

FERNANDO JOSÉ GOMES LANDGRAF

Eng. Metalurgista, Faculdade de Engenharia Industrial, 1976

EFEITO DO RECOZIMENTO SOB ATMOSFERA DE HIDROGÊNIO NO CAMPO CO-  
ERCITIVO E NA PERMEABILIDADE MAGNÉTICA MÁXIMA DE LIGAS FERRO  
47,5% NÍQUEL

Dissertação apresentada à  
Escola Politécnica da USP  
para obtenção do Título de  
Mestre em Engenharia.

Orientador: Prof.Dr. RONALD LESLEY PLAUT  
Professor Assistente Doutor  
do Departamento de Engenha-  
ria Metalúrgica da EPUSP.

SÃO PAULO  
1987

"O que foi aos fins do mundo para não atravessar-se. Deus, o sol, Shakespeare, um caixeiro viajante, tendo-se atravessado em realidade a si mesmo, torna-se esse - si mesmo. Espera um momento. Espera um segundo. Maldito o ruído desse sujeito na rua. O si mesmo que a si mesmo estava inelutavelmente condicionado a se tornar. Ecco."

James Joyce

"Ulisses"

## AGRADECIMENTOS

A Eduardo C.O.Pinto, pela persistência em convencer-me da importância desta linha de trabalho.

A Frank P.Missell, por ter levantado o véu dos mistérios do magnetismo.

A Aguinaldo M.Severino e Antonio D.dos Santos, por terem trocado isto em miúdos.

A Gilberto Concílio, pelo entusiasmo em arrancar dos corpos de prova estas escorregadias propriedades magnéticas.

A Flávio Beneduce Neto, grande engenheiro, grande - companheiro.

Aos colegas da Divisão de Metalurgia, Daniel Rodrigues, Tomoe Tsubaki, Eduardo Tanabe, Eduardo Albertin, Silvia R.Caldas, Maria Cecília Candeias, Vicente Isabel dos Santos e tantos outros que colaboraram neste trabalho.

A Carmen S.B.Lima, pelos sacrifícios desta datilografia.

A Ronald L.Plaut, pelo esforço em tornar esta dissertação legível.

Por fim, à infinita paciência e apoio da Jacqueline.

---

EFEITO DO RECOZIMENTO SOB ATMOSFERA DE HIDROGÊNIO NO CAMPO COERCITIVO E NA PERMEABILIDADE MÁXIMA DE LIGAS FERRO  
47,5% NÍQUEL

Fernando José Gomes Landgraf

RESUMO

Elaboram-se cinco corridas da liga ferro 47,5% níquel, com diferentes teores de enxofre. Após laminação a quente, laminação a frio e recozimento sob atmosfera de hidrogênio, em temperaturas entre  $950^{\circ}\text{C}$  e  $1150^{\circ}\text{C}$ , determinaram-se os teores de carbono e enxofre e os tamanhos de grão dos corpos de prova recozidos.

Levantaram-se curvas de magnetização de corpos de prova recozidos, em condição de corrente de excitação alternada, frequência de 0,6 Hz. Determinou-se a permeabilidade máxima a partir das curvas de magnetização e constatou-se que os resultados obtidos a 0,6 Hz podem ser considerados correspondentes aos valores determinados em corrente contínua.

Determinou-se o campo coercitivo em diversas frequências, constatando-se que este parâmetro é diretamente proporcional à raiz quadrada da frequência. A extrapolação para frequência zero leva a valores de campo coercitivo semelhantes aos determinados em corrente contínua.

Mostrou-se que o aumento da temperatura de recozimento provoca aumento do tamanho de grão, diminuição do campo coercitivo e aumento da permeabilidade máxima. No recozimento, o teor de carbono é reduzido para teores abaixo de 40 ppm em todas as temperaturas investigadas, enquanto dessulfuração só foi constatada a  $1150^{\circ}\text{C}$ . Os corpos de prova das corridas com menor teor de enxofre apresentaram maior permeabilidade máxima e menor campo coercitivo.

A correlação experimental observada entre tamanho de grão e campo coercitivo apresenta coeficiente angular - semelhante àquele citado na literatura.

Propõe-se uma forma de correlação entre tamanho de grão e permeabilidade máxima, baseada nos modelos de Chikazumi e de Adler et al, e na hipótese de que esta, assim como o campo coercitivo, é influenciada pela movimentação irreversível de paredes de domínio.

Os resultados experimentais, analisados por meio da forma de correlação proposta, corroboram os modelos utilizados.

EFFECT OF HYDROGEN ANNEALING ON MAXIMUM MAGNETIC PERMEABILITY  
AND COERCIVE FORCE OF 47,5% Ni-Fe ALLOYS

Fernando José Gomes Landgraf

ABSTRACT

Five casts of a 47,5% Ni-Fe alloy with different sulphur contents have been hot rolled, cold rolled and annealed (in hydrogen) in the 950-1150°C range. Carbon and sulphur levels were determined, as well as grain size, on annealed samples.

A.C. magnetization curves were obtained from the annealed samples at 0,6 Hz. The maximum permeability has been assessed from the magnetization curves and it has been observed that the results obtained at 0,6 Hz correspond to those obtained with D.C. curves.

Coercive force has been determined for various frequencies and it could be stated that it is directly proportional to the square root of the frequency and the extrapolation to zero frequency corresponds to the values obtained with D.C. methods.

It has been shown that increasing annealing temperatures cause grain coarsening, diminishing coercive force and increasing maximum permeability. On annealing, carbon level is reduced to less than 40 ppm in all temperatures investigated, whereas desulphurization only has been observed at 1150°C. It has been shown also that casts with low S-content have higher maximum permeability and smaller coercive force.

An experimental correlation between grain size

and coercive force shows that the angular coefficient obtained is similar to the quoted in the literature.

A correlation between grain size and the maximum permeability is suggested, based upon Chikazumi's and Adler et al models, and on the assumption that this property as well as the coercive force is influenced by the irreversible movement of domain walls.

The behaviour of the experimental results, according to the proposed relationship, suggests the confirmation of the models utilized, implying in a relationship between grain size and maximum permeability.

SUMÁRIO

	<u>Páginas</u>
AGRADECIMENTOS .....	ii
RESUMO EM PORTUGUES .....	iii
RESUMO EM INGLÊS .....	v
SUMÁRIO .....	vii
LISTA DE FIGURAS .....	xii
LISTA DE TABELAS .....	xix
CAPÍTULO 1. INTRODUÇÃO.....	1
CAPÍTULO 2. PROPRIEDADES MAGNÉTICAS TECNOLÓGICAS .....	3
2.1. Introdução .....	4
2.2. Relação entre campo magnético e indução magnética .....	5
2.3. Medição de B e H .....	6
2.4. As curvas de magnetização e histerése .....	8
CAPÍTULO 3. A FÍSICA DO FENÔMENO DE MAGNETIZAÇÃO .....	14
3.1. Principais energias envolvidas na magnetização .....	15
3.2. Estruturas de domínios .....	18
3.3. Comportamento dos domínios na magnetização .....	22
3.3.1. Movimentação de paredes e rotação de domínio .....	22
3.3.2. Movimentação reversível de paredes .....	23
3.3.3. Movimentação irreversível de paredes .....	24
3.3.4. Campo crítico para movimentação irreversível de paredes ..	25
3.3.5. A região de movimentação irreversível e a permeabilidade máxima .....	27
3.3.6. O campo coercitivo .....	30



Páginas

CAPÍTULO 4. EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE RECOZIMENTO SOBRE AS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DA LIGA FERRO 47,5% NÍQUEL .....	32
4.1. Introdução .....	33
4.2. Efeitos do recozimento e do teor de enxofre nas propriedades magnéticas .....	38
4.3. Efeitos do recozimento nas características metalúrgicas .....	41
4.3.1. Efeito do recozimento no tamanho de grão .....	41
4.3.2. Efeito do recozimento na textura .....	43
4.3.3. Efeito do recozimento nas inclusões .....	45
4.3.4. Efeito do recozimento no teor de carbono .....	47
4.4. Efeito de características metalúrgicas nas propriedades magnéticas .....	47
4.4.1. Efeito do tamanho de grão .....	47
4.4.2. Efeito da textura nas propriedades magnéticas .....	49
4.4.3. Efeito de inclusões nas propriedades magnéticas ..	50
4.4.4. Efeito do teor de carbono nas propriedades magnéticas ..	56
CAPÍTULO 5. OBJETIVOS DO TRABALHO EXPERIMENTAL ...	57
CAPÍTULO 6. PROGRAMA EXPERIMENTAL .....	58
6.1. Introdução .....	59
6.2. Elaboração das ligas .....	59
6.2.1. Introdução .....	59
6.2.2. Procedimentos .....	59
6.3. Conformação mecânica .....	59
6.3.1. Introdução .....	59
6.3.2. Procedimentos .....	60

