



MINISTÉRIO DA CIÊNCIA, TECNOLOGIA, INOVAÇÕES E COMUNICAÇÕES
INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS

VERIFICAÇÃO EXPERIMENTAL DA RELAÇÃO ENTRE PERCOLAÇÃO ELÉTRICA E DIMENSÃO DE PARTÍCULAS DE FERROCARBONILA

**RELATÓRIO FINAL DE PROJETO DE INICIAÇÃO CIENTÍFICA
(PIBIC/INPE/CNPq)**

Thayna Cantos Pizol (UNIP, Bolsista PIBIC/CNPq)
E-mail: thaynapizol2016@hotmail.com

Mauricio Ribeiro Baldan (CTE/LAS/INPE, Orientador)
E-mail: baldan@las.inpe.br

COLABORADORES

Dr. Sandro Fonseca Quirino (CTE/LAS/INPE)
Ana Paula Silva de Oliveira (CTE/LAS/INPE)

Julho de 2019

RESUMO

Na faixa de frequência das micro-ondas, Materiais absorvedores de radiação eletromagnética (MARE), devido a sua infinidade de aplicações, tais como reduzir a interferência e compatibilidade eletromagnética tem atraído grande atenção nas aplicações militares e civis, devido ao grande aumento de problemas referentes à interferência eletromagnética que causam mau funcionamento entre dispositivos eletrônicos e efeitos prejudiciais à saúde. MARE têm aplicações e um grande potencial tecnológico em várias áreas, dentre elas a aeronáutica e aeroespacial, foco e objetivo deste trabalho que se tem produzido e caracterizado amostras de compósito polimérico de borracha de silicone e ferrocarbonila (FC). Foram avaliados diferentes tipos de particulados, com granulometrias de três dimensões diferentes $D1 \geq 63$ (μm), $53 \leq D2 < 63$ (μm) e $25 \leq D3 < 53$ (μm) em função da variação de concentração e da espessura das amostras. A caracterização estrutural e morfológica dos particulados de FC foram realizadas por meio das técnicas de Difractometria de Raios-X (DR-X) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). A caracterização do potencial de atenuação eletromagnética dos compósitos produzidos foram avaliados por meio do Analisador Vetorial de Redes (VNA) na faixa de frequência referente à Banda-X (8,2 – 12,4 GHz). Os resultados indicam que a amostra com 2,0 mm de espessura, granulometria de $25 \leq D3 < 53$ (μm), contendo a maior concentração em peso de ferrocarbonila utilizado neste trabalho, exibiram valores promissores, nas medidas de refletividade com extensão a análise de percolação elétrica em referência a valores de permissividade, para agir como um atenuador de radiação eletromagnética.

Palavras-chave: Banda – X. Ferrocarbonila. Interferência Eletromagnética. Materiais absorvedores de radiação eletromagnética.

LISTA DE FIGURAS

	<u>Pág.</u>
Figura 3.1 - Representação estrutural da Ferropentacarbonila	4
Figura 3.2 - Processo de purificação da ferropentacarbonila	4
Figura 3.3 - Processo final de decomposição da ferropentacarbonila para a fabricação da ferrocronila em pó	5
Figura 3.4 - Representação esquemática dos sinais emitidos por um Analisador de Rede Vetorial.....	6
Figura 3.5 - Medições pelo método NRW	7
Figura 3.6 - Experimento de refletividade.....	7
Figura 3.7 – Representação de um sistema sem (A) e com percolação por ligação (B)	10
Figura 4.1 - Micrografias eletrônicas dos tipos de pós de ferrocronila: duro (A) e macio (B)	11
Figura 4.2 - Modelos estruturais e dimensões das mostras de 1 a 6 mm	13
Figura 4.3 - Fluxograma	14
Figura 5.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da ferrocronila	15
Figura 5.2 - Difratomia de raios-X da ferrocronila	16
Figura 5.3 – Permissividade elétrica das amostras com concentrações de 40% de FC e granulometria de $25 \leq D3 < 53$ (μm).....	18
Figura 5.4 - Permissividade elétrica das amostras com concentrações de 50% de FC e granulometria de $25 \leq D3 < 53$ (μm).....	19
Figura 5.5 - Permissividade elétrica das amostras com concentrações de 60% de FC e granulometria de $25 \leq D3 < 53$ (μm).....	19
Figura 5.6 - Permissividade elétrica das amostras com concentrações de 70% de FC e granulometria de $25 \leq D3 < 53$ (μm).....	20
Figura 5.7 – Condutividade das amostras com concentrações de 40% a 70% de FC com granulometria de $25 \leq D3 < 53$ (μm).....	22
Figura 5.8 - Resultado de refletividade na concentração de 40% na espessura de 3mm	23

Figura 5.9 - Resultado de refletividade na concentração de 50% na espessura de 3mm	24
Figura 5.10 - Resultado de refletividade na concentração de 60% com espessura de 2mm.....	25
Figura 5.11 - Resultado de refletividade na concentração de 60%, com espessura de 3mm.....	26
Figura 5.12 - Resultado de refletividade na concentração de 70%, com espessura de 2mm.....	27

LISTA DE TABELAS

	<u>Pág.</u>
Tabela 3.1 - Relação da Atenuação da radiação e absorção da radiação incidente	8
Tabela 4.1 - Amostras preparadas	12

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

INPE	INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS
MARE	MATERIAIS ATENUADORES DE RADIAÇÃO ELETROMAGNÉTICA
VNA	VECTOR NETWORK ANALYZER
MEV	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA
DR-X	DIFRATOMETRIA DE RAIO-X
NRW	NICOLSON ROSS WEIR
FC	FERROCARBONILA

LISTA DE SÍMBOLOS

ϵ'	PERMISSIVIDADE ELÉTRICA – EFEITO CAPACITIVO
ϵ''	PERMISSIVIDADE ELÉTRICA – EFEITO DISSIPATIVO
ϵ_0	PERMISSIVIDADE ELÉTRICA DO VÁCUO
Hz	HERTZ
σ	CONDUTIVIDADE ELÉTRICA

SUMÁRIO

	<u>Pág.</u>
1 INTRODUÇÃO.....	1
2 OBJETIVOS DO TRABALHO	2
2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	2
3 Fundamentação teórica	3
3.1 Ferrocarbonila.....	3
3.2 Caracterização Eletromagnética	5
3.3 Percolação Elétrica e Condutividade	9
4 Materiais e métodos.....	10
5 Resultados e discussões	15
5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura	15
5.2 Difratomia de Raio-X	16
5.3 Caracterização Eletromagnética das amostras	17
5.3.1 Permissividade elétrica complexa e limiar de percolação elétrica.....	17
5.3.1.1 Valores de permissividade imaginaria amostras de 40%.....	18
5.3.1.2 Valores de permissividade imaginaria amostras de 50%.....	18
5.3.1.3 Valores de permissividade imaginaria amostras de 60%.....	19
5.3.1.4 Valores de permissividade imaginaria amostras de 70%.....	20
5.3.1.5 Resultados associado ao limiar de percolação elétrica	21
5.3.2 Refletividade	22
5.3.2.1 Resultados significativos de refletividade das amostras de 40%	23
5.3.2.2 Resultados significativos de refletividade das amostras de 50%	24
5.3.2.3 Resultados significativos de refletividade das amostras de 60%	25
5.3.2.4 Resultados significativos de refletividade das amostras de 70%	26
6 CONCLUSÃO	28
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	29

1 INTRODUÇÃO

Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética (MARE) apresentam uma infinidade de aplicações, isto é, constituem característica de reduzir a interferência e compatibilidade eletromagnética em dispositivos eletrônicos modernos e em sistemas de telecomunicações, também são utilizados no revestimento de câmeras anecóicas e em aplicações militares [8].

Pesquisas estão sendo realizadas sobre MARE, há muitos anos, com a intenção de minimizar problemas que a interferência eletromagnética, pode causar em muitas áreas tecnológicas. Desta forma, materiais diretamente utilizados como Sistema de Blindagem Eletromagnética é uma realidade já há alguns anos [9], no Brasil esta tecnologia está em desenvolvimento [1,12]. Estes materiais têm aplicações em várias áreas dentre elas a área espacial [1], foco deste trabalho. Com isso Materiais magnéticos têm sido estudados e utilizados como material atenuador de radiação micro-ondas devido a sua eficiência na blindagem [10,11].

Dependendo da aplicação final, MARE podem ser produzidos em diferentes formas, usualmente são obtidos pela dispersão de um ou mais tipos de centros absorvedores em matrizes poliméricas, como por exemplo, borracha de silicone e resinas epóxi. Como centros absorvedores, quando atingidos por uma onda eletromagnética apresentam perdas dielétricas e/ou magnéticas, estes são ferritas, ferrocarbonila (FC), polímeros condutores e materiais carbonosos [2,3]. Compósitos absorvedores baseados em ferrocarbonila apresentam algumas vantagens como atuação em banda larga de frequência, menor espessura e banda larga de atenuação, embora possua alta massa específica [4]. Além disso, a FC possui alta temperatura de Curie e elevada intensidade de magnetização de saturação específica, sendo amplamente utilizada como centro absorvedor de micro-ondas na faixa de frequências de 2 a 18 GHz, quando inserida em uma matriz polimérica [5].

Em conjunto, a percolação tem sido útil no estudo de fenômenos de nível macroscópico, como a condução elétrica de uma mistura, [6]. Panina et al. [7] Deste modo, este trabalho se entende a verificação experimental da relação

entre a concentração e granulometria do pó de FC disperso em matriz de silicone em função do limiar de percolação. Neste sentido, este trabalho propõe um estudo sistemático do compósito ferrocarbonila/Silicone (MARE) com diferentes concentrações e espessuras, na região da banda X. Este projeto fará uso de uma FC produzida e comercializada pela BASF.

2 OBJETIVOS DO TRABALHO

De maneira geral, este projeto tem seu foco no desenvolvimento de materiais para compro sistemas de blindagem eletromagnética para serem utilizados em ambiente aeronáutico e aeroespacial, bem como contribuir com o desenvolvimento desta tecnologia no Brasil.

Minuciosamente, verificar experimentalmente a influência do tamanho do particulado e a relação destes com as propriedades eletromagnéticas que faz abrangência ao limiar de percolação elétrica do compósito ferrocarbonila/Silicone, na região das micro-ondas, na faixa de 8,2 GHz a 12,4 GHz.

