UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

VAGNER DE OLIVEIRA MACHADO

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES MAGNETOSTRICTIVAS DA LIGA
 $(\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20})_{97}\text{B}_3$ OBTIDA POR SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL**

Lorena – SP

2014

VAGNER DE OLIVEIRA MACHADO

**ESTUDO DAS PROPRIEDADES MAGNETOSTRICTIVAS DA LIGA
(Fe_{0,80}Al_{0,20})₉₇B₃ OBTIDA POR SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL**

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Mestre em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais na área de concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos.

Orientadora: Prof^ª. Dr^ª. Cristina Bormio Nunes.

Lorena, SP
Janeiro, 2014

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 pela Biblioteca Especializada em Engenharia de Materiais
USP/EEL

Machado, Vagner de Oliveira

Estudo das propriedades magnetostrictivas da liga $(\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20})_{97}\text{B}_3$ obtida por solidificação direcional/ Vagner de Oliveira Machado; orientador Cristina Bormio Nunes. --Lorena, 2013.

103 f.: il.

Dissertação (Mestre em Ciências – Programa de Pós Graduação em Engenharia de Materiais. Área de Concentração: Materiais Metálicos, Cerâmicos e Poliméricos) – Escola de Engenharia de Lorena - Universidade de São Paulo.

1. Ligas à base de ferro 2. Magnetostricção 3. Ligas de ferro, alumínio e boro I. Título.

CDU 669.018

Aos meus pais, João e Delma, irmãos, William e Eduardo,
cunhada Paula e aos sobrinhos (Júlia, Laura, Lívia e Gabriel)
pelo expansivo apoio incondicional.

AGRADECIMENTOS

A Prof^a. Dr^a. Cristina Bormio Nunes pela orientação, conhecimento compartilhado, viabilidade de recursos para a execução da parte experimental nas instituições da UNICAMP /ITA e disponibilidade profissional.

Aos meus colegas, em especial, Cláudio Teodoro, Lucas Sarno, Antônio Augusto, Henrique varela, Aline Corecha, Gustavo Ferreira, Alex Matos e Leandro Alves com quem pude desfrutar e compartilhar, efetivamente, a adversidade e a bonança da vida, durante esta pós-graduação.

A Prof^a. Alessandra Soares, tradutora, pela colaboração na revisão em inglês durante esta pós-graduação.

Aos Prof. Dr. Jorge Otubo e Dr. Rubens Caram pela disponibilização dos aparatos experimentais junto ao Departamento de Mecânica do ITA e da Unicamp, respectivamente.

Aos colegas Rodrigo, Éder Lopes, Alessandra Cremasco e Flávia Brogliato pelo apoio no laboratório de mecânica da Unicamp, atenção e compartilhamento científico durante a etapa experimental.

Aos colegas Gilberto Alvares, João e Leonardo Naito pelo apoio no laboratório de mecânica do ITA, atenção e compartilhamento científico durante a etapa experimental.

Ao colega Bruno Lima pelo apoio durante a medida de magnetização através do PPMS.

Ao colega Mateus Botani pelo apoio durante a medida de magnetostricção.

Ao Prof. Dr. Durval pelo treinamento e conhecimento compartilhado no MEV, oportunidade de visita ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) e disponibilidade profissional nos momentos em que se fez necessário.

Ao Prof. Dr. Carlos Shigue pelo conhecimento compartilhado no sistema de medida do “strain gauge”.

Ao Prof. Dr. Paulo Suzuki pelo treinamento e conhecimento compartilhado no DRX.

Ao Prof. Dr. Sebastião Ribeiro pela disponibilidade do forno para tratamento térmico.

Ao Sr. Geraldo e Sr. Sebastião pela eficiência, profissionalismo e compartilhamento de conhecimento nos equipamentos da oficina utilizados.

Ao Sr. Bento e Sr. Jorge Rosa pela disponibilidade e profissionalismo.

Ao Sr. Renato pelas soluções elaboradas para ataque químico, disponibilidade e profissionalismo.

Ao Sr. Sérgio da metalografia pelo compartilhamento de conhecimento nos equipamentos, disponibilidade de materiais e elaboração da imagem via microscópio óptico do extensômetro colado na amostra.

A Sra. Regina e ao Sr. Tiago da biblioteca pela viabilidade, acessibilidade na reserva de livro usando a tecnologia em rede do facebook e profissionalismo.

A Sra. Maria Alice da secretaria do Demar, em especial, pela educação, tranquilidade, disponibilidade, rapidez, viabilidade e profissionalismo.

Aos professores, demais colegas, funcionários do administrativo, da biblioteca, da limpeza, da oficina e da guarda da EEL/USP, que, de uma forma ou de outra, proporcionaram conhecimento compartilhado, auxílio educacional, esclarecimentos, atenção, apoio e um ambiente acadêmico saudável.

À CAPES pelo suporte financeiro para a realização do mestrado.

À FAPESP pelo suporte financeiro que propiciou que a parte experimental deste trabalho se tornasse factível.

“A tecnologia move o mundo”

Steve Jobs

RESUMO

MACHADO, V. O. **Estudo das propriedades magnetostrictivas da liga $(\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20})_{97}\text{B}_3$ obtida por solidificação direcional**. 2014. 103 p. Dissertação (Mestre em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2014.

Neste trabalho foram obtidas barras da liga $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$ por solidificação direcional (SD), nos diâmetros de 3 e 4 mm, com o objetivo de melhorar a magnetostricção desse material através da introdução de textura. As etapas de produção das barras envolveram a fabricação de lingotes da liga por fusão a arco L1, L2 e L6, seguida de usinagem (U) ou forjamento rotativo (F) a quente. O maior comprimento de barra obtido foi de 50 mm. Através de microscopia eletrônica de varredura e análise de composição por espectroscopia de energia dispersiva, detectou-se a presença de boro nas amostras pela visualização do microconstituente eutético formado da fase α e da fase Fe_2B . Resultados obtidos por difração de raios X indicam que a amostra da liga L1 para o diâmetro de 4 mm apresentou orientação preferencial nas direções $\langle 111 \rangle$, o que causou uma diminuição expressiva da magnetostricção se comparada a da amostra do mesmo lingote para o diâmetro de 3 mm. Medidas de magnetização em função do campo magnético aplicado (H_a) indicaram que a magnetização de saturação das amostras que têm boro são em média $181 \text{ Am}^2/\text{kg}$, sugerindo que as amostras tem $\sim 2\%$ de B. As barras obtidas por SD, tratadas termicamente (CTT) a 1100°C por 6 h, alcançaram uma maior magnetostricção ($\lambda = \Delta l/l$), comparada as amostras sem tratamento térmico (STT), no qual o maior valor foi de 73×10^{-6} na direção longitudinal da barra L1 forjada no diâmetro de 3 mm (L1F3-CTT). O maior fator de sensibilidade $d\lambda/dH$ obtido em função do comprimento da barra L1F3 foi de $d\lambda/dH = 0,9 \times 10^{-9} \text{ m/A}$ para a razão de aspecto $\gamma = 12$. Valor da constante anisotrópica K_1 calculada a partir dos resultados experimentais se comparadas com dados da literatura, sugerem que em algumas amostras ocorre ordenamento parcial da fase cúbica da matriz, havendo assim a coexistência das fases Fe_3Al (D03) e α .

Palavras-chaves: Magnetoestricção. Magnetização. Fe-Al-B.

ABSTRACT

MACHADO, V.O. **Study of magnetostrictive properties of alloy $(\text{Fe}_{0.80}\text{Al}_{0.20})_{97}\text{B}_3$ obtained by directional solidification.** 2014. 103 p. Dissertation (Master of Science) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2014.

In this work, bars of the alloy $(\text{Fe}_{0.8}\text{Al}_{0.2})_{97}\text{B}_3$ were obtained by directional solidification (DS) in diameters of 3 and 4 mm, with the goal of improving the magnetostriction of the material through the introduction of texture. Production steps of the bars involved the manufacture of the alloy ingots, L1, L2, L6, by arc melting, then machining (M) or hot swaging (F). The greatest length that was achieved in a bar was 50 mm. The presence of boron in the samples was identified by scanning electron microscopy and energy dispersive spectroscopy, due to the presence of an eutectic microstructure that has dendrites and a microconstituent formed of phases α and Fe_2B . Results obtained by X-ray diffraction indicates that the bar L1 at the diameter of 4 mm showed preferential orientation in the directions $\langle 111 \rangle$, which caused a significant decrease of the magnetostriction compared to the same sample of the bar of diameter 3 mm. Magnetization measurements as a function of applied magnetic field (H_a) reveal that the saturation magnetization of the samples having boron is in average $181 \text{ Am}^2/\text{kg}$, suggesting that the samples have $\sim 2\%$ of boron. The bars obtained by DS, thermally treated (CTT) at 1100°C for 6 h, achieved higher magnetostrictions ($\lambda = \Delta l/l$) compared to the samples without heat treatment. The highest value was 73×10^{-6} was obtained in the longitudinal direction of the bar L1F in the diameter of 3 mm (L1F3-CTT). The maximum sensitivity factor $d\lambda/dH$ found as a function of the bars lengths was $d\lambda/dH = 0.9 \times 10^{-9} \text{ m/A}$ for an aspect ratio of $\gamma = 12$. Values of anisotropic constant K_1 , calculated using experimental results suggest that in some samples occur partial ordering of the cubic phase matrix, so there is the coexistence of phases Fe_3Al ($D0_3$) and α .

Keywords: Magnetostriction. Magnetization. Fe-Al-B.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	19
2.1	PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL	19
2.1.1	Textura relacionada à solidificação direcional	20
2.2	FASES PRESENTES EM LIGAS DE Fe-Al e Fe-Al-B	22
2.3	ORDENAMENTO MAGNÉTICO DO SÓLIDO.....	30
2.4	ANISOTROPIA MAGNÉTICA	32
2.5	MAGNETOSTRICÇÃO	35
2.6	EXTENSOMETRIA	39
2.6.1	Distensão.....	39
2.6.2	Extensômetro.....	40
2.6.3	Ponte de Wheatstone	40
3	MATERIAIS E MÉTODOS.....	43
3.1	OBTENÇÃO DA LIGA POR FUSÃO A ARCO	43
3.2	PROCESSO MECÂNICO PARA OBTENÇÃO DA LIGA.....	45
3.2.1	Usinagem	45
3.2.2	Forjamento rotativo a quente.....	45
3.3	OBTENÇÃO DA LIGA POR SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL	46

3.4	PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA.....	48
3.5	CARACTERIZAÇÃO POR DIFRAÇÃO DE RAIOS X	49
3.6	CARACTERIZAÇÃO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA.....	49
3.7	CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA.....	50
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	57
4.1	PERDA DE MASSA.....	57
4.2	DIFRATOMETRIA DE RAIOS X (DRX)	58
4.3	MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA E EDS.....	62
4.3.1	Amostras sem tratamento térmico	63
4.3.2	Amostras com tratamento térmico	69
4.4	MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO	76
4.5	MEDIDAS DE MAGNETOSTRICÇÃO	83
5	CONCLUSÃO.....	95
	REFERÊNCIAS.....	99

1. INTRODUÇÃO

No início de 1840, James Prescott Joule relatou o fenômeno da magnetostricção em uma amostra de ferro, que tinha seu comprimento variado na presença de campo magnético, ou seja, quando a magnetização é modificada. Posteriormente, Villari descobriu que, ao se aplicar uma força a materiais magnetoestrictivos, a magnetização também sofre uma alteração (ATULASIMHA; FLATAU, 2011). Logo, os materiais magnetoestrictivos se tornaram de interesse em aplicações de sensores e atuadores devido a sua deformação reversível na presença de campo magnético e mudança nas propriedades magnéticas na aplicação de tensão mecânica (ZHOU; LI, 2008). Teoricamente, nota-se a propriedade magnetostrictiva em todos os materiais ferromagnéticos e ressaltam-se alguns materiais que apresentam alto valor de magnetostricção, como os compostos de metais de transição e terras-raras (ZHOU; LI, 2008), preferencialmente em baixos campos, relevância na tecnologia de sensores de força e atuadores (SRISUKHUMBOWORNCHAI; GURUSWAMY, 2001). Tal tecnologia proveniente de materiais magnéticos visa, adicionalmente, um aumento da permeabilidade magnética, em uma ampla faixa de frequência de largura, a capacidade de operar em baixa tensão e um tempo de resposta rápido em microssegundo. A sensibilidade dos sensores está relacionada à variação da densidade de fluxo magnético em função da tensão mecânica aplicada $((dB/d\sigma)_H)$ que é o mesmo que a variação da magnetostricção com o campo magnético $((d\lambda/dH)_\sigma)$, conforme dado equação (1.1). Esta sensibilidade é tão maior quanto maior for o valor de magnetostricção e magnetização de saturação. Um valor baixo de anisotropia magnética (K) também propicia uma maior sensibilidade. Em materiais cúbicos onde $K > 0$, assim como o ferro, considerando-se somente a rotação da magnetização para vencer a anisotropia, na relação dada pela equação (1.1) o valor de $N = 3$ (JILES; LO, 2003).

$$\left(\frac{dB}{d\sigma}\right)_H = \left(\frac{d\lambda}{dH}\right)_\sigma = \left(\frac{d\lambda}{dM}\right) \cdot \left(\frac{dM}{dH}\right) = \left(\frac{2\mu_0 M_s}{N}\right) \cdot \left(\frac{\lambda_s}{K}\right) \quad (1.1)$$

Neste contexto, por alcançar uma moderada magnetostricção e baixo custo, as ligas magnetostritivas à base ferro, o Fe-Al se torna um material interessante, pois apresenta um baixo campo de saturação, boa resistência mecânica e tenacidade, além do baixo custo associado (SRISUKHUMBOWORNCHAI; GURUSWAMY, 2001).

Visando aprimorar a propriedade magnetostrictiva do material ferromagnético, há diversos métodos em ligas policristalinas: 1- desenvolver textura, 2- construir anisotropia, 3- história térmica e 4- aumentar a distorção tetragonal por introdução de átomos intersticiais (BORMIO-NUNES et al., 2012).

No sistema Fe-Al, o alto valor de magnetostricção foi encontrado em um monocristal na direção (100) para concentração de alumínio em torno de 19 at% Al, em que $3\lambda_{100}/2$ é $\sim 190 \times 10^{-6}$, em temperatura ambiente (MEHMOOD et al., 2010). As ligas $\text{Fe}_{100-x}\text{Al}_x$ (x é a concentração em % atômica) apresentam solução sólida com estrutura A2 (fase α) para quantidades de alumínio entre $0 < x < 30$ para temperaturas entre a ambiente e 1000°C . Entretanto, para composições com $x > 21$, a solução sólida pode se decompor em diferentes fases em temperaturas abaixo de 500°C dependendo da taxa de resfriamento aplicada (IKEDA et al., 2002). Para $19 < x < 30$, as fases mais fáceis de reter com altas taxas de resfriamento são aquelas com estrutura A2 que fornecem uma contribuição alta e positiva para a magnetostricção, assim como a fase D03 (Fe_3Al) que também dá uma contribuição positiva, porém bem menor (KUMAGAI et al., 2004; COOK, ;PAVLOVIC, 1979).

Recentemente, estudou-se as ligas $\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20}$ dopadas com boro, que é um elemento químico não magnético, sendo as ligas com composição $(\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20})_{100-x}\text{B}_x$ para $x = 0,5, 1,0, 1,5$ e $2,0$ (% em atômico), produzidas por fusão a arco. Foi constatado um valor de magnetostricção 40% maior que o da amostra sem boro para $x=2$, conforme mostrado na Figura 1.1 (C.BORMIO-NUNES et al., 2012). Foi identificado a presença de uma fase nos contornos dos grãos que, supostamente, seria a fase ferromagnética Fe_2B com temperatura de Curie em torno de 742°C .

Com o objetivo de aprofundar o conhecimento deste sistema de ligas e de determinar a tendência da curva da Figura 1.1, acima de 2% de boro. A influência da fase Fe_2B na magnetostricção das ligas policristalinas de $(\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20})_{100-x}\text{B}_x$ para $x = 3,0, 4,0$ e $5,0$ % obtidas por fusão a arco também era de interesse. O resultado obtido, conforme mostrado na Figura 1.2, demonstrou que para a adição de 3% de boro obtêm-se o valor máximo de magnetostricção de saturação total, de $101,3 \times 10^{-6}$, que é mais que o dobro do valor para a amostra sem boro (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013).

Figura 1.1 –Magnetostricção total de ligas policristalinas de $(\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20})_{100-x}\text{B}_x$ para $x = 0,5, 1,0, 1,5$ e $2,0$ (% em atômico), na temperatura de 290 K.

Adaptado de BORMIO-NUNES et al., 2012.

O motivo do ponto ótimo da magnetostricção para a adição de 3% ainda é desconhecido. Ressalta-se que o desempenho desta liga Fe-Al dopada com 3% de boro é tão bom quanto o da liga $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ que é aquela que apresenta o melhor desempenho dentre as ligas binárias de ferro com elementos não magnéticos, pelo menos em amostras policristalinas (BORMIO-NUNES et al., 2005).

Objetivando melhorar o desempenho da liga $(\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20})_{97}\text{B}_3$ presente trabalho, foram produzidos lingotes pelo método de solidificação direcional, pois o alinhamento dos grãos (textura) na direção de solidificação pode otimizar a magnetostricção longitudinal deste material, que é a propriedade usada na fabricação de sensores, tornando o material mais atrativo (WALKER, 2011).

Estudos do efeito do comprimento das amostras na variação da magnetostricção (λ) em função do campo (H) são apresentados, assim como o efeito do tratamento térmico na magnetostricção de saturação. O parâmetro $d\lambda/dH$, antes da região de saturação está diretamente ligado à sensibilidade de sensores magnetostrictivos.

