UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA

MATEUS BOTANI DE SOUZA DIAS

**Otimização de propriedades piezomagnéticas de ligas de Fe-Al-B para
utilização como atuador e sensor de força**

Lorena – SP

2017

MATEUS BOTANI DE SOUZA DIAS

**Otimização de propriedades piezomagnéticas de ligas de Fe-Al-B para
utilização como atuador e sensor de força**

Tese apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Doutor em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, na área de Concentração: Materiais Convencionais e Avançados.

Orientadora: Prof^a. Dra. Cristina Bormio Nunes

Edição reimpressa e corrigida

Lorena - SP
Outubro, 2017

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

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

Dias, Mateus Botani de Souza

Otimização de propriedades piezomagnéticas de ligas de Fe-Al-B para utilização como atuador e sensor de força / Mateus Botani de Souza Dias; orientadora Cristina Bormio-Nunes - ed. reimp., corr. - Lorena, 2017.
123 p.

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

Orientadora: Cristina Bormio-Nunes

1. Magnetostricção. 2. Coeficientes piezomagnéticos. 3. Ligas de fe-al-b. 4. Tratamento térmico sobre compressão. 5. Recristalização. I. Título. II. Bormio-Nunes, Cristina , orient.

Dedico este trabalho para a minha noiva Andressa Macedo Scalco.

AGRADECIMENTO

Este doutorado corresponde à finalização de uma pesquisa que teve início em 2010, na minha primeira iniciação científica. Ao longo desses anos, devo agradecer à Prof^a. Dra. Cristina Bormio Nunes por todo empenho e dedicação aos projetos. Tenho certeza que escolhi a melhor orientadora deste departamento, pois além de orientadora, você foi como uma mãe para mim. Seus ensinamentos ao longo dos anos será o meu alicerce acadêmico pelo resto da vida.

Devo agradecer também à minha noiva Andressa Macedo Scalco por todos os bons momentos que passamos. Se durante a semana, as nossas conversas diárias ajudaram a diminuir a saudades que sentia, os fins de semana foram os melhores da minha vida, repletos de risadas, bons restaurantes, ótimos seriados e nem sempre, bons filmes de terror. Você é uma pessoa muito inteligente e tem um potencial de futuro incrível, muito obrigado por todo conhecimento que você me ensinou e pela paciência com os termos errados (“é pai da horda, horta, orla ou hora?”).

Dentre os meus amigos, Guilherme Origo Fulop se destaca. Nossas conversas nas “pausinhas” tornaram a minha vivência em Lorena muito prazerosa. Mais que um grande amigo, você é como um irmão mais novo para mim. Espero ter marcado a sua vida da mesma forma que você marcou a minha. Agradeço pela convivência e espero que nossa amizade continue por muitos anos.

Agradeço aos meus pais, Carlos Alberto L. de Souza Dias e Mirna Botani L. de S. Dias, por todo apoio ao longo da execução deste doutorado. Você são pais atenciosos e preocupados com a vida dos seus filhos. Fico feliz que tenha percebido a sorte que é ter vocês na minha família. Agradeço meu irmão Artur Botani de S. Dias por toda amizade que temos. Embora a vida tenha nos separado, os fins de semana com você são nostálgicos e sempre deixam um gostinho de quero mais. Obrigado por ser mais que um irmão.

Agradeço também meus pares da sala A13: Livia Pimentel Branco, Fábio Matins, Robersio Marinho, Ana Márcia Antunes, Denise Laurito, Henrique Varella, Bruno Pardal, Luis Gustavo e Ângelo Cristante.

Agradeço também os meus amigos antigos Bruno Sanches de Lima e Mariane Capellari por todos esses anos de amizade.

Agradeço ao ótimo trabalho dos técnicos do DEMAR: Chico Paiva, Renato Honório Gonçalves, Sérgio Luiz de Oliveira, Ailton Rodrigues da Silva, Valdir Marcolino de Campos, Sebastião Barbosa de Souza, José Carlos Santos, Bento Ferreira, Bento Geraldo da Silva e Carlos Roberto Dainesi.

Agradeço ao Prof. Dr. Carlos Baldan pelo auxílio na utilização do laminador e por toda ajuda no desenvolvimento do projeto.

Agradeço à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP), projeto nº 2014/16872-0, pela bolsa de doutorado concedida á mim.

“A ambição universal dos homens é viver colhendo o que nunca plantaram”

Adam Smith

RESUMO

DIAS, M. B. S. **Otimização de propriedades piezomagnéticas de ligas de Fe-Al-B para utilização como atuador e sensor de força.** 2017. 123 p. Tese (Doutorado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2017.

Materiais magnetostrictivos, como o TERFENOL-D ($\text{Tb}_{0,27-0,30}\text{Dy}_{0,73-0,70}\text{Fe}_2$) e o GALFENOL ($\text{Fe}_{72-82}\text{Ga}_{18-28}$), são aplicados em diversos tipos de atuadores, sensores e coletores de energia. Contudo, existe a necessidade de novos materiais que sejam mais baratos, ambientalmente amigáveis e com melhores propriedades mecânicas. Por essa razão, as ligas de Fe-Al são uma alternativa, já que o alumínio é mais abundante na natureza e é sete vezes mais barato que o gálio. O objetivo desse trabalho foi estudar a influência de dois tratamentos termomecânicos nas propriedades magnéticas das ligas $(\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x)_{98,4}\text{B}_{1,6}$, onde $x = 0,18; 0,13$ e $0,21$. No primeiro processamento, as ligas foram submetidas a um tratamento térmico sob compressão para introduzir uma anisotropia magnetocristalina extrínseca. Para compressões de até 180 MPa, as ligas tratadas sob tensão obtiveram valores de magnetostricção e dos coeficientes piezomagnéticos maiores que o das ligas sem tratamento. Ou seja, este processamento aumentou a sensibilidade das ligas como atuador (d_{33}) e sensor (d_{33}^*). No segundo processamento termomecânico, amostras com formato de chapa foram laminadas e tratadas termicamente para induzir um crescimento anormal de grãos e conseqüentemente uma textura. Embora não tenha ocorrido crescimento de grão anormal durante o tratamento térmico, os valores de magnetostricção foram maiores que o das amostras como fundidas. Ambos processamentos termomecânicos foram efetivos para melhorar as propriedades magnéticas e a liga $(\text{Fe}_{0,87}\text{Al}_{0,13})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ foi a que obteve os maiores valores de magnetostricção e dos coeficientes piezomagnéticos. Em outras palavras, dentre as ligas estudadas, esta composição foi mais promissora para ser aplicada em atuadores e sensores.

Palavras-chave: Magnetostricção. Coeficientes piezomagnéticos. Ligas de Fe-Al-B. Tratamento térmico sob compressão.

ABSTRACT

DIAS, M. B. S. **Optimization of the piezomagnetic properties of Fe-Al-B alloys for use in the force actuators and sensors.** 2017. 123 p. Thesis (Doctoral of Science) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2017.

Magnetostrictive materials, like TERFENOL-D ($\text{Tb}_{0.27-0.30}\text{Dy}_{0.73-0.70}\text{Fe}_2$) and GALFENOL ($\text{Fe}_{72-82}\text{Ga}_{18-28}$), are applied in several types of sensors, actuators and energy harvesting. Nevertheless, there is the necessity of new materials that are cheaper, environmentally friendly and with good mechanical properties. For that reason, the Fe-Al alloys are an alternative, since the aluminum is more abundant in nature and is seven times cheaper than gallium. The goal of this work is to study the influence of two thermomechanical proceeding at magnetic properties of the $(\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x)_{98.4}\text{B}_{1.6}$ alloys, which $x = 0.18; 0.13$ e 0.21 . At the first proceeding, the alloys were submitted to a stress annealing to introduce an extrinsic magnetocrystalline anisotropy. Up to 180 MPa of compression stress, stress annealed alloys have magnetostriction and piezomagnetic coefficient values higher than the alloys without annealing. In other words, this proceeding increased the alloys sensibility to be applied like actuators (d_{33}) and sensors (d_{33}^*). At the second thermomechanical proceeding, samples with sheet format were rolled and annealed to induce an abnormal grain growth and, consequently, a texture. Although the annealing not produced an abnormal grain growth, the magnetostriction values are higher than for the as-cast samples. Both proceedings were efficient to improve the magnetic properties and the $(\text{Fe}_{0.87}\text{Al}_{0.13})_{98.4}\text{B}_{1.6}$ alloy achieved the higher values of magnetostriction and piezomagnetic coefficient. In another words, between the studied alloys, this composition was the most promising to be applied like actuators and sensors.

Keywords: Magnetostriction. Piezomagnetic Coefficient. Fe-Al-B alloys. Stress annealing. Recrystallization.

Sumário

1	Introdução	15
2	Revisão bibliográfica	17
2.1	Revisão geral	17
2.1.1	Magnetostricção	17
2.1.2	Ligas de Fe-Al	19
2.1.3	Adição de elementos químicos com pequeno raio atômico	23
2.2	Coeficientes piezomagnéticos	25
2.3	Tratamento térmico sob compressão	28
2.4	Laminação e tratamento térmico	30
2.4.1	Propriedades mecânicas	30
2.4.2	Textura de laminação e recristalização das ligas Fe-X-Y	31
3	Materiais e métodos	33
3.1	Produção das ligas	33
3.2	Medidas de magnetostricção	35
3.3	Medidas de indução magnética	36
3.4	Fonte de tensão elétrica	36
3.5	Controle dos instrumentos	36
3.6	Ensaio quase-estático	36
3.7	Tratamento térmico sob compressão	39
3.8	Laminação e recristalização	41
3.9	Microscopia	43
3.10	Análise de textura	43
3.11	Difratometria de raios X	43
3.12	Dureza	44
4	Resultados e discussão	45

4.1	Amostras com formato cilíndrico	45
4.1.1	Difratometria de raios X - DRX	45
4.1.2	Microscopia Eletrônica de Varredura.....	48
4.1.3	Ensaio quase-estático	48
4.1.4	Permeabilidade magnética relativa vs. campo aplicado – Tensão de compressão constante.....	52
4.1.5	Magnetostricção vs. campo aplicado – Tensão de compressão constante.....	55
4.1.6	Coeficiente piezomagnético (d_{33}) vs. campo magnético – Tensão de compressão constante.....	58
4.1.7	Indução magnética vs. tensão de compressão – Campo aplicado constante .	64
4.1.8	Coeficiente piezomagnético (d_{33}^*) vs. tensão de compressão - Campo aplicado constante.	65
4.2	Amostras com formato de chapas	69
4.2.1	Difratometria de raios X - DRX	69
4.2.2	Dureza.....	73
4.2.3	Microscopia eletrônica de varredura.....	74
4.2.4	Indução magnética vs. campo aplicado – Tensão de compressão nula.....	76
4.2.5	Permeabilidade magnética relativa vs. campo aplicado – Tensão de compressão nula	79
4.2.6	Magnetostricção vs. campo aplicado – Tensão de compressão nula.....	81
4.2.7	Coeficiente piezomagnético (d_{33}) vs. campo magnético – Tensão de compressão nula	85
5	Conclusões.....	87
	Referências.....	89
	Apêndices	97

1 INTRODUÇÃO

No caso dos sensores e atuadores*, as propriedades mecânicas, a resistência à corrosão, a sensibilidade e o custo são fatores preponderantes na escolha dos materiais [1]. Dentre os diversos tipos de materiais, os magnetostrictivos atendem às especificações de uma ampla faixa de aplicações, podendo ser utilizados em sistemas de controle de: robôs em processos industriais automatizados, instrumentos para cirurgias pouco invasivas, monitoramento de vibrações em construções civis e sobrecarga de pontes. Na indústria automobilística são usados no controle de: suspensão e embreagem, freios ABS, torque do eixo de virabrequins, ativador da injeção eletrônica. Além disso, podem ser utilizados como armazenadores de energia, transformando energia mecânica relacionada à vibração que é desperdiçada na natureza em energia elétrica (*energy harvesting*) [2; 3; 4; 5; 6; 7].

Um dos materiais magnetostrictivos mais estudados até o momento é o TERFENOL-D ($\text{Tb}_{0,27-0,30}\text{Dy}_{0,73-0,70}\text{Fe}_2$). Embora o mesmo necessite de campos magnéticos inferiores a 1 T para atingir uma magnetostricção de 1600 - 1700 ppm, sua fragilidade, o custo e o monopólio chinês dos minerais de terras raras restringem a sua utilização [2; 8; 9]. Além disso, os elementos terras raras aceleram a corrosão da liga através do mecanismo de lixiviação seletiva [10]. Por essas razões, iniciou-se uma corrida na pesquisa de novos materiais isentos de terras raras e que possuíssem boas propriedades mecânicas, acarretando no desenvolvimento do Galfenol ($\text{Fe}_{72-82}\text{Ga}_{18-28}$). O mesmo possui uma magnetostricção de ~ 300 ppm para amostras monocristalinas orientadas na direção [100] e possui boas propriedades mecânicas [11; 12].

A maioria dos estudos relacionados com os materiais magnetostrictivos utilizam amostras monocristalinas, já que a sua sensibilidade é maior que a das ligas policristalinas. Entretanto, quando se trata de sensores e atuadores comerciais, é fundamental que o tempo e o custo de produção sejam levados em consideração. Dessa forma, em detrimento da sensibilidade, é estimulado o estudo de materiais que sejam policristalinos ou solidificados direcionalmente [1; 13; 14; 15].

* Sensores são dispositivos capazes de mensurar propriedades mecânicas, térmicas, magnéticas dentre outras. Quando essas propriedades são convertidas em sinais elétricos, os mesmos são chamados de transdutores. Já os atuadores são dispositivos capazes de converter sinais elétricos em energia mecânica.

A proposta deste trabalho vai ao encontro destas tendências, onde se estudou as ligas de Fe-Al-B policristalinas visando substituir o Galfenol e o Terfenol-D. As ligas de Fe-Al apresentam boas propriedades mecânicas e comportamento magnetostrictivo semelhante ao Fe-Ga. Além disso, os diagramas de fases dos sistemas Fe-Al e Fe-Ga são similares. Embora o Al seja ~ 7,5 vezes mais barato que o gálio, o que diminuiria o preço da liga como um todo, a magnetostricção das ligas de Fe-Al é inferior às de Fe-Ga [11; 16; 17; 18; 19]. Para compensar essa desvantagem, as ligas foram dopadas com boro para aumentar a magnetostricção e melhorar as propriedades mecânicas [16; 20; 21].

O objetivo deste trabalho visou estudar processamentos termomecânicos que aumentassem a magnetostricção das ligas de Fe-Al-B, potencializando a sua utilização como um “material inteligente” de baixo custo, acessível e com boas propriedades mecânicas. Neste trabalho, foram estudadas a indução magnética, a permeabilidade magnética relativa, a magnetostricção e os coeficiente piezomagnéticos das ligas $(\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x)_{98,4}\text{B}_{1,6}$, onde $x = 0,18; 0,13$ e $0,21$, submetidas às diversas tensões de compressão.

Destacamos que o caráter inédito do presente trabalho reside nos processamentos termomecânicos utilizados para aumentar a magnetostricção das ligas Fe-Al-B, já que até o presente momento, os mesmos somente foram utilizados para as ligas de Fe-Ga e Terfenol-D.

No primeiro processamento, as ligas foram submetidas a um tratamento térmico sob compressão para introduzir uma anisotropia magnetocristalina, extrínseca ou construída, orientada na direção transversal da aplicação do campo magnético. Este tratamento já se mostrou eficiente para as ligas de Fe-Al, Fe-Ga e o Terfenol-D [12; 22; 23; 24].

No segundo processamento, amostras com formato de chapa foram laminadas e tratadas termicamente para induzir um crescimento anormal de grãos e consequentemente uma textura. Como a magnetostricção é fortemente dependente da direção cristalográfica, a geração das texturas Cubo e Goss aumentariam a magnetostricção da liga [25; 26]. Embora este procedimento tenha se mostrado eficiente para ligas de Fe-Al dopadas com NbC, não existem trabalhos na literatura que reportem a influência de partículas secundárias compostas por boro no crescimento anormal dessa liga [15].

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O primeiro tópico, que denominamos de “Revisão geral”, visa introduzir o conceito da magnetostricção e apresenta uma revisão bibliográfica sob as ligas de Fe-Al-B.

Para avaliar o potencial de um material como sensor e atuador é necessário determinar os coeficientes piezomagnéticos das ligas. Estes são apresentados e definidos no segundo tópico.

A revisão referente ao tratamento térmico sob compressão ocorre no terceiro tópico, onde é explicado como este processamento termomecânico modifica as propriedades magnéticas da liga.

No quarto tópico, é apresentada uma revisão sob a recristalização e crescimento de grão das ligas de Fe-X-Y (X = Al ou Ga; Y = B ou NbC), discorrendo sob como a laminação e o tratamento térmico influenciam na textura final do material.

2.1 REVISÃO GERAL

2.1.1 Magnetostricção

A magnetostricção é um fenômeno físico que corresponde à variação das dimensões físicas de um material em decorrência da aplicação de um campo magnético, em temperatura constante. A mesma é definida de acordo com a Equação 1:

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l} \quad (1)$$

Onde:

λ = Magnetostricção;

Δl = Variação do comprimento gerada pela aplicação do campo magnético;

l = Comprimento inicial da amostra.

Por exemplo, uma liga de Fe-Al-B solidificada direcionalmente possui uma magnetostricção longitudinal de 70 partes por milhão (ppm), i.e., se fosse possível

aplicar campo magnético em uma amostra com 1 km de comprimento, seria observada uma dilatação de 7 cm ^[27; 28].

