adaptado de (HEMEIDA *et al.*, 2016).

Conforme Woolmer e McCulloch (2007), a máquina NS Torus-S possui um estator com comprimento axial curto, pois o fluxo magnético não circula pelo estator (*yokeless*), uma vez que ele apenas atravessa o mesmo, como ilustra a Figura 35(a). Entretanto, nesta configuração os enrolamentos são dispostos ao longo de ranhuras na direção radial. Como consequência, possui um fator de preenchimento baixo e cabeceiras de bobinas longas. Isso aumenta o diâmetro externo da máquina, resultando de potência reduzida e aumento de perdas.

Já a NN Torus-S requer um estator com comprimento axial grande, pois o fluxo magnético circula no estator, como ilustra a Figura 35(b), o que eleva as perdas e reduz a densidade de potência. Contudo, nesta máquina, os enrolamentos envolvem axialmente o estator e podem ser utilizados fios de seção quadrada, elevando o fator de preenchimento. As duas máquinas têm desempenho semelhante, embora o NS Torus-S tenha uma densidade de potência superior.

# 2.9.1 Topologia YASA

A topologia YASA (*Yokeless And Segmented Armature*) é um tipo recente de motor de fluxo axial que apresenta melhoras na densidade de conjugado (15), sendo concebida para combinar as características positivas da máquina NN-Torus-S e NS-Torus-S. O motor YASA é uma variação da topologia de um estator central e dois rotores (AFIS – *Axial Flux Internal Stator*), no qual o estator, composto por uma série de segmentos magneticamente separados (diferente da Torus, que não tem estator segmentado), é posicionado entre dois discos do rotor que possuem os ímãs permanentes (WOOLMER; MCCULLOCH, 2007). O motor YASA é esquematicamente representado na Figura 36.



Figura 36 – Imagem da de máquina YASA: (a) em três dimensões e (b) modo planificado. Fonte: Adaptado de (WANG *et al.*, 2017).

A Figura 36(a) apresenta uma configuração de rotor duplo e estator único, onde os estatores com bobinas enroladas nas barras do estator são colocados no meio do motor com a construção de armadura sem laço e segmentada, que são envolvidos por um alojamento anular do estator que se estende entre o entreferro. Os rotores com ímãs permanentes são colocados simetricamente em dois lados do estator, e os polos dos ímãs permanentes são dispostos alternadamente com o polo Norte N e o polo Sul S e montados na superfície do rotor, fazendo com que o fluxo magnético flua ao longo da direção axial. Já a Figura 36(b) é ilustra o caminho fechado do fluxo magnético. Depois de passar pelo entreferro e pelo núcleo do estator ao longo da direção axial, o fluxo magnético principal que parte do polo N de um rotor atinge o polo S do outro rotor. Em seguida, o fluxo atinge o polo N e passa pelo entreferro e pelo núcleo do estator ao longo da direção axial oposta. Finalmente, dentro de um processo exatamente oposto, o caminho magnético principal retorna ao polo N do lado de partida (WANG *et al.*, 2017).

# 2.9.2 Aplicação dos SMCs

Os materiais genericamente utilizados na construção dos segmentos da armadura são os o aço laminado (geralmente de FeSi), e o SMC. Como já apresentado, a principal desvantagem de se utilizar o aço laminado nos segmentos da armadura está na dificuldade de se processar chapas com formatos complexos, distribuí-las ao longo da direção circunferencial e empilhálas na direção radial. Assim, segmentos da armadura feitos com o SMC facilitam essa construção, pois são produzidos já no formato da peça utilizando a M/P.

Ao se utilizar o SMC na construção dos segmentos da armadura, Figura 37, têm-se as seguintes vantagens: não possuírem uma direção preferencial para o fluxo magnético; a possibilidade de caminhos tridimensionais complexos para o fluxo magnético nos segmentos; permite a extensão do entreferro na direção radial englobando as cabeceiras dos enrolamentos, fato que aumenta a produção de conjugado eletromagnético através do aumento do raio externo no entreferro para uma dimensão externa invariante (TORKAMAN; GHAHERI; KEYHANI, 2019). Como desvantagem, ele possui uma permeabilidade mais baixa comparada com alguns aços laminados e um custo de produção ainda elevado (WANG *et al.*, 2017).



Figura 37 – Segmento da armadura em SMC: (a) invólucro plástico e bobina; (b) forma geométrica dos segmentos SMC; e (c) segmentos SMC bobinados.
Fonte: Adaptado de (FOCUSSMC, 2022).

Todavia, com o contínuo avanço das tecnologias de produção por M/P, e a utilização cada vez maior destas máquinas, o uso do SMC pode ser considerado como uma alternativa promissora (TORKAMAN; GHAHERI; KEYHANI, 2019), principalmente utilizado em larga escala, já que os maiores custos estão concentrados na fase inicial do projeto, principalmente nos ferramentais, como no caso das matrizes para compactação dos segmentos.

## **3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS**

Este capítulo descreve as técnicas utilizadas para o desenvolvimento de um SMC com partícula metálica de Fe puro (ASC 100.29 do catálogo da Höganäs AB) recoberta de forma híbrida, sendo a primeira camada H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> e a segunda camada uma mistura de pós metálicos (de menor granularidade) e Sílica ou Resina, de forma a fazer um revestimento no particulado de Fe via mistura a seco. Posteriormente, os pós são compactados e as peças verdes são tradadas termicamente para adquirirem propriedades de interesse, como resistência mecânica, resistência elétrica, permeabilidade e saturação magnética elevadas.

Os testes experimentais foram realizados no Laboratório de Transformação Mecânica (LdTM), com amostras de SMCs desenvolvidos e compactadas em formato de anel (toróide) e em barra, além de amostras de Somaloy<sup>®</sup> (dos tipos 1P, 3P e 5P) cedidas pela Höganäs, com objetivo de estudar seus parâmetros magnéticos, principalmente no que diz respeito à formação da camada isolante. Esta concepção permitiu comparar as características destes materiais com parâmetros já coletados na revisão de literatura.

No caso dos corpos de prova na forma de anéis (toróide), são utilizadas três matrizes cilíndricas que resultaram em anéis, com as seguintes medidas: 55 x 45 x 5 (mm), 50 x 40 x 5 (mm) e 38 x 21,50 x 5 (mm), sendo o diâmetro externo x diâmetro interno x altura. A norma ASTM A773/A 773M-01 sugere uma espessura de 5 mm aproximadamente. Já as amostras retangulares estão de acordo com as normas e limitações do equipamento de medição, que no caso são de 90 mm de comprimento por 12 mm de largura.

## 3.1 Metodologia de Fabricação dos SMCs

No desenvolvimento metodológico das amostras, três etapas foram implementadas, conforme diagrama esquemático da Figura 38. Destas etapas, duas são referentes ao revestimento isolante das partículas de ferro puro (ASC 100.29): a primeira corresponde ao processo de fosfatização, contemplando o estudo das relações de dosagem de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> na mistura bem como o tempo do banho dos pós na solução; enquanto que a segunda refere-se às misturas de compostos a seco (misturador de duplo cone) ao ferro e suas contribuições. Já a terceira etapa corresponde ao processo de compactação dos corpos de prova (peça verde), finalizando com o processo de sinterização. A seguir são descritas separadamente cada uma destas etapas.

**Etapa I:** Esta etapa corresponde ao processo de fosfatização, via dispersão das partículas ferromagnéticas em meio líquido (solução). O recobrimento das partículas de Fe por uma camada de fosfato é feito pelo processo de imersão/banho, onde uma quantidade de pó de ferro é inserida em uma solução de Ácido Fosfórico previamente diluído em acetona ou álcool isopropílico.

**Etapa II:** Esta etapa introduz o processo de mistura e homogeneização, em que diferentes elementos químicos são inseridos em um misturador para formar uma mistura singular em que a camada isolante é sobreposta à superfície das partículas ferromagnéticas. Compostos utilizados neste processo foram determinadas a partir de dados levantados em outros trabalhos científicos, como Zinco, Níquel, Titânio, Fósforo, Resina e Sílica.

**Etapa III**: Esta etapa refere-se à preparação dos pós com lubrificante para compactação na forma de corpos de prova. Posteriormente estes são tratados termicamente para a remoção do lubrificante, alívio das tensões de compactação e por fim a obtenção de resistência mecânica.



Figura 38 – Diagrama esquemático do processo de preparação da camada de recobrimento e produção dos corpos de prova: Etapa 1 (Fosfatização); Etapa II (Mistura a Seco); e Etapa III (Compactação e Sinterização dos corpos de prova/amostras).

Fonte: Arquivos do Autor.

Já a Tabela 1 apresenta a lista de materiais utilizados na parte experimental para a formação dos compósitos magnéticos macios.

Material	Símbolo	Função do material
Somaloy <sup>®</sup> 700 3P*	SMC	SMC comercial utilizado como referência.
Fe ASC 100.29*	Fe base	Pó metálico base: particulado a ser revestida.
Ácido fosfórico	H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Camada de Fosfato (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> ) na partícula de Fe base.
Níquel	Ni	Melhorar a permeabilidade magnética da amostra.
Titânio	Ti	Melhorar as características mecânicas das amostras.
Fósforo	Р	Melhorar o fluxo magnético devido ao aumento da densidade da peça compactada.
Zinco	Zn	Promover uma camada de revestimento na partícula.
Sílica	SiO <sub>2</sub>	Promover uma camada de revestimento na partícula quando se elevada a temperatura de sinterização.
Resina Fenólica		Promover uma camada de revestimento na partícula quando se elevada a temperatura de sinterização
renomen		quando se elevada a temperatura de sinterização.

Tabela 1 – Listagem de materiais utilizados na parte experimental deste trabalho.

\*Fornecedor: Högänas / Tamanho médio da partícula: 180 µm

Conforme Newkirk e Samal (2015), a escolha do ferro atomizado é devido ao seu baixo custo e também por ser um material de fácil aquisição. Desta forma, poderiam ser desenvolvidos motores elétricos de mais baixo custo. Como o níquel tem saturação magnética muito menor que o ferro, eles são usados principalmente onde se deseja maior permeabilidade. O titânio foi utilizado para melhorar as características mecânicas e de compressibilidade das amostras verdes. O fósforo aumenta as taxas de difusão e auxilia no rearranjo dos poros e limites das partículas, densificando ainda mais o ferro (a indução magnética é uma função linear da densidade da peça sinterizada, portanto é maior para ligas de ferro fosforado do que para peças de ferro puro).

Assim, foram testadas diferentes misturas de pós metálicos com outros elementos de forma a criar uma camada de recobrimento hibrido sobre as partículas. Todavia, os materiais estudados são variações dos existentes na literatura, bem como as técnicas e processos químicos escolhidos para o desenvolvimento deste trabalho, resultando assim na produção de um material SMC de baixo custo.

## 3.2 Etapa I: O Processo de Fosfatização

Ao usar o método de fosfatização para fornecer revestimentos isolantes para aplicações eletromagnéticas, uma espessura de camada de alguns µm deve ser alcançada. Por exemplo, para uma dada concentração de ácido fosfórico que fornece propriedades de isolamento elétrico melhoradas, esta mesma concentração poderá aumentar demasiadamente a resistividade elétrica deste material de forma a impossibilitar sua aplicação magnética.

Diferentes dosagens de fosfato foram testadas até chegar a uma espessura de camada que permitisse a compactação das amostras sem apresentar uma quantidade elevada de poros. Além disso, a resistividade elétrica do material não poderia ficar muito baixa (algumas dezenas de Ohms), o que corresponderia a conexões metal-metal entre partículas, nem muito elevada (dezenas de kOhms), resultante da presença de vazios e de uma camada mais expeça.

### 3.2.1 A Fosforização por Imersão (Banho)

O processo de fosfatização não exige que as superfícies sejam previamente preparadas, visto que a imersão no banho (mistura) atua tanto como desengordurante quanto de fosfatizante.

Com base em trabalhos anteriores (CHEN *et al.*, 2020; PAN *et al.*, 2020; WANG *et al.*, 2021; LEE; CHOI; KIM, 2017; XIA *et al.*, 2019), pode-se observar que foram inicialmente selecionadas concentração de 0,02 g/ml de Ácido Fosfórico e uma concentração de pó de Ferro 2,5 g/ml na solução (uma mistura de 1 parte de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dissolvido em 10 partes de acetona). Também foram usados dois outros banhos com concentrações de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> de 0,005 e 0,04 g/ml.

Desta forma, para otimizar a cinemática de formação de fosfato nas partículas de ferro, inicialmente foram testadas abordagens para a fosfatização por imersão, com dois banhos de composição 0,01 g/ml de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> para 2,5 g/ml de Fe na mistura (1/10), e 0,04 g/ml de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> para 2,5 g/ml de Fe na mistura (4/10), variando apenas os tempos de banho.

Na prática, 100 g em peso de pó de ferro são imersos na solução fosfatizante de 100 ml presente num recipiente. A fim de obter a melhor espessura da camada de fosfato e sua homogeneidade, é necessária uma agitação constante do pó metálico, durante tempos que variam de 5 a 10 minutos. Em seguida, é feita a remoção do excesso de solução fosfatante, bem como o devido enxague (com acetona ou álcool isopropílico) do pó recém fosfatizado (BACK; SCHAEFFER; GAIO, 2021).

# 3.2.2 Pó Metálico Fosfatizado

Após o banho e enxague, o pó metálico fosfatizado necessita de secagem em forno para remoção total da umidade. Este processo exige temperaturas entre 70 °C até 90 °C, por tempos que variam de 1 hora até 3 horas, dependendo também da umidade do ambiente (BACK; SCHAEFFER, 2021). A Figura 39 apresenta a mostras de Fe fosfatizadas, sendo que a Figura 39(a). mostra as partículas de Fe fosfatizadas com uma menor concentração de ácido fosfórico na mistura, porém com uma granulação ainda excessiva.





### Fonte: Arquivos do Autor.

A Tabela 2 apresenta as nomenclaturas utilizadas para os pós base fosfatizados nesta primeira etapa experimental. A escolha das concentrações se deu a partir dos estudos realizados nesta pesquisa além de testes preliminares os quais foram possíveis observar o limiar de concentração que ocasiona em uma camada mais (ou menos) espessa.

Fe base (Nome)	<b>Relação</b> (H3PO4 / Ferro)	Relação da Fosfatização
Fe1/500	1/500	0,05 g/ml de H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> para 25 g/ml de Fe
Fe1/250	1/250	0,1 g/ml de H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> para 25 g/ml de Fe
Fe1/125	1/125	0,2 g/ml de H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> para 25 g/ml de Fe
Fe <sub>1/50</sub>	1/50	0,5 g/ml de H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> para 25 g/ml de Fe

Tabela 2 – Nomenclaturas utilizadas para os pós base de ASC 100.29.
Par melhor entendimento das rotas seguidas nesta etapa, a Tabela 3 apresenta as nomenclaturas de misturas utilizadas para as primeiras amostras desenvolvidas (ou corpos de prova), as quais são utilizadas para nortear, a partir de análises das propriedades magnéticas, os devidos ajustes e/ou modificações na rota escolhida.

Pó metálico	Fe base	Vol (%)	Lubrificante	Vol (%)
SOM-3P	Somaloy <sup>®</sup> 700 3P	100%		
ASC-29	Fe ASC 100.29	99,0%	estearato de zinco	1,0%
FOS-01	Fe1/50	99,2%	estearato de zinco	0,8%
FOS-02	Fe <sub>1/250</sub>	99,2%	estearato de zinco	0,8%

Tabela 3 – Tabela com as nomenclaturas dos Pós utilizados na Etapa I.

O pó SOM-3P refere-se a amostra de pó metálico Somaloy<sup>®</sup> 700 3P fornecido pela Höganäs. O ASC-29 é ferro puro ASC-100.29, também da Höganäs. Já as amostras fosfatizadas receberam a nomenclatura de FOS-01 para a relação 1/50 (1 parte de ácido fosfórico para 50 de Fe), e FOS-02 para a relação 1/250 (1 parte de ácido fosfórico para 250 de Fe).

# 3.3 Etapa II: Mistura e Homogeneização dos Pós

A mistura e homogeneização possui basicamente dois objetivos: dar ao pó as condições necessárias para o posterior processamento (tal como preparação do pó para a etapa de compactação) e para produzir pós de alta dispersão dos constintuintes. Essas operações são importantes, porque aumentam o contato entre as partículas, e o resultado depende do tamanho e da forma destas partículas.

Considera-se que quanto maior a uniformidade do tamanho de particulado do material a ser misturado, maior será a possibilidade de obter-se resultados uniformes e consistentes. Os lubrificantes também podem ser adicionados ao pó nessa etapa, com o objetivode reduzir a força requerida para a ejeção na etapa posterior de compactação, e reduzir o atrito entre os pós e a ferramenta de compactação.