2.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Produzir amostras de compósito polimérico a base de FC com granulometrias diferentes, dispersos em concentrações com percentual variado, na matriz dielétrica de silicone;
- Caracterização morfológica e estrutural dos particulados de ferrocarbonila, por meio das técnicas de Difração de Raio-X e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) com Emissão de Campo;
- Caracterizar a permissividade elétrica das (amostras) e assim, analisar a influência das variações de concentração, tamanhos de particulados e espessuras das amostras em relação ao comportamento eletromagnético que faz abrangência ao limiar de percolação elétrica;
- Caracterizar a refletividade das amostras na faixa de frequência referente à Banda-X, analisando a potencial aplicabilidade destes compósitos como blindagem eletromagnética e atenuador de onda eletromagnética no setor aeronáutico e aeroespacial.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

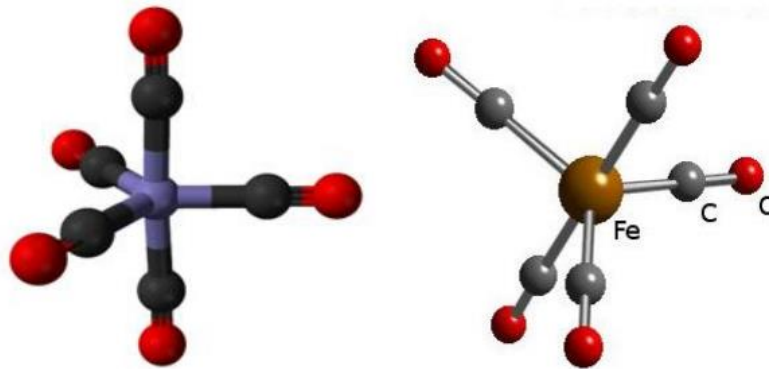
3.1 Ferrocarbonila

Devido, às crescentes pesquisas nas últimas décadas sobre o ramo de atuação de Materiais Absorvedores de Ondas Eletromagnéticas, esses materiais tem recebido atenção especial. O pó de ferrocarbonila (FC) é tangível há muitas aplicações em diversas áreas, em conjunto as exigências das normas industriais de compatibilidade e interferência eletromagnética englobando as indústrias de eletroeletrônicos e telecomunicações.

A ferrocarbonila é um material de cor cinza que varia o tamanho de sua partícula entre 1 a 3 μm . É constituinte de propriedades ferromagnéticas que permitem a sua aplicação em diversas áreas, desta forma na área aeronáutica e espacial é utilizada na produção de Materiais Absorvedores de Radiação Eletromagnética – MARE. Este material apresenta geralmente a composição de ferro, carbono e nitrogênio; logo, o ferro é o principal elemento de sua composição total, assim permitindo que o material possua propriedades magnéticas. Além disso, também há outras diversas aplicações como no setor industrial, no setor de eletroeletrônicos e na área de saúde no qual é utilizada como suplemento alimentar; outrossim, a FC também é usada na produção de algumas ferritas, como por exemplo, absorvedores magnéticos e na fabricação de núcleos magnéticos para bobinas de alta [13].

Deste modo segundo a BASF, a FC é produzida a partir da decomposição térmica do complexo metálico ferropentacarbonila, com estrutura simétrica formando uma estrutura trigonal bipiramidal, ligados apenas com a carbonilas (CO) com o átomo de ferro cercado por cinco ligantes de CO em duas posições axiais três posições equatoriais, além disso, cada estrutura Fe – CO são lineares, na Figura 3.1 há esta representação.

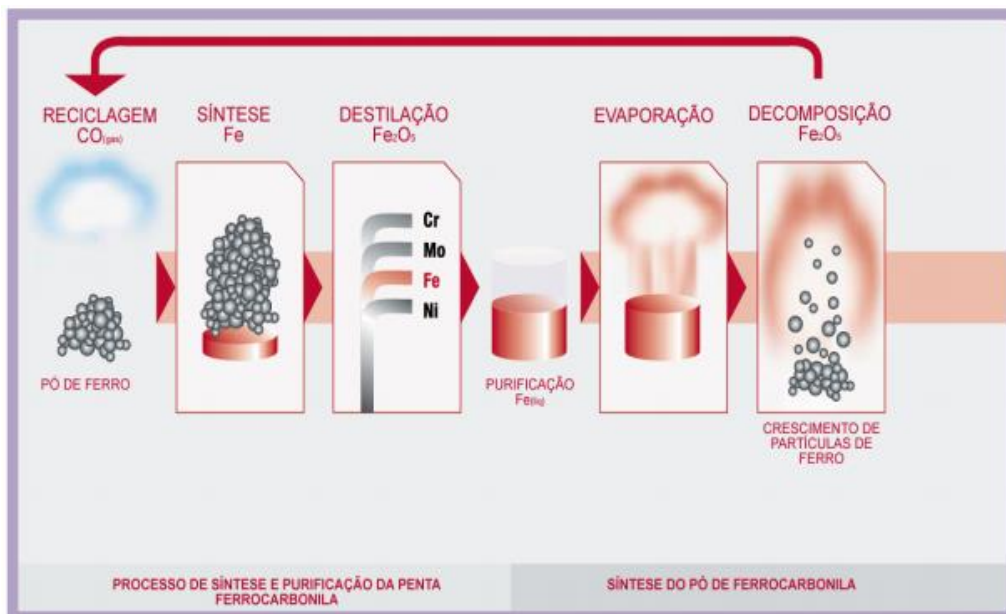
Figura 3.1 - Representação estrutural da Ferropentacarbonila



Fonte: Ferrocabonila (2007)

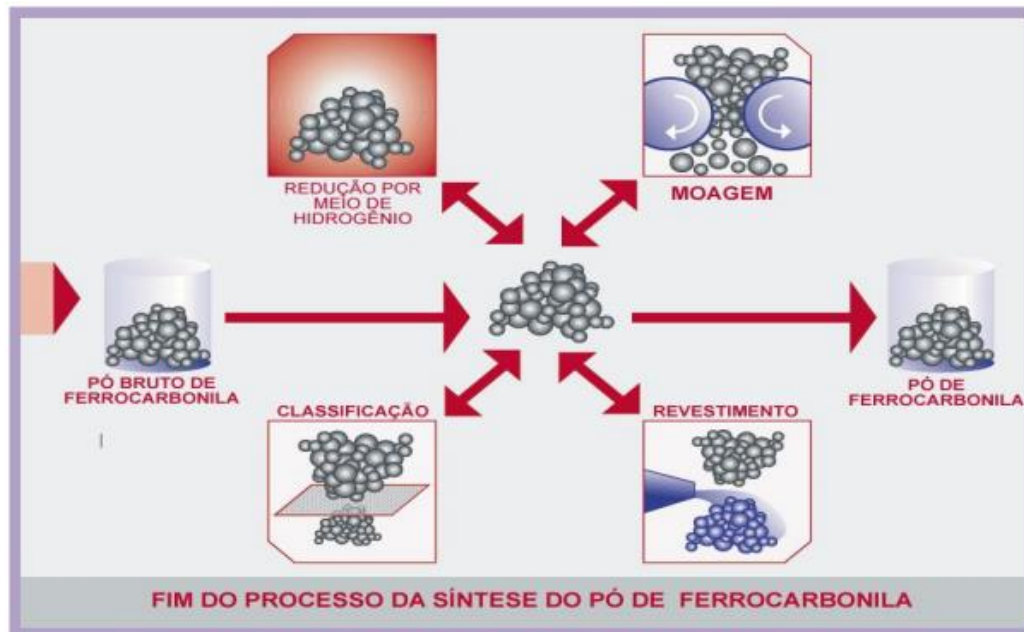
A partir do processo de alta purificação intermediária, a BASF na Alemanha, sintetiza a ferropentacarbonila por meio de um processo de alta purificação intermediária, representado na Figura 3.2 e em seguida é realizada a decomposição térmica deste mesmo material, representado na Figura 3.3, onde se obtém as partículas esféricas de ferrocabonila [13-14]

Figura 3.2 - Processo de purificação da ferropentacarbonila



Fonte: Basf (2019)

Figura 3.3 - Processo final de decomposição da ferropentacarbonila para a fabricação da ferrocarbonila em pó



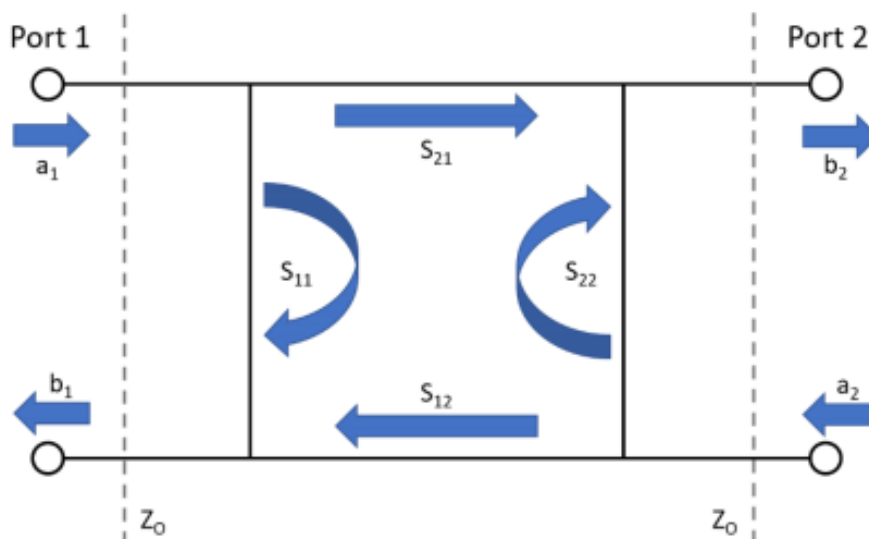
Fonte: Basf (2019)

3.2 Caracterização Eletromagnética

A caracterização eletromagnética das amostras possibilita mensurar por meio de métodos numéricos, o comportamento das propriedades elétricas e magnéticas dos compósitos estudados. Para a obtenção das medições, foi utilizado um guia de onda retangular (kit de calibração W-90 X11644A - Agilent) acoplado a um Analisador de Rede Vetorial – VNA (Vector Network Analyzer), PNA-L, 50GHz, modelo *Keysight* N5232A. Foram feitas as medições das propriedades eletromagnéticas na Banda-X, referente à faixa de frequência de 8,4 a 12,4 GHz. Destarte, o VNA emite um pulso eletromagnético através de um guia de ondas, no qual atinge a amostra e por meio de receptores, detectores de diodo é possível captar o sinal do pulso que volta e assim realizar as medições de magnitude e fase do sinal, e então obter os parâmetros de espalhamento (parâmetros-S) no qual, por meio deste, possibilitou a leitura, do sinal emitido da transmissão e reflexão.

A Figura 3.4, ilustra os sinais emitidos pela porta 1 (a_1) e porta 2 (a_2), os sinais de respostas são representados por b_1 e b_2 e as ondas transmitidas (S_{21} e S_{12}) e refletidas (S_{11} e S_{22}), o qual foram medidas no VNA.

Figura 3.4 - Representação esquemática dos sinais emitidos por um Analisador de Rede Vetorial

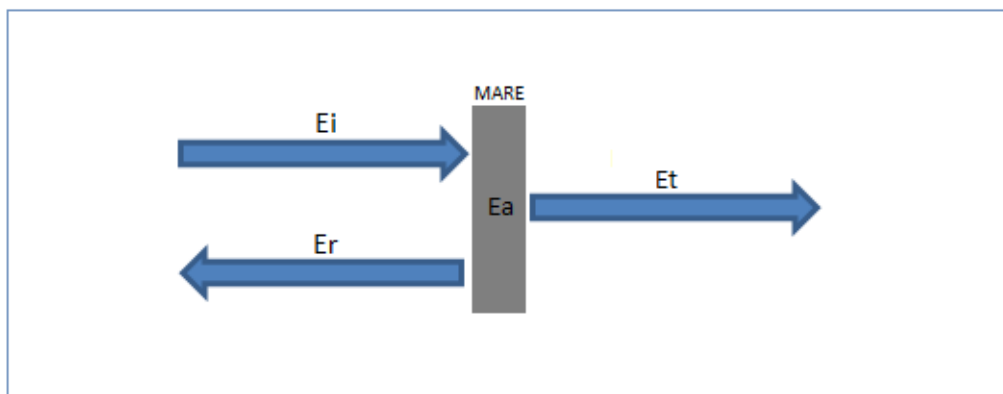


Fonte: Amaral, Gomes, Pinto, Rezende, Marcuzzo, Quirino, Baldan (2018)

É denominado parâmetro de espalhamento (parâmetros-S), o sinal gerado pelo sistema de medição, realizado no VNA, deste modo é denotado índices i e j subscritos nos parâmetros-S. Onde i é o índice subscrito referente à porta que o sinal é analisado, e j se refere ao índice subscrito da porta em que o sinal é emitido.