As deformações paralelas e perpendiculares ao campo magnético são chamadas magnetostricção longitudinal (λ_{Long}) e transversal (λ_{Trans}) respectivamente. Como o volume da amostra é constante, a λ_{Long} corresponde ao dobro do valor em módulo da λ_{Trans} , como mostra a Equação 2. Nesta condição, os valores de λ_{Long} serão iguais em todas as direções, i.e., isotrópicos.

$$\frac{\lambda_{long}}{\lambda_{trans}} = -2 \quad (2)$$

O valor da magnetostricção medido quando a amostra policristalina se encontra saturada é chamado de magnetostricção de saturação (λ_s) e pode ser calculado a partir da magnetostricção total (λ_{Total}) da amostra, como mostra a Equação 3 ^[29].

$$\lambda_{Long} - \lambda_{Trans} = \lambda_{Total} = \frac{3}{2} \lambda_s \quad (3)$$

Onde:

λ_{Long} = Magnetostricção longitudinal obtido na condição de saturação;

λ_{Trans} = Magnetostricção transversal obtido na condição de saturação;

λ_{Total} = Magnetostricção total;

λ_s = Magnetostricção de saturação.

A magnetostricção é intrinsecamente dependente da interação spin-órbita dos elétrons de valência dos átomos. Em materiais com fraca interação spin-órbita, como o Fe, os spins alinham-se facilmente com o campo aplicado e o material tem uma alta susceptibilidade magnética. Entretanto, como o momento orbital não está fortemente acoplado ao momento de spin, a órbita no átomo não deforma e a magnetostricção é baixa. Entretanto, para materiais com forte acoplamento spin-órbita, a rotação do spin devido à aplicação do campo magnético arrasta o momento orbital, modificando a órbita dos átomos e a distância interatômica. A somatória das deformações de cada átomo produz uma macrodeformação que corresponde à magnetostricção de Joule. A introdução de elementos não magnéticos ao Fe altera a interação spin-órbita dos átomos de Fe e, portanto, a magnetostricção.

Em contrapartida, tensões mecânicas alteram as distâncias interplanares, modificando os momentos orbitais. Consequentemente, a interação spin-órbita movimenta os momentos de spin, alterando a indução magnética do material. Este fenômeno é chamado de efeito Villari.

2.1.2 Ligas de Fe-Al

2.1.2.1 Diagrama de fases

A Figura 1 apresenta uma seção isotérmica do sistema Fe-Al-B em 800°C. Os pontos indicados como A, B e C correspondem às ligas estudadas neste trabalho e possuem as composições: $(\text{Fe}_{0,82}\text{Al}_{0,18})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ (liga A), $(\text{Fe}_{0,87}\text{Al}_{0,13})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ (liga B) e $(\text{Fe}_{0,79}\text{Al}_{0,21})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ (liga C).

Figura 1 – Seção isotérmica do sistema Fe-Al-B em 800°C, com a localização das ligas A (azul), B (verde) e C (roxo).

Fonte: Adaptado da referência [30].

Segundo o diagrama ternário, as ligas se encontram em uma região bifásica composta por Fe(Al)- α (identificada somente como α no diagrama) e Fe₂B. Entretanto, também é necessário avaliar quais fases estão presentes em temperaturas inferiores a 800°C. Para isso, utilizaram-se os diagramas de fases do sistema binário Fe-Al e Fe-B, como mostra a Figura 2 (a-b). Como a solubilidade do boro no alumínio é praticamente nula e o diagrama ternário não prevê a formação de fases compostas por Al e B, não será apresentado o diagrama de fases do sistema binário Al-B [31].

Figura 2 – Diagrama de fases do sistema binário Fe-Al (a) e Fe-B (b).

Fonte: Adaptado das referências [32; 33].

Segundo o diagrama de fases do sistema Fe-Al, mostrado na Figura 2 (a), somente a fase desordenada Fe(Al)- α é esperada para as ligas A, B e C acima de 700°C e para concentrações de Al < ~ 22%. Entretanto, a diminuição da temperatura pode levar ao surgimento da fase ordenada Fe₃Al nas ligas A e C. Em relação ao diagrama de fases do sistema Fe-B, mostrado na Figura 2 (b), as fases Fe- α e Fe₂B são estáveis até aproximadamente 940°C. Assim, de acordo com os diagramas de fases apresentados nas Figuras 1 e 2, as fases que podem aparecer nas ligas A, B e C são: Fe(Al)- α , Fe₃Al e Fe₂B.

A fase desordenada Fe(Al)- α , que apresenta estrutura desordenada A2 no diagrama apresentado na Figura 2 (a), é cúbica de corpo centrado (CCC) e está

presente na região rica em ferro do diagrama. Nesta estrutura, os átomos dos vértices e do centro da estrutura cristalina CCC podem estar ocupados tanto pelos átomos de ferro quanto pelos de alumínio. Conforme a quantidade de alumínio aumenta, duas fases podem ser geradas: FeAl em alta temperatura, com estrutura B2, e Fe₃Al em baixa temperatura, com estrutura D0₃ [32].

A Figura 3 apresenta um desenho esquemático das fases FeAl e Fe₃Al. A fase FeAl também é CCC e apresenta átomos de ferro nos vértices do cubo e alumínio na posição central. Já a fase Fe₃Al se baseia em células alternadas de B2 e CCC de ferro [34].

Figura 3 – Estrutura cristalina esquemática da estrutura B2 e D0₃.

Fonte: Adaptado da referência [32].

Embora as estruturas cristalinas das fases Fe(Al)- α e Fe₃Al sejam diferentes, os ângulos na qual os principais picos das reflexões de raios X aparecem são iguais [35; 36]. Dessa forma, é difícil identificar nas ligas de Fe-Al se apenas uma ou ambas as fases estão presentes [16; 20].

2.1.2.2 Magnetização

A adição de alumínio no ferro diminui a magnetização de saturação da liga. Devido à transferência de elétrons gerada na ligação química, o número de elétrons desemparelhados do ferro é reduzido, diminuindo o valor do seu momento magnético. Além disso, a formação da fase ordenada Fe₃Al também reduz a magnetização de saturação da liga, já que o momento magnético dos átomos de ferro nesta fase é menor que o da fase Fe(Al)- α [37; 38; 39]. Em temperatura ambiente,

a interação ferromagnética é totalmente destruída em ligas com 30% at. de alumínio e a amostra se torna paramagnética ^[40].

2.1.2.3 *Magnetostricção*

Em 1957, Hall descobriu que a magnetostricção do ferro monocristalino orientado na direção [100] poderia ser aumentada de 22 ppm para 95 ppm com a adição de 19% at. de alumínio ^[26; 41]. Entretanto, para a mesma composição química, amostras orientadas nas direções [110] ou [111] possuem valores inferiores de magnetostricção, com 26 ppm e 3 ppm respectivamente. Os valores de magnetostricção da saturação da liga Fe-Al em função da composição química para amostras orientadas nas direções cristalográficas [100] e [111] são apresentadas na Figura 4. Além disso, como a anisotropia magnética também depende da direção cristalográfica, os valores de campos magnéticos para atingir o valor de magnetostricção de saturação também variam ^[26].

Figura 4 - Magnetostricção de saturação para a liga de Fe-Al monocristalina orientada nas direções cristalográficas [100] e [111].

Fonte: Adaptado da referência ^[25].

Além da composição química e da orientação cristalográfica, o grau de ordenamento das fases na amostra também interfere nos valores de magnetostricção. De acordo com a Figura 4, as amostras que são parcialmente ordenadas, ou seja, que possuem tanto a fase desordenada Fe(Al)- α quanto à ordenada Fe₃Al, apresentam maiores valores de magnetostricção que amostras monofásicas [11; 25; 32].

No caso das amostras policristalinas isotrópicas, devido à aleatoriedade das orientações cristalográfica, a composição química tem pouca influência nos valores de magnetostricção de saturação, onde ligas com 19%, 21,9% e 27% at. de alumínio possuem por volta de 40 ppm, 45 ppm e 39 ppm respectivamente [26].

2.1.3 Adição de elementos químicos com pequeno raio atômico

A adição de elementos químicos com pequeno raio atômico, como o carbono e o boro, também se mostrou eficiente para aumentar a magnetostricção das ligas de Fe-Al [16; 20; 42].

Como a adição de alumínio aumenta o parâmetro de rede da liga Fe-Al, o carbono consegue entrar intersticialmente nos sítios octaédricos e distorcer a rede cristalina. Consequentemente, as tensões geradas por essa distorção aumentam a magnetostricção da liga [40; 43; 44]. Por exemplo, a magnetostricção total de uma liga monocristalina de Fe-Al com 18,6% at. de Al aumenta de 150 ppm para 204 ppm após a adição de carbono [26; 42].

Em relação à dopagem com boro, os valores de magnetostricção total das ligas policristalinas de Fe₈₀Al₂₀ atingiram 98 ppm com a adição de 3% de boro, como mostra a Figura 5 [16; 20].

Figura 5 - Magnetostricção total em função da porcentagem atômica de boro, para amostras como fundida (triângulos) e tratada termicamente (quadrados).

Fonte: Adaptado das referências [16; 20].

Ao contrário das ligas de Fe-Al dopadas com carbono, simulações computacionais indicam que mesmo para a liga $\text{Fe}_{50}\text{Al}_{50}$, a ocupação das posições intersticiais pelo boro não é favorável termodinamicamente [40; 43; 45; 46]. A condição mais estável ocorre quando os átomos de boro são segregados para os contornos de grão e preferencialmente cercados por átomos de ferro [45; 46]. Durante a solidificação das ligas de Fe-Al-B, o boro é segregado para os contornos de grão em decorrência da baixa solubilidade no ferro (20 ppm) e no alumínio [31; 47]. Como consequência, a fase Fe_2B é formada na região interdendrítica. Uma análise por dispersão de comprimento de onda (WDS) confirmou que a fase secundária possui $67,8 \pm 1,7\%$ at. de Ferro e $32,2 \pm 1,7\%$ at. Boro [16]. A Figura 6 apresenta uma micrografia da liga $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{95}\text{B}_5$ contendo a estrutura dendrítica e um microconstituente eutético composto por $\text{Fe}(\text{Al})\text{-}\alpha/\text{Fe}_3\text{Al}$ e Fe_2 [16; 20; 45; 46].

Figura 6 - Micrografias da liga $(\text{Fe}_{0,8}\text{Al}_{0,2})_{95}\text{B}_5$ como fundida.

Fonte: Adaptado da referência ^[16].

É importante ressaltar que a magnetostricção total da fase Fe_2B é ~ 30 ppm, ou seja, o aumento da magnetostricção das ligas de Fe-Al dopadas com boro está mais relacionada com a interação da fase Fe_2B com a matriz do que com o seu valor de magnetostricção ^[20; 48]. Durante o processo de magnetização das ligas de Fe-Al-B, a saturação magnética da fase Fe_2B ocorre para campos menores que da matriz e, conseqüentemente, a magnetostricção também. Entretanto, conforme o campo magnético aumenta além da saturação da fase secundária, este comportamento inverte e é a matriz que apresenta os maiores valores de magnetostricção. Em ambos os casos, a diferença entre os valores de magnetostricção da matriz e da fase Fe_2B geram campos de tensão na rede cristalina, aumentando a magnetostricção da liga como um todo ^[48].

2.2 COEFICIENTES PIEZOMAGNÉTICOS

Para avaliar se um material possui potencial para ser aplicado em sensores e/ou atuadores de força é necessário determinar como as propriedades magnéticas do mesmo variam quando uma tensão mecânica é aplicada.

Durante a solidificação dos materiais ferromagnéticos, os domínios magnéticos se organizam para neutralizar a formação de um campo magnético macroscópico (Figura 7-(a)) ^[49]. Esta estrutura de domínios pode ser alterada pela aplicação de um campo magnético ao material ou pela aplicação de tensões mecânicas. Para materiais com magnetostricção positiva, como o Fe-Al-B, a aplicação de tensões compressivas criam uma anisotropia uniaxial perpendicular à

direção da força aplicada (Figura 7-(b)) ^[49]. Se um campo magnético for aplicado no material comprimido, os domínios rotacionarão 90° e a magnetostricção será maior que o da amostra sem compressão (Figura 7-(c)) ^[49; 50; 51].

Figura 7 – Diagrama esquemático da estrutura dos domínios para as condições: (a) material como produzido, (b) material sob compressão e (c) material sob compressão e campo magnético.

Fonte: Adaptado da referência ^[49].

Este acoplamento é denominado de magnetomecânico e está relacionado com os coeficientes piezomagnéticos d_{33} e d_{33}^* ^[1]. O coeficiente d_{33} indica a taxa de deformação magnética do material quando um campo magnético é aplicado, considerando que a tensão mecânica é constante. Já o coeficiente d_{33}^* está relacionado com a taxa de variação da indução magnética quando uma tensão mecânica é aplicada, mantendo o campo magnético constante. Ambos os coeficientes estão definidos nas Equações 4, 5, 6 e 7.

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{E_H} + d_{33}H \quad (4)$$

$$B = \mu^\sigma H + d_{33}^*\sigma \quad (5)$$

Sendo:

$$d_{33} = \left. \frac{d\varepsilon}{dH} \right|_\sigma \quad (6)$$

$$d_{33}^* = \left. \frac{dB}{d\sigma} \right|_H \quad (7)$$

Onde:

ε = Deformação;

σ = Tensão mecânica;

E^H = Módulo de elasticidade em um campo magnético constante;

d_{33} = Coeficiente piezomagnético sob tensão constante;

H = Campo magnético aplicado;

B = Indução magnética;

d_{33}^* = Coeficiente piezo magnético sob campo magnético constante;

μ^σ = Permeabilidade magnética em uma tensão mecânica constante.

A equação 4 indica que a deformação de um material sujeito à aplicação de um campo magnético e tensão mecânica, simultaneamente, está relacionada com componentes mecânicos e magnéticos. O primeiro termo da equação, $\frac{\sigma}{E^H}$, indica que a aplicação de uma tensão mecânica produzirá uma deformação mecânica proporcional ao módulo de elasticidade do material (E). O segundo termo da equação, $d_{33}H$, indica que a aplicação de um campo magnético produzirá uma deformação magnética proporcional ao coeficiente piezomagnético d_{33} . Assim, caso a tensão seja mantida constante, qualquer variação da deformação do material estará relacionada somente com os componentes magnéticos, onde o coeficiente d_{33} é definido pela Equação 6 [52; 53]. Este coeficiente representa a sensibilidade do material em aplicações como atuador.

De maneira análoga ao coeficiente d_{33} , a equação 5 indica que a indução magnética de um material está relacionada com componentes mecânicos e magnéticos. O primeiro termo da equação, $\mu^\sigma H$, indica que a aplicação de um campo magnético produzirá uma indução magnética proporcional ao valor da permeabilidade do material. O segundo termo da equação, $d_{33}^*\sigma$, indica que a aplicação de uma tensão mecânica produzirá uma indução magnética proporcional ao coeficiente piezomagnético d_{33}^* . Assim, caso o campo magnético seja mantido constante, qualquer variação da indução magnética estará relacionada somente com os componentes mecânicos e o coeficiente piezomagnético d_{33}^* é definido pela Equação 7 [52; 53]. Este coeficiente representa a sensibilidade do material em aplicações como sensor.

Assim, a comparação entre os coeficientes piezomagnéticos pode ser utilizada para determinar qual liga possui a maior sensibilidade para ser aplicado como sensor ou atuador.

2.3 TRATAMENTO TÉRMICO SOB COMPRESSÃO

Devido às limitações de tamanho dos atuadores e sensores, a aplicação de pré-tensões mecânicas durante a operação pode não ser possível, e consequentemente, os valores de magnetostricção do material não serão otimizados. Para contornar esse problema, uma pré-tensão pode ser construída no material utilizando um tratamento térmico sob compressão (TC).

Durante o tratamento térmico, a aplicação da compressão produz uma distorção na célula unitária que é compensada pela reorganização dos átomos de soluto do material ^[54]. Ao se resfriar o material sob compressão, a difusão dos átomos é impedida e os pares dos átomos de soluto permanecem “congelados” na microestrutura, gerando uma tensão residual no material ^[54; 55]. Esses pares dos átomos de soluto são formados na direção de fácil magnetização perpendiculares à aplicação da compressão. Um desenho esquemático dos pares está ilustrado na Figura 8

Figura 8 - Desenho esquemático dos pares de átomo de soluto gerados durante o tratamento térmico sob compressão.

Fonte: Adaptado da referência ^[55].

Entretanto, somente os materiais que apresentam uma estrutura cristalina desordenada, como a A2, podem formar os pares de soluto, já que os sítios atômicos podem ser ocupados aleatoriamente ^[54]. Metais puros e ligas com ordenamento de longo alcance não apresentam anisotropia uniaxial quando tratadas termicamente sob compressão ^[54; 55]. Consequentemente, mesmo que o material desordenado não seja comprimido, os domínios magnéticos permanecem orientados perpendicularmente à tensão de compressão do tratamento, como pode ser visto na Figura 9 (a) ^[22; 49; 54; 55].

Figura 9 - Diagrama esquemático da estrutura dos domínios para as condições: (a) após TC e (b) após TC e submetido à tensão de compressão e campo magnético.

Fonte: Adaptado da referência ^[49].

Após o TC, a aplicação de uma tensão compressiva externa tem pouca influência na estrutura dos domínios (Figura 9 (b)) e a magnetostricção será semelhante à da amostra sem tratamento submetida à compressão. Ou seja, as amostras submetidas ao tratamento térmico sob compressão possuem, na ausência de tensões externas, valores de magnetostricção semelhante às amostras submetidas à compressão externa ^[22; 23; 49; 54; 55; 56].

