**UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE LORENA**

FERNANDO FROES

**Obtenção de ligas magnéticas de $\text{Fe}_{0,70}\text{Co}_{0,30}$, com adição de Nb e Ti: Estudo de
propriedades físicas**

**Lorena
2021**

FERNANDO FROES

Obtenção de ligas magnéticas de $\text{Fe}_{0,70}\text{Co}_{0,30}$, com adição de Nb e Ti: Estudo de propriedades físicas

Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo como parte do requisito para obtenção do título de Mestre em Ciências do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais, na área de concentração de Magnetismo e Supercondutividade.

Orientadora: Prof^ª. Dra. Cristina Bormio Nunes

Versão Corrigida

**Lorena
2021**

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTES
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)

Froes, Fernando

Obtenção de ligas magnéticas de $\text{Fe}_{0,70}\text{Co}_{0,30}$, com
adição de Nb e Ti: Estudo de propriedades físicas /
Fernando Froes; orientadora Cristina Bormio Nunes -
Versão Corrigida. - Lorena, 2021.

92 p.

Dissertação (Mestrado em Ciências - Programa de Pós
Graduação em Engenharia de Materiais na Área de
Magnetismo e Supercondutividade) - Escola de
Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo.
2021

1. Fe-co. 2. Fe-co-nb-ti. 3. Permeabilidade
magnética. 4. Magnetostricção. 5. Campo coercivo. I.
Título. II. Nunes, Cristina Bormio, orient.

AGRADECIMENTOS

Eu agradeço primeiramente a Deus, em quem me amparei nos momentos difíceis.

Aos meus pais Josefina Jose Froes e José Mauro Froes e à minha irmã Daiane Froes por todo apoio.

A minha vó Francisca de Souza da Silva por sempre ter me ajudado, me incentivado e acreditado em mim.

À minha orientadora Prof^a. Dra. Cristina Bormio Nunes, pela oportunidade de realização do mestrado, pela paciência e por todo suporte na elaboração deste trabalho. Levarei para a vida toda a dedicação, o profissionalismo e os ensinamentos da professora Cristina.

À empresa Volkswagen e aos engenheiros Alan Baio Bonel e Paula Cury, pela realização da microscopia eletrônica de varredura (MEV) com espectroscopia de raios X por dispersão de energia (EDS).

Agradeço a todos os professores do Departamento de Engenharia de Materiais da EEL – USP que contribuíram para minha formação e foram essenciais para o término deste trabalho.

Aos técnicos Sérgio Luiz de Oliveira, do laboratório de Materialografia, Renato Honório Gonçalves, do laboratório de Química e Bento Ferreira, do laboratório de Análises Térmicas da EEL – USP, pela contribuição e ensinamentos na execução deste trabalho.

Ao Carlos Roberto Dainesi e todos os técnicos da oficina mecânica pela confecção de peças, sem as quais este trabalho seria dificultado.

A todos os demais funcionários desta instituição, inclusive da portaria e da limpeza, os quais contribuíram direta ou indiretamente para a conclusão do projeto.

À minha namorada Yasmin Sammy Leite Jesus por todo apoio durante o mestrado e incentivo para que minhas metas fossem atingidas.

Ao meus grandes e velhos amigos Guilherme Iguti e Lucas de Lima Stabile.

Aos meus colegas da Pós-Graduação, Alexandre Dutra Golanda, André Luiz Carvalho de Rezende Silva, Bruno Abreu Bon, Camila César Grillo, Cauê Pettermann Carvalho, Denis Felipe de Barros, Gabriela de Souza dos Santos, Guilherme Origo Fulop, Júlio César Lourenço, Júlio César Pereira dos Santos, Marcus Vinicius Salgado, Paula Cristina Petriz Monteiro, Pérsio Mozart Pinto, Rafael Theotônio de Castro e Vilma Mauro.

Agradeço a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de mestrado concedida a mim.

"Se o dinheiro for a sua esperança de independência, você jamais a terá. A única segurança verdadeira consiste numa reserva de sabedoria, de experiência e de competência."

Henry Ford

RESUMO

FROES, F. Obtenção de ligas magnéticas de $\text{Fe}_{0,70}\text{Co}_{0,30}$, com adição de Nb e Ti: Estudo de propriedades físicas. 2021. 92p. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2021.

As ligas baseadas em ferro (Fe) e cobalto (Co) são ligas magnéticas macias com alta magnetização de saturação, alta temperatura de Curie, relativamente baixas anisotropia magnética e resistência elétrica. No presente estudo foram obtidas as ligas de $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ (liga referência), $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{98}\text{Nb}_2$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{99}\text{Nb}_1$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{95}\text{Ti}_3\text{Nb}_2$ e $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$, com o intuito de se estudar separadamente os efeitos das adições de Ti e Nb à liga de $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ na microestrutura e nas propriedades magnéticas. As amostras foram fundidas no forno a arco, recozidas, tendo sido obtidas a indução magnética, a permeabilidade magnética, a magnetostricção e a resistividade elétrica. Também foram feitas análises de microscopia eletrônica de varredura/EDS, difratometria de raios X e análise da dureza Vickers. O campo coercivo da liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ foi reduzido com a adição de Ti e mais ainda com a subsequente adição de Nb à liga $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$. Com relação à permeabilidade relativa, a adição de titânio à liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ aumentou em 50% a permeabilidade magnética relativa inicial, enquanto a adição de nióbio e titânio reduziu-a em 76%. A resistividade da liga $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$ aumentou com a adição de titânio e subsequente de Nb em 4 vezes em relação à liga $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})$. A indução de saturação e a magnetostricção da liga $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$ reduziram se comparadas à da liga $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})$, o mesmo acontecendo para a liga $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$ comparada à liga $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$. A adição de Nb tem maior influência na redução de B_{sat} do que a adição do Ti. Desta forma, através deste estudo concluímos que a liga $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$ foi a que apresentou aumento da permeabilidade magnética comparativamente a da liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$, tendo causado apenas uma pequena diminuição na magnetização de saturação. Houve também a diminuição da magnetostricção e um aumento incrível na resistividade da liga. Estes fatores são interessantes para a aplicação do material na forma de chapas em núcleos de motores e transformadores de alta performance, ou seja, que necessitam de alta indução magnética de saturação. Apesar da liga $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$ não ter atingido a magnetização de saturação das ligas Fe-Co (50Co) e da liga comercial Fe49Co-2V (Permedur), a quantidade de Co é menor, o que confere ao material um menor custo.

Palavras-chave: Fe-Co. Fe-Co-Nb-Ti. Permeabilidade Magnética. Magnetostricção. Campo Coercivo.

ABSTRACT

FROES, F. Obtention of magnetic alloys $\text{Fe}_{0.70}\text{Co}_{0.30}$ with Nb and Ti additions: Study of physical properties 2021. 92p. Thesis (Master of Science) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2021.

Alloys based on iron (Fe) and cobalt (Co) are soft magnetic alloys with high saturation magnetization, high Curie temperature, relatively low magnetic anisotropy and electrical resistance. In the present study, $\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3}$ (reference alloy), $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{97}\text{Ti}_3$, $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{98}\text{Nb}_2$, $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{99}\text{Nb}_1$, $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{95}\text{Ti}_3\text{Nb}_2$ and $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$ were produced, to study separately the effects of Ti and Nb additions to the $\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3}$ alloy microstructure and magnetic properties. The alloys were produced by arc melting and were subsequently annealed. $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{97}\text{Ti}_3$ and $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$ alloys were also processed by hot rolling to get sheets. Measurements of magnetic induction hysteresis, magnetic permeability, magnetostriction and electrical resistivity were performed, as well as scanning electron microscopy / EDS analyzes, X ray diffractometry and Vickers. The coercive field of the $\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3}$ alloy was reduced with the addition of 3 at. % of Ti and even more with the subsequent addition of Nb to the $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{97}\text{Ti}_3$ alloy. Regarding the relative permeability, the addition of titanium to the $\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3}$ alloy increased the initial relative magnetic permeability by 50%, while the addition of niobium and titanium reduced it by 76%. The resistivity of the alloy increased with the addition of titanium and subsequent Nb, about 4 times in relation to the $\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3}$ alloy. Saturation's induction and magnetostriction of the $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{97}\text{Ti}_3$ alloy were reduced compared to the $\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3}$ alloy and the same happened for the $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$ alloy compared to the $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{97}\text{Ti}_3$ alloy. The addition of Nb has a greater influence on the reduction of B_{sat} than the addition of Ti. Thus, through this study we concluded that the $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{97}\text{Ti}_3$ alloy was the one that increased the magnetic permeability of $\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3}$ alloy and caused a small decrease in the saturation magnetization. There was also a decrease in magnetostriction and an extraordinary increase in the resistivity of the alloy. These factors are interesting for the application of the material in the form of plates in motor cores and high-performance transformers, which require high magnetic saturation induction. In spite of the $(\text{Fe}_{0.7}\text{Co}_{0.3})_{97}\text{Ti}_3$ alloy has not reached the saturation magnetization of the Fe-Co (50Co) alloy and the Fe49Co-2V commercial alloy (Permedur), the amount of Co is less, which gives the material a lower cost.

Keywords: Fe-Co. Fe-Co-Nb-Ti. Magnetic permeability. Magnetostriction. Coercive field.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Esquema do funcionamento de um transformador.	20
Figura 2 - Diagrama de fases binário ferro – cobalto.....	23
Figura 3 - Estrutura cristalina do tipo B2 para a liga FeCo.....	23
Figura 4 - Amostras encapsuladas antes de passarem pelo processo de tratamento térmico.	31
Figura 5 - Representação dos cortes realizados nos lingotes após o tratamento térmico.	31
Figura 6 - Amostra de FeCo a ser analisada no PPMS	33
Figura 7 - Desenho esquemático do sistema de medida de magnetostricção.	34
Figura 8 - Esquema do dilatômetro com a amostra inserida.....	35
Figura 9 - Ligas encapsuladas para a laminação	36
Figura 10 - Chapas após os processos de laminação, corte e tratamento térmico na forma de paralelepípedo reto.....	37
Figura 11 - Dispositivo para a medida de permeabilidade magnética relativa em ligas na forma de paralelepípedo reto.....	38
Figura 12 - Chapas de FeCo-3Ti e FeCo-3Ti-1Nb marcadas para os cortes.	39
Figura 13 - Liga com os 4 pontos de solda ligados a 4 fios de cobre.	39
Figura 14 - Difratoograma de raios X da liga FeCo.	40
Figura 15 - Estrutura cristalina do tipo A2 para a liga FeCo.....	41
Figura 16 - Refinamento da liga Fe ₇₀ Co ₃₀ no <i>software</i> FullProf.	41
Figura 17 – Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.....	43
Figura 18 - Micrografia da liga Fe-Co após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 X.	44
Figura 19 - Micrografia da liga FeCo homogeneizada com ampliação de 2000 X.	44
Figura 20 - Gráfico de magnetização reduzida da liga Fe-Co por temperatura.....	45
Figura 21 - Magnetostricção longitudinal e transversal para a amostra de FeCo: a) lado com 2,228 mm b) lado com 1,750 mm c) lado com 2,210 mm.	46
Figura 22 - Difratoograma de raios X da liga FeCo-3Ti.	48
Figura 23 - Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-3Ti após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.	49

Figura 24 - Micrografia da liga FeCo-3Ti após o tratamento térmico de homogeneização obtidas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 X.....	50
Figura 25 – Micrografia da liga FeCo-3Ti homogeneizada com ampliação de 2000 X.	50
Figura 26 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-3Ti por temperatura.	51
Figura 27 - Magnetostricção longitudinal e transversal para a amostra de FeCo-3Ti: a) lado com 1,657 mm b) lado com 2,020 mm c) lado com 2,058 mm.	52
Figura 28 – Difratoograma de raios X da chapa de FeCo-3Ti.....	53
Figura 29 - Micrografia da chapa de FeCo-3Ti laminada com ampliação de 2000 X.	54
Figura 30 - Curva de histerese obtida para a liga FeCo-3Ti LAMINADA.	54
Figura 31 - Histerese da liga LAMINADA de FeCo-3Ti ampliada próxima à origem para visualização de H_c e B_r	55
Figura 32 - Gráfico na permeabilidade relativa da liga de FeCo-3Ti LAMINADA....	55
Figura 33 - Magnetostricção da liga laminada FeCo-3Ti longitudinal (em azul) e transversal (em vermelho).....	56
Figura 34 – Voltagem na amostra de FeCo-3Ti LAMINADA em função da corrente aplicada e regressão linear.	57
Figura 35 - Difratoograma de raios X da liga FeCo-2Nb.....	58
Figura 36 - Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-2Nb após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.	59
Figura 37 - Micrografia da liga FeCo-2Nb, após o tratamento térmico de homogeneização, obtidas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 500 X.....	60
Figura 38 - Micrografia da liga FeCo-2Nb homogeneizada com ampliação de 2000 X.	60
Figura 39 - Estrutura L_{12} com átomos de Fe, Co e Nb.....	61
Figura 40 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-2Nb por Temperatura..	62
Figura 41 - Difratoograma de raios X da liga FeCo-1Nb.....	62
Figura 42 - Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-1Nb após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.	63
Figura 43 - Micrografia da liga FeCo-1Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtidas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 X.....	64

Figura 44 - Micrografia da liga homogeneizada FeCo-1Nb com ampliação de 2000 X com setas apontadas para os precipitados ricos em nióbio.....	64
Figura 45 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-1Nb por temperatura...65	
Figura 46 - Difratoograma de raios X da liga FeCo-3Ti-2Nb.....	66
Figura 47 - Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-3Ti-2Nb após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.	67
Figura 48 - Micrografia da liga FeCo-3Ti-2Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 500 X.....	67
Figura 49 - Micrografia da liga FeCo-3Ti-2Nb após o tratamento térmico de homogeneização com ampliação de 1500 vezes obtida com o detector no modo de composição.....	68
Figura 50 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-3Ti-2Nb por temperatura.	69
Figura 51 - Difratoograma de raios X da liga FeCo-3Ti-1Nb.....	69
Figura 52 – Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-3Ti-1Nb após ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.	71
Figura 53 - Micrografia da liga FeCo-3Ti-1Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtidas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 X.....	72
Figura 54 - Micrografia da liga FeCo-3Ti-1Nb homogeneizada com ampliação de 2000 X.....	72
Figura 55 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-3Ti-1Nb por Temperatura.....	73
Figura 56 - Magnetostricção longitudinal e transversal para a amostra de FeCo-3Ti-1Nb: a) face com 1,920 mm b) face com 1,973 mm c) face com 2,120 mm.	74
Figura 57 - Difratoograma de raios X da chapa de FeCo-3Ti-1Nb.....	76
Figura 58 - Micrografia da chapa de FeCo-3Ti-1Nb laminada com ampliação de 2000 X.....	76
Figura 59 - Curva de histerese feita em circuito magnético fechado da liga FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA.....	77
Figura 60 - Parte da curva de histerese feita em circuito magnético fechado da liga FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA.	78
Figura 61 - Gráfico na permeabilidade relativa da liga laminada de FeCo-3Ti-1Nb.	78

Figura 62 - Magnetostricção da liga FeCo-3Ti-1Nb longitudinal (em azul) e transversal (em verde).	79
Figura 63 – Voltagem na amostra de FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA em função da corrente aplicada e regressão linear.....	80
Figura 64 - Gráfico com os valores de dureza, parâmetro de rede e quantidade de elementos adicionados a liga FeCo.	81

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Propriedades dos materiais magnéticos macios mais utilizados.	21
Tabela 2 - Raios atômicos dos elementos Fe, Co, Ti, Nb e V.	24
Tabela 3 - Propriedades Magnéticas de ligas equiatômica de Fe-Co.....	24
Tabela 4 – Propriedades físicas e magnéticas de materiais ferromagnéticos usuais em temperatura ambiente, exceto quando especificado.....	26
Tabela 5 – Identificação das ligas.....	28
Tabela 6 - Porcentagem atômica nominal de Fe, Co, Ti e Nb nas ligas propostas.	28
Tabela 7 - Porcentagem mássica de Fe, Co, Ti e Nb nas ligas propostas.....	28
Tabela 8 – Massas nominais dos elementos de cada liga calculadas para lingotes de 10 g.	29
Tabela 9 – Valores reais obtidos experimentalmente das massas das ligas propostas.	30
Tabela 10 - Perda de massa após a fusão.....	30
Tabela 11 - Valores medidos de magnetostricção para a liga de FeCo.....	47
Tabela 12 - Valores medidos de magnetostricção para a liga de FeCo-3Ti.....	53
Tabela 13 - Valores medidos de magnetostricção para a liga de FeCo-3Ti-1Nb.....	75
Tabela 14 - Parâmetro de rede e dureza das ligas.	80
Tabela 15 – Polarização de Saturação (J_s), Campo coercivo (H_c), Campo remanescente (B_r), Magnetostricção total (λ_{total}), Permeabilidade relativa inicial e máxima (μ_r^i e μ_r^{max}) e Resistividade elétrica em temperatura ambiente (ρ_e).	82

