UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

FÁBIO MARTINS CARDOSO

**Comportamento piezomagnético da liga Fe-Ga e Fe-Ga-B com 18,6 %at. de
Ga e 2%at. de B**

Lorena - SP

2017

FÁBIO MARTINS CARDOSO

**Comportamento piezomagnético da liga Fe-Ga e Fe-Ga-B com 18,6 %at. de
Ga e 2%at. de B**

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena, da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Mestre em Ciências do Programa de Pós-graduação em Engenharia de Materiais na área de Concentração de Materiais Convencionais e Avançados.

Orientadora: Profa. Dra. Cristina Bórmio Nunes

Versão corrigida

Lorena - SP

Novembro, 2017

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Automatizado
da Escola de Engenharia de Lorena,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Cardoso, Fábio Martins

Comportamento piezomagnético da liga Fe-Ga e Fe
Ga-B com 18,6 %at. de Ga e 2%at. de B / Fábio
Martins Cardoso; orientadora Cristina Bormio Nunes -
Versão Corrigida. - Lorena, 2017.
79 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós
Graduação em Engenharia de Materiais na Área de
Materiais Convencionais e Avançados) - Escola de
Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo.
2017

Orientadora: Cristina Bormio Nunes

1. Magnetoestricção. 2. Ligas de ferro e gálio. 3.
Adições de boro. I. Título. II. Nunes, Cristina
Bormio, orient.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente agradeço a Deus, por abrir essa porta, pela força que me deu para superar obstáculos, agradeço pela minha família que tanto me amparou e por todos os amigos com os quais fui presenteado e que estiveram comigo nessa jornada fisicamente ou em oração.

Agradeço à prof.^a Cristina Bórmio Nunes pela oportunidade e por dividir seus conhecimentos.

Agradeço a CAPES pelo apoio financeiro.

Agradeço a todos professores, funcionários e colegas desta instituição que de alguma forma, contribuíram e tornaram possível a realização deste trabalho. Deixo meus mais sinceros agradecimentos.

RESUMO

MARTINS, F.C. **Comportamento piezomagnético das ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B com 18,6 %at. de Ga e 2%at. de B.** 2017. 79p. Dissertação (Mestrado em Ciências) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2017.

No presente trabalho foram produzidas duas ligas policristalinas de Fe-Ga e Fe-Ga-B para estudar a influência do boro nas propriedades piezomagnéticas da liga Fe-Ga. As propriedades piezomagnéticas foram obtidas a partir de medidas de magnetostricção (λ) em função de campo magnético (H) pelo coeficiente $d_{33} = \frac{d\lambda}{dH}$ e medidas de indução magnética (B) em função da tensão compressiva aplicada (σ) pelo coeficiente $d_{33}^* = \frac{dB}{d\sigma}$. A composição escolhida foi com 18,6% de Ga para ambas as ligas, que é a composição que possui o maior valor de magnetostricção na liga binária. A análise da microestrutura indicou a presença das fases Fe(Ga)- α (A2) e Fe₃Ga (D0₃) para ambas as ligas e da fase Fe₂B para a liga ternária. A presença da fase Fe₂B causou o refinamento dos grãos e consequentemente um pequeno aumento do campo coercitivo da liga Fe-Ga-B se comparada à liga Fe-Ga e, além disto, aumentou o campo de saturação. Consequentemente os coeficientes piezomagnéticos da liga com boro foram duas vezes menores que da liga Fe-Ga. A igualdade $d_{33}^* = d_{33}$ não é satisfeita para a liga Fe-Ga nem para a Fe-Ga-B, significando que os experimentos não foram realizados em condições estritamente reversíveis. Atribui-se esta irreversibilidade à alta velocidade de carregamento usada nos experimentos de B vs σ . No entanto, a dependência dos coeficientes piezomagnéticos do campo magnético e da tensão compressiva aplicada da liga Fe-Ga-B é bem menor que da liga Fe-Ga e os valores obtidos de ~ 4 nm/A são suficientemente adequados para muitas aplicações.

Palavras-chave: Magnetoestricção, ligas de ferro e gálio, adições de boro.

ABSTRACT

MARTINS, F.C. **Comportamento piezomagnético das ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B com 18,6 %at. de Ga e 2%at. de B.** 2017. 79p. Dissertation (Master in Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2017.

In this work were made two polycrystalline alloys of Fe-Ga e Fe-Ga-B for to study the influence of boron in the piezomagnetic properties of the Fe-Ga alloys. The piezomagnetic properties were obtained from magnetostrictive measurements (λ) in function of magnetic field (H) by the coefficient $d_{33} = \frac{d\lambda}{dH}$ and magnetic induction measurements (B) in function of compressive stress applied (σ) by the coefficient $d_{33}^* = \frac{dB}{d\sigma}$. The chosen composition were 18.6% of Ga to both alloys, which is the composition for the largest magnetostriction to the binary alloy. The microstructural analysis indicated the presence of the phases Fe(Ga) – α and Fe₃Ga (D0₃) for the both alloys and Fe₂B phases to the ternary alloy. The presence of the Fe₂B caused the refinement of the grains and consequently a small increase in the coercive field of the Fe-Ga alloy and, in addition, increased the saturation field. Consequently, the piezomagnetic coefficients of the boron alloys were twice as low as that of the Fe-Ga alloy. The equality $d_{33}^* = d_{33}$ was not satisfied for the Fe-Ga and to Fe-Ga-B meaning that the experiments were not performed under strictly reversible conditions. This irreversibility was attributed to the high loading speed used in the experiments of B vs σ . However, the dependence of the piezomagnetic coefficients of the magnetic field and the applied compressive stress of the Fe-Ga-B alloy is much lower than that of the Fe-Ga alloy and the values obtained from $\sim 4\text{nm/A}$ are sufficiently suitable for many applications.

Keywords: Magnetostriction, iron and gallium alloys and boron additions.

Lista de Figuras

Figura 1- Magnetoestricção para diferentes tipos de preparo e de composição de ligas Fe-Ga	17
Figura 2 - (a) Material acima de T_C , sem ordenamento magnético; (b) Criação de domínios pelo ordenamento magnético espontâneo abaixo de T_C , alinhados em várias direções; (c) Alinhamento dos domínios causado pela aplicação de campo magnético externo.....	21
Figura 3 – Representação do momento magnético orbital e de spin do átomo	22
Figura 4 – Em (a) barra cilíndrica de material ferromagnético com campo magnético aplicado longitudinalmente causando deformação no sentido do campo e (b) situação de alinhamento ideal dos momentos magnéticos.....	24
Figura 5 - Diagrama de fases metaestável do binário Fe-Ga	31
Figura 6 - Células unitárias das estruturas cristalinas A2 e D0 ₃	32
Figura 7 – Direção de indução em função do campo, em (A) curvas relativas ao Fe, em (B) curvas relativas ao níquel.....	33
Figura 8 - Propriedades piezomagnéticas da liga Fe _{81,6} Ga _{18,4} : a) Magnetização e b) Susceptibilidade, em função de campo magnético, para tensões mecânicas constantes.	34
Figura 9 – Curvas para Fe-Ga com 19% de Ga de grão orientado na direção <100> de: (a) magnetoestricção e (b) fator de sensibilidade d_{33} ($d\lambda/dH$) em função do campo magnético aplicado para vários valores de tensão de compressão.	36
Figura 10 - Curvas $\mu_0 M$ vs σ para a amostra monocristalina de Fe _{81,0} Ga _{19,0} . Os valores próximos às curvas são os campos magnéticos aplicados.	37
Figura 11 - Curvas d_{33} vs σ para uma amostra monocristalina de Fe _{81,0} Ga _{19,0} . Os valores próximos as curvas são os valores de tensão mecânica.	38
Figura 12 – Ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B: (a) Magnetoestricção em função do campo magnético aplicado e (b) Tensão versus deformação em ensaio de tração.	40
Figura 13 – Modelo de transdutor com material magnetostrictivo alocado.....	41
Figura 14 – Corpo de prova instrumentada com bobina de captura e extensômetro.	43
Figura 15 – Dispositivo sensorial: (a) núcleo magnético,(b) bobinas de excitação, (c) bobinas de captura,(d) extensômetro, (e) corpo de prova e (f) detentores.....	44
Figura 16 - Extensômetros longitudinal e transversal colados no corpo de prova.	45
Figura 17- Aparato experimental de medidas quase estáticas, mostrando o dispositivo sensorial disposto na máquina de ensaio. Em (a) êmbolo superior, (b) corpo de prova feito com material magnetostrictivo, (c) núcleo magnético e (d) êmbolo inferior.....	47

Figura 18 - Micrografia feita por microscopia ótica da liga Fe-Ga. Ampliação em 100.....	49
Figura 19 - Micrografia feita por microscopia ótica da liga Fe-Ga. Ampliação em 50 vezes.	49
Figura 20 - Micrografia feita por MEV da liga Fe-Ga-B ampliada em 500 vezes.	50
Figura 21 - Micrografia da liga Fe-Ga-B ampliada em 600 vezes.	51
Figura 22 - Microestrutura da liga Fe-Ga em (a) e Fe-Ga-B em (b). Ampliação de 50 vezes.	51
Figura 23 - Difratometria de raios-X da liga Fe-Ga.	52
Figura 24 - Difratometria de raios-X da liga Fe-Ga-B.	53
Figura 25 - Indução magnética da liga Fe-Ga.....	54
Figura 26 - Indução magnética da liga Fe-Ga-B.....	55
Figura 27 - Magnetoestricção longitudinal da liga Fe-Ga	57
Figura 28 - Magnetoestricção longitudinal da liga Fe-Ga-B.	58
Figura 29 - Magnetoestricção transversal da liga Fe-Ga.	60
Figura 30 - Magnetoestricção transversal da liga Fe-Ga-B.	60
Figura 31 - Permeabilidade relativa da liga Fe-Ga.	61
Figura 32 - Permeabilidade relativa da liga Fe-Ga-B.	62
Figura 33 - Sensibilidade como atuador da liga Fe-Ga.	63
Figura 34 - Sensibilidade como atuador da liga Fe-Ga-B.	63
Figura 35 - $H^{\max}$ vs σ para as ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B.....	64
Figura 36 - $d_{33}^{\max}$ vs σ para as ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B.	65
Figura 37 - Deslocamento máximo possível vs σ para as ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B.	65
Figura 38 - Curvas de indução versus tensão mecânica para o Fe-Ga: (a) experimental e (b) ajuste matemático.	67
Figura 39 - Curvas de coeficiente piezomagnético d_{33}^* (sensibilidade) vs $ \sigma $ da liga Fe-Ga.....	68
Figura 40 - Curvas de indução versus tensão para a liga Fe-Ga-B: (a) experimental e (b) ajuste matemático.	69
Figura 41- Curvas de coeficiente piezomagnético d_{33}^* (sensibilidade) vs $ \sigma $ da liga Fe-Ga-B.....	70
Figura 42 - Curvas de d_{33}^* vs $ \sigma $ da liga Fe-Ga, destacados os valores de $ \sigma = 0, 17,7, 28,3, 38,7, 49,5, 60,1$ e $70,7$ MPa por linhas pontilhadas.....	71

Figura 43 - Curvas de d_{33} vs H da liga Fe-Ga. As curvas cheias são da medida estática, enquanto que as tracejadas são das medidas quase-estáticas.	72
Figura 44 - Curvas de d_{33}^* vs $ \sigma $ da liga Fe-Ga-B, destacados os valores de $ \sigma = 0, 17,7, 28,3, 38,7, 49,5, 60,1$ e $70,7$ MPa por linhas pontilhadas.	73
Figura 45 - Curvas de d_{33} vs H da liga Fe-Ga-B. As curvas cheias são da medida estática, enquanto que as tracejadas são das medidas quase-estáticas.	74

Sumário

1 INTRODUÇÃO	16
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
2.1 Definição de magnetoestricção	19
2.1.1 Mecanismo de magnetoestricção	21
2.1.2 Origem física da magnetoestricção	22
2.2 Modelos lineares piezomagnéticos	25
2.3 A liga Fe-Ga com 18,6%at de Ga	29
2.3.1 Efeito da orientação cristalográfica na magnetização.....	32
2.3.2 Efeito da compressão mecânica sobre a magnetoestricção.....	33
2.4 Efeitos da adição de boro nas propriedades magnéticas e mecânicas da liga Fe-Ga.....	38
2.5 Transdutor de tensão mecânica em sinal magnético/elétrico.....	40
3 MATERIAIS E MÉTODOS	42
3.1 Produção das ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B	42
3.2 Microestrutura.....	42
3.3 Dispositivo sensorial (Transdutor).....	43
3.4 Medidas de magnetoestricção	45
3.5 Medidas de indução magnética	46
3.6 Medidas estáticas e quase-estáticas.....	46
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	48
4.1 Efeito da adição de boro na microestrutura	48
4.2 Efeito da Adição de boro nas Propriedades Magnéticas.....	53
4.2.1 Ensaio Estático.....	53
4.2.1.1 <i>Indução Magnética</i>	53
4.2.1.2 <i>Magnetoestricção</i>	55
4.2.1.3 <i>Permeabilidade magnética, d_{33} e d_{33}^*</i>	61
4.2.1.4 <i>Coefficiente piezomagnético d_{33}</i>	62

4.3 Ensaio Quase Estático.....	66
4.3.1. Indução Magnética.....	66
5 CONCLUSÕES	75
REFERÊNCIAS	76

1 INTRODUÇÃO

Materiais magnetostrictivos são aqueles que apresentam deformação dentro do regime elástico geralmente da ordem de $\varepsilon = \Delta l/l \sim (1 - 1000) \times 10^{-6}$ (1 – 1000 ppm), quando submetidos a um campo magnético ou, analogamente, apresentam mudança em sua magnetização em resposta a uma tensão mecânica aplicada. Tais materiais são comumente usados como sensores e atuadores [1][2][3][4].