Por se tratar de um processo difusional, a anisotropia uniaxial gerada dependerá do tempo e temperatura utilizada no tratamento térmico sob compressão. A temperatura precisa ser alta o suficiente para que a difusão atômica ocorra e abaixo da temperatura de Curie para que o tratamento térmico sob compressão introduza uma tensão residual no material ^[54]. Em relação ao tempo, os tratamentos térmicos reportados para as ligas de Fe-Ga e Fe-Al ocorrem entre 5 min. e 20 min.,

onde amostras tratadas por tempos longos (8 horas) apresentaram uma redução da magnetostricção [54; 56; 57; 58]. Além disso, quanto maior a tensão utilizada durante o tratamento térmico sob compressão, maior será a anisotropia induzida [23; 56; 57; 58].

2.4 LAMINAÇÃO E TRATAMENTO TÉRMICO

Existem diversos trabalhos na literatura que versam sobre a intenção de desenvolver texturas favoráveis às propriedades magnéticas em ligas policristalinas de Fe-Al e Fe-Ga através da recristalização de amostras laminadas. Assim, é possível obter amostras com magnetostricção semelhantes às amostras solidificadas direcionalmente com um custo e tempo de produção menor. Além disso, para aplicações com corrente alternada, a obtenção de amostras com formato de chapas finas é desejável para reduzir as perdas magnéticas por correntes parasitas [59; 60; 61].

Durante a laminação, uma grande quantidade de defeitos é introduzida na rede cristalina em decorrência da deformação plástica, aumentando a energia acumulada no material. Assim, durante o tratamento térmico, a eliminação dos defeitos será a força motriz para recuperar e recristalizar os grãos. Entretanto, dependendo do tempo e temperatura utilizados no tratamento térmico, um crescimento de grão normal ou anormal poderá ocorrer em decorrência da energia armazenada nos contornos de grão recristalizados. Durante esse processo, diferenças na velocidade de crescimento dos contornos de grão e presença de partículas secundárias podem gerar uma textura na amostra. Como o valor da magnetostricção depende da direção cristalográfica na qual o campo magnético é aplicado, um aumento da mesma ocorrerá caso a textura gerada possua as direções de fácil magnetização.

Como não existem trabalhos a respeito das ligas de Fe-Al dopadas com boro, foram utilizados trabalhos relacionados com as ligas $(\text{Fe}_{85}\text{Al}_{15})_{99}\text{NbC}_1$, $(\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19})_{98}\text{B}_2$ e $(\text{Fe}_{83}\text{Ga}_{17})_{99}\text{B}_1$ para orientar o nosso trabalho [15; 59; 60].

2.4.1 Propriedades mecânicas

Como o material sofrerá grandes reduções em espessura durante a laminação, é fundamental que o mesmo possua boa ductilidade. Contudo, a adição de alumínio no ferro reduz a mobilidade das discordâncias, diminuindo a ductilidade

da liga. Por exemplo, a adição de 14% at. de Al é suficiente para modificar o modo de fratura de dúctil com empescoçamento para frágil sem empescoçamento [19].

Além da composição química, a presença das fases Fe(Al)- α e Fe₃Al também influencia nas propriedades mecânicas. A fase desordenada Fe(Al)- α deforma pela movimentação de discordâncias que podem utilizar diversos sistemas de deslizamento, sofrendo escalada e escorregamento cruzado. Assim, a formação de subgrãos e células são favorecidas e a tensão interna do material é aliviada. Entretanto, a fase ordenada Fe₃Al deforma plasticamente através da movimentação de superdiscordâncias que possuem baixa mobilidade. Estas se acumulam na frente de obstáculos como contornos de grão e a tensão interna do material aumenta [62].

Para transpor estas dificuldades, especialmente quando grandes reduções em espessura devem ocorrer, realiza-se o processo de laminação em temperaturas acima de 800°C, pois além de aumentar a ductilidade e diminuir a tensão de escoamento, a fase Fe(Al)- α é estabilizada, facilitando a formação de subgrãos e células que aliviam a tensão interna no material [25; 62; 63].

Em princípio, a adição de boro também melhoraria as propriedades mecânicas das ligas Fe-Al. Por exemplo, o limite de tração e ductilidade das ligas de Fe-Al contendo 40% - 45% at. Al aumentou após adicionar 300 – 500 ppm de boro. A presença da fase Fe₂B na região interdendrítica aumenta a coesão dos contornos de grão, modificando o modo de fratura de intergranular para transgranular [21; 64]. Os efeitos benéficos do boro nas propriedades mecânicas também foram observados para a liga de Fe-Ga dopada com boro [59].

2.4.2 Textura de laminação e recristalização das ligas Fe-X-Y*

Dependendo da estrutura cristalina, temperatura, tensão mecânica e tamanho de grão, alguns sistemas de deslizamento são ativados preferencialmente durante a deformação plástica. Consequentemente, é possível gerar uma textura durante a laminação, que em conjunto com as tensões internas introduzidas na laminação, diminuem os valores de magnetostricção [15; 59; 60; 65].

Para ligas de Fe-Al, tratamentos térmicos entre 600°C e 1000°C produzem amostras isotrópicas em decorrência da recristalização e crescimento de grão do

* X = Ga ou Al;
Y = B ou NbC.

material, aumentando a magnetostricção [60; 65]. Contudo, os maiores valores de magnetostricção ocorrem quando as amostras laminadas são tratadas entre 1100°C-1200°C, já que as texturas Cubo ou Goss são geradas pelo crescimento anormal de grão [60; 65].

O tempo do tratamento térmico também influencia na textura gerada. Por exemplo: ligas $(\text{Fe}_{85}\text{Al}_{15})_{99}\text{NbC}_1$ que foram tratadas em 1300°C tiveram a textura Cubo aumentada quando o tratamento passou de 3 horas para 24 horas. Já para as ligas $(\text{Fe}_{81}\text{Ga}_{19})_{98}\text{B}_2$ e $(\text{Fe}_{83}\text{Ga}_{17})_{99}\text{B}_1$, a melhor condição de textura ocorreu em 1200°C e 1100°C por 2 horas e 5 horas, respectivamente. Tempos de tratamento maiores que estes geravam uma fibra gama ou um desvio da textura cubo, diminuindo a magnetostricção [15; 59; 60].

Além do tempo e temperatura utilizados no tratamento térmico, a presença de partículas secundárias também podem gerar um crescimento anormal de grão. Em ligas de Fe-Ga-B, a fase Fe_2B esferoidiza durante o tratamento térmico e dificulta o crescimento dos grãos. Contudo, em altas temperaturas, essas partículas perdem o seu poder retardador e permitem que apenas alguns grãos cresçam, favorecendo o crescimento anormal de grão e a geração de textura [59; 60]. Até o presente momento, não foram encontrados trabalhos que utilizaram a fase Fe_2B para crescer grãos anormais nas ligas de Fe-Al.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Foram produzidas 3 ligas do sistema ternário Fe-Al-B, onde a porcentagem de boro é fixada em 1,6% atômico. As ligas estudadas nesse trabalho são $(\text{Fe}_{0,82}\text{Al}_{0,18})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ (liga A), $(\text{Fe}_{0,87}\text{Al}_{0,13})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ (liga B) e $(\text{Fe}_{0,79}\text{Al}_{0,21})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ (liga C).

3.1 PRODUÇÃO DAS LIGAS

Para produzir as ligas estudadas neste trabalho, foram utilizados os elementos: ferro (pureza de 99,8%), alumínio (99,999%) e boro (99,9%).

Para cada liga, 8 lingotes com 45 g foram produzidos utilizando um forno a arco (modelo Flükiger) com eletrodo não consumível de tungstênio e cadinho de cobre refrigerado à água. Para garantir a homogeneidade da composição química, os mesmos foram refundidos 5 vezes. A Figura 10 apresenta a fotografia dos 8 lingotes da liga A.

Figura 10 - Fotografia dos 8 lingotes da liga A obtidos por fusão a arco.

Fonte: Próprio autor.

Os 8 lingotes de cada composição foram refundidos em um forno ASTRO utilizando um tubo de alumina de diâmetro interno de 25 mm. É importante salientar que a utilização de atmosfera de argônio em ambas as fusões teve o intuito de minimizar a evaporação dos componentes das ligas. Os lingotes obtidos possuíam

por volta de 100 mm de comprimento e pesavam por volta de 330 g, como pode ser observado na Figura 11.

Figura 11 - Fotografia do lingote obtido no forno ASTRO.

Fonte: Próprio autor.

Posteriormente, foram cortadas duas chapas por eletroerosão da região central e dois cilindros com 6 mm de diâmetro, conforme desenho esquemático mostrado na Figura 12. Os cilindros foram utilizados para determinar os coeficientes piezomagnéticos das amostras com e sem tratamento térmico sob compressão. Já as chapas foram laminadas e tratadas termicamente com o intuito de produzir um material texturizado.

Figura 12 - Desenho esquemático da região na qual as chapas e cilindros foram retirados dos lingotes obtidos no forno ASTRO.

Fonte: Próprio autor.

Uma barra e uma chapa da liga C estão mostradas na Figura 13.

Figura 13 - Fotografia de uma barra cilíndrica e de uma chapa da liga C.

Fonte: Próprio autor.

3.2 MEDIDAS DE MAGNETOSTRICÇÃO

Extensômetros com um fator de sensibilidade de 2,17 e 350 Ω de resistência foram utilizados para medir a magnetostrição. Os mesmos foram colados utilizando o adesivo instantâneo LOCTITE 496 e os ensaios somente foram realizados após o tempo total de cura do adesivo (24 horas).

Para realizar a aquisição da tensão elétrica associada à deformação do extensômetro, utilizou-se uma ponte de Wheatstone da National Instruments (modelo NI 9237) em conjunto com um adaptador NI 9237 (National Instruments). Antes de cada medida, a ponte de Wheatstone era balanceada via *software* e calibrada utilizando uma resistência *shunt*. A tensão elétrica de excitação da ponte foi de 10 V.

3.3 MEDIDAS DE INDUÇÃO MAGNÉTICA

Uma bobina de captura com 80 espiras foi bobinada na região central da amostra utilizando um fio de cobre (AWG #37). A indução magnética foi medida utilizando um fluxímetro da marca LakeShore, modelo 480, ligado à bobina de captura. Para amenizar os erros sistemáticos produzidos por flutuações térmicas, aguardou-se o tempo de aquecimento do equipamento.

3.4 FONTE DE TENSÃO ELÉTRICA

Uma fonte de tensão elétrica da marca T43ektronix, modelo PWS4602, foi utilizada para energizar as bobinas de excitação e gerar o campo magnético. Devido ao fato da mesma ser monopolar, foi construída uma ponte H para inverter o sentido da corrente elétrica.

3.5 CONTROLE DOS INSTRUMENTOS

A partir de um programa criado pelo nosso grupo utilizando linguagem Labview 2012 versão 12.0, foi possível controlar a fonte de tensão elétrica e coletar os dados da ponte de Wheatstone e do fluxímetro.

3.6 ENSAIO QUASE-ESTÁTICO

Durante os ensaios quase-estáticos, uma máquina universal de ensaio mecânico eletromecânica da marca EMIC (modelo DL3000) foi utilizada para aplicar força nas amostras. Simultaneamente, um transdutor construído pelo nosso grupo foi utilizado para aplicar campo magnético ^[66]. O mesmo utiliza um núcleo magnético para direcionar o campo magnético produzido pelas bobinas de excitação até a amostra. A Figura 14 apresenta uma fotografia do transdutor com os componentes identificados ^[66].

Figura 14 – Fotografia do transdutor utilizado nos ensaios quase-estáticos.

Fonte: Próprio autor.

Para realizar os ensaios quase-estáticos, as amostras cilíndricas devem possuir por volta de 61 mm de comprimento e roscas com pelo menos 9,5 mm em cada extremidade. Dois rebaixamentos planos axissimétrico com 0,5 mm de profundidade foram produzidos por uma fresadora universal da marca ROMI, modelo U-30, para melhorar a aderência dos extensômetros. A amostra pronta para o ensaio quase-estático está mostrada na Figura 15.

Figura 15 - Fotografia da liga C após o rebaixamento.

Fonte: Próprio autor.

A superfície dos entalhes foi lixada, limpa com acetona e mergulhada em álcool isopropílico por 10 minutos no ultrassom. Estes procedimentos visaram melhorar a aderência do extensômetro, garantindo uma maior confiabilidade nas medidas de magnetostricção. Posteriormente, dois extensômetros longitudinais e um transversal foram colados na amostra para medir a magnetostricção longitudinal e transversal, respectivamente. A Figura 16 apresenta a posição dos mesmos nas amostras com formato cilíndrico.

Figura 16 - Desenho esquemático do posicionamento dos 3 extensômetros ativos.

Fonte: Próprio autor.

Após a adição dos extensômetros e da bobina de captura, a amostra é inserida no transdutor apresentado na Figura 14 e levada para o interior da máquina de ensaio, como mostra a Figura 17.

Figura 17 – Fotografia do transdutor completo dentro da máquina de ensaio.

Fonte: Próprio autor.

No primeiro ensaio quase-estático, deseja-se estudar como a magnetostricção e a indução magnética das ligas variavam em função da aplicação de uma tensão de compressão. As amostras eram desmagnetizadas e o fluxímetro configurado em 0 T antes da força de interesse (500 N, 1500 N, 2500 N, 3500 N, 4500 N ou 4900 N) ser aplicada. Posteriormente, a ponte de Wheatstone era balanceada e o campo magnético aumentava até 35 kA/m com um taxa de 1 kA/sm, retornando para 0 kA/m com a mesma taxa. A tensão era então removida e o procedimento repetido com outra força de interesse. As derivadas destas curvas produzem, respectivamente, o valor do coeficiente piezomagnético d_{33} e a permeabilidade magnética.

No segundo ensaio quase-estático, deseja-se estudar como a indução magnética da amostra varia com a tensão de compressão, mantendo o campo magnético fixo. Antes de aplicar o campo, as amostras eram desmagnetizadas e o fluxímetro configurado em 0 T. O campo magnético então aumentava até 35 kA/m com uma taxa de 1 kA/sm, diminuindo até o valor do campo magnético de interesse (1,0 kA/m, 1,9 kA/m, 3,9 kA/m, 5,8 kA/m, 7,7 kA/m ou 11,6 kA/m). Este permanecia constante ao longo de todo ensaio. Posteriormente, a máquina de ensaio comprimia a amostra até atingir 4900 N e depois aliviava a carga até 0 N. Ao fim do ensaio, o campo magnético era removido e o procedimento repetido com outro campo magnético de interesse. A derivada desta curva produz o valor do coeficiente piezomagnético d_{33}^* .

3.7 TRATAMENTO TÉRMICO SOB COMPRESSÃO

Antes de realizar o tratamento térmico sob compressão (TC), os cilindros prontos para o ensaio quase-estático (Figura 15) foram tratados termicamente para homogeneizar a composição química e eliminar tensões residuais geradas na solidificação. As amostras foram encapsuladas em atmosfera de argônio e tratadas termicamente em 1100°C por 72 h utilizando uma mufla da marca Jung, modelo 0713. Para realizar o TC, foi utilizada uma máquina de ensaios universal EMIC, modelo DI 10000, com forno acoplado. A Figura 18 apresenta uma fotografia do sistema utilizado para realizar este processamento termomecânico.

Foi aplicada uma tensão de compressão de 100 MPa e o forno foi ligado. Para compensar o aumento da pressão gerada pela dilatação térmica, a tensão foi mantida entre 90 e 110 MPa. Assim que o forno atingiu a temperatura de tratamento, 500°C, foi aguardado 15 minutos para homogeneizar a temperatura da amostra e 10 minutos para o TC. Durante esse período, a tensão foi mantida entre 95 MPa e 105 MPa. Finalizado o tempo do ensaio, a amostra foi resfriada no forno e a tensão de compressão mantida na faixa de 90 a 110 MPa até a temperatura atingir 100°C. Os parâmetros e procedimentos utilizados no tratamento térmico sob compressão foram baseados em artigos que estudavam as propriedades magnéticas das ligas Fe-Ga e Fe-Al submetidas ao TC [12; 23; 24; 54; 56; 57; 58].

As ligas A e B foram identificadas como A-TC e B-TC após o tratamento térmico sob compressão e as suas superfícies foram lixadas para retirar a oxidação gerada. Infelizmente, não foi possível avaliar a influência do TC para a liga C, pois a mesma fraturou durante o ensaio.

Figura 18 – Fotografia do sistema utilizado para a realização do TC.

3.8 LAMINAÇÃO E RECRISTALIZAÇÃO

As chapas retiradas da região central do lingote mostrado na Figura 12 foram tratadas termicamente em 1100°C durante 3 h para homogeneizar a composição química e aliviar as tensões residuais geradas na solidificação. Nesta condição, a amostra foi classificada como “pré-laminada” (PL).

O processo de laminação foi realizado no Departamento de Engenharia de Materiais utilizando um laminador da marca FENN, modelo 4-105. Para que fosse possível realizar grandes reduções de espessura sem fraturar o material, 3 passos de laminação foram realizados em 900°C e 3 em 500°C. O último passo de laminação foi realizado a frio para introduzir defeitos na amostra, atingindo uma espessura de 0,7 mm. Nesta condição, as amostras foram identificadas como “laminadas” (L). É importante salientar que as amostras foram encapsuladas em um tubo de aço inox para reduzir a oxidação gerada durante o processo de laminação a quente. As temperaturas e os passos de redução foram baseados na literatura e a Tabela 1 apresenta os valores das espessuras para cada passo ^[59; 60; 61; 67; 68; 69; 70].

Tabela 1- Espessura das amostras com o tubo de aço após os passos realizados em 900°C, 500°C e temperatura ambiente.

Temperatura (°C)	Passo	Espessura (mm) amostras + tubo de aço
Inicial	0	7
	1º	5
	2º	4,2
900	3º	3,2
	4º	2,8
	5º	2,1
500	6º	1,8
	7º	1,6
Ambiente		

Fonte: Próprio autor.

As amostras laminadas foram tratadas termicamente em 1200°C utilizando um forno tubular da marca Lindberg/Blue M, modelo STF54434C, por 2 horas e resfriadas lentamente. Nesta condição, as amostras foram classificadas como “tratadas termicamente” (TT).