Assim, esta etapa consiste em misturar os pós metálicos, pós fosfatados, e outros elementos (Tabela 1) por mistura a seco, promovendo assim, como consequência, o recobrimento das partículas de maior tamanho (pós ferromagnéticos) pelas partículas de menor tamanho (óxidos isolantes, por exemplo).

Esta mistura tem a intenção de que os elementos funcionem como agentes de ligação e consigam formar uma camada intermediária entre as partículas metálicas (ou uma segunda camada) de recobrimento sobre as partículas já fosfatizadas.

Espera-se que pela diferença dos tamanhos das partículas do pó de ferro (80 até 340  $\mu$ m) e demais misturas empregadas (de 5 até 20  $\mu$ m), haja, mediante o atrito gerado durante a mistura, a formação de ligações fracas entre as partículas de maior tamanho com as de menor tamanho, resultando assim na formação de um revestimento isolante hibrido sobre a partícula.

A Tabela 4 apresenta as nomenclaturas utilizadas para as composições envolvendo pó metálico fosfatizado em mistura a seco com diferentes materiais.

Composições	Material I	Material II	Material III	Material IV
	(% vol)	(% vol)	(% vol)	(% vol)
SMC-01	Fe1/250 95,4 %	Zinco 1,8 %	Resina 2,0 %	Estearato de Zinco 0,8 %
SMC-02	Fe1/250	Zinco	Sílica	Estearato de Zinco
	96,2 %	1,6 %	1,4 %	0,8 %
SMC-03	Fe1/250	Sílica	Resina	Estearato de Zinco
	96,8 %	0,8 %	1,2 %	0,8 %
SMC-04	Fos-02	Zinco	Sílica	Resina
	95,6 %	0,8 %	1,0 %	1,6 %
SMC-05	Fos-02	Zinco	Sílica	Resina
	96,0 %	1,6 %	1,2 %	1,2 %

Tabela 4 – Materiais utilizados nas misturas a seco (composições com Fe Fosfatizado).

Já a Tabela 5 apresenta as nomenclaturas utilizadas para as composições envolvendo pó metálico ASC 100.29 sem Fosfatação, empregando uma mistura a seco com diferentes materiais (ferrosos e não ferrosos). A escolha desse processo surge como um referencial para as comparações de diferentes parametrizações.

Composições	Material I	Material I	Material I	Material I
	(% vol)	(% vol)	(% vol)	(% vol)
SMC-06	ASC-29	Zinco	Sílica	Resina
	95,6 %	1,6 %	1,0 %	1,8 %
SMC-07	ASC-29	Fósforo	Titânio	Sílica
	96,4 %	1,6 %	0,8 %	1,2 %
SMC-08	ASC-29	Fósforo	Titânio	Níquel
	95,4 %	1,4 %	0,6 %	1,6 %
SMC-09	ASC-29	Zinco	Níquel	Fósforo
	96,2 %	1,6 %	1,2 %	1,0 %
SMC-10	ASC-29	Fósforo	Níquel	Resina
	96,2 %	1,2 %	1,0 %	1,6 %

Tabela 5 – Materiais utilizados nas misturas a seco (testes finais com Fe ASC como base).

## 3.4 Etapa III: Compactação e Sinterização das Amostras

A compactação das amostras em formatos como barra e anel tem como principal objetivo a caracterização das propriedades elétricas e magnéticas alcançadas por estes compostos. Para tal, estas são obtidas através do processo de prensagem convencional (a frio e em prensa de movimento uniaxial).

# 3.4.1 O Processo de Compactação

A saturação magnética dos materiais SMC é diretamente relacionada com a densidade destes compósitos. Em campos magnéticos baixos a indução depende da microestrutura do material (permeabilidade) e pode diferir dependendo da técnica de obtenção do núcleo magnéticos ou do tamanho de grão utilizado. A saturação de materiais SMC de alta densidade pode atingir valores bem próximos aos dos aços laminados.

As ilustrações da Figura 40(a-d) apresentam um esboço das matrizes utilizadas na etapa de compactação dos pós desenvolvidos nas rotas de pesquisa desta tese. A matriz em barra, representa pela Figura 40(a-b), compacta a peça retangular que é utilizada para o levantamento da curva de magnetização e de permeabilidade do material. Já a matriz representa da pela Figura 40(c-d), compacta a peça anelar que possibilita a leitura da curva de magnetização e também o laço de histerese (para as perdas em função do aumento da frequência).



Figura 40 – Matriz para compactação dos corpos de prova: (a) na forma de barra; (b) na forma de anel; (c) compactação das barras; e (d) compactação dos anéis.

Para compactação dos corpos de prova, utilizou-se a prensa hidráulica marca EKA modelo PKL40, com capacidade de 400 kN, velocidade de prensagem de 2,0 mm/s, curso de 500 mm, dimensões úteis da mesa de 500 x 300 mm, conforme Figura 41(a). A pressão utilizada para a compactação foi entre 600 Mpa a 800 Mpa, ajustando-se à força para as devidas áreas de compactação, todavia, sempre garantindo a máxima densidade do material, que poderia variar de 6,8 g/cm<sup>3</sup> a 7,5 g/cm<sup>3</sup>, dependendo do ferro base e das composições escolhidas. A Figura 41(b) mostra a matriz cilíndrica sendo utilizada no processo de compactação de anéis, em a Figura 41(c) ilustra matriz retangular utilizada na compactação das barras.







Figura 41 – Detalhe do processo de compactação: (a) prensa hidráulica marca EKA-PKL40, (b) matriz cilíndrica e (c) matriz retangular utilizadas.

Fonte: Arquivos do Autor.

Cerca de 40 corpos de prova foram compactados na fase experimental, entre anéis e barras, a partir das composições descritas na Tabela 3 (pós metálicos ASC 100.29, Somaloy<sup>®</sup> 700 3P, e pós fosfatizados **Fe**<sub>1/250</sub>) e das composições descritas na Tabela 4 (misturas a seco para as amostras fosfatizadas) e na Tabela 5 (nas misturas a seco nos testes finais com Fe base).

## 3.4.2 O Processo de Sinterização

Inicialmente, as amostras para os ensaios das propriedades elétricas e magnéticas foram tratadas termicamente em forno tubular com aquecimento resistivo, da marca SANCHIS, como mostra a Figura 42. Durante o ciclo térmico utilizou-se taxa de aquecimento de 15 °C/min até o patamar de extração do lubrificante (350 °C com duração de 45 minutos).

Posteriormente, uma mesma taxa de aquecimento de 7°C/min foi utilizada até a temperatura final de sinterização, sendo realizado um patamar de 20 minutos nestas temperaturas. As temperaturas de patamar final realizadas neste estudo foram de 520 °C, 550 °C e 600 °C, seguindo as necessidades de cada tipo de recobrimento.



Figura 42 – O processo de sinterização: (a) forno tubular SANCHIS, (b) porta-amostras, (c) atmosfera de Nitrogênio e (d) sensor de medição de temperatura. Fonte: Arquivos do Autor.

A temperatura das amostras foi medida com um termopar tipo K, posicionado na parte inferior do porta-amostras (tubo cerâmico ou mufla), e denominado no gráfico como "Sensor". Então compara-se este valor com o valor de "SetPoint", que foi anteriormente inserido no controlador de temperatura, de forma a validar a calibração das leituras (vide Figura 43).



Figura 43 – Gráfico da curva de ajuste do controlador para a sinterização das amostras, sendo o valor de "SetPoint" inserido pelo usuário e "Sensor" o valor lido pelo sensor.

# 3.5 Amostras Somaloy<sup>®</sup> Sinterizadas

A sinterização dos corpos de prova da família Somaloy<sup>®</sup> segue as indicações conforme manual do fabricante. As curvas de rampa/patamares de temperatura, bem como o controle das atmosferas são apresentados no Anexo A deste trabalho.

Inicialmente formam feitas sinterizações sempre em pares de amostras verdes (duas amostras em geometria de anel e duas em barra dos corpos de prova) do grupo 1P e 5P enviados pelo comercial da empresa Höganäs AB. Também foram compactados corpos de prova com o pó metálico Somaloy<sup>®</sup> 700 3P. Essas amostras receberam as seguintes nomenclaturas:

Nomenclatura	Geometria	<b>Somaloy</b> <sup>®</sup>
SMC-8201   SMC-8203	Anel	1D
SMC-8315   SMC-8316	Barra	IP
SMC-0808   SMC-0809	Anel	2D
SMC-0911   SMC-0912	Barra	51
SMC-8421   SMC-8423	Anel	5D
SMC-8517   SMC-8518	Barra	JP

Tabela 6 – Nomenclaturas utilizadas para os corpos de prova Somaloy<sup>®</sup>.

A Tabela 6 apresenta o código dos corpos de prova que após a sinterização resultaram em características mecânicas e magnéticas dentro do recomendado pelo manual. Essas amostras serão utilizadas posteriormente para análises MEV e EDS apresentadas no Capítulo 4. A Figura 44 mostra os corpos de prova em barra e anel após a sinterização.



Figura 44 – Corpos de prova Somaloy<sup>®</sup> em (a) formato de barras do tipo 1P e 5P, e (b) formato de barras e anel do tipo 3P, após processo de sinterização.

## 3.6 Amostras Experimentais Sinterizadas

Para a sinterização dos corpos de prova das amostras experimentais (SOM-3P, ASC-29 e FOS-0x) seguiram inicialmente as curvas de rampa/patamar de temperatura do material Somaloy<sup>®</sup>, chamada de Patamar 350/520 no gráfico (na cor laranja), juntamente com a atmosfera controlada com a injeção de Nitrogênio na segunda rampa, conforme Figura 45.



Figura 45 – Gráfico das curvas de sinterização para diferentes composições/misturas. Fonte: Arquivos do Autor.

A Figura 46 apresenta o resultado da sinterização dos corpos de prova das amostras experimentais (SMC-01 a SMC-04). As diferentes colorações são resultado das composições específicas de cada mistura. O controle de fluxo de ar / nitrogênio no tubo onde as amostras são sinterizadas também proporciona uma superfície mais limpa e refletiva, já que a não utilização de N<sub>2</sub> para expurgo dos gases gerados na queima do lubrificante acarreta na formação de um acúmulo de impurezas na superfície das mesmas.



Figura 46 – Resultado da sinterização dos corpos de prova das amostras SOM-01 a SMC-04. Fonte: Arquivos do Autor.

Já a **Erro! Fonte de referência não encontrada.** apresenta o resultado da sinterização d os corpos de prova das amostras experimentais (SMC-06 a SMC-10). Para estas amostras, foram escolhidas duas curvas de sinterização, sendo a primeira com patamar 350/600 graus, para o processo de sinterização.



Figura 47 – Resultado da sinterização dos corpos de prova das amostras experimentais da Etapa II (SMC-06 a SMC-10).

Fonte: Arquivos do Autor.

As amostras apresentam diferentes colorações, da mesa forma como verificado nos corpos de prova da primeira etapa. As densidades dos compósitos SMC-09 e SMC-10 ficaram abaixo das outras amostras, devido, principalmente, a presença de Fósforo, Zinco e Resina Fenólica na mistura. Isso se explica pelo fato de a mistura ter ficado com a granulometria muito fina, ocasionando uma menor capacidade de acomodação das partículas durante a compactação.

## 3.7 Caracterização dos Parâmetros Magnéticos

A caracterização desses materiais pode ser feita por meio de corpos de prova, que proporcionaram as análises das propriedades físicas e magnéticas de cada material comparando estas com resultados existentes em literatura.

## 3.7.1 Preparação das Amostras para Medição Magnética

A preparação das amostras para a medição de parâmetros magnéticos depende exclusivamente do equipamento que se vai utilizar e a forma como este manipula as grandezas, definindo assino tipo de corpo de prova necessário no teste. Por exemplo, pode ser em formato de anel, como mostrado na Figura 48. Este anel deve ser então bobinado (enrolamento das bobinas primária e secundária no anel), com cada boina contendo *n* espiras, iniciando pelo enrolamento secundário, de forma a ficar mais próxima do material.



Figura 48 – Preparação de uma amostra em forma de anel para ser utilizada em medições magnéticas como curva magnética e laço de histerese.

Fonte: Arquivos do Autor.

Para mensurar a taxa de perda de energia e gerar os gráficos característicos do ciclo de histerese e magnetização, os seguintes equacionamentos foram realizados:

a) Cálculo da Seção Transversal S<sub>T</sub>, em mm<sup>2</sup>;

$$S_T = \left(\frac{\partial ext}{2} - \frac{\partial int}{2}\right) x h$$
 Eq. 26

b) Cálculo da densidade do anel sinterizado pela equação abaixo:

$$d_{en} = \frac{massa}{\pi h (\frac{\Theta ext^2}{4} - \frac{\Theta int^2}{4})}$$
Eq. 27

c) Cálculo da densidade de espiras do primário, que o equipamento utiliza para plotagem da curva de magnetização e laço de histerese do material:

$$d_{pri} = \frac{N_P}{\pi \left(\frac{(\Theta ext + \Theta int)}{2}\right)}$$
 Eq. 28

Em que  $\Theta_{\text{ext}}$  é o diâmetro externo,  $\Theta_{\text{int}}$  é o diâmetro interno, *h* é a altura, *d*<sub>en</sub> a densidade do anel, *d*<sub>pri</sub> a densidade de expiras do primário, *N*<sub>p</sub> o número de espiras do primário.

Na prática o procedimento consiste em um enrolamento de espiras para a bobina secundária com fio AWG 26 (0,41 mm de diâmetro) e posteriormente um enrolamento das espiras da bobina primárias fio AWG 23 (0,57 mm de diâmetro), tendo como base a norma ASTM A773/A 773M-01. A Figura 49 apresenta anéis de padrão (Anéis de Rowland) prontos para o teste magnético.



Figura 49 – Bobinagem das amostras em formato de anel padrão, com enrolamento (a) primário e (b) secundário.

Fonte: Arquivos do Autor.

Para as Equações 26 a 28, tem-se os resultados considerando parâmetros medidos nos anéis antes da bobinagem do enrolamento primário e secundário. Após o enrolamento, o número de voltas do primário definirá a densidade de espiras ( $d_{pri}$ ) e o número de voltas do secundário é inserido diretamente no software de aquisição de dados. A Tabela 7 apresenta os valores medidos em um anel (sendo  $\Theta_{ext}$  o diâmetro externo,  $\Theta_{int}$  o diâmetro interno, h é a altura e *massa* corresponde em gramas), e os valores calculados são  $S_T$ ,  $d_{en}$  e  $d_{pri}$  (sendo  $d_{en}$  a densidade do anel,  $d_{pri}$  a densidade de espiras do primário,  $N_P$  o número de espiras do primário e  $N_s$  o número de espiras do secundário).

<b>O</b> ent	<b>O</b> int	<i>esp</i>	<b>h</b>	[g]	<b>S</b> <sub><i>T</i></sub>	<b>d</b> <sub>en</sub>	NP	Ns	<b>d</b> pri
[mm]	[mm]	[mm]	[mm]		[mm <sup>2</sup> ]	[g/cm <sup>3</sup> ]	[voltas]	[voltas]	[esp/mm]
50,05	41,92	4,18	5,21	20,71	21,78	7,24	175	246	1245

Tabela 7 – Valores calculados seguindo as expressões apresentadas anteriormente.

## 3.7.2 Processo Simplificado de Medição Computacional

Em sua realização mais simples, o método de registro contínuo emprega uma fonte de corrente de magnetização, realizada com um gerador de função e um amplificador de potência, e um dispositivo de medição de fluxo conectado ao enrolamento secundário, e posterior discretização dos dados pela utilização de conversão analógico-digital (FIORILLO, 2010).

Considerando o diagrama da Figura 50, a amplitude e forma de onda são geralmente ajustadas pela fonte de potência. O enrolamento primário com espiras  $N_I$  é conectado à saída da, em série com um resistor *shunt* "R" de precisão e de baixa indutância. A queda de tensão  $V_I = R \cdot I$  através do *shunt* é proporcional à intensidade do campo magnético H na amostra.

A tensão  $V_2$  que é induzida no enrolamento secundário é proporcional à variação do fluxo  $d\Phi / dt$ . Já a densidade de fluxo *B* é obtida de  $V_2$  por integração numérica. Ambas as tensões  $V_1$  e  $V_2$  são amostradas de forma síncrona por dois conversores analógico-digital. Os dados resultantes são armazenados no computador e o ciclo de histerese é exibido (COEY, 2009; CULLITY; GRAHAN, 2009; FIORILLO, 2010).



Figura 50 – Diagrama do princípio de medição e exemplo de sinais de tensão no circuito primário durante um período e o laço de histerese.

Fonte: Adaptado de (CULLITY; GRAHAN, 2009).