Figura 1.2 – Magnetostricção de amostras policristalinas de $(\text{Fe}_{0.80}\text{Al}_{0.20})_{100-x}\text{B}_x$ para $x = 3, 4$ e 5% em % atômica (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013)

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1. PROCESSO DE SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL

A técnica de solidificação direcional envolve a remoção de calor do metal fundido em uma direção que resulte no movimento da interface líquido/sólido de uma extremidade do fundido a outra. O crescimento competitivo de grãos com diferentes orientações resulta no crescimento preferencial de grãos que tem uma direção favorável de crescimento cristalográfico orientado, normal à interface líquido/sólido. O material solidificado direcionalmente teria, portanto, uma textura cristalográfica preferencial.

A Figura 2.1 mostra, esquematicamente, um sistema de solidificação direcional no qual é visto o gradiente de temperatura na interface líquido/sólido e, portanto, a taxa de movimento da interface podem ser controladas pela taxa de movimento do cadinho e pelo perfil de temperatura ao longo do comprimento do forno de indução (SRISUKHUMBOWORNCHAI; GURUSWAMY, 2001).

Figura 2.1 - Diagrama esquemático de solidificação direcional .

Adaptado de (SRISUKHUMBOWORNCHAI; GURUSWAMY, 2001).

2.1.1. Textura relacionada à solidificação direcional

A textura é definida pela função de distribuição de orientação dos grãos. As propriedades magnéticas de materiais ferromagnéticos estão intimamente ligadas à textura cristalográfica (BUNGE, 1989) e os materiais policristalinos texturizados podem ser obtidos através do controle do gradiente de temperatura no forno que, neste caso, depende da taxa de movimento do cadinho (SRISUKHUMBOWORNCHAI; GURUSWAMY, 2001).

As orientações preferenciais da barra solidificada direcionalmente podem mudar com a variação das condições de solidificação (JIANG et al., 1999). Durante o processo de solidificação direcional, existe certa relação entre a morfologia de crescimento do cristal e o grau de orientação cristalina. O grau de orientação dos cristalitos pode ser determinado através da observação da morfologia cristalina, grãos alongados, por exemplo, podem indicar texturização (JIANGUO et al., 2001).

As ligas policristalinas de $\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19}$ foram obtidas por solidificação direcional usando aquecimento por indução e diferentes velocidades de crescimento. Altos valores de magnetostricções de até 305×10^{-6} foram alcançados usando o método de fusão da zona indutiva numa velocidade de crescimento de 10 mm/h e a magnetostricção diminuiu com o aumento da velocidade de crescimento devido a transição microestrutural e o desvio de orientação preferencial [100]. (LI; LIU; JIANG, 2012).

A energia de magnetização total de um material ferromagnético cristalino contém energia do cristal, energia da tensão, energias de interação de magnetização e a energia de campo. À medida que a influência de textura é importante, a energia do cristal e a energia de campo devem ser consideradas, enquanto que a energia de tensão e a energia de interação dependem de outros parâmetros estruturais. A energia do cristal depende da direção cristalina da magnetização. Em policristalinos, a parte da curva de magnetização entre a saturação e a remanescência, referente à Figura 2.2, é significativamente determinada pela textura cristalográfica (BUNGE, 1989). A saturação, a remanescência e a coercividade podem depender da microestrutura.

Figura 2.2 - O laço de histerese. A parte entre saturação e remanescência é unicamente relacionada à textura cristalográfica - adaptado de BUNGE (1989).

Altas energias de interação de magnetização são exibidas na direção de alta anisotropia magnética. Portanto, a energia requerida para magnetizar é dependente da textura e seu efeito na anisotropia magnetocristalina (GOOD, 2001).

As curvas de magnetização das ligas $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})$ e $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{98}\text{B}_2$, em 300 K, são apresentadas na Figura 2.3, notando-se uma correção no resultado em relação ao campo de desmagnetização das amostras em forma de cubóide. Tais materiais foram considerados magneticamente macios por obterem valores dos campos coercivos (ou coercividade) estimados em $H_c \sim 1,0 \text{ kA/m}$ ($0,00126 \text{ T}$) e o campo de saturação da ordem de $0,15 \text{ T}$. A magnetização de saturação em 300 K da amostra da liga $\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$ observada é $187 \text{ Am}^2/\text{kg}$ e para a amostra da liga $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{98}\text{B}_2$ é $183,7 \text{ Am}^2/\text{kg}$. A contribuição dos momentos magnéticos na amostra dopada por boro surge das fases ferromagnéticas, portanto, $M_s^{\text{fase cúbica}} > M_s^{\text{Fe B}}/2$. O campo de saturação da amostra com boro é um pouco menor que a sem boro (BORMIO-NUNES et al., 2012).

Figura 2.3 Laço de histerese da amostra de $(\text{Fe}_{0.8}\text{Al}_{0.2})_{98}\text{B}_2$; as inserções são demonstradas para visualizar a coexistência e o campo de saturação (BORMIO-NUNES et al., 2012).

2.2. FASES PRESENTES EM LIGAS DE Fe-Al e Fe-Al-B

As fases desordenadas A2, ordenadas B2 (FeAl) e D03 (Fe_3Al) podem se formar na porção rica de ferro do sistema binário Fe-Al. Há duas transições ordem-desordem ($\text{A2} \leftrightarrow \text{B2}$ e $\text{A2} \leftrightarrow \text{D03}$) e uma transformação magnética (para/ferro) ($\gamma\text{Fe} \leftrightarrow \alpha\text{Fe}$) na porção rica em ferro do sistema Fe-Al. A temperatura crítica da transição magnética (T_C) torna-se menor ao se aproximar da linha da temperatura de ordenamento A2/B2 na vizinhança de 20 at. % Al. Uma outra característica interessante é que a temperatura de Curie diminui drasticamente na região da fase D03. Estas características da estabilidade das fases ordenadas no sistema Fe-Al sugerem que existe uma forte interação entre o campo magnético e ordenamentos químicos nas ligas de Fe-Al. Além disso, tem sido relatado que há uma região desconhecida chamada de estado-k (k-state) em temperaturas inferiores a 450 °C na faixa de concentração de alumínio entre 15 e 20 at.%, como mostrado na Figura

2.4. Nesta região do estado-K ocorrem algumas anomalias na resistência elétrica, dilatação térmica, propriedades magnéticas e mecânicas (IKEDA et al., 2002).

Figura 2.4 - Diagrama de fases binário onde são indicadas as regiões de ocorrência das estruturas cristalinas A2, B2 e D0₃. (IKEDA et al., 2002).

Os diagramas de fases Fe-Al, Fe-B e Al-B são apresentadas na Fig. 2.5.

A superrede Fe₃Al (D0₃) é ferromagnética abaixo de 477 °C. Medidas por difração de neutrons mostram que na posição FeI (esferas claras na estrutura D0₃ da Fig. 2.4), os primeiros vizinhos são 4 átomos de Fe e 4 átomos de Al e tem momento magnético por átomo 1,46 μ_B . Já para a posição FeII (esferas escuras na estrutura D0₃ da Fig. 2.4) os átomo de ferro tem 8 átomos de ferro como primeiros vizinhos e o momento magnético é 2,14 μ_B (ABE; CHIKAZUMI, 1976).

Nas amostras das ligas Fe₈₀Al₂₀ dopadas com boro foi encontrada uma matriz solidificada, dentriticamente, apresentando dendritas das fases FeAl – α (A2) e /ou Fe₃Al (D0₃ ou A1) e o microconstituente eutético Fe₂B + A2/D0₃ entre os grãos (BORMIONUNES et al., 2012).

Figura 2.5 - Diagramas de fases, adaptados, do Fe-Al e Fe-B e Al-B. (SUNDMAN; JANSSEN; ANDERSON, 1985; CARLSON, 1990)

Na Figura 2.6, os resultados da difração de raios X são mostrados para as ligas $(\text{Fe}_{0.8}\text{Al}_{0.2})_{100-x}\text{B}_x$ para $x=0, 0,5, 1,0, 1,5$ e $2,0$. Já na Figura 2.7 é mostrada uma micrografia que mostra uma microestrutura típica da liga Fe-Al dopada com boro.

Figura 2.6 - Difractometria de raios X da liga $(\text{Fe}_{0.8}\text{Al}_{0.2})_{100-x}\text{B}_x$ com $0 \leq x \leq 2$. Os picos identificados são das fases $\text{FeAl} - \alpha$ (A2) e/ou Fe_3Al (DO3) e a Fe_2B (BORMIO-NUNES et al., 2012)

Figura 2.7. Micrografia obtida por MEV da liga como solidificada $(\text{Fe}_{0.8}\text{Al}_{0.2})_{100-x}\text{B}_x$ com $x=2$ Fe_2B (BORMIO-NUNES et al., 2012).

Conforme a Figura 2.6, os picos de raios X foram identificados como sendo da fase cúbica de corpo centrado: α (A2) e/ou Fe_3Al (DO₃) e da fase tetragonal Fe_2B , no entanto, não foi possível distinguir as duas fases cúbicas α (A2) e Fe_3Al (DO₃), apenas com experimentos de difratometria de raios X na radiação $\text{CuK}\alpha$, porque estas fases apresentam os elevados picos para quase o mesmo valor de 2θ . Os picos extras de reflexão na estrutura DO₃ têm alturas insignificantes e estão escondidos no fundo devido à fluorescência.

Entretanto, a adição de boro deveria também deslocar a posição do pico elevado para pouco abaixo dos valores de 2θ se a ocupação for intersticial (expansão) e para pouco maiores valores de 2θ , se ocorrer a substituição de alumínio por átomos de boro (contração). Portanto, o deslocamento dos picos das redes cúbicas pode ser devido à presença de boro intersticial ou ao rearranjo da rede cúbica (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013).

Na Figura 2.8, são mostradas as difratometrias das amostras $\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$ dopadas com 3% de boro utilizando-se radiação de Mo. Os picos duplos que aparecem nos padrões de difração das fases protótípicas A2, D03 e Fe_2B são devido as radiações $K\alpha 1$ e $K\alpha 2$. Os picos mais intensos das três fases aparecem entre 34° e 36° , sendo este intervalo mostrado na Figura 2.8 da esquerda. Tal como acontece quando se mede o DRX, utilizando radiação $\text{Cu } K\alpha$, a altura da fase de Fe_2B é pequena em comparação com os outros picos, porque a fracção volumétrica da fase é pequena (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013).

Figura 2.8 Esquerda- Difratometria de RaioX usando radiação Mo $K\alpha$ da amostra como fundida (STT) e tratada (CTT) da liga $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{100-x}\text{B}_x$, with $x=3$; Direita – Curva dos protótipos das fases Fe_2B , α (A2) and Fe_3Al (D03) (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013).

As amostras tratadas termicamente para a composição em $x=3$ produzem picos mais intensos e finos em relação às reflexões da fase Fe_2B e fases cúbicas, se comparada com o que as amostras sem tratamento, especialmente em $2\theta \sim 35^\circ$. Este resultado indica

que, após o tratamento a amostra adquiriu uma maior estrutura cristalina. Além disso, é possível observar que em cada um dos picos das radiações $K\alpha 1$ e $K\alpha 2$ apresentam separação em outros dois picos que foram identificados como os picos das fases A2 (próxima à esquerda) e DO_3 (próxima à direita) nas amostras CTT. A presença de átomos de boro substitucionais ou intersticiais foi descartada, pois não foi encontrado boro na matriz (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013).

Figura 2.9. Micrografia obtida por SEM da liga $(Fe_{0,8}Al_{0,2})_{100-x}B_x$ com $x=3$: (a) como fundida (as cast) e (b) tratada (annealed) (Adaptado de BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013).

Segundo a Figura 2.9 (a), as fases da maioria da microestrutura da amostra sem tratamento térmico são dendritas, vista em tom cinza claro. A região interdendrítica é um microconstituente formado pelas lamelas escuras, a fase Fe_2B , e as fases cúbicas (A2 e / ou DO_3) de acordo com os diagramas de fases. Na Figura 2.9 (b), observa-se esferóides, que se acredita ser a fase Fe_2B , após o processo de tratamento térmico. Assim, espera-se que parte do ferro adicionado à liga saiu da matriz de modo a formar esta fase Fe_2B , deixando a matriz com um excesso de alumínio em relação à concentração relativa inicial de ferro e alumínio (0,8:0,2) (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013).

A microestrutura de ligas como solidificadas do tipo Fe-Al-B-M (M=Ti, Hf, Zr, V, W), com 26 % em atômico e 30 % em atômico de alumínio, também apresentam uma matriz solidificada dendriticamente e uma fase interdendrítica eutética Fe_3Al-Fe_2B entre os grãos. Todas as ligas exibiram dendritas primárias Fe_3Al com precipitados interdendríticos. Segundo Krein et al. (2007), pode ser assumido que as transições de fase DO_3-B_2 e B_2-A_2 não são afetadas pelos precipitados, ou seja, estas transições são apenas controladas pela composição da matriz, o que está de acordo com o encontrado em BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER (2013).

Esta segunda fase Fe_2B , que aparece nas ligas Fe-Al dopadas com boro, é ferromagnética com momento magnético de $1,9 \mu_B$ por íon de ferro em 20 K. A temperatura de Curie é de 1015°C , tendo essa fase estrutura tetragonal tipo CuAl_2 e a direção de fácil magnetização, em temperatura ambiente, está no plano (YANASE et al., 1966).

Para discutir o efeito do boro na rede cúbica ccc, Raulot et al. (2008) considerou a versão ordenada desta rede, o composto FeAl que tem a estrutura B2 conforme mostrado na Figura 2.10. Esta fase pertence ao grupo espacial 221, tem como protótipo CsCl e símbolo de Pearson cP2, onde, na célula cúbica, a coordenada dos átomos de ferro e alumínio são (0, 0, 0) e (0,5, 0,5, 0,5), respectivamente.

Figura 2.10 - Estrutura B2 do composto FeAl - adaptado de RAULOT et al. (2008).

Analizou-se o sólido, por três tipos de defeitos. Na Figura 2.11 (a) o átomo de boro entra como impureza intersticial e ocupa o sítio tetraédrico ($B_{i \text{ tetra}}$) da rede B2. Nas Figuras 2.11 (b) e (c), o átomo de boro entra como impureza intersticial nas posições octaédricas. A configuração octaédrica permite duas diferentes posições: na primeira, o átomo de boro ocupa a posição entre dois átomos de alumínio, $B_{i \text{ oct Al}}$, que são os primeiros vizinhos (Fig 2.11 (b)) ou entre dois primeiros átomos vizinhos de ferro ($B_{i \text{ oct Fe}}$) – Fig 2.11 (c)).

Figura 2.11 - Esquema das três configurações de inserção de boro a estrutura FeAl-B2: (a) átomo de boro na posição tetraédrica, tendo 2 átomos de ferro e 2 átomos de alumínio de primeiros vizinhos (B_i tetra), (b) átomo de boro na posição octaédrica com 2 átomos de alumínio como primeiros vizinhos (B_i oct Al) e (c) átomo de boro na posição octaédrica 2 átomos de ferro como primeiros vizinhos (B_i oct Fe) - adaptado de RAULOT et al. (2008).

A Figura 2.12 mostra o átomo de boro como elemento substitucional e não intersticial como visto anteriormente. O átomo de boro pode substituir o alumínio (célula da esquerda) tendo os átomos de ferro como primeiro vizinho e o boro também pode substituir um átomo de ferro (célula da direita).

Figura. 2.12 - Esquema de duas substituições possíveis para o átomo de boro: (a) um átomo de alumínio (B_{Al}) e um átomo de ferro (B_{Fe}) - adaptado de RAULOT et al. (2008).

Em termos de energia de formação, a energia do sistema sem defeito é sempre menor que a energia do sistema com defeito. Sugerindo que uma perturbação adicional da estrutura cristalográfica deve ser necessária para estabilizar o átomo de boro no intermetálico. A perturbação da estrutura cristalográfica pode estar relacionada à presença do contorno de grão ou deformação local.

Segundo a relação crescente de energia de formação, $B_{Al} < B_{i \text{ oct Al}} < B_{i \text{ oct Fe}} < B_{Fe} < B_{i \text{ tetra Fe}}$, a energia máxima é para a configuração aonde boro está no sítio intersticial tetragonal e a mínima é para a posição substitucional do Al.

A substituição do ferro ou alumínio por boro causa uma contração da rede, enquanto que a inserção do átomo de boro no sítio intersticial causa uma expansão da rede. A maior expansão é obtida pela inserção de boro no sítio tetragonal.

No entanto, a substituição de ferro por boro é inviável energeticamente quando comparado a substituição do átomo de alumínio. Portanto, o átomo de boro substituindo o alumínio, torna-se rodeado por três vizinhos de ferro próximos. A presença dessas ligações Fe-B é a razão da maior estabilidade desta configuração. As interações Fe-B são mais importantes do que as Al-B, quando o átomo de boro está localizado no sítio do Al. Outras configurações são favoráveis, como, por exemplo, onde há a inserção do átomo boro dentro dos espaços vazios ao longo dos contornos de grãos. Neste contexto, a inserção do boro no sítio intersticial tetragonal do material é inviável energeticamente. O átomo de boro na liga é metaestável e tende a segregar como impureza substitucional ou intersticial ao longo do contorno de grão (RAULOT et al, 2008). No caso da fase α , ou estrutura A2, não há um estudo semelhante ao feito com a estrutura B2, no que diz respeito à entrada de boro na rede.