Para medir a magnetostricção e a indução magnética das amostras com formato de chapas, foi usado um dispositivo semelhante ao utilizado nos ensaios quase-estáticos (Figura 14). A Figura 19 apresenta uma fotografia do mesmo.

Figura 19 - Dispositivo para medir a magnetostricção e indução magnética das ligas A, B e C com formato de chapas.

Fonte: Próprio autor.

O dispositivo em questão é composto por um núcleo magnético de ferrita no formato de U* e uma bobina de excitação localizada no centro do dispositivo. A aplicação de uma corrente elétrica na bobina cria um campo magnético em seu interior, local onde se localiza a amostra, que percorre o núcleo magnético para fechar o circuito magnético.

A Figura 20 mostra a amostra no formato de chapa com os extensômetros longitudinal e transversal colados e a bobina de captura. O preparo foi o mesmo para as amostras pré-laminada (PL), laminada (L) e tratadas termicamente (TT).

* Os núcleos foram doados pela empresa Thornton Eletrônica Ltda., localizada em Vinhedo-SP

Figura 20 - Amostra com os extensômetros e a bobina de captura.

Fonte: Próprio autor.

3.9 MICROSCOPIA

A avaliação da microestrutura foi realizada na região onde os extensômetros foram colados, utilizando um microscópio eletrônico de varredura da marca Hitachi, modelo TM3000. As amostras foram embutidas, lixadas* e polidas mecanicamente com uma solução de sílica coloidal da marca Struers, modelo OP-U. Após o preparo metalográfico, as amostras foram atacadas por 20 segundos com uma solução de Nital 10% em volume.

3.10 ANÁLISE DE TEXTURA

Para avaliar presença de textura nas amostras com formato de chapas após o tratamento térmico, um microscópio eletrônico de varredura da marca FEI (modelo Inspect S50) utilizando a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD) foi utilizado.

3.11 DIFRATOMETRIA DE RAIOS X

As amostras foram submetidas à difratometria de raios X utilizando um difratômetro da Shimadzu XRD6000 com radiação de molibdênio. A medida foi realizada entre $18,0^\circ$ até $36,0^\circ$ (2θ) com passo de $0,02^\circ$ por 5 segundos.

* As lixas utilizadas possuíam a granulometria de #1500, #2400 e #4000.

3.12 DUREZA

Utilizou-se um microdurômetro da empresa Buehler, modelo 6820, para a medição da dureza nas amostras com formato de chapa. Para cada amostra, realizou-se a média de 15 medidas utilizando uma força de 15 kgf.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

É importante lembrar que as composições químicas das ligas A, B e C são respectivamente $(\text{Fe}_{0,82}\text{Al}_{0,18})_{98,4}\text{B}_{1,6}$, $(\text{Fe}_{0,87}\text{Al}_{0,13})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ e $(\text{Fe}_{0,79}\text{Al}_{0,21})_{98,4}\text{B}_{1,6}$. Além disso, as ligas A e B que foram tratadas termicamente sob compressão são denominadas neste trabalho como Liga A-TC e Liga B-TC.

4.1 AMOSTRAS COM FORMATO CILÍNDRICO

4.1.1 Difratometria de raios X - DRX

O difratograma de raios X da liga C está apresentado na Figura 21, onde as curvas em preto, azul, vermelho e verde correspondem respectivamente ao resultado experimental e aos padrões das fases Fe_2B , Fe_3Al e $\text{Fe}(\text{Al})-\alpha$. Os difratogramas de raios X das ligas A, A-TC, B e B-TC estão apresentados no Apêndice A, respectivamente nas Figuras 49 e 50.

Figura 21 - Difrátograma de raios X para a liga C com formato cilíndrico.

Fonte: Próprio autor.

A partir da análise dos difratogramas de raios X foi possível identificar a presença das fases Fe_2B e Fe_3Al e/ou $\text{Fe(Al)-}\alpha$. As reflexões relacionadas com a fase Fe_2B foram identificadas nos ângulos (2θ) $20,3^\circ$, $25,1^\circ$ e $34,3^\circ$ para os planos (211), (202) e (330), respectivamente. Em relação às fases Fe_3Al e $\text{Fe(Al)-}\alpha$, a similaridade entre as estruturas A2 e D0_3 não permite identificar se apenas uma ou ambas as fases estão presentes [16; 20; 35; 36]. Assim, os picos relacionados com as fases $\text{Fe}_3\text{Al/Fe(Al)-}\alpha$ foram identificados nos ângulos (2θ) $19,9^\circ$, $28,1^\circ$ e $34,8^\circ$ para os planos (220)/(110), (400)/(200) e (422)/(221), respectivamente.

Entretanto, a realização de uma nova difratometria de raios X na mesma superfície, mas em uma região diferente da apresentada na Figura 21, indica uma intensidade relativa diferente dos picos das reflexões de raios X, como pode ser observado na Figura 22.

Figura 22 - Difratograma de raios X para a liga C com formato cilíndrico.

Fonte: Próprio autor.

As posições angulares das reflexões apresentados nas Figuras 21 e 22 são praticamente iguais, indicando que as fases identificadas nos difratogramas são as mesmas. Entretanto, como a intensidade relativa entre os picos varia, pode-se supor que o tamanho dos grãos é comparável ao feixe de raios X, i.e., não é possível

utilizar a difratometria de raios X para analisar qualitativamente a textura do material de partida. Esse comportamento também foi observado para as ligas A, A-TC, B e B-TC.

De maneira análoga às ligas A e C, as ligas A-TC e B-TC apresentam as fases Fe_2B e Fe_3Al e/ou $\text{Fe(Al)-}\alpha$. Entretanto, uma nova reflexão apareceu no ângulo (2θ) 31° para a liga A-TC, como mostra a seta vermelha inserida na Figura 23.

Figura 23 - Difratogramas de raios X das ligas A-TC.

Fonte: Próprio autor.

Esta nova reflexão corresponde ao plano (331) da estrutura D0_3 . Em decorrência da quantidade de alumínio da liga A, a mesma se encontra próxima da região bifásica $\text{Fe(Al)-}\alpha + \text{Fe}_3\text{Al}$, favorecendo a formação da fase ordenada durante o TC em 500°C . Em relação à liga B-TC, nenhuma reflexão relacionada com a fase Fe_3Al foi encontrada.

4.1.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

A Figura 24 apresenta duas imagens realizadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) para a liga C nas ampliações de 250x e 500x. As micrografias das ligas A, A-TC, B e B-TC estão apresentadas no Apêndice B, respectivamente nas Figuras 51 e 52.

Figura 24 - Micrografia da liga C para duas ampliações: (a) 250x e (b) 500x.

Fonte: Próprio autor.

As micrografias indicam que as ligas possuem uma fase secundária dispersa na matriz. De acordo com as fases identificadas na difratometria de raios X e artigos da literatura, a matriz corresponde às fases $\text{Fe(Al)-}\alpha$ e/ou Fe_3Al , com estrutura A2 e D03 respectivamente, e a fase secundária corresponde à fase Fe_2B [16; 20; 71; 72]. É importante salientar que para as ligas de Fe-Ga e Fe-Al dopadas com boro, a fase Fe_2B das amostras como fundidas se encontra em um microconstituente eutético presente na região do contorno de grão. Contudo, devido ao tratamento térmico para homogeneização da composição química, a mesma se esferoidiza [16]. Conforme se observa nas Figuras 51 e 52 do Apêndice B, não houve variação da microestrutura entre as amostras somente tratadas e as tratadas termicamente sob compressão.

4.1.3 Ensaio quase-estático

As ligas A, A-TC, B, B-TC e C foram submetidas aos ensaios quase-estáticos para avaliar a influência das tensões de compressão e campo magnético aplicado nos valores de indução magnética e magnetostricção. A partir destes resultados, foi

possível determinar a permeabilidade magnética relativa e os coeficientes piezomagnéticos d_{33} e d_{33}^* .

4.1.3.1 Indução magnética vs. campo aplicado – Tensão de compressão constante

A Figura 25 apresenta as curvas de indução magnética (B) da liga B-TC em função do campo aplicado (H) para diversas tensões de compressão (σ). As curvas de indução magnética das ligas A, A-TC, B e C estão apresentadas no Apêndice C, nas Figuras 53 e 54.

Figura 25 - Curvas de indução magnética da liga B-TC, para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

O aumento do módulo da tensão de compressão diminui a inclinação da curva B vs. H, reduzindo o valor da indução magnética máxima atingida em 35 kA/m. Este comportamento também ocorreu para as ligas A, A-TC, B e C, como pode ser observado nas Figuras 53 e 54 (Apêndice C). A Figura 26 apresenta os valores de indução magnética máxima, para o campo aplicado de $H = 35$ kA/m, para as ligas A, B e C em função da tensão de compressão.

Figura 26 - Valores da indução magnética máxima ($H = 35 \text{ kA/m}$) para as ligas A, B e C em função da tensão de compressão.

Fonte: Próprio autor.

Em $\sigma = 0 \text{ MPa}$, o maior valor de indução magnética aconteceu para a liga B, com 1,66 T. As ligas A e C possuem 1,47 T e 1,32 T respectivamente. Estes resultados estão coerentes com a composição química das amostras, já que as ligas B e C possuem a maior e menor quantidade de ferro respectivamente. Conforme discutido no tópico 2.1.2.2, a adição de alumínio reduz o momento magnético dos átomos de ferro, diminuindo a indução magnética. Além disso, é possível que seja formada nas ligas A e C a fase Fe_3Al , que possui um menor momento magnético por átomo de Fe quando comparada com a fase $\text{Fe}(\text{Al})-\alpha$ [37; 38; 39].

A Figura 27 apresenta os valores de indução magnética máxima ($H = 35 \text{ kA/m}$) para as ligas A, A-TC, B e B-TC em função da tensão de compressão.

Figura 27 - Valores da indução magnética máxima ($H = 35 \text{ kA/m}$) para as ligas A, A-TC, B e B-TC em função da tensão de compressão.

Fonte: Próprio autor.

Após o TC, a indução magnética máxima das ligas A-TC e B-TC reduziu respectivamente 12,1% e 1,3% em comparação com as ligas A e B somente tratadas termicamente. A razão pela qual a redução da indução magnética máxima da liga A-TC foi muito maior que a da liga B-TC está relacionada com a formação da fase ordenada Fe_3Al após o TC, já que o momento magnético dos átomos de ferro nesta estrutura é inferior ao da fase $\text{Fe}(\text{Al})-\alpha$ (A2) [37; 38; 39].

Além disso, a tensão residual gerada pelo TC dificulta a rotação dos domínios, diminuindo a permeabilidade magnética da liga [22; 56]. Como consequência, o valor da indução magnética máxima ($H = 35 \text{ kA/m}$) é menor do que a amostra sem tratamento.

Independente da amostra ser tratada termicamente ou não, a indução magnética máxima diminui conforme o módulo da tensão de compressão aumenta. As tensões de compressão introduzem uma anisotropia magnetocristalina que dificulta o alinhamento dos momentos magnéticos com o campo aplicado, consequentemente, a permeabilidade magnética diminui e o campo magnético necessário para saturar a amostra aumenta [13; 28].

4.1.4 Permeabilidade magnética relativa vs. campo aplicado – Tensão de compressão constante

A permeabilidade magnética é dada por $\mu = dB/dH$, sendo a permeabilidade relativa $\mu_r = \mu/\mu_0$ (μ_0 a permeabilidade relativa do vácuo) comparável à susceptibilidade magnética para materiais ferromagnéticos. A permeabilidade relativa da liga B-TC pode ser observada na Figura 28 para vários valores de compressão. Os resultados da liga A, A-TC, B e C estão mostrados no Apêndice D, nas Figuras 55 e 56.

Figura 28 - Permeabilidade relativa da liga B-TC para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa). O gráfico inserido corresponde a uma ampliação da região entre 0 e 6 kA/m.

Fonte: Próprio autor.

A permeabilidade relativa, ou inclinação da curva B vs. H, é máxima na região onde o campo magnético tende a zero. Conforme o campo magnético aumenta, a permeabilidade magnética diminui até valores próximos de zero em 35 kA/m, pois quando o material está próximo da saturação, $B \sim \text{constante}$ e $dB/dH \sim 0$. Este

comportamento ocorre independente da compressão aplicada, onde somente o valor da permeabilidade relativa máxima ($\mu_{r|Max}$) diminui com o aumento do módulo da compressão, como pode ser observado no gráfico inserido na Figura 28.

A Figura 29 apresenta a $\mu_{r|Max}$ das ligas A, B e C em função da tensão de compressão. Para as ligas estudadas neste trabalho, este valor corresponde à permeabilidade relativa quando $H \approx 0$ kA/m.

Figura 29 - Valores da permeabilidade relativa máxima ($H \approx 0$ kA/m) para as ligas A, B e C sob compressão.

Fonte: Próprio autor.

Na condição isenta de tensão, $\sigma = 0$ MPa, a liga C é a que possui a maior permeabilidade magnética relativa, com 363. As ligas B e A possuem por volta de 351 e 245, respectivamente. Quando um campo magnético externo é aplicado ao material, os momentos magnéticos rotacionam para se orientar na direção do mesmo, magnetizando a amostra. Conforme o módulo da tensão de compressão aumenta, a permeabilidade relativa diminui gradativamente até atingir seu menor valor em 180 MPa. Nesta tensão, a permeabilidade relativa das ligas C, B e A diminui respectivamente 58%, 52% e 41%, atingindo 153, 167 e 144. Tensões de compressão externas orientam os momentos magnéticos perpendicularmente à

direção da força. Como consequência, o campo magnético necessário para que os momentos magnéticos se alinhem com o campo externo aumenta, já que é necessário vencer a resistência imposta pela tensão de compressão [13; 28].

Em relação às amostras tratadas termicamente sob compressão, as ligas A-TC e B-TC tiveram comportamentos diferentes, como mostra a Figura 30.

Figura 30 - Valores da permeabilidade relativa máxima ($H \approx 0$ kA/m) para as ligas A, A-TC, B e B-TC sob compressão.

Fonte: Próprio autor.

Independente da tensão de compressão, a permeabilidade relativa da liga B-TC é menor que a da liga B. Conforme discutido no tópico anterior, a tensão residual gerada pelo TC adiciona uma resistência à rotação dos momentos magnéticos, diminuindo a permeabilidade relativa [22; 23; 49; 56]. Entretanto, a permeabilidade relativa da liga A-TC aumentou 47% na ausência de tensões mecânicas e somente após 18 MPa os valores de permeabilidade relativa foram inferiores à da liga sem tratamento. O comportamento anômalo da liga A-TC para tensões inferiores a 18 MPa pode estar relacionado com o surgimento da fase ordenada Fe_3Al ($D0_3$) durante o TC, já que tanto a magnetização de saturação quanto a anisotropia magnetocristalina das ligas A e A-TC são diferentes.

4.1.5 Magnetostricção vs. campo aplicado – Tensão de compressão constante

O resultado da aplicação de tensões compressivas nas curvas de magnetostricção longitudinal (λ_{Long}) e transversal (λ_{Trans}) para a liga B-TC pode ser observado na Figura 31. Os resultados das ligas A, A-TC, B e C estão mostrados no Apêndice E, nas Figuras 57, 58, 59 e 60.

Figura 31 - Valores de magnetostricção longitudinal (a) e transversal (b) da liga B-TC para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

A aplicação de tensões compressivas aumenta o valor da magnetostricção longitudinal e transversal quando o campo magnético é próximo de 35 kA/m. Entretanto, para tensões superiores a 54 MPa, o campo magnético aplicado pelo transdutor não é suficiente para saturar as amostras. A Figura 32 apresenta os valores de magnetostricção longitudinal em $H = 35$ kA/m para as ligas A, B e C.

Figura 32 – Valores de magnetostricção longitudinal em $H = 35$ kA/m para as ligas A, B e C sob compressão.

Fonte: Próprio autor.

As magnetostricções das ligas A, B e C aumentaram com o módulo da tensão de compressão de 18 ppm (A), 33,4 ppm (B) e 27,6 ppm (C) para 28,8 ppm (162 MPa), 53,6 ppm (126 MPa) e 31,5 ppm (162 MPa), respectivamente. Esses aumentos correspondem a 60%, 60,8% e 14,1% respectivamente. Entretanto, a partir de 126 MPa para a liga B e de 162 MPa para as ligas C, as magnetostricções longitudinais diminuíram.

Conforme explicado no tópico 4.1.4, a aplicação de tensões de compressão introduz uma anisotropia uniaxial no material que orienta os domínios magnéticos perpendicularmente à direção da força ^[73]. Consequentemente, uma maior

quantidade de paredes de domínio com 90° é gerada e um aumento da magnetostricção ocorre. Em altas tensões de compressão, todos os momentos magnéticos já estão orientados perpendicularmente ao campo magnético e a magnetostricção atinge a sua saturação. Como a tensão de compressão também diminui a permeabilidade magnética (Figura 29), a diminuição da magnetostricção para as tensões de 177 MPa está relacionada com o fato do transdutor não conseguir aplicar o campo magnético necessário para saturar o material.

A Figura 33 apresenta os valores de magnetostricção longitudinal em $H = 35 \text{ kA/m}$ para as ligas A, A-TC, B e B-TC.

Figura 33 – Valores de magnetostricção longitudinal em $H = 35 \text{ kA/m}$ para as ligas A, A-TC, B e B-TC sob compressão.

Fonte: Próprio autor.