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	17
2	OBJETIVOS.....	19
3	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	20
3.1	Transformadores	20
3.2	Ligas de Fe-3Ti.....	21
3.3	Ligas de Fe-Co.....	22
3.4	Magnetostricção	25
4	MATERIAIS E MÉTODOS	27
4.1	Preparação das ligas	27
4.2	Análise da microestrutura.....	31
4.3	Propriedades Magnéticas	33
4.4	Produção das chapas de FeCo-3Ti e FeCo-3Ti-1Nb.....	36
4.5	Medidas magnéticas realizadas nas chapas de FeCo-3Ti e FeCo-3Ti-1Nb	37
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	40
5.1	Liga FeCo (Fe_{0,7}Co_{0,3})	40
5.2	Liga FeCo-3Ti ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₇Ti₃).....	47
5.3	FeCo-3Ti ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₇Ti₃) LAMINADA	53
5.4	Liga FeCo-2Nb ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₈Nb₂)	58
5.5	Liga FeCo-1Nb ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₉Nb₁)	62
5.6	Liga FeCo-3Ti-2Nb ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₅Ti₃Nb₂).....	65
5.7	Liga FeCo-3Ti-1Nb ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₆Ti₃Nb₁).....	69
5.8	FeCo-3Ti-1Nb ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₆Ti₃Nb₁) LAMINADA	75
5.9	Comparações dos resultados entre as ligas produzidas	80
6	CONCLUSÕES.....	84
7	PRÓXIMOS PASSOS	86
	REFERÊNCIAS.....	87

1 INTRODUÇÃO

A escolha de uma liga de um material ferromagnético que seja magneticamente macia é baseada na combinação otimizada das suas propriedades a fim de maximizar a magnetização de saturação e a permeabilidade magnética, minimizar a coercividade, obter uma resistência elétrica alta (principalmente em aplicações que envolvam campos magnéticos alternados), uma boa ductilidade e principalmente um baixo custo. As ligas baseadas em ferro (Fe) e cobalto (Co), ricas em ferro, são ligas magnéticas macias com alta magnetização de saturação, alta temperatura de Curie, baixa anisotropia magnética e alta resistividade elétrica. São ideais para aplicações que necessitam de alta densidade de fluxo. Algumas aplicações envolvendo as ligas de Fe-Co são em: transformadores de alta performance, polo para ímãs de alto campo, atuadores acionados magneticamente em impressoras de impacto, diafragma em aparelhos telefônicos, válvulas solenoides, transdutores magnetostrictivos, peças para orientação de fluxo magnético em contadores de velocidade indutiva, bicos de entrada e de escape controlados magneticamente e acionador de partida / gerador interno em aeronave (SUNDAR; DEEVI, 2005). Em especial as ligas binárias com composição no intervalo de 30% a 50% em % atômica (% at.) de Co, apresentam polarização magnética de aproximadamente 2,45 T e temperatura de Curie variando de 920°C a 985 °C. A liga com 30% de Co possui maior valor de indução de saturação que a liga com 50% de Co, porém menor permeabilidade magnética relativa inicial $\mu_r^i = 200$ comparada com 800 para a liga equiatômica, menor coercividade H_c e magnetostrição de saturação entre 40 e 60 ppm (ppm = 10^{-6}) (GUTFLEISCH *et al.*, 2011).

Apesar das ótimas propriedades magnéticas das ligas binárias Fe-Co, elas são extremamente frágeis. Esta alta fragilidade é devido à fase CCC ordenada B2 que torna os materiais muito resistentes à deformação, principalmente na liga de composição equiatômica. A adição de elementos como carbono (C), vanádio (V), cromo (Cr), nióbio (Nb), molibdênio (Mo), tântalo (Ta), entre outros na proporção de 0,5 a 2% at. aumentam a ductilidade da liga (KAWAHARA, 1983; GEORGE *et al.*, 2002; TEWARI *et al.*, 2017; YU *et al.*, 1999).

Vários trabalhos com a adição de V foram realizados, principalmente em ligas mais ricas em cobalto ou na região de composição equiatômica destas ligas comprovando a melhoria na conformabilidade das ligas, sendo possível até deformar a frio. A liga comercial mais utilizada é a Permendur – FeCo-2V (HIGH TEMP METALS, 2015; KAWAHARA, 1983; GEORGE *et al.*, 2002).

O material para ser utilizado como núcleo de transformadores de alto desempenho deve ter alta permeabilidade, necessitando de baixos campos para atingir a saturação. Também deve apresentar baixa coercividade, para que as perdas histeréticas sejam pequenas (KRINGS *et al.*, 2017). A alta magnetização de saturação e a alta resistividade são desejadas por produzir maiores induções magnéticas e diminuir as perdas por correntes de Foucault (ou correntes parasitas) respectivamente (CULLITY; GRAHAM, 2009). A resistividade das ligas magnéticas metálicas tem influência nas perdas magnéticas por correntes de Foucault, que são significativas em aplicações com corrente alternada. A adição de outros elementos às ligas binárias sempre aumenta a resistividade. Assim sendo, a adição de outros elementos além do Fe e Co, deverá também aumentar a resistividade e melhorar a ductilidade (MCHENRY, 2001).

Para obter uma alta densidade de fluxo, no presente trabalho escolheu-se a liga de composição $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ com adição de 2 elementos cujo o intuito é aumentar a resistividade elétrica (YOKOYAMA; TAKEZAWA, 1969), a permeabilidade magnética (FULOP, 2018) e a ductilidade (KAWAHARA, 1983). A escolha da $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ ao invés da liga $\text{Fe}_{0,5}\text{Co}_{0,5}$ (FeCo), além de ser a combinação com maior densidade de fluxo, está associada ao altíssimo custo do cobalto (Co). O cobalto é muito mais caro que o ferro, sendo o preço de 49.000,00 USD/ton (INFOMINE, 2021) e de 175,00 USD/ton para o Fe (BLOOMBERG NEWS, 2021). A redução de 50% para 30% no teor de cobalto resultaria em uma redução aproximadamente de 40% do custo com material.

O elemento titânio (Ti) foi adicionado para tentar obter uma maior permeabilidade magnética relativa inicial (μ_r^i) da liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$, já que a liga possui baixa μ_r^i , sendo uma grande desvantagem em relação à liga $\text{Fe}_{0,5}\text{Co}_{0,5}$. A adição de 3% de titânio ao ferro em solução sólida resultou em $\mu_r^i = 2750$, além disso, a magnetostricção também foi reduzida com a introdução de Ti (FULOP, 2018). Menores valores de magnetoscrições são desejáveis, pois reduzem o ruído de transformadores (SHILYASHKI *et al.*, 2016).

A adição do elemento nióbio (Nb) tem o objetivo de suprimir o ordenamento para a estrutura B2, tendo potencial para substituir o vanádio (V) e aumentar a ductilidade das ligas Fe-Co (KAWAHARA, 1983). Desta forma a liga a ser desenvolvida será rica em Ferro, $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$, com adições de Ti e Nb. Será avaliado o efeito da adição de Ti e Nb na microestrutura do material, nas propriedades magnéticas usuais da liga e também na magnetostricção das mesmas (HAN *et al.*, 2017; HALL, 1960).

2 OBJETIVOS

Produzir as ligas de $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ (liga referência), $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{98}\text{Nb}_2$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{99}\text{Nb}_1$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{95}\text{Ti}_3\text{Nb}_2$ e $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$.

Estudar separadamente os efeitos das adições de Ti e Nb à liga de $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ nas propriedades magnéticas, especialmente na magnetização de saturação, campo coercivo e permeabilidade inicial e correlacionar com as variações na microestrutura.

Estudar o efeito da adição simultânea de Ti e Nb à liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ nas propriedades magnéticas, correlacionando com a microestrutura.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 Transformadores

Os materiais magnéticos macios (materiais com baixa coercividade $H_c < 1000 \text{ A/m}$) são amplamente utilizados em eletrônica de potência (VALCHEV; VAN DEN BOSSCHE, 2005). Na eletrônica de potência uma das aplicações mais importantes destes materiais é em transformadores. Estes dispositivos podem aumentar ou diminuir a tensão da rede e são amplamente utilizados para adequar os níveis de tensão em sistemas de geração, transmissão e distribuição de energia elétrica (DEGENEFF, 2005).

O núcleo do transformador é utilizado para transferir a energia da bobina primária para a bobina secundária e alterar a tensão. A corrente que flui na bobina produz um campo magnético no núcleo, que transfere energia do enrolamento primário para o enrolamento secundário conforme é exemplificado na Figura 1. Nessa transferência de energia há perdas devido às juntas do núcleo, construção do núcleo e material utilizado (LIN; ZOOK, 1989).

Figura 1 - Esquema do funcionamento de um transformador.

Fonte: Adaptado de FEHR, 2003

É desejável que o material magnético utilizado para aplicações em núcleos tenha alta magnetização de saturação, alta permeabilidade, alta resistividade, baixa coercividade e baixas perdas magnéticas. Essas propriedades devem ser somadas a um valor pequeno de magnetostricção e um custo que seja economicamente viável. Em situações, em que o equipamento opere em alta temperatura, também é requerida uma alta temperatura de Curie. Já a alta magnetização de saturação está relacionada à alta densidade de fluxo e quanto maior

a magnetização de saturação, maior será a energia transferida para um mesmo volume de material; a alta resistividade diminui as perdas por correntes parasitas; a intensidade do campo coercivo está relacionado com as perdas histeréticas que são normalmente na forma de calor e as perdas são tão maiores quanto maior for o campo coercivo; a alta permeabilidade resulta em um valor menor de campo magnético para se atingir o fluxo magnético de saturação (fluxo máximo), ou seja, quanto maior a permeabilidade, menor serão as bobinas necessárias para gerar o campo que excita o material, consequentemente o volume e o peso dos dispositivos diminuem, o que é desejável; uma magnetostricção baixa reduz o ruído gerado pelo núcleo e também a perda de energia por aquecimento que causa variação nas propriedades magnéticas. Um baixo custo também é desejável para os materiais magnéticos (GUTFLEISCH *et al.*, 2011; SHILYASHKI *et al.*, 2016). A seguir na Tabela 1 tem os principais materiais magnéticos macios utilizados e suas propriedades:

Tabela 1- Propriedades dos materiais magnéticos macios mais utilizados.

Material	$\mu_0 M_s$ (T)	$\mu_{m\acute{a}x}$ (10^3)	H_c (A/m)	ρ_e ($\mu\Omega\text{cm}$)	T_C ($^{\circ}\text{C}$)	P_{cm} [60Hz/1 T] (W/kg)	λ_s (ppm)
Fe ₄₉ Co ₄₉ V ₂	2,4	5 - 50	16 - 398	27	930	1,10	60
Fe macio	2,2	10 - 50	4 - 80	10	771	20,0	-2
Fe 3%Si	2,0	0,5 - 5	6	48	745	0,84	7

Fonte: adaptado de GUTFLEISCH *et al.* (2011)

3.2 Ligas de Fe-3Ti

Entre os materiais utilizados como núcleo de transformadores encontram-se as ligas de Fe-Si, também conhecido como aço elétrico, sendo a composição com 3% em peso de silício (Si) a mais utilizada. Esse material apresenta alta permeabilidade e baixa perda histerética, entretanto, apresentam densidade de fluxo de saturação reduzida e são mais frágeis que o ferro. (RABBE, 2020; SHOKROLLAHI, 2009; SILVEYRA *et al.*, 2018).

A adição do Si ao Fe puro tem o intuito de reduzir a perda por correntes parasitas do Fe puro. Especificamente, a adição de 3% em peso de Si aumenta a resistividade de $10\mu\Omega\cdot\text{cm}$ para $45\mu\Omega\cdot\text{cm}$, consequentemente reduz as perdas magnéticas por correntes parasitas. Além disso, o Si proporciona a redução da anisotropia magnética e como resultado aumenta a permeabilidade magnética. No caso da liga com 6,5% de Si a magnetostricção é quase nula, contudo esse teor de silício facilita a formação de fases ordenadas resultando em uma alta fragilidade que inviabiliza a produção em massa por métodos atuais que são economicamente viáveis (OUYANG *et al.*, 2019; PARK; WOO; CHANG, 1998). O aço elétrico de grão não-orientado (GNO) é aplicado em núcleos magnéticos de máquinas

elétricas devido às suas boas propriedades magnéticas e elétricas, como alta resistividade elétrica, alta permeabilidade, baixo campo coercivo e baixas perdas de energia. Contudo, o ruído e a vibração, causados pela magnetostricção, podem levar o equipamento à falha prematura. Como o núcleo do estator é submetido a tensões de compressão devido ao encaixe por contração, valores positivos de magnetostricção não são adequados.

Fulop *et al.* (2021) estudaram as ligas de Fe-Ti e encontraram baixos valores de magnetostricção negativa, tornando-as fortes candidatas para substituir as ligas de Fe-Si. A liga Fe-3Ti %p, com apenas 3% de titânio em massa, segundo seus estudos, são melhores que as ligas de Fe-Si comercial e podem ser uma alternativa para melhorar o desempenho de motores elétricos. A liga de Fe-3Ti tem polarização magnética de 2,04 T ($210 \text{ Am}^2/\text{kg}$), densidade de $7,75 \text{ g.cm}^{-3}$, permeabilidade magnética relativa inicial de aproximadamente 1200, coercividade de aproximadamente 250 A/m e magnetostricção negativa menor que 1 ppm.

3.3 Ligas de Fe-Co

As ligas comerciais de Fe-Co mais utilizadas são ligas equiatômicas (Fe50:Co50) de elevado preço devido ao alto teor de cobalto. O cobalto junto ao ferro gera o material ferromagnético com a maior polarização magnética de saturação, de 2,45 T, se comparado a todos os materiais na temperatura ambiente. Na aplicação em motores, a alta magnetização de saturação propicia uma maior energia transferida, ou uma maior corrente induzida na bobina secundária e como consequência uma maior força em um motor. Além da maior potência do motor, um valor baixo do campo onde ocorre a saturação magnética e que está associado a uma alta permeabilidade magnética, vai demandar uma bobina de cobre menor, consequentemente um volume e peso menor do dispositivo.

As ligas de Fe-Co (70:30) são ligas de baixo custo devido seu menor teor de cobalto. Este material tem polarização magnética de 2,45 T (ou $243,71 \text{ Am}^2/\text{kg}$), temperatura de Curie de 920°C , coercividade de 1900 A/m, densidade de 8 g cm^{-3} , resistividade de $7 \mu\Omega.\text{cm}$, magnetostricção de 50 ppm, permeabilidade magnética relativa inicial $\mu_i = 200$, sendo a permeabilidade sua principal desvantagem em relação a liga equiatômica (HAN *et al.*, 2017; SUNDAR; DEEVI, 2005).

A Figura 2 mostra o diagrama de fases binário Fe-Co. Este diagrama mostra a presença das fases sólidas: α' (estrutura CCC ordenada, B2), α (estrutura CCC desordenada, A2), a fase γ (estrutura CFC desordenada, A1) e δ (estrutura CCC desordenada, A2 de alta

temperatura) (LEWIS; JIMÉNEZ-VILLACORTA, 2012; OHNUMA *et al.*, 2002; SOURMAIL, 2005).

Figura 2 - Diagrama de fases binário ferro – cobalto.

© ASM International 2006. Diagram No. 900711

Fonte: adaptado de NISHIZAWA (1990)

Apesar das ótimas propriedades magnéticas das ligas Fe-Co, suas propriedades mecânicas não atendem aos requisitos de projeto devido a sua alta fragilidade, essa fragilidade se deve a estrutura CCC do tipo B2 (α'), presente tanto na liga equiatômica quanto na liga com 30% de cobalto em temperatura ambiente, conforme mostra o diagrama da Figura 2. Na Figura 3, é ilustrada a representação da estrutura cristalina da fase α' :

Figura 3 - Estrutura cristalina do tipo B2 para a liga FeCo.