	<u>Páginas</u>
6.4. Ciclos de recozimento .....	61
6.4.1. Introdução .....	61
6.4.2. Procedimentos .....	61
6.5. Caracterização metalúrgica dos mate_	
riais recozidos .....	65
6.5.1. Introdução .....	65
6.5.2. Teor de carbono e enxofre ..	65
6.5.3. Tamanho de grão .....	65
6.5.4. Contagem de inclusões .....	66
6.6. Preparação dos corpos de prova para	
ensaio magnético .....	67
6.6.1. Introdução .....	67
6.6.2. Procedimentos .....	67
6.7. Ensaio magnéticos em corrente al -	
ternada .....	69
6.7.1. Introdução .....	69
6.7.2. Levantamento da curva de mag	
netização .....	69
6.7.3. Determinação do campo coerci	
tivo .....	74
6.7.4. Determinação da permeabilida	
de relativa .....	75
6.8. Levantamento da curva de magnetiza	
ção em corrente contínua .....	76
 CAPÍTULO 7.RESULTADOS .....	 77
7.1. Caracterização metalúrgica .....	78
7.1.1. Composição química dos lingo	
tes investigados .....	78
7.1.2. Teor de carbono no material	
recozido .....	78
7.1.3. Teor de enxofre nos corpos -	
de prova recozidos .....	79
7.1.4. Tamanho de grão nos corpos -	
de prova recozidos .....	80
7.2. Caracterização magnética dos corpos	
de prova recozidos .....	81
7.2.1. Levantamento das curvas de -	
magnetização .....	81
7.2.2. Resultados de permeabilidade	
máxima .....	83
7.2.3. Efeito da frequência de exci	
tação nas curvas de magneti	
zação .....	92

	<u>Páginas</u>
7.2.4. Resultados de campo coercitivo em função da frequência de excitação .....	93
7.2.5. Resultados de indução máxima .....	96
CAPÍTULO 8. DISCUSSÃO .....	97
8.1. Introdução .....	98
8.2. Determinação da permeabilidade máxima e do campo coercitivo .....	98
8.2.1. Efeito da frequência na permeabilidade máxima .....	99
8.2.2. Efeito da frequência no campo coercitivo .....	100
8.3. Indução de saturação .....	105
8.4. Efeito do recozimento no teor de carbono, teor de enxofre e tamanho de grão .....	105
8.4.1. Efeito do recozimento no teor de carbono .....	106
8.4.2. Efeito do recozimento no teor de enxofre .....	106
8.4.3. Efeito do recozimento no tamanho de grão .....	107
8.5. Efeito da temperatura de recozimento no campo coercitivo .....	116
8.6. Efeito do tamanho de grão e do teor de enxofre no campo coercitivo ...	118
8.7. Efeito da temperatura de recozimento na permeabilidade máxima .....	126
8.8. Efeito do tamanho de grão na permeabilidade máxima .....	128
8.8.1. Proposição de uma equação de correlação entre tamanho de grão e permeabilidade máxima .....	129
8.8.2. Relações experimentais entre tamanho de grão e permeabilidade máxima .....	132
CAPÍTULO 9. CONCLUSÕES .....	138
APÊNDICE 1: Considerações sobre o comportamento magnético dos corpos de prova da corrida 331 .....	141

	<u>Páginas</u>
APÊNDICE 2: Medida de propriedades magnéticas por corrente contínua .....	147
APÊNDICE 3: Exemplo de relatório de curva de magnetização .....	152
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	156

LISTA DE FIGURAS

	Página
FIGURA 01: Efeito da presença de material ferromagnético em um campo originalmente uniforme .	7
FIGURA 02: Curva virgem de magnetização .....	9
FIGURA 03: Curva de magnetização (OABC) e curva de - histerése (CDEFGC).....	10
FIGURA 04: (a) linhas do campo magnético H numa barra com magnetização residual. (b) linhas de indução magnética B nas mesmas barras. Note-se que o campo magnético H tem direção oposta à indução magnética H no interior da barra .....	12
FIGURA 05: Relação entre as direções de magnetização e direções cristalográficas.....	19
FIGURA 06: Estrutura de domínios num material polí - cristalino desmagnetizado .....	20
FIGURA 07: (a) estrutura de domínios com domínio de fechamento. (b) deformação magnetostritiva do domínio de fechamento.....	21
FIGURA 08: (a) polos formados na superfície de uma inclusão. (b) redistribuição de polos com formação de domínios em lâmina. (c) polos formados na superfície de uma inclusão interceptada por uma parede de - domínio .....	22
FIGURA 09: Parede de $180^{\circ}$ abaulada pela ação de um campo magnético.....	24

FIGURA 10: Variação da energia de parede em função da posição da parede de domínio .....	25
FIGURA 11: Expansão reversível e irreversível de paredes de domínio .....	27
FIGURA 12: A curva de magnetização e os mecanismos de magnetização .....	28
FIGURA 13: Movimentação de paredes de domínio e rotação da magnetização:(a) campo aplicado em direção $\langle 100 \rangle$ ; (b) campo aplicado em direção $\langle 110 \rangle$ .....	29
FIGURA 14: Variação da constante de anisotropia magneto-cristalina $K_1$ com o teor de níquel e velocidade de resfriamento .....	33
FIGURA 15: Efeito da temperatura de recozimento no campo coercitivo, medido a partir de campo máximo de 80 A/m .....	39
FIGURA 16: Efeito da temperatura de recozimento nas curvas de magnetização de liga ferro 49% - níquel .....	40
FIGURA 17: Efeito do teor de enxofre na permeabilidade magnética inicial a 0,004 T de liga ferro 49% níquel, medida em corrente alternada, frequência 60 Hz .....	41
FIGURA 18: Efeito da taxa de redução, da temperatura de recozimento intermediário e da temperatura de recozimento final na textura da liga ferro 47,5% níquel .....	45
FIGURA 19: Campo coercitivo em função do inverso do tamanho de grão. Associados a cada ponto estão as temperaturas do recozimento final. Campo coercitivo determinado em corrente contínua. ....	49

FIGURA 20: Efeito da temperatura de recozimento na permeabilidade máxima medida a 50 Hz e na porcentagem de textura (100) <001> de liga ferro 55% níquel .....	50
FIGURA 21 Interação entre a espessura da parede - de domínio, e inclusões de vários diâmetros 2r.....	52
FIGURA 22: Fração volumétrica de inclusões responsável por fixação da parede de domínio, resultando em permeabilidade inicial de 3000 e 15000, em função do diâmetro das inclusões. Mostra-se também os teores - de enxofre e oxigênio, equivalentes a - aquela fração volumétrica .....	53
FIGURA 23: Campo coercitivo de liga ferro 47,5% níquel em função no número de inclusões - (d=0,02 a 0,5 $\mu$ m), para diferentes processos de fabricação .....	54
FIGURA 24: Aspecto do forno de hidrogênio utilizado nos recozimentos.....	62
figura 25: Evolução da temperatura no ciclo de recozimento C8, correspondente a tratamento a 1150°C por 4 horas.....	63
FIGURA 26: Aspecto da matriz de estampagem de - anéis .....	68
FIGURA 27: Diagrama de blocos do traçador de curvas de histerése (TCH) .....	70
FIGURA 28: Aspecto do corpo de prova de ensaio magnético .....	71
FIGURA 29: Obtenção da curva de magnetização: curvas de histerése para diversas amplitudes do campo magnético aplicado. A linha tracejada, representa a curva de - magnetização virgem .....	73

FIGURA 30: Exemplo de curva de magnetização .....	74
FIGURA 31: Variação da permeabilidade em função do valor da indução magnética B, relativo à curva de magnetização da figura 30 .....	76
FIGURA 32: (a) curvas de magnetização de corpos de prova das corridas 330, 331, 334, 335 e 336, recozidos a 950°C por 4 h, até campo máximo de 60 A/m. (b) Idem, para campo máximo de 3000 A/m.	82
FIGURA 33: Trechos das curvas de magnetização relativas aos corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336, para $H_{max} = 60A/m$ . Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 e (h) C8.	84
FIGURA 34: Trechos de curvas de permeabilidade em função da indução B, para os corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336. Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 e (h) C8 .....	88
FIGURA 35: Curvas de permeabilidade ( $\mu$ ) em função da indução magnética (B), relativas ao corpo de prova de corrida 330, recozido no ciclo C1 (950°C, 4h), para as frequências de 2 Hz, 1Hz, 0,6 Hz, 0,3 Hz e para corrente contínua.....	94
FIGURA 36: Curvas de permeabilidade ( $\mu$ ) em função da indução magnética (B), relativas ao corpo de prova da corrida 330, recozido no ciclo C8 (1150°C, 4h), para as frequências de 2 Hz, 1 Hz, 0,6 Hz, 0,3 Hz e para corrente contínua .....	94