2.3. ORDENAMENTO MAGNÉTICO EM SÓLIDOS

As propriedades magnéticas são responsáveis pelo magnetismo do material, referindo-se ao spin (momento angular intrínseco), já o momento do elétron em torno do núcleo cria o momento magnético orbital. Se o elétron se liga ao núcleo, o momento magnético do íon será exibido quando a camada eletrônica não estiver preenchida, e/ ou o spin total e o momento angular orbital não se cancelarem. Portanto, o momento magnético do átomo persiste se houver uma ligação entre átomos, formando o sólido magnético.

A competição entre fatores de origem térmica versus origem magnética pode resultar num material com um determinado estado magnético. Para um estado magnético ordenado, o ordenamento é proveniente do acoplamento de troca entre os momentos magnéticos e pode ocorrer entre momentos de íons próximos, suficiente para obter um forte acoplamento de curto alcance, mas também por acoplamento em distâncias maiores, podendo agir por elétrons itinerantes, no caso dos metais.

Através da interação de troca de Heisenberg, a energia de troca entre os íons i e j distantes por r_{ij} , cujos respectivos momentos de spins S_i e S_j , somado a todos os pares de

spins do material, e parâmetro de interação de troca $J(r_{ij})$, pode ser representado por (HEISENBERG, 1928):

$$H = - \sum_{i \neq j} J(r_{ij}) \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (2.1)$$

Nos materiais ferromagnéticos aos quais os momentos magnéticos se ordenam paralelamente uns aos outros, $J_{ij} > 0$.

Um material magnético gera um campo magnético interno ordenado pelas interações de troca. A magnetização uniforme que ocorre em diferentes regiões da amostra tem orientações diferentes, pois é energeticamente desfavorável que o campo externo se mantenha intenso ou que estas regiões estejam todas orientadas no mesmo sentido. Portanto, é favorável a formação dos domínios e a minimização da energia do sistema, originando regiões no material, no qual os momentos magnéticos indicam a mesma direção, mas diferentes regiões possuem os momentos magnéticos indicando diferentes direções, conforme a Figura 2.13. A energia magnetostática é diminuída se o sistema gera domínios com magnetizações opostas. Ressalta-se, no entanto, que há uma competição com aquela energia e as energias de troca e de anisotropia.

Figura 2.13 - Formação dos domínios magnéticos que minimizam a energia do sistema (CASTRO, 2010).

A quantidade de paredes de domínio é proveniente de um balanço de energia entre a perda de energia anisotrópica e/ou de troca e o ganho da energia magnetostática, dependendo do tamanho da amostra.

2.4. ANISOTROPIA MAGNÉTICA.

Anisotropia magnética significa a dependência da energia interna da direção da magnetização espontânea, ou seja, as direções em que se formam os domínios. Usualmente, a anisotropia magnética possui a simetria cristalina do material e, por isto, é denominada anisotropia magnetocristalina.

Em materiais ferromagnéticos os domínios são as regiões onde os átomos estão acoplados magneticamente. Na presença do campo externo, as interfaces (paredes dos domínios) se movem, propiciando a formação de domínios com todos os momentos magnéticos alinhados em direções próximas à direção do campo aplicado. Os domínios magnetizados na direção do campo resultam em um único domínio na qual atinge o momento magnético máximo ou magnetização de saturação. Se o estado de único domínio depender da direção do campo aplicado, então, evidencia-se a anisotropia magnética.

Mostra-se na Figura 2.14 a curva de magnetização em função do campo aplicado de um monocristal de ferro para as direções cristalográficas [100], [110] e [111]. A forte anisotropia afeta a magnetização de materiais magnéticos, particularmente o processo de rotação dos domínios, e demonstra um considerável efeito sobre a magnetostricção (DAPINO, 1999).

Figura 2.14 - Curva de magnetização de um cristal de ferro (CASTRO, 2010).

A anisotropia magnética exibe-se de formas diferentes, dependendo do arranjo espacial no sólido, sendo classificada em acoplamento spin-órbita, se for responsável pelas anisotropias magnetocristalina e magnetoelástica, ou acoplamento dipolar, se responsável pela anisotropia de forma.

A energia anisotrópica em cristais cúbicos pode ser escrita como:

$$E = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2 + O(\alpha_i^8), \quad (2.2)$$

Onde $(\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3)$ são os cossenos diretores da magnetização com respeito às três arestas do cubo.

Na Figura 2.15 é mostrada a curva do coeficiente K_1 para a liga Fe-Al em função da concentração de alumínio (CHIKAZUMI, 2009), presente na equação (2.2), que dá a energia anisotrópica em materiais cúbicos,. Observa-se que para porcentagens de alumínio de 21%, K_1 decresce de uma ordem de grandeza quando o material passa de uma estrutura totalmente desordenada para as situações de ordenamento parcial ou total. Desta curva é possível observar que o efeito do ordenamento começa a afetar o comportamento de K_1 vs %at. Al para porcentagens de alumínio entre 17 e 18%.

Figura 2.15 – Constante anisotrópica K_1 (temperatura ambiente) para ligas de Fe-Al em função da composição da liga - adaptado de CHIKAZUMI (2009).

- Anisotropia magnetoelástica

Originária da interação spin-órbita com a anisotropia magnetocristalina, está intimamente relacionada ao fenômeno da magnetostricção e associada às aplicações e respostas, ou vice-versa, entre os efeitos das tensões sobre as interações magnéticas ou entre os efeitos dos campos magnéticos nas tensões. Ou seja, estando o momento magnético resultante do átomo em uma direção especial da rede devido à anisotropia magnetocristalina, ao deformar o material há uma mudança de direção dos momentos magnéticos e, portanto, variando a magnetização do material. Já a aplicação de campo magnético atua no sentido de movimentar os momentos magnéticos que “carregam” a rede cristalina com eles e observa-se a deformação desta.

- Anisotropia de forma

Quando uma amostra de tamanho finito é magnetizada por um campo magnético externo, os pólos livres que aparecem nas extremidades produzirá um campo magnético na direção oposta à magnetização. Este campo interno é chamado de campo de desmagnetização H_d e sua intensidade é dada pela equação (2.3):

$$H_d = - N_d \cdot M \quad (2.3)$$

Ou seja, H_d é proporcional à magnetização dos pólos livres e de N_d que é denominada de fator de desmagnetização.

O fator de desmagnetização depende da forma da amostra. Para uma amostra longa e de espessura pequena e com o campo aplicado na direção do comprimento $N_d \approx 0$, mas se o campo for aplicado na direção da espessura $N_d \approx 1$. Ou seja, se definirmos o fator de forma como $\gamma = \text{comprimento na direção paralela ao campo} / \text{comprimento na direção perpendicular}$, se $\gamma \gg 1 \rightarrow N_d \approx 0$ e se $\gamma \ll 1 \rightarrow N_d \approx 1$. O campo efetivo, sentido pela amostra é dado por:

$$H = H_{\text{aplicado}} + H_d \quad (2.4)$$

2.5. MAGNETOSTRICÇÃO

A magnetostricção de uma amostra de comprimento l é definida como:

$$\lambda = \Delta l / l \quad (2.5)$$

Sendo Δl a variação do comprimento e l é o comprimento inicial.

Em materiais ferromagnéticos há dois tipos de magnetostricção a considerar: i) magnetostricção espontânea que é resultado da formação dos domínios abaixo da

temperatura de Curie; ii) magnetostricção induzida por campo, que resulta da reorientação dos momentos magnéticos devido a ação do campo magnético (DAPINO, 1999).

A interação de troca que é responsável por manter momentos magnéticos vizinhos paralelos um ao outro no interior do domínio é forte. No entanto, esta energia de troca é isotrópica, pois depende apenas do ângulo entre spins adjacentes e não da direção de spins relativos à rede cristalina (ver equação (2.3)), portanto, não tem influência importante na magnetostricção.

A magnetostricção é proveniente, principalmente, do acoplamento spin-órbita. Este acoplamento é, de fato, o responsável pela anisotropia cristalina. O acoplamento spin-órbita refere-se ao tipo de interação entre o spin e o momento orbital de cada elétron, conforme Figura 2.16.

A anisotropia magnética e a magnetostricção estão intimamente ligados. A expansão acentuada observada em terras-raras devido à presença de campo magnético é consequência da enorme dependência da deformação da anisotropia magnética. (DAPINO, 1999).

Figura 2.16 – Ilustração do alinhamento do momento magnético spin e o momento magnético orbital com um campo externo - adaptado de DAPINO (1999; 2002).

A magnetostricção refere-se a qualquer mudança de dimensão ou volume durante a aplicação de um campo magnético. Assim, a magnetostricção longitudinal (λ_{long}) é a mudança em comprimento na direção do campo magnético aplicado e a magnetostricção transversal (λ_{trans}) é a mudança dimensional na direção perpendicular à direção do campo aplicado (CHEN, 1986).

A magnetostricções total e de saturação, λ_{total} e λ_s , em um material policristalino isotrópico, podem ser determinadas pela diferença entre a magnetostricção de saturação medida paralela e perpendicular ao campo aplicado, $\lambda_{\text{total}} = \lambda_{\text{long}} - \lambda_{\text{trans}}$, mas $\lambda_{\text{long}} = \lambda_s$ e $\lambda_{\text{trans}} = -1/2 \lambda_s$, logo $\lambda_{\text{total}} = 3/2 \lambda_s$ (DAPINO, 1999).

A média da deformação dos domínios no início da magnetostricção espontânea é obtida pela integração em todas as direções,

$$\lambda_0 = \int_{-\pi/2}^{\pi/2} \lambda_{\text{total}} \cos^2 \theta \cdot \sin \theta \cdot d\theta = \frac{e}{3} \quad (2.6)$$

Na Figura 2.17 é mostrado, esquematicamente, um material isotrópico no estado paramagnético (acima da T_c) representado por um volume esférico como demonstrado em I. Se o material é resfriado abaixo de T_c , a magnetização espontânea é gerada dentro do domínio magnético e junto com ele, uma correspondente magnetostricção espontânea. Assim sendo, cada domínio é representado, no esquema II, por uma elipse. A magnetização líquida é zero. Entretanto, a variação do comprimento na direção de interesse é dado pela relação $\lambda_{\text{total}}(\Theta) = \lambda_{\text{total}} \cos^2 \Theta$, sendo Θ , o ângulo entre o momento magnético resultante em cada domínio a direção de interesse.

Figura 2.17 - Esquema representativo ilustrando a magnetostricção de um material ferromagnético: I - no estado paramagnético; II - depois de resfriado através da temperatura de Curie; e III - depois de levado para a saturação pelo campo externo aplicado H - adaptado de DAPINO (1999).

Agora, considera-se a magnetostricção sofrida sob a aplicação do campo magnético, assumindo que o material exibe uma magnetostricção positiva. Quando o campo é aplicado, os domínios magnéticos rotacionarão na tentativa de se alinhar com o campo. Nas proximidades da magnetização de saturação, o material terá num único domínio, como ilustra o esquema III, e a deformação total será λ_{total} . A magnetostricção de saturação disponível é, então, dada por pela diferença entre λ_{total} e λ_0 .

$$\lambda_s = \lambda_{total} - \lambda_0 = \lambda_{total} - \lambda_{total} / 3 = 2/3 \lambda_{total} \quad (2.7)$$

Através da eq. (2.7) equação, é possível conhecer as deformações espontâneas de cada material medindo a magnetostrição de saturação λ_s (DAPINO, 1999).

2.6. EXTENSÔMETRIA

Neste item serão apresentadas as bases da técnica denominada de extensiometria, que tem a finalidade de medir a deformação de materiais através de extensômetros (*strain gages* em inglês).

2.6.1. Distensão (ϵ)

Distensão é o termo geral usado para a deformação (dilatação ou contração) referente a um corpo proveniente de uma força aplicada, podendo ser positiva (tração) ou negativa (compressão). É uma grandeza adimensional, podendo ser expressa em unidades como in./in. ou mm/mm. Em geral, a grandeza da distensão medida é extremamente pequena e, portanto, constantemente expressa como “microstrain” (me), que é $\epsilon \times 10^{-6}$.

Ao distender uma barra de diâmetro D com a aplicação de uma força, conforme esquematizado na Figura 2.18, há a contração na direção transversal ou perpendicular. O fator da contração transversal é uma propriedade do material definida por sua razão de Poisson. A razão de Poisson η de um material é demonstrada como a razão negativa da distensão na direção transversal (perpendicular à força) para a distensão na direção axial (paralela à força), ou:

$$\eta = \frac{\epsilon_T}{\epsilon} \quad (2.8)$$

Figura 2.18 Definição de extensão (NATIONAL INSTRUMENTS, 2013).

2.6.2. Extensômetro

Diante dos métodos de medição da distensão, o comum e amplamente utilizado é por extensômetros de liga metálica, um dispositivo cuja resistência elétrica varia proporcionalmente ao valor da distensão no dispositivo.

O extensômetro metálico é composto de um fio bem fino ou tiras metálicas dispostas num padrão de grade. O padrão de grade maximiza a quantidade de fios ou lâminas metálicas sujeitas à distensão na direção paralela (Figura 2.19). A área transversal da grade é minimizada para minimizar os efeitos das tensões de cisalhamento e Poisson. A grade liga-se a um suporte fino, chamado carregador ou transportador, o qual é anexado (colado) diretamente à amostra de teste. Desta forma, a distensão sentida pela amostra é transferida diretamente ao extensômetro, que responde modificando linearmente a resistência elétrica.

Os extensômetros disponíveis comercialmente são os de resistências nominais de 30 a 3000 Ω , sendo que 120, 350, e 1000 Ω são os valores mais comuns.

O fator de ganho (GF) determina um parâmetro fundamental do extensômetro de sensibilidade à distensão e é definido como a razão da mudança fracional na resistência elétrica para a mudança fracional no comprimento (distensão):

$$GF = \frac{\Delta R/R}{\Delta L/L} = \frac{\Delta R/R}{\epsilon} \quad (2.9)$$

Figura 2.19 Extensômetro de Liga Metálica (NATIONAL INSTRUMENTS, 2013).

2.6.3. Ponte de Wheatstone

As medições de distensão limitam-se, normalmente, às quantidades inferiores a milésimos de deformação ($\epsilon \times 10^{-3}$) e, portanto, requer a medição precisa de mudanças extremamente pequenas na resistência. Por exemplo, numa distensão de 500×10^{-6} da amostra teste, um extensômetro de fator de ganho 2 exibirá uma mudança na resistência elétrica de apenas $2 \times (500 \times 10^{-6}) = 0,1\%$, o que para um extensômetro de 120Ω , resulta uma mudança de apenas $0,12 \Omega$.

Em sistemas de medidas infimamente pequenas na resistência, extensômetros são constantemente usados em uma configuração de Ponte de Wheatstone com uma fonte de tensão de excitação. O esquema de uma ponte de Wheatstone é ilustrado na Figura 2.20. Esta compreende quatro braços resistivos com uma tensão de excitação, V_{EX} , aplicável através da ponte.

A tensão de saída da ponte, V_0 , é:

$$V_0 = [R_3/(R_3 + R_4) - R_2/(R_1 + R_2)] \cdot V_{ex} \quad (2.10)$$

Logo, sendo $R_1/R_2 = R_4/R_3$, a tensão de saída V_0 será zero e teremos uma condição de balanceamento. No entanto, qualquer mudança de resistência em um dos braços da ponte resulta numa tensão de saída diferente de zero.

Figura 2.20 - Ponte de Wheatstone (National Instruments, 2013).

Ao substituir R_4 na Figura 2.20 por um extensômetro ativo colado à uma amostra, qualquer mudança na resistência deste desbalanceará a ponte e resultará numa tensão de saída diferente de zero, conforme Fig. 2.21. Se a resistência nominal do extensômetro é projetada como R_G , então a mudança induzida pela distensão na resistência, ΔR , pode ser expressa como $\Delta R = R_G \cdot GF \cdot \epsilon$, da equação (2.9) para o fator de ganho. Assumindo que $R_1 = R_2$ e $R_3 = R_G$, a equação da ponte, acima, pode ser reescrita para expressar V_O/V_{EX} como uma função da distensão, conforme equação (2.11). Note a presença do termo $1/(1+GF \cdot \epsilon/2)$ que indica a não linearidade da saída de um quarto da ponte com respectiva distensão.

Fig 2.21 - Circuito de Um Quarto de Ponte (National Instruments, 2013).

$$\frac{V_O}{V_{ex}} = -\frac{GF \cdot \epsilon}{4} \left(\frac{1}{1 + \frac{GF \cdot \epsilon}{2}} \right) \quad (2.11)$$

Em condição ideal, espera-se que a resistência do extensômetro mude somente em resposta à distensão aplicada. Entretanto, o material do extensômetro, bem como o material da amostra de teste para o qual o extensômetro é aplicado, também responde a mudanças

na temperatura e também apresenta magnetoresistência na presença de campo magnético aplicado.

Com o uso de dois extensômetros na ponte, é possível minimizar o efeito da temperatura. Por exemplo, a Figura 2.21 ilustra uma configuração de extensômetro onde um extensômetro é ativo ($R_G + \Delta R$) e o segundo extensômetro é colocado transversal sem ser colado à distensão aplicada; sendo denominado de “dummy gauge”. Como mudanças na temperatura e campo magnético afetam ambos extensômetros da mesma forma, como as mudanças de temperatura e campo são idênticas nos dois extensômetros, à razão de suas resistências não mudará, e a tensão V_0 não mudará, e os efeitos de mudança de temperatura e campo são minimizados. Na configuração de Ponte de Wheatstone, o extensômetro ativo e o “dummy gauge” devem estar na mesma perna vertical da ponte R_1 , R_2 ou R_3 .

Figura 2.21 Uso do “Dummy Gauge” para a) eliminar efeitos de temperatura b) eliminar o efeito da magnetoresistência – adaptado de (National Instruments, 2013).

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste item serão apresentadas as técnicas usadas para preparação das amostras e caracterizações das propriedades magnéticas e microestruturais destas.