Alguns materiais apresentam magnetoestricção gigante, como por exemplo, Tb e Dy, podendo chegar a 10.000 ppm. Contudo, mesmo que o Tb e o Dy apresentem grandes valores de magnetoestricção, estes materiais apresentam tal comportamento somente em temperaturas criogênicas, por possuírem temperatura de Curie abaixo da temperatura ambiente. Esta condição se torna um empecilho para a sua utilização em larga escala, incluindo o fato de que são muito frágeis, além de seu alto custo [1][3][4].

Na busca por maiores valores de magnetoestricção em temperatura ambiente, foram pesquisadas ligas de elementos metálicos de transição 3d, tais como o Fe associados a estes elementos terras raras citados, buscando propriedades magnéticas e mecânicas intermediárias, ou seja, um material que apresentasse boa magnetoestricção a temperatura ambiente e que pudesse ser utilizado em ambiente severos, ou seja, exposição a vapores prejudiciais, operação em lugares úmidos, suscetibilidade a vibrações, choques, inclinações e exposição a alta temperatura.

Na temperatura ambiente, em materiais como o TbFe₂ e DyFe₂ foram observadas magnetoestricções de saturação totais de 2630 ppm e 650 ppm, respectivamente [2][4]. No entanto, essas ligas possuem grande anisotropia magnetocristalina, portanto exigem altos campos magnéticos para que sejam levados à saturação magnética. Foi então desenvolvida pelo NOL (Naval Ordnance Laboratory – EUA), a liga Tb_{0,27}Dy_{0,73}Fe_{1,95}, conhecida como Terfenol-D, a qual exibe magnetoestricção gigante de ~ 2000 ppm em temperatura ambiente e baixa anisotropia magnetocristalina, se comparada a do TbFe₂ e do DyFe₂ [4].

Contudo, o Terfenol-D é também uma liga muito frágil, não sendo apta para aplicações em ambientes severos. Tornou-se então necessário encontrar soluções alternativas, materiais que apresentem boas propriedades magnéticas em temperatura ambiente, ou seja, que apresentem boa magnetoestricção, que fossem capazes de suportar ambientes severos e ainda pudessem ser comercializados a preços mais baixos [3][4].

Um material que mostrou ser uma alternativa interessante é o GALFENOL, que é uma liga de Fe-Ga e que também foi desenvolvida pelo NOL. Este material possui boas

propriedades magnéticas, com magnetoestricção de ~ 330 ppm em policristais texturizados nas direções $\langle 001 \rangle$ e $\langle 110 \rangle$ e em campos magnéticos de 8 kA/m. Possuem também baixa histerese e propriedades mecânicas semelhantes às do aço, sendo observada alta resistência à tração em composições variando de 19 à 24% at. de Ga, em porcentagem atômica.^{[1][2][4]} Os maiores valores de magnetoestricção, para amostra resfriada rapidamente, foram observados em amostras monocristalinas com composição próximas a 19% at. e 27% at. de Ga, como mostrado na Figura 1 [5].

Figura 1- Magnetoestricção para diferentes tipos de preparo e de composição de ligas Fe-Ga.

Fonte: Adaptado de [4].

Grandes avanços foram alcançados na pesquisa de monocristais e policristais de Fe-Ga. Como consequência dessas pesquisas, surgiu também o estudo da adição de boro à liga de Fe-Ga. Neste caso há a formação da fase Fe₂B, mas o aumento da magnetoestricção não foi significativo [6][7].

Mais recentemente, a influência da fase Fe₂B foi estudada em ligas de Fe-Al [8]. Além disto, o comportamento piezomagnético em ligas de Fe-Al-B também tem sido objeto destes estudos [9] [10]. Foi demonstrado que para baixíssimos campos a fase Fe₂B tem uma contribuição no aumento da permeabilidade do material, o que pode ser interessante em aplicações do material. No entanto ainda não foi estudada a influência desta fase nas propriedades piezomagnéticas do GAFENOL. As propriedades piezomagnéticas referem-se à variação da magnetoestricção como função de campos magnéticos aplicados e com-

pressão mecânica e são as propriedades importantes para que o material possa ser utilizado como sensor e atuador.

A escolha de um material como os citados anteriormente para aplicação em sensores e atuadores também deve levar em conta os custos, facilidade de obtenção e propriedades mecânicas. Neste contexto, um material policristalino é mais atraente do que um monocristalino ou material texturizado, apesar de possuírem valores de magnetoestricção mais baixos. Porém para muitas aplicações estes valores mais baixos podem ser suficientes.

O presente trabalho tem como objetivo estudar a influência da fase Fe_2B nas propriedades piezomagnéticas do GALFENOL. Para tanto foram produzidas barras policristalinas de Fe-Ga e Fe-Ga-B com 18,6% at. de Ga em ambas as ligas e com 2% de boro na liga Fe-Ga-B.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Definição de magnetoestricção

O termo magnetoestricção é sinônimo de deformação induzida por variação de campo aplicado e, refere-se à mudança nas dimensões físicas sofridas pela maioria dos materiais ferromagnéticos quando sua magnetização muda. Define-se magnetização como a soma vetorial de todos os momentos magnéticos atômicos por unidade de volume do material. Como resultado da aplicação de um campo magnético ao material, há a reorientação dos momentos magnéticos na direção do campo e diz-se que o material está magnetizado.

A magnetoestricção foi primeiramente observada por James Prescott Joule no ano de 1840. Joule observou que amostras de Fe alteravam suas dimensões quando sua magnetização era mudada. Anos mais tarde, Villari descobriu que aplicar tensão mecânica em materiais magnetostrictivos, causava mudança em sua magnetização. São essas características que qualificam materiais magnetostrictivos a serem usados na fabricação de sensores de força ou atuadores [1][11][12]. Estes fenômenos ocorrem devido à propriedade denominada de acoplamento magnetomecânico ou de acoplamento magneto-elástico. Isso significa que eles possuem a habilidade de converter energia magnética em energia mecânica e, analogamente, energia mecânica em energia magnética. Embora muitos materiais apresentem acoplamento magneto-mecânico, apenas poucos exibem valores de acoplamento significativos ou gigantes, tais como o TERFENOL-D [11][12].

Materiais são ferromagnéticos quando se encontram abaixo da temperatura de Curie T_C . A magnetização de materiais ferromagnéticos diminui com o aumento da temperatura e, acima de T_C , o material torna-se paramagnético e a magnetização é muito pequena [11][12].

No estado ferromagnético, abaixo de T_C , o material apresenta pequenas regiões de magnetização não-nula, mesmo que um campo magnético externo não seja aplicado. Weiss, em 1907, propôs a primeira explicação para esse fenômeno, na qual dizia que cada momento atômico individual sofria influência de todos os outros momentos magnéticos, formando pequenas regiões de momentos alinhados paralelamente [12]. Assim, essas pequenas regiões em que os momentos magnéticos estão orientados na mesma direção são chamados domínios magnéticos e formam-se espontaneamente para diminuir a energia do sistema.

Um simples grão pode apresentar vários domínios. De outra forma pode-se dizer que, materiais ferromagnéticos consistem de pequenas regiões que possuem magnetização finita. Cada região apresenta máxima magnetização de saturação. Porém na ausência de um campo externo a magnetização total da amostra é nula. Embora existam inúmeros domínios no interior de materiais ferromagnéticos, pode-se considerar que cada par de domínio encontra-se sob a mesma orientação mas em sentidos opostos anulando-se mutuamente [11][12][13].

A energia de troca (exchange) de Heisenberg, juntamente com a energia de anisotropia cristalina, são responsáveis pelo alinhamento dos momentos e formação de domínios abaixo da temperatura de Curie. A energia de troca tem origem na interação entre spins de elétrons vizinhos, favorecendo o alinhamento paralelo dos mesmos [11].

Já a tendência dos momentos magnéticos se orientarem preferencialmente em determinadas direções, como no caso do Fe nas direções $\langle 100 \rangle$, é denominada de anisotropia magnética, que tem origem na interação entre o campo cristalino e o momento angular orbital do elétron [11][12]. E por último, a energia de Zeeman é a energia potencial de um corpo magnetizado na presença de um campo magnético [11].

A minimização da energia total, considerando todos os termos presentes determina o tamanho e a forma dos domínios. A mudança na orientação entre dois domínios não é brusca, sendo que há uma região entre domínios chamada de parede de domínio ou parede de Bloch, onde a orientação dos momentos variam gradualmente entre um domínio e outro [11][12].

Como dito anteriormente, na ausência de campo externo formam-se domínios e a magnetização total é nula. No entanto, quando um pequeno campo externo é aplicado, as paredes de domínio começam a se movimentar de modo que os domínios tendem a se alinhar paralelamente ao campo magnético externo. ^{[8][10]} Quando todos os domínios se alinham com o campo atinge-se a saturação magnética. Chama-se a saturação magnética o fenômeno no qual a magnetização permanece constante mesmo com o aumento do campo, pois nesta situação todos os momentos magnéticos do material estão completamente alinhados com o campo [12].

A magnetoestricção, seja ela contração ou dilatação, ocorre durante o processo de movimentação de paredes de domínio com o aumento ou diminuição do campo magnético. A partir da saturação, a magnetoestricção, assim como a magnetização, permanece constante se o campo magnético for aumentado.

2.1.1 Mecanismo de magnetoestricção

Quando materiais ferromagnéticos são resfriados abaixo da temperatura de Curie, ocorre a magnetização espontânea que causa o ordenamento dos momentos magnéticos dos átomos e, conseqüentemente, a transição do estado paramagnético para o ferromagnético. Nesse processo, o material sofre deformação como consequência do ordenamento magnético dos domínios. Tal deformação que ocorre sem aplicação de tensão, ou de campo magnético, é conhecida como magnetoestricção espontânea λ_0 , conforme esquematizado na Figura 2 (a) para 2(b).

Figura 2 - (a) Material acima de T_C , sem ordenamento magnético; (b) Criação de domínios pelo ordenamento magnético espontâneo abaixo de T_C , alinhados em várias direções; (c) Alinhamento dos domínios causado pela aplicação de campo magnético externo.

Fonte: Adaptado de [14].

Contudo, quando um campo externo é aplicado em um material ferromagnético, os momentos magnéticos tendem a se alinhar paralelamente ao campo e, quando atingem a saturação magnética, causam deformação adicional à magnetoestricção espontânea, chamada magnetoestricção de saturação λ_s . A Figura 2 (c) é um exemplo do comportamento ferromagnético de um material que, sendo resfriado a partir de uma temperatura acima de T_C , onde ocorre o alinhamento dos domínios com o campo externo resultando na magnetoestricção linear ou de Joule.

2.1.2_Origem física da magnetoestricção

A magnetoestricção está fortemente relacionada ao acoplamento spin-órbita, que se refere à interação entre o momento orbital do elétron e seu momento de spin, conforme representação esquemática na Figura 3. Esta interação é fraca no caso de materiais de transição 3d e forte no caso de alguns elementos terras raras. Ao aplicar-se campo magnético em um material ferromagnético, os spins de cada elétron da banda de valência tendem a alinhar-se paralelamente ao campo externo. À medida que os spins dos elétrons se alinham ao campo magnético, carregam o momento orbital que está acoplado a ele devido ao acoplamento spin-órbita e consequentemente deformam as órbitas dos elétrons. Este efeito é propagado por todo o material de átomo a átomo, transformando-se em uma deformação macroscópica, a magnetoestricção.

Figura 3 – Representação do momento magnético orbital e de spin do átomo .

Fonte: Adaptado de [14].

Considerando um material isotrópico, a deformação e em função do campo magnético aplicado, pode ser obtida pela equação (1), que varia de acordo com o ângulo ψ entre a direção da deformação e o campo aplicado ou a magnetização. Ou seja, se $\cos(\psi) = 1$, o material está saturado e a deformação é máxima, se $\cos(\psi) = 0$ o material está no estado onde $H = M = 0$. A magnetoestricção média espontânea λ_0 relacionada a todas as direções possíveis dos momentos é obtida pela integração de todas as direções possíveis que estão em ângulos ψ entre 0 e $\pi/2$, como exibido na equação (2). Esse tipo de deformação acontece em todas as direções de modo que o material ferromagnético altera suas dimensões, mas não muda sua forma.

$$e(\psi) = e \cos^2 \psi \quad (1)$$

$$\lambda_0 = \int_0^{\pi/2} e \cdot \cos^2 \psi \cdot \sin \psi \, d\psi = \frac{e}{3} \quad (2)$$

A magnetoestricção de saturação é definida como sendo a magnetoestricção total e subtraída da magnetoestricção espontânea. Assim sendo, na equação (3):

$$\lambda_s = e - \lambda_0 = \frac{2e}{3} \quad (3)$$

Ou seja, a magnetoestricção total $e = \lambda_{total}$ é dada por: $e = \lambda_{total} = \frac{3}{2} \lambda_s$.

Na equação (4) é dada a expressão para a deformação $e = \lambda$ para um material isotrópico com o campo aplicado a um ângulo ψ em relação à deformação [11][12]:

$$\lambda = \frac{3}{2} \lambda_s (\cos^2 \psi - \frac{1}{3}) \quad (4)$$

Para $\psi = 0$ em (4), significa que a deformação λ é paralela ao campo aplicado e esta é chamada de magnetoestricção longitudinal. Já para $\psi = \pi/2$, a deformação λ é perpendicular ao campo aplicado e esta é chamada de magnetoestricção transversal.

