

Compósitos de ferrita de Ni-Zn com policloropreno para utilização como materiais absorvedores de radar para a banda S

(S-band radar absorbing materials based on Ni-Zn ferrite and polychloroprene composites)

E. G. Paulo^{1,2}, M. S. Pinho^{1,3}, R. da C. Lima^{1,2}, M. L. Gregori¹, T. Ogasawara²

¹*Instituto de Pesquisas da Marinha, Rua Ipiru Praia da Bica, Ilha do Governador, Rio de Janeiro, RJ 21931-090*

²*Departamento de Metalurgia e de Materiais da COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Centro de Tecnologia, Bloco F, Rio de Janeiro, RJ 21945-970*

³*Instituto de Macromoléculas, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Centro de Tecnologia, Bloco J, C. P. 68525, Rio de Janeiro, RJ
153@ipqm.mar.mil.br*

Resumo

O objetivo deste trabalho foi a obtenção de Materiais Absorvedores de Radar (RAMs) para a faixa de frequência de 2,6 a 4,0 GHz (banda S). A carga magnética adicionada na proporção de 80% em peso à matriz de policloropreno consistiu de uma ferrita de Ni-Zn. O compósito, com espessura de 6 mm, apresentou um bom desempenho como RAM para toda a faixa de frequência analisada com absorção de microondas superior a 96,9% (-15 dB) e com absorção máxima de 99,5% (-25 dB) em 3,2 GHz, viabilizando sua aplicação como revestimento externo em plataformas militares, segundo o ensaio de névoa salina.

Palavras-chave: ferrita Ni-Zn, banda S, RAM, ensaio de névoa salina.

Abstract

The aim of this work was to obtain Radar Absorbing Materials (RAMs) for the frequency range from 2.6 to 4.0 GHz (S-band). The 80 wt.% magnetic filler addition to a polychloroprene matrix was a Ni-Zn ferrite. The composite with 6 mm thickness showed a good RAM performance for the whole range of frequency analyzed, with a microwave absorption greater than 96.9% (-15 dB), emphasizing the greatest absorption of 99.5% (-25 dB) at 3.2 GHz, allowing its use as an external coating for naval applications, in accordance with the salt spray testing.

Keywords: Ni-Zn ferrite, S-band, RAM, salt spray testing.

INTRODUÇÃO

A invisibilidade de plataformas militares ao radar, através do emprego de materiais absorvedores de microondas (RAMs, "Radar Absorbing Materials") é de suma importância para a redução da Seção Reta Radar (RCS, "Radar Cross Section") [1-3].

Um RAM deve ser constituído por compostos com elevada perda de energia, que absorvam a radiação incidente em frequências sintonizadas e dissipem a energia absorvida sob a forma de calor, inibindo a energia necessária para o sinal de eco de detecção por radar [3, 4]. Os RAMs são recobrimentos cujas propriedades elétricas e magnéticas podem ser alteradas de forma a permitir a absorção de microondas em frequências específicas ou em um espectro de frequência mais amplo. Um RAM ideal deve apresentar como características principais a

durabilidade, baixa densidade, baixo custo, a abrangência de uma ampla faixa de frequência e ser de fácil aplicação [3].

Dentre as matrizes poliméricas empregadas para a confecção dos RAMs, os elastômeros apresentam como vantagens a elevada flexibilidade e resistência a intempéries. O policloropreno (CR) é um elastômero que por apresentar elevada resistência à atmosfera salina, torna-se adequado para inúmeras aplicações navais [3].

As ferritas são materiais cerâmicos com propriedades magnéticas, que devido às possíveis combinações de composições químicas e estruturais, podem ser utilizadas em várias aplicações específicas, tais como RAMs. Para cada tipo de estrutura cristalina (espinélio, granada e hexagonal) o ajuste das propriedades magnéticas possibilita a absorção de microondas em diferentes frequências [5-11].