Após o TC, a magnetostricção longitudinal máxima na ausência de compressão, $H = 35 \text{ kA/m}$ e $\sigma = 0 \text{ MPa}$, aumentou de 18 ppm (A) e 33,4 ppm (B) para 25,3 ppm e 45 ppm, respectivamente para as ligas A e B. Ou seja, um aumento de 40% e 35% ocorreu para a magnetostricção longitudinal sem que nenhuma

tensão externa fosse aplicada durante o ensaio, indicando que o tratamento térmico em 500°C e 100 MPa foi efetivo para introduzir uma anisotropia magnetocristalina extrínseca no material. Esse comportamento também foi reportado para as ligas de Terfenol-D, $\text{Fe}_{81,6}\text{Ga}_{18,4}$ / $\text{Fe}_{79,1}\text{Ga}_{20,9}$ (solidificada direcionalmente) e $\text{Fe}_{75,3}\text{Ga}_{24,7}$ / $\text{Fe}_{71}\text{Ga}_{29}$ (monocristais) submetidas ao tratamento térmico sob compressão [22; 50; 74].

De maneira análoga as ligas sem TC, o aumento da compressão externa durante o ensaio aumentou a magnetostricção máxima de 25,3 ppm (A) e 44,5 ppm (B) para 26,6 ppm (126 MPa) e 66,8 ppm (126 MPa), o que corresponde a um aumento de 5,1% e 48,5% respectivamente.

4.1.6 Coeficiente piezomagnético (d_{33}) vs. campo magnético – Tensão de compressão constante

As inclinações das curvas de magnetostricção longitudinal representam o coeficiente piezomagnético d_{33} ($d_{33} = d\lambda / dH$) e correspondem à sensibilidade da liga como atuador. Para cada tensão de compressão, as curvas de λ_{Long} vs. H foram derivadas e tratadas com a ferramenta *Smoothing* do *software Origin*. Os valores de d_{33} da liga B-TC em função do campo magnético para diversas tensões de compressão podem ser visualizados na Figura 34. Os resultados das ligas A, A-TC, B e C estão mostrados no Apêndice F, respectivamente nas Figuras 61 e 62.

Figura 34 – Coeficiente piezomagnético d_{33} vs. H da liga B-TC para diferentes tensões de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

Como o coeficiente d_{33} corresponde à inclinação da curva λ vs. $H|_{\sigma}$, o seu pico ($d_{33 \max}$) ocorrerá para o campo magnético que gerar a maior variação de $\Delta\lambda/\Delta H$. As curvas apresentadas nas Figuras 33, 61 e 62 podem ser utilizadas para determinar em qual campo magnético o material possui a maior sensibilidade como atuador, i.e., o maior valor de d_{33} . Por exemplo: em aplicações na qual a liga B-TC esteja submetida a 162 MPa (curva azul), um campo magnético de 10,6 kA/m (linha preta) deve ser aplicado para se obter a maior sensibilidade possível (3,3 nm/A). Entretanto, caso essa tensão mude para 18 MPa (curva marrom) e o campo magnético continue em 10,6 kA/m, a sensibilidade do material será 2 nm/A. Esse valor é 53,5% menor que os 4,3 nm/A gerados para o campo aplicado de 3,4 kA/m.

Embora a magnetostricção longitudinal de saturação aumente com a aplicação da compressão (Figura 31), uma diminuição do coeficiente $d_{33 \max}$ e um aumento do campo magnético necessário para atingir o valor máximo ocorrem. A Figura 35 (a) apresenta os valores do $d_{33 \max}$ e a Figura 35 (b) o campo magnético ($H_{\max}$) necessário para atingir esses valores.

Figura 35 - Valores do (a) coeficiente piezomagnético máximo ($d_{33\text{ max}}$) e (b) campo magnético necessário para atingir o $d_{33\text{ max}}$ das ligas A, B e C em função da tensão de compressão.

Fonte: Próprio autor.

Segundo a Figura 35 (a), na condição sem compressão, $\sigma = 0$ MPa, a liga B é a que apresenta o maior valor do coeficiente d_{33} com 3,5 nm/A. As ligas C e A possuem 2,3 nm/A e 1,6 nm/A, respectivamente. Conforme o módulo da tensão de compressão aumenta, o valor máximo do coeficiente d_{33} diminui para todas as ligas. Em 177 MPa, as ligas B, C e A possuem 2,5 nm/A, 1,3 nm/A e 1,3 nm/A, o que representa uma diminuição de 29% (B), 44% (C) e 19% (A).

Em relação à Figura 35 (b), o campo magnético necessário para que os valores máximos de d_{33} possam ser alcançados aumenta conforme o módulo da tensão de compressão aumenta. A liga B teve um aumento de 366% do campo magnético necessário para se atingir o pico do coeficiente d_{33} , passando de 2,9 kA/m (0 MPa) para 13,5 kA/m (177 MPa). As ligas A e C tiveram um aumento de 201% e 100% respectivamente, onde os campos magnéticos aumentaram de 3,9 kA/m (A) e 3,9 kA/m (C), na ausência de tensões compressivas, para 11,6 kA/m (A) e 7,7 kA/m (C), com uma tensão compressiva de 177 MPa.

Analogamente às curvas de $\mu_r|_{\text{Max}}$ vs. H mostradas na Figura 29, a rotação dos momentos magnéticos é dificultada pela tensão de compressão externa e um campo magnético maior é necessário para movimentar as paredes de domínio, diminuindo a inclinação da curva λ vs. $H|_{\sigma}$ (Figura 31). Como os valores do coeficiente d_{33} estão relacionados com a variação $\Delta\lambda/\Delta H$, os valores máximos de d_{33} diminuem e os campos magnéticos necessários para atingir esses valores aumentam.

O TC se apresentou um procedimento eficiente para aumentar os valores do coeficiente d_{33} . A comparação entre os coeficientes piezomagnéticos d_{33} das ligas com e sem TC pode ser observada na Figura 36 (a) e o campo magnético (H_{max}) necessário para atingir esse valor na Figura 36 (b).

Figura 36 - Valores do (a) coeficiente piezomagnético máximo ($d_{33\text{max}}$) e (b) campo magnético necessário para atingir o coeficiente piezomagnético máximo das ligas A, A-TC, B e B-TC em função da tensão de compressão.

Fonte: Próprio autor.

Na condição isenta de compressão, os coeficientes d_{33} das ligas A e B aumentaram 95% e 33% respectivamente, crescendo de 1,6 nm/A (A) e 3,5 nm/A (B) para 3,2 nm/A e 4,6 nm/A após o TC. Independente da tensão de compressão aplicada, os coeficiente d_{33} das ligas TC são maiores que os das ligas sem tratamento. Em 177 MPa, os valores das ligas TC são 9,5% (A) e 23,6% (B) maiores que o das ligas sem tratamento, atingindo 1,4 nm/A e 3,1 nm/A, respectivamente.

Na condição isenta de tensão mecânica, $\sigma = 0$ MPa, o $H_{\max}$ das amostras TC diminuiu 50% (A-TC) e 16,9% (B-TC), quando comparado com a mesma liga sem tratamento. Os valores de campo magnético são 3,7 kA/m e 2,9 kA/m para a liga A-TC e B-TC respectivamente. O aumento da tensão de compressão aumenta o $H_{\max}$, onde a aplicação de 177 MPa aumentou o campo em 100% e 421,6% para as ligas A-TC e B-TC respectivamente. Os campos magnéticos necessários para atingir o coeficiente d_{33} máximo em 177 MPa são 7,7 kA/m (A-TC) e 12,6 kA/m (B-TC).

Durante o tratamento térmico sob compressão, os domínios magnéticos são orientados perpendicularmente à tensão mecânica ^[49]. Assim, como o campo magnético aplicado e a tensão do TC são paralelos, as ligas tratadas possuem mais paredes de 90° se movimentando durante a magnetização do que as amostras sem tratamento ^[22; 49; 54; 55]. Como consequência, a magnetostricção e o d_{33} aumentam.

Além disso, a anisotropia introduzida pelo tratamento térmico sob compressão reduz a anisotropia total das ligas de Fe-Al-B, diminuindo o campo magnético necessário para se atingir o valor máximo do coeficiente d_{33} ^[75]. Como a liga A-TC é composta pelas fases Fe(Al)- α /Fe₃Al e possui por volta de 18% at. de alumínio, a sua anisotropia magnetocristalina é menor que da liga B-TC ^[25; 75]. Assim, a redução da anisotropia total em decorrência da anisotropia introduzida pelo TC é mais pronunciada na liga A-TC e a diminuição do $H_{\max}$ é maior que a da liga B-TC, como pode ser observado na Figura 36 (b) ^[75].

O aumento do coeficiente d_{33} após o tratamento térmico sob compressão também foi reportado para uma liga de Terfenol-D, onde o coeficiente d_{33} aumentou de 16 nm/A para 30 nm/A ^[22]. Embora o coeficiente piezomagnético d_{33} do Terfenol-D seja maior que o das ligas estudadas neste trabalho, sua fragilidade impede que o material seja submetido às tensões de compressão maiores que 48 MPa. Além disto, um alto campo magnético de 159,4 kA/m é necessário para que o material atinja a saturação magnética ^[22].

É importante salientar que mesmo para a compressão de 177 MPa, os coeficientes piezomagnéticos d_{33} de todas as ligas são maiores que 1,0 nm/A. Este é considerado o valor mínimo necessário para aplicação em atuadores ^[1].

4.1.7 Indução magnética vs. tensão de compressão – Campo aplicado constante

Lembramos que neste experimento, o campo magnético é aplicado paralelamente ao eixo da barra e a partir desta situação, a tensão de compressão é gradativamente aumentada de zero a 177 MPa.

A Figura 37 exibe a variação da indução magnética (B) da liga B-TC em função da tensão de compressão (σ). As linhas grossas e finas indicam a variação da indução magnética quando a tensão de compressão aumenta e diminui, respectivamente. Os resultados das ligas A, A-TC, B e C estão mostrados no Apêndice G, respectivamente nas Figuras 63 e 64.

Figura 37 - indução magnética em função do aumento (linhas grossa) e diminuição (linha fina) da tensão de compressão, para a liga B-TC em diferentes campos magnéticos.

Observa-se na região livre de esforços mecânicos ($\sigma = 0$ MPa) que quanto maior o campo magnético aplicado, maior será o valor da indução magnética no início do ensaio. Esse comportamento é coerente, já que a energia magnetoestática sobrepõe à anisotropia magnetocristalina, alinhando os domínios magnéticos paralelamente ao campo [14; 52]. Durante a aplicação da tensão de compressão, a energia da compressão mecânica se sobrepõe à energia magnetoestática e os domínios magnéticos se alinham perpendicularmente à direção da tensão. Como consequência, a indução magnética diminui gradativamente conforme a tensão de compressão aumenta (linha grossa) [14; 52]. A diminuição da tensão de compressão (linha fina) permite que os momentos magnéticos retornem para a sua posição inicial e um aumento gradativo da indução magnética ocorre conforme a tensão é retirada.

As curvas apresentadas nas Figuras 36, 63 e 64 (Apêndice G) correspondem às curvas de calibração das ligas e podem ser utilizadas para converter a indução magnética em tensão mecânica. Por exemplo, caso a liga B-TC esteja magnetizada com um campo magnético de 5,8 kA/m (curva azul) e gere uma indução magnética de aproximadamente 0,89 T, é possível afirmar que o material está submetido a uma tensão de 80 MPa de compressão. Essa relação está mostrada na Figura 37 com as linhas pretas tracejadas. Entretanto, a precisão do sensor dependerá da variação $\Delta B/\Delta\sigma$, onde quanto maior for essa razão, maior será a sensibilidade do material. Dessa forma, as curvas apresentadas nas Figuras 36, 63 e 64 precisam ser derivadas, como mostra o tópico 4.1.8.

Observa-se entre as curvas do aumento (linha grossa) e diminuição (linha fina) da compressão a existência de uma pequena histerese para $\sigma \approx 0$, já que os valores inicial e final não são iguais. Como essa variação não é sistemática, a mesma pode estar relacionada com flutuações térmicas na medição do fluxímetro. Somente para a liga A-TC essa diferença é considerável.

4.1.8 Coeficiente piezomagnético (d_{33}^*) vs. tensão de compressão - Campo aplicado constante.

As inclinações das curvas de indução magnética em função da tensão de compressão representam o coeficiente piezomagnético d_{33}^* ($d_{33}^* = dB/d\sigma$) e correspondem à sensibilidade da liga como sensor. Para cada campo magnético, as

curvas B vs. σ foram ajustadas com um polinômio de 2º grau e derivadas. Os valores de d_{33}^* da liga B-TC em função da tensão de compressão para diversos campos magnéticos podem ser visualizados na Figura 38. Os resultados da liga A, A-TC, B e C estão localizados no Apêndice H, respectivamente nas Figuras 65 e 66.

Figura 38 – Coeficiente piezomagnético da liga B-TC, d_{33}^* vs. σ para diferentes campos magnéticos ($H = 1; 1,9; 3,9; 5,8; 7,7; 11,6$ kA/m).

Fonte: Próprio autor.

Independente do campo magnético, o coeficiente d_{33}^* varia linearmente com a tensão de compressão. No caso das retas que apresentam inclinação positiva, a tensão de compressão é capaz de rotacionar facilmente os momentos magnéticos da direção axial para radial do corpo de prova. Entretanto, conforme o campo magnético aumenta, os momentos magnéticos permanecem fortemente alinhados na direção axial da barra e as tensões compressiva necessárias para girar são maiores. Como consequência, a inclinação da curva se torna negativa.

A partir das retas apresentadas nas Figuras 37, 65 e 66 (Apêndice H) é possível determinar o campo magnético que gera a maior sensibilidade para uma determinada tensão de compressão. Por exemplo, caso a liga B-TC atue em uma

aplicação na qual a tensão de compressão máxima seja 83 MPa, o campo magnético de 5,8 kA/m (reta cyan) gerará os maiores valores do coeficiente d_{33}^* , ou seja, a maior sensibilidade. Entretanto, se a faixa de atuação variar entre 83 MPa e 131 MPa, as maiores sensibilidades ocorrerão para um campo magnético de 7,7 kA/m (reta magenta).

Assim, para facilitar a visualização dos coeficientes d_{33}^* , os valores máximos de sensibilidade para cada liga em função da tensão de compressão são apresentados na Figura 39. As cores correspondem ao campo magnético necessário para atingir os valores de sensibilidade máxima.

Figura 39 - Coeficiente piezomagnético d_{33}^* máximo para as ligas A (quadrado preto), B (círculo preto) e C (triângulo preto). As cores representam os campos magnéticos aplicados.

Fonte: Próprio autor.

Independente da tensão de compressão aplicada, a liga B foi a que apresentou o maior valor do coeficiente d_{33}^* , com os valores máximo e mínimos por volta de $2,5 \text{ T/GPa}|_{H = 3,9 \text{ kA/m}}$ em 0 MPa e $1,9 \text{ T/GPa}|_{H = 5,8 \text{ kA/m}}$ em 102 MPa,

respectivamente. Os valores máximos das ligas A e C foram $1,7 \text{ T/GPa}|_{H = 11,6 \text{ kA/m}}$ em 177 MPa e $1,8 \text{ T/GPa}|_{H = 5,8 \text{ kA/m}}$ em 0 MPa, respectivamente.

O TC se apresentou um procedimento eficiente para aumentar os valores do coeficiente d_{33}^* , conforme se observa na Figura 40.

Figura 40 - Coeficiente piezomagnético d_{33}^* máximo para as ligas A (quadrado preto), A-TC (quadrado branco), B (círculo preto), B-TC (círculo branco) e C (triângulo preto). As cores representam os campos magnéticos aplicados.

Fonte: Próprio autor.

Embora a liga A-TC possua uma sensibilidade maior que a da liga B-TC, a grande histerese observada na Figura 64 - (b) (Apêndice G) não é desejada em aplicações, já que a precisão do dispositivo seria prejudicada. Dessa forma, a liga B-TC foi a que apresentou os melhores valores do coeficiente d_{33}^* para todas as faixas de tensão. Em relação aos valores máximos e mínimos de sensibilidade da liga B-TC, houve um aumento de 12% e 6,3% quando comparado com a liga B, atingindo $2,8 \text{ T/GPa}|_{H = 5,8 \text{ kA/m}}$ em 0 MPa e $2 \text{ T/GPa}|_{H = 7,7 \text{ kA/m}}$ em 102 MPa.

Em condições termodinamicamente reversíveis, os valores dos coeficientes piezomagnéticos d_{33} e d_{33}^* precisam ser iguais ^[1]. Entretanto, como o

comportamento das curvas apresentadas nas Figuras 33, 36, 61, 62, 63 e 64 não são iguais, essa relação não é observada. Provavelmente, a aplicação do campo magnético e da tensão mecânica durante os ensaios quase-estáticos não foram lentas o suficiente para que o processo fosse termodinamicamente reversível.

4.2 AMOSTRAS COM FORMATO DE CHAPAS

Neste tópico serão apresentadas as caracterizações magnéticas e microestruturais das ligas A, B e C. Ao todos, foram estudadas 3 condições:

- PL = Amostra fundida e tratada termicamente (pré-laminada);
- L = Amostra laminada e não tratada termicamente;
- TT = Amostra laminada e tratada termicamente.

4.2.1 Difratometria de raios X - DRX

Os difratogramas de raios X da liga B nas condições PL, L e TT estão apresentados na Figura 41, onde as curvas apresentadas correspondem ao resultado experimental (em preto) e aos padrões das fases: Fe_2B (em azul), Fe_3Al (em vermelho) e $\text{Fe(Al)-}\alpha$ (em verde). Os difratogramas de raios X das ligas A e C estão apresentados no Apêndice I, respectivamente nas Figuras 67 e 68.

Figura 41 - Difratoograma de raios X para a liga B: (a) PL, (b) L e (c) TT.

Fonte: Próprio autor.