# 3.7.3 Equipamentos Utilizados para Medição Magnética

Para caracterização das geometrias de teste das amostras, principalmente a geometria em barra, utilizou-se do equipamento REMAGRAPH<sup>®</sup> (Figura 51) localizado nas dependências do Laboratório de Máquinas Elétricas, Acionamentos e Energia (LMEAE) da UFRGS.

Neste equipamento é possível medir a curva de magnetização, permeabilidade e curvas de histerese (DC e AC) dos materiais, a partir de geometrias que são fixadas com um sistema de bobina de medição entre polos, e, estas bobinas são conectadas a dois fluxímetros eletrônicos. A polarização magnética J é medida em função da intensidade do campo interno H, assim, a densidade de fluxo B é calculada para que as curvas sejam representadas.



Figura 51 – Equipamento de medição de parâmetros magnéticos REMAGRAPH<sup>®</sup> C. Sedo (a) a estação de medição, (b) o Yoque MJR 5 para medição de barras e (c) em anel. Adaptado de (MAGNET-PHYSIK, 2022).

Diferentemente do REMAGRAPH<sup>®</sup> C, Figura 51(a-c), que pode atingir corrente de indução de campo magnético na ordem de 100 kA/m, o equipamento de modelo TLMP-FLX-D, Figura 52, só pode ser utilizados em amostras do tipo anel, com limitações a corrente de indução magnética de 5 kA/m durante os ensaios de Magnetização e de Histerese.



Figura 52 – Ilustração do (a) traçador de curvas de histerese magnética e (b) da conexão do corpo de prova ao equipamento.

Os ensaios obtivam mensurar o fluxo magnético máximo, a permeabilidade máxima, a taxa de perda de energia e confeccionar gráficos característicos do ciclo de histerese e magnetização dos materiais ferromagnéticos. A seguir serão apresentados os procedimentos utilizados na medição dos parâmetros magnéticos de importância para a validação de SMCs:

a) As curvas de magnetização: destas curvas é possível mensurar propriedades magnéticas importantes como a indução de saturação e a permeabilidade. A indução de saturação ou indução máxima, pode ser visualizada pelos valores de fluxo onde a reta tende a permanecer constante ou com elevação quase nula, conhecidos como  $B_{sat}$  ou  $B_{max}$ . Já a permeabilidade é calculada através da relação entre o fluxo magnético *B* e a intensidade do campo magnético *H*.

**b**) Os laços de histerese: destas curvas é possível mensurar propriedades magnéticas importantes como a indução de saturação, magnetismo remanente e força coercitiva. A indução de saturação ou indução máxima, pode ser visualizada a partir dos valores de campo onde a indução tende a permanecer constante ou com declividade quase nula.

## 3.8 Caracterização da Microestrutura

A caracterização da microestrutura destes materiais pode ser realizada por meio da análise de amostras ou corpos de prova sinterizados. O estudo da microestrutura requer etapas de preparação metalográfica (embutimento da amostra, lixamento e polimento). Um primeiro aspecto que deve ser considerado na observação microestrutural de pós é a diferença existente entre partícula, grão (cristal) e aglomerado, conforme ilustrado na Figura 53.



Figura 53 – Exemplo de caracterização da microestrutura, e a diferença entre partícula, grão e aglomerado de um material.

Adaptado de (RODRIGUES, 2021).

Um aglomerado é composto por partículas que por sua vez são compostas por grãos, embora seja possível se ter partículas monocristalinas. Observações da seção polida de pós permite acessar aspectos desta natureza. Além de visualizar grãos, partículas e aglomerados, a observação de seção polida devidamente preparada e eventualmente atacada (Nital, por exemplo), permite identificar a presença dos constituintes (fases) microestruturais da amostra.

## 3.8.1 Corpo de Prova Embutido

O embutimento é de grande importância para o ensaio metalográficos, pois além de facilitar o manuseio de peças pequenas, evita que amostras com arestas rasguem a lixa ou o pano de polimento, bem como o abaulamento durante o polimento. Existem dois tipos de embutimento: o embutimento a frio e o embutimento a quente.

No embutimento a quente, a amostra a ser analisada é colocada em uma prensa de embutimento com uma resina, sendo que o mais comumente utilizado é a baquelite; de baixo custo e dureza relativamente alta. A Figura 54 ilustra as amostras embutidas em baquelite utilizadas nos primeiros ensaios, sendo (a) SOM-3P, (b) ASC-29, (c) FOS-01, e (d) FOS-02.



Figura 54 – Amostras embutidas a quente e já polidas em base de baquelite, sendo (a) SMC-3P, (b) ASC-29, (c) FOS-01 e (d) FOS-02.

Fonte: Arquivos do Autor.

Inicialmente, a caracterização da camada isolante abrangeu a análise dos corpos de prova feitos na primeira etapa experimental (Tabela 3). Estes resultados balizaram as novas concentrações e composições definidas para os SMCs desenvolvidos neste trabalho. Assim, amostras foram preparadas para análise microestrutural e metalográfica foram lixadas, polidas, e reveladas com solução de Nital 2% com tempo de 5 segundos.

## 3.8.2 Microscópio Óptico Metalográfico Invertido

Para a análise por microscopia óptica foi utilizado um microscópio óptico invertido (metalúrgico) Olympus - modelo GX5, Figura 55, com sistema de aquisição de imagens analySIS<sup>®</sup>. Para avaliação da microestrutura do material sinterizado foram realizadas ampliações de 100x, 200x e 500x, compatível com a norma ASTM E112-13 (2013). Possui iluminação de campo claro e campo escuro, bem como luz polarizada simples.



Figura 55 – Imagem ilustrativa do microscópio metalúrgico invertido Olympus GX51. Fonte: https://olympus-ims.com/pt/microscope/gx51/

# 3.8.3 Microscópio Eletrônico de Varredura

O MEV é um tipo de microscópio eletrônico capaz de produzir imagens de alta resolução da superfície de uma amostra. Além de avaliar os aspectos topográficos, essa técnica também é útil para verificar a composição e outras características do material que compõem as amostras. Possui varredura com filamento de tungstênio operando de 200 V até 30 kV, sendo a resolução nominal na faixa de 3 nm em máxima tensão. Equipado com detectores de elétrons secundários e retro-espalhados, detector de raios-X característicos (EDS) para detecção de diferentes composições químicas. A Figura 56 ilustra um microscópio Zeiss (EVO MA10).



Figura 56 – Imagem ilustrativa do microscópio eletrônico de varredura Zeiss EVO MA10. Fonte: https://zeiss.com/microscopy/

## **4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS**

Neste capítulo, são apresentados os resultados correspondentes as análises microestruturais e de EDS, e caracterizações magnéticas sobre as amostras de geometria em anel e barra das composições de SMCs desenvolvidos. Cada subcapítulo apresenta os resultados individuais obtidos especificamente para cada técnica de análise realizada para atender o objetivo central do trabalho. Dentro de cada subcapítulo os resultados estão agrupados para as amostras desenvolvidas nas etapas experimentais, bem como as análises dos compósitos Somaloy<sup>®</sup>. Por fim, uma explicação geral, unificando os resultados das caracterizações dos SMCs desenvolvidos e comercializados fecha o capítulo.

# 4.1 Imagens MEV e Mapa EDS dos Pós Somaloy®

Este subcapítulo traz uma breve análise dos materiais Somaloy<sup>®</sup> 1P, 3P e 5P produzidos pela Höganäs AB para que estes sirvam de parâmetro para validação dos métodos utilizados neste trabalho, bem como de comparativo para a determinação do comportamento e performance/eficácia magnética dos compósitos desenvolvidos. Além da análise por MEV, também foram feitos mapas EDS das amostras para analisar as composições químicas presentes na amostra.

# 4.1.1 Amostra Somaloy® 1P

Este SMC é fabricado e fornecido com as partículas ferromagnéticas já recobertas, tornando assim o processo de sinterização mais simplificado em comparação com os demais SMCs, pois não necessita de um estágio de ferro oxidação. A Figura 57 apresenta a imagem MEV da amostra Somaloy<sup>®</sup> 1P após a sinterização da amostra SMC-8316, que foi executada seguindo a curva de temperatura do gráfico da Figura 31.

A camada isolante deste SMC é muito fina comparado com outros SMCs não comerciais (de silanos ou óxidos por exemplo), e justifica-se principalmente pela sua tecnologia de produção. No caso da presença de vazios (poros) observados na microscopia, estes podem ser explicados principalmente pelo processo de compactação da amostra, que acarreta uma baixa densidade da peça compactada, ou pelo processo de análise propriamente dito, já que no processo de corte ou polimento da peça alguma partícula pode ser arrancada da estrutura.



Figura 57 – Microestrutura da amostra **SMC-8316**, sinterizada a 520 °C e ataque Nital 2%. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 140 μm e um isolamento médio de 1,32 μm. Fonte: Arquivos do Autor.

A Figura 58(b-d) mostra a análise de EDS realizada na amostra SMC-8316, com o intuito de identificar os elementos químicos que compõem a camada isolante deste material, além de possíveis partículas ou aglomerados não identificados no MEV. A presença quase que total do Fe justifica-se inicialmente pois as análises espectrais foram feitas diretamente nas partículas, e não nas suas bordas. Um mapeamento diretamente na partícula mostraria os elementos presentes na camada isolante, entretanto esse processo é complexo de se fazer caso a amostra não seja sinterizada (peça verde, sem resistência mecânica).



Figura 58 – Imagem MEV e respectivos EDS da superfície da amostra **SMC-8316**. Fonte: Arquivos do Autor.

Como esperado, a análise de EDS identificou que o elemento ferro puro possui valor elevado de pico e está presente em todos os espectros analisados, embora também apareçam leituras de Carbono, Fósforo e Oxigênio em menor quantidade, conforme mostra a Tabela 8.

Spectrum	С	0	Р	Fe	Total
Espectro 1	1,74	-	-	98,26	100,00
Espectro 2	2,32	-	-	97,68	100,00
Espectro 3	2,22	-	-	97,78	100,00
Espectro 4	2,49	-	-	97,51	100,00
Espectro 5	3,66	5,75	0,35	90,24	100,00
Espectro 6	4,60	8,10	0,79	86,50	100,00

Tabela 8 – Espectros dos elementos químicos presentes na amostra Somaloy<sup>®</sup> 1P.

# 4.1.2 Amostra Somaloy® 3P

Este pó metálico tem a característica de possuir uma melhor relação entre resistência mecânica *vs* perdas magnéticas, conforme apresentado no capítulo 2.7.2. Sendo um material mais avançado tecnologicamente que o 1P, este SMC possui a característica de dupla camada isolante, entretanto as partículas ferromagnéticas inicialmente são recobertas por apenas uma camada de recobrimento orgânico, entretanto a segunda camada é conseguida diretamente no processo de sinterização quando a peça já estiver compactada. A Figura 59 apresenta a imagem MEV da amostra Somaloy<sup>®</sup> 3P após a sinterização SMC-0908, que foi feita seguindo a curva de temperatura como mostrado no gráfico da Figura 31.



Figura 59 – Microestrutura da amostra **SMC-0908**, sinterizada a 520 °C e ataque Nital 2%. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 142  $\mu$ m e um isolamento médio de 1,75  $\mu$ m.

A segunda camada é formada durante o processo de sinterização, quando é aplicado vapor a seco para o processo de ferro-oxidação das partículas. A utilização do nitrogênio (N<sub>2</sub>) é necessária nesta etapa, servindo para controle do processo e expurgo dos gases presentes no interior do forno. A camada isolante deste SMC se forma entre o contato das partículas em função do revestimento superficial. Em relação a presença de vazios na amostra, isto acontece principalmente devido ao processo de compactação da peça verde, sendo que nesta amostra em específico a densidade da peça compactada ficou abaixo ao da Figura 57.

A Figura 60(b-d) mostra a análise de EDS realizada na amostra SMC-0908, com o intuito de identificar os elementos químicos que compõem a camada isolante deste material. Como esperado, os picos de ferro puro são maioria e estão presentes em todos os espectros analisados, e leituras de Carbono em menor quantidade. Isso também se justifica, pois, os espectros foram coletados no centro das partículas (amostras lixadas e polidas), e não exatamente na área do isolamento dielétrico.



Figura 60 – Imagem MEV e respectivos EDS da superfície da amostra **SMC-0908**. Fonte: Arquivos do Autor.

Tabela 9 apresenta a lista de elementos químicos presentes na amostra Somaloy<sup>®</sup> 700 3P, sendo o Fe puro o elemento mais presente nas amostras, além também da presença de carbono entre 1,83 a 2,55% do total.

С	0	Р	Fe	Total
2,28	-	-	97,72	100,00
1,83	-	-	98,17	100,00
-	-	-	100,00	100,00
2,55	-	-	97,45	100,00
1,69	-	-	98,31	100,00
	C 2,28 1,83 - 2,55 1,69	C         O           2,28         -           1,83         -           -         -           2,55         -           1,69         -	C         O         P           2,28         -         -           1,83         -         -           -         -         -           2,55         -         -           1,69         -         -	C         O         P         Fe           2,28         -         -         97,72           1,83         -         -         98,17           -         -         -         100,00           2,55         -         -         97,45           1,69         -         -         98,31

Tabela 9 – Espectros dos elementos químicos presentes na amostra Somaloy<sup>®</sup> 3P.

### 4.1.3 Amostra Somaloy<sup>®</sup> 5P

Este SMC é fornecido com as partículas ferromagnéticas já recobertas, tornando assim o processo de sinterização também simplificado, pois não necessita de um estágio adicional de ferro oxidação. Entretanto, diferencia-se dos pós 1P e 3P ao possuir uma dupla camada de revestimento na superfície da partícula atomizada, produzida por um método único de sol-gel, que fornece uma nano-camada de revestimento mais densa e com maior resistência a corrosão e ao desgaste. A Figura 61 apresenta a imagem MEV da amostra SMC-8518 após a sinterização, seguindo a curva de temperatura mostrada na Figura 31.



Figura 61 – Microestrutura da amostra **SMC-8518**, sinterizada a 520 °C e ataque Nital 2%. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 128 μm e um isolamento médio de 1,05 μm. Fonte: Arquivos do Autor.

Este pó metálico possui as mais baixas perdas magnéticas dentre os 3 tipos, entretanto sua resistência mecânica também é inferior, devido possivelmente à falta de fósforo na composição. A camada isolante deste SMC se forma entre o contato das partículas em função do revestimento superficial, durante o processo de sinterização da peça verde.

Por fim, a Figura 62(b-d) mostra a análise de EDS realizada na amostra SMC-8518, com o intuito de identificar os elementos químicos que compõem a camada isolante deste material, além de possíveis partículas ou aglomerados não identificados no MEV.



Figura 62 – Imagem MEV e respectivos EDS da superfície da amostra **SMC-8518**. Fonte: Arquivos do Autor.

A Tabela 10 apresenta a lista de elementos químicos presentes na amostra Somaloy<sup>®</sup> 5P. sendo o Fe puro o elemento mais presente nas amostras, como já esperado, além também da presença de carbono entre 2,22 a 3,46% do total. Como o EDS foi feito na amostra já sinterizada e não no corpo de prova verde, elementos importantes que estão presentes na formulação da camada não foram detectados nesta análise.

Spectrum	С	0	Р	Fe	Total
Espectro 2	2,53	-	-	97,47	100,00
Espectro 3	2,22	-	-	97,78	100,00
Espectro 4	3,46	-	-	96,54	100,00
Espectro 5	3,66	-	-	96,34	100,00
Espectro 6	3,11	-	-	96,89	100,00

Tabela 10 – Espectros dos elementos químicos presentes na amostra Somaloy<sup>®</sup> 5P.

Análises digitais das imagens metalográficas foram feitas utilizando o ImageJ<sup>®</sup>, para o levantamento de parâmetros a fim de compor uma relação entre largura da camada isolante e tamanho de partícula dos pós, tanto para uma relação estre estes tipos de pós, quanto para comparativos aos SMC desenvolvidos na tese. Desta forma, a Tabela 11 apresenta um resumo dos valores encontrados em cada uma das análises (para cada tipo de pó) feitos nesta subseção.

Somaloy®	Mínimo	Máximo	Médio	Desvio Padrão	
	I	Espessura do Isolamen	to das Partículas (µ	m)	
1P	0,41	3,68	1,32	0,85	
3P	0,83	3,72	1,75	0,82	
5P	0,58	1,84	1,05	0,34	
		Tamanho dos Por	ros / Vazios (μm)		
1P	11,2	40,0	24,8	8,5	
3P	17,5	109,0	45,0	20,0	
5P	7,2	52,0	20,0	10,0	
	Tamanho das Partículas (µm)				
1P	41,1	338,1	140,0	73,0	
3P	42,6	286,5	142,0	70,0	
5P	44,3	225,1	128,0	46,0	

Tabela 11 – Resumo dos valores encontrados no processamento digital das micrografias para compor os parâmetros da camada isolante e de tamanho de partículas das amostras Somaloy®.