As ferritas duras como as hexaferritas de bário dopadas com cobalto e titânio (Co-TiBaHF) incorporadas em matrizes poliméricas têm sido utilizadas como RAMs para a faixa de frequência de 8 a 16 GHz (banda Ku) [3-6, 9].

As ferritas macias como as de níquel e zinco (Ni-Zn) são compostos do tipo espinélio, com estrutura cúbica, isomórficos ao mineral $MgAl_2O_4$, que exibem uma magnetização permanente, denominada de ferrimagnetismo [2, 7, 12]. Estes produtos foram aditivados ao CR, resultando na obtenção de RAMs para a faixa de frequência de 2,6 a 4,0 GHz [3].

O objetivo deste trabalho consistiu na obtenção de um Material Absorvedor de Microondas (RAM), que apresentasse uma absorção de microondas superior a 95% na faixa de frequência de 2,6 a 4,0 GHz, para ser utilizado como revestimento externo em partes estratégicas de plataformas militares.

MATERIAIS E MÉTODOS

Produtos Químicos

A composição estequiométrica da ferrita de Ni-Zn obtida pelo processo de mistura/moagem correspondeu a de $Ni_{0,32}Zn_{0,64}Mn_{0,04}Fe_{2,00}O_{4,00}$. Os demais reagentes empregados, como os aditivos de vulcanização e o policloropreno (Neoprene W da Du Pont, densidade 1,21 g/cm³, peso molecular ponderado médio (M_w) 440.000), foram utilizados como adquiridos [3].

Obtenção dos Compósitos com o Policloropreno

As ferritas foram misturadas com o policloropreno, com adição dos agentes de vulcanização, resultando na composição percentual em peso 80:20 da ferrita de Ni-Zn:CR (% em peso) [3, 6].

As misturas físicas (blendas) foram realizadas em um misturador de cilindros Berstorff à temperatura ambiente e com velocidades de 22 e 25 rpm (anterior e posterior), de acordo com os procedimentos clássicos empregados pela

indústria de borracha. As blendas foram moldadas por compressão a 150 °C e 6,7 MPa. Os corpos de prova foram obtidos sob a forma de tapetes vulcanizados, com dimensões de 8,0 x 4,0 cm e espessuras variadas [2, 3, 6].

Análise Morfológica por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM)

A observação micromorfológica das amostras, sob a forma de pós, bem como a dispersão em CR foram realizadas pelo emprego de microscópios eletrônicos de varredura LEICA S440 e JEOL JSM-5300, ambos utilizando o detetor de elétrons secundários.

Determinação do Diâmetro Médio de Partículas (Dv 0,5)

O diâmetro que representa a mediana (Dv 0,5), foi determinado no Analisador de Tamanhos de Partículas por Difração a Laser da Mastersizer Microplus (MAF 5001) da Malvern Instruments [3].

Método de Transmissão/Reflexão (T/R)

A permeabilidade e permissividade complexas (μ_r^* e ϵ_r^* , respectivamente) foram determinadas, a partir de dados de espalhamento, empregando-se o analisador vetorial de redes HP 8510, que determina as perdas de inserção e retorno em magnitude e fase de amostras submetidas a teste (SUT, Sample Under Test), pela comparação entre o sinal transmitido pela SUT e o refletido na sua entrada [3, 7, 13]. O guia de ondas utilizado apresentou dimensões de 7,5 x 3,5 cm.