De maneira análoga aos difratogramas de raios X das amostras com forma cilíndrica, foram identificadas para as ligas A, B e C as fases Fe_2B e Fe_3Al e/ou $\text{Fe(Al)-}\alpha$. Os picos de maior intensidade localizados aproximadamente nos ângulos (2θ) 20° , $28,4^\circ$ e $34,9^\circ$ foram identificados como referente aos planos cristalinos (110)/(220), (200)/(400) e (211)/(422) das estruturas cristalinas A2/D03. Entretanto, devido à semelhança entre estas estruturas cristalinas, não foi possível identificar se os picos correspondem à fase Fe_3Al , $\text{Fe(Al)-}\alpha$ ou ambas ^[16; 20; 35; 36]. Somente para a liga B é possível afirmar que os picos correspondem somente à estrutura A2, já que não é esperada a fase Fe_3Al para essa composição ^[30; 32]. A fase Fe_2B foi identificada a partir dos picos localizados nos ângulos (2θ) $19,4^\circ$, $20,5^\circ$, $25,5^\circ$ e $34,3^\circ$, que correspondem aos planos (002), (211), (202) e (330). Estas fases já foram reportadas pela literatura onde a matriz é composta por Fe_3Al e/ou $\text{Fe(Al)-}\alpha$ e o constituinte interdendrítico corresponde à fase Fe_2B ^[16; 20].

A comparação entre a intensidade relativa dos picos experimentais com os picos do padrão em pó pode ser utilizada como uma medida qualitativa de textura. A Figura 42 apresenta essa comparação para as liga A, B e C, nas condições PL, L e TT, utilizando as fases $\text{Fe(Al)-}\alpha/\text{Fe}_3\text{Al}$ como padrão. Todos os picos foram normalizados em relação à intensidade do plano cristalino (110)/(220).

Conforme foi discutido no tópico 4.1.1, o tamanho de grão das amostras na condição PL é comparável ao feixe de raios X e portanto, a comparação entre a intensidade relativa dos difratogramas experimentais e dos padrões (barras em verde) não pode ser utilizado para determinar a presença de textura.

Para as amostras na condição L (barras em amarelo) a intensidade relativa dos planos (200)/(400) e (422)/(211) é inferior ao padrão, indicando que uma textura foi introduzida durante a laminação. Diversos artigos relacionados com as ligas Fe-Ga e Fe-Al reportaram o aparecimento das fibras γ ($\langle 111 \rangle \parallel$ direção normal à laminação) e fibra α ($\langle 110 \rangle \parallel$ direção de laminação) após a laminação ^[15; 59; 60; 65; 69]. Entretanto, a intensidade relativa das amostras na condição TT (barras em azul) é próxima do padrão, indicando que os grãos estão orientados aleatoriamente. Ou seja, as altas temperaturas utilizadas no tratamento térmico foram suficientes para produzir amostras sem textura em decorrência da recristalização dos grãos.

Figura 42 - Comparação das intensidades relativa dos picos obtidos por difratometria de raios X para as ligas A, B e C nas condições PL, L e TT. A intensidade relativa para o padrão das fases $\text{Fe}_3\text{Al}/\text{Fe}(\text{Al})-\alpha$ também é mostrada.

Fonte: Próprio autor.

4.2.2 Dureza

A Figura 43 apresenta a dureza das ligas A, B e C nas condições PL, L e TT. Os valores apresentados são a média aritmética de 15 medidas.

Figura 43 - Dureza das ligas A, B e C nas condições PL, L e TT.

Fonte: Próprio autor.

As ligas A, B e C possuem na condição PL uma dureza de 267 ± 15 HV (A), 265 ± 16 HV (B) e 305 ± 14 HV (C). Após a laminação, a dureza das ligas aumentou 12,4%, 20,8% e 17,7%, atingindo 300 ± 10 HV (A) 321 ± 13 HV (B) e 359 ± 7 HV (C). Como era de se esperar, o tratamento térmico realizados nas ligas A, B e C diminuiu a dureza para 261 ± 10 HV, 258 ± 6 HV e 286 ± 10 HV, respectivamente. Essa diminuição corresponde a 13% (A), 19,6% (B) e 25,5% (C).

Durante a deformação plástica gerada pelo processo de laminação, uma grande quantidade de defeitos cristalinos, como discordâncias e vacâncias, são introduzidos no material. Consequentemente, as tensões internas geradas pelos mesmos aumentam a dureza das ligas. Logo, a subsequente diminuição após o tratamento térmico é um indício de que os defeitos cristalinos foram eliminados durante a recristalização do material.

4.2.3 Microscopia eletrônica de varredura

A Figura 44 apresenta as imagens realizadas no microscópio eletrônico de varredura para a liga A nas condições PL, L e TT em duas ampliações diferentes. As micrografias das ligas B e C estão apresentadas no Apêndice J, respectivamente nas Figuras 69 e 70.

Figura 44- Micrografias da liga A para as condições PL (a-b), L (c-d) e TT (e-f) em duas ampliações para cada condição.

Fonte: Próprio autor.

A microestrutura das amostras PL é composta por um microconstituente eutético na região interdendrítica, como pode ser observado na Figura 44 (a-b). De acordo com as fases identificadas na difratometria de raios X e artigos da literatura, as dendritas correspondem às fases Fe(Al)- α e/ou Fe₃Al, com estrutura A2 e D03 respectivamente, e a região interdendrítica contém a fase Fe₂B [16; 20; 71; 72].

Após a laminação, Figura 44 (c-d), a microestrutura dendrítica formada na fusão se manteve inalterada. Contudo, a fase Fe₂B fraturou após a deformação mecânica em decorrência da sua fragilidade [50].

Em relação às amostras na condição TT, Figura 44 (e-f), a grande quantidade de contornos de grão convexos, setas vermelhas na Figura 44 (e), indicam que houve recristalização e crescimento de grão durante o tratamento térmico. Como o tamanho médio de grão foi $62,7 \pm 13,9 \mu\text{m}$; $76,9 \pm 20,3 \mu\text{m}$; $58,6 \pm 9,3 \mu\text{m}$ para as ligas A, B e C respectivamente, pode-se afirmar que não houve crescimento anormal de grão. Entretanto, os grãos gerados após o TT são menores que o tamanho das dendritas, assim, poderia-se afirmar que houve uma diminuição do tamanho de grão após a recristalização das amostras.

De acordo com a literatura, a diminuição da espessura das chapas e a modificação da atmosfera do tratamento térmico poderiam ajudar a crescer grãos anormais, gerando uma textura Goss [61; 69; 76].

Em relação à fase Fe₂B, a mesma esferoidizou durante o tratamento térmico. Esse resultado está coerente com a literatura, já que os contornos de grãos garantem uma grande mobilidade difusional. É importante salientar que para as amostras na condição TT, foi encontrado a presença da fase secundária no interior dos grãos (seta tracejada apresentadas na Figura 44 (f)). Como na condição PL essa fase somente está presente na região interdendrítica, é possível afirmar que a difusão ocorrida durante o tratamento térmico foi suficiente para promover a recristalização e o crescimento de grão [16].

Para confirmar que a recristalização das amostras TT não produziu nenhuma textura, a liga B na condição TT foi analisada utilizando a técnica de difração de elétrons retroespalhados (EBSD). A análise pode ser observada na Figura 45. Como nesta condição os grãos se apresentam orientados aleatoriamente, pode-se afirmar que não existe textura na amostra. Este resultado vai ao encontro do obtido com a difratometria de raios X mostrados na Figura 42.

Figura 45 – Análise da microtextura ao longo da direção normal da superfície da chapa da liga B na condição TT. DL e DT correspondem à direção de laminação e a direção transversal de laminação, respectivamente.

Fonte: Próprio autor.

4.2.4 Indução magnética vs. campo aplicado – Tensão de compressão nula

A Figura 46 apresenta as curvas de indução magnética da liga B nas condições PL, L e TT. As curvas de indução magnética (B) em função do campo aplicado (H) das ligas A e C estão apresentadas no Apêndice K, respectivamente na Figura 72 (a - b).

Figura 46 - Indução magnética vs. H , da liga B, para as condições PL, L e TT. O gráfico inserido corresponde a uma ampliação da região entre -1 e 1 kA/m.

Fonte: Próprio autor.

Como esperado, a aplicação de um campo magnético aumenta a indução magnética até a mesma atingir um valor próximo da saturação em 30 kA/m. Entretanto, como o campo magnético máximo gerado pela bobina de excitação não é suficiente para saturar magneticamente as amostras, a indução magnética produzida pelo maior campo magnético é chamada de indução magnética máxima ($B_{\max}$).

Os maiores e menores valores de $B_{\max}$ foram obtidos para as condições PL e L respectivamente. As amostras na condição TT obtiveram valores intermediários. A histerese das curvas B vs. H também foi influenciada pela laminação e tratamento térmico, como mostra os valores de campo coercivo (H_c) e remanência (H_r) presentes no gráfico inserido na Figura 46.

Na Tabela 2 são apresentados os valores da indução magnética máxima ($B_{\max}$), campo coercivo (H_c) e remanência (B_r) para as ligas A, B e C nas condições PL, L e TT.

Tabela 2 – Valores de indução magnética máxima, campo coercivo e remanência para as ligas A, B e C nas condições PL, L e TT.

Liga	Condição	B_s (T)	H_c (A/m)	B_r (T)
A	PL	1,44	66,5	0,09
	L	0,87	447,5	0,40
	TT	1,13	105	0,32
B	PL	1,68	52,5	0,02
	L	1,04	1041	0,48
	TT	1,20	240	0,18
C	PL	1,38	85,4	0,04
	L	1,01	1354	0,30
	TT	1,06	162	0,18

Fonte: Próprio autor.

Após a laminação, a indução magnética máxima ($B_{\max}$) das ligas A, B e C diminuiu respectivamente de 1,44 T, 1,68 T e 1,38 T para 0,87 T (A), 1,04 T (B) e 1,01 T (C). Essa redução corresponde a ~ 40% (A), 38% (B) e 27% (C). Entretanto,

o tratamento térmico aumentou os valores de indução magnética máxima em ~14%, 15% e 5%, atingindo 1,13 T (A), 1,2 T (B) e 1,06 T (C).

As discordâncias produzidas durante a laminação podem ser as responsáveis pela diminuição da $B_{\max}$. Este comportamento também foi reportado para ligas de Fe-C, onde os valores de indução magnética diminuíram após a deformação plástica [77].

Embora o tratamento térmico tenha recristalizado as amostras, eliminando os defeitos cristalinos, os valores da indução magnética máxima das amostras na condição TT são ~ 22% (A), 29% (B) e 23% (C) inferiores aos das amostras PL. As altas temperaturas e a quantidade de alumínio poderiam ter favorecido a formação da fase Fe_3Al nas ligas A e C. Dessa forma, como os átomos de ferro nesta fase possuem um valor de momento magnético menor que a fase $Fe(Al)-\alpha$, o valor de indução magnética diminuiria [37; 38; 39]. Entretanto, essa hipótese não se aplicaria para a liga B em decorrência da mesma se encontrar na região monofásica [30; 32].

Em relação à histerese da curva B vs. H, as amostras laminadas foram as que apresentaram os maiores valores de H_c e B_r . Quando comparados com as amostras PL, os valores de campo coercivo das ligas A, B e C aumentaram de 66,5 A/m, 52,5 A/m e 85,4 A/m para 447,5 A/m (A), 1041 A/m (B) e 1354 A/m (C), respectivamente. Os defeitos cristalinos gerados na laminação atuam como centros de aprisionamento das paredes de domínio o que dificulta a rotação dos momentos magnéticos, aumentando a área da histerese e consequentemente a perda histerética [60; 77].

No caso das ligas na condição TT, a recristalização dos grãos eliminou os defeitos cristalinos, diminuindo a área histerética. Como consequência, os valores de campo coercivo diminuíram até 105 A/m, 240 A/m e 162 A/m para as ligas A, B e C, respectivamente. Entretanto, de maneira análoga à $B_{\max}$, estes valores são maiores que o das amostras na condição PL. Como os contornos de grão também podem atuar como centros de aprisionamento da parede dos domínios, a diminuição do tamanho de grão após a recristalização poderia explicar a razão pela qual o campo coercivo e a remanência das amostras nas condições PL e TT não são iguais [77].

4.2.5 Permeabilidade magnética relativa vs. campo aplicado – Tensão de compressão nula

A permeabilidade magnética relativa em função do campo aplicado μ_r vs. H , da liga B pode ser observada na Figura 47. Os resultados das ligas A e C estão mostrados no Apêndice L, respectivamente na Figura 73 (a - b).

Figura 47 - Permeabilidade relativa vs. H da liga B nas condições PL, L e TT. O gráfico inserido corresponde a uma ampliação da região entre 0 e 6 kA/m.

Fonte: Próprio autor.

De maneira análoga às curvas das amostras com formato cilíndrico, a permeabilidade relativa na condição PL é máxima na região onde o campo magnético tende a zero, diminuindo com o aumento do mesmo até atingir valores próximos de zero em $H = 30$ kA/m. Após a laminação, o pico da permeabilidade relativa diminui e é deslocado para maiores valores de campo magnético quando comparado com a amostra PL. Entretanto, a curva retorna para valores próximos de zero após o tratamento térmico, onde o valor da mesma é maior que a da amostra

na condição PL. Estes comportamentos podem ser facilmente visualizados no gráfico inserido na Figura 47.

A Tabela 3 apresenta os valores de permeabilidade relativa máxima ($\mu_{r|Max}$) e do campo magnético necessário para atingir a permeabilidade relativa máxima ($H|\mu_{r\ max}$) das ligas A, B e C nas condições PL, L e TT. Também são apresentados os valores da permeabilidade relativa das ligas no formato cilíndrico (AC).

Tabela 3 - Valores de permeabilidade relativa máxima ($\mu_{r|Max}$) e do campo magnético necessário para atingir a permeabilidade relativa máxima ($H|\mu_{r\ max}$) das ligas A, B e C nas condições PL, L e TT e das ligas com formato cilíndrico (AC).

Liga	Condição	$\mu_{r Max}$	$H \mu_{r\ max}$ (kA/m)
A	AC	246	0
	PL	281,7	0
	L	241,2	0,9
	TT	350,1	0
B	AC	348,7	0
	PL	379	0
	L	296,2	0,9
	TT	462,6	0
C	AC	361,3	0
	PL	415,6	0
	L	143,1	0,9
	TT	673	0

Fonte: Próprio autor.

Como as amostras com formato cilíndrico e de chapa foram retiradas do mesmo lingote, seria de se esperar que os valores da permeabilidade relativa máxima AC e PL fossem semelhantes. Entretanto, as ligas A, B e C na condição PL possuem respectivamente uma permeabilidade relativa máxima 14,5%, 8,7% e 15% superior à das amostras cilíndricas (AC). Essa pequena variação pode estar relacionada com a forma de aplicação do campo magnético, já que os transdutores utilizados nos ensaios foram diferentes.

No caso das amostras na condição L, a $\mu_{r|Max}$ diminuiu de 281,7 (A), 379 (B) e 415,6 (C) na condição PL para 241,2 (A), 296,2 (B) e 143,1 (C) na condição L. A

grande quantidade de discordâncias e vacâncias criadas durante a laminação dificultam a movimentação das paredes de domínio durante a magnetização e consequentemente, a permeabilidade relativa diminui ^[60; 77]. Além disso, um campo magnético maior é necessário para sobrepor a “resistência” imposta pelos defeitos cristalinos, impedindo que material atinja a maior variação de dB/dH. Como consequência, o pico da permeabilidade relativa máxima é deslocado para maiores valores de campo magnético, onde para todas as ligas, esse valor foi de 0,9 kA/m.

Uma liga de Fe-Al-B solidificada direcionalmente apresentou um comportamento similar quando comprimidas com tensões superiores a 16 MPa. Analogamente à resistência imposta pelos defeitos cristalinos, a tensão compressiva introduz uma resistência à rotação das paredes de domínio que precisa ser superada pelo campo magnético aplicado para que a maior variação de dB/dH seja atingida. Consequentemente, a permeabilidade relativa da liga se apresentava na forma de um pico deslocado de $H \approx 0$ A/m ^[28].

O menor tamanho de grão das ligas TT e consequentemente uma maior quantidade de contornos de grão poderia atuar no sentido de diminuir a permeabilidade máxima comparativamente as ligas antes da laminação, PL, mas não foi o que ocorreu. Os valores da permeabilidade relativa máxima das ligas TT, A, B e C foram maiores que os das ligas PL por 24,3%, 22% e 62%, respectivamente. Como a magnetização inicial das ligas Fe-Al-B tem grande influência da fase secundária, a mudança na morfologia e distribuição da fase Fe₂B após o tratamento térmico poderia ser a responsável pelo aumento da $\mu_r|_{Max}$ das amostras na condição TT ^[48].

4.2.6 Magnetostricção vs. campo aplicado – Tensão de compressão nula

A Figura 48 apresenta as curvas de magnetostricção longitudinal (a) e transversal (b) em função do campo magnético aplicado H, da liga B, nas condições PL, L e TT. Os resultados equivalentes para as ligas A e C podem ser encontradas no Apêndice M, nas Figuras 73 e 74 respectivamente.

Figura 48 – Magnetostricção vs. H: longitudinal (a) e transversal (b) da liga B nas condições PL, L e TT.

Fonte: Próprio autor.

Os maiores valores de magnetostricção máxima longitudinal e transversal foram obtidos para a amostra na condição TT, enquanto que a condição L apresenta as menores deformações. De maneira análoga as curvas de indução magnética, Figura 46, as amostras L foram as que apresentaram a maior histerese quando comparada com as condições PL e TT. A Tabela 4 apresenta os valores de

magnetostricção longitudinal (λ_{Long}), a razão entre a magnetostricção longitudinal e transversal ($\lambda_{Long} / -\lambda_{Trans}$) e a magnetostricção total (λ_{Total}) das ligas A, B e C nas condições PL, L e TT, valores estes tomados para o campo de 35 kA/m. Também são apresentados os valores da magnetostricção das ligas no formato cilíndrico (AC).