3.1. OBTENÇÃO DA LIGA POR FUSÃO A ARCO

Foram preparados seis lingotes por fusão a arco com a composição de $\text{Fe}_{77,6}\text{Al}_{19,4}\text{B}_{3,0}$, sendo as porcentagens em atômico. Para isso, foram utilizados ferro, alumínio e boro com purezas mínimas de 99,9%. Estas matérias primas foram limpas antes da fusão. No caso do ferro este foi decapado por meio de imersão em solução composta de 20% de ácido sulfúrico e 80% de água destilada por aproximadamente 8 segundos, seguido de lavagem em água corrente e banho de acetona no aparelho de ultrassom. O boro e o alumínio foram limpos somente com acetona por apresentarem boas características superficiais (brilho). Usou-se uma balança digital Shimadzu, de precisão de 0,0001g, para a pesagem das massas dos elementos ferro, alumínio e boro correspondentes às concentrações em % atômico de 77,6 de ferro, 19,4 de alumínio e 3,0 de boro. Os valores das massas de cada material estão listados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1 – Massas iniciais de Fe, alumínio e boro para a confecção dos seis lingotes da liga

$(\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20})_{97}\text{B}_3$				
LINGOTES	m_{Fe}	m_{Al}	m_{B}	M_{total}
	(g)	(g)	(g)	(g)
1	35,453	4,282	0,265	40,000
2	35,454	4,282	0,265	40,001
3	26,603	3,215	0,199	30,017
4	26,610	3,216	0,198	30,024
5	26,603	3,212	0,199	30,014
6	26,607	3,212	0,199	30,018

As primeiras quatro ligas produzidas, os lingotes 3, 4, 5 e 6 da Tabela 3.1, tinham massa de 30 g e foram usinadas para a forma cilíndrica para os diâmetros de 6,0 e 4,0 mm, resultando em pequenos lingotes cilíndricos de cada um destes diâmetros. Após a produção deste primeiro lote, foram fabricados mais dois lingotes de massa 40 g, que seriam levados para forjamento rotativo a quente, também com o objetivo de obter pequenos lingotes cilíndricos. A necessidade de se obter a barra cilíndrica está associada ao formato dos cadinhos do forno de solidificação direcional, que são tubos cilíndricos de diâmetros internos de 3,0, 4,0 e 6,0 mm.

Os componentes das ligas fundiram-se em alto ponto de fusão ($\sim 1500^{\circ}\text{C}$, segundo o diagrama de fase Fe-Al), no forno de fusão a arco voltaico modelo Flükiger mostrado na Figura 3.1, composto de eletrodo não consumível de tungstênio, num cadinho de cobre refrigerado a água sobre atmosfera inerte de argônio e utilizando uma corrente de $\sim 240\text{ A}$. Visando a homogeneização dos lingotes, estes foram girados de 180° nos intervalos das quatro fusões as quais os lingotes foram submetidos.

Figura 3.1 – Forno de fusão a arco voltaico – Flükiger

3.2. PROCESSO MECÂNICO PARA OBTENÇÃO DAS BARRAS DA LIGA

3.2.1. Usinagem

Os lingotes 3, 4, 5 e 6 foram submetidos ao processo de usinagem – torneamento – no torno mecânico, na qual se removeu o material e possibilitou a transformação no formato cilíndrico do lingote, em estado bruto de fusão.

Após usinagem, obteve-se 02 barras de 4 mm a partir dos lingotes 5 e 6 (L5U4 e L6U4) e 02 barras de 6 mm de diâmetro, a partir dos lingotes 3 e 4 (L3U6 e L4U6), onde os comprimentos médios ficaram em torno de 65 mm. Observe que a nomenclatura adotada contém o número do lingote (Tabela 3.1), o processo a que foi submetido para redução do diâmetro e o diâmetro final obtido.

3.2.2 Forjamento rotativo a quente

Os lingotes de números 1 e 2 (Tabela 3.1) foram submetidos a um tratamento térmico na temperatura de 1100 °C por 24h, antes do forjamento rotativo, a fim de minimizar as segregações do estado bruto de fusão e assim obter uma deformação mais uniforme dos materiais.

O processo de forjamento foi realizado no Departamento de Mecânica do ITA, em São José dos Campos, SP, e consiste na aplicação de golpes rápidos e sucessivos ao metal. A pressão máxima é alcançada quando o martelo atinge o metal, decrescendo rapidamente, a intensidade, à medida que a energia do golpe é absorvida na deformação do material, produzindo deformação, principalmente, nas camadas superficiais da peça.

O forjamento rotativo foi realizado a quente, ou seja, na temperatura acima de recristalização do metal. O material foi aquecido em forno tubular (Figura 3.2), em 1100°C. Entre uma troca e outra da matriz, o lingote era esmerilhado, superficialmente, retirando indícios de trincas, usando-se uma maquina esmeril e retornava para o forno. As matrizes usadas foram as de diâmetros 8,763 mm, 7,620 mm, 6,350 mm, 5,600 mm, 4,953 mm, 4,267 mm 3,683 mm. Os lingotes de número 1 e 2 alcançaram diâmetros de

aproximadamente 3,68 mm (L1F3 e L2F3), 4,26 mm (L1F4 e L2F4) e 6,35mm (L1F6 e L2F6). A continuação do forjamento do lingote para diâmetros abaixo de 3,68 mm, não foi possível, pois o material rompeu. O comprimento das barras cilíndricas forjadas também ficou em torno de 65 mm.

Figura 3.2 – Forno tubular Robertshow (Divisão Pyrotec Lndil50) e máquina de forjamento rotativo (Fenn Newington Connj, 02 matelos).

3.3. OBTENÇÃO DAS BARRAS POR SOLIDIFICAÇÃO DIRECIONAL

O processamento das ligas por solidificação direcional foi executado com o uso de cadinhos de alumina com diâmetro interno de 3,0 mm, 4,0 mm e 6,0 mm, 200 mm de comprimento e com um corte mínimo – fenda de 10 mm (permitindo a saída de gases provenientes da fusão), localizada a 4 mm de distância da extremidade aberta do cadinho. Para obter crescimento direcional, utilizou-se a técnica de Bridgman vertical, em forno de solidificação unidirecional Inductoheat-SP, no laboratório do Prof. Dr. Rubens Caram, Departamento de Mecânica da Universidade Estadual de Campinas. O crescimento da barra SD é obtido ao se movimentar lentamente a amostra processada de uma região de alta temperatura, onde o material se encontra no estado líquido, para outra de temperatura inferior. Em função das características do equipamento utilizado, é possível controlar, dentro de certos limites, os principais parâmetros que interferem na microestrutura de solidificação da liga, tais como a taxa de crescimento e o gradiente da interface sólido/líquido. Neste processo, as barras cilíndricas de cada liga fundida a arco e processadas por usinagem e forjamento rotativo, respectivamente, foram colocadas no

interior do tubo de alumina. Depois de repetidas evacuações e purgas do tubo com gás argônio, o tubo foi aquecido na região da bobina do forno de indução vertical, de forma que a posição inicial da amostra fosse ajustada para ficar na região de temperatura máxima. Após a completa fusão, o tubo foi descido usando velocidade de 150 mm/h (~2,5 mm/min), velocidade esta controlada por um motor de passo. Como o tubo moveu para baixo, a solidificação do fundido iniciou da extremidade inferior do tubo. O processo de solidificação foi realizado em atmosfera controlada por sistema de vácuo e injeção de argônio de alta pureza. Um diagrama desse sistema de solidificação é apresentado na Figura 3.3. O controle e monitoramento da temperatura foram efetuados por um pirômetro óptico, sendo que a temperatura usada no processo ficou aproximadamente em torno de 1500°C. O ajuste do “Tap Switch” (acoplamento magnético) é usado no nível 5 e o “Regulation dial” (Controle da potência) foi, lentamente, aumentado até o nível 9. Os parâmetros físicos no momento da execução do acionamento do motor de passo eram: 5,55 kW, 96 kHz, 450 V, 31,1 A e $T_F = 1502\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Figura 3.3 - Diagrama esquemático do equipamento de solidificação direcional Bridgman vertical e forno de fusão por indução para solidificação direcional de materiais de alto ponto de fusão; Adaptado de (CARAM, 1997, 2009, 2012)

3.4. PREPARAÇÃO METALOGRÁFICA

Foram cortadas amostras para preparação metalográfica, utilizando-se uma cortadeira automática Isomet 1000 – Buehler Precision Saw, sendo que se obteve por corte transversal, 15 mm das bases das ligas solidificadas, direcionalmente, para caracterização microestrutural, conforme a Figura 3.4. Após o corte as amostras foram embutidas, lixadas e polidas, seguidos de ataque químico. O embutimento se deu na embutidora Tempopress da Struers, em resina fenolítica (baquelite) Multifast Brown da Struers, com carga de 15 kN, temperatura de $\sim 150^{\circ}\text{C}$ e tempo de cura de 8 minutos. Para o polimento, usou-se a politriz (Arotec Aropol 2V) para o lixamento rotativo na velocidade de 300 rpm, no sequencial de lixas com granulometrias de 180, 220, 400, 600, 1000 e 2400. Após, as amostras foram polidas com pano de polimento DP-Plus da Struers e a suspensão de sílica coloidal OP-U da Struers e diluída em água destilada. A revelação da microestrutura foi obtida com 20% de ácido sulfúrico e 80% de água destilada (PETZOW, 1978), via algodão umedecido durante 8 segundos.

Figura 3.4 Ilustração do corte local das amostras solidificadas direcionalmente (JI et al., 2002).

Na Tabela 3.2 apresentamos a nomenclatura das barras solidificadas direcionalmente, tendo sido obtidos 10 barras a partir da solidificação direcional.

Tabela 3.2 Nomenclatura das barras solidificadas direcionalmente.

BARRAS SOLIDIFICADAS DIRECIONALMENTE	
FORJADAS	USINADAS
L1F3	L3U6
L1F4	L4U6
L1F6	L5U4
L2F3	L6U4
L2F4	
L2F6	

3.5. CARACTERIZAÇÃO POR DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

Aplicou-se a técnica de difratometria de raios X para a identificação das fases presentes nas ligas das estruturas e parâmetros de rede. A difratometria foi realizada em amostras sólidas em forma de pequenos cubos, de aresta com medidas próximas a 2 mm. Os difratogramas foram comparados com aos padrões das fases Fe_2B , fase α (A2) e fase Fe_3Al (D0_3) que são as fases esperadas segundo o difratograma de fases.

As amostras foram presas em suporte específico para sólidos e analisadas no difratômetro Shimadzu modelo XRD-6000, tensão de 40 kV e corrente de 30 mA, tubo de molibdênio e o conjunto de fendas de $0,5^\circ$ - $0,5^\circ$ - 0,15 mm. A varredura do ângulo de difração 2θ foi de 30° a 60° , com passo de $0,01^\circ$ e tempo de contagem de 3 segundos por ponto.

Identificou-se as fases usando o programa Origin 8.5, comparando-se os difratogramas teóricos e experimentais. Os difratogramas teóricos foram obtidos utilizando-se o Programa Powdercell 2.4 (KRAUS; NOLZE, 1996) e base de dados cristalográficos (VILLARS; CALVERT, 1996).

3.6. CARACTERIZAÇÃO POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Analisou-se a microestrutura das ligas no microscópio eletrônico de varredura LEO modelo 1450VP e microscopia de bancada Hitachi 3000. Ambos com filamento de tungstênio. As imagens de MEV foram obtidas no modo de elétrons retroespalhados (BSE – Backscattered electrons: com uma tensão de aceleração de 20 kV, corrente de cerca de 3,2 mA no filamento e spot size de 650). Quanto maior for esta tensão aplicada maior será a aceleração e a energia do feixe de elétrons. Logo, maior profundidade de penetração do feixe e volume de interação, sem mencionar a dependência de outros fatores, como o número atômico dos elementos. O aumento da energia do feixe conduz a uma maior resolução da imagem, porém em amostras condutoras aumenta o carregamento eletrostático da superfície, os danos à superfície da amostra e o efeito de borda além de

deixar as imagens das superfícies menos claras. Para minimizar o efeito de carregamento, as ligas condutoras, embutidas e polidas foram aterradas com fita dupla face de carbono. O contraste nas imagens deriva das diferenças de número atômico dos elementos oriundos da composição da amostra, portanto, os elevados números atômicos retroespalham mais elétrons resultando em ponto brilhantes intensos na amostra.

Utilizou-se o Swifted3000 X-Ray Microanalysis System TM3000 acoplado ao Tabletop Microscope – Hitachi, para determinar a concentração de elementos nas ligas, via espectroscopia de energia dispersiva (EDS ou EDX) no módulo Analyse, contraste e foco automático.

Analizando a energia dos raios X característicos dos elementos da liga, pode-se identificar a composição. No momento em que o elétron do feixe interage, inelasticamente, com a amostra removendo um elétron de uma camada interna, o átomo permanece em um estado excitado de energia e favorece o decaimento do elétron de determinada camada de elevada energia para preencher o vazio. Este decaimento favorece a emissão de energia na forma de um fóton de raios X e as diferenças de energia são específicas dos elementos que estão emitindo a radiação. Por outro lado, uma desvantagem do EDS é a impossibilidade da detecção de elementos de baixo número atômico ($Z < 5$), como é o caso do boro no presente trabalho.

3.7. CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA

As curvas de histerese da magnetização versus campo magnético foram obtidas utilizando-se um Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM) acoplado a um PPMS (Physical Property Measurement System) da empresa americana Quantum Design, Modelo 6000, tendo sido as amostras analisadas na temperatura de 300 K, com campo aplicado variando de 0 a 2,5 T. As amostras analisadas tinham a forma de cubos de ~ 2 mm de aresta.

A amostra é fixada na extremidade de uma haste rígida e o campo tem a simetria axial, pois a fonte de campo magnético é uma bobina supercondutora. O VSM possui uma sensibilidade de 10^{-5} emu.

As amostras utilizadas nas medidas de magnetostricção tiveram as superfícies lixadas (lixa nº 220, velocidade da politriz de 300 rpm) e limpas com álcool isopropílico.

Os extensômetros foram colados nas amostras, usando o adesivo Loctite 496, conforme Fig. 3.5. Após a sua aplicação, o extensômetro foi pressionado por 10 min e, posteriormente, mediante a cura a temperatura ambiente, por 24h.

Figura 3.5 - a) Extensômetro b) Imagem no microscópio ótico do extensômetro colado na amostra

Após a cura, o extensômetro colado na amostra foi conectado a três fios em $\frac{1}{2}$ ponte, conforme a Fig. 3.6.

O segundo extensômetro, “dummy gauge”, é instalado sem colar, sobreposto ao primeiro extensômetro, para que ele faça a compensação de temperatura e magnetorresistência interfira no sinal de saída da ponte (Fig. 3.7).

A amostra acoplada ao sistema de Ponte de Wheatstone foi posicionada no interior da bobina do eletroímã e entre as calotas do pólo magnético, conforme a Figura 3.8.

O campo magnético é gerado por um eletroímã de cobre refrigerado à água da LakeShore, modelo EM4-HVA, que permite o ajuste da distância entre os pólos magnéticos e produz campo até cerca de 1,1 T para uma separação de 38 mm entre os pólos. Para a alimentação do eletroímã, é utilizada uma fonte de corrente bipolar (± 70 A) programável da LakeShore, modelo 642. A magnetostricção foi medida em temperatura ambiente (~ 300 K), com o campo magnético aplicado de 0,5 T (30A) até 1,0 T (60A) no modo DC. Foi realizado o processo de desmagnetização em todas as amostras, por motivo de eliminar uma eventual remanência. A sequência usada na desmagnetização foi: 15 A, - 13 A, 10 A, - 8 A, 6 A, - 4 A, 2 A, - 1 A e 0 A. O controle e a aquisição de dados dos instrumentos foram feitos em um notebook conectado aos instrumentos através da interface da ponte, modelo H-Speed USB Carrier 8162 da National Instruments.

Figura 3.6 - Conexão elétrica em 3 fios em $\frac{1}{2}$ ponte.

Figura 3.7 - Sistema da Ponte de Wheatstone

Figura 3.8 - Posicionamento da amostra

Figura 3.9 Sistema de medida de magnetostricção

Figura 3.10 - Sistema de $\frac{1}{2}$ ponte acoplado a fiação, modelo H-Speed USB Carrier 8162.

As medidas de magnetostricção foram feitas apenas em algumas amostras selecionadas do processo de solidificação direcional. Foram estudados os seguintes efeitos na magnetostricção:

- Efeito do comprimento da amostra
- Efeito do tratamento térmico
- Comparação da magnetostricção entre lingotes diferentes em amostras como solidificadas em tratadas.

Neste contexto, as sequências adotadas nas medidas de magnetostricção foram:

A) Estudo do efeito do comprimento.

Usou-se somente a amostra L1F3 que teve comprimento de ~ 47 mm.

A.1) Cortou-se a barra SD de 47 mm de comprimento para que ficasse com 36 mm de comprimento. O pedaço restante foi guardado e identificado como L1F3-STT (STT = sem tratamento térmico).

A.2) Feito tratamento térmico por 6 h a 1100°C na amostra com 36 mm de comprimento e identificou-a com a nomenclatura L1F3-CTT (CTT = com TT).

A.3) As medidas de magnetostricção foram feitas na barra SD L1F3-CTT para os comprimentos de: 36, 27, 18, 9, 6 e 3 mm. Antes de cortar as amostras, foram seguidos os passos a seguir:

A.3.a) A primeira medida de magnetostricção foi feita na amostra tratada de 36 mm de comprimento.

A.3.b) Após a medida no item A.3.a, a amostra foi cortada em duas partes, uma com 27 mm e a outra com 9 mm. Posteriormente, foi medida a magnetostricção nas duas.