Ensaio de Resistência à Névoa Salina

O teste realizado para a avaliação da resistência a intempéries consistiu do Ensaio de Exposição à Câmara de

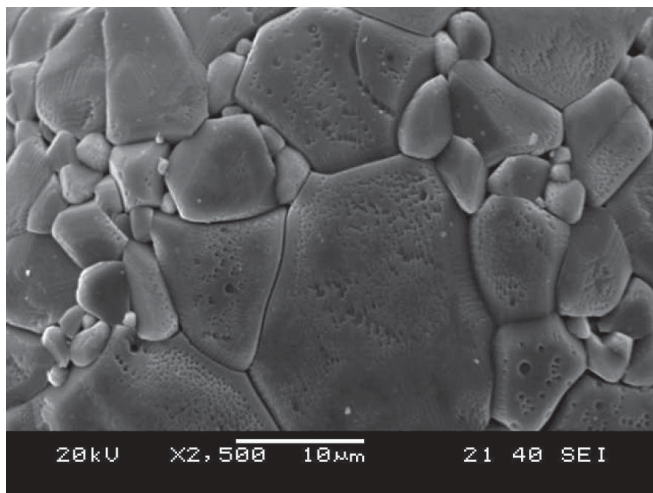
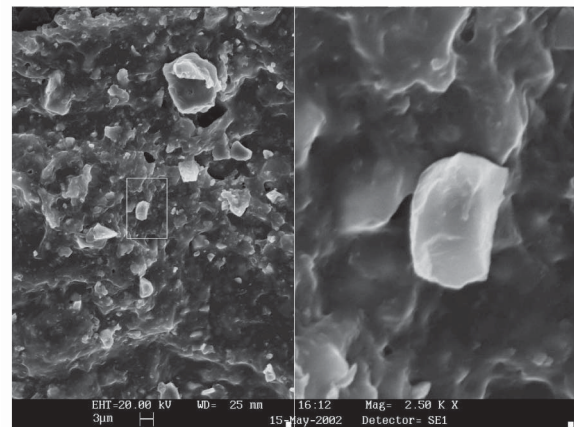


Figura 1: Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura das partículas de ferrita de Ni-Zn, com o aumento de 2.500 vezes.

[Figure 1: SEM picture of Ni-Zn ferrite particles, magnification of 2,500.]



(a) 2.500 X

(b) 17.500 X

Figura 2: Imagens de microscopia eletrônica de varredura obtidas pela fratura crioscópica do compósito de Ni-Zn:CR (80:20, % em peso), com os respectivos aumentos.

[Figure 2: SEM pictures of cryofractured samples of Ni-Zn:CR (80:20, wt. %), with corresponding magnifications.]

Névoa Salina Druckwal, modelo CA-680. Este ensaio foi realizado segundo a norma ASTM B-117-90, com o intuito de avaliar a resistência de materiais à atmosfera salina de cloreto de sódio (NaCl). O tempo deste ensaio foi de aproximadamente 744 h, equivalente a 31 d [14].

Após exposição dos materiais à câmara de névoa salina, os corpos de prova foram lavados com água destilada, para remover o excesso de cloreto de sódio remanescente, com posterior secagem em estufa a 80 °C por 48 h.