Fonte: Adaptado de SUNDAR; DEEVI (2005)

Atualmente adiciona-se 2% de vanádio com o intuito de melhorar a ductilidade. KAWAHARA (1983) reporta a melhora da ductilidade da liga FeCo (50:50) com adição de outros elementos como carbono, molibdênio, tungstênio, tântalo e níquel em até 2 %at. SUNDAR; DEEVI (2005) reportaram um limite de solubilidade de nióbio em até 1 %at. e melhoria das propriedades mecânicas. Pela Tabela 2, onde são apresentados os valores dos raios atômicos dos elementos ferro (Fe), cobalto (Co), titânio (Ti), nióbio (Nb) e vanádio (V) (SLATER, 1964), é esperado que a solubilidade do Nb seja menor que a do V devido seu maior raio atômico e uma maior solubilidade entre o Ti, Fe e Co (TROPAREVSKY *et al.*, 2015). Essa melhoria da ductilidade está relacionada com a diminuição na temperatura de ordenamento (CLEGG; BUCKLEY, 1973).

Tabela 2 - Raios atômicos dos elementos Fe, Co, Ti, Nb e V.

Elemento	raio atômico em angstroms
Fe	1,40
Co	1,35
Nb	1,45
Ti	1,40
V	1,35

Fonte: Adaptado de SLATER (1964)

A adição de titânio tem o intuito de melhorar a permeabilidade magnética nas ligas, pois sua adição no ferro causa este efeito (FULOP, 2018).

Na Tabela 3 é listada as propriedades magnéticas das ligas Fe-Co (50%) e Fe₄₉Co-2V:

Tabela 3 - Propriedades Magnéticas de ligas equiatômica de Fe-Co.

Material	$\mu_0 M_s$ (T)	$\mu_{\text{máx}}$ (10 ³)	H_c (A/m)	ρ_e ($\mu\Omega\text{cm}$)	T_c (°C)	λ_s (ppm)
Fe ₄₉ Co ₄₉ V ₂	2,4	5 - 50	16 - 398	25	930	60
Fe-Co (50%)	2,4	5 - 9	50 - 200	7	980	100

Fonte: GUTFLEISCH *et al.* (2011); HAN *et al.* (2017); SUNDAR; DEEVI (2005)

3.4 Magnetostricção

Magnetostricção é a deformação reversível, sendo negativa quando há contração e positiva quando há dilatação, de um material ferromagnético diante de um campo magnético aplicado ou o efeito inverso, em consequência da aplicação de uma tensão mecânica que deforma o material ocorre uma alteração de suas propriedades magnéticas, tais como a susceptibilidade e a magnetização. Este efeito é inerente do material e não muda com o passar do tempo (GURUSWAMY *et al.*, 2011; SRISUKHUMBOWORNCHAI; GURUSWAMY, 2001).

Há dois principais tipos de magnetostricção existentes: a magnetostricção espontânea e a magnetostricção induzida. A magnetostricção espontânea é gerada pela formação dos domínios magnéticos, dentro dos quais os momentos magnéticos se orientam paralelamente uns aos outros à medida que a temperatura é reduzida a partir da Curie.

Já a magnetostricção induzida por campo é causada pela reorientação dos momentos magnéticos na direção de um campo magnético externo aplicado no estado ferromagnético, também chamada de magnetostricção forçada, ou simplesmente magnetostricção (DAPINO, 1999; JILES, 2015). Em ambos os casos a magnetostricção é definida pela equação (1) a seguir, onde λ é a deformação relativa, L é o comprimento inicial e ΔL é a variação linear deste comprimento:

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

A magnetostricção é máxima quando todos os domínios magnéticos se alinham com o campo externo aplicado, nesta condição o material está saturado. Caso a deformação medida esteja na mesma direção do campo magnético aplicado, a magnetostricção é denominada de longitudinal ($\lambda_{\text{longitudinal}}$) e se for na direção perpendicular ao campo, a magnetostricção é denominada de transversal ($\lambda_{\text{transversal}}$) (GHOLIZADEH; HASANI, 2018; ŁYSZKOWSKI; BYSTRZYCKI, 2014; OLABI; GRUNWALD, 2008). A equação (2) determina a magnetostricção total (λ_{total}), sendo $\lambda_{\text{saturação}}$ a magnetostricção de saturação:

$$\frac{3}{2} \lambda_{\text{saturação}} = \lambda_{\text{total}} = \lambda_{\text{longitudinal}} - \lambda_{\text{transversal}} \quad (2)$$

Quando o material é isotrópico, por julgar que não há variação de volume, existe uma relação entre os valores de magnetostricção longitudinal e transversal dada pela equação (3).

$$\lambda_{longitudinal} = -2 \lambda_{transversal} \quad (3)$$

A seguir, na Tabela 4, estão listadas as características de alguns materiais magnetostrictivos com suas propriedades na temperatura ambiente, exceto quando especificado a temperatura:

Tabela 4 – Propriedades físicas e magnéticas de materiais ferromagnéticos usuais em temperatura ambiente, exceto quando especificado.

Material (%at.)	Densidade (g/cm ³)	Temperatura de Curie (°C)	Indução de Saturação (T)	Magnetostricção total (ppm)	Módulo de Young (GPa)
Fe	7,86	770	2,15	-14	285
Ni	8,9	358	0,61	-50	210
Co	8,9	1120	1,79	-93	210
Fe ₅₀ Co ₅₀	8,25	985	2,40	87	
Fe ₇₀ Co ₃₀	8,00	920	2,45	50	190
Fe ₅₀ Ni ₅₀	8,22	500	1,60	19	165,5
Dy	8,56	-184		6000 (-196 °C)	61,4
Tb	8,33	-48		3000 (-196 °C)	55,7
Fe ₂ Tb (Terfenol)	9,06	423	2,50	2630	
Terfenol-D	9,21	380	1,00	1620	110

Fonte: BOHN (2005); DAPINO (2004); INSTITUTE, (1982); O'HANDLEY (1999); PACHECO (2007)

Baixos valores de magnetostricção no material são interessantes para alguns dispositivos magnéticos a fim de diminuir o ruído gerado por eles, como por exemplo o magnetômetro *fluxgate*. Para transformadores de potência também é desejável baixos valores de magnetostricção do material do núcleo para reduzir o ruído e o aquecimento (BENYOSEF; STAEL; BOCHNER, 2008; SHILYASHKI *et al.*, 2016).

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Preparação das ligas

Para produção das ligas foram utilizados, nióbio (pureza de 99,9%) obtido de uma barra proveniente de um lingote de terceira fusão por fusão em feixe de elétrons, titânio grau 2 (pureza de 99,36%), ferro (pureza de 98% e contendo 0,94% de Manganês, 0,2% de Carbono e 0,1% de Cobre) (GOODFELLOW, 2020) e cobalto (pureza de 99,93%). Todos os materiais passaram por um tratamento de superfície (decapagem) antes da fusão. Para o nióbio (Nb) foi utilizado uma mistura de ácido nítrico, ácido fluorídrico e água nas seguintes proporções: $2 \text{ HNO}_3 + 2 \text{ HF} + 1 \text{ H}_2\text{O}$. Para o titânio (Ti) foi utilizado uma mistura de ácido nítrico com ácido fluorídrico nas seguintes proporções: $4 \text{ HNO}_3 + 1 \text{ HF}$. Em ambos os casos a mistura ficou em contato com o material por aproximadamente 1 minuto. Já para o cobalto (Co) foi utilizado uma mistura de ácido nítrico, ácido clorídrico e água nas seguintes proporções: $1 \text{ HNO}_3 + 2 \text{ HCl} + \text{H}_2\text{O}$. E finalmente para o ferro (Fe) foi utilizado ácido nítrico puro (HNO_3). No ferro e no cobalto o tratamento de superfície teve duração de aproximadamente 2 minutos. Após o processo de tratamento de superfície, as matérias-primas passaram pelo processo de limpeza por ultrassom durante 10 minutos, para o ferro, titânio e nióbio foi utilizado álcool isopropílico ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$) e para o cobalto foi utilizado acetona ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$) no processo. Após esses dois processos para retirar as impurezas da superfície, os metais estavam prontos para serem utilizados.

Foram preparadas seis ligas, sendo essas: $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{98}\text{Nb}_2$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{95}\text{Ti}_3\text{Nb}_2$, $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{99}\text{Nb}_1$ e $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$, onde as concentrações são dadas em porcentagem atômica. As matérias primas foram pesadas na balança semi-analítica Ohaus (com precisão de 0,1 mg) e massa de cada liga foi de aproximadamente 10 g. A proporção entre Fe e Co é mantida constante, ou seja, 70Fe:30Co, desta forma a partir de agora identificaremos as ligas como descrito na Tabela 5.

Cabe ressaltar que as ligas $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{99}\text{Nb}_1$ e $(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$ não faziam parte do estudo inicial proposto, todavia como as ligas com adição de 2% de Nb não resultaram em ligas monofásicas, estas duas novas ligas foram produzidas.

Na Tabela 6 são apresentadas as quantidades nominais, em porcentagem atômica, de cada elemento em cada uma das ligas. A Tabela 7 mostra as porcentagem das massas calculada para as ligas (CAMPBELL, 2012; MEIJA *et al.*, 2016).

Tabela 5 – Identificação das ligas

Composição da liga	Nomenclatura
$\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$	FeCo
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$	FeCo-3Ti
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{98}\text{Nb}_2$	FeCo-2Nb
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{95}\text{Ti}_3\text{Nb}_2$	FeCo-3Ti-2Nb
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{99}\text{Nb}_1$	FeCo-1Nb
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$	FeCo-3Ti-1Nb

Fonte: Autoria própria

Tabela 6 – Porcentagem atômica nominal de Fe, Co, Ti e Nb nas ligas propostas.

Liga	%atômica teórica (nominal)				
	Fe	Co	$\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$	Ti	Nb
$\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ (FeCo)	70,0%	30,0%	100,0%	0,0%	0,0%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$ (FeCo-3Ti)	67,9%	29,1%	97,0%	3,0%	0,0%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{98}\text{Nb}_2$ (FeCo-2Nb)	68,6%	29,4%	98,0%	0,0%	2,0%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{95}\text{Ti}_3\text{Nb}_2$ (FeCo-3Ti-2Nb)	66,5%	28,5%	95,0%	3,0%	2,0%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{99}\text{Nb}_1$ (FeCo-1Nb)	69,3%	29,7%	99,0%	0,0%	1,0%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$ (FeCo-3Ti-1Nb)	67,2%	28,8%	96,0%	3,0%	1,0%

Fonte: Autoria própria

Tabela 7 – Porcentagem mássica de Fe, Co, Ti e Nb nas ligas propostas.

Liga	%massa teórica (nominal)				
	Fe	Co	$\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$	Ti	Nb
$\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ (FeCo)	68,9%	31,1%	100,0%	0,0%	0,0%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{97}\text{Ti}_3$ - (FeCo-3Ti)	67,2%	30,3%	97,5%	2,5%	0,0%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{98}\text{Nb}_2$ - (FeCo-2Nb)	66,6%	30,2%	96,8%	0,0%	3,2%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{95}\text{Ti}_3\text{Nb}_2$ – (FeCo-3Ti-2Nb)	64,9%	29,4%	94,3%	2,5%	3,2%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{99}\text{Nb}_1$ - (FeCo-1Nb)	67,7%	30,6%	98,3%	0,0%	1,7%
$(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$ (FeCo-3Ti-1Nb)	66,0%	29,8%	95,8%	2,5%	1,7%

Fonte: Autoria própria

A partir dos valores obtidos na Tabela 7 foram calculadas as massas dos elementos de cada liga, considerando um lingote de 10 g. Esses resultados são mostrados na Tabela 8.

Tabela 8 – Massas nominais dos elementos de cada liga calculadas para lingotes de 10 g.

Liga	massa nominais, em g, calculadas para lingotes de 10g.				
	Fe	Co	Fe _{0,7} Co _{0,3}	Ti	Nb
Fe _{0,7} Co _{0,3} - (FeCo)	6,886	3,114	10,000	0,000	0,000
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₇ Ti ₃ - (FeCo-3Ti)	6,711	3,035	9,746	0,254	0,000
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₈ Nb ₂ - (FeCo-2Nb)	6,663	3,014	9,677	0,000	0,323
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₅ Ti ₃ Nb ₂ - (FeCo-3Ti-2Nb)	6,489	2,935	9,424	0,251	0,325
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₉ Nb ₁ - (FeCo-1Nb)	6,774	3,064	9,837	0,000	0,165
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₆ Ti ₃ Nb ₁ - (FeCo-3Ti-1Nb)	6,599	2,985	9,584	0,257	0,166

Fonte: Autoria própria

As ligas foram fundidas no forno a arco com eletrodo não-consumível de tungstênio em um cadinho de cobre refrigerado à água, com atmosfera inerte de argônio. O ferro e o cobalto foram inseridos por cima do titânio e do nióbio, esse arranjo foi para assegurar que os pedaços menores fossem absorvidos e fizessem parte da liga. Antes da fusão, fez-se vácuo de 3×10^{-2} torr com a bomba mecânica e 4 purgas com argônio de alta pureza (5.0 analítico, 99,999 %), esse procedimento foi realizado com o intuito de garantir uma atmosfera com baixo teor de oxigênio e nitrogênio no interior do forno. Antes de cada fusão, fundia-se o “getter” de titânio para a absorção do oxigênio residual. Após cada fusão, virou-se a liga para que ocorresse uma melhor mistura dos elementos, assim garantindo a homogeneidade. Após 5 fusões em cada amostra, pesou-se os lingotes e foi calculada a perda de massa que é mostrada na Tabela 10. As perdas de massa foram baixas ($\leq 0,1\%$), sugerindo que as composições químicas estão próximas das composições nominais (GEORGE *et al.*, 2002).

Os valores reais pesados das massas das ligas são apresentados na Tabela 9.

Tabela 9 – Valores reais obtidos experimentalmente das massas das ligas propostas.

Liga	Massa pesada, em g, para confecção dos lingotes de 10 g				
	Fe	Co	Fe _{0,7} Co _{0,3}	Ti	Nb
Fe _{0,7} Co _{0,3} (FeCo)	6,884	3,118	10,002	0,000	0,000
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₇ Ti ₃ - (FeCo-3Ti)	6,714	3,033	9,748	0,255	0,000
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₈ Nb ₂ - (FeCo-2Nb)	6,668	3,015	9,683	0,000	0,328
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₅ Ti ₃ Nb ₂ - (FeCo-3Ti-2Nb)	6,488	2,928	9,416	0,256	0,323
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₉ Nb ₁ - (FeCo-1Nb)	6,775	3,065	9,839	0,000	0,169
(Fe _{0,7} Co _{0,3}) ₉₆ Ti ₃ Nb ₁ - (FeCo-3Ti-1Nb)	6,601	2,982	9,584	0,254	0,165

Fonte: Autoria própria

Tabela 10 - Perda de massa após a fusão.

Liga	Massas das ligas (g)		
	Antes da fusão	Depois da fusão	Perda (%)
FeCo	10,002	9,995	0,07%
FeCo-3Ti	10,002	9,999	0,03%
FeCo-2Nb	10,010	10,008	0,02%
FeCo-3Ti-2Nb	9,994	9,988	0,06%
FeCo-1Nb	10,008	10,007	0,01%
FeCo-3Ti-1Nb	10,002	9,992	0,10%

Fonte: Autoria própria

Os lingotes obtidos foram encapsulados em um tubo de quartzo. Antes do processo de selagem do tubo, foram realizadas três purgas. O tubo foi selado com uma atmosfera de argônio com 0,1 bar (PURR, 2018; WENTWORTH, 2018a). Na Figura 4 é mostrada a foto de uma cápsula de quartzo com alguns lingotes encapsulados. Os materiais encapsulados foram tratados termicamente em forno tubular resistivo a uma temperatura de 1200 °C por 48 h, para eliminação de segregações advindas do processo de fusão a arco (GEORGE *et al.*, 2002). Ao final do processo, as amostras sofreram resfriamento rápido em água, o que pode evitar o ordenamento da estrutura cristalina.

Figura 4 - Amostras encapsuladas antes de passarem pelo processo de tratamento térmico.

Fonte: Autoria própria

4.2 Análise da microestrutura

Inicialmente os lingotes foram cortados em 4 partes, na cortadeira de precisão Isomet 1000 – Buehler, conforme a representação mostrada na Figura 5:

Figura 5 - Representação dos cortes realizados nos lingotes após o tratamento térmico.

Fonte: autoria própria

Para a identificação das fases presentes nas ligas produzidas, foram efetuadas medidas por difratometria de raios X. Uma parte da liga foi pulverizada, empregando um disco de preparação adiamantado obtendo assim um pó fino. As medidas foram feitas no difratômetro de marca PANALYTICAL, modelo Empyrean com radiação $K\alpha$ de molibdênio ($\lambda = 0,7101 \text{ \AA}$) filtrada com filme de zircônio nas seguintes condições de medida: intervalo

angular entre 10° e 65° , passo angular de $0,01^\circ$ e tempo de contagem de 100 segundos para todas as ligas. A preferência pelo uso da radiação de molibdênio neste caso, e não a de cobre comumente utilizada, foi para minimizar o alto índice de absorção da radiação de cobre pelo ferro.