Por meio dos parâmetros de espalhamento, foi possível compreender a interação da onda eletromagnética nas amostras e assim, calcular a permissividade elétrica dos materiais no experimento realizado, a partir do coeficiente de reflexão e transmissão. Deste modo, o método utilizado para obter as propriedades eletromagnéticas das amostras foi o de *Nicolson Ross Weir* (NRW) Figura 3.5, no qual também é conhecido como Método da Transmissão e Reflexão [16].

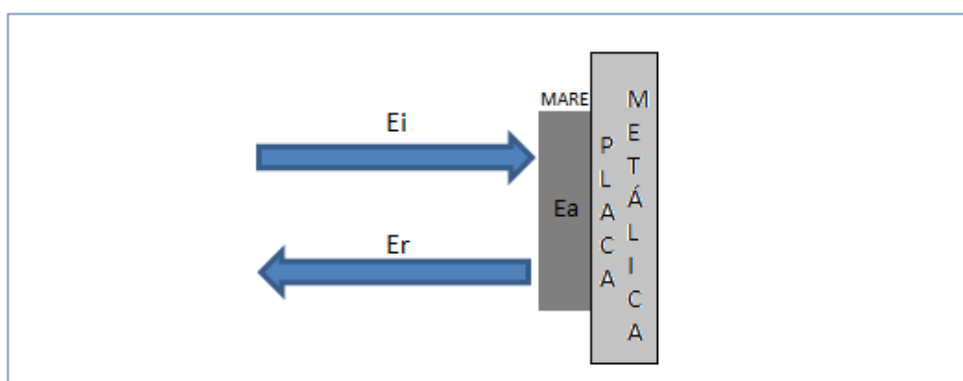
Figura 3.5 - Medições pelo método NRW



Fonte: Produção do autor

É válido salientar, que outro método utilizado nesse trabalho é o da refletividade. Nesta análise é utilizada uma placa metálica, por ser um material condutor e assim, anula a transmissão da radiação eletromagnética de uma porta para a outra, e faz com que a onda eletromagnética retorne a mesma porta do sinal emitido (S11), na Figura 3.6 é possível observar o experimento de refletividade.

Figura 3.6 - Experimento de refletividade



Fonte: Produção do autor

Neste método do experimento para a obtenção da refletividade, não ocorre o fenômeno de transmissão para a porta dois (S21), onde a transmissão é dada por $T = |S21|^2 = |S12|^2$. Portanto no experimento de refletividade define-se que a onda eletromagnética, uma parcela desta foi refletida pela superfície e a outra

absorvida pelo meio material. Por meio do sinal refletido pela placa metálica pode ser detectada na porta 1, a parcela refletida, a reflexão $R = |S_{11}|^2 = |S_{22}|^2$, logo o cálculo da parcela absorvida pelo meio material é obtida por $A = 1 - (T + R)$ [17]. Na Equação 3.1, mostra-se a atenuação da radiação eletromagnética incidente no material (refletividade).

Equação 3.1 - Equação da Atenuação (Refletividade)

$$\text{Atenuação (dB)} = 10 \times \log (E_r / E_i) \quad (3.1)$$

A Equação 3.1 referente à atenuação da radiação eletromagnética incidente no material, E_r representa a energia refletida e E_i representa a energia incidente. Portanto, a relação entre a atenuação em dB e a porcentagem da radiação eletromagnética absorvida (energia absorvida pelo material) é apresentada na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 - Relação da Atenuação da radiação e absorção da radiação incidente

Atenuação da radiação (dB)	Absorção da radiação incidente (%)
0	0
-3	50
-10	90
-15	96,9
-20	99
-30	99,9
-40	99,99

Fonte: Lee (1991)

Deste modo, em relação à atenuação da radiação (dB), em zero há também zero absorção da radiação incidente, todavia conforme a atenuação aumenta a absorção aumenta gradativamente também assim, por exemplo para -40 dB a absorção da radiação incidente é 99,99%.

3.3 Percolação Elétrica e Condutividade

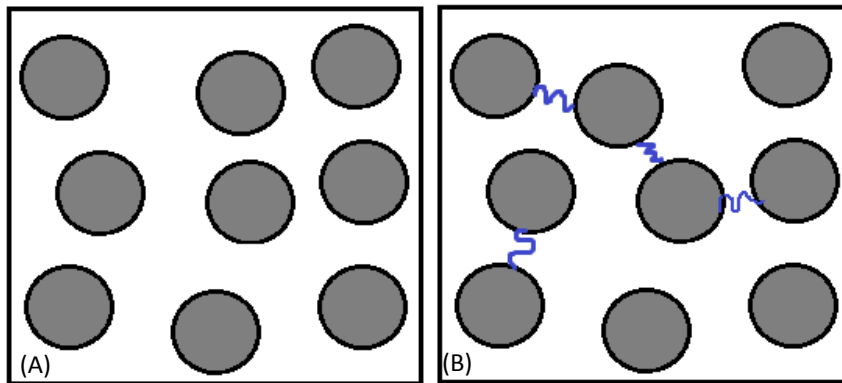
Com a finalidade de analisar, os mecanismos de condução em compósitos poliméricos neste trabalho, é necessário entender sobre a condução de corrente elétrica entre partículas, incorporadas na matriz (silicone comercial). Portanto, há fatores que são determinados por meio da interação entre a matriz polimérica e o material, devido à aproximação dos contatos entre partículas no qual se gera a condução e geração de calor, por conta das propriedades que estes materiais constituem [22]. Há uma dependência da concentração de partículas de cargas condutoras adicionadas na matriz polimérica isolante com relação à condutividade elétrica destes compósitos, logo foram analisadas concentrações de 40% a 70% de pó de ferrocarbonila dispersa em matriz de silicone, é válido ressaltar que baixas frações levam a uma distância média maior entre as partículas, limitando à condutividade da matriz, no sistema.

Portanto, quando adicionada uma quantidade de carga suficiente ao polímero, há a aproximação das partículas e assim é possível que a condução ocorra, logo se observa um intervalo de concentração onde a condutividade pode mudar drasticamente para pequenas variações no teor de carga, com relação a várias ordens de grandeza, deste modo este comportamento é nomeado limiar de percolação elétrica. A teoria da percolação com o propósito de descrever fenômenos físicos aleatórios foi desenvolvida, por Broabent e Hammersley em 1957 [23], dentre estes fenômenos pode-se citar a propagação de incêndios em florestas, a percolação de fluidos em meios porosos e fluxo de corrente elétrica através de materiais, assim a condutividade elétrica em materiais compósitos pode ser explicada pela teoria de percolação.

Há modelos de percolação que atraem o interesse do mundo acadêmico, portanto existem dois tipos de modelos de percolação: percolação por ligação e a percolação por sítios [22], neste trabalho foi utilizado o modelo de percolação por ligação onde estas são estabelecidas entre os dois sítios vizinhos preenchidos em uma rede, Figura 3.7 (B). Assim as estruturas de pontos conectados podem ser definidas como aglomerados de forma que é possível a formação de um caminho de condução [24]. Na Figura 3.7 (A) é representado o

sistema sem percolação. Logo, para compósitos poliméricos condutores ocorrerá a percolação quando as partículas que possuem propriedades condutoras estiverem, bem dispersas e conectadas, de maneira suficiente, para que ocorra a formação de um caminho ininterrupto no qual e proporcionado fluxo de corrente, pela rede dimensional.

Figura 3.7 – Representação de um sistema sem (A) e com percolação por ligação (B)



Fonte: Produção do autor

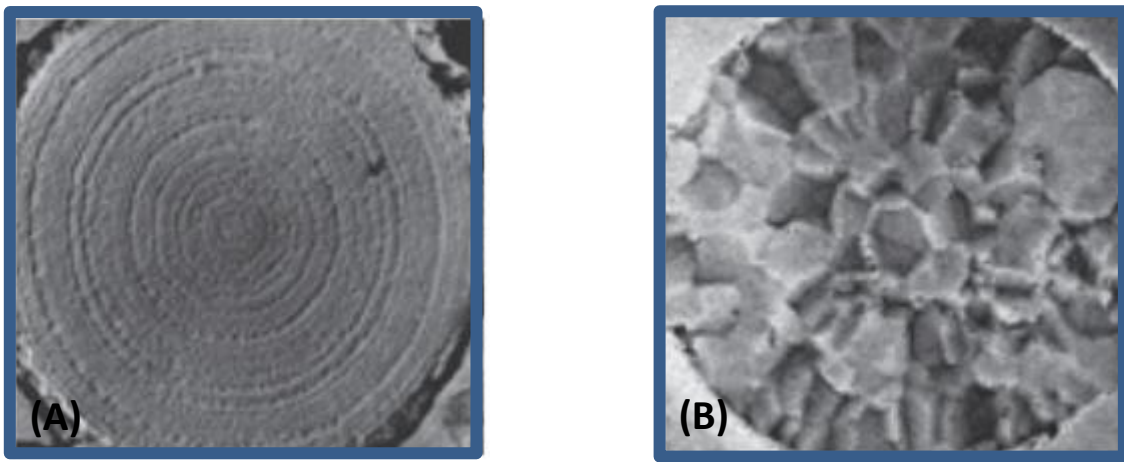
4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste trabalho para a confecção de MARE, foram produzidas amostras de silicone comercial misturadas com ferrocenona, variando as concentrações, espessuras das amostras e a granulometria de partículados de FC. É válido salientar que esta matriz se mostrou de fácil manuseio, permitindo a produção das amostras com boa qualidade para as análises desejadas. Outrossim, a borracha de silicone branca atua como um material dielétrico, além do mais está disponível comercialmente pela empresa ABCOL.

É válido salientar que existem dois tipos de pó de ferrocenona produzida comercialmente pela empresa alemã BASF: o pó de FC “duro” que é precursor do pó “macio”. O que os diferenciam é o processo de como são produzidos, deste modo na etapa de decomposição térmica da ferropentacarbonila para a extração da ferrocenona é formado uma estrutura semelhante à casca de uma cebola assim, se obtém um pó com dureza mecânica, Figura 4.1 (A). O “duro” contém quantidades máximas de 0,9% de nitrogênio, 1,0% de carbono, 0,5% de oxigênio e 97,8% de ferro, no entanto há também o pó formado a

partir da redução em atmosfera de hidrogênio como pode ser observado na Figura 4.1 (B), assim este pó de ferrocbonila “macio” contém 99,8% de ferro e pequenas quantidades de oxigênio, carbono e nitrogênio [20]. Este trabalho faz o uso do pó de ferrocbonila “duro” no qual as propriedades correspondem exatamente aos requisitos precisos da aplicação individual, na área de materias absorvedores de micro-ondas.