Assim, ao se analisar a microestrutura destes materiais, pode-se fazer relações entre a espessura da camada isolante, a quantidade de poros e tamanho da partícula: a espessura da camada isolante definirá a resistividade elétrica do material e também as perdas; a quantidade de poros define a densidade da peça compactada, que é diretamente proporcional ao fluxo magnético; e por fim o tamanho da partícula influência na permeabilidade magnética, que em contrapartida, um aumento de partícula acarreta também um aumento da coercividade.

# 4.2 Caracterização Magnética das Amostras Somaloy®

As medições foram feitas nos corpos de prova (peça verde) fornecidos pela Höganäs, e sinterizados de acordo com suas curvas de temperatura, bem como os compactados e sinterizados pelo autor, que são nomeados e descritos nas Tabelas 3, 4 e 5 da parte metodológica. As curvas de magnetização apresentam parâmetros como magnetização de saturação máxima (B<sub>MAX</sub>) e a permeabilidade máxima. Já os laços de histerese fornecem as perdas em função da frequência e também a coercividade máxima de cada uma das amostras.

#### 4.2.1 Amostras Somaloy<sup>®</sup> 1P

As curvas de magnetização destas amostras são mostradas na Figura 63, para uma intensidade de campo *H* de até 50 kA/m. A curva em azul (Somaloy<sup>®</sup> 1P) refere-se aos valores de fluxo *B* fornecidos pelo manual do fabricante. Já as curvas laranja e cinza representam os corpos de prova SMC-8315 e SMC-8316 respectivamente. A permeabilidade máxima foi de 341 e 353 respectivamente, conforme gráfico da Figura B.1 e Figura B.2 do Anexo B. O valor máximo de permeabilidade indicado no manual da Höganäs para o SMC Somaloy<sup>®</sup> 1P é de 540. As perdas por corrente parasita são apresentadas na Figura 64 para as frequências 0,05, 10 e 60 Hz com intensidade de campo até 6 kA/m.



Figura 63 – Gráfico da curva de magnetização das amostras do grupo Somaloy<sup>®</sup> 1P. Fonte: Arquivos do Autor.



Figura 64 – Laços de histerese da amostra do tipo Somaloy<sup>®</sup> 1P e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m para os anéis **SMC-8315** e **SMC-8316**.

#### 4.2.2 Amostras Somaloy® 3P

As curvas de magnetização destas amostras são mostradas na Figura 65, para uma intensidade de campo *H* de até 50 kA/m. A curva em azul (Somaloy<sup>®</sup> 700 3P) refere-se aos valores de fluxo *B* fornecidos pelo manual do fabricante. Já as curvas laranja e cinza representam os corpos de prova SMC-0911 e SMC-0912 respectivamente. A permeabilidade máxima foi de 255 e 265 respectivamente, conforme gráfico da Figura B.3 e Figura B.4 do Anexo B. O valor máximo de permeabilidade indicado no manual da Höganäs para o SMC Somaloy<sup>®</sup> 700 3P é de 720. As perdas por corrente parasita são apresentadas na Figura 66 para as frequências 0,05, 10 e 60 Hz com intensidade de campo até 6 kA/m.



Figura 65 – Gráfico da curva de magnetização das amostras do grupo Somaloy<sup>®</sup> 3P. Fonte: Arquivos do Autor.



Figura 66 – Laços de histerese da amostra do tipo Somaloy<sup>®</sup> 3P e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m para os anéis **SMC-0911** e **SMC-0912**.

#### 4.2.3 Amostras Somaloy<sup>®</sup> 5P

As curvas de magnetização destas amostras são mostradas na Figura 67, para uma intensidade de campo *H* de até 50 kA/m. A curva em azul (Somaloy<sup>®</sup> 5P) refere-se aos valores de fluxo *B* fornecidos pelo manual do fabricante. Já as curvas laranja e cinza representam os corpos de prova SMC-8517 e SMC-8518 respectivamente. A permeabilidade máxima foi de 266 e 244 respectivamente, conforme gráfico da Figura B.5 e Figura B.6 do Anexo B. O valor máximo de permeabilidade indicado no manual da Höganäs para o SMC Somaloy<sup>®</sup> 5P é de 600. As perdas por corrente parasita são apresentadas na Figura 68 para as frequências 0,05, 10 e 60 Hz com intensidade de campo até 6 kA/m.



Figura 67 – Gráfico da curva de magnetização das amostras do grupo Somaloy<sup>®</sup> 5P. Fonte: Arquivos do Autor.



Figura 68 – Laços de histerese da amostra do tipo Somaloy<sup>®</sup> 5P e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m para os anéis **SMC-8517** e **SMC-8518**.

## 4.3 Microscopia Ótica das Amostras Experimentais

Este subcapítulo apresenta as análises feitas a partir das imagens por microscopia ótica dos corpos de prova sinterizados a fim de que estes sirvam de parâmetro para validação dos métodos utilizados neste trabalho. Os principais parâmetros analisados são: largura da camada isolante medida entre duas partículas; tamanho médio das partículas; quantidade de poros; e seus tamanhos médios.

# 4.3.1 Amostras de Referência (Teste I)

Estas amostras correspondem aos corpos de prova produzidas na fase inicial da tese, e suas nomenclaturas e composição são apresentados na Tabela **3**. A importância destas micrografias está no fato de que auxiliam tanto como comparativo (por exemplo, das amostras SOM-3P e ASC-29), como na determinação da espessura da camada de fosfato, servindo como balizador para as misturas/proporções entre o agente fosfatante e o pó metálico. Assim, esta etapa de testes inicia-se com a análise metalográfica das amostras já sinterizadas, sendo que as imagens metalográficas dos corpos de prova produzidos são apresentados e explicados a seguir.

A Figura 69 ilustra a microestrutura corresponde a amostra SOM-3P. Pode-se observar as regiões bem definidas das partículas de ferro pelos e seus limites correspondente. Esse isolamento (recobrimento) é extremamente fino no caso do Somaloy<sup>®</sup>, sendo característicos devido a forma como esse isolamento é gerado bem como já explicado nas seções anteriores (ferro-oxidação no caso do Somaloy<sup>®</sup> 700 3P).



Figura 69 – Imagem da microestrutura da composição **SOM-3P**, feitas por microscopia ótica, após sinterização a 520 °C, ataque químico com Nital 2 % e aumento de 200 vezes. Verificouse um tamanho médio de partículas de 178 μm e um isolamento médio de 3,32 μm.

A presença de "poros" ou "vazios" é resultado principalmente da etapa de compactação, pois a densidade de compactação exigida para a peça não foi alcançada. Muitas vezes os poros são removidos na etapa de sinterização, porém, como tratam-se termicamente as amostras com temperatura relativamente baixa para uma sinterização (520 °C), assim estes poros permanecerão na estrutura do material e ocasionarão diminuição de resistência mecânica, diminuição da densidade de fluxo B e por fim um aumento das perdas por laço de histerese.

A imagem da microestrutura feita da amostra ASC-29 (ferro puro ASC 100.29) é mostrada na Figura 70. Nela é possível observar que a granularidade do pó metálico não é tão homogênea como a do SOM-3P. Em muitas pesquisas de SMC existe um processo de se peneirar os pós para que se utilizem partículas dentro de uma faixa de diâmetro previamente determinado. Neste trabalho optou-se em utilizar o pó metálico sem executar essa etapa.



Figura 70 – Imagem da microestrutura da composição ASC-29, feitas por microscopia ótica, após sinterização a 520 °C e ataque Nital 2% e aumento de 200 vezes. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 136 μm e um isolamento médio de 1,34 μm.

### Fonte: Arquivos do Autor.

Assim como no SMC-3P, a presença das partículas de Fe, limites entre as partículas e "poros" também são observados. Porém, sem a existência de uma camada de isolação entre as partículas, um contato metal-metal ocorrerá, possibilitando assim a circulação de correntes parasitas (Foucault) de maior densidade aumentando as perdas *Wcl* no corpo de prova.

Já as os corpos de prova FOS-01 e FOS-02 são apresentados na Figura 71 e na Figura 72 respectivamente. A amostra FOS-01 corresponde a uma diluição de 1 parte de ácido fosfórico em 50 partes de Fe (1/50), o que resulta na formação de uma espessa camada de fosfato sobre as partículas de Fe. Outro fator observado, foi a dificuldade em compactar o corpo de prova, (muito pela dureza da camada, e também, uma possível a dosagem incorreta de lubrificante e/ou o tempo de mistura insuficiente entre ambos), o que justifica a presença de poros devido à baixa densidade do material (6,52 g/cm<sup>3</sup>).



Figura 71 – Imagens da microestrutura (ataque Nital 2 %) da composição FOS-01 com concentração 1/50 (0,5 g/ml de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> para 25 g/ml de Fe na mistura). Verificou-se um tamanho médio de partículas de 118 μm e um isolamento médio de 3,68 μm.

Fonte: Arquivos do Autor.

No caso da amostra FOS-02 onde há uma diluição de 1 parte de ácido fosfórico em 250 partes de Fe (1/250), inicialmente percebeu-se um aumento da densidade do corpo de prova, porém ainda insuficiente para uma diminuição na presença excessiva de poros na microestrutura da amostra. Dois fatores foram determinantes para esse comportamento, sendo o primeiro a lubrificação das partículas, onde foi utilizado Estearato de Zinco em uma pequena fração (0,8 % com agitação de 30 minutos), e o segundo devido aos limites das ferramentas (capacidade da prensa, matrizes e punções).

Dessa forma, uma prensa de maior capacidade (400 kN) teve que ser utilizada, como já descrito no capítulo 3.4.1. Entretanto, em alguns casos, não se chegava à densidade a verde necessária, pois na mistura haviam elementos de menor massa específica.



Figura 72 – Imagens da microestrutura (ataque Nital 2 %) da composição FOS-02 com Fe fosfato com concentração 1/250 (0,1 g/ml de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> para 25 g/ml de Fe na mistura).
Verificou-se um tamanho médio de partículas de 116 μm e um isolamento médio de 2,44 μm.

Assim, pelas micrografias observa-se que a diminuição da espessura da camada de fosfato que recobre a partícula de ferro depende principalmente da diluição do  $H_3PO_4$  na solução do banho, ou seja, a relação  $H_3PO_4$  / Fe. O tempo de banho também é importante, já que expõem a partícula metálica mais ou menos tempo aos processos eletroquímicos.

Ao se conseguir uma relação de diminuição correta combinada à um tempo de banho adequado, o resultado magnético na amostra será melhor, já que se consegue assim aumentar a permeabilidade magnética e a densidade de fluxo magnético desse material (maior densidade, menos poros, menor resistividade elétrica, logo menores perdas). Porém, como no caso dos materiais apresentados, a grande quantidade de vazios em sua estrutura prejudica tanto às características magnéticas, quanto às mecânicas, isso muito devido à baixa compactibilidade que a camada fosfatizante tende a apresentar na produção dos corpos de prova.

Por fim, a Tabela 12 apresenta um resumo dos valores encontrados em cada uma das análises feitas das micrografias óticas das amostras de referência. Percebe-se que o tamanho médio das partículas SOM-3P estão um pouco abaixo dos dados do fabricante. Já as amostras a base ASC 100.29 apresentam uma diminuição no valor médio, devido aos valores mínimos de partícula encontrados nas análises. Outras informações importantes, que serão discutidos posteriormente, são os tamanhos dos poros e a espessura da camada isolante.

Compósito	Mínimo	Máximo	Médio	Desvio Padrão
	ŀ	Espessura do Isolamen	to das Partículas (µ	m)
SOM-3P	1,08	9,80	3,32	2,50
ASC-29	0,90	1,96	1,34	0,34
FOS-01	1,60	5,90	3,68	1,20
FOS-02	0,92	6,68	2,44	1,40
		Tamanho dos Por	cos / Vazios (μm)	
SOM-3P	21,3	86,1	39,0	16,8
ASC-29	13,0	182,2	53,7	41,5
FOS-01	18,3	168,0	66,8	44,7
FOS-02	15,7	130,0	62,0	32,9
		Tamanho das P	artículas (µm)	
SOM-3P	51,3	426,3	178,6	109,1
ASC-29	36,5	358,0	136,3	84,5
FOS-01	32,7	355,8	118,4	64,0
FOS-02	31,6	402,6	116,2	89,1

Tabela 12 – Resumo dos valores encontrados no processamento digital das micrografias para compor os parâmetros da camada isolante e de tamanho de partículas das amostras referência.

## 4.3.2 SMCs a Base de Fe1/250 (Teste II)

As análises por microscopia ótica deste subcapítulo representam as amostras descritas na Tabela **4**, denominadas de SMC-01 (Fe<sub>1/250</sub>, Zinco e Resina), SMC-02 (Fe<sub>1/250</sub>, Zinco e Sílica), e SMC-4 (FOS-02, Zinco, Sílica e Resina). Já a amostra SMC-03 (FOS-02, Ácido Esteárico e Resina) não foi analisada devido aos resultados magnéticos apresentados ( $B_{max}$  < 300 mT). Assim, a Figura 73 e a Figura 74 apresentam a micrografia destes compósitos.

No caso da imagem microestrutural do compósito apresentado na Figura 73(a) pode-se observar a presença de poros e oxidações excessiva devido à mistura utilizada, principalmente pelo comportamento dos elementos químicos durante o processo de sinterização.



Figura 73 – Imagens da microestrutura (a) SMC-01 e (b) SMC-02. Em (a) verificou-se um tamanho médio de partículas de 92 μm e um isolamento médio de 3,75 μm., já em (b)
 Verificou-se um tamanho médio de partículas de 123 μm e um isolamento médio de 2,68 μm.
 Fonte: Arquivos do Autor.

Na Figura 73(b) já se pode observar uma camada de fosfato sobre as partículas de Fe e a presença dos outros elementos é imperceptível. Outro fator importante, foi que para estes corpos de prova uma maior densidade de a verde foi conseguida (acima de 7,2 g/cm<sup>3</sup>), fazendo com que exista uma menor presença de poros (vazios) no material.

O compósito SMC-4 foi preparado por mistura a seco contendo 95,6% de FOS-04, 1,8% de Zinco, 1,0% de Sílica e 1,6% de Resina Fenólica. A densidade de compactação para este corpo de prova resultou em aproximadamente 7,15 g/cm<sup>3</sup> e a curva de sinterização foi a mesma dos anteriores (patamar 350 °C e atmosfera a ar por 45 minutos, em seguida rampa até 520 °C com atmosfera de Nitrogênio).

A imagem da microestrutura deste compósito é apresentada pela Figura 74, onde podese observar as partículas de Ferro com uma fina camada dielétrica (revestimento isolante). Este recobrimento foi conseguido após uma redefinição das misturas SMC-01 e SMC-02, visto que elas apresentaram características de recobrimento adequadas ao observar suas imagens MEV. Como a Sílica e a Resina têm pontos de fusão mais baixos que o patamar de temperatura de sinterização utilizada, este são difundidos ao redor das partículas e também ocupam espaços que antes eram apenas vazios provenientes da compactação do corpo de prova.



Figura 74 – Imagens da microestrutura da composição **SMC-04**, após sinterização a 520 °C e atacada com Nital 2 %, onde verificou-se um tamanho médio de partículas de 153  $\mu$ m e um isolamento médio de 2,72  $\mu$ m.

Fonte: Arquivos do Autor.

Após este refinamento, o SMC-04 foi o compósito que apresentou os parâmetros magnéticos mais próximos aos do Somaloy, dentre as amostras desenvolvidas e analisadas neste trabalho. Além da alta taxa de saturação magnética (1,27 T a 6 kA/m), apresentou também baixas perdas histeréticas, devido a dois motivos: boa isolação elétrica entre as partículas de ferro; e a quase inexistência de vazios na microestrutura do material, já que a porosidade reduzida resulta no fechamento da rede de poros, impedindo a passagem de oxigênio para o interior da amostra para oxidação.

Análises digitais das imagens micrografias foram feitas a fim de compor uma relação entre largura da camada isolante, presença de poros e tamanho de partícula destes SMCs. Assim, a Tabela 13 especifica um tamanho médio das partículas SMC-04 próximas ao SOM-3P, ou seja, aproximadamente 150 µm. Já as amostras SOM-01 e SOM-02 apresentam valores máximos de partícula inferiores ao SOM-04. Outras informações importantes, que serão discutidos posteriormente, são os tamanhos dos poros e a espessura da camada isolante.