As magnetoestricções longitudinal e transversal, descritas pelas equações (5) e (6) a seguir, são magnetoestricções lineares (ou de Joule).

$$\lambda_{long} = e_{\parallel} = \frac{3}{2} \lambda_s \left(1 - \frac{1}{3}\right) = \lambda_s \quad (5)$$

$$\lambda_{trans} = e_{\perp} = \frac{3}{2} \lambda_s \left(0 - \frac{1}{3}\right) = -\frac{1}{2} \lambda_s \quad (6)$$

Pode-se ver também pela equação (6) que a magnetoestricção transversal é igual ao valor negativo da metade da magnetoestricção longitudinal. Para $\lambda_s > 0$, o sinal negativo da equação (6) descreve a redução no tamanho do material na direção perpendicular à medida que seu comprimento aumenta. As equações (5) e (6) também, são usadas para calcular a magnetoestricção total, como exibido na equação (7).

$$\lambda_{total} = \lambda_{long} - \lambda_{trans} = \frac{3}{2}\lambda_s \quad (7)$$

Na Figura 4 (a) é mostrado um desenho que representa uma barra cilíndrica com campo aplicado na direção longitudinal da barra e o correspondente aumento de comprimento ΔL devido à magnetoestricção. Observa-se também a diminuição do tamanho da barra na direção transversal ao campo, conforme demonstrado matematicamente pela equação (6), que exibe magnetoestricção negativa representada por $-\frac{1}{2}\lambda_s$. A Figura 4 (b) mostra uma situação ideal onde os momentos estão dispostos perpendicularmente ao eixo axial da amostra, tornando possível alcançar a maior deformação de origem magnética. Tal situação é ideal já que, em amostras policristalinas como as utilizadas neste trabalho, os momentos magnéticos estão orientados aleatoriamente de modo que, alguns momentos magnéticos já se encontram orientados paralelamente ao eixo axial, o que significa que estes momentos não irão contribuir para a magnetoestricção e os momentos orientados entre 0 e 90° irão contribuir parcialmente. Logo, ligas policristalinas apresentam menor magnetoestricção do que as mesmas ligas monocristalinas ou texturizadas, por exemplo, por solidificação direcional.

Figura 4 – Em (a) barra cilíndrica de material ferromagnético com campo magnético aplicado longitudinalmente causando deformação no sentido do campo e (b) situação de alinhamento ideal dos momentos magnéticos.

2.2 Modelos lineares piezomagnéticos

A deformação total em materiais magnetostrictivos, assim como também a variação da indução magnética, podem ser descritos por meio de modelos lineares piezomagnéticos que são análogos aos piezocerâmicos e piezolétricos, os quais mostraram-se úteis no estudo da magnetoestricção e em suas aplicações em materiais para engenharia. Esses modelos desconsideram efeitos térmicos e tem, como condições iniciais, que o campo magnético e a tensão mecânica sejam aplicados em apenas um único e mesmo sentido, que é axialmente em um corpo de prova cilíndrico. A deformação (λ) e a indução magnética (B) devido à aplicação de campo magnético (H) e tensão mecânica (σ) são dadas pelas equações (8) e (9), onde os coeficientes d_{33} e d_{33}^* são os coeficientes de acoplamento magneto-mecânico.

Observando a equação (8), nota-se que a deformação λ de um material magnetostrictivo sob tensão mecânica aplicada possui duas contribuições, a primeira, representada por σS_H , que é a deformação puramente elástica onde S_H é o inverso do módulo de Young. Nota-se que esta contribuição é exatamente a lei de Hook. A outra contribuição, Hd_{33} , é a deformação como consequência do alinhamento dos momentos magnéticos com o campo aplicado, onde a energia magnética é transformada em energia mecânica.

A indução magnética, como pode ser visto na equação (9), também possui duas contribuições $\mu_\sigma H$, onde μ_σ é a permeabilidade do material sob tensão mecânica aplicada constante em um campo H e σd_{33}^* , onde d_{33}^* é o coeficiente magnetomecânico que dá a sensibilidade na qual a energia mecânica introduzida por meio de tensão é transformada em energia magnética, também é chamado de coeficiente piezomagnético.

$$\lambda = \sigma S_H + H d_{33} \quad (8)$$

$$B = \mu_\sigma H + \sigma d_{33}^* \quad (9)$$

Ao calcular-se a variação da deformação em função do campo magnético aplicado sob tensão constante, da equação (8) obtém-se d_{33} pela equação (10), que é a sensibilidade do material como atuador. Calculando-se também a variação da indução em função da tensão sob campo magnético constante, da equação (9) obtém-se a equação (11), onde d_{33}^* é a sensibilidade do material à tensão, determinando a eficiência do material em converter energia mecânica em energia magnética.

$$d_{33} = \frac{d\lambda}{dH} \quad (10)$$

$$d_{33}^* = \frac{dB}{d\sigma} \quad (11)$$

Contudo, o acoplamento entre a direção de magnetização e a deformação mecânica depende da direção da magnetização em relação aos eixos do cristal. Assim, a energia magnética livre deve conter termos que relacionem a direção de magnetização em relação ao campo aplicado com as deformações elásticas de rede e_{ij} . A direção da magnetização em relação ao campo é dada pelos α_i 's que são os cossenos diretores do ângulo ψ [11].

Na equação (12), onde μ_m é igual a energia magnética (U_m) por unidade de volume (V_0), o primeiro termo f_0 corresponde à energia de troca que independe de α_i . O segundo e terceiro termos são a energia de anisotropia com dois termos de expansão em α_i proporcionais a α_i^4 e α_i^6 . O terceiro e quarto termo são de energia puramente elástica expandida em termos de e_{ij} e proporcionais a e_{ij}^2 e e_{ij}^3 . Finalmente, os dois últimos termos correspondem aos termos de acoplamento magnetoelástico proporcionais a $e_{ij}\alpha_i^2$ e $e_{ij}^2\alpha_i^4$. Na equação (12) K_1 e K_2 são chamadas constantes de anisotropia e podem ser calculadas das áreas das curvas de magnetização obtidas para cada direção de fácil magnetização em um monocristal do material de interesse. Já os coeficientes c_{ijkl} e H_{ijklm} são as constantes de rigidez elástica e, B_{ij} e D_{ijklm} são os coeficientes de acoplamento magnetoelástico. [11].

$$\begin{aligned} \mu_m = \frac{U_m}{V_0} = & f_0 + (K_1\alpha_i^2\alpha_j^2 + K_2\alpha_i^2\alpha_j^2\alpha_k^2 + \dots) + \\ & (c_{ijkl}e_{ij}e_{kl} + H_{ijklm}e_{ij}e_{kl}e_{mn} \dots) + \\ & (B_{ij}e_{ij}\alpha_i\alpha_j + \dots + D_{ijkl}e_{ij}e_{kl}\alpha_i\alpha_j\alpha_k\alpha_l) + \dots \end{aligned} \quad (12)$$

Para simetrias cúbicas, a equação (12) reduz-se a (13), exibida também como a soma das densidades de energia envolvidas, u_a a energia de anisotropia magnética, u_{ms} a energia magneto-elástica e u_{el} a energia puramente elástica.

$$u = u_a + u_{me} + u_{el} = \frac{U_0}{V_0} + K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2 + \dots \quad (13)$$

$$\begin{aligned}
& +B_1(\alpha_1^2 e_{xx} + \alpha_2^2 e_{yy} + \alpha_3^2 e_{zz}) + B_2(\alpha_1 \alpha_2 e_{xy} + \alpha_2 \alpha_3 e_{yz} + \alpha_3 \alpha_1 e_{zx}) + \\
& \quad \frac{1}{2} c_{11}(e_{xx}^2 + e_{yy}^2 + e_{zz}^2) + c_{12}(e_{xx}e_{yy} + e_{yy}e_{zz} + e_{zz}e_{xx}) \\
& \quad + \frac{1}{2} c_{44}(e_{xy}^2 + e_{yz}^2 + e_{zx}^2) + \text{const} \times e_{ij}
\end{aligned}$$

Sendo α_1 , α_2 e α_3 os cossenos diretores da magnetização em relação aos eixos do cristal (x,y,z) e β_1 , β_2 e β_3 os cossenos diretores da deformação, pode-se escrever que antes de uma deformação somente na direção x têm-se que $\beta = (1,0,0)$ e $r_0 = r_x$, onde r é a distância de interatômica. Sob uma tensão uniaxial na direção x, o valor de β será $\beta = (1, e_{xy}/2, e_{xz}/2)$ e $r_x = r_0(1+e_{xx})$. Usando um modelo da interação de pares entre dipolos magnéticos, onde são consideradas apenas interações dipolares [12]. Estas interações de pares são somadas sobre os vizinhos mais próximos em várias redes cúbicas e é possível mostrar que a energia magnetoelástica, que é a diferença entre a energia antes e depois da deformação é dada pela equação (14):

$$\Delta u_{me} = B_1 \left[e_{xx} \left(\alpha_1^2 - \frac{1}{3} \right) + e_{yy} \left(\alpha_2^2 - \frac{1}{3} \right) + e_{zz} \left(\alpha_3^2 - \frac{1}{3} \right) \right] + \quad (14)$$

$$B_2 [e_{xy}\alpha_1\alpha_2 + e_{yz}\alpha_2\alpha_3 + e_{zx}\alpha_1\alpha_3]$$

Minimizando-se a energia magnetoelástica na equação (14) em relação às componentes da deformação e_{ij} , ou seja, calculando-se $d(\Delta u_{me})/de_{ij} = 0$, temos como resultado seis equações, dadas pelas equações (15) a (20).

$$\frac{d\Delta u_{me}}{de_{xx}} = B_1 \left(\alpha_1^2 - \frac{1}{3} \right) + c_{11}e_{xx} + c_{12}(e_{yy} + e_{zz}) = 0 \quad (15)$$

$$\frac{d\Delta u_{me}}{de_{yy}} = B_1 \left(\alpha_2^2 - \frac{1}{3} \right) + c_{11}e_{yy} + c_{12}(e_{zz} + e_{xx}) = 0 \quad (16)$$

$$\frac{d\Delta u_{me}}{de_{zz}} = B_1 \left(\alpha_3^2 - \frac{1}{3} \right) + c_{11}e_{zz} + c_{12}(e_{xx} + e_{yy}) = 0 \quad (17)$$

$$\frac{d\Delta u_{me}}{de_{xy}} = B_2\alpha_1\alpha_2 + c_{44}e_{xy} = 0 \quad (18)$$

$$\frac{d\Delta u_{me}}{de_{yz}} = B_2\alpha_2\alpha_3 + c_{44}e_{yz} = 0 \quad (19)$$

$$\frac{d\Delta u_{me}}{de_{zx}} = B_2\alpha_3\alpha_1 + c_{44}e_{zx} \quad (20)$$

Destas seis equações é possível determinar os valores das deformações de equilíbrio, e_{xy} , e_{yy} e e_{zz} , e_{xy} , e_{xz} e e_{yz} que são dadas pelas equações (21) a (26).

$$e_{xx} = \left[\frac{B_1}{c_{12} - c_{11}} \right] \left(\alpha_1^2 - \frac{1}{3} \right) \quad (21)$$

$$e_{yy} = \left[\frac{B_1}{c_{12} - c_{11}} \right] \left(\alpha_2^2 - \frac{1}{3} \right) \quad (22)$$

$$e_{zz} = \left[\frac{B_1}{c_{12} - c_{11}} \right] \left(\alpha_3^2 - \frac{1}{3} \right) \quad (23)$$

$$e_{xy} = -\frac{B_2}{c_{44}}\alpha_1\alpha_2 \quad (24)$$

$$e_{yx} = -\frac{B_2}{c_{44}}\alpha_2\alpha_3 \quad (25)$$

$$e_{zx} = -\frac{B_2}{c_{44}}\alpha_3\alpha_1 \quad (26)$$

A deformação em qualquer direção é determinada projetando-se e_{ij} sobre o vetor $(\beta_1, \beta_2, \beta_3)$ definindo assim a direção de medição da deformação. Esta projeção é representada matematicamente pelas equações (27) e (28) a seguir:

$$\frac{r - r_0}{r} = \frac{\Delta l}{l} = \lambda = (\beta_1, \beta_2, \beta_3)(e_{ij}) \begin{pmatrix} \beta_1 \\ \beta_2 \\ \beta_3 \end{pmatrix} = \Sigma e_{ii}^2 \beta_i^2 + \Sigma_{i < j} e_{ij} \beta_i \beta_j \quad (27)$$

$$\frac{\delta l}{l} = \frac{B_1}{c_{11} - c_{12}} \left(\alpha_1^2 \beta_1^2 + \alpha_2^2 \beta_2^2 + \alpha_3^2 \beta_3^2 - \frac{1}{3} \right) - \frac{B_1}{c_{44}} (\alpha_1 \alpha_1 \beta_1 \beta_2 + \quad (28)$$

$$+ \alpha_2 \alpha_3 \beta_2 \beta_3 + \alpha_3 \alpha_2 \beta_3 \beta_2)$$

Caso a magnetização esteja ao longo da direção [100] e a deformação medida na direção [100] é equivalente a dizer que $\alpha_1 = \beta_1 = 1$, $\alpha_2 = \alpha_3 = \beta_2 = \beta_3 = 0$, assim obtemos λ_{100} e, similarmente λ_{111} , dados pelas equações (29) e (30).

$$\lambda_{100} = -\frac{2}{3} \frac{B_1}{c_{11} - c_{12}} \quad (29)$$

$$\lambda_{111} = -\frac{1}{3} \frac{B_2}{c_{44}} \quad (30)$$

E a equação (28) pode ser reescrita como:

$$\frac{\delta l}{l} = \frac{3\lambda_{100}}{2} \left(\alpha_1^2 \beta_1^2 + \alpha_2^2 \beta_2^2 + \alpha_3^2 \beta_3^2 - \frac{1}{3} \right) + 3\lambda_{111} (\alpha_1 \alpha_1 \beta_1 \beta_2 + \alpha_2 \alpha_3 \beta_2 \beta_3 + \alpha_3 \alpha_2 \beta_3 \beta_2) \quad (31)$$

No entanto, em um material isotrópico, é esperado que $\lambda_{100} = \lambda_{111} = \lambda_s$. Assim a equação (31) é reduzida à equação (4) que, descreve a magnetoestricção propriamente dita ou, em outras palavras, deformação do material ferromagnético isotrópico em função de um campo magnético externo.

2.3 A liga Fe-Ga com 18,6%at de Ga

A necessidade de encontrar materiais magnetostrictivos alternativos, àqueles a base de terras raras e que possuam melhor relação custo benefício, que mesmo sendo poli-

cristalinos apresentem boa magnetoestricção e sejam mais dúcteis, levou a pesquisa de ligas Fe-Ga [4]. Sabe-se que o Fe puro apresenta pequena magnetoestricção ($\lambda_{100} = 20$ ppm, $\lambda_{111} = -16$ ppm). No entanto, a adição de elementos não magnéticos ao Fe produz um aumento significativo na magnetoestricção de até uma ordem de magnitude.