Figura 4.1 - Micrografias eletrônicas dos tipos de pós de ferrocbonila: duro (A) e macio (B)



Fonte: Basf (2012)

Desta forma para a preparação das amostras de FC + Silicone, foi feita a granulometria da ferrocbonila por peneiramento mecânico em três dimensões diferentes: $D1 \geq 63$ (μm), $53 \leq D2 < 63$ (μm) e $25 \leq D3 < 53$ (μm), com concentrações de: 40%, 50%, 60% e 70% de massa de ferrocbonila em relação à massa de Silicone e com espessuras de: 1 mm, 2 mm, 3 mm, 4 mm, 5 mm e 6 mm. É possível averiguar as informações sobre as amostras feitas, na Tabela 4.1.

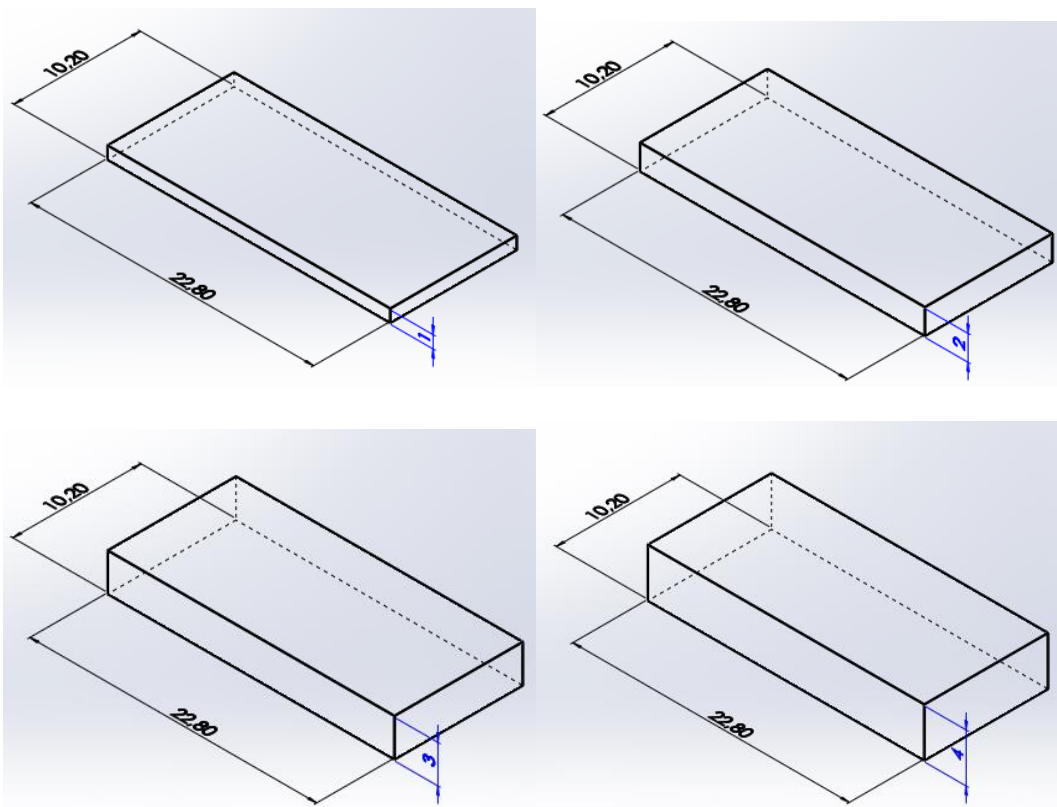
Tabela 4.1 - Amostras preparadas

Espessura das amostras (mm)	Tamanho das partículas de FC			Concentração de FC em silicone			
	$D1 \geq 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$53 \leq D2 < 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$25 \leq D3 < 53 \text{ (}\mu\text{m)}$	40%	50%	60%	70%
1	$D1 \geq 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$53 \leq D2 < 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$25 \leq D3 < 53 \text{ (}\mu\text{m)}$	40%	50%	60%	70%
2	$D1 \geq 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$53 \leq D2 < 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$25 \leq D3 < 53 \text{ (}\mu\text{m)}$	40%	50%	60%	70%
3	$D1 \geq 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$53 \leq D2 < 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$25 \leq D3 < 53 \text{ (}\mu\text{m)}$	40%	50%	60%	70%
4	$D1 \geq 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$53 \leq D2 < 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$25 \leq D3 < 53 \text{ (}\mu\text{m)}$	40%	50%	60%	70%
5	$D1 \geq 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$53 \leq D2 < 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$25 \leq D3 < 53 \text{ (}\mu\text{m)}$	40%	50%	60%	70%
6	$D1 \geq 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$53 \leq D2 < 63 \text{ (}\mu\text{m)}$	$25 \leq D3 < 53 \text{ (}\mu\text{m)}$	40%	50%	60%	70%

Fonte: Produção do autor

Para a preparação das amostras com composições diferentes foram feitas soluções de FC dispersa em matriz de silicone. Deste modo cada amostra foi preparada num recipiente de vidro e misturada manualmente até a solução ficar homogênea. Utilizou-se uma balança de alta precisão para a pesagem, portanto cada solução foi então colocada em um molde com dimensões padronizadas correspondentes a faixa de frequência da Banda-X, referente ao modelo de guia de onda utilizado no experimento de caracterização eletromagnética. Logo, cada grupo de amostras foi seca à temperatura ambiente. Na Figura 4.2 é possível verificar os modelos das amostras feitas com diferentes dimensões em relação a espessura.

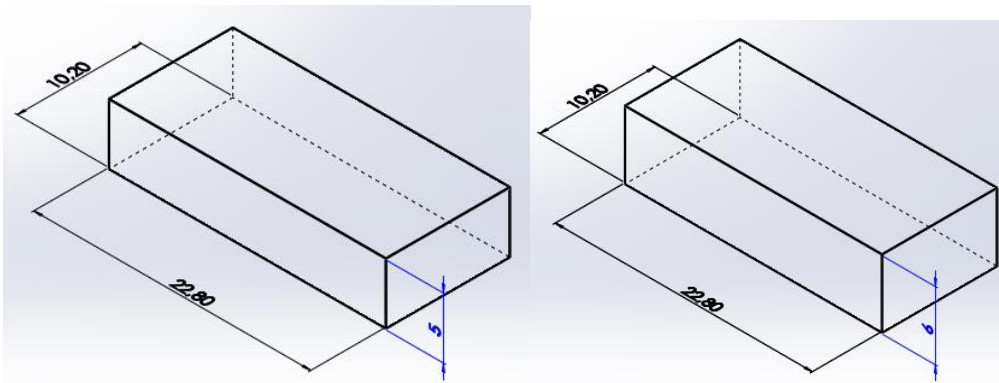
Figura 4.2 - Modelos estruturais e dimensões das mostras de 1 a 6 mm



Fonte: Produção do autor

(Continua)

Figura 4.2 - Modelos estruturais e dimensões das mostras de 1 a 6 mm

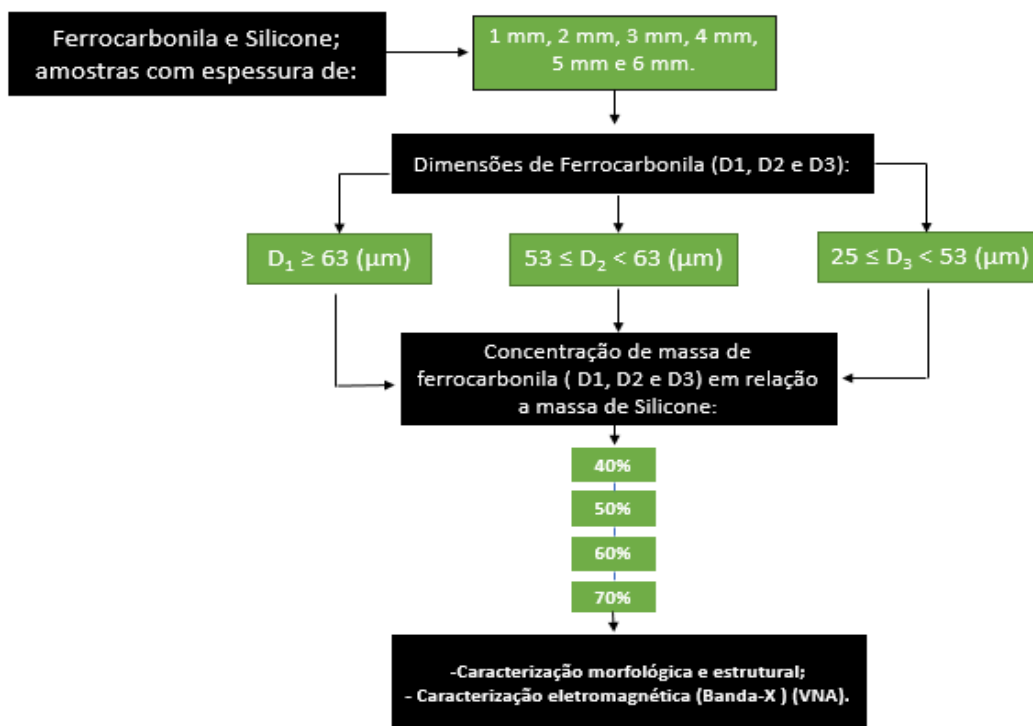


Fonte: Produção do autor

(Conclusão)

A representação esquemática do procedimento utilizado neste trabalho está esquematizada na Figura 4.3, é um fluxograma que representa a descrição das concentrações, espessuras, granulometrias das amostras feitas e por fim os tipos de caracterizações realizadas.

Figura 4.3 - Fluxograma



Fonte: Produção do autor

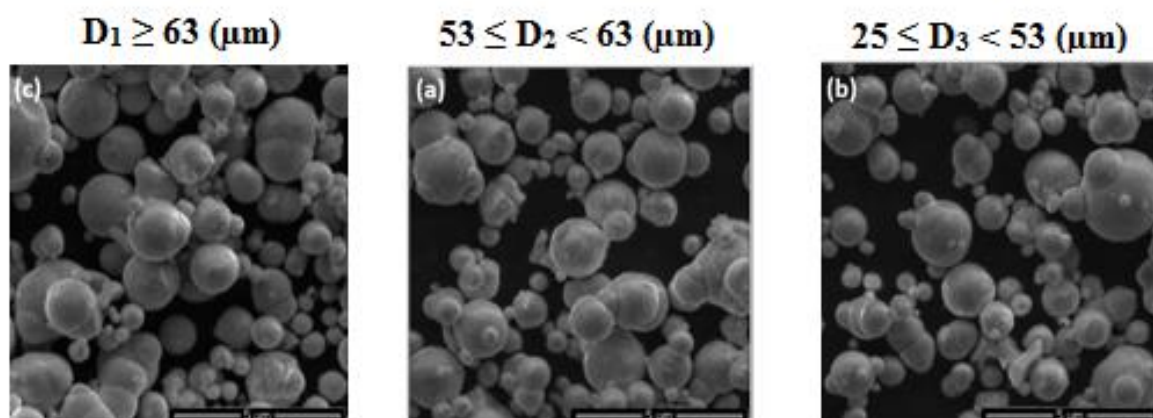
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados das caracterizações morfológica e estrutural realizadas do pó de ferrocenona. Ademais, há um tópico que abrange os experimentos de caracterização eletromagnética feito nas amostras, por meio do VNA, na faixa de frequência de 8,2 a 12,4 GHz (Banda-X). Com este experimento foi possível fazer, em outros tópicos deste trabalho a análise da permissividade com relação à percolação elétrica e também dos resultados de refletividade.