Compósito	Mínimo	Máximo	Médio	Desvio Padrão			
	Espessura do Isolamento das Partículas (µm)						
SMC-01	1,61	7,51	3,75	1,62			
SMC-02	1,12	5,34	2,68	1,02			
SMC-04	1,45	4,07	2,72	1,04			
		Tamanho dos Po	ros / Vazios (µm)				
SMC-01	12,6	46,0	22,8	8,7			
SMC-02	11,2	44,2	22,3	8,1			
SMC-04	8,8	43,1	19,0	6,8			
	Tamanho das Partículas (µm)						
SMC-01	37,1	334,5	92,0	57,0			
SMC-02	26,5	325,0	123,6	62,2			
SMC-04	43,1	372,0	153,1	87,7			

Tabela 13 – Resumo dos valores encontrados no processamento digital das micrografias para compor os parâmetros da camada isolante e de tamanho de partículas dos SMCs.

Ao se relacionar parâmetros como a espessura da camada isolante, a quantidade de poros e tamanho da partícula destes SMCs, conclui-se que valores mínimos de tamanho de partícula afetam diretamente na capacidade de condução magnética do material, devido à dificuldade de se isolar (fosfatizar) estas partículas. A espessura da camada isolante definirá a resistividade elétrica, bem como a possibilidade de contatos metal-metal entre partículas, o que aumentas as perdas por corrente parasita.

## 4.3.3 SMCs por Mistura a Seco (Teste III)

As análises por microscopia ótica das amostras a base da mistura ASC-29 (Tabela **5**) são abordadas pela Figura 75, que corresponde ao SMC-06, pela Figura 76 e Figura 77, correspondendo o SMC-07 e o SMC-08, respectivamente. A partira da análise dessas microscopias se pode observar tanto propriedades comuns aos SMCs como algumas diferenças na estrutura e nas propriedades de isolamento entre as partículas ferromagnéticas, já que estes SMCs não têm o **Fe**<sub>1/250</sub> como partícula base, além de possuírem elementos como o P, Zn e Ni.

A Figura 75 representa a micrografia ótica do SMC-06, sendo possível, através de análise digital, observar parâmetros como espessura da camada isolante, quantidade e tamanho dos poros, além dos tamanhos mínimo, médio e máximo das partículas metálicas presentes na amostra compactada e sinterizada.



Figura 75 – Imagens da microestrutura da composição SMC-06, após sinterização a 520 °C e atacada com Nital 2 %. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 118 μm e um isolamento médio de 1,62 μm.

Fonte: Arquivos do Autor.

A partir dos valores apresentados na Tabela 14, pode-se observar uma espessura de isolamento dielétrico entre 0,87e 2,71  $\mu$ m, tamanho médio de poros de 13,5  $\mu$ m e tamanho médio de partícula metálica de 118,6  $\mu$ m. A densidade do corpo de prova SMC-06 após sinterização foi calculada em aproximadamente 7,44 g/cm<sup>3</sup>, o que corrobora com a pouca presença de poros e também seus tamanhos mínimos e máximos inferiores à amostra FOS-02.

Já a Figura 76 representa a micrografia ótica da amostra SMC-07, pode-se observar uma espessura de isolamento dielétrico entre 0,41e 1,68  $\mu$ m, praticamente a metade dos valores do SMC-06. O tamanho médio de poros foi de 25  $\mu$ m e tamanho médio de partícula metálica de 84,5  $\mu$ m, bem abaixo do valor médio encontrado para o SMC-06. Em relação a densidade do corpo de prova, após sinterização, esta foi calculada em aproximadamente 7,12 g/cm<sup>3</sup>, valor resultante devido ao elevado número de poros presentes na amostra.



Figura 76 – Imagens da microestrutura da composição **SMC-07**, após sinterização a 520 °C e atacada com Nital 2 %. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 84,5  $\mu$ m e um isolamento médio de 1,02  $\mu$ m.

Por fim, a Figura 77 apresenta a micrografia ótica da amostra SMC-08, em que se pode observar uma espessura de isolamento dielétrico entre 0,65 e 2  $\mu$ m, tamanho médio de poros de 10  $\mu$ m e tamanho médio de partícula metálica de 125  $\mu$ m. Já a densidade do corpo de prova após sinterização resultou em 7,28 g/cm<sup>3</sup>, considerando a mesma pressão aplicada na compactação de todas as amostras, ou seja, em torno de 800MPa.

A amostra SMC-08 apresentou uma concentração maior de contatos metal-metal entre as partículas, ao se comparar com as outras amostras a base de ASC-29. Estes contatos acabam por aumentar a circulação das correntes parasitas induzidas no núcleo magnético, durante a passagem do fluxo magnético *B*, já que existem vários caminhos para estas circularem.



Figura 77 – Imagens da microestrutura da composição SMC-08, após sinterização a 520 °C e atacada com Nital 2 %. Verificou-se um tamanho médio de partículas de 125 μm e um isolamento médio de 1,14μm.

Tabela 14 – Resumo dos valores	encontrados no processamento	digital das micrografias para
compor os parâmetros da camada	isolante e de tamanho de partíc	ulas das amostras.

Compósito	Mínimo	Máximo	Médio	Desvio Padrão	
	Espessura do Isolamento das Partículas (µm)				
SMC-06	0,87	2,71	1,62	0,48	
SMC-07	0,41	1.68	1,02	0,34	
SMC-08	0,65	2,02	1,14	0,38	
	Tamanho dos Poros / Vazios (µm)				
SMC-06	8,0	22,4	11,5	5,6	
SMC-07	12,4	51,5	28,0	10,5	
SMC-08	6,5	19,8	10,0	3,0	
	Tamanho das Partículas (µm)				
SMC-06	32,8	301,7	118,6	84,4	
SMC-07	22,8	188,7	84,5	40,0	
SMC-08	30,6	281,2	125,0	67,5	

## 4.4 Caracterização Magnética das Amostras Experimentais

Este subcapítulo apresenta a caracterização magnética (curva de magnetização e perdas por laço de histerese) dos materiais estudados neste trabalho. As medições foram feitas por meio de corpos de prova, os quais são descritos nas Tabelas 3, 4 e 5, e proporcionam a análise das propriedades físicas e magnéticas de cada material, possibilitando assim uma validação/comparativo com resultados existentes na literatura. Inicialmente se faz uma análise dos compósitos desenvolvidos nas etapas I e II da parte experimental.

## 4.4.1 Amostras de Comparação (Teste I)

Para o ensaio de laço de histerese (Curva *B.H*) faz-se necessário a preparação dos corpos de prova em formato de anel, seguindo os procedimentos de enrolamento das espiras do primário e secundário, conforme procedimento descrito na subseção 3.7.1. Posteriormente, um dos equipamentos apresentado na subseção 3.7.3 deverá ser utilizado, dependendo do tipo de curva e parâmetros que se deseja coletar.

Assim, as Figura 78, Figura 79 e Figura 80 apresentam os laços de histerese das amostras SOM-3P, ASC-29 e FOS-02 para as frequências 0,05, 10 e 60 Hz com intensidade de corrente de até 6 kA/m para geração do campo H. A tabela ao lado de cada gráfico apresenta os valores de perdas para as faixas de frequências em que as bobinas foram testadas.



Figura 78 – Laços de histerese da amostra **SOM-3P** e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m.

No caso da amostra SOM-3P (Figura 78), tem-se perdas de 0,0081 W/kg em teste estático (f = 0,05 Hz), perdas de 1,914 W/kg para 10 Hz, e de 18,875 W/kg para 60 Hz, conforme os dados da tabela. Já a coercividade medida foi de 246 A/m, muito próximo ao valor do manual do fabricante, que é de 217 A/m. Em relação ao laço de histerese, foi observado um valor de saturação máxima de 1,4 T com corrente máxima de campo de 6 kA/m.

Já os laços de histerese da amostra ASC-29, Figura 79, apresenta uma perda de 23,836 W/kg, praticamente 2 vezes maior que o valor sugerido para o Somaloy<sup>®</sup> 3P, de acordo com seu manual (12 W/kg na faixa de 60 Hz). O valor de campo coercivo  $H_c$  foi igual a 286 A/m. Todavia, essas perdas elevadas são esperadas para as amostras de ferro puro, justamente pela falta da camada de isolamento dielétrico entre as partículas.



Figura 79 – Laços de histerese da amostra **ASC-29** (ferro puro) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m.

Fonte: Arquivos do Autor.

E na Figura 80, em que se apresentam os laços de histerese da amostra FOS-02 (**F2**<sub>1/250</sub>), pode se verificar valores de densidade magnética máxima  $B_{max}$  cerca de 1/3 dos valores da amostra SOM-3P e ½ da amostra ASC-29. Isso se justifica pela espessura da camada dielétrica, como visto na Figura 72(a e b), bem como pelos valores apresentados na a Tabela 12, além da quantidade e tamanho médio dos poros presentes nesta amostra. Como resultado, tem-que um aumento significativo da resistividade elétrica destes SMCs, aumentando o valor do campo coercitivo quando aplicado uma fonte de campo alternada, além é claro de diminuir a sua permeabilidade relativa.


Figura 80 – Laços de histerese da amostra FOS-02 (Fe fosfatizado) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m. Fonte: Arquivos do Autor.

## 4.4.2 SMCs a Base de Fe<sub>1/250</sub> (Teste II)

A Figura 81, mostra o comportamento da amostra SMC-01 para o teste de curva *B.H*, onde verifica-se um  $B_{max}$  de aproximadamente 0,82 T com perdas máximas de 4,087 W/kg. Esta amostra apresentou um valor de campo coercitivo de 724 A/m, o que é bem elevado, ao se comparar aos 217 do Somaloy<sup>®</sup> 3P. É importante observar que valores elevados de  $H_c$  exigem maior energia da fonte na inversão do momento magnético dos *spins*. Valores altos de perdas e de campo coercivo podem ser observados no laço de histerese quando o mesmo apresenta um achatamento ou alargamento (este comportamento foi explicado na seção sobre perdas), assim, quanto maior for a área sob a curva do laço de histerese, maiores serão os valores de perdas.



Figura 81 – Laços de histerese da amostra **SMC-01** (compósito) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m.

Já a Figura 82 apresenta as curvas histeréticas da amostra SMC-02, onde verifica-se um  $B_{max}$  entre 0,8 T e 0,9 T com perdas máximas de 1,603 W/kg, que são cerca de duas vezes e meia menor que as perdas do SMC-01. Mesmo possuindo valores baixos de perdas por histerese e um baixo campo coercivo, valores baixos de saturação magnética podem acarretar na inviabilidade da utilização do SMC devido à baixa eficiência magnética destes materiais.



Figura 82 – Laços de histerese da amostra SMC-02 (compósito) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m. Fonte: Arquivos do Autor.

Por fim, os laços de histerese medições feitas no corpo de prova (geometria anel) da composição SMC-04 (**Fe**<sub>1/250</sub>, 1,8% de Zinco, 1,0 % de Sílica e 1,6 % de Resina) são mostrados na Figura 83. Como resultado, encontrou-se um  $B_{max}$  de aproximadamente 1,27 T, 15 % menor que o material Somaloy<sup>®</sup> 3P ( $B_{max} = 1,5$  T), porém maiores que as amostras anteriores e com perdas máximas de 9,23 W/kg na *f* de 60 Hz.



Figura 83 – Laços de histerese da amostra **SMC-04** (compósito) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m.

## 4.4.3 SMCs por Mistura a Seco (Teste III)

O gráfico de perdas por laço de histerese da amostra do compósito SMC-06 é mostrado na Figura 84, sendo formado por ferro base ASC-29, mais uma mistura de 1,6% de Zinco, 1,0% de Sílica e 1,8% de Resina-Fenólica. Ao se analisar os lações de histerese é possível observar um comportamento compatível com a amostra SMC-04, já que resultou em um  $B_{max}$  próximo de 1,3 T, e baixas perdas magnéticas. Entretanto, estas perdas aumentam de forma gradativa com o aumento da frequência de campo aplicado.

Este comportamento pode ser explicado pelo aumento no valor coercitivo medido nesta amostra ( $H_c = 346$  A/m), comparado com o SMC-04 ou até mesmo o SOM-3P. Neste caso, as composições de pós metálicos utilizadas, bem como o processo de sinterização acarretou em maiores perdas por correntes parasitas, devido principalmente ao contato meta-metal entre os particulados metálicos.



Figura 84 – Laços de histerese da amostra **SMC-06** (compósito/mistura) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m.

Fonte: Arquivos do Autor.

Já o gráfico de perdas por laços de histerese da amostra SMC-07 (Figura 85), apresenta um comportamento comparável ao SMC-06, porém com uma saturação magnética ( $B_{max} \approx 1$ T). Esse menor valor de saturação de fluxo magnético se justifica principalmente pela densidade de compactação da amostra SMC-07 (7,02 g/cm<sup>3</sup>) em comparação do SMC-06 (7,44 g/cm<sup>3</sup>). O fator densidade de fluxo magnético *vs* densidade da amostra compactada já foi explicado ao se analisar as micrografias óticas das amostras, onde foi observado que a amostra SMC-07 apresentava uma quantidade considerável de poros em sua microestrutura, principalmente quando comparada às amostras SMC-06 e SMC-08.



Figura 85 – Laços de histerese da amostra **SMC-07** (compósito/mistura) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m.

#### Fonte: Arquivos do Autor.

Os laços de histerese da amostra SMC-08, apresentados na Figura 86, mostram um comportamento de poucas perdas em nível CC (0,05 Hz) e 10 Hz, visto que ambas curvas estão sobrepostas. Já para a frequência de 60 Hz as perdas por histerese aumentam consideravelmente, chegando a valores maiores que 28 W/kg. Este comportamento pode ser resultado da falta de isolamento dielétrico entre as partículas metálicas, ou seja, o contato metalmetal que possibilita a circulação de correntes parasitas pelo interior do núcleo. Nesta perspectiva, também se justifica o aumento no valor do campo coercivo  $H_C$ , já que necessitando assim uma maior energia para a reversão do campo magnético H para que se anule o valor de fluxo remanesceste ( $B_r$ ), principalmente quando a frequência tende a aumentar.



Figura 86 – Laços de histerese da amostra **SMC-08** (compósito/mistura) e suas perdas para as frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz com intensidade de corrente de 6 kA/m.

## 5 DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

Neste capítulo são discutidos os resultados obtidos nos experimentos do Capítulo 4, tanto das amostras do Somaloy<sup>®</sup> 1P, 3P e 5P (em anel ou barra) fornecidas pela Höganäs, como dos SMCs desenvolvidos na rota metodológica (Fosfatização, Mistura a Seco, Compactação e Sinterização) apresentada no Capítulo 3. Estes resultados são relacionados entre si e comparados com resultados de outros trabalhos, permitindo assim cumprir os objetivos propostos, bem como estabelecer as conclusões finais desta tese.

## 5.1 Comparação dos Resultados Metalográficos

Como resultado representativo da compactação e da sinterização dos corpos de prova, é apresentado na Figura 87 um resumo das imagens metalográficas dos compósitos desenvolvidos. Em relação às características magnéticas, às que mais se aproximam da amostra (a) SOM-3P foram a do compósito (d) SMC-04 e (e) SMC-06, de acordo com as análises magnéticas feitas anteriormente. No caso do SMC-04, além da utilização de partícula base fosfatizada, que fornece um isolamento consistente a partícula, a utilização da Resina Fenólica (1,6 %) e Sílica (1,0 % em peso) proporcionou um melhor arranjo das partículas no momento da sinterização, bem como o escoamento dessa solução sobre a superfície das partículas.



Figura 87 – Resumo das imagens metalográficas dos SMCs desenvolvidos: (a) **SOM-3P**, (b) **SMC-01**, (c) **SMC-02**, (d) **SMC-04**, (e) **SMC-06**, (f) **SMC-08**, ataque Nital 2 %.

Em relação às amostras fosfatizadas (SMC-01, SMC-02 e SMC-04), sabe-se que a fosfatização além de remover a camada de óxido na superfície do pó, também forma um revestimento isolante de fosfato na superfície da partícula. Todavia, este revestimento isolante reduz significativamente a perda do núcleo de SMCs, e ao mesmo tempo, o fosfato também serve de camada de transição intermediária para algum revestimento orgânico. Estes efeitos, observados nestas amostras corroboram com os resultados obtidos por Long *et al.*, 2022, no estudo sobre as propriedades magnéticas de SMCs com dupla camada isolante.

Assim, ao se verificar as metalografias, a amostra SMC-04 apresenta limites bem definidos entre as partículas, comparáveis com a amostra SOM-3P, mostrando que houve um recobrimento homogêneo de fosfato e o mesmo não foi degradado na sinterização. No caso da amostra SMC-06, esta possui melhor resultado comparada com as amostras às amostras SMC-07 a SMC-10 muito pelo fato desta não possuir Fósforo na sua mistura. Como a adição de Fósforo acaba diminuindo a granulometria (tamanho médio das partículas) destes SMCs, os resultados magnéticos também serão diminuídos.