- FIGURA 37: Campo coercitivo em função da raiz quadrada da frequência para as cinco corridas em cada um dos ciclos de recozimento, respectivamente: (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 e (h) C8 ..... 102
- FIGURA 38: Tamanhos de grão e seus respectivos desvios-padrão determinados em corpos de prova recozidos por 4 h em diferentes temperaturas ..... 108
- FIGURA 39: Tamanho de grão determinados em corpos de prova recozidos por 4 h e por 1 h em diferentes temperaturas ..... 108
- FIGURA 40: Efeito da temperatura de recozimento no tamanho de grão de corpos de prova recozidos por 4h ..... 109
- FIGURA 41: Aspecto da microestrutura de plano paralelo à superfície de chapa da corrida - 330, recozida por 1h a 1050°C (aumento 25X) ..... 112
- FIGURA 42: Aspecto da microestrutura de plano paralelo a superfície de chapa da corrida - 331, recozida por 1h a 1050°C (aumento 25X) ..... 113
- FIGURA 43: Aspecto da microestrutura de plano paralelo à superfície de chapa da corrida - 336, recozida por 1h a 1050°C (aumento 25X) ..... 114
- FIGURA 44: Microestrutura de amostra laminada à quente, espessura de 6 mm, de liga ferro 47,5% níquel (aumento 100X)..... 115
- FIGURA 45: Efeito da temperatura de recozimento no campo coercitivo de corpos de prova tratados por 4h sob atmosfera de hidrogênio. Apresenta-se também resultados de literatura, para efeito de comparação.. 117

FIGURA 46: Relação entre tamanho de grão (d) e campo coercitivo, $H_c$ para os valores referentes à corridas <sup>C</sup> de mesmo teor de enxofre (330, 331 e 336) .....	119
FIGURA 47: Relação entre tamanho de grão e campo coercitivo para a corrida 331.....	120
FIGURA 48: Relação entre tamanho de grão e campo coercitivo para as corridas 330 e 336 ....	121
FIGURA 49: Relação entre tamanho de grão e campo coercitivo para as corridas 331, 335 e 336, de diferentes teores de enxofre.....	123
FIGURA 50: Efeito da temperatura de recozimento na permeabilidade máxima de corpos de prova das cinco corridas de liga ferro 47,5% - níquel. Tempo de recozimento, 4 horas . Os pontos relativos a recozimento a 1050 °C encontram-se deslocados para facilitar a leitura da figura.....	127
FIGURA 51: Valores de tamanho de grão e permeabilidade máxima para os corpos de prova das corridas 330, 331, 334, 335 e 336 .....	129
FIGURA 52: Relação entre campo coercitivo ( $H_c$ ) e o inverso da permeabilidade máxima ( $1/Mi_{MAX}$ ) para o conjunto de dados do programa experimental. Os valores correspondem às corridas 330, 331, 334, 335 e 336.	131
FIGURA 53: Relação entre o inverso da permeabilidade máxima ( $Mi_{MAX}$ ) e o inverso do tamanho de grão (d), para os resultados experimentais de corpos de prova recozidos das corridas 330, 331 e 336, de mesmo teor de enxofre (50 ppm) .....	133

- FIGURA 54: Relação entre o inverso da permeabilidade máxima ( $M_i \text{ MAX}$ ) e o inverso do tamanho de grão ( $d$ ), para os resultados experimentais de corpos de prova recozidos das corridas 336, 334 e 335, de teor de enxofre, respectivamente, 50, 30 e 10ppm. 113

## APÊNDICE

- FIGURA 01: Curvas de magnetização obtidas em corpos de prova de corridas de mesmo teor de enxofre e tamanho de grão diferentes, após recozimento sob hidrogênio a  $1050^{\circ}$  por 4 horas ..... 146

LISTA DE TABELAS

	<u>Páginas</u>
TABELA 01: Características magnéticas de materiais de diferentes fabricantes .....	35
TABELA 02: Características metalúrgicas de materiais de diferentes fabricantes .....	36
TABELA 03: Características dos ciclos de recozimento realizados .....	64
TABELA 04: Composição química das cinco corridas - utilizadas no programa experimental ...	78
TABELA 05: Teor de carbono de corpos de prova recozidos nos diferentes ciclos de recozimento .....	79
TABELA 06: Teor de enxofre de corpos de prova recozidos nos ciclos de recozimento da tabela 3 .....	80
TABELA 07: Valores de tamanho de grão e seu desvio-padrão, medidos na direção transversal da chapa, relativos aos corpos de prova recozidos .....	81
TABELA 08: Valores de permeabilidade máxima obtidos em curvas de magnetização realizadas em frequência de 0,6 Hz, relativos aos corpos de prova recozidos .....	92
TABELA 09: Campo coercitivo, $H_c$ , obtido a partir de $B_{max} = 1,0$ T, em diversas frequências, medido nos corpos de prova recozidos .....	95
TABELA 10: Indução máxima obtida nos corpos de prova recozidos, para campos magnéticos de 3000 A/m .....	96

TABELA 11: Valores de permeabilidade máxima obtidos em diversas frequências de excitação ...	100
TABELA 12: Valores de campo coercitivo extrapolados para frequência zero, relativos aos corpos de prova do programa experimental ..	104
TABELA 13: Valores de campo coercitivo determinados em corrente contínua e valores extrapolados para frequência zero a partir de resultados obtidos em corrente alternada..	104
TABELA 14: Contagens de inclusões maiores de 1,5 $\mu\text{m}$ , em campos de diâmetro 380 $\mu\text{m}$ , aumento 400X	110
TABELA 15: Dados relativos à regressão linear realizada com os valores experimentais de campo coercitivo e o inverso do tamanho de grão, comparados aos valores experimental e teórico obtidos por Adler e Pfeiffer	124
TABELA 16: Dados relativos às regressões lineares - realizadas com valores experimentais de permeabilidade máxima e tamanho de grão, para a expressão 36.....	134
TABELA 17: Valores experimentais e valor teórico de $\frac{3\chi}{M_s}$ , obtidos a partir da tabela 16.....	135

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

## 1. INTRODUÇÃO

A presente dissertação é um dos produtos de uma linha de trabalho, iniciada em Setembro de 1983, no âmbito do Agrupamento de Processos Metalúrgicos do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., voltada à pesquisa e desenvolvimento dos processos de fabricação de materiais magnéticos.

Aquela linha de trabalho visava, "... com base na teoria dos domínios magnéticos, estabelecer uma ponte entre as variáveis de processamento metalúrgico e o comportamento magnético dos metais" (1). Dentre as diversas oportunidades de pesquisa e desenvolvimento que se configuravam naquele momento, o interesse de empresas da área de instrumentação na urgente substituição de importação da liga ferro 47,5% níquel favoreceu a eleição deste material como um caso privilegiado para investigação.

O desenvolvimento do processo de fabricação da liga - e o fornecimento de 5000 kg de placas laminadas para a indústria nestes quatro anos - demonstrou a importância do recozimento final em atmosfera de hidrogênio para a otimização do desempenho do material em serviço. Entretanto, somente após a instalação, no IPT, de instrumento computadorizado de medida de propriedades magnéticas, em Setembro de 1986, foi possível ampliar e aprofundar a investigação do efeito do recozimento - na permeabilidade magnética relativa e no campo coercitivo, propriedades que indicam a qualidade magnética do material e determinam seu desempenho em serviço.

A apresentação desta dissertação coloca em discussão os resultados daquela investigação e uma proposição, construída a partir de modelos da física do magnetismo, da interpretação do comportamento magnético da liga através do efeito do tamanho de grão.

CAPÍTULO 2

PROPIEDADES MAGNÉTICAS TECNOLÓGICAS



## 2.1. INTRODUÇÃO

A avaliação das propriedades magnéticas de um material baseia-se no exame de seu comportamento sob a ação de um campo magnético. Para esta avaliação, normalmente mede-se a indução magnética B em função de um campo magnético H aplicado. Algumas características particulares da relação entre a indução e o campo são utilizadas para a comparação entre diferentes materiais:

- . permeabilidade magnética relativa inicial.
- . permeabilidade magnética relativa máxima.
- . indução de saturação.
- . indução remanente.
- . campo coercitivo.

Como tais propriedades variam com a frequência - da corrente de excitação, sua determinação em corrente contínua oferece uma condição padrão para as comparações (2).

Estas propriedades são frequentemente especificadas em normas internacionais (3, 4), citadas em catálogos (2, 5, 6, 7, 8, 9), ainda que algumas normas e especificações de usuários de materiais magnéticos estabeleçam também outros parâmetros de controle como o valor da indução para determinados valores de campo magnético (10).

Neste capítulo são definidos conceitos e métodos de obtenção daquelas propriedades e no capítulo seguinte as propriedades físicas que determinam o comportamento magnético, assim como a interação entre o estado metalúrgico do material e a magnetização.

## 2.2. RELAÇÃO ENTRE CAMPO MAGNÉTICO E INDUÇÃO MAGNÉTICA

Um campo magnético uniforme  $H$  pode ser produzido por um solenóide longo. Quando a corrente elétrica de  $i$  A (ampère) percorre o solenóide contendo  $n$  voltas, a intensidade do campo  $H$  no interior do solenóide é calculada como sendo:

$$H = \frac{n \cdot i}{l} \quad (1)$$

onde  $l$  é o comprimento do solenóide (m).

A unidade do campo assim definido é Ampere - volta por metro.

Estando este solenóide no vácuo, a indução magnética  $B$  se relaciona com o campo magnético  $H$  em direção e intensidade através da constante de permeabilidade no vácuo:

$$B = \mu_0 H \quad (2)$$

$$\text{onde } \mu_0 = 4 \pi \times 10^{-7} \quad (\text{H/m})$$

$$\text{e } B = \frac{V \cdot s}{m^2} \quad (\text{Tesla, T})$$

Quando um material ferromagnético é introduzido no interior do solenóide, entretanto, a indução magnética cresce devido a existência de momentos magnéticos no interior do material que tendem a alinhar-se com o campo magnético aplicado, segundo a expressão:

$$B = \mu_0 H + M \quad (3)$$

onde  $M$  é a intensidade da magnetização, ou o momento magnético por unidade de volume da substância magnética.