5.1 Microscopia Eletrônica de Varredura

É válido salientar que a síntese da ferrocenona é realizada pela decomposição térmica da ferropentacarbonila, onde-se obtém as partículas esféricas de ferrocenona, deste modo por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), das diferentes granulometrias de FC em três dimensões: $D_1 \geq 63$ (μm), $53 \leq D_2 < 63$ (μm) e $25 \leq D_3 < 53$ (μm), foi possível averiguar que são constituídas pela morfologia esférica e com isso pode-se analisar que independentemente do tamanho do particulado a morfologia permanece a mesma, Figura 5.1.

Figura 5.1 - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) da ferrocenona

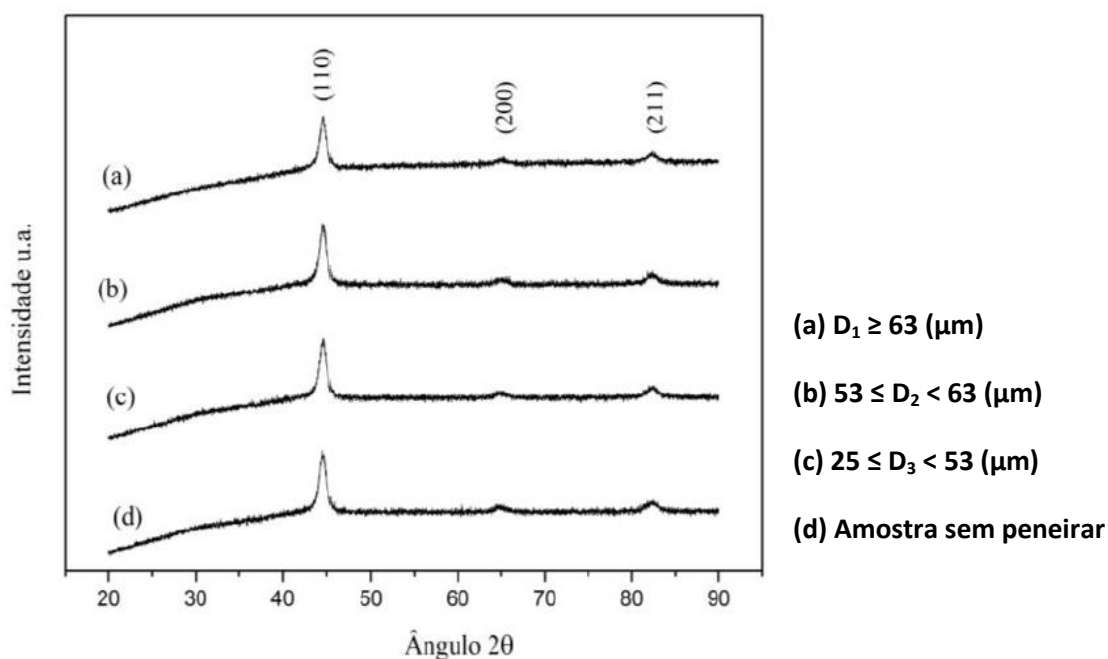


Fonte: Produção do autor

5.2 Difractometria de Raio-X

A caracterização morfológica e estrutural da ferrocarbonila foi feita para analisar as fases cristalinas para a confecção das amostras. Deste modo, a Figura 2 apresenta os difratogramas obtidos para as amostras de ferrocarbonila avaliadas, em função do tamanho das partículas. Constataram-se por meio dos padrões de difração de raios-X que todas as amostras analisadas obtiveram os três picos mais relevantes característicos do material ferrocarbonila, sem a presença de outras características de pico de impurezas, assim podem ser observados, somente os picos intensos e bem definidos (110), (200) e (211) relativos à fase α -Fe da FC que foram detectados nos difratogramas [21]. Portanto para a análise deste resultado as diferentes granulometrias do pó de ferrocarbonila com dimensões de $D_1 \geq 63$ (μm), $53 \leq D_2 < 63$ (μm), $25 \leq D_3 < 53$ (μm) e sem peneirar foram investigadas em um difratômetro de raios-X, Panalytical, X'Pert Powder, no qual o sistema foi equipado com uma fonte de raios X, $\text{CuK}\alpha$ ($\lambda=0.154$ nm). Na Figura 5.2 é possível observar os resultados da difratometria de raios-X, realizados neste trabalho.

Figura 5.2 - Difractometria de raios-X da ferrocarbonila



Fonte: Produção do autor

Verifica-se que não houve mudança na posição dos picos em função do tamanho do particulado o que implica que a constante de rede da FC não muda após o processo de peneiração. Estes resultados indicam que a estrutura cristalina da FC foi mantida durante o processo de peneiração e nenhuma fase extra foi formada.

5.3 Caracterização Eletromagnética das amostras

Nesta etapa, com o intuito de agir como um MARE, por meio dos compósitos poliméricos produzidos de FC dispersa em matriz de silicone comercial foi estudado o comportamento das propriedades eletromagnéticas, referente à permissividade elétrica complexa \mathcal{E}'' e posteriormente a relação destas com as análises de percolação elétrica. Os experimentos foram feitos no VNA e com o método NRW estudou-se a relação dos resultados obtidos com base nas diferentes concentrações e granulometrias do pó de FC, além das espessuras das amostras analisadas, na faixa de frequência utilizada. Ademais, foi possível averiguar os resultados das propriedades do material magnético, com relação à atenuação da radiação eletromagnética, mediante aos testes realizados de refletividade. Os resultados abaixo representam dados significativos para o andamento de futuros trabalhos.

5.3.1 Permissividade elétrica complexa e limiar de percolação elétrica

Os resultados relativos de permissividade elétricas, referentes às propriedades eletromagnéticas das amostras medidas no VNA, serão demonstrados neste capítulo. Portanto, baseia-se na análise das variações de permissividade elétrica complexa no qual se estende em função de duas componentes, \mathcal{E}' que possui o efeito capacitivo e \mathcal{E}'' constituinte do efeito dissipativo.

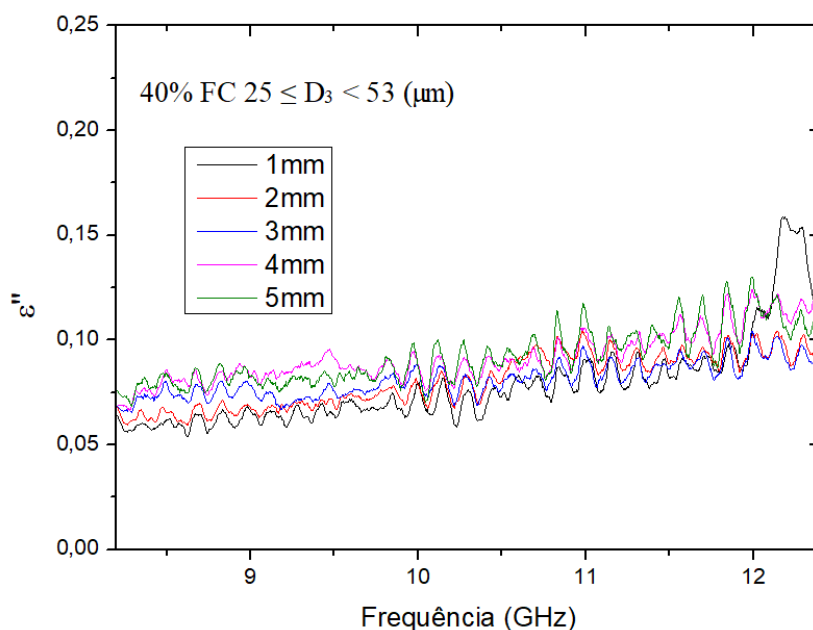
O foco para as análises de permissividade elétrica deste estudo se faz por meio de \mathcal{E}'' , ou seja, a permissividade elétrica imaginária – efeito dissipativo. Deste modo com estes valores, posteriormente foi utilizado uma fórmula para fazer as análises de condutividade elétrica em referências ao limiar de percolação elétrica, em relação às diferentes granulometrias e concentrações de FC. Analisou-se a granulometria de $25 \leq D_3 < 53$ (μm) devido ao melhor resultado de refletividade obtida que foi realizado antes dos resultados de permissividade elétrica.

Outrossim, não se utilizou-se os resultados das amostras de 6 mm na análise de permissividade, pois foi observado valores que precisam de mais análises para a averiguar dados e resultados em relação a permissividade.

5.3.1.1 Valores de permissividade imaginaria amostras de 40%

A seguir na Figura 5.3, é possível analisar a permissividade elétrica, ϵ'' constituinte do efeito dissipativo, de cada amostra em função da variação da espessura, na concentração de 40% de material com o particulado de $25 \leq D_3 < 53$ (μm). Portanto, para 40%, os valores da parcela do ϵ'' para as amostras com particulado de $25 \leq D_3 < 53$ (μm) são de $\sim 0,07$, também se observa picos de ressonância, porém sendo mais pronunciado na amostra com espessura de 1mm, posicionado em aproximadamente 12 GHz.

Figura 5.3 – Permissividade elétrica das amostras com concentrações de 40% de FC e granulometria de $25 \leq D_3 < 53$ (μm)



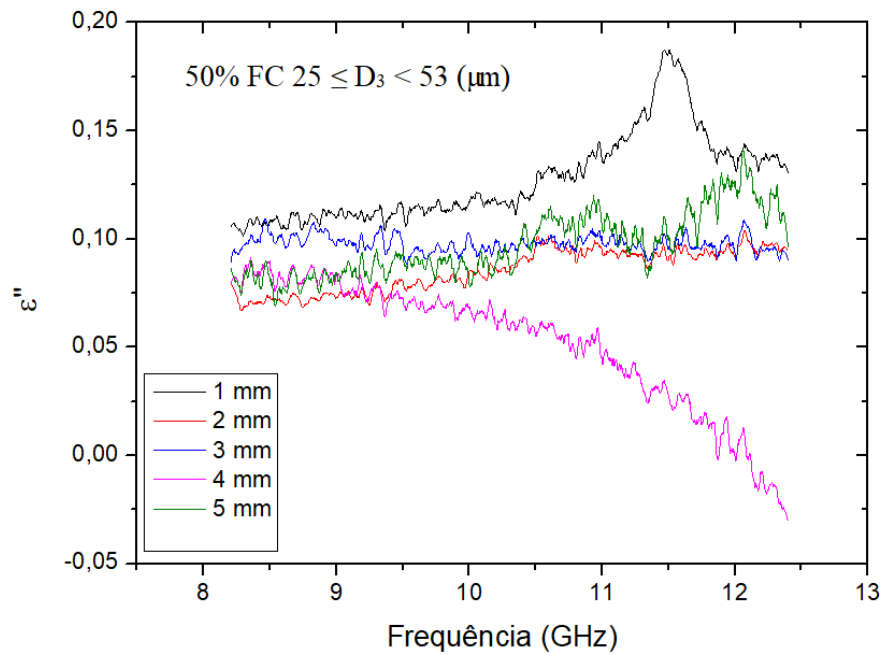
Fonte: Produção do autor

5.3.1.2 Valores de permissividade imaginaria amostras de 50%

Na Figura 5.4 é representado, os resultados das amostras com concentração de 50%, os valores da parcela do ϵ'' para as amostras com particulado de $25 \leq D_3 < 53$ (μm) nas espessuras de 2, 3 e 5 mm são de $\sim 0,05$ a 0,1. Além disso, se observa picos de ressonância, porém sendo mais pronunciado na amostra de 1mm

em ~ 11,5 GHz. Destaca-se a queda acentuada na permissividade relativa ϵ'' após ~ 9,0 GHz, na amostra com espessura de 4mm.