Foi determinado que a adição de Ga, mesmo este não sendo ferromagnético, ao Fe ccc, aumenta a magnetoestricção na direção $\langle 100 \rangle$ cerca de 200 vezes. Devido às excelentes propriedades mecânicas e baixo campo magnético exigido para atingir a saturação, tal liga tem despertado interesse e sido estudada como também já utilizada em muitas aplicações [2][3][4].

Foram observadas máximas magnetoestricções em concentrações de Ga próximas de 19 e 28% (%at.) de Ga. Estes valores máximos são consequência de dois fenômenos: um deles é a redução até o colapso da anisotropia magnética de ligas $\text{Fe}_{100-x}\text{Ga}_x$ com o aumento de x até $x \sim 28$. O outro fenômeno verificado foi a existência de pares de Ga alinhados na direção $\langle 001 \rangle$, que são responsáveis pelo aumento significativo da magnetoestricção desta liga para $x \sim 19$. A presença desses pares de Ga alinhados na direção de fácil magnetização resulta em um campo de tensão formado ao redor desses pares, modificando então a anisotropia do material e causando o aumento na magnetoestricção [2][15][16][17].

Apesar de haver um diagrama de fases bem completo para o sistema Fe-Ga [18], para a região rica em Fe, é o diagrama metaestável o melhor aceito para explicar as fases encontradas no sistema. Esse diagrama é exibido na Figura 5.

Figura 5 - Diagrama de fases metaestável do binário Fe-Ga com indicação em 18,6 %at. de gálio.

Fonte: Adaptado de [19].

Para a composição com 19% de Ga, durante o resfriamento da liga as fases A2 e D0₃ podem ser encontradas e são comumente observadas em ligas resfriadas até a temperatura ambiente. A fase majoritária é a fase α com estrutura A2. A Figura 6 mostra as estruturas cristalinas (célula unitária) -A2 e D0₃. A fase α com estrutura A2, é cúbica de corpo centrado (ccc) desordenada, portanto é mais favorável à formação de pares de Ga devido à aleatoriedade na ocupação de cada sítio. A fase Fe₃Ga de estrutura D0₃ é cúbica de face centrada (cfc) ordenada, formada por 8 subcélulas de estrutura ccc. Na estrutura D0₃ a formação de pares de Ga não é observada, pois os átomos de cada elemento tende a ocupar lugares específicos [3][15].

Figura 6 - Células unitárias das estruturas cristalinas A2 e D0₃.

Fonte: Adaptado de [20].

2.3.1 Efeito da orientação cristalográfica na magnetização.

As propriedades magnéticas de um material ferromagnético texturizado ou monocristal irão depender da direção do campo magnético aplicado e das direções de fácil magnetização. Essa dependência é chamada de anisotropia magnética e influencia a forma da curva M vs H (ou B vs H), ou ainda, a forma do ciclo de histerese [16][21][22].

Cada cristal possui uma direção preferencial, chamada de direção de fácil magnetização ou direção fácil. O Fe metálico, por exemplo, possui as direções $\langle 100 \rangle$, como direções de fácil magnetização. Por outro lado para o níquel, as direções de fácil magnetização são as do tipo $\langle 111 \rangle$. As direções de fácil, média e difícil magnetização para o ferro e o níquel são mostradas na Figura 7. Ao aplicar-se um campo magnético ao longo de umas dessas direções, obtém-se a magnetização máxima, ou magnetização de saturação. A direção na qual a saturação é obtida para o menor campo aplicado é denominada de direção de fácil magnetização [11].

Na equação (4) podemos escrever $M = \cos\psi \cdot M_s$, ou seja, $\cos\psi = M/M_s$, sendo M a magnetização e M_s a magnetização de saturação. Portanto, a magnetoestricção λ depende quadraticamente da magnetização e as variações observadas nas curvas de magnetização devido à anisotropia magnética são amplificadas nas curvas de magnetoestricção.

Figura 7 – Direção de indução em função do campo, em (A) curvas relativas ao Fe, em (B) curvas relativas ao níquel.

Fonte: Adaptado de [23].

2.3.2 Efeito da compressão mecânica sobre a magnetoestricção

Há vários trabalhos em que as propriedades piezomagnéticas de ligas Fe-Ga foram estudadas e modeladas [4][16][21][22]. Interessa-nos especialmente trabalhos que envolvam medidas de magnetização e magnetoestricção em ensaios estáticos e também em ensaios quase estáticos. No trabalho da referência [16] são relatados ensaios estáticos para uma amostra policristalina orientada na direção $\langle 100 \rangle$ de composição $\text{Fe}_{81,6}\text{Ga}_{18,4}$. Estes resultados são mostrados na Figura 8, ou seja, a curva da magnetização (a) e a susceptibilidade (b) em função do campo aplicado para diversos valores fixos de tensões mecânicas aplicadas. Da Figura 8 (a) observa-se que a magnetização mostra um comportamento distinto em tração se comparado com compressão, sendo que as curvas para compressão apresentam um comportamento com três regiões aproximadamente lineares com inclinações diferentes.

Figura 8 - Propriedades piezomagnéticas da liga $\text{Fe}_{81,6}\text{Ga}_{18,4}$: a) Magnetização e b) Suscetibilidade, em função de campo magnético, para tensões mecânicas constantes.

Fonte: Adaptado de [16].

O valor de magnetização de saturação obtido é de 1200 kA/m ($\sim 1,51$ T). O valor da suscetibilidade χ sem aplicação de tensão é de 900, que cresce até ~ 1500 com o aumento da tensão trativa e diminui à medida que a tensão compressiva é aumentada. Se uma tensão compressiva é aplicada na direção [100], é esperado que as componentes dos momentos orientados paralelamente à direção [100] diminuam e o momentos se alinhem paralelamente ao plano basal. Ao ser aplicado um campo magnético paralelamente à direção de compressão, os momentos tendem a se orientar paralelamente ao campo [1][16]. Nas curvas da Figura 8 (a) as três mudanças de inclinação nas curvas de magnetização será denominada aqui de “dobragem”. Segundo [16], a anisotropia magnetocristalina da liga $\text{Fe}_{81,6}\text{Ga}_{18,4}$ é responsável pelo comportamento de dobragem mostrado nas curvas de mag-

netização, onde as regiões mais íngremes que resultam em crescimento mais rápido da magnetização ocorrem através do movimento da parede de domínio. A anisotropia magnetocristalina tem que ser ultrapassada antes do momento magnético na parede de domínio poder rotacionar sob ação do campo magnético aplicado. Esta é uma das principais razões para os três regimes distintos de magnetização. O primeiro regime corresponde então a um aumento pequeno da magnetização ou de B (indução magnética) em campos pequenos. No segundo regime, há um grande aumento de B em campos moderados onde a anisotropia magnetocristalina já foi vencida e finalmente o terceiro regime que é a região de saturação, onde o aumento de B com H é extremamente pequeno. Esta é também a razão para a permeabilidade relativa, mostrada na Figura 8 (b) apresentar um pico duplo (cada um em campos positivos e negativos) e um vale em campos baixos. Em campos baixos, tanto positivos quanto negativos, acontece o início da rotação dos momentos para vencer a anisotropia e a permeabilidade é baixa. Em um valor de campo onde a suscetibilidade é máxima, é o ponto em que a anisotropia magnetocristalina e tensão são superadas e os momentos magnéticos se deslocam coletivamente para se alinhar na direção $\langle 100 \rangle$, a direção do campo aplicado, exibindo assim um pico na permeabilidade relativa.

Simultaneamente, é esperado que este efeito relatado da superação da anisotropia magnetocristalina, tenha influência na magnetoestricção. Na figura 9 (a) e (b) são mostradas respectivamente as curvas de magnetoestricção e o fator de sensibilidade d_{33} ($d\lambda/dH$) em função do campo magnético aplicado para vários valores de tensão de compressão, para uma amostra de Fe-Ga com 19% de Ga, de grão orientado na direção $\langle 100 \rangle$ [22]. Observa-se na Figura 9 (a) que há também uma grande variação na magnetoestricção para uma pequena alteração no campo. À medida que a tensão de compressão aumenta, os três regimes observados na curva de magnetização também aparecem nestas curvas. As curvas de $d_{33} = d\lambda/dH$ vs H também apresentam dois picos, assim como nas curvas de χ vs H . A magnitude do campo onde os picos d_{33} vs H da Fig. 9 (b) aumenta com o aumento da tensão de compressão, pois mais campo é necessário para superar a anisotropia da tensão além daquela da anisotropia magnetocristalina. Observa-se que os valores de $d_{33} = d\lambda/dH$ são extremamente altos superando valores de 100 nm/A.

Figura 9 – Curvas para Fe-Ga com 19% de Ga de grão orientado na direção <100> de: (a) magnetoestricção e (b) fator de sensibilidade d_{33} ($d\lambda/dH$) em função do campo magnético aplicado para vários valores de tensão de compressão.

Fonte: Adaptado de [22].

Por outro lado, os resultados de ensaios quase estáticos podem ser encontrados na referência [21], ou seja, magnetização ou indução magnética em função da variação da tensão de compressão aplicada para valores fixos de campo magnético. Neste caso, a amostra é uma barra monocristalina de $\text{Fe}_{81,0}\text{Ga}_{19,0}$ de 6,35 mm de diâmetro e ~ 25 mm de comprimento, recozido a 1000 °C cujo o objetivo era de se obter uma distribuição de Ga quase aleatória na rede cristalina. Na Figura 10 estão mostrados os gráficos de $\mu_0 M$ vs σ e na Figura 11, d_{33}^* vs σ para esta amostra descrita em [21]. Os valores indicados próximos às curvas correspondem aos campos aplicados em kA/m. Observa-se da Figura 10 que a resposta de cada curva à tensão de compressão é histerética, indicando uma perda de energia que ocorrem ao longo dos ciclos de compressão e descompressão. Quanto maior a vari-

ação de M em relação a σ , o maior será a sensibilidade de detecção do material e isto é determinado pelo coeficiente piezomagnético $d_{33}^* = dB/d\sigma$. O maior valor de $d_{33}^* = 22$ T/GPa foi obtido para um campo magnético aplicado de 3,55 kA/m e $\sigma = -30$ MPa. À medida que o campo aumenta o valor de onde ocorre o máximo de sensibilidade desloca-se para valores absolutos de maiores. No entanto, à medida que o campo aumenta o valor máximo da sensibilidade diminui. Para maiores valores de campo aplicado os valores de d_{33}^* apresentam uma distribuição mais larga. A mudança da localização dos picos de d_{33}^* quando varia o campo reflete a mudança dos balanços de energia entre os estados magnéticos e mecânicos do material [21].

Figura 10 - Curvas $\mu_0 M$ vs σ para a amostra monocristalina de $Fe_{81,0}Ga_{19,0}$. Os valores próximos às curvas são os campos magnéticos aplicados.

Fonte: Adaptado de [21].

Figura 11 - Curvas d_{33} vs σ para uma amostra monocristalina de $\text{Fe}_{81,0}\text{Ga}_{19,0}$. Os valores próximos as curvas são os valores de tensão mecânica.

Fonte: Adaptado de [21].

2.4 Efeitos da adição de boro nas propriedades magnéticas e mecânicas da liga Fe-Ga.

A introdução de átomos de soluto, tal como o B, pode aumentar a resistência mecânica de ligas metálicas em baixa temperatura, pois tais átomos constituem impurezas intersticiais, restringindo o movimento de discordâncias e assim melhorando a resistência mecânica [6][7]. Em ligas Fe-Ga com presença de 1% at. de boro e 2% at. de cromo, foi observada a melhora da resistência mecânica. Quando submetida a um teste de tração, a liga Fe-Ga apresentou deformação de aproximadamente 0,25% até a fratura. Após a adição de 1 % at. de boro apresentou fratura após 3,56 % de deformação, como é exibido na Figura 12. Tais ligas, em testes de tração, apresentaram fratura intergranular quando não há adição de átomos de impureza, mas quando dopadas com boro, observa-se a ocorrência de fratura transgranular, que é menos frágil do que a primeira e, portanto, preferível em relação à intergranular [7].

Por outro lado, foi observado também que, a adição de elementos não magnéticos em ligas metálicas, pode em alguns casos, dependendo da composição da liga, melhorar a magnetoestricção da mesma [24]. Quando átomos de impureza de boro são adicionados foi

observado que a baixa solubilidade de boro na liga leva à formação da fase Fe_2B [6][7]. Na liga com ~ 19% de Ga, esta fase precipita nos contornos de grão, que por sua vez causa o aumento da concentração de Ga na matriz da liga, pois Fe é “roubado” da matriz para a formação dela. Como consequência, a magnetoestricção da liga Fe-Ga do primeiro pico diminui, estando de acordo com o gráfico de magnetoestricção em função da concentração de Ga na Figura 1 situada na introdução deste trabalho. Já para a adição de boro à liga Fe-Ga com 28% de Ga, há indícios de aumento do parâmetro de rede, significando que além de formar a fase Fe_2B , há também a inserção de átomos de boro intersticialmente na fase Fe_3Ga desta liga [24]. A adição de 1 %at. de boro, neste caso, dobrou o valor da magnetoestricção comparativamente à liga Fe-Ga sem adição de boro.

Estudos apontam que existem outras formas para melhorar a magnetoestricção em ligas policristalinas além da adição de boro, tais como, desenvolvimento de textura, introdução de anisotropia e histórico térmico [25][26][27].

Em ligas Fe-Ga policristalinas com composições de 17 e 19 % at. de Ga, a adição de 1% at. de boro resultou em um aumento na magnetoestricção de 40 % e 10 % respectivamente, com um consequente aumento do campo necessário para que a amostra atinja saturação [28][29]. O estudo feito em [30] sobre o efeito da adição de elementos com pequenos raios atômicos, tais como o C, boro e N em ligas policristalinas de Fe-Ga, mostrou que a adição de 1% at. de boro ou mais, melhora a magnetoestricção e, também melhora as propriedades mecânicas, como também foi observado por [7].