A intensidade da magnetização varia não linear - mente com o campo magnético, mas para cada ponto vale a expres- são:

$$M = \chi H \quad (T) \quad (4)$$

onde  $\chi$  é a susceptibilidade magnética (adimensional)  
A indução magnética B pode ser rerepresentada como

sendo:

$$B = (\chi + \mu_0) H \quad (T) \quad (5)$$

Define-se como permeabilidade magnética relativa a relação:

$$\bar{\mu} = \frac{\chi + \mu_0}{\mu_0} \quad (\text{adimensional}) \quad (6)$$

obtida experimentalmente pela relação

$$\bar{\mu} = \frac{B}{\mu_0 H} \quad (7)$$

### 2.3. MEDIÇÃO DE B e H

O valor da intensidade do campo magnético H no interior de um solenóide pode ser obtido a partir do número de espiras e da corrente elétrica que percorre o enrolamento. A presença de um material ferromagnético no interior do solenóide energizado implica na sua magnetização e na alteração do - campo magnético dentro do solenóide, pois a magnetização dá origem a linhas de campo fechando-se no exterior do material , criando um campo magnético contrário àquele aplicado, conforme mostra a figura 1. Tal situação dificulta a avaliação do campo magnético à que está submetido o material.

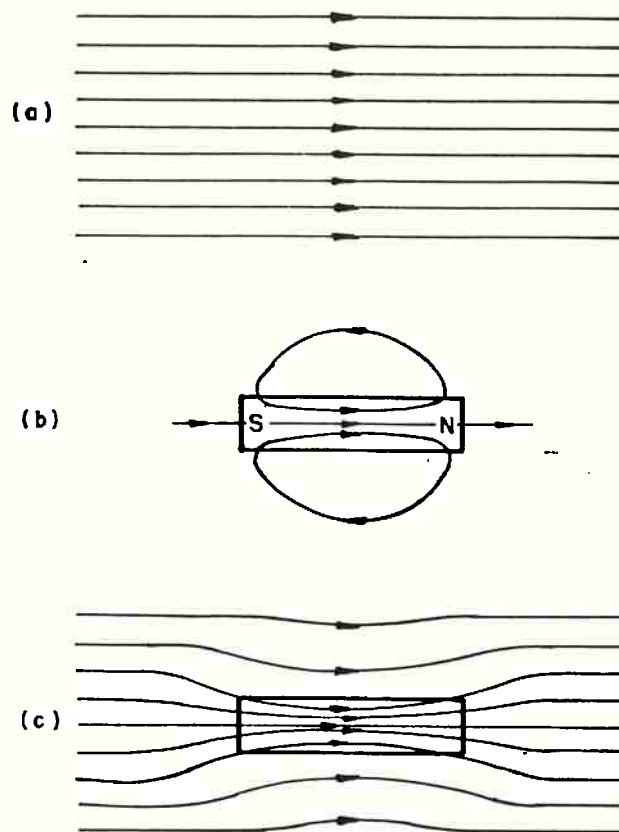


Figura 1: Efeito da presença de material ferromagnético em um campo originalmente uniforme (11).

Existem diversas maneiras de contornar este inconveniente, a mais simples delas sendo a utilização de um corpo de prova na forma de anel, com o enrolamento formando um tóroide ao seu redor. Assim não haverá interrupção da magnetização e a intensidade do campo magnético  $H$  será dada pela corrente elétrica, pelo número de espiras  $N_1$  e pelo perímetro médio do anel ( $\ell_m$ ).

$$H = \frac{N_1 \cdot i}{\ell_m} \quad (\text{A/m}) \quad (8)$$

onde  $i$  = corrente elétrica (A)

$\ell_m$  = perímetro médio (m)

Um método simples de medir a indução magnética B correspondente ao campo H aplicado num anel utiliza um segundo enrolamento em torno do anel. A variação do campo aplicado - provoca uma variação da indução magnética, que dá origem a uma diferença de potencial elétrico no enrolamento secundário. Esta tensão V varia no tempo acompanhando a variação da indução, segundo a expressão:

$$V = N_2 A \frac{dB}{dt} \quad (V) \quad (9)$$

onde  $N_2$  = número de espiras no enrolamento secundário

$A$  = Área da seção transversal do anel ( $m^2$ ).

Assim, pode-se obter o valor da indução magnética H pela integração no tempo da diferença de potencial elétrico gerada, por exemplo, ao variar-se o campo magnético de um valor + H a um valor -H:

$$B = \frac{1}{2N_2 A} \int V dt \quad (T) \quad (10)$$

#### 2.4. AS CURVAS DE MAGNETIZAÇÃO E HISTERÉSE

Um material ferromagnético corretamente desmagnetizado apresenta indução magnética zero quando não há campo magnético externo aplicado. Aplicando-se intensidades crescentes de campo magnético, obtém-se valores de indução magnética que compõe uma curva como mostra a figura 2.

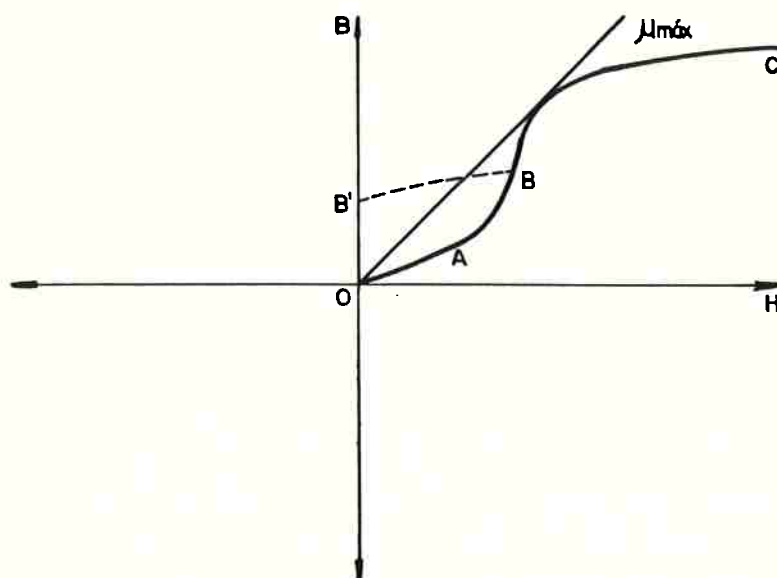


Figura 2: Curva virgem de magnetização.

Na região OA da figura o processo de desmagnetização é reversível. A magnetização volta a zero, quando o campo magnético externo é removido. Além disso o segmento OA é praticamente linear e sua inclinação corresponde à permeabilidade magnética inicial.

$$\mu_i = \frac{B_i}{\mu_0 H_i} \quad (\text{adimensional}) \quad (11)$$

Sendo a permeabilidade magnética inicial assim definida, e os materiais de uso tecnológico não apresentando comportamento rigorosamente linear da permeabilidade, esta é sempre definida para algum valor de B ou de H. A norma ASTM A-753-85 (3) estabelece limites para a permeabilidade quando  $B = 0,004$  e  $B = 0,010$  T, enquanto catálogos alemães fixam a permeabilidade para  $H = 0,4$  A/m (5).

A aplicação de valores crescentes de  $H$  provoca um crescimento acentuado da indução magnética  $B$ , na região  $AB$  da figura 2.

Nesta região a desmagnetização deixa de ser reversível e, se o campo magnético é reduzido de seu valor no ponto  $B$ , a indução magnética não segue a linha  $BA$  e sim  $BB'$ , figura 2.

A permeabilidade magnética é dada pela razão entre a indução  $B$  e o campo  $H$ , tendo portanto valores crescentes na região  $AB$ . A permeabilidade máxima corresponde à tangente da curva de magnetização que passa pelo ponto origem. Na região  $BC$  a permeabilidade decresce, e a indução tende à saturação.

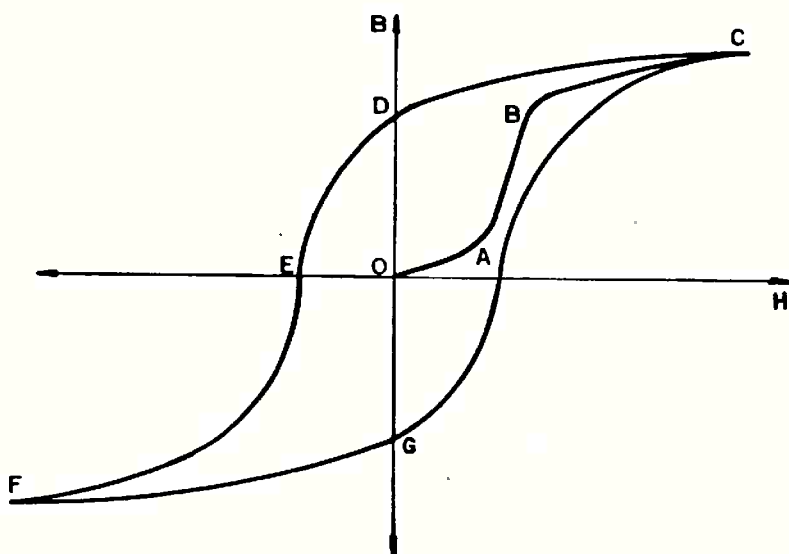


Figura 3: Curva de magnetização (OABC) e curva de histerese (CDEFGC).