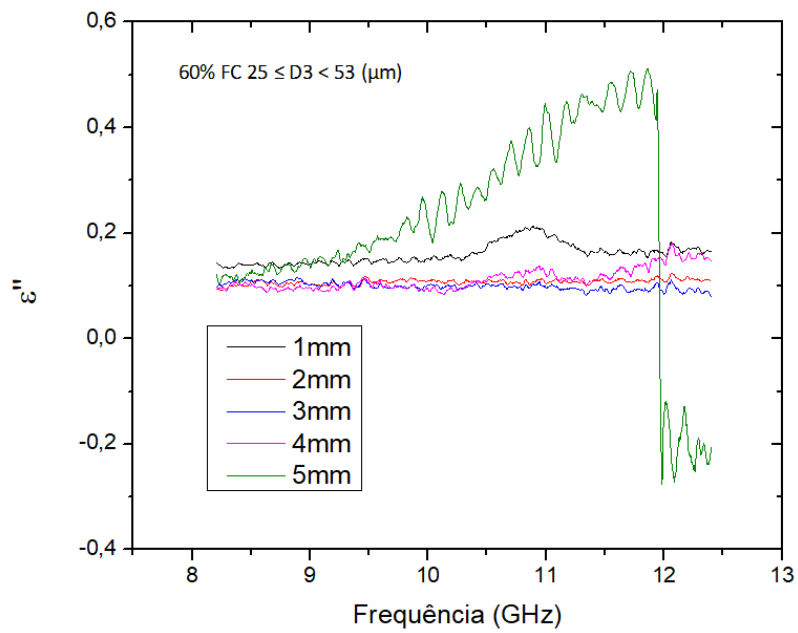
Figura 5.4 - Permissividade elétrica das amostras com concentrações de 50% de FC e granulometria de $25 \leq D_3 < 53$ (μm)



Fonte: Produção do autor

5.3.1.3 Valores de permissividade imaginária amostras de 60%

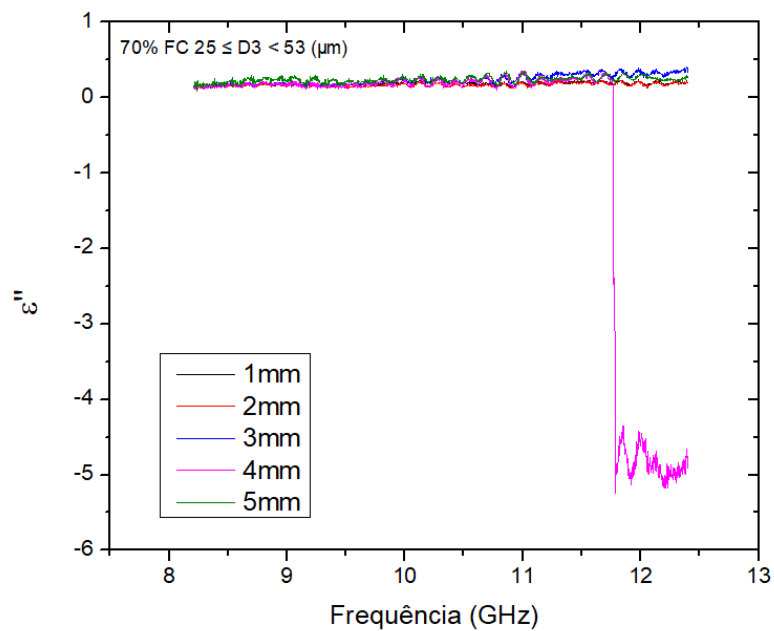
Figura 5.5 - Permissividade elétrica das amostras com concentrações de 60% de FC e granulometria de $25 \leq D_3 < 53$ (μm)



Fonte: Produção do autor

5.3.1.4 Valores de permissividade imaginaria amostras de 70%

Figura 5.6 - Permissividade elétrica das amostras com concentrações de 70% de FC e granulometria de $25 \leq D3 < 53$ (μm)



Fonte: Produção do autor

5.3.1.5 Resultados associado ao limiar de percolação elétrica

Com base nos resultados de permissividade relativa ϵ'' , é possível chegar nos resultados de condutividade elétrica, no qual por meio deste consegue-se analisar dados de percolação elétrica. Portanto, a partir dos valores obtidos de ϵ'' utilizou-se, uma fórmula no qual por meio de cálculos se obtém valores de condutividade e assim é possível analisar a relação das diversas concentrações de FC, dispersa em matriz de silicone com as propriedades de percolação elétrica.

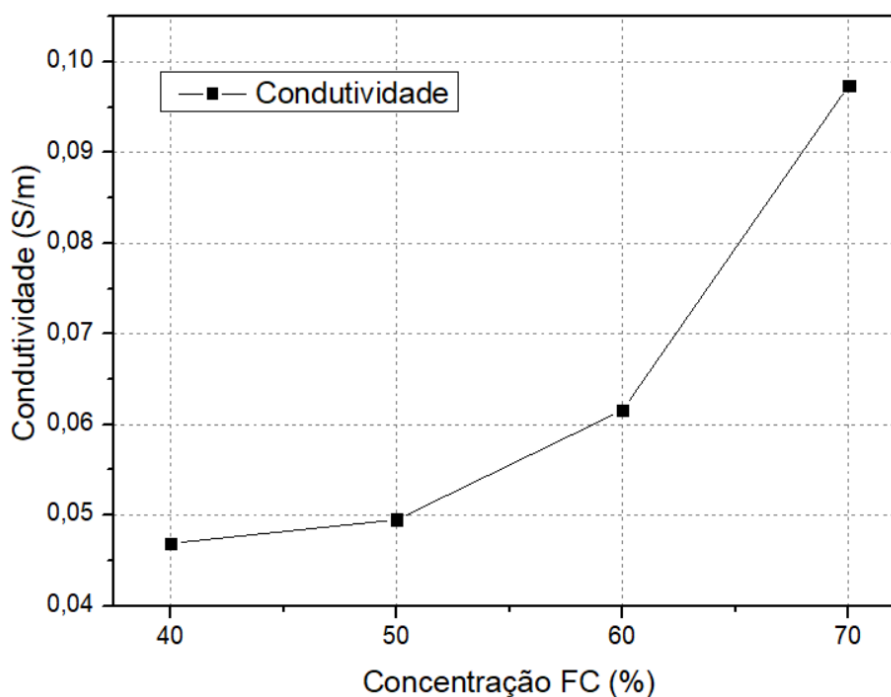
Deste modo, por meio da utilização da Equação 5.1, mostra-se que para encontrar o valor de condutividade σ (S/m), utiliza-se π (~3,1416), a frequência média onde se encontra menos picos de oscilações, a permissividade do vácuo, ou espaço livre, o qual é denotada pelo símbolo ϵ_0 , o valor é de $8,8541878176 \times 10^{-12}$ F/m (Farads por metro). Logo para valores de ϵ'' , em função da concentração e devido ao melhor resultado de refletividade com relação à granulometria analisou-se dados de $25 \leq D3 < 53$ (μm).

Equação 5.1 - Equação da condutividade

$$\sigma \text{ (S/m)} = 2 \times f \times \pi \times \epsilon_0 \times \epsilon'' \quad (5.1)$$

Na Figura 5.7 é representado um gráfico das amostras com concentrações de 40%, 50%, 60% e 70% com base nos resultados de ϵ'' obtidos. Portanto, analisa-se que com o aumento gradual da concentração de FC dispersa em matriz de silicone é possível constatar que em determinado ponto 0,06 S/m, a partir de 60% há um grande aumento gradual da condutividade com relação às outras concentrações, assim constata-se o limiar de percolação elétrica. Após este fenômeno o sistema entra em processo de percolação elétrica, chegando em 70% próximo a 0,098 S/m e tendenciando a aumentar em outras concentrações.

Figura 5.7 – Condutividade das amostras com concentrações de 40% a 70% de FC com granulometria de $25 \leq D3 < 53$ (μm)



Fonte: Produção do autor

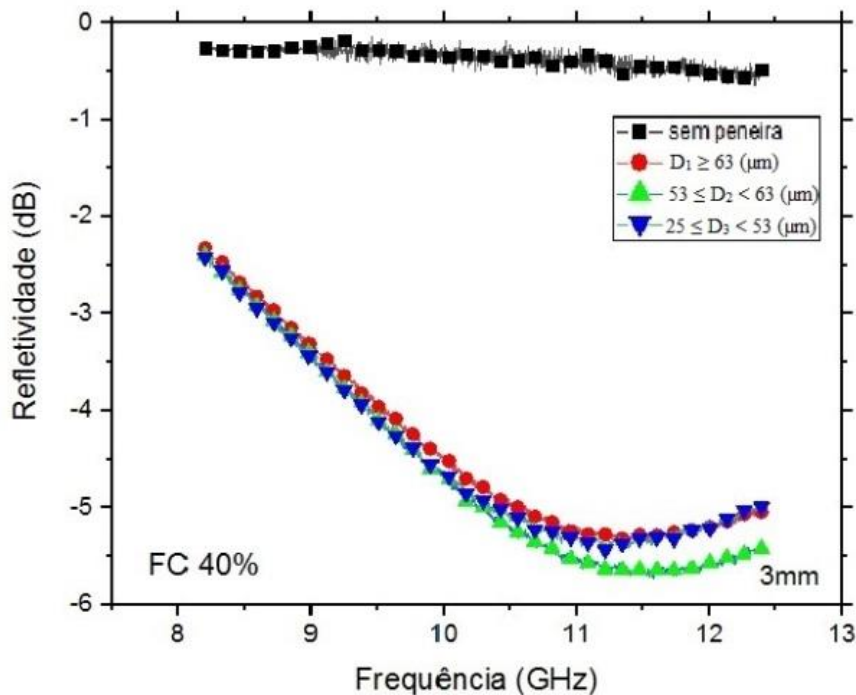
5.3.2 Refletividade

É válido ressaltar que se realizou a caracterização eletromagnética em função do experimento de refletividade das amostras com diferentes espessuras, granulometrias e concentrações. Obtiveram-se os resultados de refletividade para compro deste trabalho, portanto neste tópico são apresentados os valores mais significativos e com potencial de extensão de utilidade, nas diversas áreas já citadas anteriormente. Além disso, é válido salientar que dentre todos os resultados das análises de refletividade encontrados constatou-se que as amostras sem o processo de peneiramento mecânico das partículas do pó de FC, em função da concentração e espessura, obteve resultados de atenuação da onda eletromagnética incidente, tendenciando ao valor de 0 dB, como pode ser observado em todos os gráficos de refletividade mostrado deste trabalho.