Tabela 4 – Valores de magnetostricção longitudinal máxima (λ_{Long}), a razão entre a magnetostricção longitudinal e transversal ($\lambda_{Long} / -\lambda_{Trans}$) e a magnetostricção total (λ_{Total}) das ligas A, B e C nas condições PL, L e TT e das ligas com formato cilíndrico (AC).

Liga	Condição	λ_{Long}	$\lambda_{Long} / -\lambda_{Trans}$	λ_{Total}
A	AC	18	0,8	41
	PL	24,3	2	36,3
	L	10,1	1,1	18,9
	TT	28,4	1,5	47,4
B	AC	33,4	1,3	59,5
	PL	16,1	-3	10,8
	L	12,9	4,8	15,5
	TT	28,3	1,7	44,8
C	AC	27,6	3,2	36,1
	PL	27,9	2	41,7
	L	11,6	2,8	15,8
	TT	28,8	1,6	46,4

Fonte: Próprio autor.

Seria de se esperar que a magnetostricção longitudinal das amostras cilíndricas (AC) e das com formato de chapa na condição PL fossem iguais para cada composição, já que ambas as amostras foram retiradas do mesmo lingote. Entretanto, a magnetostricção das ligas com formato de chapa na condição PL é 35% (A), -51% (B) e 1,1% (C) diferente das amostras cilíndricas.

De maneira análoga aos resultados obtidos pela difratometria de raios X, o tamanho do extensômetro é comparável ao tamanho das dendritas presentes nas amostras AC e PL. Em outras palavras, os valores de deformação serão influenciados pela população de grãos na região onde os extensômetros foram

colados e as medidas de magnetostricção indicarão uma textura média diferente para cada amostra. Dessa forma, a região ativa do extensômetro deve ser muito maior que o tamanho dos grãos para que o valor da magnetostricção represente a amostra como um todo e não apenas um conjunto de grãos.

Em relação aos valores de magnetostricção longitudinal das amostras laminadas, uma redução de 58,4%, 19,9% e 58,4% ocorreu, atingindo 10,1 ppm, 12,9 ppm e 11,6 ppm para as ligas A, B e C respectivamente. Os defeitos introduzidos pela laminação na forma de vacâncias e discordâncias acabam por distorcer a rede cristalina e aumentar a rigidez elástica da matriz. Em ligas de Fe-C, a diminuição da magnetostricção após a deformação plástica foi associada à remoção das paredes de domínio com 90° [77]. Além disso, diversos trabalhos relacionados com as ligas Fe-Ga e Fe-Al atribuem a diminuição da magnetostricção após a laminação com a geração de texturas indesejadas, como a fibras γ ($\langle 111 \rangle$ || direção normal à laminação), durante a deformação plástica [59; 60; 76].

Em relação às amostras na condição TT, a eliminação dos defeitos cristalinos durante o tratamento térmico aumentou a magnetostricção longitudinal em 16,9% (A), 75,8% (B) e 3,2% (C) quando comparadas com as amostras na condição PL. É interessante notar que, independente da composição química das amostras, todas as ligas obtiveram o mesmo valor de magnetostricção longitudinal após o tratamento térmico, onde a liga A, B e C possuem respectivamente 28,4 ppm, 28,3 ppm e 28,8 ppm. Este comportamento está de acordo com a literatura, já que as ligas policristalinas isotrópicas de Fe-Al não apresentam uma variação considerável da magnetostricção na faixa de composição entre 16,8% at. e 27% at. de Al. Esse comportamento reforça a ideia de que as amostras na condição TT não apresentam textura [26].

Observa-se também que houve um aumento na magnetostricção transversal das amostras na condição TT, o que acarreta no aumento da magnetostricção total em relação às amostras PL. As deformações totais das ligas A, B e C aumentaram de 36,3 ppm, 10,8 ppm e 41,7 ppm para 47,4 ppm (30,6%), 44,8 ppm (314,8%) e 46,4 ppm (11,3%), respectivamente.

Outro procedimento utilizado para determinar qualitativamente a textura, é a relação $\lambda_{Long}/\lambda_{Trans}$, onde amostras isotrópicas apresentam essa relação próxima de 2. Conforme já foi discutido anteriormente, como os extensômetros são fortemente influenciados pela orientação dos grãos localizados próximos da região onde os

mesmos foram colados, essa análise não pode ser realizada para materiais com grãos grosseiros, como as amostras AC e PL. Confirmando os resultados obtidos pela difratometria de raios X apresentados no tópico 4.2.1, as amostras na condição L possuem uma relação $\lambda_{Long}/\lambda_{Trans} \neq 2$, indicando a presença de alguma textura nas amostras. Em contrapartida, após o tratamento térmico, a relação $\lambda_{Long}/\lambda_{Trans}$ é próxima de 2, onde as ligas A, B e C possuem 1,5, 1,7 e 1,6, respectivamente. Ou seja, as amostras possuem seus grãos majoritariamente orientados aleatoriamente.

4.2.7 Coeficiente piezomagnético (d_{33}) vs. campo magnético – Tensão de compressão nula

Os valores dos coeficientes d_{33} ($d_{33} = d\lambda/dH$) da liga B em função do campo magnético, nas condições PL e TT podem ser visualizados na Figura 49. Os resultados das ligas A e C estão mostrados no Apêndice N, respectivamente na Figura 76 (a-b).

Figura 49 - Coeficiente piezomagnético d_{33} vs. H da liga B nas condições PL e TT.

Fonte: Próprio autor.

De maneira análoga às amostras cilíndricas, o pico do coeficiente d_{33} ocorre para o campo magnético que gerar a maior variação da relação $\Delta\lambda/\Delta H$. A Tabela 5

apresenta os valores máximos do coeficiente d_{33} e o campo necessário para atingi-lo, para as amostras A, B e C nas condições PL e TT.

Tabela 5 - Valores do coeficiente d_{33} máximo e do campo magnético necessário para atingi-lo para as ligas A, B e C nas condições PL e TT.

Liga	Condição	$d_{33} _{\max}$ (nm/A)	$H _{d_{33} \max}$ (kA/m)
A	PL	3,3	3,1
	TT	3,2	2,2
B	PL	4,1	1,8
	TT	3,8	1,5
C	PL	2,9	2,5
	TT	3,7	0,9

Fonte: Próprio autor.

De maneira análoga às amostras com formato cilíndrico, a liga B foi a que apresentou os maiores valores do coeficiente d_{33} , com 4,1 nm/A e 3,8 nm/A nas condições PL e TT respectivamente. As ligas A e C possuem um coeficiente piezomagnético de 3,3 nm/A e 2,9 nm/A na condição PL e 3,2 nm/A e 3,7 nm/A na condição TT. Em relação ao campo magnético necessário para atingir os valores máximos do coeficiente piezomagnético, os mesmos diminuíram de 3,1 kA/m (A), 1,8 kA/m (B) e 2,5 kA/m (C) na condição PL para 2,2 kA/m, 1,5 kA/m e 0,9 kA/m após o tratamento térmico.

É importante salientar que para todas as ligas, os valores do coeficiente d_{33} foi superior a 1 nm/A, que corresponde ao valor mínimo necessário para aplicar materiais como atuadores ^[1]. Após o tratamento térmico, o campo magnético na qual o coeficiente piezomagnético é maior que 1 nm/A aumenta, como mostram as retas tracejadas inseridas nas Figuras 48 e 75 (Apêndice N). No caso das amostras A e B, o campo aumentou de 9 kA/m e 5,6 kA/m na condição PL para 10,3 kA/m e 9,5 kA/m na condição TT. Ou seja, durante a aplicação desses materiais, o campo magnético na qual o material poderá ser submetido é maior, aumentando a força que o dispositivo poderá aplicar, já que $F = EA\lambda$, onde F é a força do atuador, λ é a magnetostricção longitudinal, A é a área do material e E é o módulo de elasticidade.

5 CONCLUSÕES

Na condição isenta de tensões mecânicas, o tratamento térmico sob compressão foi eficiente para aumentar a magnetostricção das ligas estudadas, onde os valores de deformação longitudinal das ligas TC foram 41% (A-TC) e 35% (B-TC) maiores que os das ligas não tratadas. Para todas as tensões estudadas, até 180 MPa, a liga B-TC foi a que apresentou os maiores valores de magnetostricção longitudinal, atingindo 45 ppm e 66,8 ppm em 0 MPa e 126 MPa de compressão, respectivamente.

Em relação aos coeficientes piezomagnéticos, este processamento aumentou, para todas as tensões estudadas, a sensibilidade das ligas para aplicações como atuador (d_{33}) e sensor (d_{33}^*). A liga B-TC foi a que apresentou os maiores valores dos coeficientes piezomagnéticos d_{33} e d_{33}^* com 4,6 nm/A e 2,8 T/GPa, respectivamente. Estes valores são, respectivamente, 32,6% e 9,8% maiores que a liga sem tratamento.

Um estudo mais sistemático sobre a influência da tensão mecânica, temperatura e tempo utilizado no tratamento térmico sob compressão devem ser realizados para otimizar os efeitos do TC.

As ligas de Fe-Al-B apresentam boas propriedades mecânicas, já que as mesmas foram laminadas até que a espessura atingisse 0,7 mm. Nesta condição, a formação de texturas indesejáveis e a grande quantidade de defeitos cristalinos são deletérios às propriedades magnéticas. Contudo, a recristalização e o crescimento normal de grãos após o tratamento térmico aumentaram a magnetostricção longitudinal em 16,9% (liga A), 75,8% (liga B) e 3,2% (liga C) quando comparadas com as amostras na condição pré-laminada. Todas as ligas tiveram um valor de ~28,4 ppm após o tratamento térmico. De maneira análoga às amostras com formato cilíndrico, a liga B foi a que apresentou os maiores valores de d_{33} , com 4,1 nm/A e 3,8 nm/A nas condições PL e TT, respectivamente.

Pode-se concluir que o tratamento térmico das ligas laminadas foi eficiente para refinar os grãos e homogeneizar a microestrutura das ligas de Fe-Al-B.

A presente tese comprovou que tanto o tratamento térmico sob compressão quanto a recristalização das amostras laminadas produziram melhoras nas propriedades magnéticas das ligas $(\text{Fe}_{0,82}\text{Al}_{0,18})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ (liga A), $(\text{Fe}_{0,87}\text{Al}_{0,13})_{98,4}\text{B}_{1,6}$

(liga B) e $(\text{Fe}_{0,79}\text{Al}_{0,21})_{98,4}\text{B}_{1,6}$ (liga C). Independente do processamento termomecânico utilizado, a liga B foi a que apresentou os maiores valores de magnetostricção longitudinal e dos coeficientes piezomagnéticos d_{33}/d_{33}^* .

Para favorecer o crescimento anormal de grão, sugere-se que em trabalhos futuros as amostras com formato de chapas sejam laminadas até que a sua espessura atinja valores próximos de 0,3-0,5 mm. Além disso, a realização de tratamentos térmicos sob atmosfera de enxofre poderiam texturizar as ligas de Fe-Al-B, aumentando a magnetostricção e o coeficiente d_{33} . Independente do crescimento de grãos anormais, as amostras como fundidas poderiam ser deformadas e tratadas termicamente para homogeneizar a microestrutura e normalizar o tamanho de grão do material. Para gerar a deformação plástica necessária, as ligas poderiam ser laminadas, no caso de amostras com formato de chapas, ou forjadas, no caso de amostras cilíndricas.

Já o tratamento térmico sob compressão poderia ser utilizado para introduzir uma anisotropia magnetocristalina extrínseca, aumentando tanto a magnetostricção quanto os coeficientes piezomagnéticos. Assim, a utilização de ambos o processamentos termomecânicos na liga B dopada com 3% at. de boro poderia gerar um material promissor para ser aplicado tanto como atuador como sensor.

REFERÊNCIAS

- 1 JILES, D. C.; LO, C. C. H. The role of new materials in the development of magnetic sensors and actuators. **Sensors and Actuators a-Physical**, v. 106, n. 1-3, p. 3-7, 2003.
- 2 MAHADEVAN, A.B.E. Force and torque sensing with galphenol alloys. 2009 96 p. Master Thesis (Mechanical Engineering) - The Ohio State University, 2009.
- 3 KLEINKE, D.; URAS, M. H. A magnetostrictive force sensor. **Review of Scientific Instruments**, v. 65, p. 1699, 1994.
- 4 UENO, T. et al. Micro-magnetostrictive vibrator using iron-gallium alloy. **Sensors and Actuators a-Physical**, v. 148, n. 1, p. 280-284, 2008.
- 5 SECRETARY OF THE NAVY, Howard Savage et al. Magnetostrictive torque sensor. US005201964A, 13 Apr. 1993.
- 6 YOO, J. H.; FLATAU, A. B. A bending-mode galphenol electric power harvester. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v. 23, n. 6, p. 647-654, 2012.
- 7 ROBERT BOSCH GMBH, Hubert Stier. **Fuel injection valve**. US006631854B1, 14 Oct. 2003.
- 8 MEI, W.; OKANE, T.; TAKATERU, U. Magnetostriction of Tb-Dy-Fe crystals. **Journal of Applied Physics**, v. 84, p. 6208, 1998.
- 9 MAGNETIC properties of metals: d-elements. Berlin: Springer, 1991.
- 10 SACHDEVA, D.; BALASUBRAMANIAM, R. On the mechanism of corrosion of Terfenol-D ($\text{Tb}_{0.3}\text{Dy}_{0.7}\text{Fe}_{1.92}$). **Journal of the Electrochemical Society**, v. 155, p. C315-C323, 2008.
- 11 CULLEN, J. et al. Magnetoelasticity of Fe-Ga and Fe-Al alloys. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 226, p. 948-949, 2001.
- 12 WUN, F. Magnetostriction of stress-annealed Fe-Ga and Fe-Ga-Al alloys under compressive and tensile stress. **Journal of Intelligent Material Systems and Structure**, v. 17, p. 117, 2006.
- 13 ATULASIMHA, J.; FLATAU, A. B.; SUMMERS, E. Characterization and energy-based model of the magnetomechanical behavior of polycrystalline iron-gallium alloys. **Smart Materials and Structures**, v. 16, n. 4, p. 1265-1276, 2007.
- 14 WENG, L. et al. Major and minor stress-magnetization loops in textured polycrystalline. **Journal of Applied Physics**, v. 113, p. 024508, 2013.

- 15 SRISUKHUMBOWORNCHAI, N.; GURUSWAMY, S. Crystallographic textures in rolled and annealed Fe-Ga and Fe-Al alloys. **Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 35A, n. 9, p. 2963-2970, 2004.
- 16 BORMIO-NUNES, C.; DIAS, M. B. S.; GHIVELDER, L. High magnetostriction of the polycrystalline alloy ($\text{Fe}_{0.8}\text{Al}_{0.2}$). **Journal of Alloys and Compounds**, v. 574, p. 467-471, 2013.
- 17 Alfa aesar. Disponível em: <<http://www.alfa.com/EN/GP140W.PGM>>. Acesso em: 05 jul. 2015.
- 18 GROSSINGER, R.; TURTELLI, R.; MEHMOOD, N. Magnetostriction of Fe-X (X = Al, Ga, Si, Ge) Intermetallic Alloys. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 44, n. 11, p. 3001-3004, 2008.
- 19 HERRMANN, J.; INDEN, G.; SAUTHOFF, G. Deformation behaviour of iron-rich iron-aluminum alloys at low temperatures. **Acta Materialia**, v. 51, n. 10, p. 2847-2857, 2003.
- 20 BORMIO-NUNES, C. et al. Magnetostriction of the polycrystalline $\text{Fe}_{80}\text{Al}_{20}$ alloy doped with boron. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 539, p. 226-232, 2012.
- 21 KLEIN, O.; BAKER, I. Effect of heat-treatment on the tensile behavior of iron-rich FeAl and FeAl+B. **Scripta Metallurgica Et Materialia**, v. 30, n. 5, p. 627-632, 1994.
- 22 WUN-FOGLE, M. et al. Magnetostriction of Terfenol-D, heat treated under compressive stress. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 35, n. 5, p. 3817-3819, 1999.
- 23 RESTORFF, J. B. et al. Induced magnetic anisotropy in stress-annealed Galfenol alloys. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 42, n. 10, p. 3087-3089, 2006.
- 24 PARK, J. J. et al. Stress-anneal-induced magnetic anisotropy in highly textured Fe-Ga and Fe-Al magnetostrictive strips for bending-mode vibrational energy harvesters. **AIP Advances**, v. 6, n. 5, p. 056221, 2016.
- 25 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, 1959.
- 26 _____. Magnetostriction of aluminum-iron single crystals in the region of 6-atomic-percent to 30-atomic-percent aluminum. **Journal of Applied Physics**, v. 28, n. 6, p. 707-713, 1957.