Este limite, a indução de saturação, é uma característica física do material que independe de seu histórico metalúrgico, dependendo somente da composição química e do tipo de estrutura cristalina.

Quando o campo magnético  $H$  é reduzido a partir de um estado saturado  $C$ , figura 3, a indução magnética decresce ao longo da linha  $CDE$ . Quando o campo magnético é reduzido ao valor zero, resta ainda no material uma magnetização residual, que é chamado de indução magnética remanente,  $B_r$  (T).

Com freqüência esta propriedade é errôneamente - identificada com a indução magnética residual que um material apresenta após ter sido magnetizado por uma fonte externa.

No caso de um corpo de prova em forma de anel é correto admitir que quando a corrente de excitação cai a zero, o campo magnético  $H$  aplicado também tem valor zero. No caso de corpos de prova em que a magnetização não é contínua, forma-se um campo dito desmagnetizante associado a magnetização residual no material e portanto quando a corrente de excitação é zero o campo magnético  $H$  que está atuando sobre o material já tem um valor negativo, conforme o esboço da figura 4. Portanto, a indução magnética residual apresentada por um corpo de prova cilíndrico, por exemplo, refere-se a algum ponto do 2º quadrante da figura 3, entre os pontos  $D$  e  $E$ , dependendo de características geométricas do corpo de prova.

Retomando o caso de ensaio de corpo de prova em forma de anel, quando o campo magnético aplicado tem valor zero, a indução magnética corresponde ao ponto  $D$  da figura 3. Conforme aplica-se um campo magnético crescente no sentido inverso ao inicialmente aplicado, ocorre um contínuo decréscimo da indução magnética até que finalmente seu valor é igual a zero. O valor do campo magnético  $H$  necessário para obter a desmagnetização do material é chamado de campo coercitivo,  $H_c$ . Nos materiais magneticamente moles, o valor de  $H_c$  oferece uma previsão da tendência de certo material apresentar magnetismo residual, melhor do que o próprio valor da indução remanente  $B_r$ , uma vez



que quanto menor o valor de  $H_c$ , pode-se prever que mais facilmente o material desmagnetiza-se a si mesmo.

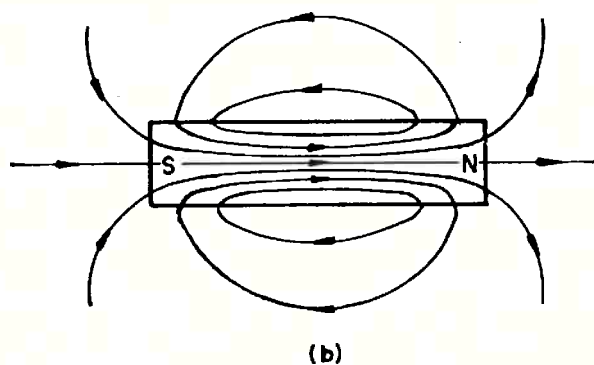
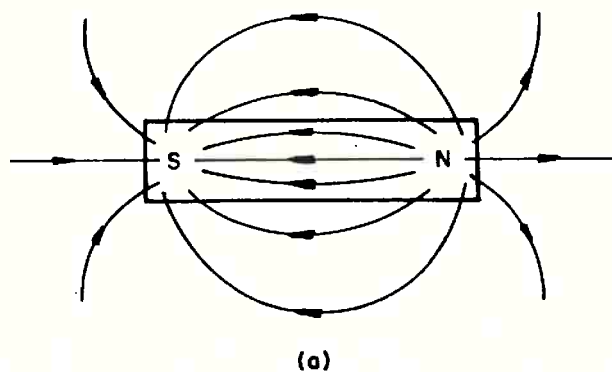


Figura 4: (a) linhas do campo magnético  $H$  numa barra com magnetização residual.

(b) linhas de indução magnética  $B$  nas mesmas barras. Note-se que o campo magnético  $H$  tem direção oposta à indução magnética  $B$  no interior da barra (12).

Posterior aumento do campo magnético no sentido negativo leva finalmente a saturação no sentido negativo. Se a direção do campo é então revertida, a indução magnética segue a curva FGC, completando o chamado ciclo de histerése.

O valor da área interna ao ciclo de histerése - corresponde à energia dispendida por unidade de volume ao percorrer o ciclo.

Os valores de indução remanente,  $B_r$ , e campo coercitivo  $H_c$ , dependem do valor máximo de indução atingido num ciclo. Assim, as normas e catálogos que estabelecem valores para estas duas propriedades fixam o valor de indução que corresponde àquela determinação. Os dois casos mais frequentes são indução máxima de 1,0 Tesla e indução de saturação.

Valores típicos das propriedades magnéticas das ligas do tipo ferro - 47,5% níquel serão vistas na tabela 1, capítulo 4.

CAPÍTULO 3

A FÍSICA DO FENÔMENO DE MAGNETIZAÇÃO

### 3.1. PRINCIPAIS ENERGIAS ENVOLVIDAS NA MAGNETIZAÇÃO (13)

O fenômeno da magnetização - o comportamento da indução magnética em função do campo magnético aplicado - pode ser explicado levando-se em conta a existência de domínios magnéticos no interior do material. Um domínio é uma região de uma estrutura atômica, cristalina ou amorfa, onde os átomos que apresentam momento magnético tendem a orientar seus momentos paralelamente. Esta tendência tem origem numa componente da interação coulombiana entre as nuvens eletrônicas de átomos vizinhos, chamada Energia de Troca. A temperatura Curie é aquela onde a energia de agitação térmica iguala-se à energia de troca: acima desta temperatura os momentos magnéticos atômicos não mais dispõem-se paralelamente.

Em materiais cristalinos os momentos magnéticos atômicos orientam-se espontaneamente em determinadas direções do cristal. A energia necessária para afastar os momentos de sua direção espontânea é a energia de anisotropia magnetocristalina.

O domínio magnético tem assim uma direção de magnetização espontânea que depende do cristal que o contém. Se existem vários domínios em um mesmo cristal, os ângulos entre as direções destes domínios serão ângulos entre as direções de fácil magnetização. A liga ferro 47,5% níquel tem como direção de magnetização fácil o conjunto de direções  $\langle 100 \rangle$ , e portanto os domínios terão entre si ângulos de  $90^\circ$  e  $180^\circ$ .

A energia de anisotropia magnetocristalina contribui para a maior ou menor dificuldade em atingir-se a saturação magnética, situação onde todos os momentos magnéticos estão orientados na direção do campo magnético aplicado. Esta energia é função do ângulo  $\theta$  entre a direção espontânea e a

direção do campo, e é expressa numa série de potências de  $\text{sen}^2 \phi$ , onde frequentemente predomina o primeiro termo:

$$E_a = K_1 \text{sen}^2 \phi + K_2 \text{sen}^4 \phi + \dots \quad (\text{J/m}^3) \quad (11)$$

onde  $K_1, K_2, \dots$  são as constantes de anisotropia magnetocristalina. A interface entre dois domínios é chamada de parede - de Bloch, correspondendo a uma região com centenas ou milhares de átomos de espessura, onde os momentos magnéticos atômicos o rientam-se numa transição gradual entre as direções dos dois domínios. Esta interface acumula uma energia de parede de do- mínios que é função da energia de troca, uma vez que os momen- tos não estão dispostos paralelamente, e da energia de aniso - tropia magnetocristalina, pois os momentos estão fora das dire- ções de mínima energia daquele cristal.

$$\gamma = C \sqrt{AK_1} \quad (\text{J/m}^2) \quad (12)$$

onde  $\gamma$  é a energia da parede de domínio por uni- dade de superfície.

$C$  é uma constante que depende da estrutura cristalina e do ângulo entre os domínios.

$A$  é um coeficiente da energia de troca (J/m)

$K_1$  é a constante de anisotropia magnetocrista-  
lina. (J/m<sup>3</sup>)

O reticulado cristalino no interior de um domí - nio está espontâneamente deformado na direção da magnetização (14). No caso de ferro, por exemplo, a célula unitária não é exatamente cúbica de corpo centrado mas sim ligeiramente te- tragonal, onde o parâmetro do reticulado em uma das direções  $\langle 100 \rangle$  é diferente dos demais (14). Tal diferença é da ordem - de  $10^{-5}$  do valor do parâmetro e corresponde a constante de mag

netostrição na direção  $[100]$ ,  $\lambda_{100}$ . Quando se aplica um campo magnético suficientemente forte para orientar todos os momentos magnéticos na direção do campo, o sólido como um todo apresenta uma deformação proporcional à  $\lambda_s$ , a constante de magnetostrição de saturação.