5.3.2.1 Resultados significativos de refletividade das amostras de 40%

Abaixo, na Figura 5.8 é apresentado o melhor resultado de valores de refletividade das amostras com concentrações de 40%. Portanto, para 40%, os melhores resultados foram para as amostras com espessuras de 3mm. Deste modo, para particulados com granulometria de $D_1 \geq 63$ (μm), nos valores de refletividade foi possível constatar $\sim -5,2$ dB ($\sim 62,571\%$ de atenuação), em 11,4 GHz. Entretanto, para particulados $53 \leq D_2 < 63$ (μm) nos valores obtidos de refletividade constatou-se $\sim -5,61$ dB ($\sim 64,914\%$ de atenuação) na frequência de 11,5 GHz, melhor resultado encontrado nesta concentração; além deste, outro resultado encontrado foi para $25 \leq D_3 < 53$ (μm) onde se obteve $\sim -5,5$ dB ($\sim 64,286\%$ de atenuação), em 11,3 GHz.

Figura 5.8 - Resultado de refletividade na concentração de 40% na espessura de 3mm

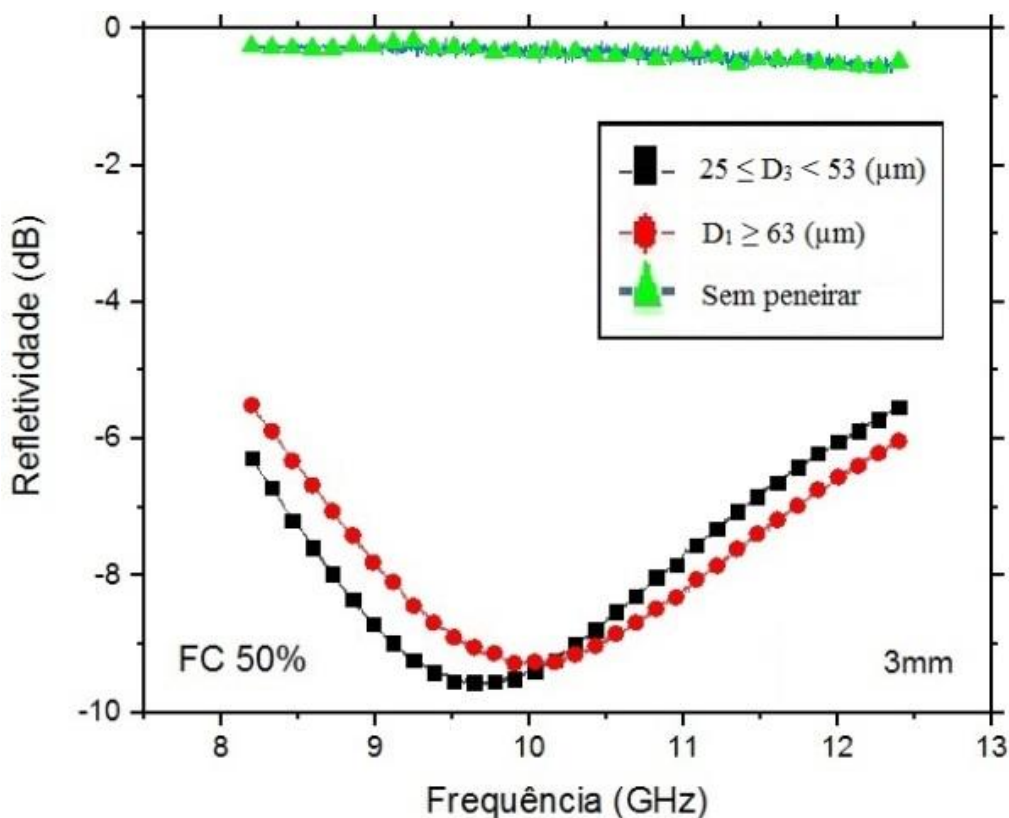


Fonte: Produção do autor

5.3.2.2 Resultados significativos de refletividade das amostras de 50%

Para as amostras com concentrações de 50% os melhores resultados de valores de refletividade, dentre todas as espessuras das amostras analisadas nesta concentração, também foi para as de 3mm. Foi possível constatar que houve resultados melhores de refletividade para particulados $D_1 \geq 63$ (μm) e $25 \leq D_3 < 53$ (μm). Por tanto, para particulados com granulometria $D_1 \geq 63$ (μm), nos valores de refletividade obteve-se um pico de $\sim -9,2$ dB ($\sim 85,429\%$ de atenuação) na frequência de aproximadamente 10 GHz. Para particulados de $25 \leq D_3 < 53$ (μm) foi o melhor resultado encontrado para esta concentração, no qual foi obtido um pico de $\sim -9,8$ dB ($\sim 88,857\%$ de atenuação), em $\sim 9,6$ GHz. Para particulados de $53 \leq D_2 < 63$ (μm) nos valores obtidos de refletividade há uma tendência a obter melhores resultados de refletividade em outras faixas de frequências. Na Figura 5.9 é possível verificar os resultados de refletividade na concentração de 50% na espessura de 3mm

Figura 5.10 - Resultado de refletividade na concentração de 50% na espessura de 3mm

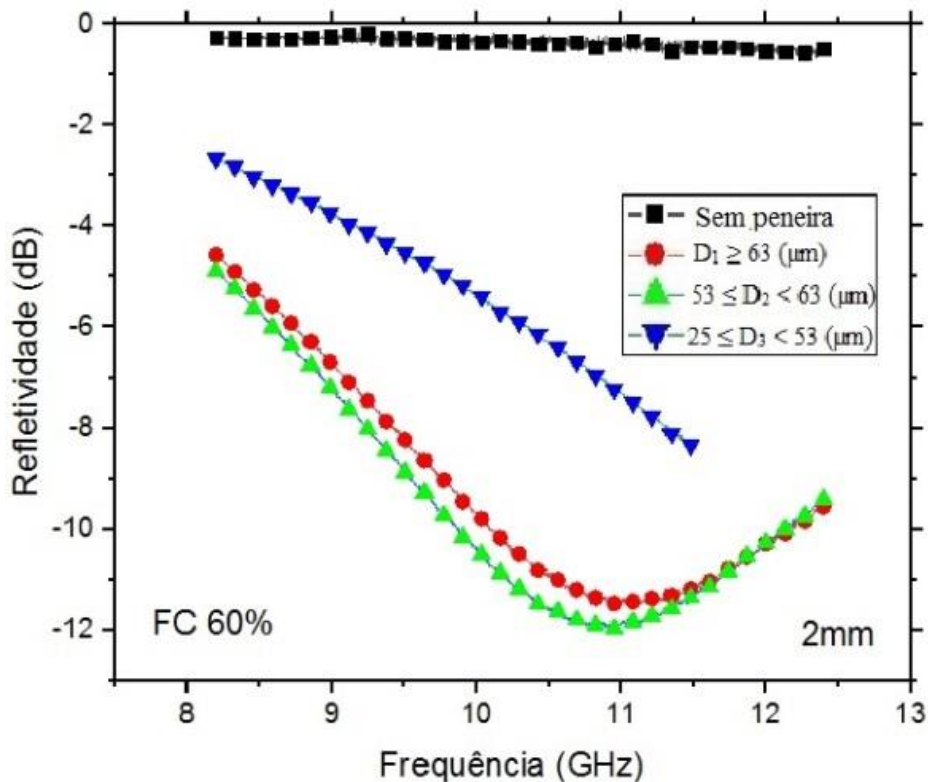


Fonte: Produção do autor

5.3.2.3 Resultados significativos de refletividade das amostras de 60%

Dentre os valores de refletividade das amostras com concentração de 60%, os resultados mais significativos obtidos foram para as amostras com espessuras de 2 e 3mm. Assim, constatou-se que para as amostras com espessuras de 2mm houve um bom resultado de refletividade, na faixa de frequência de 11 GHz, todavia para granulometrias de $53 \leq D_2 < 63$ (μm) foi possível constatar $\sim -11,8$ dB ($\sim 92,484\%$ de atenuação), em 10,9 GHz e particulados com dimensões de $D_1 \geq 63$ (μm) constatou-se o valor $\sim -11,2$ dB ($\sim 91,656\%$ de atenuação), em 10,9 GHz. Deste modo, para particulados com granulometria de $25 \leq D_3 < 53$ (μm), nos valores de refletividade foi possível constatar uma tendência para atenuação da onda eletromagnética incidente em outras faixas de frequências. Na Figura 5.11 é possível constatar os resultados de refletividade na concentração de 60% com espessura de 2mm

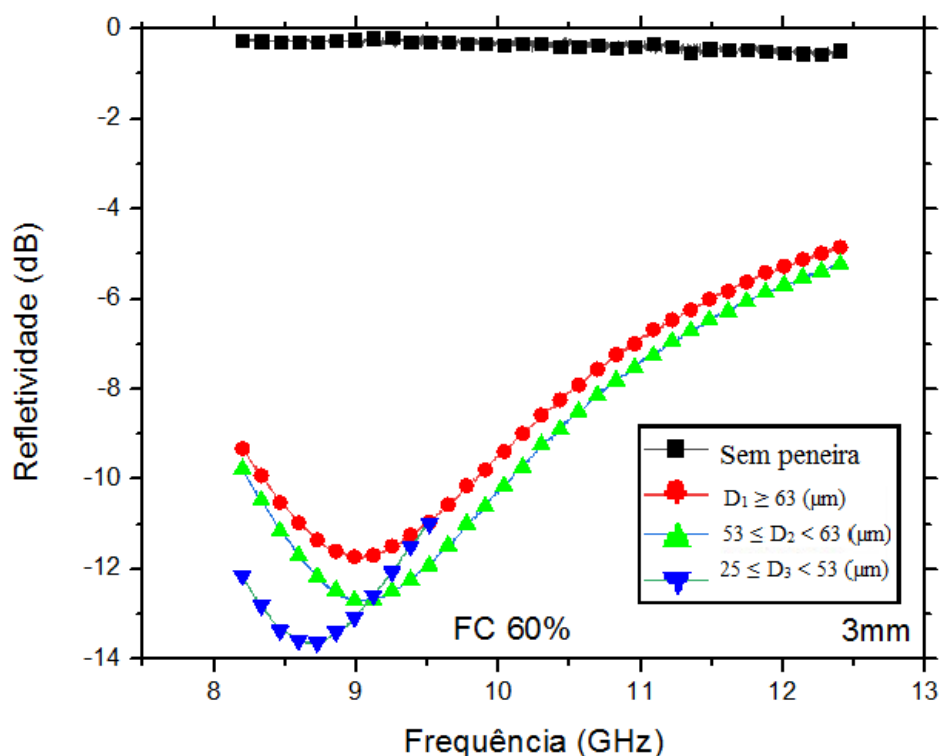
Figura 5.12 - Resultado de refletividade na concentração de 60% com espessura de 2mm



Fonte: Produção do autor

Entretanto, para a concentração de 60% as amostras com 3mm de espessura também obtiveram valores significativos de refletividade, portanto na granulometria de $25 \leq D_3 < 53$ (μm) se constatou o melhor resultado de refletividade, dentre as amostras de 60%, obteve-se aproximadamente -13,9 dB (~ 95,382% de atenuação), na frequência de ~ 8,8 GHz. Ademais, para granulometrias de $53 \leq D_2 < 63$ (μm) foi possível constatar ~ -12,8 dB (~93,864% de atenuação) em ~ 9,1 GHz e para $D_1 \geq 63$ (μm) obteve-se ~ -11,8 dB (~ 92,484% de atenuação) em 9,0 GHz. Na Figura 5.11 é possível observar os resultados de refletividade na concentração de 60%, com espessura de 3mm.