Para a microscopia eletrônica de varredura, uma parte da liga foi embutida a quente ($\sim 150^\circ\text{C}$) em uma resina de baquelite condutora (contendo limalhas de ferro), esse procedimento buscou melhorar o manuseio nas etapas de lixamento e polimento. Para tal procedimento, parte da liga e a resina foram inseridas na máquina Panpress, aplicando-se força constante de 18 kN (deve-se manter a força entre 15 e 20 kN) durante 12 minutos. Após isso, lixou-se a amostra com a lixa de 400, 500, 800, 1000, 1200, 2400 e por último de 4000 (grãos/cm²), nessa ordem, sempre rotacionando as amostras 90° a cada troca de lixa, com o objetivo de verificar a eliminação dos riscos deixados pela lixa anterior. Trocou-se a lixa por um pano de polimento e utilizou-se suspensão sílica coloidal (OP-U) com tamanho de partícula de $0,04\ \mu\text{m}$ para completar o polimento e água destilada como lubrificante. Após o polimento, na última etapa, as amostras foram atacadas quimicamente em 5% Nital (composta por 95% de metanol - CH_3OH e 5% de ácido nítrico - HNO_3), por esfregamento, com duração entre 1 e 5 segundos (PETZOW, 1999; WENTWORTH, 2018b). As imagens de microscopia óptica foram adquiridas por intermédio do microscópio óptico de marca Leica e as imagens de microscopia eletrônica de varredura foram adquiridas por meio de dois microscópios eletrônicos de varredura (MEV), um de marca HITACHI, modelo TM-3000, utilizando a potência de 15 kV para obter imagens no modo de elétrons retroespalhados (que fornecem imagem característica de variação de composição). O outro microscópio eletrônico é da marca LEO-ZEISS modelo 1450VP, neste houve uso tanto do detector de elétrons secundários do tipo Everhart-Thornley (que fornecem imagem de topografia da superfície da amostra e são responsáveis pela obtenção de imagens de alta resolução), quanto do detector de elétrons retroespalhados na obtenção das micrografias. Os elétrons que são reemitidos da superfície do material, por espalhamento elástico, são os retroespalhados. A intensidade do espalhamento dos retroespalhados está principalmente relacionada ao número atômico do átomo, quanto maior o número atômico, maior será o espalhamento. Já os elétrons secundários têm o espalhamento inelástico e tem uma energia cinética menor.

Foram realizadas análises de dispersão de energia por espectroscopia de raios X (EDS), recorrendo ao espectrômetro acoplado ao microscópio, para a determinação das

composições das fases, sendo realizada no mínimo 30 análises para cada amostra, para obter um resultado mais preciso sobre a composição das fases.

Para avaliação da dureza foram efetuadas medidas no equipamento microdurômetro da empresa BUEHLER, modelo MICROMET 2004. Nesta utilizou-se as mesmas amostras preparadas metalograficamente para observação em MEV. Foram realizadas 20 medidas em cada amostra com uma força de 100 gf por 15 s (HV 0,1/15), as indentações foram pela região central da amostra com o intuito de evitar o efeito de borda, além disso cada indentação foi espaçada uma da outra com no mínimo 2,5 vezes o tamanho da indentação (60 - 100 μm) (ASTM E384, 2017; ASTM E92, 2017; UFPR, 2006).

4.3 Propriedades Magnéticas

As medidas magnéticas para obtenção da magnetização em função da temperatura foram realizadas no equipamento PPMS (PHYSICAL PROPERTY MEASUREMENT SYSTEM) modelo EVERCOOL II da marca QUANTUM DESIGN em um magnetômetro de amostra vibrante, VSM (VIBRATING SAMPLE MAGNETOMETER) aplicando-se um campo magnético de 0,1 T (1000 Oe). As amostras para essas medidas foram cortadas em formato semelhante a um paralelepípedo com massas inferiores a 10 mg, conforme mostrado na Figura 6.

Figura 6 - Amostra de FeCo a ser analisada no PPMS

Fonte: Autoria própria

A amostra foi fixada por meio de uma cola de nitrocelulose, em um suporte tipo haste e inserida dentro do equipamento, no centro da bobina supercondutora que fornece o campo de até 9 T. Na presença do campo magnético da bobina supercondutora a haste, onde se encontra a amostra, oscila (vibra), esta oscilação por sua vez gera uma variação do fluxo magnético na amostra ($dB/dx \times dx/dt$). A variação do fluxo magnético é detectada pelas bobinas de captura na forma de voltagem induzida nestas bobinas. Finalmente, o sinal de voltagem é convertido em sinal de momento magnético. As medidas de magnetização de

saturação do PPMS não foram apresentadas neste trabalho devido a problemas técnicos na bobina do equipamento. Os resultados de magnetização reduzida nos gráficos M vs T estão normalizados devido à problemas na bobina de captura do equipamento, entretanto ainda foram mantidos por contribuir qualitativamente para este trabalho.

Para a realização das medidas de magnetostricção, as amostras foram cortadas em cubos com dimensões de aproximadamente 2 mm x 2 mm x 2 mm com os lados opostos paralelos, utilizando a cortadeira de precisão Buehler Isomet 1000 (BUEHLER, 2021a). O instrumento de medição utilizado foi o dilatômetro de capacitância (ROTTER *et al.*, 1998). Neste sistema é utilizada uma ponte de capacitância de alta precisão (1×10^{-7} pF) da marca Andeen-Hagerling, modelo 2550A, para a polarização (15 V) e leitura da capacitância do dilatômetro. Na Figura 7 é ilustrado o desenho esquemático do sistema.

Figura 7 - Desenho esquemático do sistema de medida de magnetostricção.

Fonte: Adaptado de SANTOS (2013)

Para a medida da temperatura do dilatômetro, foi utilizado um sensor resistivo de platina da marca LakeShore, cuja excitação ($30 \mu\text{A}$) é feita por meio de uma fonte de corrente contínua 120 CS LakeShore. A leitura da tensão do sensor é feita num multímetro Keithley modelo 2000. O campo magnético foi produzido pelo eletroímã de cobre refrigerado à água da marca LakeShore modelo EM4-HVA, alimentado por uma fonte de corrente bipolar ($\pm 70 \text{ A}$) programável também da LakeShore modelo 642, esta permite o ajuste do espaço entre os polos magnéticos e gera um campo de até cerca $1,1 \text{ T}$. A medida do campo magnético é feita num gaussímetro DSP LakeShore, modelo 475 com sonda Hall.

O controle do campo é feito mediante controle da corrente da fonte, pela interpolação ou extrapolação dos valores de campo em uma curva de campo por corrente, levantada experimentalmente para este eletroímã. As magnetostricções foram medidas em temperatura ambiente ($\sim 300 \text{ K}$), com o campo magnético aplicado variando de 0 a $1,1 \text{ T}$ no modo DC, e taxa de variação do campo é de $0,4 \text{ T/min}$ ou $0,45 \text{ T/min}$.

Na Figura 8 tem-se um esquema ampliado do princípio básico de funcionamento do dilatômetro de capacitância, onde a amostra fica localizada no centro entre as placas circulares paralelas do dispositivo e conforme a amostra contrai ou dilata em resposta à aplicação do campo magnético H , ocorre a aproximação ou separação entre as placas do dilatômetro, o que varia os valores lidos pela ponte de capacitância, pois a tensão aplicada entre as placas é fixa. Esses valores estão relacionados com a magnetostricção por meio de equações não lineares.

Figura 8 - Esquema do dilatômetro com a amostra inserida

Fonte: Autoria própria

Além da medida de magnetostricção longitudinal, também foi medido a magnetostricção transversal girando o dilatômetro em 90° no suporte. Os 3 lados paralelos das amostras em forma de cubos foram medidos.

4.4 Produção das chapas de FeCo-3Ti e FeCo-3Ti-1Nb

Para a produção das chapas de FeCo-3Ti e FeCo-3Ti-1Nb seguiu-se o mesmo procedimento descrito na preparação das ligas (4.1), alterando-se apenas a massa que ficou em torno de 40 g. Para a posterior laminação dos lingotes, estes foram banhados em hidróxido de magnésio (MgOH) diluído (8% p/v) e depois encapsulados em tubos de aço inox, tendo as extremidades dos tubos sido prensadas para fecha-lo. A utilização do tubo de inox visa evitar possíveis danos ao laminador e possíveis oxidações do material, visto que era desconhecido o comportamento do material. Já o uso do MgOH visa evitar o caldeamento da liga com o aço inox do tubo devido o processo ser realizado a quente. A temperatura de laminação usada foi de 1100 °C.

A Figura 9 mostra como as ligas ficaram após serem encapsuladas para a laminação.

Figura 9 - Ligas encapsuladas para a laminação

Fonte: Autoria própria

A laminação a quente ocorreu no laminador com o auxílio de um forno a 1100 °C, inicialmente o lingote de FeCo-3Ti tinha uma espessura de 9,3 mm e ao final do processo ficou com 3,1 mm de espessura, apresentando uma redução de 65%. Já o lingote de FeCo-3Ti-1Nb tinha uma espessura de 7,1 mm e ao final do processo ficou com 1,1 mm de espessura, resultando em uma redução de 85%. Logo depois as chapas foram cortadas pela cortadeira de alta velocidade Buehler IsoMet High Speed Pro (BUEHLER, 2021b) em forma de chapas retangulares e logo após foram tratadas termicamente por 24 h a 1200 °C. A Figura 10 exibe as chapas após os processos, é importante que ao final as chapas tenham no máximo 14 mm (1,4 cm) de largura para caber dentro do interior da bobina primária que tem um diâmetro interno de 16 mm (1,6 cm) e um comprimento de aproximadamente 80 mm (8 cm) para caber dentro do núcleo de ferrita (que o tamanho mínimo suportado é de 50 mm).

Figura 10 - Chapas após os processos de laminação, corte e tratamento térmico na forma de paralelepípedo reto.

Fonte: Autoria própria

4.5 Medidas magnéticas realizadas nas chapas de FeCo-3Ti e FeCo-3Ti-1Nb

Foram realizadas medidas magnéticas para obtenção da permeabilidade relativa e magnetostricção nas chapas de FeCo-3Ti e FeCo-3Ti-1Nb usando o dispositivo mostrado na Figura 11. Os núcleos magnéticos em formato de U são de ferrita e servem para fechar o circuito magnético com a amostra, não sendo necessário assim considerar efeitos de desmagnetização do material, que é essencial para a medida de permeabilidade do material. A bobina primária gera o campo magnético ao ser alimentada por uma corrente elétrica produzida por uma fonte de corrente da TEKTRONIX, modelo PWS4602, com uma corrente variável no tempo. Ao redor do material (chapa) foi enrolada a bobina secundária com 100 espiras e este conjunto foi colocado dentro da bobina primária, conforme Figura 11 (não é possível ver a amostra). A medida de indução magnética inicial B_i em função do campo magnético aplicado é realizado por um fluxímetro da marca LAKESHORE modelo 480 (LAKE SHORE CRYOTRONICS, 2019) conectado à bobina secundária. A bobina secundária é o sensor que capta a variação do fluxo magnético no material devido a variação temporal do campo magnético H , fornecendo a curva B_i versus H . A permeabilidade magnética é calculada a partir da curva B_i vs H , calculando-se a derivada desta, pois é conhecido que $B = \mu H$, sendo μ a permeabilidade magnética do material. Também é possível medir o laço de histerese do qual é possível extrair os valores da indução remanescente, do campo coercivo e da indução magnética máxima do material, que é limitada pelo campo magnético máximo do dispositivo.

Para as medidas de magnetostricção foram utilizados dois extensômetros, com fator de sensibilidade de 2,17 do fabricante nacional EXCEL SENSOR, para cada liga. Utilizou-se um para realizar medidas da magnetostricção longitudinal em relação ao campo aplicado e o outro para a transversal também em relação ao campo aplicado. Esta deformação magnetostrictiva detectada pelos extensômetros foi medida por uma ponte de WHEATSTONE da NATIONAL INSTRUMENTS (NI9237) de alta sensibilidade (~ 1 ppm) na configuração de $\frac{1}{4}$ de ponte. O dispositivo para geração do campo e fechamento do circuito magnético é o mesmo da Figura 11.

Figura 11 - Dispositivo para a medida de permeabilidade magnética relativa em ligas na forma de paralelepípedo reto.

Fonte: Autoria própria

Após as medidas magnéticas, as chapas foram cortadas em três partes, sendo que uma foi para análise de DRX, outra para análise no microscópio eletrônico (MEV/EDS) e a última parte para análise de resistividade elétrica. As amostras para difratometria de raios X foram cortadas com 20 mm de altura e as outras dimensões não foram modificadas, em seguida foram embutidas em resina poliéster transparente (peróxido de metil-etil cetona) de marca TECLAGO (TECLAGO, 2016), lixadas e polidas, removidas da resina e analisadas pelo difratômetro conforme procedimentos e condições descritas no tópico 4.2. Para análise das partes referentes a MEV/EDS, as amostras foram cortadas com 10 mm de altura, as demais medidas foram mantidas as originais da chapa, embutidas a quente e analisadas nas mesmas condições do tópico 4.2 no que se refere a MEV/EDS. Na Figura 12 tem-se a imagem das chapas antes de serem cortadas com as dimensões marcadas.

Figura 12 - Chapas de FeCo-3Ti e FeCo-3Ti-1Nb marcadas para os cortes.

Fonte: Autoria própria

A análise de resistência elétrica foi realizada pelo método das 4 pontas (OKA, 2000). As amostras de resistividade analisadas tinham forma retangulares com as dimensões de aproximadamente 2 - 3 cm de comprimento e 1,5 - 3 mm de espessura e largura. As dimensões da seção transversal das amostras foram medidas por um micrômetro com precisão de 0,001 mm, para o cálculo da área da seção transversal, que é um dado necessário para o cálculo da resistividade. As distâncias entre os terminais foram medidas por meio de uma régua (erro de 0,5 mm), na Figura 13 é mostrada uma das amostras com os terminais 4 pontas soldados. A corrente é alimentada por dois terminais externos usando-se uma fonte da marca TEKTRONIX, modelo PWS4602 e a tensão é medida pelos terminais internos usando-se um multímetro Keithley modelo 2000.

Figura 13 - Liga com os 4 pontos de solda ligados a 4 fios de cobre.

Fonte: Autoria própria

5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

No presente tópico são apresentados os resultados da caracterização da microestrutura e propriedades magnéticas e elétricas das ligas $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ com adição de Ti e Nb separadamente, assim como com a adição simultânea dos mesmos elementos.

5.1 Liga FeCo ($\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$)

A Figura 14 mostra o padrão de difração obtido para a liga FeCo. A liga FeCo é monofásica, e a única fase presente foi identificada como sendo a fase α , de estrutura cúbica de corpo centrado (CCC) desordenada, ou estrutura A2. A curva em preto é o espectro da fase CCC com composição $\text{Fe}_{0,6}\text{Co}_{0,4}$ (PAPANTONIS; BASSETT, 1977). A curva em vermelho é o resultado experimental. Os pequenos picos anteriores a 20° (2θ) estão provavelmente relacionados a contaminação pelo manganês presente no ferro 98%, esta contaminação pode ter formado pequenos precipitados de uma fase que apareceu no difratograma.

Figura 14 - Difratograma de raios X da liga FeCo.

Fonte: Autoria própria

Na Figura 15 é mostrada a estrutura cristalina da estrutura A2, cúbica de corpo centrado desordenada:

Figura 15 - Estrutura cristalina do tipo A2 para a liga FeCo.

Fonte: Adaptado de HADEF (2016)

O refinamento da estrutura foi realizado usando o *software* FullProf versão 2021, utilizando método de Rietveld de refinamento de estrutura, resultou no valor de parâmetro de rede de 2,86281 (3) Å ($R_p = 13,3$, $R_{wp} = 12,8$, $R_{exp} = 9,44$ e $\chi^2 = 1,84$), considerando nesses cálculos alguns parâmetros instrumentais e estruturais. O difratograma foi ajustado por uma função do Pseudo-Voigt (combinação de curvas Gaussiana e Lorentziana) no programa. O χ^2 indica a qualidade do ajuste, quanto mais próximo o χ^2 estiver de 1, melhor é o ajuste pelo método. A Figura 16 mostra o refinamento feito pelo método de Rietveld no FullProf. Todas as ligas desse trabalho serão refinadas nos *softwares* pelos mesmos métodos, ajustes e considerando os mesmos parâmetros da análise desta liga.