A.3.c) Depois do item A.3.b, a amostra com 27 mm foi cortada para 9 mm e obtida uma amostra de 18 mm para a medida da magnetostricção.

A.3.d) Após o item A.3.c, o pedaço de 9 mm, do item A.3.b ou A.3.c foi cortado em uma parte de 3 mm e outra de 6 mm. Medido a magnetostricção nas duas.

As medidas de magnetostricção na barra SD L1F3-CTT foram feitas em comprimentos (L) de:

Tabela 3.3 Comprimento e razão de aspecto de amostras da barra SD do lingote L1F3 para o estudo da variação do comprimento na sensibilidade $d\lambda/dH$.

L (mm)	Razão de aspecto ($\gamma = L/d$) onde $d = 3\text{mm}$, o diâmetro da amostra
36	12
27	9
18	6
9	3
6	2
3	1

Para cada comprimento tem-se a curva λ (magnetostricção longitudinal) em função de H (campo magnético aplicado). A sensibilidade de um sensor utilizada neste material foi: $d\lambda/dH$.

Ao final destas medidas, foi construída a curva $d\lambda/dH$ versus γ , para obter como a sensibilidade varia com o comprimento.

B) Estudo do efeito do tratamento térmico.

A amostra L1F-3-STT obtida no item A.1 foi cortada para que ela fique com 8,5 mm de comprimento e medida a magnetostricção.

Posteriormente, foram comparadas as magnetostricções das amostras L1F3-STT com os da amostra L1F3-CTT obtida no item A.3.b.

C) As magnetostricções de saturação entre as barras SD dos lingotes L1F4, L2F4 e L6U4 foram comparadas. Para isto, foi preciso que as amostras L2F4, L1F4 e L6U4 tivessem o mesmo tamanho.

Depois de medir a magnetostricção, foram tratadas estas três amostras de 9 mm de comprimento por 6 h a 1100 °C e medida a magnetostricção.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste tópico apresentaremos os resultados das caracterizações das amostras. As caracterizações da microestrutura dos materiais foram realizadas por difração de raios X (DRX), microscopia de varredura (MEV) e espectroscopia de energia dispersiva de raios X (EDS).

4.1. PERDA DE MASSA

Após a fusão a arco, procedeu-se com a pesagem da liga com o intuito de compreender a relação entre a perda de massa e a efetiva mudança da composição química da liga. Observa-se que a perda de massa, se comparada à massa de boro inicial (Tabela 4.1) é significativa, principalmente, nos lingotes 1, 4 e 5. Se fosse considerado que a perda seria somente de boro, isto poderia significar que as amostras 1, 4 e 5 não teriam boro. O boro é bastante reativo e quando o arco do forno se aproxima, as pequenas partículas de boro podem ter sido projetadas para fora do cadinho, mesmo usando a metodologia de fundir os componentes (Fe, Al, B) com o boro abaixo do ferro e Al.

Tabela 4.1 – Perda de massa, após fusão a arco, da liga $(\text{Fe}_{0,80}\text{Al}_{0,20})_{97}\text{B}_3$.

Lingote (n°)	Massa inicial(g)	Massa final (g)	Perda de massa (g)	Perda de massa (%)
1	40,000	39,699	0,301	0,75%
2	40,001	39,950	0,051	0,13%
3	30,017	29,975	0,042	0,14%
4	30,024	29,799	0,225	0,74%
5	30,014	29,605	0,409	1,36%
6	30,018	29,980	0,038	0,13%

Após passar pelo processo de solidificação direcional, obteve-se 4 barras originadas dos lingotes usinados, sendo dois pequenos lingotes de 4 mm de diâmetro, pesando 4,4 g e 4,6 g e dois de 6 mm de diâmetro, pesando 10,3 g e 9,95 g. Obteve-se também 3 barras a partir das forjadas, sendo as barras de 3,68 mm, 4,26 mm e 6,35 mm de diâmetro. Portanto, obtivemos 7 barras a partir de solidificação direcional. Na Figura 4.1 é mostrada uma foto com três das barras obtidas por solidificação direcional.

Figura 4.1 – Barras obtidas por solidificação direcional para diâmetros de 3 mm, 4 mm e 6 mm.

Somente as barras L1F3, L1F4, L2F4 e L6U4 serão objeto de caracterizações microestruturais e magnéticas. A seleção foi realizada levando em conta o comprimento final obtido das barras (≥ 9 mm).

4.2. DIFRATOMETRIA DE RAIOS X (DRX)

Na Fig. 4.2 (a) e (b) são mostrados os difratogramas das amostras obtidas em diferentes lingotes e/ou diâmetros sem tratamento térmico, mais especificamente, os lingotes L6U4-STT, L2F4-STT, L1F4-STT e L1F3-STT, sendo que na Fig.4.2 (b) é mostrada uma ampliação para ângulos 2θ entre 33° e 36° . Também são mostrados os difratogramas padrões das fases α (estrutura A2), Fe_3Al (estrutura D03) e Fe_2B , indicando os planos correspondentes das reflexões de Bragg para as fases α e Fe_3Al , que são majoritárias nas amostras. Destes padrões observa-se que as reflexões mais intensas para um cristal com orientação aleatória de planos cristalinos, ocorreria para os planos (220) e (440) respectivamente, sendo os segundos picos mais intensos para (321)/(642) e (310)/(620) e os picos dos planos (211)(422) e (222)/(444) são os menos intensos.

Da Fig. 4.2 (a) observa-se que há a presença somente dos picos que podem ser das fases α e Fe_3Al . Observando-se com mais cuidado nota-se que as amostras L1F4-STT e L2F4-STT, possuem basicamente a mesma relação de altura entre os picos. No entanto, a amostra L1F4-STT apresenta uma reflexão extra referente ao plano (222)/(444) o que sugeriria uma orientação preferencial nesta direção e consequentemente que a magnetostrição desta amostra deveria ser menor, tendo em vista que as direções $\langle 111 \rangle$ correspondem às direções de difícil magnetização para este material. Para a amostra L1F3-STT o pico referente à reflexão do plano (310)/(620) é bem maior se comparado ao (220)/(440). Já para a amostra L6U4-STT o pico que aparece exacerbado é o (321)/(642).

A posição do pico referente à reflexão dos planos {440} da fase D03 é ligeiramente deslocada para a esquerda se comparada à reflexão da direção [220] da fase α nas fases protótipos. Observa-se na Figura 4.2 (b) que para as amostras L1F3-STT e L1F4-STT estas reflexões coincidem com as da fase α . Já para as amostras L2F4-STT e L6U4-STT os máximos da reflexão (220) /(440) estão deslocados para a esquerda, sendo o deslocamento do pico para a amostra L2F4-STT muito mais pronunciado. Este resultado pode significar que nestas duas últimas amostras citadas, há a presença da fase D03 ou elas teriam mais alumínio que as do lingote L1F, de forma que a rede cristalina teria um espaçamento maior, já que o átomo de alumínio é maior que o de ferro. Da Figura 4.2 (a), a amostra L1F4-STT especialmente para a reflexão do plano (220)/(440), assim como das fases protótipos, apresenta um pico duplo bem evidente que é devido à radiação $K\alpha$ -2.

Já na Figura 4.3 são mostrados os gráficos de DRX das mesmas amostras da Figura 4.2, após passar por tratamento térmico na temperatura de 1100 °C por 6 horas, sendo que na Fig.4.3 (b) é mostrada uma ampliação para ângulos 2θ entre 32 e 36°. Para as amostras L6U4, L2F4 e L1F3, com tratamento térmico (CTT), observa-se que a intensidade do ruído em relação aos picos é alta se comparado ao da amostra L1F4-CTT e ao das amostras sem tratamento térmico, mostradas na Fig. 4.2. Isto indica que as intensidades dos picos para as reflexões das fases cúbicas, indicadas na Fig. 4.3, tiveram sua intensidade diminuída significativamente. Porém, a intensidade pode ter aumentado para picos de reflexões de planos que não aparecem neste difratograma, como aquela dos planos {100}. Destaque para a amostra L1F3-CTT, onde o pico da reflexão do plano (220)/(440) praticamente foi suprimido.

(a)

(b)

Figura 4.2 – Difratometria de raios X das amostras das barras SD: a) L6U4, L2F4, L1F3 e L1F4, sem tratamento térmico (STT); b) ampliação para ângulos 2θ entre 33 e 36°.

(a)

(b)

Figura 4.3 – Difractometria de raios X das amostras das barras SD: a) L6U4, L2F4, L1F3 e L1F4, com tratamento térmico (CTT) e a b) ampliação para ângulos 2θ entre 33 e 36°.

Para todas as amostras com tratamento térmico há o aparecimento de alguns picos da fase Fe_2B , indicando uma maior cristalinidade desta fase.

A amostra L1F4-CTT tem um espectro de DRX especialmente diferente das outras. Por exemplo, o pico do plano (220)/(440) próximo de 35° tem uma intensidade altíssima se comparado com os outros, sendo a relação de altura deste pico com os outros muito maior que da fase protótipo, conforme pode ser notado na Fig. 4.3 (b). Além disso, observa-se também para essa mesma amostra, que os picos das reflexões dos planos (220)/(440), (211)/(422) e (310)/(620) estão significativamente deslocados para a direita. O deslocamento maior ocorre para os picos referentes aos planos (211)/(422) e (310)/(620). Isto pode significar que estas amostras têm um parâmetro de rede maior que os da liga sem tratamento térmico, ou estes picos são referentes a alguma outra fase que não a α , D03 e Fe_2B , que não conseguimos identificar. Mais que isto, o pico da reflexão do plano (111) observado para a amostra STT foi suprimido após o tratamento térmico.

Estes resultados de DRX indicam que algum tipo de textura foi desenvolvido nas amostras pelo processo de solidificação direcional, mas a determinação precisa desta textura não pode ser determinada por estes resultados de DRX, sendo necessária a utilização de outras técnicas.

4.3. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV) E ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS X (EDS)

Nas Figuras 4.4 a 4.11 são mostradas as micrografias obtidas por microscopia eletrônica, típicas das amostras solidificadas direcionalmente, para magnificações de 400X, 1000X e 5000X. Na maioria das amostras, encontrou-se uma matriz solidificada dendriticamente com os microconstituintes eutéticos composto das fases Fe_3Al (D03) e/ou fase α (A2) e o Fe_2B entre os grãos, de acordo com as microestruturas observadas em Bormio-Nunes *et al.*, (2012) e Bormio-Nunes, Botani e Ghivelder (2013). As amostras para preparação metalográfica e posterior observação por microscopia eletrônica de varredura, foram retiradas da base das barras SD, posição esta indicada pela letra B na Fig. 3.4.

Nos subitens a seguir são apresentadas as micrografias de cada barra SD e logo abaixo as micrografias é apresentada a respectiva tabela com as medidas de composição por EDS na matriz (região dendrítica ou grãos).

As barras SD analisadas foram: L1F3, L1F4, L2F4, L6U4.

4.3.1. Amostras sem tratamento térmico

As micrografias das barras SD sem tratamento térmico são mostradas nas Figuras 4.4 a 4.7. Nas Tabelas 4.2 a 4.5 são mostrados os resultados da análise por EDS.

As microestruturas apresentadas na Figura 4.4 são referentes à amostra da barra L1F3-STT. Observa-se um alinhamento das dendritas na direção de solidificação unidirecional (longitudinal), sendo a largura das regiões dendríticas dos cortes transversal e longitudinal da ordem de 60 e 30 μm dos cortes transversal e longitudinal, respectivamente. Já a espessura da região interdendrítica varia de 2 a 8 μm .

Os resultados da microanálise composicional por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) apresentados em % atômica na Tabela 4.2 indicam que houve uma diminuição da concentração de ferro (79,4%) e um aumento da concentração em porcentagem atômica de alumínio (20,6%) em relação às concentrações da liga inicialmente fundida (80% de Fe e 20% de Al). Esta variação não poderia ser atribuída à evaporação de ferro tendo em vista que as temperaturas de fusão T_f e ebulição T_e do ferro e alumínio são $T_f^{Fe} = 1535\text{ }^\circ\text{C}$, $T_f^{Al} = 660\text{ }^\circ\text{C}$, $T_e^{Fe} = 2750\text{ }^\circ\text{C}$ e $T_e^{Al} = 2467\text{ }^\circ\text{C}$. Portanto, se a mudança de composição fosse devido à evaporação dos componentes, seria mais provável a evaporação do alumínio. Uma vez que ocorreu o contrário, atribuímos a diminuição da quantidade de ferro na matriz devido à formação da fase Fe_2B . Uma parte do ferro inicialmente introduzida é utilizada para a formação desta fase.

L1F3-STT

Figura 4.4 Micrografia obtida por microscopia eletrônica da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$: L1F3-B-STT.

Coluna esquerda: secção transversal, coluna direita: secção longitudinal.

Tabela 4.2 - Concentrações de ferro e alumínio medidas por EDS, em porcentagem atômica da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$: L1F3-B-STT ((D.P = Desvio padrão)

L1F3-STT		
MATRIZ (DENDRÍTICA/GRÃO)		
	Fe	Al
1	79,3	20,7
2	79,4	20,6
3	79,6	20,4
4	79,2	20,8
5	79,3	20,7
Média	79,4	20,6
D.P.	0,1	0,1

As microestruturas da Figura 4.5 são da amostra da barra SD L1F4-STT. São apresentadas micrografias na seção transversal, onde a presença dendritas pode ser identificada. Já na seção longitudinal a microestrutura apresenta grãos com aparência equiaxial. As espessuras da região interdendrítica variam qualitativamente entre 2 e 7 μm . Na região longitudinal, os grãos e as dendritas da microestrutura apresentam tamanhos maiores que 80 μm . Esta dimensão do grão ou dendrita é maior que os valores observados na barra SD L1F3-STT.

Comparando-se os resultados de microanálise composicional da Tabela 4.2 (L1F3-STT) com os da Tabela 4.3 (L1F4-STT), verifica-se uma concentração maior em porcentagem atômica do alumínio ou uma concentração menor do ferro para a amostra L1F4-STT comparado à liga L1F3-STT. No entanto, as barras SD L1F3 e L1F4, são originadas do mesmo lingote e esperar-se-ia que as microestruturas das duas barras fossem semelhantes. Este resultado sugere que na barra SD para o diâmetro de 3 mm houve maior perda de boro que para o diâmetro de 4 mm durante o processo SD. Portanto, o consumo de boro para a formação da fase Fe_2B na barra com 4 mm foi maior e a composição da matriz indicou a presença de menos ferro que na barra com 3 mm. De fato, uma análise qualitativa usando o software para análise de imagem ImageJ (Figura 4.4 e 4.5 para a magnificação de 400X), indicou que a amostra de 4 mm tem quase o dobro de fração volumétrica do microconstituente dendrítico que a amostra com 3 mm.

As microestruturas da Figura 4.6 correspondem às amostras da barra SD L2F4-STT, sendo apresentadas imagens das seções transversal e longitudinal. Os microconstituintes eutéticos estão localizados nos contornos de grãos, grãos estes bem definidos que apresentam aspecto equiaxial. Neste caso, a presença de dendritas não é evidente. Somente para a ampliação de 5000X é possível observar a região interdendrítica.

Os resultados da microanálise composicional da amostra da barra SD L2F4-STT para são apresentados na Tabela 4.4 mostra uma concentração em porcentagem atômica similar à liga L1F3-STT, ou seja, de acordo com as imagens, a amostra deste lingote apresenta menor quantidade de boro se comparada à amostra da barra SD L1F4-STT.

Figura 4.5 Micrografia obtida por microscopia eletrônica da liga SD ($\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$)₉₇B₃: L1F4-B-STT
Coluna esquerda: secção transversal, coluna direita: secção longitudinal.

Tabela 4.3 - Concentrações de ferro e alumínio medidas por EDS, em porcentagem atômica da
liga SD ($\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$)₉₇B₃: L1F4-B-STT

L1F4-STT		
MATRIZ (DENDRÍTICA/GRÃO)		
	Fe	Al
1	78,4	21,6
2	78,5	21,5
3	79,0	21,0
4	78,5	21,5
5	78,8	21,2
Média	78,6	21,4
D.P.	0,2	0,2

Figura 4.6 Micrografia obtida por microscopia eletrônica da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$: L2F4-B-STT.
Coluna esquerda: secção transversal, coluna direita: secção longitudinal.

Tabela 4.4 - Concentrações de ferro e alumínio medidas por EDS, em porcentagem atômica da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$: L2F4-STT

L2F4-STT		
MATRIZ (DENDRÍTICA/GRÃO)		
	Fe	Al
1	79,6	20,4
2	79,6	20,4
3	79,7	20,3
4	79,2	20,8
5	79,5	20,5
Média	79,5	20,5
D.P.	0,2	0,2

A microestrutura da Figura 4.7, referente à amostra da liga SD L6U4-STT indica que este é um material monofásico. Não foi revelada a presença de dendritas, nem tampouco de grãos e da fase Fe_2B , durante a preparação metalográfica.

A microanálise composicional da Tabela 4.5 determinou a concentração em porcentagem atômica similar à liga L2F4-STT, porém com um desvio padrão maior, indicando uma menor homogeneidade dessa liga se comparada com as ligas L1 e L2 anteriormente analisadas. A revelação nem dos grãos indica que para esta amostra os ataques químicos utilizados não foram efetivos para a revelação da microestrutura. Esta amostra diferentemente das anteriores não passou pelo processo de forjamento rotativo a quente. Além do mais, a perda de massa deste lingote L6 não foi tão severa quanto de outros, conforme pode ser constatado na Tab. 4.1. A falta de boro nesta amostra pode ter ocorrido durante o processo de fusão a arco. Apesar de esta amostra ter sido em princípio uma falha, consideramos que poderia ser interessante dar continuidade com a caracterização magnética dela, tendo em vista que ela passou pelo processo de solidificação direcional e resultou em uma barra SD de tamanho adequado. Além disto, é uma amostra que possui concentrações de ferro e alumínio próximas às da matriz das amostras com boro.