Figura 12 – Ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B: (a) Magnetoestricção em função do campo magnético aplicado e (b) Tensão versus deformação em ensaio de tração.

Fonte: Adaptado de [7].

2.5 Transdutor de tensão mecânica em sinal magnético/elétrico

Desejando-se medir a magnetização (ou indução) e a magnetoestricção em ensaios estáticos e quase estáticos, pode-se utilizar um transdutor que seja capaz de medi-las quando tensão mecânica e campo magnético são aplicados simultaneamente.

Um transdutor é um dispositivo que traduz uma informação térmica, mecânica ou magnética em uma informação na forma de um sinal elétrico. O transdutor como o da Figura 14 utiliza dois tipos de bobina, uma chamada de excitação e outra chama de captura. Bobinas de excitação são responsáveis por gerar o campo magnético axial à amostra, en-

quanto que as de captura, são responsáveis por medir a indução magnética da amostra. Quanto maior é o número de espiras em ambas bobinas, maior será o fluxo magnético, sua variação na bobina de indução e, portanto, a corrente detectada.

O núcleo tem como objetivo direcionar o fluxo magnético que entra e sai da amostra evitando perdas de fluxo. Para isso é necessário que o núcleo seja constituído por lâminas de grãos orientados.

Ao aplicar-se tensão mecânica axialmente à amostra, suas propriedades magnéticas serão alteradas e serão medidas através da bobina de captura ou detecção. O extensômetro colado na região próxima à bobina de captura deforma-se proporcionalmente à amostra e produz um sinal elétrico proporcional à deformação sofrida.

Figura 13 – Modelo de transdutor com material magnetostrictivo alocado.

Fonte: Adaptado de [1].

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo será descrita a produção das ligas usadas no presente trabalho, assim como o dispositivo de medidas piezomagnéticas. Também, será detalhada a aparelhagem utilizada para a medição das curvas de magnetoestricção e indução magnética.

3.1 Produção das ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B

A liga Fe-Ga, foi produzida na composição na qual possui maior magnetoestricção, que é 81,4 % at. Fe e 18,6 % at. Ga, tendo sido fundida a arco em uma atmosfera controlada de argônio, por quatro vezes para garantir a homogeneização. Da mesma forma foi preparada a liga (82 % at. Fe 18 % at. Ga)₉₈ e 2 % at. boro. Todos os elementos utilizados para a fusão possuíam pureza mínima de 99,9% e cada lingote produzido tinha massa de aproximadamente 45 g.

Após a fusão, cada liga foi encapsulada em um tubo de quartzo com atmosfera controlada de argônio e recebeu tratamento térmico de 48 h à 1100°C, sendo posteriormente resfriadas em água. Os tratamentos térmicos tiveram por objetivo a homogeneização da matriz e esferoidização da fase Fe₂B no caso das ligas Fe-Ga-B, além de tentar inibir a formação da fase D0₃ por meio do resfriamento em água.

Após o tratamento de homogeneização cada lingote foi usinado para gerar corpos de prova de aproximadamente 50 mm de comprimento por 6 mm de diâmetro.

Para as medidas em compressão mecânica foram feitas roscas nas pontas dos corpos de prova (barras cilíndricas) para fixação de peças que proporcionaram melhor alocação do dispositivo sensorial na máquina de ensaios de compressão. Já para a fixação dos extensômetros, foram feitos entalhes nos corpos de prova. Ao redor do corpo de prova foi enrolada uma bobina de captura. Todos estes detalhes podem ser observados na Figura 14.

3.2 Análise microestrutural e cristalográfica

A análise da microestrutura de ambas as ligas foi feita por difração de raios X, por meio do difratômetro da marca SHIMADZU (XRD-6000 model) onde foi utilizada radia-

ção de molibdênio, em uma tensão elétrica de 40,0 kV e corrente de 30,0 mA, passo de 0,05° e alcance de 10° a 70°. Também foi utilizado para caracterização, gerando imagens da microestrutura, o microscópio eletrônico de varredura (MEV) marca HITACHI, modelo TM 3000 e o microscópio ótico ZEISS modelo Axiovert 40 MAT. A análise da composição foi feita por meio de EDS acoplado ao MEV, modelo INCA x-sigth da Oxford Instruments.

Para revelar a microestrutura de ambas ligas foi feito ataque químico com solução de 5 % de ácido nítrico e 95 % de etanol (Nital 5%).

Figura 14 – Corpo de prova instrumentada com bobina de captura e extensômetro.

Fonte: Adaptado de [1].

3.3 Dispositivo sensorial (Transdutor)

O dispositivo sensorial utilizado para caracterizar as propriedades magnéticas do material magnetoestrictivo é formado por um núcleo magnético e por duas bobinas que geram o campo magnético que irá fluir através do núcleo, conforme indicado pelas setas verdes no desenho esquemático apresentado na Figura 13. Na Figura 15 é mostrada a foto do dispositivo real usado. Nos dois furos centrais que aparecem nos braços horizontais do núcleo, é posicionada a amostra cilíndrica a ser caracterizada, indicada em (e).

Figura 15 – Dispositivo sensorial: (a) núcleo magnético, (b) bobinas de excitação, (c) bobinas de captura, (d) extensômetro, (e) corpo de prova e (f) detentores.

Fonte: Adaptado de [1].

O núcleo magnético, indicado em (a), é feito de chapas de grãos orientados de Fe-silício, mesmo material utilizado na fabricação de transformadores comerciais. Tal material foi escolhido visando reduzir perdas de fluxo magnético, pois o mesmo consegue saturar a baixos campos, abaixo de 1000 A/m e, também, para reduzir correntes parasitas foram utilizadas finas lâminas para sua confecção. A Figura 15 mostra o núcleo já com as bobinas de indução alocadas [1].

As bobinas de excitação, indicadas como (b), possuem 1200 espiras e 27 mm de comprimento cada uma. Para proporcionar sustentação ao núcleo magnético e para que o mesmo possa comportar as duas bobinas de indução, foram utilizadas quatro lâminas de titânio de 1,5 mm de espessura. Estas bobinas foram alimentadas por uma fonte de corrente TEKTRONIX modelo PWS4602, para gerar o campo magnético no dispositivo.

3.4 Medidas de magnetoestricção

Os extensômetros são responsáveis por medir a deformação do material magneto-strictivo, sendo colados na região de entalhes feitos especialmente para isso, uma vez que os mesmos entalhes foram feitos para proporcionar uma melhor aderência. O componente em questão é feito de fio metálico Constantan (liga 55Cu-45Ni), de 350 Ω , de base de poli-amida, sendo adquirido do fabricante EXCEL SENSOR. Na Figura 16 são mostrados os três extensômetros anexados ao corpo de prova.

Cada corpo de prova de cada liga usinada teve seu entalhe lixado com uma lixa de granulometria 1000 para garantir uma superfície o mais livre possível de imperfeições. Em seguida, os corpos de prova foram mergulhados em acetona e limpos em dispositivo de ultrassom por 10 min. A cola utilizada foi LOCTITE 496. Foram colados extensômetros nos entalhes para medir a magnetoestricção longitudinal e transversal à barra, lembrando que o campo magnético aplicado é longitudinal ao corpo de prova, mostrado pelas setas verdes na Figura 13.

Figura 16 - Extensômetros longitudinal e transversal colados no corpo de prova.

Fonte: Próprio autor

Cada extensômetro é ligado à ponte de Wheatstone da National Instruments (NI 9237), por meio de um cabo RJ-50. A ponte de Weathstone é um dispositivo que tem por finalidade fazer a medida do sinal elétrico relativo à deformação do extensômetro, aplicando para isso uma tensão elétrica de 5 V no circuito. Esta tensão é suficiente para obter um sinal mensurável, sem no entanto, aquecer demasiadamente os extensômetros, o que poderia resultar em imprecisão nas medidas. Este sinal é a variação da resistência em um dos braços da ponte. O material magnetostrictivo ao deformar-se, deforma o fio do extensômetro que muda sua resistência elétrica devido à variação do comprimento do fio. Foram

usados três extensômetros anexados à amostra, dois longitudinais simetricamente opostos com o objetivo de avaliar uma possível flambagem. O terceiro é um transversal, para que possa ser mensurada a magnetoestricção transversal ao eixo axial da amostra. Medir a magnetoestricção transversal é importante não apenas para que se possa calcular a magnetoestricção total, mas para que a mesma seja levada em consideração no momento em que for criado um material para aplicações mais específicas. Antes de cada medida é realizada a calibração dos extensômetros e balanceamento da ponte por meio do software.

3.5 Medidas de indução magnética

O fluxímetro mede a indução magnética B da amostra através da bobina de captura. Neste trabalho foi utilizado um fluxímetro da marca LakeShore, modelo 480. A bobina foi feita utilizando fio de cobre (AWG#37), bobinada diretamente na amostra magnetostrictiva totalizando 80 espiras.

3.6 Medidas estáticas e quase-estáticas.

Para aplicar a força compressiva nos materiais magnetostrictivos, Fe-Ga e Fe-Ga-B, a fim de realizar os ensaios semiestáticos e quase estáticos, foi utilizada uma máquina de ensaio eletromecânica da marca EMIC e modelo DL3000.

O ensaio estático consiste em realizar a medida de magnetoestricção e indução magnética em função da variação do campo magnético, respectivamente λ vs H , B vs H , sob tensão mecânica constante ou variável. Os valores de magnetização e magnetoestricção foram feitos da mesma forma já descrita anteriormente, para valores de tensões de compressão fixas nos valores de 0, 17,1, 28,3, 38,8, 49,5, 60,1 e 70,7 MPa. A tensão compressiva constante é aplicada e em seguida, o campo magnético foi aplicado na direção da tensão até o campo máximo de 35kA/m. Após esta etapa, a corrente é invertida e consequentemente, também campo magnético. Nesse ensaio, o sentido do campo magnético foi alternado três vezes.

O ensaio quase-estático é feito com o campo magnético aplicado constante e a tensão de compressão dinâmica variada de zero até um valor máximo de aproximadamente – 80 MPa, sendo em seguida, gradualmente aliviada até que alcance o valor inicial $\sigma = 0$. Deste ensaio obtém-se a curva B vs σ .

Na Figura 17 é apresentada uma foto do aparato experimental para estas medidas, mostrando o dispositivo sensorial disposto na máquina de ensaio. Observe que peças de aço foram rosqueadas nas extremidades dos corpos de prova para garantir o alinhamento vertical deste, permitindo melhor eficiência no contato com os êmbolos superior e inferior, que por sua vez estão indicados na Figura 17 por (a) e (d), respectivamente; assim como o material magnetoestrictivo é indicado em (b) e o núcleo magnético está indicado em (c)

As curvas de λ vs H, B vs H e de B vs σ foram ajustadas por meio do software Origin, utilizando o ajuste do tipo Sigmoidal. O fator R, onde $0 \leq R \leq 1$ e que descreve a qualidade dos ajustes variou entre 0,99 e 0,9999, indicando boa qualidade dos ajustes. A partir destas curvas ajustadas foi possível calcular os coeficientes magnetomecânicos d_{33} e d_{33}^* , assim com a permeabilidade magnética relativa $\mu_r = \mu / \mu_0$, sendo μ_0 a permeabilidade magnética do vácuo.

Figura 17- Aparato experimental de medidas quase estáticas, mostrando o dispositivo sensorial disposto na máquina de ensaio. Em (a) êmbolo superior, (b) corpo de prova feito com material magnetoestrictivo, (c) núcleo magnético e (d) êmbolo inferior.

Fonte: Próprio autor.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos por meio dos ensaios estáticos e quase-estáticos realizados com a liga Fe-Ga, assim como, o efeito da adição de boro na microestrutura da liga e no comportamento piezomagnético.

No item da caracterização microestrutural serão apresentados resultados de difração de raios X (DRX), microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV) e composição por espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS).

4.1 Efeito da adição de boro na microestrutura

Como dito anteriormente, as amostras foram fundidas em forno a arco. Após a fusão cada amostra foi pesada e usinada. A perda de massa para ambas as amostras foi inferior a 2% em peso, assim como também o desvio da composição foi menor que 0,5 %, em porcentagem atômica.

Como pode ser visto nas micrografias obtidas por microscópio ótico na Figura 18 e 19, a liga Fe-Ga policristalina apresenta grãos de tamanho relativamente grande, portanto tal liga possui menos contornos de grãos. Consequentemente, o número de defeitos que favorecem a deformação plástica é menor e logo possui menor ductibilidade. Essa microestrutura justificaria um baixo limite de escoamento da liga Fe-Ga em relação às ligas Fe-Ga com adição de boro, como apresentado no ensaio de tração na Figura 12 (b) da seção para a liga $\text{Fe}_{83}\text{Ga}_{17}$ [7].

As micrografias da liga Fe-Ga foram feitas por meio de microscópio ótico, pois sendo monofásica e devido ao tamanho dos grãos, não foi possível obter boas imagens por MEV.

Figura 18 - Micrografia feita por microscopia ótica da liga Fe-Ga. Ampliação em 100 vezes

Fonte: Próprio autor

Figura 19 - Micrografia feita por microscopia ótica da liga Fe-Ga. Ampliação em 50 vezes.

Fonte: Próprio autor

A adição de boro à liga Fe-Ga causa o refinamento dos grãos, como pode ser visto pelas micrografias da Figura 20. Devido à baixa solubilidade do boro na matriz de Fe-Ga, a fase Fe_2B forma-se nos contornos de grão aumentando a concentração de Ga na matriz,

que é uma fase cúbica. Segundo [30], se os átomos de boro também ocupassem os sítios octaédricos da cúbica fase Fe- α , seria inibido o ordenamento da fase α para a fase Fe₃Ga, consequentemente, melhorar-se-ia a magnetoestricção λ_{100} . Além disto, devido à presença da fase Fe₂B, há um aumento da coesão entre os grãos e da mobilidade de discordâncias, aprimorando assim a resistência e a ductilidade [6][7]. A fratura intergranular observada nos ensaios de tração da liga Fe-Ga da Figura 12, foi inibida com a adição de 1% de boro que, com o refinamento dos grãos diminuiu a concentração de tensão nos contornos resultando em aumento da resistência à fratura [7]. Portanto espera-se que a adição de boro melhore as propriedades mecânicas do material.