Figura 16 - Refinamento da liga $Fe_{70}Co_{30}$ no *software* FullProf.

Fonte: Autoria própria

Os valores dos parâmetros de rede da liga FeCo são próximos ao encontrado na literatura que é de 2,858 Å, o que aumenta a confiabilidade dos resultados (PAPANTONIS; BASSETT, 1977; SUNDAR; DEEVI, 2005; PERSIANO; RAWLINGS, 1991).

O valor médio de dureza medido para a liga FeCo é de 209 ± 8 HV (kgf/mm²), sendo 12% menor que o valor encontrado na literatura que é de 238 HV para o Fe₇₀Co₃₀ extrudado (ZHAO; BAKER, 1994). A diferença pode estar relacionada ao tipo de processo de deformação que o material foi submetido. Para efeito de comparação, a liga FeCo-V tem uma dureza Vickers média de aproximadamente 250 HV (CHRYSLIS TECNOLOGIES INCORPORATED, 2004).

Na Figura 17 são mostradas as micrografias obtidas por microscopia óptica da liga FeCo após o ataque químico para duas ampliações diferentes. Pelas imagens de microscopia óptica foi possível calcular o tamanho médio de grão pelo método dos interceptos de Heyn (ASTM, 2013; BARROS, 2020; RUCHERT, 2016). O valor do diâmetro médio de grão é de $78,3 \pm 9,0$ µm e o número do tamanho de grão G ASTM é de 4,0. É possível notar alguns pontos mais escuros na amostra que são corrosões por *pites* (corrosões por orifícios) geradas pelo ataque químico.

Figura 17 – Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.

(a) 50 X

(b) 200 X

Fonte: Autoria própria

Na Figura 18 é mostrada a micrografia da liga Fe-Co após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura (MEV), a imagem da esquerda foi obtida com o detector de elétrons secundários e a imagem da direita foi obtida com o detector de elétrons retroespalhados.

Figura 18 - Micrografia da liga Fe-Co após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

A Figura 19 mostra a imagem de uma região da amostra da liga Fe-Co a imagem foi obtida com o detector de elétrons retroespalhados, onde é possível observar uma microestrutura monofásica, com uma fração volumétrica pequena de uma segunda fase que é rica em Mn, advinda do Fe utilizado a 98% de pureza, conforme já apresentado em materiais e métodos.

Figura 19 - Micrografia da liga FeCo homogeneizada com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

A análise composicional da liga FeCo, obtida por microscopia eletrônica de varredura e por espectroscopia de raios X por dispersão em energia (EDS ou EDX) mostrou que a composição obtida foi de $69,59 \pm 0,24$ %at. Fe, $29,93 \pm 0,23$ %at. Co e $0,48 \pm 0,07$ %at. Mn, mostrando que a liga é suficientemente homogênea e a composição é próxima à

composição nominal. A diferença na tonalidade na imagem é devida a diferentes orientações cristalográficas dos grãos. Os resultados obtidos por microscopia óptica e de varredura corroboram com o resultado de difração de raios X, pois de fato só há uma fase presente nessa amostra que provavelmente é a fase α - C.C.C. desordenada (do tipo A2). Entretanto, como as reflexões em difração de raios-X da fase B2 ocorrem para ângulos muito próximos aos da fase A2, o grau de desordem/ordem não pode ser determinado pelas técnicas utilizadas, sendo necessário utilizar a microscopia eletrônica de transmissão para determinar se a estrutura é desordenada (A2) ou ordenada (B2), ou uma mistura delas.

Na Figura 20 o gráfico da magnetização reduzida, ou seja, o valor da magnetização pelo seu valor máximo ($M/M_{\text{máx}}$) em função da temperatura para a liga FeCo mostra que a magnetização é praticamente constante para esse intervalo de temperatura. Isso está coerente com a literatura que prevê uma temperatura de Curie alta (920°C) para a liga de FeCo (SUNDAR; DEEVI, 2005). Na ampliação observa-se que de fato há um pequeno aumento da magnetização de $\sim 2\%$ na magnetização a partir de 4 K atingindo o máximo em 240 K. De 240 K até 350 K há uma queda de cerca de 0,5%. Ainda não temos entendimento deste comportamento.

Figura 20 - Gráfico de magnetização reduzida da liga Fe-Co por temperatura.

Fonte: Autoria própria

A Figura 21 mostra as curvas de magnetostricção longitudinal (em preto) e transversal (em verde) dos 3 lados (faces) da amostra de FeCo na forma de um cubo, obtidas em temperatura ambiente (300 K) sob um campo aplicado variando de 0 a 1.1 T. Utilizando a equação (2) é possível obter a magnetostricção total (λ_{total}) e a magnetostricção de saturação ($\lambda_{\text{saturação}}$), sendo que todos os valores calculados estão discriminados na Tabela 11.

Figura 21 - Magnetostricção longitudinal e transversal para a amostra de FeCo: a) lado com 2,228 mm b) lado com 1,750 mm c) lado com 2,210 mm.

Fonte: autoria própria

Tabela 11 - Valores medidos de magnetostricção para a liga de FeCo.

magnetostricção dimensão (ppm) do cubo (mm)	$\lambda_{\text{longitudinal}}$	$\lambda_{\text{transversal}}$	λ_{total}	$\lambda_{\text{saturação}}$
L1 - 2,228	53	-8	61	41
L2 - 1,750	87	-15	102	68
L3 - 2,210	93	-19	112	75

Fonte: autoria própria

Observando a Figura 21 e a Tabela 11 nota-se que o valor da magnetostricção para o L3 (Figura 21c) é maior que para os outros lados, sendo L1 (Figura 21a) apresenta a menor magnetostricção. Essa diferença pode ser atribuída a um efeito de textura. No processo de obtenção da amostra, pode ter ocorrido uma texturização na direção de solidificação, criando uma direção preferencial da orientação da rede cristalina nesta direção. Na liga de Fe-Ga, observou-se que o mesmo ocorria, sendo que a maior magnetostricção ocorria na direção de solidificação (BORMIO-NUNES *et al.*, 2005). A magnetostricção da literatura para a liga de Fe₇₀Co₃₀ (%at.) é de 70 ppm (HAN *et al.*, 2017), este valor está coerente com o encontrado experimentalmente (entre 61 e 112 ppm), pois encontra-se dentro deste intervalo. É notável que para todos os lados medidos a relação dada pela equação (3): $\lambda_{\text{longitudinal}} = -2 \lambda_{\text{transversal}}$ não é satisfeita, corroborando com o argumento que a amostra não é isotrópica, ou seja, há de fato uma textura presente.

5.2 Liga FeCo-3Ti ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₇Ti₃)

A Figura 22 mostra o padrão de difração obtido para a liga FeCo-3Ti. A liga possui a mesma fase da liga Fe-Co, ou seja, uma única fase (α) cuja estrutura possivelmente é do tipo A2. A curva em vermelho representa o resultado experimental da liga Fe-Co. A curva em azul é o resultado experimental da liga FeCo-3Ti. A posição dos picos referentes às reflexões da rede da liga com Ti estão levemente deslocados para a esquerda, ou seja, para ângulos menores, o que de acordo com lei de Bragg significa que o parâmetro de rede da liga ternária com titânio é maior que da liga binária FeCo.

Figura 22 - Difratoograma de raios X da liga FeCo-3Ti.

Fonte: Autoria própria

O refinamento da estrutura foi realizado usando o *software* FullProf resultou no valor de parâmetro de rede de 2,86943 (4) Å ($R_p = 15,2$, $R_{wp} = 12,4$, $R_{exp} = 10,43$ e $\chi^2 = 1,42$). O valor médio de dureza medido para a liga FeCo-3Ti é de 249 ± 22 HV (kgf/mm²).

Na Figura 23 são mostradas as micrografias obtidas por microscopia óptica da liga FeCo-3Ti após o ataque químico para duas ampliações diferentes. Nestas imagens é possível notar qualitativamente que os grãos aumentaram com a adição de Ti à liga FeCo, ao fazer uma análise quantitativa pelo método dos interceptos de Heyn obteve-se o valor de $130,5 \pm 20,9$ μm para o diâmetro médio de grão e um número do tamanho de grão G ASTM de 2,5. É possível notar novamente alguns pontos mais escuros na amostra que são corrosões por pites (corrosões por orifícios) gerada pelo ataque químico.

Figura 23 - Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-3Ti após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.

(a) 50 X

(b) 200X

Fonte: Autoria própria

Na Figura 24 é mostrada a micrografia da liga FeCo-3Ti após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura, sendo que a imagem da esquerda foi obtida com o detector de elétrons secundários e a imagem da direita foi obtida com o detector de elétrons retroespalhados.

Figura 24 - Micrografia da liga FeCo-3Ti após o tratamento térmico de homogeneização obtidas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

A Figura 25 é uma ampliação de uma região da liga FeCo-3Ti, tendo sido obtida com o detector de elétrons retroespalhados. Assim como na liga FeCo, é possível notar uma estrutura monofásica.

Figura 25 – Micrografia da liga FeCo-3Ti homogeneizada com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

A análise composicional realizada por EDS mostrou que a composição obtida é suficientemente próxima a composição nominal ($67,97 \pm 0,19$ %at. Fe, $28,8 \pm 0,20$ %at. Co e $2,99 \pm 0,14$ %at. Ti). O manganês não apareceu na análise depois da adição do Ti. Os resultados obtidos por microscopia óptica e de varredura corroboram com o resultado de difração de raios X, pois de fato só há uma fase presente nessa amostra.

A Figura 26 apresenta o gráfico de magnetização reduzida em função da temperatura da liga FeCo-3Ti. A magnetização é praticamente constante para esse intervalo de temperatura, o que pode indicar que a temperatura de Curie seja alta, assim como na liga binária. Assim como na liga FeCo, a curva $M/M_{\text{máx}}$ vs T da liga FeCo-3Ti também apresenta um máximo, mas este ocorre para a temperatura de 86 K e não mais 240 K. O aumento da magnetização a partir de 4 K até o máximo é menor que 1%, mas a queda a partir do máximo até 335 é de ~ 5%.

Figura 26 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-3Ti por temperatura.

Fonte: Autoria própria

A Figura 27 mostra as curvas de magnetostricção longitudinal (em preto) e transversal (em azul) dos 3 lados da amostra de FeCo-3Ti na forma de um cubo, obtidas em temperatura ambiente (300 K) sob um campo aplicado variando de 0 a 1.1 T. Utilizando a equação (2) é possível obter a magnetostricção total (λ_{total}) e a magnetostricção de saturação ($\lambda_{\text{saturação}}$), todos os valores calculados estão discriminados na Tabela 12.

Observando a Figura 27 e a Tabela 12 nota-se que o valor da magnetostricção para o L1 (Figura 27a) é maior que para os outros lados, sendo L2 (Figura 27b) o menor valor. Essa desigualdade, assim como no caso da liga FeCo é atribuída à textura que pode ter sido desenvolvida na direção de (BORMIO-NUNES *et al.*, 2005). A magnetostricção da liga FeCo diminuiu com a adição do titânio (Tabela 11). Uma redução na magnetostricção devido à adição de Ti ao ferro puro também foi determinada por Fulop (2018), mas os valores obtidos aqui ainda são altos se comparados aos da liga Fe-Ti, que são da ordem de 1 ppm (FULOP *et al.*, 2021).

Figura 27 - Magnetostricção longitudinal e transversal para a amostra de FeCo-3Ti: a) lado com 1,657 mm b) lado com 2,020 mm c) lado com 2,058 mm.

Tabela 12 - Valores medidos de magnetostricção para a liga de FeCo-3Ti

dimensão do cubo (mm)	magnetostricção (ppm)			
	$\lambda_{\text{longitudinal}}$	$\lambda_{\text{transversal}}$	λ_{total}	$\lambda_{\text{saturação}}$
L1 - 1,657	75	-7	82	55
L2 - 2,020	53	-2	55	37
L3 - 2,058	42	-14	56	37

Fonte: Autoria própria

5.3 FeCo-3Ti ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₇Ti₃) LAMINADA

A Figura 28 mostra o padrão de difração obtido para a chapa de FeCo-3Ti. A estrutura, as fases e os picos se mantiveram os mesmos da Liga FeCo-3Ti ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₇Ti₃) sem ser laminada. A curva em vermelho representa o resultado experimental da liga Fe-Co. A curva em azul é o resultado experimental da liga FeCo-3Ti. Isso significa que apesar do processo de laminação e tratamento térmico a que o material foi submetido, as fases do material se mantêm as mesmas. Pela amostra não estar pulverizada, não foi realizado o refinamento pelo software FullProf, pois o método foi desenvolvido para amostras em pó.

Figura 28 – Difratoograma de raios X da chapa de FeCo-3Ti.

Fonte: Autoria própria

Na Figura 29 é mostrada a micrografia da chapa de FeCo-3Ti, após o processo de laminação e tratamento térmico, obtida com o detector de elétrons retroespalhados por microscopia eletrônica de varredura (MEV). É possível notar alguns pontos escuros na amostra que são pontos de oxidação do titânio. A análise composicional gerada pelo EDS mostrou que a composição obtida da chapa é suficientemente próxima a composição nominal

($68,24 \pm 0,45$ %at. Fe, $29,06 \pm 0,44$ %at. Co e $2,70 \pm 0,09$ %at. Ti). Os resultados obtidos por microscopia de varredura corroboram com o resultado de difração de raios X, visto que de fato só existe uma fase presente nessa amostra.

Figura 29 - Micrografia da chapa de FeCo-3Ti laminada com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

Na Figura 30 é apresentada a curva de histerese obtida pelo dispositivo mostrado na Figura 11, em circuito magnético fechado. O valor obtido para a indução magnética máxima é de $B_{\max} = 2,33$ T. Já na Figura 31 onde é apresentado uma ampliação próxima da origem para melhor observação do campo remanescente (B_r) e do campo coercivo H_C . Assim pôde-se determinar que a liga FeCo-3Ti- apresenta o valor de $B_r = 0,3$ T e $H_C = 420$ A/m.

Figura 30 - Curva de histerese obtida para a liga FeCo-3Ti LAMINADA.

Fonte: autoria própria

Figura 31 - Histerese da liga LAMINADA de FeCo-3Ti ampliada próxima à origem para visualização de H_c e B_r .

Fonte: autoria própria

Na Figura 32 observa-se que o valor da permeabilidade relativa inicial μ_r^{inicial} é de 300 ($H = 0$) e da permeabilidade relativa máxima $\mu_r^{\text{máxima}}$ é de 855 para um campo de 500 A/m. O valor da permeabilidade inicial é superior ao da liga FeCo da literatura que é reportada ser 200 (SUNDAR; DEEVI, 2005). Este resultado confirma que a adição do Ti à liga FeCo teve o mesmo efeito da adição do Ti ao Fe puro, conforme a premissa inicial do trabalho, ou seja, aumentou a susceptibilidade.

Figura 32 - Gráfico na permeabilidade relativa da liga de FeCo-3Ti LAMINADA.

Fonte: Autoria própria

A Figura 33 exibe as curvas de magnetostricção longitudinal (em azul) e transversal (em vermelho) em ppm (10^{-6}) para a chapa de FeCo-Ti, obtidas em temperatura ambiente (300 K), sendo a magnetostricção medida por extensometria. O valor da magnetostricção longitudinal ($\lambda_{\text{longitudinal}}$) é de 20 ppm e o da magnetostricção transversal ($\lambda_{\text{transversal}}$) é de -9 ppm. Utilizando a equação (2) foi possível obter a magnetostricção total (λ_{total}) de 29 ppm e a magnetostricção de saturação ($\lambda_{\text{saturação}}$) 19 ppm. Observa-se que a relação entre $\lambda_{\text{longitudinal}} = -2\lambda_{\text{transversal}}$ é satisfeita, indicando que o material é isotrópico, ou seja, processado da maneira que foi, o material não desenvolveu textura. O valor de 29 ppm é cerca da metade dos menores valores obtidos na mesma liga medidos no dilatômetro (Tabela 12), mas lembrando que naquelas amostras há efeito de textura envolvido. A orientação preferencial da rede cristalina na direção de fácil magnetização acarretaria maior valor de magnetostricção.

Figura 33 - Magnetostricção da liga laminada FeCo-3Ti longitudinal (em azul) e transversal (em vermelho).