Já a amostra SMC-06 possui uma microestrutura em que é possível observar aglomerados ao redor das partículas de Fe, bem como a estrutura do grão. As amostras SMC-01e SMC-02 possuem contornos de partícula bem definidos, porém a grande presença de vazios faz com que este material não tenha um comportamento magnético satisfatório, já que a saturação magnética está relacionada diretamente com a densidade.

A Figura 88 apresenta a metalografia ótica da amostra SMC-04 após 90 dias da sua sinterização. Observando a imagem torna-se perceptível a formação de algumas áreas de oxidação entre as partículas ferromagnéticas, bem como a degradação do isolamento dielétrico.



Figura 88 – Metalografia ótica da amostra **SMC-04** após 90 dias da sua sinterização, verificando-se a formação de áreas de oxidação. Ataque Nital 2 %.

Sabe-se que essas regiões em escuro da imagem não se tratam de poros ou vazios, já que na metalografia ótica feita logo após a sinterização da amostra, Figura 87(d), não se observavam essas áreas, nem mesmo o formato mais acentuado do isolamento dielétrico entre os particulados. Duas hipóteses para esse comportamento são apresentadas: uma diz respeito à circulação de oxigênio nestes espaços, a partir de caminhos presentes na microestrutura da amostra; e a segunda corresponde à um efeito oxidativo presente na superfície da partícula metálica, visto que não foi feito algum tipo de desengraxe ou outro tratamento, apenas o processo de fosfatização.

## 5.2 Análise dos Resultados das Amostras Somaloy®

Considerando os resultados obtidos nas análises metalográficas da Figura 57 a Figura 62 (e presentes na Tabela 11), com as caracterizações magnéticas (Figura 64 a Figura 68), podese fazer as seguintes relações:

a) tamanhos de partícula vs coercividade: o aumento da granulometria do pó aumenta a permeabilidade magnética, assim como a sua coercitividade. O tamanho do grão também influencia nas perdas magnéticas (por correntes parasitas), sendo que sua dimensão ideal varia entre 100 e 150 μm (BAS; CALERO; DOUGAN, 2003; SHOKROLLAHI, 2009). Assim, o gráfico da Figura 89 apresenta os comprimentos mínimo, médio e máximo de partículas medidos nas imagens por metalografia ótica das amostras Somaloy<sup>®</sup>, e os relaciona com o valor de coercividade magnética medida na caracterização magnética.



Figura 89 – Gráfico relacionando os tamanhos de partícula vs a coercividade magnética.

Observa-se, assim, tamanhos médios de partícula nos valores de 138, 141 e 116  $\mu$ m, respectivos às amostras 1P, 3P e 5P, sendo que os tamanhos máximos de partícula são de 338  $\mu$ m, 286 e 225  $\mu$ m respectivamente. Ao se relacionar estes valores com as medidas de coercividade, verifica-se que maiores tamanhos de partícula apresentam valores de coercividade maiores. Por exemplo, a amostra 1P e 3P apresentam uma coercividade próxima à 250, entretanto a amostra 5P apresenta um valor de coercividade igual a 208 mas com tamanhos de máximo e médio de partícula menores.

b) tamanhos de poros (vazios) *vs* densidade da peça: A saturação magnética dos materiais SMC é diretamente relacionada com a densidade destes compósitos, devido aos caminhos magnéticos proporcionados pelas partículas. Sabe-se também que a densidade destes compósitos é proporcional a presença de poros na peça sinterizada. É possível comprovar estas afirmações considerando os valores de tamanho dos poros observados nas metalografias, e apresentas no gráfico da Figura 90, com os valores de densidade obtidos das amostras sinterizadas. Assim, esta relação fica evidente na amostra 3P, onde se tem um tamanho máximo de poro de 109 µm e uma densidade de 7,12 g/cm<sup>3</sup>, comparados com 39 µm do 1P e 52 µm do 5P, e ambos com a densidade de aproximadamente 7,5 g/cm<sup>3</sup>. Já em relação a saturação magnética, foram medidos os valores de B<sub>max</sub> = 1,9 T para os 3 tipos de amostra, com permeabilidade máxima de 380, 192 e 266 respectivamente, resultando assim numa diminuição da permeabilidade máxima da amostra 3P.



Figura 90 – Gráfico relacionando os tamanhos de poros *vs* a densidade da peça sinterizada. Fonte: Arquivos do Autor.

c) espessura do isolamento *vs* perdas: considerando que o revestimento isolante tem como principal finalidade aumentar a resistividade e/ou atuação elétrica (isolamento elétrico) entre as partículas do material ferromagnético que é usado no SMC, sua espessura representa um aspecto fundamental para as propriedades magnéticas da peça compactada e sinterizada. Com relação à resistividade elétrica, esta deve possuir valores adequados (e os mais elevados possíveis) com a natureza da aplicação do SMC, principalmente a frequência, já que as perdas por correntes parasitas aumentam com o aumento da incidência de fluxo alternado sobre um núcleo magnético. No caso do Somaloy<sup>®</sup> 1P, 3P e 5P tem-se uma resistividade de 1000, 600 e 700  $\mu\Omega$ .m respectivamente. Neste contexto, verifica-se a que as perdas totais são mais intensas na amostra 3P, justamente a que possui menor resistividade.



Figura 91 – Gráfico relacionando a espessura do isolamento dielétrico vs as perdas totais. Fonte: Arquivos do Autor.

### 5.3 Análise dos Resultados dos SMCs Experimentais

Inicialmente, a formação da camada de recobrimento isolante das partículas de Fe resulta-se da implementação de duas etapas, sendo a primeira o tratamento químico da superfície das partículas, a partir do processo de fosfatização (Teste II), e a segunda via mistura a seco de diferentes pós metálicos em conjunto de elementos químicos adicionais (Teste III).

Assim, o gráfico da Figura 92 relaciona as informações de tamanhos de grão, poros e espessura de isolamento presentes na Tabela 13 (amostras SMC-01, SMC-02 e SMC-03), e na Tabela 14 (correspondentes às amostras SMC-06, SMC-07 e SMC-08), com as análises magnéticas feitas no subcapitulo 4.4.



Figura 92 – Gráfico relacionando os tamanhos de partículas vs a coercividade magnética das amostras SMC das amostras do teste II e III.

#### Fonte: Arquivos do Autor.

Em relação aos tamanhos de partículas, Bas *et al.* (2003) e Shokrollhi (2009) afirmam que partículas menores são mais interessantes para aplicações em mais altas frequências, enquanto que as maiores são preferíveis para às frequências mais baixas de aplicação. A resistividade elétrica também é função do tamanho da partícula, ou seja, menores tamanhos, maiores quantidades de contornos o que causam aumentando da sua resistividade. Entretanto, a diminuição do tamanho da partícula ocasiona um decréscimo da permeabilidade magnética e um aumento da coercitividade. Assim, ao se observar o gráfico da Figura 92, é possível verificar este comportamento, principalmente a relação entre o tamanho médio da partícula e os valores de coercividade dos SMC-06, SMC-07 e SMC-08.

No caso da presença de poros em algumas amostras sinterizadas, o gráfico da Figura 93 apresenta a relação desta com a densidade final do corpo de prova. Como já comentado, o aumento do diâmetro dos poros, bem como a sua quantidade, afeta diretamente na densidade da peça verde, e por consequência a densidade da peça final.

Considerando os SMCs a base de partículas fosfatizadas (Teste II), se verifica uma proximidade entre os valores de poros medidos nestas amostras, bem como os valores de densidade dos corpos de prova compactados. Ao se comparar estes valores com a referência (7,5 g/cm<sup>3</sup>), fica evidente que os pós fosfatizados apresentam maior resistência mecânica na hora da compactação, mesmo quando se utiliza lubrificantes na mistura. Todavia, elementos em excesso como Sílica e Resina também contribuem negativamente, visto que estes possuem peso específico bem inferior à partícula de ferro.



Figura 93 – Gráfico relacionando os tamanhos de poros vs a densidade das amostras SMC dos Testes II e III.



Ao se analisar os SMCs desenvolvidos no Teste III, observam-se que as amostras SMC-06 e SMC-08 apresentam valores médio de poros muito abaixo do SMC-07, o que resulta em uma diferença de densidade a verde de aproximadamente 7 % menor que o valor de referência.

Por fim, a Figura 94 apresenta um gráfico comparativo entre a espessura do isolamento dielétrico e a saturação magnética dos SMCs ao se aplicar uma intensidade de campo magnético de 6 kA/m. No caso dos SMCs base de fosfato, fica evidente a relação entre a espessura do dielétrico e o fluxo magnético máximo ( $B_{max}$ ), principalmente na amostra SMC-01, provando que camadas de isolação muito espessas dificultam o fluxo magnético no interior do material.



Figura 94 – Gráfico relacionando a espessura do isolamento dielétrico vs as perdas das amostras SMC dos Testes II e III.

Porém, o contrário também ocorre, como acontece com as amostras do Teste III, nas quais o  $B_{max}$  possui valores bem abaixo da referência. Primeiramente deve-se observar que estas amostras não possuem uma camada de isolamento de fosfato, apenas elementos de mistura como o Zinco, Fósforo, Sílica e Resina. A Sílica e a Resina não são condutores magnéticos, e o Zinco e o Fósforo acabam por diminuírem a média final da granulometria destes materiais, já que se inserem partícula inferiores aos 100 µm mínimos, diminuíndo a permeabilidade relativa.

## 5.4 Análise do Desempenho Magnético dos SMCs

Em relação ao desempenho magnético dos compósitos desenvolvidos neste trabalho, estes são comparados com curvas magnéticas dos materiais já conhecidos, como do Ferro puro e o SMC Somaloy<sup>®</sup> 700 3P.

## 5.4.1 Comparativo entre as Curvas de Magnetização

Como resultado comparativo entre diferentes curvas de magnetização adquiridas nas leituras efetuadas nos corpos de prova em barra e anel, além de curvas magnéticas de coletadas em outros trabalhos, como o de Ferraris, Pošković e Franchini (2016) e Pošković *et al.* (2018), é apresentado o seguinte gráfico da Figura 95. Para facilitar, a ordem das curvas segue a mesma ordem da legenda. Foram selecionadas as amostras Somaloy<sup>®</sup> 3P (material de referência), Fe puro, SMC-01, SMC-04 e SMC-06, SMC Epóxi e SMC Resina Fenólica, e por fim SMC com 1% de resina fenólica a 700 MPa de compactação.



Figura 95 – Comparação entre as curvas de magnetização dos compósitos desenvolvidos e de outros estudos (com marcação \*), como o de Ferraris *et al.* (2016) e Pošković *et al.* (2018).

A curva denominada Somaloy<sup>®</sup> 3P representa os valores de magnetização encontrados no manual do fabricante. As curvas que mais se aproximam são as SMC Epoxi e SMC Fenólica, com densidade de fluxo magnética máximo  $B_{max}$  de 1,60 e 1,54 T respectivamente. A amostra SOM-3P chegou a um  $B_{max} = 1,48$  T, porém possui uma curva inferior ao da indicada pelo fabricante (curva de referência), devido as dificuldades na etapa de ferro-oxidação). As amostras SMC-04 e SMC-06 veem logo abaixo, com valores de 1,42 e 1,33 T. As curvas mais inferiores representam o Fe puro e a amostra SMC com 1% de resina fenólica compactada a 700 MPa, ambas com valor de  $B_{max} = 1,26$  T. Estes valores de  $B_{max}$  representam as leituras na intensidade de campo *H* de 12 kA/m. As propriedades magnéticas das amostras SMC-Epóxi e SMC-Fenólica, (POŠKOVIĆ *et al.*, 2018) atingem valores magnéticos compatíveis com o Somaloy<sup>®</sup>, como visto no gráfico da Figura 95.

Na região média de saturação magnética do gráfico, se encontra a amostras SMC-04, e logo abaixo a amostra SMC-06. Mesmo a composição a SMC-04 não atingindo os valores da curva de referência, possuindo um  $B_{max}$  16,2 % menor (H = 12 kA/m) esta apresentou valores interessantes de permeabilidade magnética, campo coercitivo baixo e perdas cerca de 50 % menores nas frequências de 10 e 60 Hz. Também se percebe que a amostra SMC-06 atingiu valor de  $B_{max}$  mais abaixo, cerca de 6,8 % comparado com o SMC-04 e 24 % comparado com a curva de referência. Entretanto, suas perdas histeréticas estão entre as mais altas, na faixa de 18 %. A justificativa se dá pelo fato deste compósito utilizar uma mistura de pós metálicos sem uma camada isolante, apenas pelo recobrimento via processo de mistura a seco. Uma oxidação dos particulados, devido ao processo metalúrgico, também surge como uma hipótese para essas excessivas perdas.

Baixos valores de saturação magnética também foram encontrados no trabalho de Ferraris *et al.* (2016), quando este faz uma relação entre a adição de diferentes concentrações de resina fenólica na composição do SMC. Assim, têm-se no gráfico as curvas SMC-0,5%P e SMC-1,0%P, com diferenças perceptíveis em relação ao máximo valor de saturação entre as duas amostras, porém ambas se encontram muito próxima a região de operação magnética do ferro puro. Os resultados deste estudo trazem interessantes análises em relação ao teor de resina fenólica que pode ser adicionada ao compósito. Infelizmente, dados como a permeabilidade magnética e valores de perdas por laço de histerese destes matérias não foram apresentados.

#### 5.4.2 Comparativo entre os Laços de Histerese

Nesta subseção será discorrido sobre as relações entre as curvas de laço de histerese dos diferentes compósitos, importante para avaliar o comportamento magnético nas frequências de 0,05 Hz, 10 Hz e 60 Hz, abordando-se as perdas estáticas e as perdas dinâmicas (10 e 60 Hz).

A Figura 96(a) representa a perdas estáticas dos compósitos a base de fosfato (SMC-01, SMC-02 e SMC-04) em comparação com a amostra SOM-3P (linha na cor verde). Já a Figura 96(b) representa a perdas estáticas dos compósitos por mistura a seco (SMC-06, SMC-07, SMC-08 e SMC-10). Pelos gráficos é possível observar comportamentos compatíveis da amostra SMC-04 e SMC-06 com a curva da amostra SOM-3P. Em relação as propriedades magnéticas, verificou-se uma perda de 0,008 W/kg para a amostra SOM-3P, SMC-04, e SMC-06, a uma densidade máxima de fluxo  $B_{max}$  respectivamente. As maiores perdas ocorreram na amostra FOS-02 e na amostra deASC-01 (Fe puro), como já se era esperado.



Figura 96 – Laços de Histerese das amostras em nível de frequência CC para corpos de prova (a) a base de Fosfato e (b) por mistura a seco.

Fonte: Arquivos do Autor.

Para os compósitos testados nesta etapa, foram obtidos resultados considerados insatisfatórios devido à baixa densidade de fluxo magnético das amostras SMC-01, SMC-02, SMC08 e SMC-10. As amostras SMC-01 e SMC-02 possuem a partícula recoberta por fosfato, porém com maior percentual de Zinco na mistura. Já as amostras SMC08 e SMC-10 apresentam tanto Fósforo quanto Níquel na mistura, fazendo com que a granulometria destas amostras ficasse abaixo dos valores médio recomendados (entre 100 e 150 μm).

Já ao se observar os laços de histerese das Figura 97 e Figura 98 é possível identificar o comportamento típico de amostras que sofrem perdas dinâmicas por correntes parasitas. À medida que se aumenta a frequência de indução do campo magnético, aumentam-se as correntes parasitas, aumentando também a coercividade do material, assim alargando o laço de histerese que consequentemente aumenta sua área sob a curva (que efetivamente corresponde ao total de perdas do material).

Desta forma, na frequência de 10 Hz, a Figura 97 (a) ilustra as perdas dos compósitos a base de fosfato e a Figura 97 (b) mostra a perdas dos compósitos por mistura a seco, todas referenciados comparativamente à amostra SOM-3P. Em relação as propriedades magnéticas, verificou-se uma perda de 1,19 W/kg para a amostra SOM-3P, uma perda de 0,62 W/kg para o compósito SMC-04 e 2,56 W/kg para o SMC-06, a densidade máxima de fluxo  $B_{max}$  de 1,45 T, 1,27 T e 1,25 T respectivamente.



Figura 97 – Laços de Histerese em 10 Hz de frequência para amostras (a) para corpos de prova (a) a base de Fosfato e (b) por mistura a seco.

Fonte: Arquivos do Autor.