Figura 20 - Micrografia feita por MEV da liga Fe-Ga-B ampliada em 500 vezes.

Fonte: Próprio autor.

Pela micrografia exibida na Figura 21, é claro o efeito da adição de 2 %at. de boro, resultando em maior fração volumétrica da fase Fe₂B, do que foi observado por [3] onde foi estudada a adição de 0,5, 1,0 e 1,5 %at. de boro. A adição de maior quantidade de boro também causou maior refinamento dos grãos. Como consequência, o maior número de contornos de grão pode favorecer ainda mais as propriedades mecânicas como aumentar a ductilidade e o limite de escoamento, como exibido na Figura 12 da seção 2.4 [7]. Na figura 22 é feita a comparação das microestruturas das ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B, ambas feitas por microscópio ótico e ampliadas 50 vezes. A melhoria das propriedades é interessante

para aumentar o intervalo de aplicação de força do material em questão como no caso de sensores.

Figura 21 - Micrografia da liga Fe-Ga-B ampliada em 600 vezes.

Fonte: próprio autor.

Figura 22 - Microestrutura da liga Fe-Ga em (a) e Fe-Ga-B em (b). Ampliação de 50 vezes.

Fonte: Próprio autor

Embora nas micrografias feitas por microscopia óptica e MEV a fase $D0_3$ não seja distinguível da fase α , a mesma foi identificada por meio de difratometria de raios-X tanto para a liga Fe-Ga como para a liga Fe-Ga-B, graças aos planos extras pertencentes à referida fase. A Figura 23 mostra o padrão de difração obtido para a liga Fe-Ga, na qual se destacam dois picos principais em $2\theta = 20^\circ$ e $2\theta = 35^\circ$ que podem pertencer a fase α com estrutura A2 ou à fase Fe_3Ga com estrutura $D0_3$ ou ainda à mistura de ambas. Porém, os

pequenos picos situados em $2\theta = 12^\circ$ e 31° pertencem exclusivamente à fase Fe_3Ga confirmando a presença da mesma. Na Figura 24 é exibido o padrão de difração obtido para liga Fe-Ga-B. Desta Figura se sobressaem três picos, dos quais aquele situado em $2\theta = 14^\circ$ confirma a presença da fase Fe_3Ga (D0_3) e os picos em $2\theta \sim 11^\circ$ e $2\theta = 16^\circ$ são de planos da fase Fe_2B .

Figura 23 - Difractometria de raios X da liga Fe-Ga.

Fonte: Próprio autor

Figura 24 - Difratometria de raios X da liga Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

4.2 Efeito da Adição de boro nas Propriedades Magnéticas

4.2.1 Ensaio Estático

4.2.1.1 Indução Magnética

Para a liga Fe-Ga, analisando as curvas de indução magnética apresentadas na Figura 25 é possível observar que para um campo magnético de 35 kAm^{-1} se obteve a indução de 1,83 T para $\sigma = 0$ e com a aplicação de tensão diminui para $\sim 1,64$ T. Isso mostra que a indução magnética da liga Fe-Ga variou consideravelmente, de 0,19 T, à medida em que a tensão foi sendo aplicada, para valores de tensão compreendidos entre 0 e -70,7 MPa. Essa variação na indução foi um pouco menor para a liga Fe-Al-B solidificada direcionalmente que, para valores de tensão entre 0,0 e -144 MPa, apresentou indução variando entre 1,6 T e 1,45 T.

Figura 25 - Indução magnética da liga Fe-Ga.

Fonte: Próprio autor.

As curvas de indução magnética da liga Fe-Ga-B em função do campo magnético para valores fixos de tensão de compressão aplicada são exibidas na Figura 26.

A variação da indução magnética máxima em função da tensão de compressão é um pouco maior do que a liga Fe-Ga sem boro, ou seja, de 0,25 T, entre 1,7 e 1,45 T para valores de tensão de 0,0 e -70,7 MPa, respectivamente.

A fase Fe_2B é ferromagnética, tem indução de saturação de 1,65 T para um campo de saturação de 398 kA/m (5kOe) e tem temperatura de Curie de 744 °C [31]. O menor valor de indução magnética desta fase comparada a do Fe-Ga, causa a pequena redução de 0,1 T na indução magnética da fase Fe-Ga-B. A fase Fe_2B satura para altos campos magnéticos se comparada ao Fe-Ga. Neste contexto, observa-se que as curvas de indução magnética para a liga Fe-Ga-B estão mais distantes da saturação, comparados aos resultados para a liga Fe-Ga. Este comportamento tem contribuição do ferromagnetismo das partículas de Fe_2B e também do aprisionamento das paredes de domínio, por estas partículas. Ou seja,

indica que os campos magnéticos aplicados não foram suficientes para orientar totalmente os domínios na direção do campo aplicado.

Figura 26 - Indução magnética da liga Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

Os valores de campo coercitivo para as ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B para $\sigma = 0$ são 200 A/m e 249 A/m, respectivamente. Este resultado corrobora com a afirmação de que há maior aprisionamento das paredes de domínio na liga Fe-Ga-B do que na liga Fe-Ga, tendo sido atribuído este aprisionamento às partículas de Fe_2B .

4.2.1.2 Magnetostricção

Como foi dito anteriormente, em materiais ferromagnéticos, o processo de alinhamento dos domínios paralelamente a um campo magnético externo resulta em deformação do material. Porém quando existem domínios em que seus momentos magnéticos encontram-se já alinhados paralelamente ao campo, os quais adquiriram tal orientação desde a magnetização espontânea que ocorre quando o material resfria-se abaixo da temperatura de Curie, os mesmos não contribuem para a magnetostricção.

Contudo, durante o ensaio quase estático, a aplicação de tensão compressiva no mesmo sentido do campo magnético deforma as órbitas dos elétrons, induzindo os momentos magnéticos a alinhar-se perpendicularmente ao sentido da tensão compressiva aplicada. Assim, os momentos que outrora não contribuiriam, agora, ao alinhar-se com o campo externo, irão deformar a órbita dos elétrons e, ao atingir a saturação, contribuirão com a deformação da amostra. A maior deformação, ou maior magnetoestricção será alcançada quando a tensão compressiva ótima for aplicada, ou seja, aquela que melhor alinhar os momentos perpendicularmente ao eixo da tensão mecânica aplicada. Além disto, esta tensão compressiva não deve introduzir uma anisotropia que aumente significativamente o campo de saturação de modo que o dispositivo utilizado não consiga magnetizar a amostra até a saturação gerando, como consequência, a diminuição da magnetoestricção.

Como observado em trabalhos anteriores, o comportamento magnetomecânico de ligas Fe-Ga depende fortemente do teor de Ga e da orientação cristalográfica [4].-Portanto, embora a liga Fe-Ga deste trabalho seja policristalina, como a composição é de 18,6 % at. de Ga, onde a magnetoestricção é máxima, era de esperar-se uma boa magnetoestricção longitudinal. De fato, foi obtida uma magnetoestricção longitudinal máxima de aproximadamente 80 ppm sem aplicação de tensão, observado na Figura 27. Este resultado está de acordo com resultados obtidos em [32], onde para uma liga de Fe-Ga policristalina com 20% at. de Ga foi obtida uma magnetosticção de 80 ppm a 280 K. Já para uma liga monocristalina orientada na direção $\langle 100 \rangle$ com composição próxima a 19 % at. se obteve uma magnetoestricção de aproximadamente 220 ppm [33]. No caso de uma liga Fe-Al policristalina, o maior valor de magnetoestricção obtido foi de 62 ppm para uma liga recozida [34].

No entanto, na liga Fe-Ga, com a aplicação de tensão compressiva, são obtidos valores de magnetoestricção próximos a 120 ppm, como é exibido na Figura 27, ou seja, um ganho de 50% se comparado à situação sem compressão. Esse valor é obtido para valores de tensão (em módulo) iguais e maiores que 28,3 MPa. Para valores de tensão inferiores a 28,3 MPa, como 17,7 MPa (em módulo), é perceptível que esse valor de tensão não é eficiente em alinhar os momentos magnéticos perpendicularmente ao eixo axial da amostra, o que justifica maiores valores de magnetoestricção observadas em tensões maiores ou iguais à 28,3 MPa. Para este valor de tensão a saturação ocorreu em $\sim 15 \text{ kAm}^{-1}$. Observa-se que para $|\sigma| > 28,3 \text{ MPa}$ o campo de saturação aumenta à medida que a tensão aplicada aumenta. No caso de monocristais de Fe-Ga com 19 %at. de Ga [4], foi necessária uma tensão de 15 MPa para alcançar o valor máximo de magnetoestricção o qual foi de aproxi-

madamente 300 ppm. Vale ressaltar que para a liga monocristalina Fe-Ga com 19 % at. de Ga, foi necessário um campo de aproximadamente 200 Oe ($15,9 \text{ kA m}^{-1}$) para que a liga atingisse a saturação. Para outras composições, superiores a 19% de Ga, foram necessários campos de aproximadamente 600 Oe ($47,7 \text{ kA m}^{-1}$) [4].

Figura 27 - Magnetoestricção longitudinal da liga Fe-Ga

Fonte: Próprio autor.

A liga Fe-Ga policristalina, sem textura, estudada no presente trabalho, apresentou maior magnetoestricção do que a liga Fe-Al-B policristalina solidificada direcionalmente, com orientação média de 19° em relação à direção $\langle 100 \rangle$. Esta liga Fe-Al-B apresentou magnetoestricção longitudinal máxima de aproximadamente 70 ppm para $\sigma = 0$, saturando para um campo de 10 kA m^{-1} , enquanto que para a liga policristalina Fe-Ga do presente trabalho obteve-se 120 ppm para $\sigma = 28,3 \text{ MPa}$ à um campo de $\sim 15 \text{ kA m}^{-1}$. Isto significa que a liga Fe-Ga precisa de uma pré-tensão para vencer a anisotropia do material, enquanto que a liga Fe-Al-B não necessita desta pré-tensão [9]. No entanto os valores de magnetoestricção da liga Fe-Ga são bem maiores que da Fe-Al-B, mesmo sem aplicação de tensão.

Na Figura 28 é apresentada a curva de magnetoestricção longitudinal (λ_{long}) para a liga Fe-Ga-B em função do campo magnético aplicado, para vários valores de tensão de compressão entre $-70,7 \leq \sigma \leq 0$. Destas curvas observa-se que a adição de boro e

a consequente formação da fase Fe_2B , causa a diminuição do valor de saturação de λ_{long} se comparada à liga Fe-Ga, sem boro. Além disto, a aplicação de tensão compressiva não causou o aumento da magnetoestricção. Mais ainda, é necessário um campo magnético mais alto para atingir a saturação do que aquele necessário para a liga Fe-Ga, pois a fase Fe_2B tem alto campo de saturação e também atua no aprisionamento das paredes de domínio.

Já o efeito de não aumentar a magnetoestricção sob tensão de compressão devido à presença da fase Fe_2B é o mesmo observado no Fe-Al-B policristalina. Ou seja, nenhuma anisotropia precisa ser vencida para levar os momentos magnéticos para a direção perpendicular à aplicação de campo magnético. Portanto, a adição de boro diminui a anisotropia média do material e está relacionada ao refinamento dos grãos que ocorre devido à adição de boro.

Figura 28 - Magnetoestricção longitudinal da liga Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

Finalmente, a diminuição do valor máximo da magnetoestricção longitudinal, devido à adição de boro, pode estar associada, em parte, à baixa magnetoestricção

longitudinal da fase Fe_2B , da ordem de 22 ppm em 1 T que por uma regra simples da mistura diminuiria o valor para o compósito Fe-Ga+ Fe_2B [35]. Além disto, a diminuição da anisotropia do material, devido ao refinamento dos grãos, também pode estar atuando neste sentido de diminuir a magnetoestricção. A presença da fase D0_3 colabora para a diminuição da anisotropia magnética do material.

Portanto, a diminuição da magnetoestricção está associada à presença da fase Fe_2B , que não se mostrou benéfica às propriedades magnéticas, até o momento. Não foi quantificado, mas a presença da fase D0_3 em maior volume se comparado à liga sem boro poderia estar colaborando para a diminuição da magnetoestricção também.

A magnetoestricção transversal (λ_{trans}) é a contração que ocorre perpendicularmente ao eixo axial da barra cilíndrica, cujo módulo é aproximadamente metade de λ_{long} , em materiais isotrópicos (quanto à orientação cristalográfica).

Para a liga Fe-Ga, a curva de λ_{trans} em função do campo aplicado (H) é mostrada na Figura 29. λ_{trans} aumentou em módulo com o aumento do módulo da tensão compressiva de cerca de 19 ppm ($\sigma = 0$) para 34 ppm ($\sigma = -28,3$ MPa). Observa-se também desta Figura, um comportamento pouco usual de λ_{trans} , isto é, à medida que $|\sigma|$ aumenta em baixos campos, há um pequeno intervalo para o qual λ_{trans} se torna positivo e este efeito ocorre para $|\sigma| > 28,3$ MPa. Conforme o resultado para λ_{long} , este valor de tensão é exatamente aquele necessário para alinhar completamente os momentos magnéticos na direção perpendicular à aplicação de campo magnético.

Para a liga Fe-Ga-B, λ_{trans} vs H é mostrada na Figura 30. Esta apresentou comportamento semelhante a do Fe-Ga, no entanto o comportamento anômalo citado para a liga Fe-Ga ocorreu somente para $\sigma = -70,7$ MPa. De fato, na Figura 28, o valor de λ_{long} é ligeiramente maior que para os outros valores de $|\sigma| < 70,7$ MPa, que é o que ocorre para a liga Fe-Ga para $\sigma = 28,3$ MPa. Tanto os valores de λ_{long} quanto λ_{trans} da liga Fe-Ga-B não alcançaram a saturação, o que indica que a fase Fe_2B , por atuar como aprisionadora de paredes de domínio faz com que a liga Fe-Ga-B somente alcance a saturação magnética com a aplicação de campos de maior magnitude. Consequentemente, poderá alcançar maior magnetoestricção do que a observada neste trabalho.