Figura 4.7 *Micrografia obtida por microscopia eletrônica* da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$: L6U4-B-STT.

Secção transversal.

Tabela 4.5 - Concentrações de ferro e alumínio medidas por EDS, em porcentagem atômica da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$; L6U4-B-STT

L6U4-STT		
MATRIZ (DENDRÍTICA/GRÃO)		
	Fe	Al
1	78,5	21,5
2	79,5	20,5
3	79,5	20,5
4	79,2	20,8
5	79,1	20,9
Média	79,2	20,8
D.P.	0,3	0,3

4.3.2 Amostras com tratamento térmico – 1100°C por 6h

Nas Figuras 4.8 a 4.11 são apresentadas as micrografias obtidas por MEV destas amostras apresentadas no item anterior, tratadas termicamente a 1100 °C por 6 horas.

Nas Tabelas 4.6 a 4.9 são apresentados os resultados das composições da matriz (dendritas e/ou grãos), obtidas por EDS nessas amostras tratadas termicamente.

A microestrutura da Figura 4.8, para a amostra da barra SD L1F3-CTT, sugere que os microconstituintes dendríticos se consolidaram em partículas na forma de esferóides. Esta fase está localizada nos contornos entre as dendritas da liga SD L1F3-STT. Tais partículas possuem seus diâmetros dos eixos maiores de ~ 10 µm e menores de ~ 5 µm.

Comparando-se a Tabela 4.2 (amostra STT) com a Tabela 4.6 (amostra CTT), nota-se um aumento da quantidade de alumínio e uma diminuição de ferro para a amostra da barra SD L1F3, sugerindo que houve a formação de um volume maior da fase Fe_2B na liga tratada termicamente do que na liga sem tratamento térmico, o mesmo ocorrido nas amostras no trabalho de Bormio-Nunes, Botani e Ghivelder (2013).

Figura 4.8 Micrografia obtida por microscopia eletrônica da liga SD ($\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$) $_{97}\text{B}_3$: L1F3-B-CTT
Coluna esquerda: secção transversal, coluna direita: secção longitudinal.

Tabela 4.6 - Concentrações de ferro e alumínio medidas por EDS, em porcentagem atômica da liga SD ($\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$) $_{97}\text{B}_3$: L1F3-B-CTT

L1F3-CTT		
MATRIZ (DENDRÍTICA/GRÃO)		
	Fe	Al
1	78,8	21,2
2	79,0	21,1
3	78,7	21,3
4	78,7	21,3
5	79,2	20,8
Média	78,9	21,1
D.P.	0,2	0,2

A microestrutura mostrada na Figura 4.9 é referente à amostra da liga SD L1F4-CTT e apresenta partículas com as mesmas características da liga SD L1F3-CTT, ou seja, esferoides originados a partir dos microconstituintes eutéticos localizados neste caso nos contornos de grão. As partículas em forma de esferoides, assim como a amostra da liga SD L1F3-CTT, também apresentam tamanhos com os diâmetros do eixo maior e menor da ordem de 10 μm e 5 μm , respectivamente.

L1F4-CTT

Figura 4.9 Micrografia obtida por microscopia eletrônica da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$: L1F4-CTT

Coluna esquerda: secção transversal, coluna direita: secção longitudinal.

Se forem comparados os resultados para as ligas L1F4 SD STT e CTT apresentados nas Tabelas 4.3 e 4.7, observa-se que não houve variação na concentração de alumínio e ferro entre as amostras STT e CTT, portanto espera-se que haja a mesma quantidade de Fe_2B em ambas as amostras.

Tabela 4.7 - Concentrações de ferro e alumínio medidas por EDS, em porcentagem atômica da liga SD ($\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$) $_{97}\text{B}_3$: L1F4-B-CTT.

L1F4-CTT		
MATRIZ (DENDRÍTICA/GRÃO)		
	Fe	Al
1	78,6	21,4
2	78,4	21,6
3	78,7	21,3
4	78,6	21,4
5	78,6	21,4
Média	78,6	21,4
D.P.	0,1	0,1

As microestruturas apresentadas na Figura 4.10, são alusivas a amostras da liga SD L2F4-CTT. As imagens também mostram a presença de partículas esferoidizadas da fase Fe_2B , com tamanhos dos eixos máximos e mínimos da ordem de 10 μm e 5 μm , respectivamente, e os grãos são maiores que nas ligas L1F4 e L1F3. Em BORMIONUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013, o tamanho encontrado para o valor do eixo maior das partículas de Fe_2B é ligeiramente maior, da ordem de 15 μm para a amostra com 3% de boro e cerca de 20 μm para a amostra com 5% de boro (DIAS, M. B. S., 2012), sendo ambas as amostras tratadas na mesma temperatura e tempo das amostras do presente trabalho. Este resultado sugere que o tamanho da partícula é ditado pela quantidade de boro na liga.

O tratamento térmico causou aumento da quantidade de alumínio e diminuição do Fe, sugerindo uma quantidade maior da fase Fe_2B se a liga CTT é comparada à liga STT.

Se forem comparados os resultados para as ligas L2F4 SD STT e CTT apresentados nas Tabelas 4.4 e 4.8, observa-se a concentração de alumínio entre as amostras STT e CTT aumentou de 20,5% para 21,2%, portanto espera-se que haja a maior quantidade de Fe_2B na amostra CTT se comparada à amostra STT.

L2F4-CTT

Transversal

Longitudinal

Figura 4.10 Micrografia obtida por microscopia eletrônica da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$: L2F4-CTT

Coluna esquerda: secção transversal, coluna direita: secção longitudinal.

Tabela 4.8 - Concentrações de ferro e alumínio medidas por EDS, em porcentagem atômica da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$; L2F4-B-CTT

L2F4-CTT		
MATRIZ (DENDRÍTICA/GRÃO)		
	Fe	Al
1	78,8	21,2
2	78,9	21,1
3	78,8	21,2
4	78,8	21,2
5	79,0	21,0
Média	78,8	21,2
D.P.	0,1	0,1

Na microestrutura da Figura 4.11 referente à amostra da barra SD L6U4-CTT, não observamos a presença da fase Fe_2B . Pode ser observado das Tabelas 4.5 e 4.9 que há um aumento da quantidade de alumínio de 20,8% para 21,2% após o tratamento térmico. Nesta amostra as dispersões dos resultados de composição das quantidades de ferro e alumínio são maiores que nas ligas que apresentaram a fase Fe_2B , tanto para a amostra STT quanto para a amostra CTT.

L6U4-CTT (transversal)

Figura 4.11 Micrografia obtida por microscopia eletrônica da liga SD $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$; L6U4-B-CTT.

Tabela 4.9 - Concentrações de ferro e alumínio medidas por EDS, em porcentagem atômica da liga SD ($\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2}$) $_{97}\text{B}_3$; L6U4-B-CTT

L6U4-CTT		
MATRIZ (DENDRÍTICA/GRÃO)		
	Fe	Al
1	78,6	21,4
2	78,5	21,5
3	78,9	21,1
4	78,5	21,5
5	79,3	20,7
Média	78,8	21,2
D.P.	0,3	0,3

As microestruturas das ligas SD L1F3-STT, L1F4-STT, L2F4-STT obtidas sob uma condição de resfriamento direcional de 150 mm/h evidenciam a presença de uma matriz solidificada dendriticamente, exibindo uma matriz apresentando dendritas ou grãos, sendo que esta matriz pode ser constituída pelas fases Fe_3Al e fase α , podendo ser somente uma delas ou uma mistura. Há também um microconstituente eutético formado pelas fases α e/ou Fe_3Al e Fe_2B entre os grãos ou dendritas. Este resultado está de acordo com os diagramas de fases apresentados na Figura 2.5 e resultados de Bormio-Nunes *et al.* (2012) e Bormio-Nunes, Botani e Ghivelder (2013). As microestruturas das barras SD L1F3-STT e L1F4-STT apresentam os grãos/dendritas alongados, enquanto que na barra SD L2F4-STT os grãos são quase equiaxiais.

Já a barra L6U4-STT não demonstrou, aparentemente, qualquer indício de presença da fase Fe_2B , nem tampouco de grãos, em condições idênticas de ataque químico por água ou solução de ácido sulfúrico, às usadas para as outras amostras analisadas. Apesar da amostra da barra SD L6U4 não conter boro, por algum problema ocorrido na produção, consideramos que esta é uma amostra interessante para ser comparada àquelas com boro, para avaliar o efeito do processo de solidificação direcional nesta liga, já que a composição desta liga avaliada por EDS é muito similar a da matriz (grãos e dendritas) das amostras que possuem boro. Nesta liga uma dispersão maior dos resultados de medida de concentração de alumínio se comparada às amostras com boro. Segundo IKEDA O. *et al.* (2001), a fase D03 pode estar presente na liga binária Fe-Al para teores de alumínio maiores ou iguais a 20% (at.%). Portanto, a dispersão destes resultados, assim como a diferença de composição entre as amostras das ligas STT e CTT podem estar associadas ao

ordenamento e à variação das frações volumétricas entre a fase ordenada Fe_3Al e fase desordenada α .

4.4. MEDIDAS DE MAGNETIZAÇÃO

As curvas de magnetização em temperatura ambiente de amostras retiradas dos lingotes L1F3, L1F4, L2F4 e L6U4 são apresentadas nas Figuras 4.14 a 4.18. São mostradas da esquerda para a direita as curvas de: histerese, de magnetização inicial e a curva ampliada perto de $M \approx 0$ para visualização e obtenção do campo coercivo H_c . A magnetização de saturação foi obtida fazendo-se o gráfico da magnetização inicial para a parte onde se inicia a saturação ($> 1 \text{ T}$) em função de $1/(\mu_0 H)$. O valor da magnetização de saturação M_s foi obtido graficamente para $1/(\mu_0 H) \rightarrow 0$. O campo coercivo foi calculado tomando-se a largura do laço de histerese para $M = 0$ e dividindo-se por dois. Os valores obtidos de M_s e H_c são listados na Tabela 4.10.

A variação da magnetização de saturação para amostras de um mesmo lingote, nas condições CTT e STT variam de no máximo $3 \text{ A.m}^2/\text{kg}$. Já a variação máxima de M_s comparando-se os lingotes entre eles é de $10 \text{ A.m}^2/\text{kg}$. Cabe lembrar que as medidas de magnetização feitas no PPMS são realizadas em amostras muito pequenas, de no máximo 70 mg, tendo em vista que o equipamento é muito sensível e satura para momentos magnéticos maiores que $\sim 16 \text{ emu}$ (250 mV). Com isto, as variações locais da composição devem ser a origem da dispersão destes resultados, devido ao tamanho pequeno destas amostras. A magnetização da amostra da barra SD L1F3 tiradas do topo e da base são ligeiramente diferentes, sendo a amostra do topo mais rica em ferro, pois apresenta maior valor de magnetização de saturação.

O campo coercivo aumentou para todas as amostras tratadas se comparado com aquele da amostra como solidificada, com exceção da amostra L2F4, onde H_c permaneceu aproximadamente constante, assim como sua magnetização de saturação. Conforme já observado por MEV nas Fig. 4.6 e 4.10, esta amostra L2F4 possui menor quantidade da fase Fe_2B que está localizada apenas nos contornos de grão, tanto para amostra como solidificada (STT), como para a amostra tratada (CTT). Nas amostras L1F3 e L1F4 há maior quantidade de Fe_2B e observa-se a presença de dendritas, o que modifica

significativamente a microestrutura, tornando-a mais refinada. O aumento do valor de H_c após o tratamento térmico sugere que após o tratamento térmico, os precipitados esferóides de Fe_2B são aprisionadores mais efetivos das paredes de domínio do que o microconstituente interdendrítico do material como solidificado. Já o lingote L6U4 não possui a fase Fe_2B , conforme observado por MEV nas Fig. 4.7 e 4.11. Este material possui o menor valor de M_s , que de acordo com o diagrama de fases de equilíbrio para o sistema Fe-Al e a medida da constante anisotrópica K_1 há a possível presença da fase ordenada Fe_3Al com estrutura D03 concomitantemente à fase α , que possui valor de M_s menor que da fase α . Conforme já observado anteriormente, a presença de boro estabiliza a fase α , mesmo para concentrações de alumínio mais altas que 20% (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013).

Tab. 4.10 – Valores de magnetizações de saturação e campos coercivos obtidos a partir das curvas de histerese para as amostras L1F3, L1F4, L2F4 e L6U4 sem (STT) e com (CTT) tratamento térmico.

Barra SD	Amostra	M_s (Am^2/kg)	H_c (A/m)
L1F3	STT - topo	178	125
	CTT - topo	181	286
	STT	183	576
	CTT	180	835
L1F4	STT	179	662
	CTT	178	3127
L2F4	STT	183	168
	CTT	183	160
L6U4	STT	173	955
	CTT	175	1647

A variação do valor de M_s dentre as amostras que possuem a fase Fe_2B , pode estar relacionada a diferenças locais de composição que podem ser confirmadas pelas análises pontuais de composição realizadas por EDS e apresentadas na seção 4.3. Além disto, há também a possibilidade de que as frações das fases α e D03 variem de amostra para amostra.

Fig. 4.14 – Curvas de magnetização de amostra retirada do topo da barra SDL1F3. Da esquerda para a direita, curvas de: histerese, magnetização inicial e ampliação para visualização do campo coercivo; (a) – (c) Amostra como solidificada (STT) e (d) – (f) Amostra tratada a 1100 °C por 6 h (CTT).

Fig. 4.15 - Curvas de magnetização de amostra retirada da base da barra SDL1F3. Da esquerda para a direita, curvas de: histerese, magnetização inicial e ampliação para visualização do campo coercivo; (a) – (c) Amostra como solidificada (STT) e (d) – (f) Amostra tratada a 1100 °C por 6 h (CTT).

Fig. 4.16 - Curvas de magnetização de amostra retirada da base da barra SDL1F4. Da esquerda para a direita, curvas de: histerese, magnetização inicial e ampliação para visualização do campo coercivo; (a) – (c) Amostra como solidificada (STT) e (d) – (f) Amostra tratada a 1100°C por 6 h (CTT).

Fig. 4.17 - Curvas de magnetização de amostra retirada da base da barra SDL2F4. Da esquerda para a direita, curvas de: histerese, magnetização inicial e ampliação para visualização do campo coercivo; (a) – (c) Amostra como solidificada (STT) e (d) – (f) Amostra tratada a 1100°C por 6 h (CTT).

Fig. 4.18 - Curvas de magnetização de amostra retirada do topo da barra SDL1F3. Da esquerda para a direita, curvas de: histerese, magnetização inicial e ampliação para visualização do campo coercivo; (a) – (c) Amostra como solidificada (STT) e (d) – (f) Amostra tratada a 1100°C por 6 h (CTT).

Nos trabalhos Bormio-Nunes *et al.* (2012) e Bormio-Nunes, Botani e Ghivelder (2013), para o campo aplicado de 2 T, a liga $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{98}\text{B}_2$ apresenta $M_s = 183 \text{ Am}^2/\text{kg}$ e $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$ tem $M_s = 177 \text{ Am}^2/\text{kg}$ e no presente trabalho as magnetizações para as amostras que contém boro estão entre 178 e 183 Am^2/kg . Portanto, os resultados confirmam que as ligas produzidas no presente trabalho têm menos que 3% de boro, pois uma menor quantidade de boro leva à formação de uma quantidade menor da fase Fe_2B , consequentemente a quantidade relativa de ferro em relação ao alumínio na matriz é maior, portanto aumenta o valor de M_s . Não é claro se a diminuição de boro nas ligas está relacionada à perda de boro na primeira fusão, ou nos processos subsequentes de forjamento a quente e solidificação direccional.

4.5 MEDIDAS DE MAGNETOSTRICÇÃO

A barra SD de 3 mm de diâmetro e 44,6 mm de comprimento inicial obtido à partir do lingote 1 (L1) que foi solidificado direccionalmente após forjamento rotativo (L1F), foi cortado em duas partes: um pedaço com 8,6 mm (I, próximo à base) e outro com 36 mm (II), conforme Fig. 4.12.

Figura 4.12 – Corte transversal do lingote solidificado direccionalmente

No pedaço número I foi medida a magnetostricção na amostra como solidificada L1F3-STT e, após a medida, este pedaço foi tratado termicamente a 1100 °C por 6.h - L1F3-CTT. Os resultados da magnetostricção das duas amostras do pedaço I são mostrados na Figura 4.13.

Figura 4.13 Magnetostricção longitudinal das amostras retiradas próxima à base (região I da Fig. 4.12) da barra SD L1F3 nas condições sem tratamento térmico (STT) e com tratamento térmico (CTT).

Na Figura 4.14 também é mostrado o efeito do tratamento térmico sobre a amostra do lingote L1F4, que é do mesmo lingote forjado L1F, porém obtida com diâmetro final de 4 mm após a solidificação direcional ao invés de 3 mm como o da Fig. 4.13.

Figura 4.14 – Magnetostricções longitudinais das amostras da barra SD L1F4 nas condições STT e CTT.

Das Figuras 4.13 e 4.14 observa-se um efeito benéfico do tratamento térmico para a magnetostricção de saturação para ambos os lingotes de diâmetros 3 e 4 mm obtidos a partir da liga número 1 e forjada (L1F). É observado um aumento de cerca de 15×10^{-6}

para a amostra L1F3 e 20×10^{-6} para a amostra L1F4. Pode-se observar que o tratamento térmico colabora para o aumento da derivada $d\lambda/dH$, antes da saturação, que é a característica do material interessante para aplicação por exemplo em sensores de força e é denominada de sensibilidade do material.