Fonte: Autoria própria

A Figura 34 mostra o gráfico dos dados de voltagem na amostra de FeCo-3Ti LAMINADA em função da corrente elétrica aplicada e a regressão linear. O coeficiente da regressão linear foi de $R = 0,99944$ e obtemos o coeficiente angular que nos forneceu a resistência de $576,9 \pm 0,1 \mu\Omega$. Com a resistência, sabendo que os valores de altura $h = 2,970 \pm 0,001$ mm e espessura $e = 2,476 \pm 0,001$ mm resultam na área da seção transversal de

$A = 0,0735372 \pm 0,0000387 \text{ cm}^2$, junto com o comprimento $l = 1,40 \pm 0,05 \text{ cm}$ e com a equação (4) da resistividade, foi possível calcular a resistividade da liga de FeCo-3Ti LAMINADA que é de $30,3 \pm 1,1 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ (BARROSO, 2006; TABACNIKS, 2003; TSIAD, 2012; VUOLO, 1996).

$$\rho = \frac{R * A}{l} \quad (4)$$

Figura 34 – Voltagem na amostra de FeCo-3Ti LAMINADA em função da corrente aplicada e regressão linear.

Fonte: Autoria própria

A resistividade obtida para a liga de FeCo-3Ti LAMINADA, de $30,3 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, é 4 vezes maior que o valor encontrado para a liga FeCo da literatura que é $7 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ (SUNDAR; DEEVI, 2005), conforme esperado. Este efeito é positivo, pois reduz as perdas por correntes parasitas se o material for aplicado em dispositivos que demandem corrente alternada.

5.4 Liga FeCo-2Nb ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₈Nb₂)

A Figura 35 mostra o padrão de difração obtido para a liga FeCo-2Nb. A curva em vermelho é o resultado experimental da liga Fe-Co. A curva em verde é o resultado experimental da liga FeCo-2Nb.

Figura 35 - Difratoograma de raios X da liga FeCo-2Nb.

Fonte: Autoria própria

O refinamento da estrutura foi realizado usando o *software* FullProf resultou no valor de parâmetro de rede de 2,86144 (5) Å ($R_p = 13,1$, $R_{wp} = 12,0$, $R_{exp} = 8,89$ e $\chi^2 = 1,84$). O valor médio de dureza obtido para a liga FeCo-2Nb é de 473 ± 39 HV (kgf/mm²).

Na Figura 36 são mostradas as micrografias obtidas por microscopia óptica da liga FeCo-2Nb, após o ataque químico, para duas ampliações diferentes. É possível visualizar uma estrutura próxima a dendrítica, causada pela solidificação rápida e pela adição de nióbio, esta estrutura acabou se mantendo mesmo após o tratamento térmico (CAMPBELL, 2008; KURZ; FISHER, 1992), devido à forma desta estrutura não foi possível identificar e calcular o tamanho de grão médio nem o número de grão G ASTM. As partículas escuras na matriz foram medidas pelo *software* ImageJ, têm uma área entre 3 e 18 μm^2 (RUEDEN *et al.*, 2017) e são as fases ricas em nióbio que devem ter escurecido após o ataque químico, as áreas são próximas das obtidas em micrografias de varredura.

Na Figura 37 é mostrada a micrografia da liga FeCo-2Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura, onde é possível identificar que se formou uma estrutura bifásica.

Figura 36 - Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-2Nb após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.

(a) 50X

(b) 200 X

Fonte: Autoria própria

Figura 37 - Micrografia da liga FeCo-2Nb, após o tratamento térmico de homogeneização, obtidas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 500 X.

Fonte: Autoria própria

A Figura 38 mostra a imagem de uma região da amostra da liga FeCo-2Nb onde foram feitas medidas de composição por MEV/EDS.

Figura 38 - Micrografia da liga FeCo-2Nb homogeneizada com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

A análise de EDS mostra que existem duas fases mais ricas em Nb. Uma delas de forma tipo elipsoide, que pelos resultados de EDS tem a composição de ~ 52 %at. Fe, 29 %at. Co e 19 %at. Nb (ponto 2 na Figura 38, cinza mais escuro) e a outra de forma arredondada tem composição de ~ 34 %at. Fe, 15 %at. Co e 49 %at. Nb (ponto 1 na Figura 38, cinza mais claro). Já a matriz tem composição de ~69%at. Fe, 30%at. Co e 1%at. Nb.

Persiano e Rawlings (1991) identificaram esta segunda fase na liga FeCo-V como paramagnética, tendo a estrutura $L1_2$ (CFC ordenada), próxima a composição $(\text{Fe}, \text{Co})_3\text{V}$. Na liga FeCo-2Nb supomos que seja a mesma fase $L1_2$ onde o nióbio substituiria o vanádio. Na estrutura $L1_2$, representada na Figura 39, o nióbio ocupa os vértices da rede enquanto o ferro e o cobalto estão localizados aleatoriamente nas faces centradas (SOURMAIL, 2005). Além desta fase, é possível identificar a presença de outra fase mais rica em nióbio (ponto 1 na Figura 38, cinza mais claro) que provavelmente é a solução sólida $(\text{Nb}_{6,33}\text{Fe}_{6,67}, \text{Nb}_{6,5}\text{Co}_{6,5})$ (WAGNER; CONRAD; HARBRECHT, 1995). No entanto, ambas as fases ricas em nióbio não podem ser identificadas por DRX devido a sua pequena fração volumétrica, sendo de aproximadamente 4,5% de acordo com o cálculo feito usando o ImageJ (RUEDEN *et al.*, 2017).

Figura 39 - Estrutura $L1_2$ com átomos de Fe, Co e Nb.

Fonte: Adaptado de WANG *et al.* (2019)

A Figura 40 apresenta o gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-2Nb por temperatura. Esta figura é equivalente à Figura 20 e Figura 26 para as ligas de FeCo e FeCo-3Ti. O mesmo tipo comportamento ocorre, porém o valor do máximo ocorre para temperaturas mais altas, de ~280 K, se comparadas as outras duas ligas em que foi obtido 240 K (FeCo) e 86K (FeCo-3Ti). A variação na magnetização observada foi apenas cerca de 3%.

Figura 40 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-2Nb por Temperatura.

Fonte: Autoria própria

5.5 Liga FeCo-1Nb ($(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{99}\text{Nb}_1$)

A liga FeCo-1Nb foi feita no presente trabalho com o intuito de eliminar a presença da segunda fase.

A Figura 41 mostra o padrão de difração obtido para a liga FeCo-1Nb obtido na amostra na forma sólida. A curva na cor vermelha representa o difratograma da estrutura da liga referência Fe-Co. A curva na cor verde é o resultado experimental da liga de composição FeCo-1Nb.

Figura 41 - Difratograma de raios X da liga FeCo-1Nb.

Fonte: Autoria própria

O refinamento da estrutura foi realizado usando o *software* FullProf resultou no valor de 2,8615 Å ($R_p = 13,86$, $R_{wp} = 13,39$ e $R_{exp} = 0,11$). Já o refinamento de estrutura realizado no *software* FullProf resultou no valor de parâmetro de rede de 2,86886 (4) Å ($R_p = 12,7$, $R_{wp} = 12,6$, $R_{exp} = 9,27$ e $\chi^2 = 1,86$). A estrutura é a fase (α) da liga Fe-Co provavelmente do tipo A2. O valor médio de dureza obtido para a liga FeCo-1Nb é de 386 ± 23 HV (kgf/mm^2).

Na Figura 42 são mostradas as micrografias obtidas por microscopia óptica da liga FeCo-1Nb, após o ataque químico, para duas ampliações diferentes. Não foi possível contar o número de grãos, pois a estrutura dendrítica não foi totalmente eliminada com o tratamento térmico de homogeneização aplicado.

Figura 42 - Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-1Nb após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.

(a) 50 X

(b) 200X

Na Figura 43 é mostrada a micrografia da liga FeCo-1Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura, a imagem da esquerda foi obtida com o detector de elétrons secundários e a imagem da direita foi obtida com o detector de elétrons retroespalhados.

Figura 43 - Micrografia da liga FeCo-1Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtidas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

Na Figura 44 obtida por elétrons secundários é possível ver o precipitado de forma mais nítida.

Figura 44 - Micrografia da liga homogeneizada FeCo-1Nb com ampliação de 2000 X com setas apontadas para os precipitados ricos em nióbio.

Fonte: Autoria própria

A liga tem uma matriz com composição de $68,69\% \pm 0,41$ at. Fe, $29,60 \pm 0,21$ %at. Co e $1,72 \pm 0,45$ %at. Nb e aparenta ter mantido uma pequena quantidade de precipitado esférico, todavia em fração volumétrica é menor do que a liga com FeCo-2Nb. Existem dois tipos de precipitados na amostra, um com composição de $\sim 57\%$ at. Fe, 25%at. Co e 18%at. Nb e outro de composição $\sim 42,5\%$ at. Fe 22%at. Co e 35,5%at. Nb e novamente não é possível confirmar sua estrutura por difração de raios X por estar presente em uma quantidade muito pequena ($< 5\%$).

A Figura 45 apresenta o gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-1Nb por temperatura. Nele pode-se observar o mesmo tipo de comportamento de $M/M_{\max}$ vs T, apresentando um máximo. Nesta situação o máximo ocorre para 165 K, isto é, para uma temperatura menor que a liga com adição de 2% de Nb. Vale ressaltar que para esta medida os valores em baixas temperaturas (de 3 a 30K) estavam bem ruidosos e foram removidos do gráfico. Parece ter sido algum problema do equipamento nesta região de temperatura.

Figura 45 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-1Nb por temperatura.

Fonte: Autoria própria

5.6 Liga FeCo-3Ti-2Nb ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₅Ti₃Nb₂)

A Figura 46 mostra o padrão de difração obtido para a liga FeCo-3Ti-2Nb. A curva na cor vermelha representa o difratograma da estrutura da liga referência Fe-Co. A curva na cor roxa é o resultado experimental da liga de composição FeCo-3Ti-2Nb.

Figura 46 - Difratoograma de raios X da liga FeCo-3Ti-2Nb.

Fonte: Autoria própria

O refinamento da estrutura foi realizado usando o *software* FullProf resultou no valor de parâmetro de rede de 2,86844 (5) Å ($R_p = 18,0$, $R_{wp} = 13,9$, $R_{exp} = 10,96$ e $\chi^2 = 1,60$). O valor médio de dureza medido para a liga FeCo-3Ti-2Nb é de 372 ± 19 HV (kgf/mm^2).

Na Figura 47 são mostradas as micrografias obtidas por microscopia óptica da liga FeCo-3Ti-2Nb, após o ataque químico, para duas ampliações diferentes. Novamente a adição do nióbio gerou uma estrutura tipo dendrítica. Os pontos escuros são partículas ricas em nióbio que são vistas com melhor detalhamento nas imagens de microscopia eletrônica de varredura. A estrutura parece ter grãos menores, todavia não é possível contar devido as partículas ricas em nióbio presente na amostra.

Na Figura 48 é mostrada a micrografia da liga FeCo-3Ti-2Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura.

Figura 47 - Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-3Ti-2Nb após o ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.

50 X

(b) 200 X

Fonte: Autoria própria

Figura 48 - Micrografia da liga FeCo-3Ti-2Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 500 X.

Fonte: Autoria própria

A Figura 49 mostra a imagem de uma região da amostra da FeCo-3Ti-2Nb onde foram feitas medidas de composição por MEV/EDS.

Figura 49 - Micrografia da liga FeCo-3Ti-2Nb após o tratamento térmico de homogeneização com ampliação de 1500 vezes obtida com o detector no modo de composição.

Fonte: Autoria própria

A análise composicional da liga FeCo-3Ti-2Nb demonstra que a liga é bifásica. A matriz tem composição de ~ 67%at. Fe, 29 %at. Co, 1 % at. Nb e 3% at. Ti. Assim como na liga ternária FeCo-1Nb formaram-se precipitados de forma quase-esférica de composição 47 %at. Fe, 27 %at. Co e 18% at. Nb com 8% at. Ti. O titânio deve ter ocupado o lugar do ferro na estrutura do precipitado formando a estrutura (Fe, Ti, Co)₃Nb, provavelmente de estrutura CFC ordenada L1₂. Novamente não é possível verificar a estrutura por estar em uma quantidade muito pequena. Nessa liga quaternária a fase mais rica em Nb (~35 %at.) não foi detectada.

A Figura 50 apresenta o gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-3Ti-2Nb por temperatura. A magnetização é praticamente constante de 4 até 350 K, o que sugere que a temperatura de Curie seja alta. Nela pode-se observar o mesmo tipo de comportamento de $M/M_{\max}$ vs T, apresentando um máximo, como foi obtido para as ligas já apresentadas. Neste caso o máximo ocorre para 165 K, ou seja, para uma temperatura menor que a liga com adição de 2% de Nb.

Figura 50 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-3Ti-2Nb por temperatura.

Fonte: Autoria própria

5.7 Liga FeCo-3Ti-1Nb ($(\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3})_{96}\text{Ti}_3\text{Nb}_1$)

A Figura 51 mostra o padrão de difração obtido para a liga FeCo-3Ti-1Nb, obtida na amostra na forma sólida. A curva na cor vermelha representa o difratograma da estrutura da liga referência Fe-Co. A curva na cor roxa é o resultado experimental da liga de composição FeCo-3Ti-1Nb.

Figura 51 - Difratograma de raios X da liga FeCo-3Ti-1Nb.

Fonte: Autoria própria

O refinamento da estrutura foi realizado usando o *software* FullProf resultou no valor de parâmetro de rede de 2,87155 (6) Å ($R_p = 16,4$, $R_{wp} = 14$, $R_{exp} = 10,38$ e $\chi^2 = 1,82$). A estrutura é a fase (α) da liga Fe-Co provavelmente do tipo A2. O valor médio de dureza obtido para a liga FeCo-3Ti-1Nb é de 417 ± 18 HV (kgf/mm²).

Na Figura 52 são exibidas as micrografias conseguidas por microscopia óptica da liga FeCo-3Ti-1Nb após o ataque químico com duas ampliações diferentes. Pela microscopia óptica não foi possível analisar o tamanho de grão e aparenta não ter formado uma estrutura dendrítica.

Figura 52 – Micrografia obtida por microscopia óptica da liga FeCo-3Ti-1Nb após ataque químico com ampliação de: (a) 50 X e (b) 200 X.

(a) 50 X

(b) 200 X

Fonte: Autoria própria

Na Figura 53 é mostrada a micrografia da liga FeCo-3Ti-1Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtida por microscopia eletrônica de varredura, a imagem da esquerda foi obtida com o detector de elétrons secundários e a imagem da direita foi obtida com o detector de elétrons retroespalhados.

Figura 53 - Micrografia da liga FeCo-3Ti-1Nb após o tratamento térmico de homogeneização obtidas por microscopia eletrônica de varredura com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

A Figura 54 mostra a imagem de uma região da amostra da liga FeCo-3Ti-1Nb onde é possível ver que a estrutura é bem homogênea.

Figura 54 - Micrografia da liga FeCo-3Ti-1Nb homogeneizada com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

A amostra ficou bem homogênea, a análise por EDS mostrou a composição de $68,83 \pm 1,09$ %at. Fe, $28,59 \pm 0,58$ %at. Co, $1,57 \pm 0,71$ %at. Nb e $3,01 \pm 0,77$ %at. Ti, houve apenas alguns pequenos pontos, de aproximadamente $2 \mu\text{m}$, que formaram precipitados ricos em titânio, isso provavelmente se deve à oxidação.

A Figura 55 apresenta o gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-3Ti-1Nb por temperatura. Assim como para todas as outras ligas, a magnetização é praticamente

constante de 4 até 350 K, o que sugere, que a temperatura de Curie é alta. Neste caso a magnetização apresenta um máximo para $T \cong 75\text{K}$ e uma queda de 5% na magnetização.

Figura 55 - Gráfico de magnetização reduzida da liga FeCo-3Ti-1Nb por Temperatura.

Fonte: Autoria própria

A Figura 56 mostra as curvas de magnetostricção longitudinal (em preto) e transversal (em vermelho) dos 3 lados da amostra em forma de cubo da liga FeCo-3Ti-1Nb, obtidas em temperatura ambiente (300 K) sob um campo aplicado variando de 0 a 1,1 T. Utilizando a equação (2) é possível obter a magnetostricção total (λ_{total}) e a magnetostricção de saturação ($\lambda_{\text{saturação}}$), todos os valores calculados estão descritos na Tabela 13.

Figura 56 - Magnetostricção longitudinal e transversal para a amostra de FeCo-3Ti-1Nb: a) face com 1,920 mm b) face com 1,973 mm c) face com 2,120 mm.