Figura 29 - Magnetoestricção transversal da liga Fe-Ga.

Fonte: próprio autor.

Figura 30 - Magnetoestricção transversal da liga Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

4.2.1.3 Permeabilidade magnética, d_{33} e d_{33}^* .

As curvas de permeabilidade magnética $\mu = dB/dH$ e os coeficientes piezomagnéticos $d_{33} = d\lambda_{\text{long}}/dH$ e $d_{33}^* = dB/d\sigma$ são obtidos a partir das curvas experimentais B vs H , λ_{long} vs H e B vs σ , ajustadas matematicamente, como explicado no item Materiais e Métodos. Estas propriedades são obtidas a partir da derivação das funções ajustadas.

A as curvas de permeabilidade relativa $\mu_r = \mu/\mu_0$, tanto para a liga Fe-Ga quando para a liga Fe-Ga-B são mostradas nas Figuras 31 e 32 respectivamente. Para ambos os materiais as curvas de μ_r vs H apresentam um máximo valor para $H = 0$ para todos os valores de σ aplicada. Este valor máximo é conhecido como permeabilidade relativa inicial, uma propriedade intrínseca do material. Nota-se que ambas apresentaram os maiores valores em $\sigma = 0$, mas o valor da liga Fe-Ga é mais de duas vezes maior que para a liga Fe-Ga-B. Este resultado é consequência direta do fato das curvas de indução magnética da liga Fe-Ga-B saturarem para campos maiores que as curvas da liga Fe-Ga.

Figura 31 - Permeabilidade relativa da liga Fe-Ga.

Fonte: Próprio autor.

Figura 32 - Permeabilidade relativa da liga Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

A permeabilidade relativa da liga Fe-Ga apresenta grande variação à medida que $|\sigma|$ aumenta, cai significativamente de 319 em $\sigma = 0$ para 197 em $|\sigma| = 17,7$ MPa, sendo que o valor mínimo atingido para $|\sigma| = 70,7$ MPa é de 92. Ainda assim, os valores são maiores do que para a liga Fe-Ga-B. Diferentemente da liga Fe-Ga, a liga com boro apresentou leve diminuição em sua permeabilidade no intervalo $0 \leq |\sigma| < 49,5$ MPa. No intervalo $0 \leq |\sigma| < 70,7$ MPa a permeabilidade da liga com boro variou de 150 em $\sigma = 0$ para 100 em $|\sigma| = 70,7$ MPa. Em termos de permeabilidade relativa a liga Fe-Ga-B apresenta valores aproximadamente iguais aos da liga Fe-Ga para uma tensão compressiva aplicada de $|\sigma| < 28,3$ MPa.

4.2.1.4 Coeficiente piezomagnético d_{33} .

As Figuras 33 e 34 mostram as curvas de sensibilidade das ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B, respectivamente, para utilização em atuadores, ou seja, o coeficiente piezomagnético d_{33} em função do campo aplicado para diversos valores de tensão compressiva aplicada.

Para ambos os materiais os valores máximos de sensibilidade ocorrem para $\sigma = 0$, sendo 18 nm/A e 5,7 nm/A para o Fe-Ga e Fe-Ga-B, respectivamente. Já os menores valores ocorrem para $\sigma = -70,7$ MPa e são 8,10 nm/A (Fe-Ga) e 4,1 nm/A (Fe-Ga-B).

Na medida em que a tensão é aplicada, os valores máximos de d_{33} diminuem e ocorrem em campos magnéticos cada vez mais altos, deslocando as curvas para valores mais altos de campo.

Figura 33 - Sensibilidade como atuador da liga Fe-Ga.

Fonte: Próprio autor.

Figura 34 - Sensibilidade como atuador da liga Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

O aumento do campo máximo é bem sistemático para a liga Fe-Ga, mas não é para a liga Fe-Ga-B, pois na liga com boro e $|\sigma| < 49,5$ MPa, o valor do campo máximo é quase igual para todos os valores de σ . Este comportamento pode ser visualizado melhor na Figura 35. Conclui-se também que os valores máximos de d_{33} ocorrem para campos menores para a liga Fe-Ga-B do que na liga Fe-Ga em tensões mais altas que 17,7 MPa.

Figura 35 - $H^{\max}$ vs σ para as ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

Já na Figura 36 nota-se que a diminuição de $d_{33}^{\max}$ ocorre com o aumento de $|\sigma|$ para ambas as ligas Fe-Ga, com e sem boro. Contudo, esta diminuição é mais acentuada para a liga sem boro, sendo quase constante para a liga Fe-Ga-B. Todavia os valores de $d_{33}^{\max}$ da liga Fe-Ga são muito maiores, menos da metade, comparativamente aos da liga Fe-Ga-B.

Figura 36 - $d_{33}^{\max}$ vs σ para as ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

A unidade de d_{33} é nm/A, mas poderia ser escrita equivalentemente como ppm/(kA/m). Portanto, ao multiplicar o campo onde ocorre o máximo da sensibilidade pelo valor máxima da sensibilidade, teremos o valor máximo de deslocamento que pode ser obtido para cada tensão aplicada. Este resultado pode ser visualizado na Figura 37.

Figura 37 - Deslocamento máximo possível vs σ para as ligas Fe-Ga e Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

O resultado apresentado na Figura 37 é o dado que será efetivamente usado no projeto de algum dispositivo atuador que seja projetado usando os referidos materiais.

4.3 Ensaio Quase Estático

Neste item são apresentados os resultados do efeito da adição de boro no comportamento piezomagnético para o ensaio quase estático, isto é, da indução magnética em função da tensão de compressão para valores de campo magnético aplicado constantes. O coeficiente piezomagnético d_{33}^* será obtido.

4.3.1. Indução Magnética

A indução magnética da liga Fe-Ga diminui durante a aplicação de carga, como pode ser visto no gráfico da Figura 38 (a) e a curva ajustada matematicamente na Figura 38 (b), até um valor mínimo obtido em uma tensão máxima de $|\sigma| = 80$ MPa.

Embora todas as curvas pareçam exibir comportamento semelhante, as mesmas diferem na taxa de variação com a qual tendem a atingir o valor mínimo de indução. Isso indica que, para mesmos valores de tensão, a liga exibe diferentes comportamentos quando são aplicadas diferentes intensidades de campo magnético.

Logo, a variação da indução com a aplicação de tensão mecânica sob campo magnético constante permite identificar para qual valor de campo, a liga torna-se mais sensível à variação de tensão mecânica.

No ensaio quase-estático de tensão variável, a liga Fe-Ga sob campo magnético constante, variando entre $1 \text{ kAm}^{-1} \leq |\sigma| \leq 10 \text{ kAm}^{-1}$, apresentou diminuição na indução magnética à medida em que a tensão mecânica foi aplicada. Esta variação, para cada campo aplicado não é linear, mas somente a curva para $H = 8 \text{ kA.m}^{-1}$ é quase linear.

Da Figura 39, que mostra os resultados de sensibilidade, d_{33}^* vs σ , nota-se que quanto maior a magnitude do campo, maior a tensão mecânica necessária para que a inclinação da curva mude, ou seja, que o máximo de sensibilidade seja atingida. Pode-se observar que as maiores variações de indução com σ foram observadas em campos de 2, 4, 6 e 8 kAm^{-1} . Assim, o coeficiente piezomagnético d_{33}^* descreve o quão hábil o material é em mudar sua magnetização com a alteração da tensão, ou seja, a variação da indução em relação à tensão, sob campo magnético constante.

Figura 38 - Curvas de indução versus tensão mecânica para o Fe-Ga: (a) experimental e (b) ajuste matemático.

Fonte: próprio autor.

Ao observar o gráfico da Figura 39, de d_{33}^* vs σ , é notório que o máximo valor de sensibilidade para a liga Fe-Ga estudada neste trabalho seja $d_{33}^* \sim 16,5$ mT/MPa. Este valor máximo ocorre para $\sigma = 0$ em um campo de 2 kA/m. Para tensões entre $11 \text{ MPa} \leq |\sigma| \leq 32 \text{ MPa}$ ocorre a segunda região de maior sensibilidade para um campo magnético de 4 kA/m, onde $d_{33}^* \sim 15$ mT/MPa. Entre $38 \text{ MPa} \leq |\sigma| \leq 52 \text{ MPa}$ ocorre a terceira região de maior sensibilidade para um campo magnético de 6 kA/m e $d_{33}^* \sim 12$ mT/MPa. A quarta

região de maior sensibilidade ocorre para $|\sigma| \geq 52$ MPa em um campo de 8 kAm^{-1} e $d_{33}^* \sim 9 \text{ mT/MPa}$.

Como o resultado experimental para a curva de 8 kAm^{-1} , na Figura 38 (a), apresenta a curva mais próxima do linear, o que é desejável, realizou-se um ajuste linear desta curva e coeficiente angular de $8,06 \text{ mT/MPa}$ foi obtido com coeficiente de correlação $R = 0,9976$. Isto significa que para uma variação de $1,0 \text{ MPa}$ detectar-se-ia uma variação de campo de $8,06 \text{ mT}$. No nosso caso, para a barra de Fe-Ga de 6 mm de diâmetro, multiplicando-se a variação da indução por esta área obtém-se um fluxo de $2,28 \times 10^{-7} \text{ T.m}^2$. Para uma bobina de captura de 80 voltas, como usada no presente trabalho, o comprimento do fio da bobina é de $1,51 \text{ m}$. Ao dividirmos o fluxo magnético por este comprimento e pela permeabilidade do vácuo $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} \text{ T.m/A}$, se obtém a corrente induzida na bobina de detecção de $0,12 \text{ A}$ para cada variação de 1 MPa de tensão e este valor é facilmente detectável.

Figura 39 - Curvas de coeficiente piezomagnético d_{33}^* (sensibilidade) vs $|\sigma|$ da liga Fe-Ga.

Fonte: Próprio autor.

Na Figura 40 são apresentadas no item (a) as curvas experimentais de indução magnética em função do campo magnético aplicado para a liga Fe-Ga-B e no item (b) o ajuste matemático destas curvas. A indução magnética da liga Fe-Ga-B apresentou menor variação quando sob compressão do que a liga Fe-Ga. Pode-se observar que para $\sigma = 0$, os

valores de indução são menores que para a liga Fe-Ga. Porém, um fato positivo é que as curvas são mais lineares que para o Fe-Ga.

Figura 40 - Curvas de indução versus tensão para a liga Fe-Ga-B: (a) experimental e (b) ajuste matemático.

Fonte: Próprio autor.

Para 1,0 e 2,0 kA.m⁻¹ as inclinações são bem menores que para os outros campos aplicados e muito semelhantes entre si. Assim como as inclinações para 4, 6, 8 e 10 kA.m⁻¹, também são muito próximas umas das outras. Comparadas às curvas experimentais do Fe-Ga, as curvas para o Fe-Ga-B são mais lineares.

As curvas de coeficiente piezomagnético d_{33}^* (sensibilidade) vs $|\sigma|$ da liga Fe-Ga-B são mostradas na Figura 41. Estas curvas mostram que a referida liga é mais sensível à tensão mecânica quando submetida a campos de 8 kA/m para todos os valores de tensão aplicada, variando de 5,1 a 1,7 mT/MPa. Similarmente ao calculado para o Fe-Ga, estes valores corresponderiam a correntes máximas e mínimas geradas de 0,076 A (76 mA) e 0,025 A (25 mA). Ao realizar o ajuste linear para esta curva se obtém um coeficiente angular de 3,03 mT/MPa com $R = 0,97814$, e a corrente correspondente seria de 45 mA. São valores menores que para o Fe-Ga, mas ainda assim são valores facilmente mensuráveis.

Figura 41- Curvas de coeficiente piezomagnético d_{33}^* (sensibilidade) vs $|\sigma|$ da liga Fe-Ga-B.

Fonte: Próprio autor.

Comparando-se os resultados obtidos das liga Fe-Ga e Fe-Ga-B com a liga Fe-Al-B solidificada direcionalmente [9], que apresentou máximo $d_{33}^* \sim 16$ mT/MPa para $\sigma = 0$ em $H = 3,9$ kAm⁻¹ a liga Fe-Ga apresentou sensibilidade semelhante mesmo sendo policristalina sem a formação de textura e em $H = 2$ kAm⁻¹, o que a torna mais vantajosa que a liga Fe-Al-B solidificada direcionalmente. A liga Fe-Ga-B é menos sensível do que a liga Fe-Al-B solidificada direccionalmente.

A condição $d_{33}^* = d_{33}$ é suposta de ocorrer em condições termodinamicamente reversíveis [36]. É possível mostrar que as unidades dos coeficientes piezomagnéticos são equivalentes, isto é, 1 nm/A = 1 mT/MPa. Com a finalidade de obter esta comparação, to-

ma-se as curvas de d_{33}^* vs $|\sigma|$ e são marcadas os valores de $|\sigma|$ para os quais d_{33} vs H foi medido, ou seja, 0, 17,7, 28,3, 38,7, 49,5, 60,1 e 70,7 MPa, por linhas pontilhadas. Este procedimento é mostrado na Figura 42 para a liga Fe-Ga.

Os valores de d_{33}^* que cortam as linhas pontilhadas são plotados usando-se linhas tracejadas, junto com as curvas de d_{33} vs H da Figura 40 (linhas contínuas), até o campo máximo de 10 kA.m^{-1} . Esta comparação é mostrada na Figura 43.

Figura 42 - Curvas de d_{33}^* vs $|\sigma|$ da liga Fe-Ga, destacados os valores de $|\sigma| = 0, 17,7, 28,3, 38,7, 49,5, 60,1$ e $70,7$ MPa por linhas pontilhadas.

Fonte: Próprio autor.