Devido a este fenômeno, quando uma tensão mecânica é aplicada no material, mais uma componente é agregada à sua energia interna, a energia magnetoelástica. Esta energia é função da constante de magnetostrição, da tensão e a magnetização. Como a deformação magnetostritiva espontânea dos domínios sofre restrições pelas deformações dos domínios vizinhos, a própria magnetização cria microtensões.

Uma outra componente de energia envolvida na investigação da magnetização é a energia magnetostática, devida à interação entre a direção da magnetização e a direção do campo aplicado.

A densidade volumétrica da energia magnetostática  $E_{ms}$  é descrita pela expressão abaixo, e tal energia é máxima quando os sentidos entre  $H$  e  $M$  são antiparalelos.

$$E_{ms} = HM \cos \theta \quad (\text{J/m}^3) \quad (13)$$

onde  $H$  é o campo magnético (A/m)

$M$  a magnetização (T)

$\theta$  o ângulo entre  $H$  e  $M$

Sempre que um campo  $H$  for aplicado numa direção diferente da magnetização  $M$  do material, acumula-se energia magnetostática. Tal campo  $H$  pode ser tanto um campo externo aplicado, quanto um campo presente no interior do material devido a uma descontinuidade da magnetização, como ocorre em poros, inclusões ou contornos de grão. Este último é chamado de campo desmagnetizante, cuja descrição é facilitada pelo uso do conceito de polos magnéticos.

Um volume magnetizado, seja um imã ou um monodomínio, gera um campo que pode ser associado à existência de polos magnéticos nas suas extremidades livres. Pela definição do campo magnético  $H$ , seu sentido tem sempre origem no polo norte e final no polo sul, seja no interior ou no exterior do material. Portanto, no interior do material o campo magnético  $H$ , devido à sua magnetização, tem sentido oposto ao da magnetização.

A necessidade de reduzir a energia magnetostática é responsável, por exemplo, pela desmagnetização espontânea de uma barra de ferro que, mesmo depois de magnetizada até a saturação por ação de um campo magnético externo, apresenta magnetização residual desprezível uma vez removido o campo. O processo de desmagnetização envolve os mesmos mecanismos de movimentação de parede de domínio e rotação de domínios que estão envolvidos na magnetização e serão discutidos a seguir.

### 3.2. ESTRUTURAS DE DOMÍNIOS

Um material policristalino desmagnetizado possui uma estrutura de domínios em que a somatória vetorial dos momentos magnéticos de todos os domínios tem resultante nula. Em cada grão os domínios estão orientados nas direções de magnetização fácil daquele cristal. Como as maclas correspondem a rotações de direções cristalográficas, as direções de magnetização acompanham estas alterações, como mostra a figura 5.

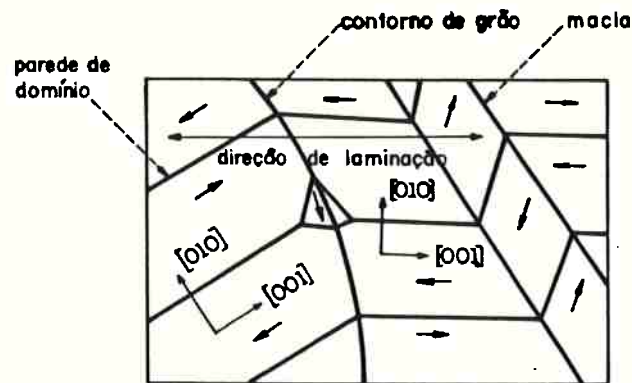


Figura 5 - Relação entre as direções de magnetização e direções cristalográficas (15).

A distância entre as paredes de domínio no material desmagnetizado é determinada pelo equilíbrio entre a tendência a minimizar a energia magnetostática no interior do grão, através do maior número possível de domínios em sentidos alternados, e o acréscimo de energia devido ao aumento da área de paredes de domínio, uma vez que aquela tendência implica em aumentar o número de paredes.

Um material policristalino sem textura preferencial terá, nos contornos de grão, limites para os domínios, uma vez que não haverá continuidade das direções de magnetização fácil. A energia magnetostática de um conjunto de grãos pode ser minimizada pelo acoplamento das direções de magnetização de domínios em grãos adjacentes, como mostra a figura - 6.



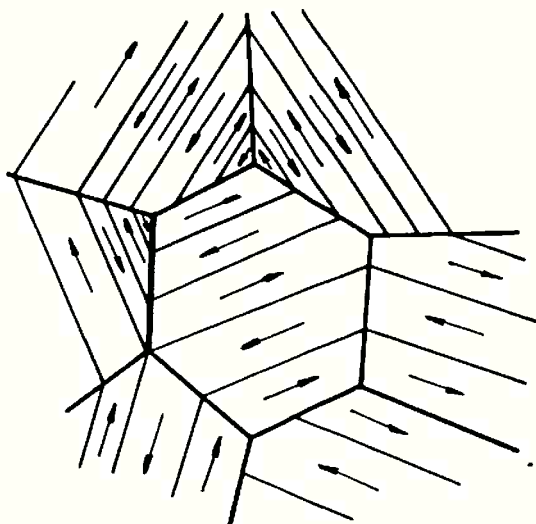


Figura 6: Estrutura de domínios num material policristalino desmagnetizado (16).

Tal acoplamento, por diminuir a energia magnetostática, permite um maior espaçamento entre os domínios. Chikazumi (17) estimou que a distância entre paredes de domínios, em um grão de material policristalino de direções fáceis cúbicas, é 2,2 vezes maior que a distância num monocristal de mesma dimensão.

Em materiais policristalinos sem textura existe, portanto, uma relação entre tamanho de grão e distância entre paredes de domínio. Já em materiais fortemente texturados na direção de magnetização fácil o contorno de grão não é uma barreira significativa para os domínios. Salsgiver (18) mostrou que a liga ferro - 50% níquel pode, neste caso, ter tamanho de grão da ordem de micrometros e distância entre paredes de domínios da ordem de milímetro.

Um mecanismo adicional de redução da energia magnetostática é a formação de domínios a  $90^\circ$  para fechar o fluxo no interior do cristal. A distância entre as paredes passa a ser determinada pelo acúmulo de energia magnetoelástica, devido às microtensões introduzidas pela restrição à deformação de

magnetostricção no sentido de magnetização fácil, como mostra a figura 7b.

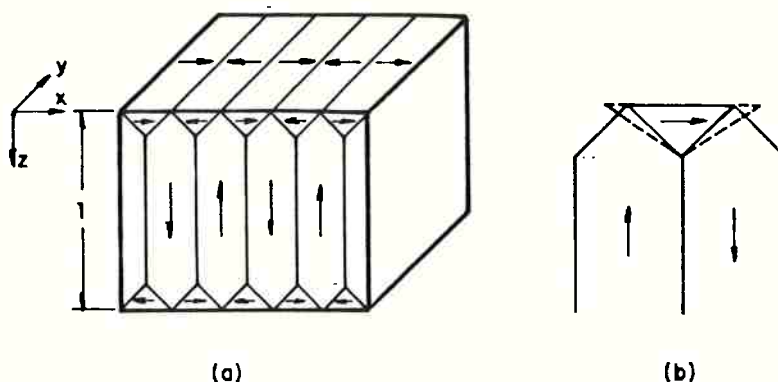


Figura 7: (a) Estrutura de domínios com domínio de fechamento.  
(b) Deformação magnetostritiva no domínio de fechamento (19).

A liga ferro 47,5% níquel tem magnetostricção na direção  $\langle 100 \rangle$  praticamente nula, o que deve minimizar a participação dessa componente da energia do sistema na estrutura de domínios (15).

A presença de inclusões não magnéticas no interior do material provoca a existência de polos livres na interface inclusão - matriz, e campos desmagnetizantes ao seu redor, acumulando energia magnetostática. O surgimento espontâneo de domínios na forma de lâminas, como mostra a figura 8b, redistribui os polos numa superfície maior e reduz a energia magnetostática (20). Se, por outro lado, a parede de domínio corta a inclusão, como mostra a figura 8c, os polos livres são

divididos em quatro grupos, reduzindo a energia. Inclusões podem, portanto, atrair e fixar paredes de domínio.

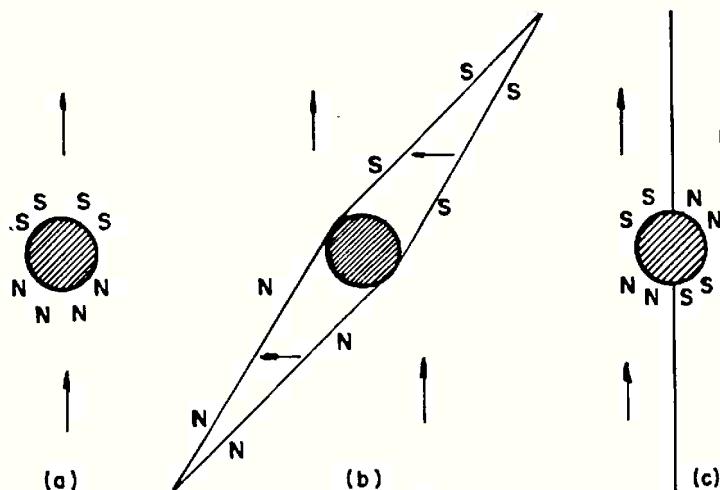


Figura 8: (a) polos formados na superfície de uma inclusão.  
 (b) redistribuição de polos, com formação de domínios em lâmina.  
 (c) polos formados na superfície de uma inclusão interceptada por uma parede de domínio (20).