Já na frequência de 60 Hz as perdas dos compósitos a base de fosfato são representadas pela Figura 98 (a) e as perdas dos compósitos por mistura a seco são representados pela Figura 98 (b). Nestas medições verificou-se uma perda de 12,87 W/kg para a amostra SOM-3P, uma perda de 9,23 W/kg para o compósito SMC-04 e 18,15 W/kg para o SMC-06, a uma intensidade de fluxo *B* de 1,45 T e 1,25 T respectivamente. As maiores perdas foram observadas pelas amostras SMC-06 e SMC-08, com uma densidade máxima de fluxo  $B_{max}$  de 0,85 T.

Às menores perdas foram de 1,62 W/kg a um  $B_{max}$  de 1,04 T para a amostra SMC-02, e uma perda de 2,43 W/kg a um  $B_{max}$  de 0,68 T para a amostra SMC-10. As baixas perdas também são um resultado das baixas densidades de fluxo induzido que foi possível medir nesse material. Isso é esperado, principalmente pelo fato destas amostras não terem as partículas de ferro revestidas, mas sim um aglomerado de outros componentes, o que diminui sua capacidade de isolamento. Em termos de resistividade elétrica, observou-se um aumentando excessivo de sua resistência quando comparados com os valores de referência, por exemplo. Sabe-se que um determinado valor de resistividade elétrica é importante para evitar a livre circulação das correntes parasitas. Entretanto, essa resistividade deve se dar pela formação da camada isolante (revestimento), e não pelo acúmulo de poros ou mesmo pela oxidação do material, como visto nas análises metalográficas das amostras.



Figura 98 – Laços de Histerese em 60 Hz de frequência para amostras (a) para corpos de prova (a) a base de Fosfato e (b) por mistura a seco.

Fonte: Arquivos do Autor.

Como resultado representativo dos dados obtidos pelas medições magnéticas feitas nas amostras, tanto em termos das curvas de magnetização, bem como dos laços de histerese, a Tabela 15 apresenta um resumo dos parâmetros relevantes de cada uma das amostras desenvolvidas na etapa experimental deste trabalho. Assim, a *Densidade* corresponde ao cálculo da densidade obtida na compactação do anel,  $B_{max}$  é a densidade máxima de fluxo magnético de cada amostra obtida na curva de magnetização, juntamente com o valor da *Permeabilidade Relativa*. Já os valores de *Perdas* totais e *Coercividade* magnética são obtidos pelo laço de histerese da amostra bobinada.

Compósito	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	B <sub>max</sub> * (T)	Permeabilidade Relativa (µ)	Perdas Wtot (W/kg)	Coercividade Hc (A/m)
Somaloy®	7,51	1,5	600	10,08	217
SOM-3P	7,12	1,45	390	12,87	246
ASC-29	7,36	1,12	327	26,33	315
<b>FOS-02</b>	6,52	0,58	104	8,43	429
SMC-01	7,14	0,96	183	5,48	247
<b>SMC-02</b>	7,36	1,04	117	1,62	198
<b>SMC-04</b>	7,15	1,27	352	9,23	244
<b>SMC-06</b>	7,44	1,25	278	18,15	346
<b>SMC-07</b>	7,02	1,12	226	7,13	305
<b>SMC-08</b>	7,38	0,85	147	18,82	342
SMC-10	7,08	0,68	106	2,43	256

Tabela 15 – Tabela resumo com a relação final dos parâmetros magnéticos dos compósitos.

A partir destas informações dispostas na Tabela 15, uma relação entre saturação máxima  $B_{max}$ , permeabilidade e campo coercivo  $H_c$  é mostrado pelo gráfico da Figura 99. A amostra SOM-3P possui uma permeabilidade bem abaixo do esperado, considerando os dados do fabricante, enquanto que os parâmetros como  $B_{max}$ ,  $H_c$  e  $W_{tot}$  não mostram diferenças tão significativas. Uma hipótese para essa diferença de permeabilidade pode-se dar à dificuldade encontrada na etapa de sinterização onde se necessita efetuar uma ferro-oxidação controlada. A segunda hipótese refere-se ao valor mais baixo da densidade do corpo de prova, onde 7,12 g/cm<sup>3</sup> representa uma diferença de compactação na ordem de 7,15 %, correspondendo a uma pressão de compactação de 744 MPa ao invés dos 800 MPa indicados no manual (HOGANAS, 2020).



Para melhorar a análise do gráfico, a ordem das amostras segue a relação Permeabilidade *vs* Coercividade. Como se espera que a permeabilidade magnética do material seja a mais eleva possível, e o campo coercivo o mais baixo possível, uma inversão nessa ordem mostrará que o SMC não possui bom desempenho. Percebe-se, então, que a amostra SMC-04 mantem essa relação, mesmo com valores menores que a amostra SOM-3P. Já a relação entre referente ao corpo de prova a base de ferro puro, ASC-29, é praticamente nula, e as amostras a partir desta apresentaram valores coercitivos sempre maiores que a permeabilidade do material.

## 5.4.3 Análise das Perdas Magnéticas

A perda total dissipada por quilograma de material, P (W/kg), ou simplesmente perda total, de cada um dos diferentes materiais foi obtida para as frequências de 10 Hz e 60 Hz, como pode ser observado no gráfico da Figura 100. Como esperado a partir dos resultados das curvas de histerese apresentados anteriormente, as amostras ASC-29 (ferro puro), SMC-06 e SMC08 (mistura a seco) apresentam elevadas perdas totais em 60 Hz devido à falta de revestimento de fosfato ocasionando o contato metálico das partículas. As perdas totais do compósito SMC-04 aparecem pouco abaixo da referência, entretanto sua intensidade magnética B<sub>max</sub> é inferior.

Também foi observado que uma relação entre as perdas totais e a densidade do corpo de prova, neste caso, não apresentará nenhuma relevância, visto que se tratam de diferentes materiais. É fato que estudos, como Ferraris *et al.* (2016) e Dyer (2021) apresentam uma relação entre estes parâmetros, entretanto busca-se a variação de apenas um dos elementos, como na espessura da camada de revestimento, seja ela a base de fosfato, resina epóxi ou fenólica.



Figura 100 – Gráfico das perdas comparados com a  $B_{max}$  e a densidade de compactação. Fonte: Arquivos do Autor.

As perdas (em W/kg) também podem ser visualizadas pelo gráfico da Figura 101, que apresenta o crescimento das perdas em função do aumento da frequência de indução do fluxo magnético (Fluxo CC, 10 Hz e 60 Hz).



Figura 101 – Gráfico com as perdas totais em função da frequência para um  $H_{max}$  de 6 kA/m. Fonte: Arquivos do Autor.

Ao se observar o SMC-04, ilustrada na linha de cor vermelha, verifica-se que foi a que mais se aproximou do comportamento da linha de referência, em densidade de fluxo magnético, permeabilidade e coercividade, bem como nas perdas. Pode-se assumir, em um primeiro momento, que as amostras SMC-01, SMC-02, SMC-07 e SMC-10 possuem perdas inferiores à referência, por exemplo. Porém, ao se observar as perdas totais em função da sua capacidade de fluxo magnético, conforme a Figura 102, se conclui que apenas SMC-01 e SMC-02 possuem perdas inferiores, já SMC-07, SMC-10 agora aparecem com perdas totais maiores. Assim, um comparativo entre as perdas totais em função de  $B_{max}$ , que representa o final de cada uma das linhas da amostra no gráfico. Salienta-se que os testes foram executados com uma intensidade de campo *H* de 6 kA/m. É possível observar que agora houve uma inversão entre as linhas de perdas do SMC-04 e Somaloy<sup>®</sup>, quando o se limita a um  $B_{max} = 1,4$  Tesla.



Figura 102 – Gráfico das perdas totais em função da indução máxima  $B_{max}$ . Fonte: Arquivos do Autor.

# 6 CONCLUSÃO

O objetivo geral deste trabalho foi de apresentar o estudo e os resultados do desenvolvimento de uma rota alternativa para a produção de SMC de baixo custo através do recobrimento de partículas de ferro ASC 100.29 via fosfatização, bem como a utilização Sílica e Resina, entre outros elementos, para compor uma segunda camada isolante.

A análise da fase de amostragem do material foi utilizada para levantamento das propriedades magnéticas, onde foi possível compará-las com valores obtidos na literatura (seja com trabalhos anteriores ou manual do fabricante). Já em relação a sua microestrutura, análises por MEV e metalografia ótica foram realizados a fim de verificar a efetivação da camada de recobrimento, como sua espessura, presença de poros e contatos metal-metal entre partículas.

Uma atenção especial foi dedicada ao processo de fosfatização, em particular ao teor de fosfato diluído na mistura, ou seja, a relação de ácido fosfórico por quantidade de pó de Ferro (em peso), bem como os tempos totais de exposição das partículas ao banho. Assim, garantindose uma aplicabilidade destes pós fosfatados dentro de uma faixa de condução magnética próximas ao Somaloy<sup>®</sup>. Já fatores de concentrações de elementos químicos inseridos na mistura a seco, como Sílica, Resina Fenólica e outros pós metálicos foram definidos a partir de resultados obtidos tanto em trabalhos de pesquisa como via experimentação.

Considerando as contribuições oriundas deste trabalho, destacam-se:

- O desenvolvimento de uma rota alternativa para a produção de SMCs de baixo custo a partir da utilização de processos simples e de fácil implementação;
- As corretas proporções entre de ácido fosfórico e pó metálico nos banhos fosfatizantes;
- O estudo da adição de elementos não condutores magnéticos na mistura do compósito, como a Sílica e a Resina Fenólica, a fim de compor a segunda camada isolante;
- A adição de outros pós metálicos na mistura, com diferentes granulometrias, de forma a modificar as propriedades mecânicas e magnéticas da peça final;
- A análise comparativa de parâmetros magnéticos entre os SMCs Somaloy<sup>®</sup> e as amostras desenvolvidas;
- O estudo das imagens por metalografia ótica das amostras e as relações entre os tamanhos de partículas, poros e a espessura do isolamento dielétrico entre partículas em função das propriedades magnéticas adquiridas.

Salienta-se que os resultados obtidos nas análises metalográficas das amostras a base de fosfato indicam que houve um acréscimo na espessura dos contornos das partículas metálicas, indicando que ocorreu um recobrimento fino e homogêneo das mesmas. Em relação a adição de elementos orgânicos como a sílica e a resina, houveram boas respostas magnéticas apenas na amostra SMC-04, muito em função dos percentuais utilizados na mistura.

No caso das amostras produzidas apenas pelo método de mistura a seco, sem partícula fosfatizada, verificou-se um aumento elevado nos contatos metal-metal entre partículas, devido às áreas de maior concentração de pós metálicos (aglomerados). Assim, um aumento das perdas por corrente parasita se torna inevitável, conforme observado no compósito SMC-06. Embora outros compósitos provenientes da mistura a seco tenham resultado em perdas totais mais baixas, estes também resultaram em baixa saturação magnética. Isso se deu pelo fato da granulometria destes SMCs serem menores que os outros, muito em função da adição do Zinco e do Fósforo à mistura.

Ao se considerar os resultados obtidos na análise magnética dos corpos de prova, fica evidenciado a necessidade de se ter algum tipo de camada isolante já presente na partícula atomizada, de preferência que resista às temperaturas de sinterização, como ficou comprovado comparando-se os resultados das amostras com revestimento fosfatizante (SMC-01 a SMC-04) aos sem revestimento (SMC-06 a SMC-10).Comparando-se os resultados máximos de fluxo magnético  $B_{max}$  destes SMC, medidos na etapa de caracterização magnética, com valores de SMCs comerciais, verificou-se que estes ficaram abaixo, como no caso do SMC-04 com  $B_{max}$ de 1,27 T e o SMC-06 com 1,25 T.

Na observação dos resultados obtidos na etapa de coleta de parâmetros como densidade de fluxo máxima ( $B_{max}$ ), permeabilidade magnética ( $\mu$ ), coercividade ( $H_c$ ) e perdas totais (P), constatou-se que os compósitos que mantiveram a relação  $\mu/H_c >> 1$  apresentaram baixas perdas para elevados de fluxos magnéticos ( $B_{max} = 1,4$  T). Para aqueles em que o valor de campo coercitivo foi maior que a permeabilidade, altas perdas magnéticas foram identificadas, e mesmo aquelas com poucas perdas mostraram-se ineficientes magneticamente.

Assim, de forma a validar a metodologia utilizada, fez-se um comparativo entre as amostras SOM-3P, SMC-04 e os dados do manual do material da Höganäs. As perdas totais  $W_{tot}$  na frequência de 60 Hz foram de 12,87 W/kg e 9,23 W/kg respectivamente, comparados aos 10,08 W/kg que se espera do Somaloy<sup>®</sup>. A permeabilidade máxima foi de 390 para o SOM-3P e 352 para o SMC-04, contra os 720 do Somaloy<sup>®</sup>, bem como uma com um  $B_{max}$  de 1,45 T e 1,27 Tesla comparado com 1,65 T do material de referência.

Por fim, com base nos estudos realizados e apresentados ao longo dessa tese, sugerese que os seguintes temas sejam avaliados para trabalhos futuros:

- Produzir compósitos à base de fosfato para diferentes concentrações de resina fenólica, bem como a adição de nanopartículas alumina, e de outras composições como ZrO<sub>2</sub>e B<sub>2</sub>O, visando a redução da espessura do revestimento.
- Estudar o desenvolvimento de uma camada de recobrimento utilizando silicatos pelo processo de solgel, mapeando as propriedades metalúrgicas e magnéticas para diferentes concentrações e temperaturas de sinterização.
- Realizar a sinterização dos materiais sob atmosfera oxidativa, não sendo por, avaliando a influência nas propriedades eletromagnéticas e a melhoria na sua resistência mecânica.
- Pesquisar formas de implementar a compactação de peças maiores a partir do compósito desenvolvido, como núcleos de pequenos motores elétricos.
- Investigar com maior profundidade as características magnéticas como saturação magnética e permeabilidade máxima da amostra utilizando a geometria da matriz de compactação retangular.
- Realizar ensaios metalúrgicos com a finalidade de determinar a resistência do material e dos tratamentos de endurecimento superficial.

# 7 REFERÊNCIAS

ANDRADA, P. *et al.* Influence of manufacturing and assembly defects and the quality of materials on the performance of an axial-flux switched reluctance machine. **Energies**, [*s. l.*], v. 12, n. 24, 2019.

APPINO, Carlo. Classical eddy current losses in Soft Magnetic Composites. Journal of Applied Physics, [s. l.], v. 113, n. May 2014, 2013.

BACK, Jaime André; SCHAEFFER, Lírio. Reduction of Magnetic Losses in Soft Magnetic Materials (SMC) composed of an iron particle with a thin layer of phosphate coating and its efficiency in electric motors when applied to a low frequency magnetic field. **Brazilian Applied Science Review - BASR**, [*s. l.*], v. 5, n. 2, p. 850–866, 2021.

BACK, J A; SCHAEFFER, L; GAIO, J C. Study of the electromagnetic properties of soft magnetic composite. Journal of Electrical Systems - JES, [s. l.], v. 1, n. 17, p. 90–104, 2021.

BAS, J. A.; CALERO, J. A.; DOUGAN, M. J. Sintered soft magnetic materials. Properties and applications. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [*s. l.*], v. 254–255, n. 255, p. 391–398, 2003. Disponível em: Acesso em: 3 maio 2023.

BATISTELA, Nelson et al. A Strategy for Iron Losses Separation. PIERS, [s. l.], 2004.

BIRCAKOVA, Zuzana *et al.* Influence of the resin content on the dynamic energy losses in iron-phenol phormaldehyde resin composites. **IEEE Transactions on Magnetics**, [*s. l.*], v. 50, n. 12, 2014.

BIRČÁKOVÁ, Zuzana *et al.* Magnetic properties of Fe-based soft magnetic composite with insulation coating by resin bonded Ni-Zn ferrite nanofibres. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, [s. l.], v. 485, p. 1–7, 2019.

BIRČÁKOVÁ, Zuzana *et al.* Preparation and characterization of iron-based soft magnetic composites with resin bonded nano-ferrite insulation. **Journal of Alloys and Compounds**, [*s. l.*], v. 828, p. 154416, 2020.

BRISSONNEAU, Pierre. Non-oriented electrical sheets. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, [s. l.], v. 41, n. 1–3, p. 38–46, 1984.

BUSCHOW, K. H. J. Concise encyclopedia of magnetic and superconducting materials. 2nd. ed. [*S. l.*]: Elsevier Science, 2005. ISSN 0250-4707. v. 2

CHEN, Yan *et al.* Enhanced magnetic properties of iron-based soft magnetic composites with phosphate-polyimide insulating layer. **Journal of Alloys and Compounds**, [s. l.], v. 813, p. 152205, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152205.