Figura 5.13 - Resultado de refletividade na concentração de 60%, com espessura de 3mm



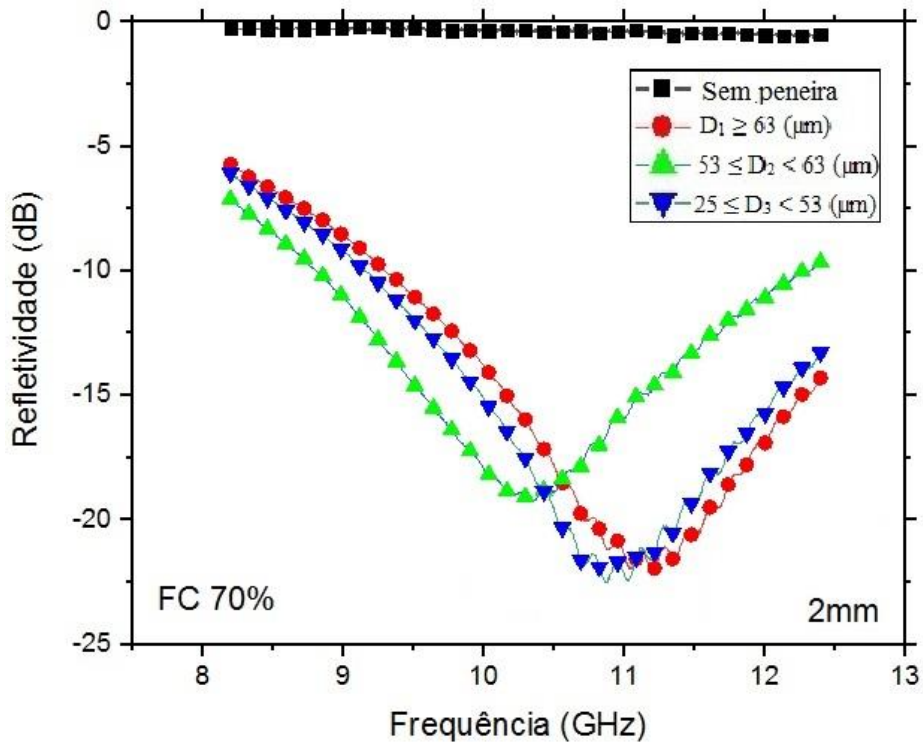
Fonte: Produção do autor

5.3.2.4 Resultados significativos de refletividade das amostras de 70%

Desta forma, dentre todas as amostras analisadas, o melhor e mais expressivo resultado, nas medidas de refletividade foi o da amostra, com espessura de

2mm, granulometria de $25 \leq D_3 < 53$ (μm), chegando a $\sim -22,0$ dB ($\sim 99,2\%$ de atenuação), composta por 70% de concentração de ferrocarbonila disperso em 30% na matriz de silicone, em aproximadamente 10,8 GHz. Abaixo, na Figura 5.12 é possível observar este resultado.

Figura 5.14 - Resultado de refletividade na concentração de 70%, com espessura de 2mm



Fonte: Produção do autor

Logo, com o resultado mais significativo de refletividade deste trabalho, na concentração de 70% foi utilizado então para as análises de permissividade elétrica em função de ϵ'' e posteriormente associado aos resultados sobre limiar de percolação elétrica.

6 CONCLUSÃO

Na área de estudo de materiais absorvedores de radiação eletromagnética aplicados no setor aeroespacial e aeronáutico, o compósito à base de ferrocarbonila dispersa em matriz de silicone, apresentou um bom desempenho quanto a análise de suas propriedades em relação à valores de permissividade e refletividade, no qual foram essenciais para obtenção dos resultados e análises de percolação elétrica. Dentre todas as amostras produzidas identificou-se que com a redução da espessura e a diminuição do tamanho dos particulados de FC, para granulometrias menores que $25\mu\text{m}$, observa-se uma tendência de maior atenuação, na faixa de frequência utilizada e melhor obtenção de resultados de refletividade e permissividade. Ademais, com o aumento da concentração também foi notado um aumento em tais propriedades, no qual é interpretado como melhora no comportamento do compósito. Em referência a esta melhora, se dá por meio da capacidade do compósito em absorver a radiação incidente e converte-la em forma de calor. Em conjunto do uso da granulometria de $25 \leq D3 < 53$ (μm) devido ao melhor resultado de refletividade, com relação ao tamanho do particulado, foi possível obter os resultados de percolação, no qual há um aumento gradual da condutividade, em função da concentração de FC. Destarte, foi notado um aumento da atenuação por reflexão, o que evidencia a influência da espessura, granulometria e concentração nas propriedades elétricas e magnéticas dos compósitos. Os melhores valores de Refletividade máxima ocorrem no intervalo de frequências. Em suma, os resultados mostraram que a alteração da granulometria da FC, em função da espessura e concentração, proporciona ao compósito efeitos positivos em relação a capacidade do meio material em interagir com a onda eletromagnética incidente, no qual é interpretado como um resultado muito promissor para o desenvolvimento do Material atenuador de radiação eletromagnética, especificamente a ferrocarbonila, material a base de carbono, aplicado na faixa de frequência das micro-ondas, relativa a Banda-X.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Miguel Angelo do Amaral Junior, Newton Adriano do Santos Gomes, Simone de Souza Pinto, Mirabel Cerqueira Rezende, Jossano Saldanha Marcuzzo, Sandro Fonseca Quirino, Maurício Ribeiro Baldan, "Influence of the Permittivity on Carbon Fiber Particulates Applied in Radiation Absorbing Materials", *Global Journal of Researches in Engineering*, Vol. 17, No. 8, 2017.
- [2] Y. Qing, W. Zhou, F. Luo, D. Zhuo, "Microwave-absorbing and mechanical properties of carbonyl-iron/epoxy- silicone resin coatings", *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 321, pp. 25-28, 2009.
- [3] Micheli, D., et al., "Synthesis and electromagnetic characterization of frequency selective radar absorbing materials using carbon nanopowders", *Carbon*, vol 77, pp.756-774, 2014.
- [4] Y., Xu, et al. "Effects of multi-walled carbon nanotubes on the electromagnetic absorbing characteristics of composites filled with carbonyl iron particles", *J. Mater. Sci. Technol.*, vol. 28, pp. 34-40, 2012.
- [5] C.C. Chen, W.F Liang, Y. H. Nien, H. K.Liu, R. B. Liang, "Microwave absorbing properties of flake-shaped carbonyl Iron/reduced graphene oxide/epoxy composites" *Mater. Res. Bull.*, vol.96, pp. 81-85, 2017.
- [6] Miguel Kiwi, José Mejía-López, Ivan K. Schuller, Harry Suhl, "Percolation and magnetism: interplay and relevance", *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 226-230, 626 - 629, 2001.
- [7] L. V. Panina, A. S. Antonov, A. K. Sarychev, V. P. Paramonov, E. V. Timasheva, and A. N. Lagarikov, "Magnetic anomaly in insulator-conductor composite materials near the percolation threshold", *Journal of Applied Physics* 76, 6365, 1994.
- [8] B. Wang, J. Wei, Y. Yang, T. Wang, F. Li, "Investigation on peak frequency of the microwave absorption for carbonyl iron/epoxy resin composite", *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 323, pp. 1101-1103, 2011. 1103, 2011.
- [9] J. P. Gogoi; N. S. Bhattacharyya; K.C. James Raju; Synthesis and microwave characterization of expanded graphite/novolac phenolic resin composite for microwave absorber applications; Elsevier Ltd, v. B 42, p.1291-1297, 2011.
- [10] YUPING DUAN, GUOFANG LI, LIDONG LIU and SHUNHUA LIU, "Electromagnetic properties of carbonyl iron and their microwave absorbing characterization as filler in silicone rubber", *Bull. Mater. Sci.*, Vol. 33, No. 5, pp. 633-636, 2010.

[11] T. J Fiske, H. S Gokturk, Dilhan Kalyon, "Percolation in Magnetic Composites", *Journal of Materials Science* 32(20):5551-5560, 1997.

[12] Daniel Consoli Silveira, Newton Gomes, Mirabel Cerqueira Rezende, Edson Cocchieri Botelho, "Electromagnetic Properties of Multifunctional Composites Based on Glass Fiber Prepreg and Ni/Carbon Fiber Veil", *J. Aerosp. Technol. Manag.*, Vol.9, No 2, pp.231-240, 2017.

[13] BASF, THE CHEMICAL COMPANY Continues to Envelope Carbonyl Iron Powders. **Elsevier Science Ltd All Rights Reserved**, p. 18-20, MPR March, 1999.

[14] BOMBARD, A. J. F. Suspensões Magneto-Reológicas de Pós de FerroCarbonilo: um estudo da influência das propriedades e do tamanho de partícula. Monografia Apresentada na Universidade Estadual de Campinas.

[15] M. A. do Amaral Junior et al., "Influence of the Permittivity on Carbon Fiber Particulates Applied in Radiation Absorbing Materials," *Glob. J. Res. Eng. F Electr. Electron. Eng.*, vol. 17, no. 8, pp. 1–7, 2017.

[16] A.M. Nicolson, G. F. Ross, "Measurement of the Intrinsic Properties of Materials by Time-Domain Techniques", *IEEE T. Instrum. Meas.*, vol. 19, pp. 377-382, 1970.

[17] Amaral A. A. Jr; Obtenção e caracterização de compósitos a base de fibra de carbono e fibra de carbono ativada aplicados a materiais absorvedores de radiação eletromagnética na faixa de frequência de 8,2 à 12,4 GHz (Banda-X); thesis; INPE-SJC, 2018.

[18] Lee, S. M., 1991, "International Encyclopedia of Composites". VCH Publishers, Vol.6.

[20] BASF (Alemanha). Carbonyl Iron Powder. 2012. Disponível em: <https://www.dispersionspigments.basf.com/portal/load/fid827906/CIP_General_PO_e.pdf>. Acesso em: 28 jun. 2019.

[21] T.Min, H. Jin Choi, N.Kim, K. Park, C.You, "Effects of surface treatment on magnetic carbonyl iron/polyaniline microspheres and their magnetorheological study" *Colloid Surface A*, vol. 531, 48-55, 2017

[22] Strümpfer, R., & Glatz-Reichenbach, J. (1999). Conducting polymers composites. *Journal of Electroceramics*, 3(4), 329- 346. <http://dx.doi.org/10.1023/A:1009909812823>.

[23] Broadbent, S. R., & Hammersley, J. M. (1957). Percolation processes: I. Crystals and mazes. *Mathematical Proceedings of the Cambridge Philosophical*, 53(3), 629-641. <http://dx.doi.org/10.1017/S0305004100032680>.

[24] Lux, F. (1993). Models proposed to explain the electrical conductivity of mixtures made of conductive and insulating materials. *Journal of Materials Science*, 28(2), 285-301. [http:// dx.doi.org/10.1007/BF00357799](http://dx.doi.org/10.1007/BF00357799).

[25] BASF, THE CHEMICAL COMPANY, Carbonyl Iron Powders. Disponível em: <http://www.monomers.basf.com/cm/internet/en/portal/_/system/authentication/OldBookmarks>. Acesso em: 28 jun. 2019.