### 3.3. COMPORTAMENTO DOS DOMÍNIOS NA MAGNETIZAÇÃO

#### 3.3.1. Movimentação de paredes e rotação de domínio:

A direção da magnetização de um domínio pode ser alterada com a aplicação de um campo magnético externo. A energia magnetostática, acumulada devido a diferença de direção entre o campo externo e a magnetização, pode ser diminuída pela rotação da direção de magnetização do domínio, às custas de um aumento da energia de anisotropia magnetocristalina.

Quando um campo magnético é aplicado numa região que contém 2 domínios antiparalelos, os momentos magnéticos - dos átomos da parede de domínio podem também sofrer rotação na direção do campo aplicado. Como resultado desta rotação a parede movimenta-se de forma que aumente o volume do domínio paralelo ao campo aplicado. Este processo é chamado de movimento de parede de domínio (13).

O comportamento de um material submetido a campos crescentes, expresso na curva de magnetização, pode ser interpretado com base nesses dois mecanismos de alteração da magnetização, rotação e movimentação de domínios, e de suas interações com características metalúrgicas do material.

### 3.3.2. Movimentação reversível de paredes

O item 2.4 já destacou a existência de uma região inicial da curva de magnetização onde o processo é reversível, e outra região onde a permeabilidade cresce com o campo aplicado e a magnetização não é mais reversível, resultando numa histerése quando o campo é removido.

A região inicial reversível da curva de magnetização está associada à movimentação reversível das paredes de domínio. Se uma parede de domínio é deslocada num material homogêneo, não há motivos para o retorno da parede para sua posição original, se o campo externo é removido. Para haver movimento reversível é necessário admitir a existência de restrições à movimentação da parede. Os modelos mais frequentemente utilizados propõem que as paredes de domínio estejam presas em alguns defeitos como inclusões ou vazios, mas livres na região intermediária (21). A aplicação de um campo externo leva a movimentação da parede onde ela não está presa, causando um abau

lamento da parede e portanto um aumento de sua área como mostra a figura 9. A remoção do campo externo traz a parede de volta à sua posição inicial, para diminuir a energia associada ao aumento da área da parede, estabelecendo a reversibilidade deste movimento.

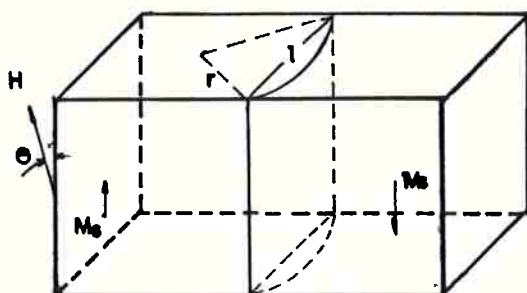


Figura 9: Parede de  $180^\circ$  abaulada pela ação de um campo magnético (22).

### 3.3.3. Movimentação irreversível de paredes

Outra forma de descrever a movimentação de paredes admite a variação da energia da parede de domínio com a posição, como mostra a figura 10 (23). O efeito de um campo magnético  $H$  equivale a uma pressão exercida sobre a parede. Na condição desmagnetizada as paredes ocupam posições de mínima energia,  $S_0$ , na figura. A aplicação de campo magnético pode levar a parede de  $S_0$  a  $S_1$ , ponto onde a diminuição da energia magnetostática causada pelo movimento da parede é contrabalançada pelo aumento da energia da parede. Tal movimento da parede é reversível.

Se admitirmos que o gradiente de energia da parede tem um máximo em  $S_1$ , um campo magnético suficiente para forçar a parede a ultrapassar  $S_1$  conduzirá a um movimento da parede de domínio até a posição  $S_2$ , onde o gradiente é maior que em  $S_1$ , e que neste exemplo é suficiente para contrabalançar a pressão exercida pelo campo magnético aplicado. A redução do campo a partir deste ponto traz a parede de volta fundo do "vale" de energia mais próximo,  $S_3$  não havendo campo - contrário para que a parede vença os obstáculos e volte à posição original. O movimento da parede foi, portanto, irreversível.

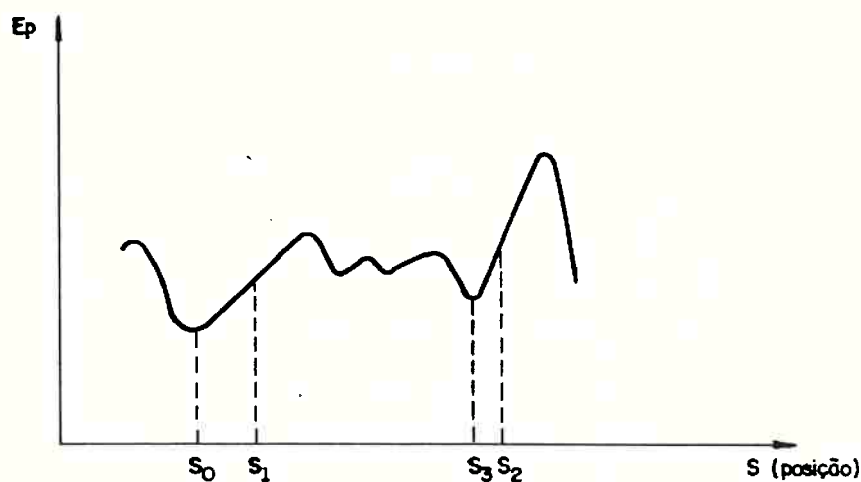


Figura 10: Variação da energia de parede em função da posição da parede de domínio (23).

#### 3.3.4. Campo crítico para movimentação irreversível de paredes

Retomando o modelo descrito na figura 9, um campo  $H$  provoca um aumento do volume do domínio cuja direção de

magnetização tem componente paralela à direção do campo aplicado, através do abaulamento da parede.

Chikazumi (24) sugere que a redução de energia magnetostática obtida com a mudança da magnetização naquele - volume transformado é contrabalançada pelo aumento da área da parede, e portanto da energia associada à parede de domínio.

$$(2M_s H \cos \theta) \cdot V = \gamma \cdot A \quad (14)$$

onde: H é o campo aplicado. (A/m)

$M_s \cos \theta$  é a componente da magnetização - paralela ao campo aplicado. (T)

V é o volume transformado. ( $m^3$ )

$\gamma$  é a energia de parede por unidade de - superfície. ( $J/m^2$ )

A é a área da parede. ( $m^2$ )

O abaulamento da parede é portanto inversamente proporcional ao seu raio de curvatura r (24).

$$2M_s H \cos \theta = \gamma \left( \frac{A}{V} \right) = \frac{\gamma}{r} \quad (15)$$

Enquanto o aumento do volume transformado corresponde a uma diminuição do raio de curvatura, valores crescentes de H são necessários para o aumento do volume. A figura 11 mostra, entretanto, que quando se aplica um campo suficiente para que o raio de curvatura atinja o valor  $r = \frac{l}{2}$ , o raio de curvatura passa a aumentar, e o aumento do volume da região transformada corresponde a uma redução de energia magnetostática maior que o aumento de energia associado à superfície da parede. Com isso, a parede pode mover-se irreversivelmente a partir deste campo crítico  $H_0$ .

$$H_o = \frac{\gamma}{M_s \cos \theta} \frac{l}{\ell} \quad (16)$$

onde  $\ell$  é a distância entre os pontos de fixação da parede.

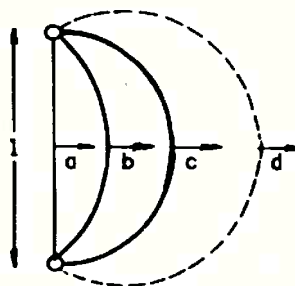


Figura 11: Expansão reversível e irreversível de paredes de domínio (24).

### 3.3.5. A região de movimentação irreversível e a permeabilidade máxima

Voltando ao comportamento da curva de magnetização, quando o campo  $H$  aplicado é suficiente para promover a movimentação irreversível de paredes a magnetização aumenta a centuadamente, como pode ser visto na figura 12. A permeabilidade magnética relativa, que é a razão entre a indução  $B$  e o campo  $H$ , aumenta correspondentemente. Não se conhece modelos detalhados para descrever a região de movimentação irreversível de paredes de domínio (25).

A figura 12 mostra também que o ponto correspondente à permeabilidade máxima corresponde à transição entre a região de movimentação irreversível de domínios e a região de rotação da magnetização (26).