Fonte: Autoria própria

Tabela 13 - Valores medidos de magnetostricção para a liga de FeCo-3Ti-1Nb.

dimensão do cubo (mm)	magnetostricção (ppm)			
	$\lambda_{\text{longitudinal}}$	$\lambda_{\text{transversal}}$	λ_{total}	$\lambda_{\text{saturação}}$
F1 - 1,920	32	-20	52	35
F2 - 1,973	30	-10	40	27
F3 - 2,120	69	-12	81	54

Fonte: Autoria própria

Analizando os resultados da Tabela 13 e a Figura 56 nota-se que o valor da magnetostricção para o F3 (Figura 56a) é maior que para os outros lados, sendo F2 (Figura 56b) o menor valor. Essa desigualdade nos valores se deve à direção da solidificação após fusão no forno a arco (procedimento descrito na página 29), sendo maior na direção em que a amostra se solidifica após a fusão (BORMIO-NUNES *et al.*, 2005). A magnetostricção com a adição do titânio e do nióbio diminuiu em relação a liga de FeCo (Tabela 11), em relação a FeCo-3Ti (Tabela 12), a liga se manteve praticamente com a mesma magnetostricção, tendo uma redução apenas na face de menor magnetostricção (reduzindo de 37 ppm para 27 ppm). Este resultado é positivo, pois a adição de nióbio não interferiu para o aumento da magnetostricção da liga. Para aplicações em transformadores esse resultado é ótimo, pois acarretará em baixo ruído e menor aquecimento do equipamento (BENYOSEF; STAEL; BOCHNER, 2008; SHILYASHKI *et al.*, 2016).

5.8 FeCo-3Ti-1Nb ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₆Ti₃Nb₁) LAMINADA

A Figura 57 mostra o padrão de difração obtido para a chapa de FeCo-3Ti-1Nb. A curva em vermelho representa o resultado experimental da liga Fe-Co. A curva na cor roxa é o resultado experimental para a liga laminada FeCo-3Ti-1Nb. A estrutura, as fases e os picos se mantiveram os mesmos da Liga FeCo-3Ti-1Nb ((Fe_{0,7}Co_{0,3})₉₆Ti₃Nb₁) sem ser laminada. Isso significa que apesar do processo de laminação a quente que o material passou, as fases do material se mantiveram as mesmas. Pela amostra não estar pulverizada, não foi realizado o refinamento pelo software FullProf, pois o método foi desenvolvido para amostras em pó.

Figura 57 - Difratoograma de raios X da chapa de FeCo-3Ti-1Nb.

Fonte: Autoria própria

Na Figura 58 é mostrada a micrografia da liga FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA, obtida com o detector de elétrons retroespalhados por microscopia eletrônica de varredura (MEV). A análise composicional realizada pelo EDS mostrou que a composição obtida da chapa é suficientemente próxima a composição nominal ($67,24 \pm 0,25$ %at. Fe, $28,89 \pm 0,32$ %at. Co, $2,77 \pm 0,12$ %at. Ti e $1,11 \pm 0,14$ %at. Nb). Os resultados obtidos por microscopia eletrônica de varredura corroboram com o resultado de difração de raios X, visto que de fato só existe uma fase presente nessa amostra.

Figura 58 - Micrografia da chapa de FeCo-3Ti-1Nb laminada com ampliação de 2000 X.

Fonte: Autoria própria

Na Figura 59 temos a curva de histerese feita em circuito magnético fechado, o campo de saturação ($B_{\max}$) é de 2,02 T, o que representa uma diminuição se comparado a liga laminada FeCo-3Ti (2,33 T), o que é esperado, tendo em vista o aumento da quantidade de elemento não magnético adicionado, no caso o Nb.

Figura 59 - Curva de histerese feita em circuito magnético fechado da liga FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA.

Fonte: Autoria própria

Na Figura 60 é mostrada a ampliação da curva de histerese da Figura 59, na região da origem para observação do campo remanescente (B_r) e do campo coercivo (H_c), sendo os valores obtidos de 0,72 T de 220 A/m, respectivamente.

A curva da permeabilidade relativa em função do campo magnético aplicado e mostrada na Figura 61. O valor da permeabilidade relativa inicial é de 74 ($H = 0$) e $\mu_r^{\text{máxima}} = 270$ para um campo aplicado de 2000 A/m. Nota-se uma queda na permeabilidade da liga em relação a FeCo-3Ti (300) e a FeCo (200).

Figura 60 - Parte da curva de histerese feita em circuito magnético fechado da liga FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA.

Fonte: Autoria própria

Figura 61 - Gráfico na permeabilidade relativa da liga laminada de FeCo-3Ti-1Nb.

Fonte: Autoria própria

A Figura 62 exibe as curvas de magnetostricção longitudinal (em azul) e transversal (em verde) em ppm (10^{-6}) para a liga laminada de FeCo-3Ti-1Nb. O valor da magnetostricção longitudinal ($\lambda_{\text{longitudinal}}$) é de 13 ppm e o da magnetostricção transversal ($\lambda_{\text{transversal}}$) é de -14 ppm. Utilizando a equação (2) foi possível obter a magnetostricção total (λ_{total}) de 27 ppm e a magnetostricção de saturação ($\lambda_{\text{saturação}}$) de 18 ppm. Mediante esses resultados é possível confirmar que a adição de 3% de titânio juntamente com 2% de nióbio na Liga FeCo ($\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$) contribui para a redução da magnetostricção no material. Ao

comparar a liga com FeCo-3Ti-1Nb com a FeCo-3Ti, nota-se que o valor da magnetostricção se manteve praticamente constante após a adição de nióbio, tendo uma leve redução com a adição do nióbio. Porém, olhando para o comportamento das curvas com o aumento do campo magnético, a magnetostricção não satura para o campo máximo possível no dispositivo de 45 kA/m, bem diferente do que ocorre com a liga FeCo-3Ti LAMINADA. Este fato está diretamente ligado aos menores valores de permeabilidade magnética relativa da liga quaternária.

Figura 62 - Magnetostricção da liga FeCo-3Ti-1Nb longitudinal (em azul) e transversal (em verde).

Fonte: Autoria própria

A curva de V vs I da liga FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA obtida para a determinação da resistividade é mostrada na Figura 63. Por meio de regressão linear obtemos o coeficiente da regressão linear de $R = 0,99999$ e obtemos o coeficiente angular que nos forneceu a resistência de $2516,8 \pm 0,1 \mu\Omega$. Com a resistência, sabendo que os valores de altura $h = 1,803 \pm 0,001$ mm e espessura $e = 1,015 \pm 0,001$ mm resultam na área da seção transversal de $A = 0,0183005 \pm 0,0000207$ cm², o comprimento $l = 1,65 \pm 0,05$ cm e com a equação (4) da resistividade, foi possível calcular a resistividade da liga a resistividade da liga de FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA que é de $27,9 \pm 0,9 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ (BARROSO, 2006; TABACNIKS, 2003; TSIAD, 2012; VUOLO, 1996).

A resistividade da liga de FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA é de $28 \mu\Omega \cdot \text{cm}$, sendo superior a liga comercial Permendur FeCo-2V prevista pela literatura ($25 \mu\Omega \cdot \text{cm}$) (SUNDAR; DEEVI, 2005). A adição de 3% de titânio aumentou a resistividade elétrica da liga FeCo, mas a adição do nióbio à esta liga com Ti fez com que a resistividade reduzisse

para o valor igual ao da liga binária. Persiano e Rawlings (1991), consideraram a liga com adição de nióbio promissora pelo fato de facilitar o estado desordenado mais facilmente que o vanádio melhorando sua ductilidade, entretanto um dos efeitos desfavoráveis citados por ele foi a baixa resistividade elétrica. A adição do titânio junto ao nióbio compensou esse efeito negativo e manteve a resistividade constante.

Figura 63 – Voltagem na amostra de FeCo-3Ti-1Nb LAMINADA em função da corrente aplicada e regressão linear.

Fonte: Autoria própria

5.9 Comparações dos resultados entre as ligas produzidas

Os parâmetros de rede e as durezas das ligas obtidas no presente trabalho são apresentados na Tabela 14 à título de comparação.

Tabela 14 - Parâmetro de rede e dureza das ligas.

Liga	Parâmetro de rede (Å)	Dureza Vickers (kgf/mm ²)
FeCo	2,86281 (3)	209 ± 8
FeCo-3Ti	2,86943 (4)	249 ± 22
FeCo-2Nb	2,86144 (5)	473 ± 39
FeCo-1Nb	2,86886 (4)	386 ± 23
FeCo-3Ti-2Nb	2,86844 (5)	372 ± 19
FeCo-3Ti-1Nb	2,87155 (6)	417 ± 18

Fonte: Autoria própria

O parâmetro de rede aumenta conforme é adicionado Ti à liga Fe-Co, a exceção é para a liga. Para a liga com adição de 1% de Nb o parâmetro de rede aumentou e ao adicionar 2% de Nb o parâmetro de rede diminuiu, essa diminuição está dentro do erro experimental. Os resultados apontam para o fato de que a introdução do Ti causou um maior aumento do parâmetro de rede do que a introdução do Nb. Segundo a Tabela 2, o raio atômico do Nb é maior que o do Ti, porém a quantidade (em %at.) de Ti introduzida é maior que a de Nb. Além disso nem todo o Nb da liga entra na rede cristalina, pois parte dele formou precipitados de duas fases diferentes ricas em Nb. Na Figura 64 a seguir é possível visualizar essas alterações pelo gráfico que mostra os parâmetros de rede, as porcentagens de elementos adicionados à liga FeCo e as dureza.

Figura 64 - Gráfico com os valores de dureza, parâmetro de rede e quantidade de elementos adicionados a liga FeCo.

Fonte: Autoria própria

O maior valor do parâmetro de rede da liga Fe-Co foi encontrado na liga com 3% de Ti e 1% de Nb, esse aumento foi causado pela substituição dos átomos na célula cristalina, consequentemente gerando distorções na rede. Estas distorções devem ser responsáveis pelo aumento da dureza Vickers da liga. A dureza superior na liga FeCo-2Nb provavelmente é consequência da segunda fase intermetálica formada em maior quantidade que nas outras ligas outra possibilidade pode estar relacionada à existência de alguma precipitação fina (escala nanométrica) de uma segunda fase, que poderia ser observada por MET. Ambas as ligas FeCo-3Ti e FeCo-3Ti-1Nb são deformáveis a quente e tiveram uma redução de 65% e

85% respectivamente no processo. Ainda é necessário fazer um ensaio de tração para determinar o limite de escoamento.

Nas ligas com 2% de nióbio houve a formação dos precipitados esféricos, essa segunda fase é provavelmente $(\text{Fe,Co})_3\text{Nb}$ de estrutura CFC (PERSIANO; RAWLINGS, 1991) e da solução sólida $(\text{Nb}_{6,33}\text{Fe}_{6,67}, \text{Nb}_{6,5}\text{Co}_{6,5})$ (WAGNER; CONRAD; HARBRECHT, 1995), porém não é possível confirmar devido estar presente em menos de 5% da amostra em fração volumétrica. A redução para 1% de nióbio praticamente extinguiu a segunda fase, estando assim próximo da total solubilidade de Nb na liga, todavia, ainda foram identificados alguns precipitados. Uma maior quantidade de átomos de Nb parece ter entrado na rede das ligas quaternárias com adição de 1% comparadas com as de 2% tendo em vista que houve um aumento significativo do parâmetro de rede para as ligas com 1% de Nb.

Na Tabela 15 estão registradas as principais propriedades magnéticas das ligas mais promissoras deste trabalho e das ligas FeCo (30 Co e 50 Co) e Fe49Co-2V.

Tabela 15 – Polarização de Saturação (J_s), Campo coercivo (H_c), Campo remanescente (B_r), Magnetostricção total (λ_{total}), Permeabilidade relativa inicial e máxima (μ_r^i e μ_r^{max}) e Resistividade elétrica em temperatura ambiente (ρ_e).

Liga	J_s (T)	H_c (A/m)	B_r (T)	λ_{total} (ppm)	μ_r^i	μ_r^{max}	ρ_e ($\mu\Omega\cdot\text{cm}$)
FeCo (30Co)	2,45*(J_s)	1900*	--	60**	200*	2000*	28*
FeCo (50Co)	2,40*(J_s)	150*	--	100**	800*	5000*	7
Fe49Co-2V	2,40*	393*	1,5	60	800	4000*	25
FeCo-3Ti	2,27	420	0,3	37	300	855	30
FeCo-3Ti-1Nb	1,96	220	0,7	40	48	270	28

Fonte: Autoria própria, *SUNDAR; DEEVI (2005) e **HAN *et al.* (2017)

O resultado obtido pela curva de histerese da Figura 59 e Figura 60 sugere que a adição de titânio reduziu a polarização de saturação. Nosso dispositivo de medida não permitiu saturar magneticamente o material para atingir o valor de saturação J_s . Apesar disso, comparando-se o valor J_s medido com o valor de J_s da liga FeCo, a redução em J_s esperada é menor que 5%. Também, houve a redução de 10% na magnetostricção e um aumento de 50% na permeabilidade relativa inicial. Já a resistividade teve um aumento de 4 vezes, em relação à liga binária FeCo.

Já a adição de nióbio à liga FeCo-3Ti, reduziu a polarização de saturação em 13% ou menos, mas a redução foi de 18% ou menos em relação à liga binária. A magnetostricção da liga FeCo-3Ti-1Nb também é 27% menor que a liga FeCo. Porém, houve uma drástica queda

da permeabilidade relativa inicial da liga quaternária com 1% de Nb e a resistividade é praticamente a mesma da liga ternária FeCo-3Ti.

Também é notável que a liga quaternária é mais dura magneticamente, pois tem uma baixa permeabilidade magnética e alta indução remanescente. A adição de 4% de átomos não magnéticos pode ser a causa deste efeito. De fato, a adição de vanádio em proporções maiores que 5% na liga equiatômica Fe-Co resulta em materiais semiduros ou mesmo duros como os materiais Remendur (Fe-Co-3V) e Vicalloys (ligas de FeCo com mais de 8% de V) (SUNDAR; DEEVI, 2005).

6 CONCLUSÕES

Os parâmetros de rede e a dureza das ligas estudadas aumentaram com a adição de Ti e de Nb à liga FeCo ($\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$).

O campo coercivo da liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ foi reduzido com a adição de Ti e mais ainda com a subsequente adição de Nb à esta liga ($\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$)₉₇Ti₃. Este efeito pode estar associado à redução do ordenamento magnético da liga pela adição de Ti e Nb, pois a coexistência das fases CCC ordenada e desordenada na liga binária causa tensões internas que atuam por aumentar o campo coercivo.

Com relação à permeabilidade relativa, a adição de titânio à liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ aumentou em 50% a permeabilidade magnética relativa inicial, enquanto a adição de nióbio à esta liga ($\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$)₉₇Ti₃ reduziu-a em 76%. A resistividade da liga ($\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$)₉₇Ti₃ aumentou em 4 vezes comparada à liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$, mas manteve-se constante com a subsequente adição de Nb à liga com Ti.

A polarização de saturação e a magnetostricção da liga ($\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$)₉₇Ti₃ diminuíram se comparadas à da liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$, o mesmo acontecendo para a liga ($\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$)₉₆Ti₃Nb₁ comparada à liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$, o que é esperado em relação à polarização de saturação, tendo em vista o aumento da fração de átomos não magnéticos na liga. No entanto a adição de Nb tem maior influência na redução de J_s do que a adição do Ti. No que diz respeito à redução da magnetostricção esse resultado é muito positivo, visto que implica na redução do ruído e aquecimento de motores e transformadores que viessem a utilizar estes materiais. No entanto, a diminuição da polarização de saturação não é desejável, porém, no caso da liga FeCo-3Ti a diminuição foi de apenas 8% e compensada pelo aumento da permeabilidade relativa.

Desta forma, através deste estudo concluímos que a liga FeCo-3Ti foi a que aumentou a permeabilidade magnética da liga $\text{Fe}_{0,7}\text{Co}_{0,3}$ e causou uma baixa diminuição na magnetização de saturação. Houve também a redução da magnetostricção e um aumento incrível na resistividade da liga. Todos estes fatores são interessantes para a aplicação do material na forma de chapas em núcleos de motores e transformadores de alta performance, ou seja, que necessitam de alta polarização magnética de saturação. A adição de uma quantidade bem menor que 1% de Nb, pode ajudar nas propriedades magnéticas, reduzindo H_c por evitar o ordenamento magnético, o que atuaria também no sentido de melhorar o comportamento de deformação do material.

Apesar do material ter a magnetização de saturação inferior as ligas Fe-Co (50Co) e a liga comercial Fe₄₉Co-2V (Permedur), a quantidade de Co é menor, o que confere ao material uma redução de aproximadamente 40% de seu custo. Hoje, pela cotação do dólar e pelos valores atuais da matéria prima, reduziríamos o custo com material por tonelada de 13 milhões e 300 mil reais para 8 milhões e 40 mil reais.