As barras SD STT obtidas L1F3 e L1F4 são oriundas do mesmo lingote L1F, e os resultados de MEV e EDS se mostraram essencialmente iguais em termos de microestrutura, seja esta relativa à distribuição da fase Fe_2B ou da composição da matriz (dendritas e grãos). No entanto, no caso da amostra L1F4-STT, se observado o difratograma de raios X da Fig. 4.2 há a presença pronunciada de uma reflexão do plano (222)/(444) que não é tão evidente para as amostras L1F3-STT. Esta reflexão corresponde a uma direção de difícil magnetização para este material, onde a magnetostricção é menor. Para as amostras monocristalinas com composição de $Fe_{80}Al_{20}$ (em % at.) o valor de $3/2\lambda_{111} = 7 \times 10^{-6}$ foi apresentado por HALL (1959). Portanto, o desenvolvimento de uma orientação preferencial parcial nesta direção, justificaria o valor menor de magnetostricção para esta amostra se comparada a da amostra L1F3-STT. Este resultado nos induz a concluir que a solidificação das amostras utilizando-se o tubo (cadinho) de alumina de 3 mm de diâmetro, produziu um material no qual as reflexões dos planos {222}/{444} foram suprimidas, o que é positivo para a magnetostricção. A diferença específica entre estes tubos é que a espessura da parede do tubo de diâmetro 3 mm é maior que o de 4 mm, pois o diâmetro externo dos tubos é o mesmo. Os modos principais de transferência de calor na solidificação são por: condução, convecção e radiação e no nosso caso, podemos considerar que os mecanismos de radiação e convecção são os mesmos para cada processo de SD. A perda de calor por radiação depende da área superficial externa dos tubos de alumina e da emissividade, que são as mesmas para todos os tubos de alumina. O mesmo ocorre para a convecção, pois o processo foi realizado em atmosfera inerte, sob mesma pressão e controlada, para todas as barras. Já a perda por condução é diretamente proporcional à condutividade térmica do tubo de alumina e da diferença de temperatura entre a parede interna e externa, sendo inversamente proporcional à espessura da parede. Portanto, para o tubo de diâmetro interno maior, de 4 mm, a espessura da parede é menor e a perda de calor por condução é maior. A taxa de extração de calor diferente, mais especificamente, do calor latente de fusão resulta em tipos diferentes de crescimento do sólido. No caso do crescimento planar o cadinho deve absorver o calor, mas no

crescimento dendrítico o calor é absorvido pelo líquido superresfriado (ASKELAND; FULAY; WRIGHT, 2011, 2006).

Há vários estudos que relacionam o desenvolvimento de texturas, que estão associadas à solidificação (BUNGE; ESLING, 1982; WEINBERG; CHALMERS, 1951; WALTON; CHALMERS, 1959; HELLAWELL; HEBERT, 1962; CHADWICK; MILLER, 1967). Por exemplo, o crescimento planar em metais com estrutura CFC conduz a uma acentuada textura $\langle 111 \rangle$, enquanto que o crescimento dendrítico ou colunar favorece o desenvolvimento de texturas $\langle 100 \rangle$ (RANT; JENSEN; RALPH, 1986). Portanto, é plausível considerar que a diferente espessura dos cadinhos, possa estar influenciando no desenvolvimento de texturas diferentes para os diferentes diâmetros internos de cadinho.

O aumento percentual da magnetostricção após o tratamento térmico é de cerca de 20% para a barra L1F3 e de 40% para a barra L1F4. No caso da barra L1F4, observa-se dos resultados de DRX da Fig. 4.13, que após tratamento térmico as reflexões dos planos $\{222\}/\{444\}$ foram eliminadas, o que justifica o maior aumento da magnetostricção para esta barra.

Na Figura 4.15 é apresentado o resultado da magnetostricção medida usando o dilatômetro de capacitância (ROTTER et al., 1998) para uma amostra da barra SD L1F3-CTT retirada da região I da barra SD, conforme Fig. 4.12. Foram medidas as magnetostricções longitudinal e transversal, que significa medir a deformação paralela e perpendicular ao campo magnético aplicado, respectivamente. A magnetostricção longitudinal é a mesma magnetostricção medida com o extensômetro e apresentada na Fig. 4.13. O resultado de magnetostricção de saturação longitudinal $\lambda_{long}^s = (\Delta l/l)_{long}^s$ para a medida feita no dilatômetro é de 76×10^{-6} , para um campo de 0,9 T, pois foi considerado o valor de 0,4 para o início da saturação e adicionado a 0,5 T. Observe que o ruído é muito pequeno para esta técnica. Já para a medida feita com o extensômetro, a saturação inicia para um valor de campo inferior, 0,2 T e adicionado a 0,5 T obtém-se o valor de $(\Delta l/l)_{long}^s$ de $74 \pm 5 \times 10^{-6}$, sendo a alta imprecisão devido ao alto ruído observado na medida usando-se o extensômetro. A diferença nos campos iniciais de saturação entre as duas medidas ocorre devido ao fator de desmagnetização ser menor para a barra cilíndrica e longa do que para o cubo.

Figura 4.15 – Magnetostricção da Liga $(\text{Fe}_{0.8}\text{Al}_{0.2})_{97}\text{B}_3\text{-L1F3-CTT}$.
Medida na célula do dilatômetro.

O pedaço número II do lingote L1F3, com 36 mm de comprimento foi tratado termicamente a 1100 °C por 6 h. A magnetostricção foi medida inicialmente na amostra de 36 mm e depois foram sendo cortados pedaços desta, de forma que a magnetostricção também foi medida para os comprimentos L de 27, 18, 9 e 6 mm, correspondendo no total a razões de aspecto $\gamma = L/d$ de 12, 9, 6, 3 e 2, considerando que o diâmetro $d = 3$ mm. Estes resultados estão mostrados na Figura 4.16.

Figura 4.16 – Magnetostricção longitudinal para diferentes razões de aspecto γ da barra SD L1F3-CTT retirada da região II (Fig. 4.12).

Para o cálculo da sensibilidade ($d\lambda/dH$) para cada valor de razão de aspecto, foi excluída das curvas a parte referente à saturação e na parte restante foi realizado um ajuste linear, para obtenção da inclinação da curva, conforme pode ser visto na Fig. 4.17.

Figura 4.17 – Magnetostrição longitudinal para diferentes razões de aspecto γ da barra SD L1F3-CTT.

Foi retirada da curva a parte da saturação para efetuar o cálculo do fator de sensibilidade ($d\lambda/dH$).

Na Tabela 4.11 são apresentados os valores obtidos das inclinações, ou seja, do fator de sensibilidade $d\lambda/dH$, sendo o erro de $0,02 \times 10^{-6}/(\text{kA/m})$, valor este obtido a partir da regressão linear.

Tabela 4.11 – Inclinação da curva em função da razão de aspecto

Razão de aspecto	Inclinação (deformação/(A/m))	Inclinação ($10^{-6} / (\text{kA/m})$)
12	$0,923 \cdot 10^{-9}$	0,923
9	$0,375 \cdot 10^{-9}$	0,375
6	$0,380 \cdot 10^{-9}$	0,380
3	$0,206 \cdot 10^{-9}$	0,206
2	$0,221 \cdot 10^{-9}$	0,221

Verificou-se que a inclinação diminui à medida que a razão de aspecto diminui, como esperado, pois o fator de desmagnetização é maior quanto menor for a razão de aspecto. Isto significa que o campo interno nas amostras curtas é menor que nas amostras mais longas, para um mesmo campo externo aplicado.

A sensibilidade para a razão de aspecto 12 é 2,4 vezes maior que para as amostras com razão de aspecto 9 e 6, que possuem sensibilidades muito próximas $\sim 0,37 \times 10^{-6}$ / (kA/m); da mesma forma as amostras com razões de aspecto 2 e 3 também possuem sensibilidades muito próximas $\sim 0,21 \times 10^{-6}$ /(kA/m).

Apesar das amostras com valores de γ de 6 e 9 possuírem basicamente a mesma sensibilidade, somente na amostra com razão de aspecto 9 a magnetostricção varia linearmente a partir do zero. Para as amostras com $\gamma < 9$, a magnetostricção praticamente não varia para um intervalo de campo entre $0 < H < 50$ kA/m, o que não é desejável para aplicações.

Segundo Jiles; Lo (2003), um valor de $d\lambda/dH$ suficientemente alto deve ser maior que $1,0 \times 10^{-9}$ m/A. A amostra com razão de aspecto 12 possui a maior sensibilidade, um valor de $0,923 \times 10^{-9}$, que é próxima do que é necessário. A sensibilidade poderá ser melhorada com o aumento da magnetostricção de saturação, o que possibilitará o uso de barras de menor razão de aspecto. Por exemplo, o resultado $d\lambda/dH = 0,505 \times 10^{-9}$ m/A do pedaço I da barra L1F3-CTT que tem $\gamma = 2,87$ mais que dobrou se comparado com a amostra com $\gamma = 3$ da Tabela 4.11, que é tirada da mesma barra SD, e que denominamos de pedaço II (Fig. 4.12) apresenta $d\lambda/dH = 0,206 \times 10^{-9}$ m/A. Deste resultado podemos observar, além de comparar as sensibilidades, que amostras de regiões diferentes da mesma barra SD, sob os mesmas condições de tratamento térmico, apresentam valores muito diferentes de magnetostricções de saturação e consequentemente valores de $d\lambda/dH$.

A título de melhor visualização das diferenças citadas, na Fig. 4.18 são mostradas as curvas de magnetostricção do lingote L1F3 de amostras tiradas em duas regiões I e II deste lingote, com comprimentos próximos, 8,6 e 9,0 mm, respectivamente. As curvas das amostras do pedaço I (base) são as mesmas da Fig. 4.13, enquanto que as outras duas curvas correspondem à amostra com 9 mm do pedaço II (topo), é a mesma curva para a amostra CTT mostrada na Figura 4.16.

Figura 4.18 - Curvas de magnetostrição em regiões do topo e da base da barra SD L1F3 tratada e não tratada.

Este resultado nos leva a pensar que poderia haver diferenças composicionais, por exemplo, entre o material da base e do topo do lingote. Para tentar esclarecer isto, foi feita a medida de magnetização também na amostra tirada do topo da barra SD L1F3. O resultado obtido e apresentado na Tabela 4.10, foi que a magnetização da amostra da base STT e CTT (L1F3 – 8,6 mm) são praticamente a mesma da amostra do topo CTT (L1F3-CTT – 9 mm), enquanto que a amostra STT tem a magnetização um pouco menor. As diferenças na magnetização não justificam a diferença observada na magnetostrição. Estas diferenças observadas na magnetostrição podem estar associadas a diferenças de orientação cristalográfica, ou ainda da relação volumétrica entre fases α (A2) e Fe_3Al (D03), em cada amostra (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013). Observa-se também que para a amostra do topo a magnetostrição de saturação da amostra STT é superior a da amostra CTT, o contrário do observado na amostra da base, na amostra da barra SD L1F4 e nos resultados da literatura (BORMIO-NUNES; BOTANI; GHIVELDER, 2013).

Os resultados da magnetostrição para diferentes barras SD sem aplicação de tratamento térmico, mas de mesmo comprimento são mostrados na Figura 4.19.

Figura 4.19 – Magnetostricção nos diferentes lingotes não tratados termicamente para $\gamma \approx 3$.

As curvas de magnetostricção em função do campo aplicado para as amostras como solidificadas (STT) obtidas para diferentes barras SD, mostram que os menores valores de magnetostricções de saturação são os das barras L1F4 e L2F4 e estes são essencialmente iguais. No caso da barra L1F4, conforme já discutido, nos resultados de DRX há a presença de reflexões referentes a direções de difícil magnetização, sendo a concentração média de alumínio de 21,4%. Já para a barra L2F4 a concentração média de alumínio é de 20,5% e há menos boro nesta amostra, o que pode significar a presença da fase Fe_3Al . Se observados nos resultados de DRX na Fig. 4.3 (b), as posições dos picos das reflexões dos planos (220)/(440) para estas duas amostras, observa-se um deslocamento do pico para ângulos menores para a amostra L2F4. Como esta amostra tem menos alumínio, este resultado corrobora com a suposição da presença da fase Fe_3Al nesta amostra.

Comparando-se as amostras L1F3-STT e L6U4-STT, observa-se que os máximos da reflexão (220)/(440) da L6U4-STT estão deslocados para a esquerda. Considerando que as concentrações de alumínio são respectivamente de 20,6 e 20,8%, ou seja, a mesma, dentro do erro experimental, a presença da fase Fe_3Al (D03) na amostra L6U4-STT pode ser inferida.

A presença da fase Fe_3Al (D03) pode ser explorada no presente trabalho a partir do cálculo da constante anisotrópica K_1 que pode ser obtida partir da equação (1.1), sendo que K_1 para uma tensão externa nula aplicada, pode ser dado por:

$$K_1 = \left(\frac{2\mu_0 M_s}{N} \right) \frac{\lambda_s}{\left(\frac{d\lambda}{dH} \right)} \quad (4.1)$$

Onde M_s é a magnetização de saturação, λ_s é a magnetostricção de saturação, $N = 3$ para $K > 0$ e anisotropia cúbica (como o ferro) (JILES, 2003) e $d\lambda/dH$ é a sensibilidade do material, sendo a derivada em relação ao campo interno. Na equação (4.1) se a energia anisotrópica K_1 for calculada a partir da derivada $d\lambda/dH_a$, onde H_a é o campo externo aplicado, o fator de desmagnetização N_d deve ser considerado no cálculo de K_1 .

Para o caso de policristais cúbicos isotrópicos, a relação entre a magnetostricção $\lambda = \Delta l/l$ e a magnetização M é linear. Esta linearidade ocorre tanto para a situação onde a movimentação de paredes de domínio de 180° seja fácil, não causando qualquer deformação para $M < 1/3 M_s$ e seguida da movimentação de paredes de 90° e consequente deformação para $M > 1/3 M_s$. Além disto, no caso das paredes de 180° e 90° se movimentarem simultaneamente, a relação de λ com M também é linear (CHIKAZUMI, 2009). Já M depende do campo aplicado e do fator de desmagnetização através da equação:

$$M = \left(\frac{\chi}{1 + \chi N_d} \right) H_a \quad (4.2)$$

No nosso caso, podemos considerar como $\chi \rightarrow \infty$, portanto M é proporcional a $1/N_d$ (LACHEISSERIE; GIGNOUX; SCHLENKER, 2005). Consequentemente, como λ é linear com M , $d\lambda/dH = (1/N_d) d\lambda/dH_a$. Assim sendo a equação (4.3) pode ser dada por:

$$K_1 = \left(\frac{2\mu_0 M_s}{N} \right) \frac{\lambda_s N_d}{\left(\frac{d\lambda}{dH_a} \right)} \quad (4.3)$$

De acordo com a Tab. 1.1 de Chikazumi (2009), em amostras cilíndricas, sendo γ a razão entre comprimento do cilindro e o diâmetro, para o campo aplicado paralelo ao comprimento, os valores de N_d para $\gamma = 2,87$ e $3,00$ são $N_d = 0,08822$ e $0,08253$, respectivamente.

Na Tab. 4.12 são apresentados os valores obtidos de $d\lambda/dH_a$ para as amostras das ligas SD referentes aos dados de magnetostricção das Fig. 4.13, 4.14 e 4.19, os valores de

M_s apresentados na Tab. 4.10 e os valores de magnetostricção de saturação, para serem usados no cálculo de K_1 usando-se a equação (4.3). Note que tomamos o valor de $\lambda_s = (\Delta l/l)_{\text{sat}} = \lambda_{\text{long}}$, pois para um material isotrópico $\lambda_{\text{trans}} = -\lambda_{\text{long}}/2$, e da equação (2.7) $\lambda_s = 2/3 \lambda_{\text{total}} = 2/3 (\lambda_{\text{long}} - \lambda_{\text{trans}}) = \lambda_{\text{long}}$. Os valores de M_s são dados em unidades de A.m²/kg. Para transformar em unidades de A/m, os valores de M_s foram multiplicados pela massa específica da liga Fe₈₀Al₂₀ de 6820 kg/m³ (VILLARS; CALVERT; 1996) para obter M_s em unidades de A/m.

Da Fig. 2.15, os valores da constante K_1 para liga Fe₇₉Al₂₁, que é em média a composição das barras SD, para a condição da liga desordenada (resfriamento rápido) onde está presente a fase α , $K_1^\alpha = 1,33 \times 10^4$ J/m³; para a liga parcialmente ordenada (resfriamento lento) onde estão presentes as fases α e Fe₃Al (D03), $K_1^{\alpha, D03} = 0,55 \times 10^4$ J/m³; e para a liga ordenada (resfriamento muito lento) somente há a presença da fase Fe₃Al (D03) e $K_1^{D03} = 0,55 \times 10^4$ J/m³.

Tabela 4.12 – Coeficiente de energia anisotrópica K_1 e parâmetros usados no cálculo pela equação (4.3), para as ligas SD de Fe-Al dopadas com boro.