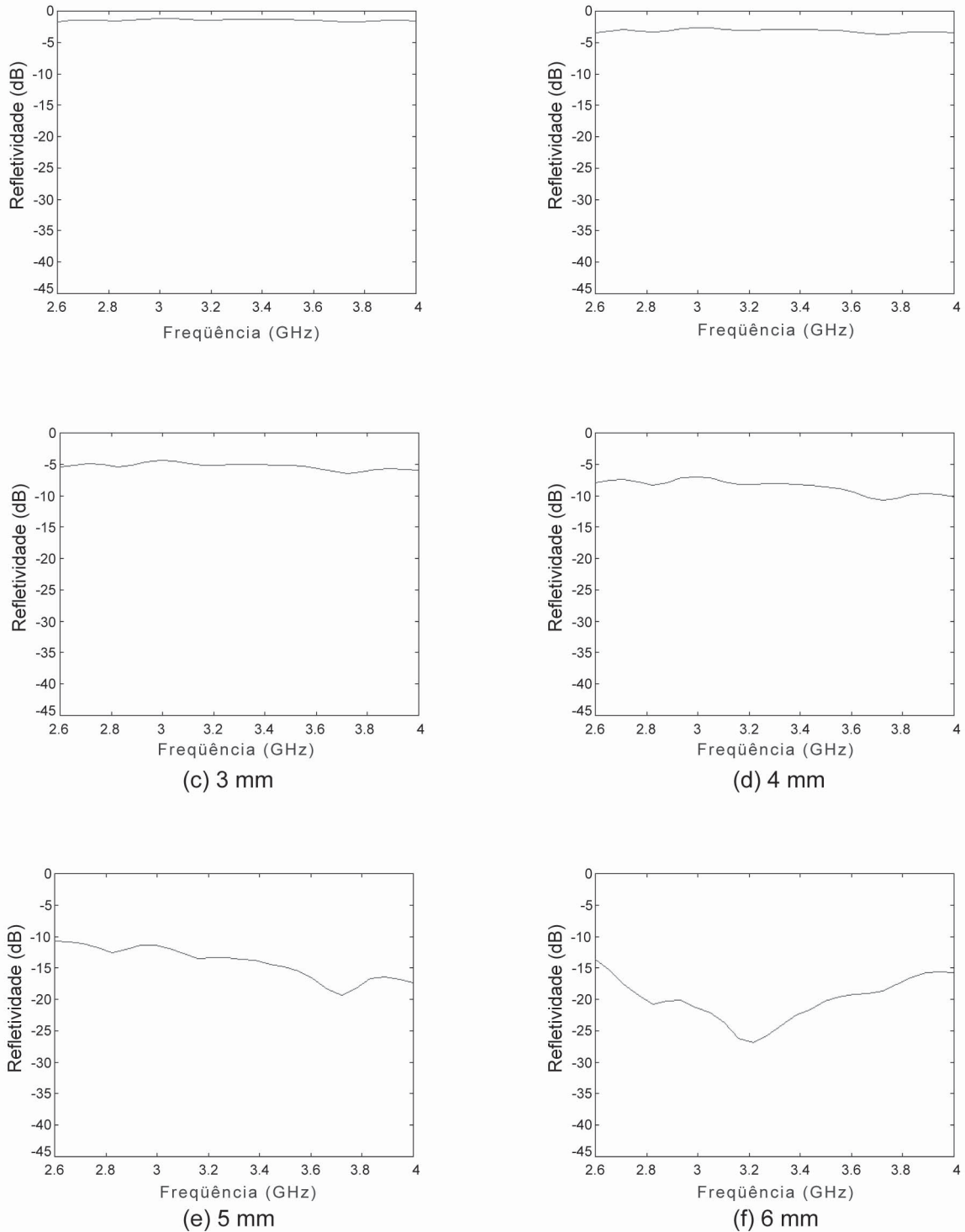


Figura 3: Influência da espessura nas medidas de refletividade (dB) para os compostos de Ni-Zn:CR (80:20, % em peso).

[Figure 3: Thickness effect on the reflectivity measurements (dB) for Ni-Zn:CR composites (80:20, wt. %).]

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Pela análise da Fig. 1 pode ser observada uma heterogeneidade de tamanhos de partículas, comum em processos físicos de mistura/moagem, largamente empregados pela indústria de cerâmicas magnéticas [3, 11].

Pelas imagens obtidas pode ser observada a morfologia cúbica para as partículas da ferrita, que apresentam grande tendência à aglomeração. Esta tendência pode justificar o elevado valor obtido de 83,46 μm para $D_v 0,5$.

A Fig. 2 apresenta as imagens de microscopia eletrônica de varredura, obtidas pela fratura crioscópica, ilustrando a dispersão das partículas da ferrita de Ni-Zn na matriz de CR.

Conforme a Fig. 2, pode ser observada uma boa dispersão destas partículas no CR, ilustrada pela individualização das mesmas, apesar do elevado carregamento empregado (80% em peso) e da grande tendência do pó à formação de aglomerados. Tal comportamento pode ser atribuído à adsorção do polímero na superfície das partículas sólidas, que propicia uma maior dispersão das partículas magnéticas, devido principalmente à repulsão por impedimento estérico, além da presença de forças de cisalhamento no misturador de cilindros [15].