CHEN, Zuhua *et al.* Phosphate coatings evolution study and effects of ultrasonic on soft magnetic properties of FeSiAl by aqueous phosphoric acid solution passivation. **Journal of Alloys and Compounds**, [s. l.], v. 783, p. 434–440, 2019.

CHIAVERINI, VICENTE. Metalurgia do Pó. Édile Serviços Gráficos e Editora Ltda, São Paulo (Brasil), 352p. [S. l.: s. n.], 1992. v. 3<sup>a</sup> ed.

CHIAVERINI, V. Metalurgia do Pó: Técnica e Produtos. 4. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001. v. 3

COEY, J. M. D. Magnetism and Magnetic Materials. [S. l.: s. n.], 2009.

CULLITY, B. D.; GRAHAN, C. D. INTRODUCTION TO MAGNETIC MATERIALS. Seconded. Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc., 2009. *E-book*.

CYR, Charles *et al.* Methodology to study the influence of the microscopic structure of soft magnetic composites on their global magnetization curve. **IEEE Transactions on Magnetics**, [*s. l.*], v. 45, n. 3, p. 1178–1181, 2009.

DANNINGER, Herbert; CALDERON, Raquel; GIERL-MAYER, Christian. **Powder Metallurgy and Sintered Materials**. ULLMANN'S ENCYCLOPEDIA OF INDUSTRIAL CHEMISTRY. [*S. l.: s. n.*], 2017. p. 1–57.

DAROS M T. Recobrimento de Partículas Ferromagnéticas com Óxidos Isolantes via Mistura de Pós a Seco. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, Florianópolis, 2016.

DIAS, M. M. *et al.* Influence of resin type and content on electrical and magnetic properties of soft magnetic composites (SMCs). **Powder Technology**, [*s. l.*], v. 237, p. 213–220, 2013.

DYER, Ben. **Development of Iron-Based Soft Magnetic Composites with Novel Coating Materials**. Dissertation, Department of Engineering, University of Cambridge. 2021.

EVANGELISTA, L. L. *et al.* Developments on soft magnetic composites with double layer insulating coating: Synergy between ZnO and B2O3. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 497, p. 166023, 2020.

FERRARIS, Luca; POŠKOVIĆ, Emir; FRANCHINI, Fausto. New Soft Magnetic Composites for electromagnetic applications with improved mechanical properties. **AIP Advances**, [*s. l.*], v. 6, n. 5, 2016.

FIORILLO, Fausto. Measurements of magnetic materials. Metrologia, [s. l.], v. 47, n. 2, 2010.

FITZGERALD, A. E.; JR., C. K; UMANS, Stephen D. Maquinas Eletricas. [S. l.: s. n.], 2004.

FOCUSSMC. Focussmc-Advantages of soft magnetic composites applied to axial flux motor. 2022. Disponível em: https://www.focussmc.com/axial-flux-machines-so29.html. Acesso em: 11 dez. 2022.

FREITAS, F N C. INFLUÊNCIA DA RECRISTALIZAÇÃO NO COMPORTAMENTO DA TEXTURA CRISTALOGRÁFICA E NAS PERDAS MAGNÉTICAS POR HISTERESE DE UM AÇO ELÉTRICO DE GRÃO NÃO ORIENTADO (GNO). Tese de doutorado pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2011.

GIMÉNEZ, S. *et al.* Effects of microstructural heterogeneity on the mechanical properties of pressed soft magnetic composite bodies. **Journal of Alloys and Compounds**, [*s. l.*], v. 419, n. 1–2, p. 299–305, 2006.

GUERREIRO, Maria Aparecida Vieira. **AVALIAÇÃO DE PROCESSO DE FOSFATIZAÇÃO**. Trabalho de diplomação em Engenharia de Materiais. Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS, Porto Alegre/RS, 2009.

GURU, B. S.; HIZIROGLU, H. R. Electric Machinery and Transformers. [S. l.: s. n.], 2001-ISSN 00135127.v. 3 HEMEIDA, A. *et al.* Applicability of fractional slot axial flux permanent magnet synchronous machines in the field weakening region. **IEEE Transactions on Energy Conversion**, v. 32, n. 1, p. 111–121, 2016.

HENNERON, T.; BENABOU, A.; CLENET, S. Nonlinear proper generalized decomposition method applied to the magnetic simulation of a SMC microstructure. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 48, n. 11, p. 3242–3245, 2012.

HOGANAS.MaterialDataSomaloy®3P.2020.Disponívelem:www.hoganas.com/electromagnetic.Acesso em: 11 out. 2018.

HOGANAS. Processing Guidelines - Somaloy 1P Materials. 2018a.

HOGANAS. Processing Guidelines - Somaloy 3P Materials. 2018b.

HOGANAS. Processing Guidelines - Somaloy 5P Materials. 2018c.

HÖGANÄS AB. Material Data: Somaloy 3P. v. 1, p. 1–11, 2018.

HU, Wentao *et al.* Prepared novel Fe soft magnetic composites coated with ZnO by Zn(CH3COO)2 pyrolysis. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 505, p. 166744, 2020.

HUANG, Maoqin *et al.* Evolution of phosphate coatings during high-temperature annealing and its influence on the Fe and FeSiAl soft magnetic composites. Journal of Alloys and Compounds, [s. l.], v. 644, p. 124–130, 2015a. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2015.04.201. Acesso em: 10 nov. 2018.

HUANG, Maoqin *et al.* Evolution of phosphate coatings during high-temperature annealing and its influence on the Fe and FeSiAl soft magnetic composites. Journal of Alloys and Compounds, v. 644, p. 124–130, 2015b.

ISHIMINE, Tomoyuki *et al.* Material magnético blando, núcleo magnético de polvo, procedimiento para la fabricación de un material magnético blando y procedimiento para la fabricación de un núcleo magnético de polvo. ES 2.537.805 T3. Concessão: 2015.

ISHIZAKI, Toshitaka *et al.* Improving powder magnetic core properties via application of thin, insulating silica-nanosheet layers on iron powder particles. **Nanomaterials**, v. 7, n. 1, 2017.

JACK, L.O.; HULTMAN, A.G. Soft Magnetic Composites - Materials and Applications. [s. l.], p. 516–522, 2003.

KOLLÁR, Peter *et al.* Power loss separation in Fe-based composite materials. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, [s. l.], v. 327, p. 146–150, 2013.

KOPELIOVICH, Dmitri. **Phosphate coating**. [*S. l.*], 2013. Disponível em: http://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=phosphate\_coating. Acesso em: 26 out 2020.

KRISHNAN, R. Permanent Magnet Synchronous and Brushless DC Motor Drives. 1. ed. CRC press., 2017. v. 1

LANDGRAF, F. J. G. Propriedades Magnéticas de Aços para fins Elétricos. 2002

LEE, Sounghun; CHOI, Moosung; KIM, Jongryoul. Magnetic Properties of Pure Iron Soft Magnetic Composites Coated by Manganese Phosphates. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 53, n. 11, 2017.

LEFEBVRE, L. P.; PELLETIER, S.; GÉLINAS, C. Effect of electrical resistivity on core losses in soft magnetic iron powder materials. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 176, n. 2–3, p. 93–96, 1997.

LEI, Jian *et al.* Effects of heat treatment and lubricant on magnetic properties of iron-based soft magnetic composites with Al2O3 insulating layer by one-pot synthesis method. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [*s. l.*], v. 472, n. July 2018, p. 7–13, 2019. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2018.09.125. Acesso em: 1 nov. 2021.

LONG, Haiming *et al.* Effect of Polyimide-Phosphating Double Coating and Annealing on the Magnetic Properties of Fe-Si-Cr SMCs. **Materials**, [s. l.], v. 15, n. 9, 2022.

LUO, Zigui *et al.* Controllable SiO 2 insulating layer and magnetic properties for intergranular insulating Fe-6.5wt.%Si/SiO 2 composites. **Advanced Powder Technology**, [*s. l.*], v. 30, n. 3, p. 538–543, 2019.

LUO, Zigui *et al.* Properties of Fe2SiO4/SiO2 coated Fe-Si soft magnetic composites prepared by sintering Fe-6.5wt%Si/Fe3O4 composite particles. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [*s. l.*], v. 499, n. December 2019, p. 166278, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.166278.

LUO, Dahao; WU, Chen; YAN, Mi. Incorporation of the Fe3O4 and SiO2 nanoparticles in epoxy-modified silicone resin as the coating for soft magnetic composites with enhanced performance. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [*s. l.*], v. 452, p. 5–9, 2018.

MAGNET-PHYSIK. **Remacomp-C**. [*S. l.: s. n.*], 2022. Disponível em: www.magnet-physik.de. Acesso em: 1 nov. 2022.

MAGNETWORLD. **Iron core Material-Somaloy**. 2021. Disponível em: https://docplayer.net/20823110-Iron-core-material-somaloy-unique-magnetic-properties-high-purity-iron-powder-electrically-insulated-surface-result-in.html. Acesso em: 3 out. 2022.

MENG, Bingyang *et al.* Combinatorial surface coating and greatly-improved soft magnetic performance of Fe/Fe3O4/resin composites. **Materials Chemistry and Physics**, v. 242, 2020.

MENG, Bingyang *et al.* Low-loss and high-induction Fe-based soft magnetic composites coated with magnetic insulating layers. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 492, p. 165651, 2019.

NIKAS, Dimitris. Characterization of electrically insulating coatings for soft magnetic composite materials by means of surface sensitive analytical techniques. 2013. 1–96 f. Desertion - Chalmers University of Technology, 2013.

NOWOSIELSKI, R. Soft magnetic polymer-metal composites consisting of nanostructural Febasic powders. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, v. 24, n. 1, p. 68–77, 2007.

OGLE, Kevin; WOLPERS, Michael. Phosphate Conversion Coatings. **ASM Handbook International**, [*s. l.*], v. 13, p. 712–719, 2003.

PAN, Yifan *et al.* Hybrid phosphate-alumina iron-based core-shell soft magnetic composites fabricated by Sol-Gel method and ball milling method. **Metals**, [*s. l.*], v. 10, n. 2, 2020.

PENG, Yuandong *et al.* Fe-based soft magnetic composites coated with NiZn ferrite prepared by a co-precipitation method. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, [*s. l.*], v. 428, p. 148–153, 2017.

PÉRIGO, E. A. *et al.* Past, present, and future of soft magnetic composites. **Applied Physics Reviews**, [*s. l.*], v. 5, n. 3, 2018.

PIRES, WALDIBERTO de LIMA. **ESTUDO DO COMPORTAMENTO DAS PERDAS NO FERRO EM MOTORES DE INDUÇÃO ALIMENTADOS POR CONVERSORES DE FREQÜÊNCIA**. Dissertação de mestrado. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica, Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC, Florianópolis/SC, 2008.

POŠKOVIĆ, Emir *et al.* Innovative Soft Magnetic Composite Materials: Evaluation of magnetic and mechanical properties. **Open Engineering**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 368–372, 2018.

POŠKOVIĆ, Emir *et al.* Recent advances in multi-functional coatings for soft magnetic composites. MDPI, 2021.

POŠKOVIĆ, Emir; FRANCHINI, Fausto; FERRARIS, Luca. Effect of the Insulating Layer on the Properties of SMC Inductors. **Applied Sciences (Switzerland)**, v. 12, n. 17, 2022.

PRASAN K. S.; JOSEPH W. N. Magnetic Materials and Properties for Powder Metallurgy Part Applications. *Em*: POWDER METALLURGY. ASM International, 2015. v. 7, p. 737–754.

RODRIGUES, Daniel. **Processamento de Pós Metálicos e Cerâmicos**. 2021. Disponível em: https://edisciplinas.usp.br/pluginfile.php/5634842/mod\_resource/content/0/Apostila%20Metal urgia%20do%20Po.pdf. Acesso em: 18 set. 2021.

SCHAEFFER, L. MANUFATURA POR CONFORMAÇÃO MECÂNICA - Projetar, Fabricar E Utilizar. 1. ed. Porto Alegre: Editora Imprensa Livre, 2016.

SHEN, T. D.; HARMS, U.; SCHWARZ, R. B. Bulk Fe-based Metallic Glass with Extremely Soft Ferromagnetic Properties. **Materials Science Forum**, v. 386–388, n. January 2002, p. 441–446, 2002.

SHOKROLLAHI, H. The magnetic and structural properties of the most important alloys of iron produced by mechanical alloying. **Materials & Design**, v. 30, n. 9, p. 3374–3387, 2009.

SHOKROLLAHI, H.; JANGHORBAN, K. Soft magnetic composite materials (SMCs). Elsevier, 2007.

SILVEYRA, J. M. *et al.* **Soft magnetic materials for a sustainable and electrified world**. American Association for the Advancement of Science, 2018. Disponível em: http://science.sciencemag.org/. Acesso em: 19 out. 2020. SKARMAN, Bjorn; YE, Zhou; VIDARSSON, Hilmar. **Composición ferromagnética en polvo y un procedimiento para su producción**. ES 2.640.761 T3. Concession: 2017.

SUMITOMO, Electric. 2022. Sumitomo-Soft magnetic composite realizes an axial flux motor with small size and high output. 2022. Disponível em: https://sumitomoelectric.com/products/softmagneticcomposite/axialfluxmotor. Acesso em: 15 dez. 2022.

SUN, Haishen *et al.* Magnetic properties of iron-based soft magnetic composites prepared by utilizing polyimide insulating layer. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 486, p. 165287, 2019.

SUNDAY, K. J.; HANEJKOB, F. G.; TAHERIA, M. L. Magnetic and microstructural properties of Fe3O4-coated Fe powder soft magnetic composites. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 423, p. 164–170, 2017.

SUNDAY, K. J.; TAHERI, M. L. Soft magnetic composites: recent advancements in the technology. **Metal Powder Report**, [s. l.], v. 72, n. 6, p. 425–429, 2017.

TAGHVAEI, A. H. *et al.* Eddy current and total power loss separation in the iron – phosphate – polyepoxy soft magnetic composites. **Materials and Design**, v. 30, n. 10, p. 3989–3995, 2009. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.matdes.2009.05.026.

TORKAMAN, Hossein; GHAHERI, Aghil; KEYHANI, Ali. Axial flux switched reluctance machines: A comprehensive review of design and topologies. **IET Electric Power Applications**, v. 13, n. 3, p. 310–321, 2019.

TOYODA, Haruhisa *et al.* **Proceso para producir material magnético blando, material magnético blando y núcleo de polvo magnetico**. ES 2.381.880 T3. Concessão: 2012.

UMANS, S. D. Máquinas Elétricas. 7. ed. [S. l.: s. n.], 2019.

WANG, Xiaoyuan *et al.* Field-weakening performance improvement of the yokeless and segmented armature axial flux motor for electric vehicles. **Energies**, v. 10, n. 10, 2017. Disponível em: http://dx.doi.org/10.3390/en11082179. Acesso em: 13 dez. 2022.

WANG, Jian *et al.* Performance improvement of Fe–6.5Si soft magnetic composites with hybrid phosphate-silica insulation coatings. **Journal of Central South University**, v. 28, n. 4, p. 1266–1278, 2021.

WOOLMER, TJ; MCCULLOCH, M.D. Analysis of the Yokeless and Segmented Armature machine. **IEEE International Electric Machines & Drives Conference**, v. 1, 704–708, 2007.

WU, Yue *et al.* Chemical coating of crystalline-Fe/amorphous-Fe core-shell structured composites and their enhanced soft magnetic properties. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 494, n. July 2019, p. 165774, 2020. Disponível em: https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2019.165774.

XIA, Chao *et al.* The magnetic properties and microstructure of phosphated amorphous FeSiCr/silane soft magnetic composite. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 474, p. 424–433, 2019.

XIE, Ding Zhou; LIN, Kuan Hong; LIN, Shun Tian. Effects of processed parameters on the magnetic performance of a powder magnetic core. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 353, p. 34–40, 2014.

YE, Zhou; STAFFANSSON, Hanna. Nueva composición de polvo compuesto basado en hierro y método de fabricación para el componente de polvo. ES 2.693.646 T3. 2018.

ZHOU, Bang *et al.* Effects of annealing on the magnetic properties of Fe-based amorphous powder cores with inorganic-organic hybrid insulating layer. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 494, 2020a.

ZHOU, Bang *et al.* Enhanced soft magnetic properties of the Fe-based amorphous powder cores with novel TiO2 insulation coating layer. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 474, p. 1–8, 2019a.

ZHOU, Bang *et al.* Fe-based amorphous soft magnetic composites with SiO2 insulation coatings: A study on coatings thickness, microstructure and magnetic properties. **Ceramics International**, v. 46, n. 9, p. 13449–13459, 2020b.

ZHOU, Bang *et al.* The core-shell structured Fe-based amorphous magnetic powder cores with excellent magnetic properties. **Advanced Powder Technology**, v. 30, n. 8, 1504–1512, 2019b.