- 27 WALKER, T. **Sensing behavior of Galfenol (FeGa) alloys under dynamic conditions.** 2011. 81 p. Undergraduate Honors Thesis (Mechanical Engineering) - The Ohio State University, 2011.
- 28 DIAS, M. B. S. et al. Magnetomechanical behavior of a directly solidified Fe-Al-B alloy. **Smart Materials and Structures**, v. 24, n. 10, p. 105004, 2015.
- 29 MEHMOOD, N. et al. Magnetostriction of polycrystalline $\text{Fe}_{100-x}\text{Al}_x$ ($x=15, 19, 25$). **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 322, p. 1609-1612, 2010.
- 30 GHOSH, G. The Al-B-Fe (Aluminum-Boron-Iron) System. **Bulletin of Alloy Phase Diagrams**, v. 10, p. 667-668, 1989.
- 31 CAMPBELL, C. E.; KATTNER, U. R. A thermodynamic assessment of the Ni-Al-B system. **Journal of Phase Equilibria**, v. 20, n. 5, p. 485-496, 1999.
- 32 IKEDA, O. et al. Phase equilibria and stability of ordered BCC phases in the Fe-rich portion of the Fe-Al system. **Intermetallics**, v. 9, n. 9, p. 755-761, 2001.
- 33 KAUFMAN, L. et al. Coupled pair potential, thermochemical and phase diagram data for transition metal binary systems-VII. **CALPHAD**, v. 8, p. 25-66, 1984.
- 34 XING, Q. et al. Structural investigations of Fe-Ga alloys: Phase relations and magnetostrictive behavior. **Acta Materialia**, v. 56, n. 16, p. 4536-4546, 2008.
- 35 ILYUSHIN, A. S.; WALLACE, W. E. Structural and magnetic properties of $\text{Fe}_{3-x}\text{Mn}_x\text{Al}$ system. **Journal of Solid State Chemistry**, v. 17, n. 4, p. 385-387, 1976.
- 36 MUDRYI, S. I.; CHEKH, V. G. Atomic displacements in Fe-Al solid solutions. **Inorganic Materials**, v. 24, n. 7, p. 955-959, 1988.
- 37 BECK, P. A. Some recent results on magnetism in alloys. **Metallurgical Transactions**, v. 2, n. 8, p. 2015, 1971.
- 38 APINANIZ, E.; PLAZAOLA, F.; GARITAONANDIA, J. S. Electronic structure calculations of Fe-rich ordered and disordered Fe-Al alloys. **European Physical Journal B**, v. 31, n. 2, p. 167-177, 2003.
- 39 CABLE, J. W.; DAVID, L.; PARRA, R. Neutron study of local environment effects and magnetic clustering in $\text{Fe}_{0.7}\text{Al}_{0.3}$. **Physical Review B**, v. 16, n. 3, p. 1132-1137, 1977.
- 40 BRAJPURIYA, R. et al. Correlation between microstructure, magnetic and electronic properties of $\text{Fe}_{1-x}\text{Al}_x$ ($0.2 \leq x \leq 0.6$) alloys produced by arc melting. **Applied Surface Science**, v. 257, n. 1, p. 10-16, 2010.

- 41 TATSUMOTO, E.; OKAMOTO, T. Temperature dependence of the magnetostriction constants in iron and silicon iron. **Journal of the Physical Society of Japan**, v. 14, n. 11, p. 1588-1594, 1959.
- 42 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, n. 5, 2010.
- 43 TAYLOR, A.; JONES, R. Constitution and magnetic properties of iron-rich iron-aluminum alloys. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 6, n. 1, p. 16-37, 1958.
- 44 REDDY, B. V.; DEEVI, S. C. Local interactions of carbon in FeAl alloys. **Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing**, v. 329, p. 395-401, 2002.
- 45 RAULOT, J. M. et al. Atomistic study of the effect of B addition in the FeAl compound. **Journal of Materials Science**, v. 43, p. 3867-3872, 2008.
- 46 BESSON, R.; LEGRIS, A.; MORILLO, J. Comprehensive ab initio thermodynamic treatment of impurities in ordered alloys: Application to boron in B2 Fe-Al. **Physical Review Letters**, v. 89, n. 22, 2002.
- 47 BROWN, A.; GARNISH, J. D.; HONEYCOMBE, R. W. K. The Distribution of Boron in Pure Iron. **Metal Science**, v. 8, n. 1, p. 317-324, 1974.
- 48 BORMIO-NUNES, C.; HUBERT, O. Piezomagnetic behavior of Fe-Al-B alloys. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 393, p. 404-418, 2015.
- 49 WUN-FOGLE, M.; RESTORFF, J. B.; CLARK, A. E. Magnetostriction of stress-annealed Fe-Ga and Fe-Ga-Al alloys under compressive and tensile stress. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v. 17, n. 2, p. 117-122, 2006.
- 50 MAHADEVAN, A.; EVANS, P. G.; DAPINO, M. J. Dependence of magnetic susceptibility on stress in textured polycrystalline Fe_{81.6}Ga_{18.4} and Fe_{79.1}Ga_{20.9} Galfenol alloys. **Applied Physics Letters**, v. 96, p. 012502, 2010.
- 51 ATULASIMHA, J.; FLATAU, A. B.; SUMMERS, E. Characterization and energy-based model of the magnetomechanical behavior of polycrystalline iron-gallium alloys. **Smart Materials & Structures**, v. 16, n. 4, p. 1265-1276, 2007.
- 52 KELLOGG, R.; FLATAU, A. Experimental investigation of Terfenol-D's elastic modulus. **Journal of Intelligent Material Systems and Structures**, v. 19, n. 5, p. 583-595, 2008.
- 53 RESTORFF, J. B.; WUN-FOGLE, M.; SUMMERS, E. Hysteresis, d_{33}^* and d_{33} of Fe_{81.6}Ga_{18.4} textured polycrystals. **Journal of Applied Physics**, v. 109, n. 7, p. 07A922, 2011.

- 54 BIRKENBEIL, H. J.; CAHN, R. W. Induced magnetic anisotropy created by magnetic and stress annealing of iron-aluminium alloys. **Proceedings of the Physical Society of London**, v. 79, n. 510, p. 831, 1962.
- 55 CHERNENKOV, Y. P. et al. An X-ray diffraction study of the short-range ordering in the soft-magnetic Fe-Si alloys with induced magnetic anisotropy. **Physica B-Condensed Matter**, v. 396, n. 1-2, p. 220-230, 2007.
- 56 WUN-FOGLE, M. et al. Stress annealing of Fe-Ga transduction alloys for operation under tension and compression. **Journal of Applied Physics**, v. 97, n. 10, p. 10M301, 2005.
- 57 JONES, N. J. et al. Optimization of the processing parameters for building in uniaxial magnetic anisotropy in tension-annealed Fe₈₂Ga₁₈ rods. **Journal of Applied Physics**, v. 109, n. 7, p. 07A935, 2011.
- 58 _____. Magnetostriction and magnetization of tension annealed rods of Fe₈₂Ga₁₈. **Journal of Applied Physics**, v. 107, n. 9, p. 09A915, 2010.
- 59 LI, J. H. et al. Ductility, texture and large magnetostriction of Fe-Ga-based sheets. **Scripta Materialia**, v. 63, n. 2, p. 246-249, 2010.
- 60 SUN, A. L.; LIU, J. H.; JIANG, C. B. Recrystallization, texture evolution, and magnetostriction behavior of rolled (Fe₈₁Ga₁₉)₍₉₈₎B-2 sheets during low-to-high temperature heat treatments. **Journal of Materials Science**, v. 49, n. 13, p. 4565-4575, 2014.
- 61 YUAN, C. et al. Sharp Goss orientation and large magnetostriction in the rolled columnar-grained Fe-Ga alloys. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 374, p. 459-462, 2015.
- 62 KONRAD, J. et al. Hot deformation behavior of a Fe₃Al-binary alloy in the A2 and B2-order regimes. **Intermetallics**, v. 13, n. 12, p. 1304-1312, 2005.
- 63 LYSZKOWSKI, R.; BYSTRZYCKI, J. Hot deformation and processing maps of a Fe-Al intermetallic alloy. **Materials Characterization**, v. 96, p. 196-205, 2014.
- 64 LIU, C. T.; GEORGE, E. P. Environmental embrittlement in boron-free and boron-doped FeAl (40at-percent Al) alloys. **Scripta Metallurgica Et Materialia**, v. 24, n. 7, p. 1285-1290, 1990.
- 65 NA, S. M.; YOO, J. H.; FLATAU, A. B. Abnormal (110) grain growth and magnetostriction in recrystallized galfenol with dispersed niobium carbide. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 45, n. 10, p. 4132-4135, 2009.
- 66 DIAS, M. B. S. **Construção de um transdutor quase-estático de tensão mecânica em propriedades magnéticas, aplicado à liga (Fe_{0,8}Al_{0,2})₉₈B₂**. 2014. Dissertação (Mestrado em Ciências) Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade de São Paulo, Lorena, 2014.

- 67 NA, S. M.; SUH, S. J.; FLATAU, A. B. Surface segregation and texture development in rolled Fe-Ga alloy. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 310, n. 2, p. 2630-2632, 2007.
- 68 NA, S. M.; FLATAU, A. B. Surface-energy-induced selective growth of (001) grains in magnetostrictive ternary Fe-Ga-based alloys. **Smart Materials and Structures**, v. 21, n. 5, p. 10, 2012.
- 69 _____. Temperature dependence of abnormal grain growth and high magnetostriction in Goss-oriented Fe-Al thin sheets. **Journal of Applied Physics**, v. 115, n. 17, p. 17A913, 2014.
- 70 LI, J. H. et al. Texture evolution and magnetostriction in rolled (Fe₈₁Ga₁₉)(99)Nb-1 alloy. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 476, n. 1-2, p. 529-533, 2009.
- 71 BASUMATARY, H. et al. Beneficial effect of boron on the structural and magnetostrictive behavior of Fe₇₇Ga₂₃ alloy. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 322, n. 18, p. 2769-2772, 2010.
- 72 BORMIO-NUNES, C. et al. Improved magnetostriction of Fe₇₂Ga₂₈ boron doped alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 109, n. 7, p. 07A934, 2011.
- 73 PEREVERTOV, O.; SCHAFER, R. Influence of applied tensile stress on the hysteresis curve and magnetic domain structure of grain-oriented Fe-3% Si steel. **Journal of Physics D-Applied Physics**, v. 47, n. 18, p. 10, 2014.
- 74 ATULASIMHA, J.; FLATAU, A. B.; CULLEN, J. R. Analysis of the effect of gallium content on the magnetomechanical behavior of single-crystal FeGa alloys using an energy-based model. **Smart Materials and Structure**, v. 17, p. 8, 2008.
- 75 BORMIO-NUNES, C.; DIAS, M. B. S. Piezomagnetic performance of stress annealed FeAlB alloys. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 53, n. 11, 2017. In Press.
- 76 NA, S. M. et al. Magnetostrictive Alfenol whisker sensor performance and sensitivity to whisker thickness. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 50, n. 11, p. 4, 2014.
- 77 MAKAR, J. M.; TANNER, B. K. The in situ measurement of the effect of plastic deformation on the magnetic properties of steel - Part I - Hysteresis loops and magnetostriction. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 184, n. 2, p. 193-208, 1998.

TRABALHOS PUBLICADOS DURANTE O DOUTORADO

Foram publicados dois artigos em periódico internacional (*Piezomagnetic performance of stress annealed FeAlB alloys* e *Linear Wireless Strain Sensor using FeAlB and Amorphous Alloys*) e um em anais de evento internacional (*Influence of rolling and annealing on the magnetostrictive properties of a Fe-Al-B alloy*).

O artigo intitulado *Influence of rolling and annealing on the magnetostrictive properties of a Fe-Al-B alloy* foi publicado nos anais do 7th International Conference Magnetism and Metallurgy que ocorreu na Itália em 2016. O mesmo abordou sobre a influência da laminação e tratamento térmico nas propriedades magnéticas da liga B.

O artigo intitulado como *Piezomagnetic performance of stress annealed FeAlB alloys* abordou sobre a influência do tratamento térmico sob compressão nos coeficientes piezomagnéticos das ligas de Fe-Al-B. O mesmo foi publicado na *IEEE Transactions on Magnetics*, fator de impacto 1,243, e é classificada como A2 pela CAPES na área de avaliação: Engenharias II. Nesta mesma revista foi publicado o artigo *Linear Wireless Strain Sensor using FeAlB and Amorphous Alloys* que utilizou a liga A como o elemento sensível de um sensor de deformação. Como conclusão do mesmo, as ligas policristalinas de Fe-Al-B são materiais promissores na utilização de sensores de deformação, quando comparadas com ligas amorfas de Metglas.

O artigo intitulado *Magnetostriction Increase of Polycrystalline Fe-Al-B Thin Sheets after Thermo-mechanical Process* foi recentemente aceito para publicação na *Metallurgical and Materials Transactions*. A mesma possui um fator de impacto de 1,874 e é classificada como A1 pela CAPES na área de avaliação: Engenharias II. O artigo em questão aborda sobre a influência da laminação e tratamento térmico nas propriedades magnéticas das ligas A, B e C.

Estima-se que pelo menos mais um artigo possa ser gerado pelos resultados obtidos nessa tese, já que os ensaios quase-estáticos das ligas A, B e C, com e sem tratamento, não foram totalmente publicadas.

APÊNDICES

Apêndice A - Difratometria de raios X das amostras cilíndricas

Figura 50 - Difratomogramas de raios X da liga A.

Fonte: Próprio autor.

Figura 51 - Difratogramas de raios X das ligas (a) B e (b) B-TC.

Fonte: Próprio autor.

Apêndice B - Micrografia

Figura 52 - Micrografia das ligas A (a-b) e A-TC (c-d) para duas ampliações: 250x e 500x.

Fonte: Próprio autor.

Figura 53 - Micrografia das ligas B (a-b) e B-TC (c-d) para duas ampliações: 250x e 500x.

Fonte: Próprio autor.

Apêndice C - Indução magnética vs. campo aplicado - Tensão constante

Figura 54 - Curva de indução magnética das ligas (a) A e (b) A-TC para diferentes tensões de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

Figura 55 - Curva de indução magnética das ligas (a) B e (b) C para diferentes tensões de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

Apêndice D - Indução magnética vs. campo aplicado - Tensão constante

Figura 56 - Permeabilidade relativa das ligas A (a) e A-TC (b) para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa). O gráfico inserido corresponde a uma ampliação da região entre 0 e 6 kA/m.

Fonte: Próprio autor.

Figura 57 - Permeabilidade relativa das ligas (a) B e (b) C para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa). O gráfico inserido corresponde a uma ampliação da região entre 0 e 6 kA/m.

Fonte: Próprio autor.

Apêndice E - Magnetostricção vs. campo aplicado - Tensão constante

Figura 58 - Valores de magnetostricção longitudinal (a) e transversal (b) da liga A para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

Figura 59 - Valores de magnetostricção longitudinal (a) e transversal (b) da liga A-TC para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

Figura 60 - Valores de magnetostricção longitudinal (a) e transversal (b) da liga B para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

Figura 61 - Valores de magnetostricção longitudinal (a) e transversal (b) da liga C para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

Apêndice F - Coeficiente piezomagnético (d_{33}) vs. campo magnético – Tensão de compressão constante

Figura 62 - Coeficiente piezomagnético d_{33} das ligas A (a) e A-TC (b) para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

Figura 63 - Coeficiente piezomagnético d_{33} das ligas B (a) e C (b) para diferentes valores de compressão ($|\sigma| = 0, 18, 54, 90, 126, 162$ e 177 MPa).

Fonte: Próprio autor.

Apêndice G - Indução Magnética vs. Tensão de compressão – Campo Aplicado Constante.

Figura 64 - Indução magnética em função do aumento (linhas grossa) e diminuição (linha fina) da tensão de compressão para as ligas A (a) e A-TC (b) em diferentes campos magnéticos ($H = 1, 1,9, 3,9, 5,8, 7,7$ e $11,6$ kA/m).

Figura 65 - Indução magnética em função do aumento (linhas grossa) e diminuição (linha fina) da tensão de compressão para as ligas B (a) e C (b) em diferentes campos magnéticos ($H = 1, 1,9, 3,9, 5,8, 7,7$ e $11,6$ kA/m).

Fonte: Próprio autor.

Apêndice H - Coeficiente piezomagnético (d_{33}^*) vs. Tensão de compressão - Campo Aplicado Constante.

Figura 66 - Coeficiente piezomagnético (d_{33}^*) das ligas A (a) e A-TC (b) em diferentes campos magnéticos ($H = 1, 1,9, 3,9, 5,8, 7,7$ e $11,6$ kA/m).

Fonte: Próprio autor.

Figura 67 - Coeficiente piezomagnético (d_{33}^*) para as ligas B (a) e C (b) em diferentes campos magnéticos ($H = 1, 1,9, 3,9, 5,8, 7,7$ e $11,6$ kA/m).

Fonte: Próprio autor.

Apêndice I - Difratometria de raios X - Amostras laminadas

Figura 68 - Difratograma de raios X para a liga A: (a) PL, (b) L e (c) TT.

Fonte: Próprio autor.

Figura 69 - Difratoograma de raios X para a liga C: (a) PL, (b) L e (c) TT.

Fonte: Próprio autor.

Apêndice J - Microscopia Eletrônica de Varredura

Figura 70- Micrografia da liga B para as condições PL (a-b), L (c-d) e TT (e-f) para duas ampliações.

Fonte: Próprio autor.

Figura 71- Micrografia da liga C para as condições PL (a-b), L (c-d) e TT (e-f) em duas ampliações.

Fonte: Próprio autor.

Apêndice K - Indução magnética vs. campo aplicado – Tensão de compressão nula

Figura 72 - Curvas de indução magnética das ligas (a) A e (b) C nas condições PL, L e TT. O gráfico inserido corresponde a uma ampliação da região entre -1 e 1 kA/m.

Fonte: Próprio autor.

Apêndice L - Permeabilidade magnética relativa vs. campo aplicado – Tensão de compressão nula

Figura 73 - Permeabilidade relativa das ligas (a) A e (b) C nas condições PL, L e TT. O gráfico inserido corresponde à uma ampliação da região entre 0 e 6 kA/m.

Apêndice M - Magnetostricção vs. campo aplicado – Tensão de compressão nula

Figura 74 - Magnetostricção vs. H: longitudinal (a) e transversal (b) da liga A nas condições PL, L e TT.

Fonte: Próprio autor.

Figura 75 - Magnetostricção vs. H: longitudinal (a) e transversal (b) da liga C nas condições PL, L e TT.

Fonte: Próprio autor.

Apêndice N - Coeficiente piezomagnético (d_{33}) vs. campo magnético – Tensão de compressão nula

Figura 76 - Coeficiente piezomagnético d_{33} vs. H das ligas (a) A e (b) C nas condições PL e TT.

Fonte: Próprio autor.