A Fig. 3 ilustra o efeito da espessura nas medidas de refletividade para os compósitos de Ni-Zn:CR (80:20).

Pelos resultados apresentados na Fig. 3, pode ser observado um aumento da absorção de microondas com o aumento gradativo da espessura. O emprego das espessuras de 5 e 6 mm resultou no melhor desempenho destes compósitos como RAMs. Na Fig. 3f pode ser observada uma absorção máxima de 99,5% (-25 dB) em aproximadamente 3,2 GHz.

Este compósito apresentou uma absorção superior a 96,9% (-15 dB) para toda a faixa de frequência analisada.

A resistência do compósito de Ni-Zn:CR (80:20) à atmosfera marítima foi avaliada pelas medidas de refletividade após

exposição ao ensaio de névoa salina, conforme ilustra a Fig. 4.

De acordo com os resultados obtidos, não foi observada mudança significativa nas curvas de refletividade após exposição a este ensaio, indicando o emprego deste compósito como um eficiente RAM em plataformas militares para a faixa de frequência analisada.

CONCLUSÕES

O compósito 80:20 de Ni-Zn:CR com espessura de 6 mm apresentou o melhor desempenho como RAM com absorção superior a 96,9% (-15 dB), para a faixa de 2,6 a 4,0 GHz (banda S), além de oferecer boa resistência à atmosfera salina, sugerindo seu emprego como um eficiente RAM em partes estratégicas de plataformas militares.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Centro de Tecnologia Mineral (CETEM) pelas análises de MEV e ao Centro de Pesquisas de Energia Elétrica (CEPEL) pelos ensaios de névoa salina.

REFERÊNCIAS

- [1] R. N. Johnson, RF Products Technical Bull. (2000) 1-2.
- [2] W. Grünberger, B. Springmann, M. Brusberg, M. Schmidt, R. Jahnke, "Rubber bonded ferrite layer as a microwave resonant absorber in a frequency range from 3 up to 16 GHz", J. Magn. Magn. Mater. **101** (1991) 173-174.
- [3] M. S. Pinho, "Materiais absorvedores de radiação eletromagnética em matrizes de policloropreno", Tese de Doutorado, IMA-UFRJ, Rio de Janeiro, R J (2002) 550 p.
- [4] H. Zhang, L. Zhichao, Y. Xi, "Complex permittivity, permeability and microwave absorption of Zn- and Ti-