Barra SD	Condição	M_s ($\times 10^6$ A/m)	λ_s ($\times 10^{-6}$)	$d\lambda/dH_a$ ($\times 10^{-9}$ m/A)	$\gamma = L/d$	N_d	K_1 ($\times 10^4$ J/m ³)
L1F3	STT	1,248	53	0,360	2,87	0,08822	1,36
	CTT	1,227	73	0,505	2,87	0,08822	1,30
L1F4	STT	1,221	25	0,162	3,00	0,08253	1,33
	CTT	1,214	45	0,315	3,00	0,08253	1,20
L2F4	STT	1,248	18	0,150	3,00	0,08253	1,01
L6U4	STT	1,180	48	0,494	3,00	0,08253	0,80

As barras da liga L1F3 STT e CTT e L1F4-STT apresentam valores de K_1 que se encaixam totalmente na condição da liga desordenada. Os altos valores da magnetostricção das barras SD L1F3 STT e CTT podem neste caso estar associados à presença de textura nestas amostras e de fato esta amostra apresenta grãos mais alongados. Já a liga SD L1F4-STT, não apresenta grãos alongados, mas apresenta pico de reflexão da família de planos

{111}, que sendo a direção de difícil magnetização, explicaria o baixo valor da magnetostricção. Este fato foi correlacionado à diferença de espessura da parede do cadinho e a consequente diferença no tipo de crescimento dos grãos devido à diferença na extração de calor.

Os valores obtidos de K_1 na Fig. 2.15, para a curva da liga parcialmente ordenada, não foi correlacionada com a fração volumétrica das fases α e Fe_3Al naquele caso específico. Na verdade esta curva pode estar localizada na região entre as curvas das ligas ordenadas e desordenadas, em outras posições que não a apresentada, para frações volumétricas das fases α e Fe_3Al diferentes. Portanto, os valores de K_1 para as barras SD L1F4-CTT, L2F4-STT e L6U4-STT, que são menores que os valores da liga desordenada e maiores que da liga ordenada, podem conter diferentes frações volumétricas das fases α e Fe_3Al . Dentre estas três barras, espera-se que a barra L6U4, possua a maior quantidade de Fe_3Al se comparada às outras duas. A presença da fase Fe_3Al na barra SD L6U4-STT havia sido inferida a partir dos resultados de DRX e os valores de K_1 obtidos para ela confirmam esta conclusão.

5. CONCLUSÃO

As barras da liga $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{97}\text{B}_3$ obtidas por solidificação direcional, analisadas por microscopia eletrônica de varredura e análise de composição por espectroscopia de energia dispersiva, apresentaram perda de boro durante o processo de obtenção das barras por SD, sendo que a amostra de 4 mm de diâmetro do lingote L6 teve perda total de boro, mas esta amostra também foi caracterizada, tendo em vista que a composição é muito próxima a da matriz das amostras com boro e assim tornou-se uma amostra interessante para comparação. Nas amostras com boro, a típica microestrutura das amostras como solidificadas apresentam uma microestrutura eutética com dendritas e um microconstituente eutético formado pelas fases α e Fe_2B .

Os resultados da microestrutura por solidificação direcional para cadinhos de diâmetros 3 e 4 mm de uma mesma liga sugerem que a utilização do cadinho de 3 mm é melhor para obtenção de maiores valores de magnetostricção, pois para o diâmetro de 4 mm a barra SD apresentou orientação preferencial nas direções $\langle 111 \rangle$, o que causou uma diminuição expressiva da magnetostricção, se comparada a da amostra do mesmo lingote para o diâmetro de 3 mm.

Medidas de magnetização em função do campo magnético aplicado (H_a), indicaram que a magnetização de saturação das amostras que têm boro são em média $181 \text{ Am}^2/\text{kg}$, sugerindo que as amostras têm $\sim 2\%$ de B (BORMIO-NUNES et al. 2012)

Todas as barras obtidas por SD e que continham boro, tratadas termicamente (CTT) a 1100°C por 6 h, apresentaram maior valor de magnetostricção em relação às amostras sem tratamento térmico. O maior valor de magnetostricção longitudinal obtido foi de $\lambda = \Delta l/l = 73 \times 10^{-6}$.

Considerando que estas ligas têm $\sim 2\%$ B, o valor de 55×10^{-6} da magnetostricção longitudinal da amostra L1F3-STT pode ser comparado ao valor obtido para a amostra com 2%B obtida em Bormio-Nunes et al (2012), ou seja um valor de 45×10^{-6} (1 T). Este resultado indica que a solidificação direcional contribuiu para o aumento da magnetostricção em 22%.

O maior fator de sensibilidade $d\lambda/dH$ obtido em função do comprimento da barra L1F3-CTT foi de $d\lambda/dH = 0,9 \times 10^{-9} \text{ m/A}$ para a razão de aspecto $\gamma = 12$. Usando-se os resultados de magnetização e magnetostricção de saturação, do fator de sensibilidade e do fator de desmagnetização da amostra, foi possível estimar o valor da constante anisotrópica K_1 . Os resultados obtidos para K_1 sugerem que em algumas amostras ocorre ordenamento parcial da fase cúbica da matriz, havendo assim a coexistência das fases Fe_3Al (D03) e α .

Os resultados apresentados sugerem que é necessário o acompanhamento da microestrutura do material em todas as etapas de obtenção da barra SD, ou seja, após fusão a arco e forjamento a quente, para que seja identificada em qual (is) etapa (s), a perda de boro está ocorrendo.

Desdobramentos do presente trabalho, para avaliar a condição da melhoria da magnetostricção de saturação e conseqüentemente do fator de sensibilidade, incluem o processamento das ligas em menores velocidades de solidificação unidirecional. Além disto, a análise quantitativa da microestrutura de solidificação por EBSD – Difração de Elétrons Retroespalhados.

REFERÊNCIAS

ABE, K; CHIKAZUMI, S. Computer Controlled Torque Magnetometer for Automatic Determination of Crystal Orientation. **Japanese Journal of Applied Physics**, v. 15, 1976, p. 619-625.

ASKELAND, D.R.; FULAY, P.F.; WRIGHT, W. J. **The Science and Engineering of Materials**. 6nd ed. Local: CENGAGE Learning, 2006. 2011.

ATULASIMHA, J; FLATAU, A.B. A review of magnetostrictive Iron-Gallium alloys. **Smart Materials and Structures**, v. 20, p. 1-15, 2011.

BORMIO-NUNES, C. et al. Volume Magnetostriction and structure of copper mold-cast polycrystalline Fe-Ga alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 97, p. 033901 (1 – 6), 2005.

BORMIO-NUNES, C.; BOTANI, M; GUIVELDER, L. High magnetostriction of the polycrystalline alloy $(\text{Fe}_{0.8}\text{Al}_{0.2})_{97}\text{B}_3$. **Journal of the Alloys and Compounds**, v. 574, p. 467 – 471, 2013.

BORMIO-NUNES, C. et al. Improved magnetostriction of $\text{Fe}_{72}\text{Ga}_{28}$ boron doped alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 109, p. 07A93 (41- 44), 2011.

BORMIO-NUNES, C. et al. Magnetostriction of the polycrystalline $\text{Fe}_{80}\text{Al}_{20}$ alloy doped with boron. **Journal of the Alloys and Compounds**, v. 539, p. 226-232, 2012.

BUNGE, H.J.; ESLING, C (Eds). **Quantitative Texture Analysis**. Deutsch Gessellschaft f/Jr Metallkunde, Oberursel, 1982.

BUNGE, H. J. **Texture and magnetic properties, textures and microstructures**. Local: Gordon and Breach Science Publishers Inc, v. 11, p. 75-9, 1989.

Ji, C. et al. Preparation of Terfenol-D with precise $\langle 110 \rangle$ orientation and observation of the oriented growth crystal morphology. **Journal of the Alloys and Compounds**, v. 333, p. 291 – 295, 2002.

CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: uma introdução**; 5.ed. Local: John Wiley, 1999.

CARAM, R. et al. Crescimento direcional e caracterização microestrutural do material compósito in situ $\text{Al}_3\text{Nb-Nb}_2\text{Al}$. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, v. 16, n. 2, p. 11 – 16, 1997.

CARAM, R. Forno de fusão por indução para solidificação direcional de materiais de alto ponto de fusão. Disponível em: < <http://www.fem.unicamp.br/~caram/fornosoldir.html> > Acesso em: 06/11/2012.

CARAM, R. et al. Directional solidification, microstructure and properties of the $\text{Al}_3\text{Nb-Nb}_2\text{Al}$ eutectic. **Journal of Crystal Growth**, v. 275, p. e153 – e158, 2005.

CARAM, R. et al., Influence of growth rate on the microstructure and mechanical behavior of a NiAl-Mo eutectic alloy. **Journal of the Alloys and Compounds**, v. 381, p. 91 – 98, 2004.

CARLSON, O. N. **Bulletin of Alloy Phase Diagrams**, v. 11, n. 6, 1990.

CASTRO, Gustavo M. F. **Estudos das propriedades estruturais, magnéticas e magnetorresistivas em multicamadas magnéticas de Co/Pt acopladas a IrMn**. Tese (doutorado) Instituto de Física. UFRGS. Porto Alegre, Out 2010.

CHADWICK, G.A.; MILLER, W.A. A Hard-sphere model of crystal growth. **Metal Science Journal**, v. 1, p. 132 – 139, 1967.

CHEN, C. **Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials**. New York: Dover Publications, 1986. p. 571.

CHENGBAO, Jiang et al. Effect of the growth velocity on microstructure, orientation, and magnetostriction in Fe₈₁Ga₁₉Alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 43A, p. 4514, 2012.

CHENGBAO, Jiang et al. Investigation on the formation of the preferred orientations in a TbDyFe alloy with directional solidification. **Materials Science and Engineering B**. v.58, p. 191–194, 1999.

CHIKAZUMI, S. **Physics of Ferromagnetism**. 2.ed. Local: Oxford University Press, p. 284, 2009.

COOK, J.M.; PAVLOVIC, A.S. Magnetistraction and thermal expansion of ordered Fe₃Al. **Journal of Applied Physics**, v. 50, p. 7710 – 7712, 1979.

CULLITY, B.D. **Introduction to magnetic materials**. Reading, MA: Addison-Wesley, 1972.

DAPINO, M. J. **Nonlinear and hysteretic magnetomechanical model for magnetostrictive transducers**. 1999. 273 f. Doctoral Thesis (Ph.D. in Engineering Mechanics) – Graduate College, Iowa State University, Ames, 1999.

DE CASTRO, A. R. M. **Textura cristalográfica e avaliação de domínios magnéticos em ímãs de PrFeB**. 165 f. Tese (doutorado) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. Autarquia da Universidade de São Paulo. São Paulo. 2001.

DIAS, M. B. S. **Estudo de propriedades magnetostrictivas da liga de Fe₈₀Al₂₀ dopada com boro**. Trabalho de Graduação, Escola de Engenharia de Lorena, USP, 2012.

GARCIA, A. **Solidificação: Fundamentos e Aplicações**. Campinas: editora da Unicamp, 2001.

GOOD, Nathan R. **The influence of texture on the magnetoelastic properties of polycrystalline TbDy alloys**. 2001. Thesis (Doctor of Philosophy) - California Institute of Technology. Pasadena, California. May 24, 2001.

GURUSWAMY, S; SRISUKHUMBOWORNCHAI, N. Large magnetostriction in directionally solidified FeGa and FeGaAl alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 90, p. 5680 – 5688, 2001.

HALL, R.C. Single Crystal Anisotropy and Magnetostriction Constants of Several Ferromagnetic Materials Including Alloys of NiFe, SiFe, AlFe, CoNi and CoFe. **Journal of Applied Physics**, v.30, p. 816–819, 1959.

HEISENBERG, W. Zur Theorie des Ferromagnetismus. **Zeitschrift für Physik**, v. 49, p. 619, 1928.

HELLAWELL, A; HERBET, P. M. The Development of Preferred Orientations During the Freezing of Metals and Alloys. **Proceedings of the Royal Society**, A269, p. 560, 1962.

HUANG, M. et al. Effect of carbon addition on the single crystalline magnetostriction of Fe-X (X=Al and Ga) alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 107, p. 1 – 6, 2010.

IKEDA, O. et al., Phase equilibria and stability of ordered BCC phases in the Fe-rich portion of the Fe–Al system. **Journal of the Alloys and Compounds**. v. 347, p. 198–205, 2002.

JACKSON, K.A. et al. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME**, v.236, 1129, 1966.

JIANG, C. et al. Investigation on the formation of the preferred orientations in a TbDyFe alloy with directional solidification. **Materials Science and Engineering B**, v.58, p. 191 – 194, 1999.

JIANGUO LI et al. Preparation of Terfenol-D with precise [110] orientation and observation of the oriented growth crystal morphology. **Journal of the Alloys and Compounds**, v. 333, p. 291–295, 2001.

JILES, D.C.; LO, C.C.H. **The role of new materials in the development**

of magnetic sensors and actuators. Sensors and Actuators A, v. 106, p.3–7, 2003.

LI, C; LIU, J; JIANG, C. Effect of the growth velocity on microstructure, orientation, and magnetostriction in Fe₈₁Ga₁₉Alloy. **Metallurgical and Materials Transactions A**, v. 43A, p. 4514-4519, 2012.

KAINUMA, R et. al. Phase equilibria and stability of ordered BCC phases in the Fe-rich portion of the Fe–Al system. **Intermetallics**, v. 9, p. 755–761, 2001.

KRAUS, W.; NOLZE, G. PowderCell – a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powders patterns. **Journal of Applied Crystallography**, v. 29, p.301-03, 1996.

KREIN, R. et al. Microstructure and mechanical properties of Fe₃Al-based alloys with strengthening boride precipitates. **Intermetallics**, v. 15, p. 1172-1182, 2007.

KUMAGAI, A. et al., Magnetocrystalline anisotropy and magnetostriction in ordered and disordered Fe-Ga single crystal. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 272-276, p. 2060-2061, 2004.

LACHEISSERIE, E. T.; GIGNOUX, D.; SCHLENKER, M. (Ed.). **Magnetism: Fundamentals**. New York: Springer Science, 2005. v.1.

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.

MIANLIANG HUANG et al. Effect of carbon addition on the single crystalline magnetostriction of Fe-X (X = Al and Ga) alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 107, p. 053520.1 – 053520.6, 2010.

MOSCON, P. S. **Efeitos magnetoelásticos observados por espectroscopia Mössbauer em tricamadas de Al/amorfos magnéticos/Al**. 2006 Dissertação (Mestrado) - Centro de Ciências Exatas. UFES. Vitória, Mar 2006.

NATIONAL INSTRUMENTS. **Medindo distensão com Strain Gauges**. Disponível em: <<http://www.ni.com/white-paper/3642/pt/>> Acesso em: 10 de maio de 2013.

PADILHA, A. F. **Materiais de Engenharia: microestrutura e propriedades**. São Paulo: Hemus, 2007. p. 349.

PADILHA, A. F.; SICILIANO Jr., F. **Encruamento, recristalização, crescimento de grão e textura**. 2.ed. São Paulo: ABM, p. 232, 2005.

PETZOW, G. **Metallographic etching**. Ohio: ASM International, 1978.

RANT, E.G.; JENSEN, D.J; RALPH, B. A determination of the texture of a directionally solidified sample of high-purity copper. **Journal of Materials Science**. v. 21, p. 1688 – 1692, 1986.

RAULOT, J.M. et al. Atomistic study of the effect of B addition in the FeAl compound. **Journal of Material Science**, v. 43, p. 3867 – 3872, 2008.

ROTTER, M. et al. A miniature capacitance dilatometer for thermal expansion and magnetostriction. **Review of Scientific Instruments**, v. 69, p. 2742, 1998.

SAMPAIO, L. C.; GARCIA, F.; CERNICCHIARO, G. R. C.; TAKEUCHI, A. Y., Técnicas de magnetometria. **Revista Brasileira do Ensino de Física**, v. 22, n. 3, p. 406 – 410, 2000.

SANTOS, Claudio Teodoro dos. **Efeito das adições de B na magnetostricção de ligas policristalinas dos sistemas Fe-Al e Fe-Ga**. 2013 Tese (doutorado) - Departamento de Engenharia de Materiais). Universidade de São Paulo. Lorena, São Paulo, maio 2013.

SGTE – The Scientific Group Thermodata Europe. **The General Alloy Solutions Database**. v 4.9f. Database developed by SGTE. In: Thermocalc Software AB, Stockholm, Sweden, v. 1992.

SILVA, B.G. **Dinâmica da magnetização em nanoestruturas cilíndricas e eletrodepositadas**. 86 f. Dissertação (Mestrado) - Centro Brasileiro de Pesquisas Física. Rio de Janeiro, dez 2011.

SHIGUE, C.Y. Extensômetros Elétricos. Disponível em:

<http://www.demar.eel.usp.br/eletronica/aulas/Extensometros_eletricos.pdf> Acesso em: 06/11/12.

SUNDMAN, B; JANSSON, B; ANDERSON, J.O. The Thermo-Calc Databank System. **CALPHAD**, v. 9, 1985, p. 153 – 190.

RAULOT et al. Atomistic study of the effect of B addition in the FeAl compound. **Journal of Material Science**, v. 43, p. 3867 – 3872, 2008.

VILLARS, P.; CALVERT, L.D. **Pearson's handbooks of crystallographic data for intermetallic phases**. 2nd ed. Ohio: ASM International, 1996. v. 2 - 3.

WALKER, T. **Sensing behavior of galfenol (FeGa) alloys under dynamic conditions**. 2011. 81f. Undergraduate Honors Thesis, The Ohio State University, Columbus, 2011.

WALTON, D; CHALMERS, B. **Transactions of the Metallurgical Society of AIME** . v. 215, p. 447, 1959.

WEINBERG, F.; CHALMERS, B., Dendritic Growth In Lead. **Canadian Journal of Physics**. v. 29, p. 382, 1951.

YANASE, A at el. Magnetocrystalline anisotropy of Fe₂B. **Journal of the Physical Society of Japan**, v. 21, p. 404, 1966.

ZHOU, J K; LI, J G. An approach to the bulk textured Fe₈₁Ga₁₉ rods with large magnetostriction. **Journal of Applied Physics**, v. 92, p. 14191, 2008.