7 PRÓXIMOS PASSOS

Estudar as ligas de FeCo-Ti variando a quantidade de titânio (entre 1 e 6 %at.) e o processamento (tratamentos térmicos e deformação a frio), com o intuito de melhorar ainda mais a permeabilidade da liga e avaliar o efeito sobre o campo coercivo e magnetostricção.

REFERÊNCIAS

- ASTM. ASTM E112-13: Standard test methods for determining average grain size. **ASTM International**, p. 1–28, 2013.
- ASTM E384. E384-17, Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. **ASTM International**, p. 40, 2017.
- ASTM E92. ASTM E92-17, Standard Test Methods for Vickers Hardness and Knoop Hardness of Metallic Materials. **ASTM International**, p. 1–27, 2017.
- BARROS, G. **Explicação do método de interceptação linear média. [BS EN ISO 643:2012 - Parte 1 e Parte 2] - YouTube**. Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=uc501pEfs2U>. Acesso em: 22 jun. 2020.
- BARROSO, M. F. **Incerteza numa Medida Experimental**. Disponível em: <https://www.if.ufrj.br/~marta/introd-fis/unidade3-04-incertezaexperimental.pdf>. Acesso em: 12 maio. 2021.
- BENYOSEF, L. C. DE C.; STAEL, G. C.; BOCHNER, M. Optimization of the magnetic properties of materials for fluxgate sensors. **Materials Research**, v. 11, n. 2, p. 145–149, 2008.
- BLOOMBERG NEWS. **Vale output misses in another boost to iron ore price rally**. Disponível em: <https://www.mining.com/web/vale-output-misses-in-another-boost-to-iron-ore-price-rally/>. Acesso em: 19 abr. 2021.
- BOHN, F. **Magnetostricção e ruído Barkhausen em aços elétricos de grão não-orientado**. Dissertação (Mestrado em Física) - Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2005.
- BORMIO-NUNES, C. et al. Volume magnetostriction and structure of copper mold-cast polycrystalline Fe–Ga alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 97, n. 3, p. 033901, fev. 2005.
- BUEHLER. **IsoMet 1000 Precision Cutter**. Disponível em: <https://www.buehler.com/isoMet-1000-precision-cutter.php#specifications>. Acesso em: 19 fev. 2021a.
- BUEHLER. **IsoMet High Speed Pro**. Disponível em: https://www.buehler.com/isoMet-high-speed-pro.php#related_products. Acesso em: 19 fev. 2021b.
- CAMPBELL, F. C. **Elements of Metallurgy and Engineering Alloys**. 1st. ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 2008.
- CAMPBELL, F. C. Introduction to Phase Diagrams. In: **Phase Diagrams: Understanding the Basics (ASM International)**. 1th. ed. Materials Park: Ohio 44073-0002: ASM International, 2012. p. 1–13, chapter 1.
- CHRYSLIS TECNOLOGIES INCORPORATED. Seetharama C. Deevi, Midlothian, VA (US); Rangaraj S. Sundar, Midlothian, VA (US); Dwadasi H. Sastry, Midlothian, VA (US). **US 6,685,882 B2**. United States, 2004. Disponível em:

<https://patents.google.com/patent/US6685882B2/en>. Acesso em: 10 maio. 2021

CLEGG, D. W.; BUCKLEY, R. A. The Disorder $\rightarrow$ Order Transformation in Iron–Cobalt-Based Alloys. **Metal Science Journal**, v. 7, n. 1, p. 48–54, 18 jan. 1973.

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to Magnetic Materials**. 2nd. ed. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc., 2009.

DAPINO, M. J. **Nonlinear and hysteretic magnetomechanical model for magnetostrictive transducers**. [s.l.] Iowa State University, 1999.

DAPINO, M. J. On magnetostrictive materials and their use in adaptive structures. **Structural Engineering and Mechanics**, v. 17, n. 3_4, p. 303–329, 25 mar. 2004.

DEGENEFF, B. C. Power Transformers. In: CHEN, W. K. (Ed.). . **The Electrical Engineering Handbook**. 2nd. ed. Troy: Rensselaer Polytechnic Institute; New York, USA: Elsevier Academic Press, 2005. p. 715–720.

FEHR, R. **The Basics of Transformers**. Disponível em: <https://www.ecmweb.com/archive/basics-transformers#close-olyticsmodal>. Acesso em: 15 out. 2019.

FULOP, G. O. **Estudos de ligas de Fe-Ti laminadas para utilização em máquinas elétricas**. Dissertação (Mestrado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2018.

FULOP, G. O. et al. High saturation magnetic induction and low magnetostriction of a novel ferritic Fe-Ti alloy compared to a non-oriented silicon steel. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 527, p. 167702, jun. 2021.

GEORGE, E. P. et al. Mechanical properties of soft magnetic FeCo alloys. **Materials Science and Engineering A**, v. 329–331, p. 325–333, 2002.

GHOLIZADEH, H.; HASANI, S. Ab-initio calculation of the γ -surface and cleavage energy in the B2 FeCo intermetallic compound. **Computational Materials Science**, v. 143, p. 515–527, 2018.

GOODFELLOW. **Iron Rod FE007965 - Goodfellow Catalogue**. Disponível em: https://www.goodfellow.com/catalogue/GFCat4I.php?ewd_token=6745Cds54GKBdL6gfS6oIMFOE4Qujv&n=GamOS9bQDsOq45KmbFmmFlkSnEh0AD. Acesso em: 23 jun. 2020.

GURUSWAMY, S. et al. Ordering and magnetostriction in Fe alloy single crystals. **Progress in Crystal Growth and Characterization of Materials**, v. 57, n. 2–3, p. 43–64, 2011.

GUTFLEISCH, O. et al. Magnetic materials and devices for the 21st century: Stronger, lighter, and more energy efficient. **Advanced Materials**, v. 23, n. 7, p. 821–842, 2011.

HADEF, F. Solid-state reactions during mechanical alloying of ternary Fe–Al–X (X=Ni,

Mn, Cu, Ti, Cr, B, Si) systems: A review. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 419, p. 105–118, dez. 2016.

HALL, R. C. Magnetic anisotropy and magnetostriction of ordered and disordered Cobalt-iron alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 157, n. 5, p. 29–31, 1960.

HAN, Y. et al. Tailoring the heterogeneous magnetostriction in Fe-Co alloys. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 699, p. 200–209, 2017.

HIGH TEMP METALS. **Permendur 2V Permendur 49(Hiperco 50A) - technical data**. Disponível em: <http://www.hightempmetals.com/techdata/hitempPermendurdata.php>. Acesso em: 8 set. 2019.

INFOMINE. **Cobalt Stocks, Mining Companies, Prices and News**. Disponível em: <http://www.infomine.com/investment/cobalt/>. Acesso em: 19 abr. 2021.

INSTITUTE, N. **Properties of Some Metals and Alloys**. Disponível em: https://nickelinstitute.org/media/1771/propertiesofsome metals and alloys_297_.pdf. Acesso em: 10 maio. 2021.

JILES, D. **Introduction to Magnetism and Magnetic Materials**. 3rd. ed. Boca Raton: CRC Press, 2015.

KAWAHARA, K. Effect of additive elements on cold workability in FeCo alloys. **Journal of Materials Science**, v. 18, n. 6, p. 1709–1718, 1983.

KRINGS, A. et al. Soft Magnetic Material Status and Trends in Electric Machines. **IEEE Transactions on Industrial Electronics**, v. 64, n. 3, p. 2405–2414, 2017.

KURZ, W.; FISHER, D. J. **Fundamentals of solidification**. 3rd. ed. Aedermannsdorf, Switzerland: Trans Tech Publications Ltd, 1992.

LAKE SHORE CRYOTRONICS. **Model 480 Fluxmeter**. Disponível em: <https://www.lakeshore.com/products/categories/overview/magnetic-products/fluxmeter/model-480-fluxmeter>. Acesso em: 26 abr. 2021.

LEWIS, L. H.; JIMÉNEZ-VILLACORTA, F. Perspectives on permanent magnetic materials for energy conversion and power generation. **Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science**, v. 44, n. SUPPL. 1, p. 19, 2012.

LIN, K. C.; ZOOK, E. E. A desirable material for transformer cores. **Journal of Materials Engineering**, v. 11, n. 1, p. 117–121, mar. 1989.

ŁYSZKOWSKI, R.; BYSTRZYCKI, J. Hot deformation and processing maps of a Fe–Al intermetallic alloy. **Materials Characterization**, v. 96, p. 196–205, out. 2014.

MCHENRY, M. E. Magnetic Steels. In: **Encyclopedia of Materials: Science and Technology**. [s.l.] Elsevier, 2001. v. 1p. 4961–4964.

MEIJA, J. et al. Atomic weights of the elements 2013 (IUPAC Technical Report). **Pure and**

Applied Chemistry, v. 88, n. 3, p. 265–291, 2016.

NISHIZAWA T., AND I. K. **Binary Alloy Phase Diagrams**. 2nd (3 vol ed. Materials Park, Ohio: ASM International, 1990.

O'HANDLEY, R. C. **Modern Magnetic Materials**. 1st. ed. New York: Wiley-Interscience, 1999.

OHNUMA, I. et al. Phase equilibria in the Fe-Co binary system. **Acta Materialia**, v. 50, n. 2, p. 379–393, 2002.

OKA, M. M. **Medida de Quatro Pontas**. Disponível em: <http://www.lsi.usp.br/~dmi/manuais/QuatroPontas.pdf>. Acesso em: 10 maio. 2021.

OLABI, A. G.; GRUNWALD, A. Design and application of magnetostrictive materials. **Materials and Design**, v. 29, n. 2, p. 469–483, 2008.

OUYANG, G. et al. Review of Fe-6.5 wt%Si high silicon steel—A promising soft magnetic material for sub-kHz application. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 481, p. 234–250, 2019.

PACHECO, C. J. **Aplicação de Materiais com Magnetostricção Gigante em sensores de Deslocamento sem Contacto**. Dissertação (Mestrado em Física) - Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2007.

PAPANTONIS, D.; BASSETT, W. A. Isothermal compression and bcc→hcp phase transition of iron-cobalt alloys up to 300 kbar at room temperature. **Journal of Applied Physics**, v. 48, n. 8, p. 3374–3378, 1977.

PARK, J. T.; WOO, J. S.; CHANG, S. K. Effect of phosphorus on the magnetic properties of non-oriented electrical steel containing 0.8 wt% silicon. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 182, n. 3, p. 381–388, 1998.

PERSIANO, A. I. C.; RAWLINGS, R. D. Effect of niobium additions on the structure and magnetic properties of equiatomic iron-cobalt alloys. **Journal of Materials Science**, v. 26, n. 15, p. 4026–4032, 1991.

PETZOW, G. **Metallographic Etching**. 2nd. ed. Ohio 44073-0002: Materials Park; ASM International, 1999.

PURR. **How To Cut Glass - by Purr - YouTube**. Disponível em: https://www.youtube.com/watch?v=BLVJXw3K_Lo. Acesso em: 16 set. 2019.

RABBE, D. **Electrical steels - Iron-Silicon Transformer Steels**. Disponível em: <http://www.dierk-raabe.com/electrical-steels-fe-3-si/>. Acesso em: 23 abr. 2020.

ROTTER, M. et al. A miniature capacitance dilatometer for thermal expansion and magnetostriction. **Review of Scientific Instruments**, v. 69, n. 7, p. 2742–2746, 1998.

RUCHERT, C. O. F. T. **Metalografia quantitativa**. Disponível em:

<https://edisciplinas.usp.br/course/view.php?id=10255>. Acesso em: 22 jun. 2020.

RUEDEN, C. T. et al. ImageJ2: ImageJ for the next generation of scientific image data. **BMC Bioinformatics**, v. 18, n. 1, p. 1–26, 2017.

SANTOS, C. T. DOS. **Efeito das adições de boro na magnetostricção de ligas policristalinas dos sistemas Fe-Al e Fe-Ga**. Tese (Doutorado em Ciências) - Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo, Lorena, 2013.

SHILYASHKI, G. et al. Spatial distributions of magnetostriction, displacements and noise generation of model transformer cores. **International Journal of Mechanical Sciences**, v. 118, n. April, p. 188–194, 2016.

SHOKROLLAHI, H. The magnetic and structural properties of the most important alloys of iron produced by mechanical alloying. **Materials and Design**, v. 30, n. 9, p. 3374–3387, 2009.

SILVEYRA, J. M. et al. Soft magnetic materials for a sustainable and electrified world. **Science**, v. 362, n. 6413, 2018.

SLATER, J. C. Atomic radii in crystals. **The Journal of Chemical Physics**, v. 41, n. 10, p. 3199–3204, 1964.

SOURMAIL, T. Near equiatomic FeCo alloys: Constitution, mechanical and magnetic properties. **Progress in Materials Science**, v. 50, n. 7, p. 816–880, 2005.

SRISUKHUMBOWORNCHAI, N.; GURUSWAMY, S. Large magnetostriction in directionally solidified FeGa and FeGaAl alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 90, n. 11, p. 5680–5688, 2001.

SUNDAR, R. S.; DEEVI, S. C. Soft magnetic FeCo alloys: alloy development, processing, and properties. **International Materials Reviews**, v. 50, n. 3, p. 157–192, 18 jun. 2005.

TABACNIKS, M. H. E. S. **Conceitos Básicos da Teoria de Erros**. São Paulo: Instituto de Física da Universidade de São Paulo, 2003.

TECLAGO, I. **Kit resina poliéster com catalisador para embutimento de amostras a frio**. Disponível em: <https://www.teclago.com.br/produtos/consumiveis-para-embutimento/kit-resina-poliester-com-catalisador/>. Acesso em: 26 fev. 2021.

TEWARI, R. et al. Intermetallics and Alloys for High Temperature Applications. In: TYAGI, A. K.; BANERJEE, S. (Eds.). **Materials Under Extreme Conditions: Recent Trends and Future Prospects**. 1st. ed. Cambridge, Massachusetts: Elsevier, 2017. p. 293–335, chapter 9.

TROPAREVSKY, M. C. et al. Beyond Atomic Sizes and Hume-Rothery Rules: Understanding and Predicting High-Entropy Alloys. **JOM**, v. 67, n. 10, p. 2350–2363, 3 out. 2015.

TSIAD, I. F. S. **Resistência Elétrica**. Disponível em:

http://uab.ifsul.edu.br/tsiad/conteudo/modulo1/fis/fis_ud/at1/01.html. Acesso em: 16 mar. 2021.

UFPR. Slides de aula “Dureza de Vickers” **Index of /disciplinas/EngMec_NOTURNO/TM336** Curitiba, Paraná Departamento de Engenharia Mecânica – DEMEC, , 2006. Disponível em: http://ftp.demec.ufpr.br/disciplinas/EngMec_NOTURNO/TM336/durezavickerspdf.pdf. Acesso em: 10 maio. 2021

VALCHEV, V. C.; VAN DEN BOSSCHE, A. **Inductors and Transformers for Power Electronics**. Boca Raton, FL: CRC Press, 2005.

VUOLO, J. H. **Fundamentos da teoria de erros**. 2^a ed. São Paulo: Editora Edgard Blücher LTDA, 1996.

WAGNER, V.; CONRAD, M.; HARBRECHT, B. The μ -Phase of Co_{6.3}Nb_{6.7}. **Acta Crystallographica Section C Crystal Structure Communications**, v. 51, n. 7, p. 1241–1243, 1995.

WANG, S. et al. FCC- L 1 2 ordering transformation in equimolar FeCoNiV multi-principal element alloy. **Materials & Design**, v. 168, p. 107648, 2019.

WENTWORTH, A. **Quartz Tube Encapsulation to prevent oxidation of samples - YouTube**. Disponível em: https://www.youtube.com/watch?v=HSmLw_VGz3g. Acesso em: 15 set. 2019a.

WENTWORTH, A. **Etching metal (steel) to see microstructure - YouTube**. Disponível em: <https://www.youtube.com/watch?v=YpCiPwZINqs>. Acesso em: 19 set. 2019b.

YOKOYAMA, T.; TAKEZAWA, T. Variation of Electrical Resistivity of FeCo Alloy with the Order-Disorder Transition. **Journal of the Physical Society of Japan**, v. 27, n. 2, p. 509–509, 1969.

YU, R. H. et al. Magnetic domains and coercivity in FeCo soft magnetic alloys. **Journal of Applied Physics**, v. 85, n. 8, p. 6034–6036, 1999.

ZHAO, L.; BAKER, I. Extrusion processing of FeCo. **Journal of Materials Science**, v. 29, n. 3, p. 742–748, 1994.