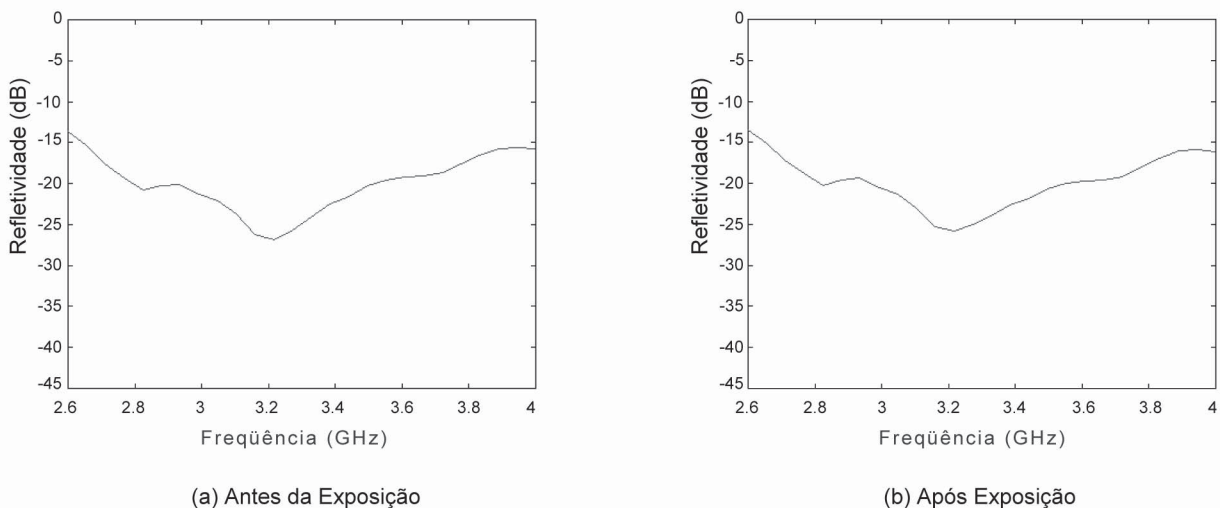


Figura 4: Curvas de refletividade (dB) em função da frequência (GHz) para o compósito de Ni-Zn:CR (80:20, % em peso) com espessura de 6 mm (a) antes e (b) após exposição.

[Figure 4: Reflectivity (dB) as a function of frequency (GHz) for Ni-Zn:CR composite (80:20, wt. %), (a) before and (b) after exposition.]

- substituted barium ferrite by citrate sol-gel process”, *Mater. Sci. Eng. B* **96** (2002) 289-295.
- [5] Y. Li, R. Liu, Z. Zhang, C. Xiong, “Synthesis and characterization of nanocrystalline $\text{BaFe}_{9.6}\text{Co}_{0.8}\text{Ti}_{0.8}\text{O}_{19}$ particles”, *Mater. Chem. Phys.* **64** (2000) 256-259.
- [6] M. S. Pinho, M. L. Gregori, R. C. R. Nunes, B. G. Soares, “Performance of radar absorbing materials by waveguide measurements for X and Ku-band frequencies”, *Eur. Polymer J.* **38**, 11 (2002) 2321-2327.
- [7] S. C. Gupta, N. L. Agrawa, “Broad band thin sheet absorbers for S-, C-, X- and Ku- bands”, *J. IETE* **39** (1993) 197-200.
- [8] S. A. Papoullas, H. S. Wayne, “Radar absorber”, U.S. Patent 5,147,718 (1992).
- [9] I. Nedkov, A. Petkov, V. Karpov, “Microwave absorption in Sc- and CoTi- substituted Ba hexaferrite powders”, *Trans. Magnetics* **26**, 5 (1990) 1483 -1484.
- [10] R. C. Lima, “Efeito da substituição de bário por lântânio-sódio nas propriedades absorvedoras de microondas da hexaferrita de bário do tipo M”, Dissertação de Mestrado, COPPE-UFRJ, Rio de Janeiro, RJ (2002) 100 p.
- [11] J. L. Forveille, L. Olmedo, J. Raby, “Organic materials filled with ferrite powder for electromagnetic compatibility”, *J. Physique IV* **7** (1997) C1-427/8.
- [12] M. Pardavi-Horvath, “Microwave applications of soft ferrites”, *J. Magn. Magn. Mater.* **215** (2000) 171-183.
- [13] J. Baker-Jarvis, M. D. Janezic, J. H. Grosvenor, R. G. Geyer, “Theory for coaxial line and rectangular waveguide measurements of permittivity and permeability”, NIST Technical Note 1355-R (1993) 40-51.
- [14] American Society for Testing and Materials, vol. 02.05, Philadelphia, 1990 - Método ASTM B 117-90, “Standard Test Method of Salt Spray (Fog) Testing”.
- [15] M. S. Pinho, R. C. Lima, T. Ogasawara, F. T. Silva, “Influência nas medidas de refletividade do efeito de dispersão de partículas ferrimagnéticas em matrizes poliméricas”, *Pesquisa Naval* **16** (2003) 73-80.
(*Rec. 19/08/03, Rev. 05/11/03, Ac.12/04/04*)