Nota-se a partir da Figura 43 que a condição $d_{33}^* = d_{33}$ não é rigorosamente satisfeita. Porém, para tensões aplicadas $|\sigma| < 28,3$ MPa as curvas para condição estática e quase estática estão mais próximas, sendo que a posição dos máximos é praticamente a mesma. Para tensões maiores, os resultados são muito diferentes em comportamento das curvas e valores. Os valores obtidos nos ensaios quase estáticos são sempre inferiores aos obtidos nos ensaios estáticos.

Figura 43 - Curvas de d_{33} vs H da liga Fe-Ga. As curvas cheias são da medida estática, enquanto que as tracejadas são das medidas quase-estáticas.

Fonte: Próprio autor.

Fazendo-se o mesmo procedimento para a liga Fe-Ga-B, apresenta-se a na Figura 44 as curvas d_{33}^* vs $|\sigma|$ marcados por linhas pontilhadas os valores de $|\sigma| = 0, 17,7, 28,3, 38,7, 49,5, 60,1$ e $70,7$ MPa para os quais d_{33} vs H foi medido.

Figura 44 - Curvas de d_{33}^* vs $|\sigma|$ da liga Fe-Ga-B, destacados os valores de $|\sigma| = 0, 17,7, 28,3, 38,7, 49,5, 60,1$ e $70,7$ MPa por linhas pontilhadas.

Fonte: Próprio autor.

Da mesma forma que para a liga Fe-Ga, os valores obtidos para $|\sigma|$ constante são tomados para os valores para cada valor de campo e plotado junto com as curvas d_{33} vs H . Este resultado por ser visto na Figura 45.

Figura 45 - Curvas de d_{33} vs H da liga Fe-Ga-B. As curvas cheias são da medida estática, enquanto que as tracejadas são das medidas quase-estáticas.

Fonte: Próprio autor.

A condição $d_{33}^* = d_{33}$ para a liga Fe-Ga-B não é satisfeita para nenhuma das tensões aplicadas. Os valores obtidos nos ensaios quase estáticos são sempre inferiores aos obtidos nos ensaios estáticos. É natural pensar que a presença da fase Fe_2B na liga Fe-Ga-B deve contribuir para as diferenças observadas entre os resultados obtidos em medidas estáticas e quase estáticas, já que na liga Fe-Ga as diferenças são menores.

A irreversibilidade do processo quase estático é evidente para ambos os materiais. Um primeiro caso que poderia ser pensado seria que a velocidade de carregamento possa estar influenciando no resultado do ensaio quase estático, como já foi observado experimentalmente por [37]. A igualdade $d_{33}^* = d_{33}$ é satisfeita em condições estritamente reversíveis como demonstrado por [38] e, como visto nos resultados anteriores, não foi o caso deste trabalho, sendo a velocidade de carregamento a provável causadora desta irreversibilidade. Vale ressaltar que todos os ensaios foram feitos com a mesma taxa de variação de σ .

5 CONCLUSÕES

Por meio deste trabalho pode-se concluir que, a adição de 2 % at. de boro à liga Fe-Ga de fato causou o refinamento dos grãos da fase Fe-Ga, devido à formação da fase Fe_2B nos contornos de grão, como observado por [4].

Também foi observada através da difratometria de raios X a presença da fase Fe_3Ga com estrutura D0_3 em ambas as ligas, o que causaria o detrimento da magnetoestricção. Embora a adição de boro intersticial desfavoreça o ordenamento químico e a formação da fase Fe_3Ga com estrutura D0_3 [31], não foi determinado de fato se o boro entrou mesmo intersticialmente na liga. Não obstante, a presença da fase Fe_3Ga na liga Fe-Ga-B pode indicar que isto não ocorreu e a adição de boro causou tão somente a formação da fase Fe_2B .

Portanto, a anisotropia magnetocristalina do material diminui devido ao refinamento dos grãos pela presença da fase Fe_2B , mas tem um pequeno aumento devido o aprisionamento das paredes de domínio por esta fase e contornos que causa um pequeno aumento do campo coercitivo H_c . Além disso, colabora também para a diminuição da anisotropia magnética a presença da fase Fe_3Ga (D0_3) que apresenta anisotropia magnética menor que a fase α .

A igualdade $d_{33}^* = d_{33}$ não é satisfeita para os materiais do presente trabalho, significando que os experimentos não foram realizados em condições estritamente reversíveis. Atribui-se esta irreversibilidade à alta velocidade de carregamento nos experimento de B vs σ [37][38].

Finalmente, a adição de boro à liga Fe-Ga não se mostrou benéfica às propriedades piezomagnéticas, pois a magnitude dos coeficientes piezomagnéticos diminuiu significativamente. No entanto, a dependência dos coeficientes piezomagnéticos de H e σ da liga Fe-Ga-B é menor que da liga Fe-Ga e os valores obtidos de $\sim 4 \text{ nm/A}$ são suficientemente adequados para muitas aplicações.

REFERÊNCIAS

- 1 DIAS, M. B. de S. **Construção de um transdutor quase-estático de tensão mecânica em propriedades magnéticas, aplicado à liga $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{98}\text{B}_2$** . 2014. 91p. Dissertação (Mestrado em Ciências) Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2014.
- 2 ARJUR, M. **Force and torque sensing with GALFENOL alloys**. 2009. 111p. Master Thesis (Master of Science) - The Ohio State University, 2009.
- 3 SANTOS, C. T. DOS. **Efeito das adições de boro na magnetoestricção de ligas policristalinas dos sistemas Fe-Al e Fe-Ga**. 2013. 179p. Tese (Doutorado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2013.
- 4 ATULASIMHA, J.; FLATAU, A.B. A review of magnetostrictive iron-gallium alloys. *Smart Materials and Structures*. **Smart Mater. Struct.** v. 20, p.1 - 15, 2011.
- 5 CLARK, A. E.; HATHAWAY K. B.; WUN-FOGLE M.; RESTORFF J. B.; LOGRASSO T. A.; KEPPENS V. M. PETCULESCU G., TAYLOR R. A., Extraordinary magnetoelasticity and lattice softening in bcc Fe-Ga alloys, **Journal of Applied Physics**, v. 93, p. 8621, 2003.
- 6 GONG, Y.; JIANG, C.; XU, H. Effects of boron addition on phase structure and magnetostriction of Fe-Ga alloys. **Acta Metallurgica Sinica**, v. 42, n. 8, p. 830-834, 2006.
- 7 GAO X., LI J., ZHU J., LI J., ZHANG M., Effect of B and Cr on Mechanical Properties and Magnetostriction of Iron-Gallium Alloy. **Materials Transactions**, v. 50, n. 8, p. 1959-1963, 2009.
- 8 BORMIO-NUNES C., DIAS M. B., GHIVELDER L. High magnetostriction of the polycrystalline alloy $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 574, p. 467–471, 2013.

- 9 DIAS, M.B.S.; BORMIO-NUNES, C.; PACHECO, C.J.; MACHADO, V. O.; HUBERT, O. Magnetomechanical behavior of a directly solidified Fe-Al-B alloy. **Smart Materials and Structures**, v. 24, p. 1 - 7, 2015.
- 10 BORMIO-NUNES C.; HUBERT O. Piezomagnetic behavior of Fe–Al–B alloys. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 393, p. 404–418, 2015.
- 11 CHIKAZUMI, S.. **Physics of Ferromagnetism**. 2ed. Great Britain: Oxford University Press, 1997, 655 p. ISBN 9780198517764
- 12 CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to magnetic materials**. 2ed. Sons, New Jersey: John Wiley & Sons, 2009, 544 p. ISBN 9780471477419
- 13 CALLISTER, W. D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 5ed. Tradução Sérgio Murilo Stamile Soares. Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos, 2002. 589 p. ISBN 978-85-216-1595-8.
- 14 DAPINO, M. J. Magnetostrictive materials. In: SCHWARTZ, M. **Encyclopedia of smart materials**. New York: John Wiley and Sons, 2002. p. 600-620.
- 15 PADUANI, C.; BORMIO-NUNES, C. Density functional theory study of Fe₃Ga. **Journal of Applied Physics**, v. 109, p. 33705, 2011.
- 16 MAHADEVAN, A.; EVANS, P. G.; DAPINO, M. J. Dependence of magnetic susceptibility on stress in textured polycrystalline Fe_{81.6}Ga_{18.4} and Fe_{79.1}Ga_{20.9} GALFENOL alloys. **Applied Physics Letters**, v. 96, p. 012502-1 - 012502-3, 2010.
- 17 RUFFONI, M.P.; PASCARELLI, S.; GROSSINGER, R.; TURTELLI, R.S.; BORMIO-NUNES, C.; PETTIFER, R.F. Direct Measurement of Intrinsic Atomic Scale Magnetostriction. **Physical Review Letters**, v. 101, p. 147202-1 - 147202-4, 2008.
- 18 MASSALSKI, T. B. **Binary alloy phase diagrams**. 1ed. Ohio: American Society for Metals Park, 1986, p. 1064.

- 19 IKEDA,O.;KAINUMA,R; OHMA,I.; FUKAMICHI,K.; ISHIDA,K. Phase equilibria and stability of ordered b.c.c phases in the Fe-rich portion of the Fe-Ga system. **Journal of Alloys and Compounds**, v.347, p.198, 2002.
- 20 DU, Y.; HUANG, M.; SCHALAGEL. D. L.; LOGRASSO. T. A; MCQUEENEY. R. J. Relation between Ga ordering and magnetostriction of Fe-Ga alloy studied by X-ray diffuse scattering. **Physical Review B**, v.81, p. 054432:1 - 054432:9, 2010.
- 21 KELLOGG, R.A.; FLATAU, A.; CLARK, A.E.; WUN-FOGLE,M.; LOGRASSO,T. Quasi-static Transduction Characterization of Galfenol. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v.16, p. 470, 2005.
- 22 ATULASIMHA, J.; FLATAU, A.B.; CULLEN, J.R. Analysis of the effect of gallium content on magnetomechanical behavior of single-crystal FeGa alloys using an energy-based model. **Smart Materials and Structures**, v. 17, p. 1 - 8, 2008.
- 23 O’Handley. R. C. **Modern Magnetic Material**: Principles and Applications. New York: John Wiley & Sons, Inc.,1942. 740p. ISBN 978-0-0471-15566-9.
- 24 BORMIO-NUNES C., SANTOS C. T., LEANDRO I. F., TURTELLI R. S., GRÖSSINGER R., ATIF M. Improved magnetostriction of Fe₇₂Ga₂₈ boron doped alloys. **Journal of Applied Physics** v. 109, p. 07A934-1 - 07A934-3, 2011.
- 25 KELLOU, A.; GROSDIDIER, T.; AOURAG, H. Comparative behavior of vacancy and C, B, N, O atoms single defect on hardening the B2-FeAl structure: An atomistic study. **Intermetallics** , v.14, p. 142-148, 2006.
- 26 KELLOU,A.; FERAOUN, H. I.; GROSDIDIER, T.; CODDET, C.; AOURAG, H. Energetic and electronic properties of vacancies, anti-sites and atomic defects (B,C and N) in B2-Fe-Al alloys, **Acta Materialia**, v.52, p. 3263-3271, 2004.
- 27 NA, S. M.; FLATAU, A.B. Surface-energy-induced selective growth of (001) grains in magnetostrictive ternary Fe-Ga-based alloys, **Smart Materials and Structures**, v.49,

p.4565-4575, 2014.

28 LOGRASSO, T. A.; SUMMERS, E. M. Detection and quantification of DO(3) chemical order in Fe-Ga alloys using high resolution X-ray diffraction. **Materials Science**, v. 416, p. 240-245, 2006.

29 CLARK A. E., RESTOFF J. B., WUN-FOGLE M., HATHAWAY K. B., LOGRASSO T. A., HUANG M., SUMMERS E. Magnetostriction and texture relationship in annealed galphenol alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 101, p. 09C507, 2007.

30 HUANG M., LOGRASSO T. A., CLARK A. E., RESTORFF J. B., WUN-FOGLE M. Effect of interstitial additions on magnetostriction in Fe–Ga alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 103, p. 07B314-1 - 07B314 -3, 2008.

31 WANG, D.; MA L.; LI L.; XU X.L.; GUO Y. B.; ZHAO S. Q. Characterization of Polycrystalline Fe₂B Compound with High Saturation Magnetization. **Journal of Superconductivity and Novel Magnetism**, 5p. , Online em: 05 Julho de 2017; <<https://link.springer.com/article/10.1007/s10948-017-4233-z>>. Acesso em 01.ago.2017.

32 BORMIO-NUNES C., TIRELLI M. A., SATO TURTELLI R., GRÖSSINGER R., MÜLLER H., WIESINGER G., SASSIK H., REISSNER M. Volume magnetostriction and structure of copper mold-cast polycrystalline Fe–Ga alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 97, p. 033901-1 - 033901-6, 2005.

33 SRISUKUMBOWORNCHAI, N.; GURUSWAMY,S. Large magnetostriction in directionally solidified FeGa and FeGaAl alloys. **Journal of Applied Physics**, v.90, p. 5681, 2001.

34 MEHMOOD, N. et al. Magnetostriction of polycrystalline Fe_{100-x}Al_x (x=15, 19, 25). **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 322, p. 1609-1612, 2010.

35 BORMIO-NUNES C.; SANTOS C. T.; DIAS M. B. S., DOERR, M.; GRANOVSKY S.; LOEWENHAUPT M., Magnetostriction of the polycrystalline Fe₈₀Al₂₀ alloy doped with boron. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 539, p. 226–232, 2012.

36 JILES D. C., LO C. C. The role of new materials in the development. **Sensors Actuators A**, v. 106, p. 3–7, 2003.

37 BAO, S.; GU, Y.; FU, M.; ZHANG, D.; HU, S. Effect of loading speed on the stress-induced magnetic behavior of ferromagnetic steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 423, p. 191–197, 2017.

38 ATHERTON, D. L.; SUDERSENA RAO, T.; DE SA, V.; SCHONBACHLER, M. Thermodynamic correlation tests between magnetostrictive and magnetomechanical effects in 2 % Mn pipeline steel. **Transactions on Magnetics**, v. 24, p. 2177–2180, 1988.