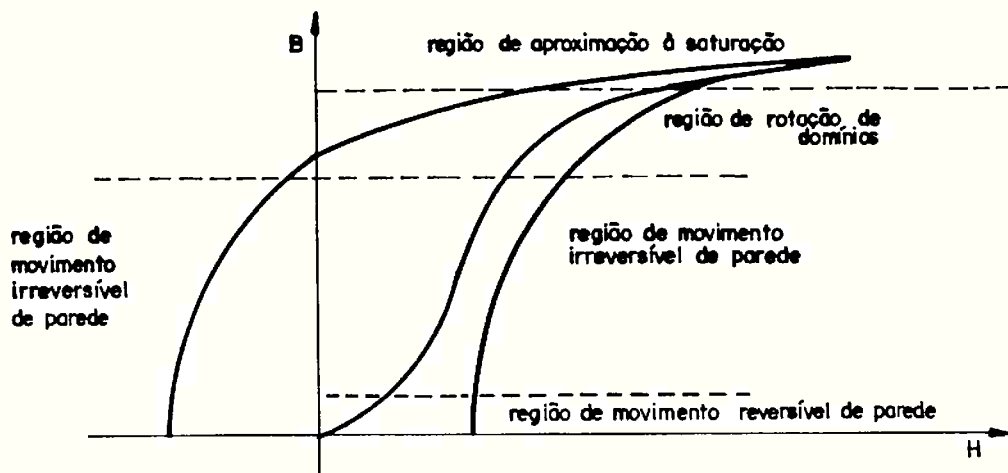


Figura 12: A curva de magnetização e os mecanismos de magnetização (26).

A extensão da movimentação irreversível de paredes de domínio em cada grão de um material magnético é limitada pela relação entre a direção do campo aplicado e as direções de magnetização espontânea daquele cristal. A figura 13 exemplifica o efeito desta relação entre as direções do campo aplicado e da magnetização, para uma mesma configuração inicial de domínios. O material hipotético tem ângulos de  $90^\circ$  e  $180^\circ$  entre seus domínios, e portanto tem magnetização nas direções  $100$ . No caso 13a, aplicou-se um campo externo em direção paralela à direção de magnetização dos domínios, portanto, numa direção do tipo  $100$ . Os domínios com direção paralela à do campo aplicado crescem por movimentação das paredes até atingir a saturação magnética, tornando o material um monodomínio.

No caso 13b, o campo externo foi aplicado a  $45^\circ$  das direções de magnetização, e portanto numa direção do tipo  $110$ . Crescem os domínios cuja magnetização tem componente na direção do campo aplicado até o desaparecimento do único domínio - que naquele exemplo tem componente na direção oposta à do campo aplicado. A saturação magnética só pode ser atingida por meio da rotação das direções de magnetização dos domínios até a direção do campo aplicado.

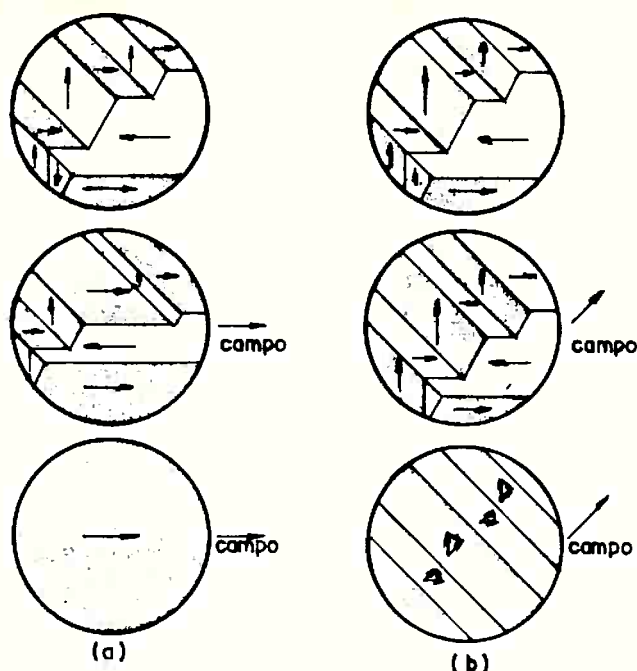


Figura 13: Movimentação de paredes de domínio e rotação da magnetização: (a) campo aplicado em direção  $\langle 100 \rangle$ ; (b) campo aplicado em direção  $\langle 110 \rangle$  (27).

A rotação de direção de magnetização é um processo que consome mais energia que a movimentação de parede de domínio, e com isso a taxa de crescimento da magnetização com o campo aplicado diminui acentuadamente a partir do ponto onde a movimentação das paredes de domínio atinge sua extensão máxima.

O exemplo da figura 13 mostra que a distribuição das orientações cristalinas dos grãos num material policristalino tem importante papel na magnetização máxima que pode ser obtida por movimentação de parede, e portanto na permeabilidade máxima.

Chikazumi propôs uma expressão teórica para a susceptibilidade máxima,  $\chi_{\max}$ , em função do campo crítico para movimentação de paredes de domínio  $H_0$  e da saturação magnética do material (28):

$$\chi_{\max} = \frac{0,5 M_s}{\mu_0 H_0} \approx \mu_{\max} = \frac{0,5 B_s}{\mu_0 H_0} \quad (\text{adimensional})$$

(17)

Esta expressão foi calculada considerando que a constante de anisotropia magneto cristalina  $K_1$  tenha valor positivo, que a distribuição das direções cristalinas seja aleatória e predominância de movimentação de paredes de  $180^\circ\text{C}$ .

### 3.3.6. O campo coercitivo

Uma vez atingida a saturação magnética, a redução do campo magnético provoca uma redução da indução magnética, pois a direção de magnetização em cada cristal, tende a voltar para as direções de magnetização espontânea, reduzindo energia de anisotropia. A indução remanente  $B_r$  é atingida, portanto, através de rotações dos domínios. A aplicação de campo magnético na direção oposta à da magnetização residual, provoca o movimento irreversível das paredes de domínio, responsável pela redução e inversão da direção de magnetização do material.

Mager (29) associa o campo coercitivo  $H_c$  ao campo crítico para movimentação irreversível de paredes de domínio, e propõe uma equação para o efeito do tamanho de grão no campo crítico semelhante à equação 16, apresentada no item 3.3.4:

$$H_c = \frac{3}{4} \frac{\gamma}{M_s} \left( \frac{1}{d} \right) \quad (\text{A/m}) \quad (18)$$

onde  $\gamma$  é a energia da parede de domínio, por unidade de superfície. ( $\text{J/m}^2$ )

$M_s$  é a magnetização de saturação. (T)

$d$  é o tamanho de grão. (m)

Chikazumi (28) propõe uma relação teórica entre o campo coercitivo e o campo crítico, em condição idêntica - àquela descrita no item 3.3.5, onde o campo crítico  $H_0^0$  refere-se ao campo aplicado em direção paralela à direção de magnetização do domínio:

$$H_c = 1,2 H_o^o \quad (19)$$

A descrição do fenômeno da magnetização apresentada neste capítulo pode ser aplicada ao caso específico do - comportamento magnético da liga ferro 47,5% níquel, como pode ser visto no capítulo 4.

CAPÍTULO 4

EFEITO DO TRATAMENTO TÉRMICO DE RECOZIMENTO SOBRE AS PROPRIE-  
DADES MAGNÉTICAS DA LIGA FERRO 47,5% NÍQUEL

#### 4.1. INTRODUÇÃO

A liga ferro 47,5% níquel é largamente utilizada em aplicações que exigem alta permeabilidade magnética e alta indução de saturação, como transformadores e componentes de circuitos magnéticos para instrumentos (5).

Sua permeabilidade magnética tem origem na baixa anisotropia magnetocristalina, que como foi visto no capítulo 3, tem papel importante na rotação e na energia das paredes de domínio. O valor da constante de anisotropia magnetocristalina  $K_1$  desta liga é de  $800 \text{ J/m}^3$  (30), valor 60 vezes menor que a mesma constante para ferro puro (31).

O teor de níquel das ligas comerciais evoluiu de 50%, quando do desenvolvimento original da liga na década de vinte, para 47,5% atualmente. Couderchon (32) afirma que esta tendência se deve à melhor reprodutibilidade de propriedades magnéticas obtida com menores teores de níquel, uma vez que nesta condição a constante de anisotropia magnetocristalina é menos afetada pela velocidade de resfriamento no recozimento final, como mostra a figura 14 (32).

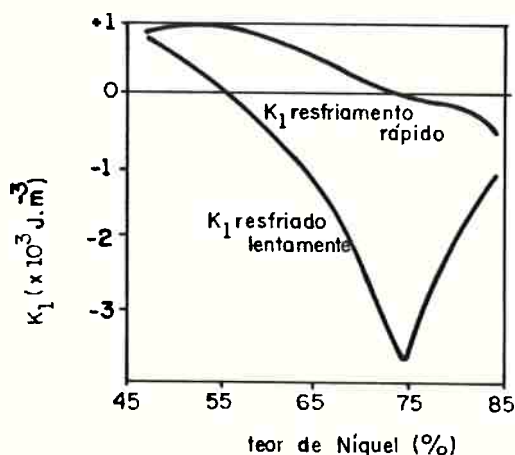


Figura 14: Variação da constante de anisotropia magnetocristalina  $K_1$  com o teor de Níquel e velocidade de resfriamento.

A permeabilidade magnética máxima e o campo coercitivo dependem da movimentação irreversível das paredes de domínio, como foi visto no capítulo 3. O movimento das paredes é afetado por tensões internas, tamanho de grão, inclusões presentes e pela distribuição espacial das orientações cristalinas (30). A permeabilidade da liga é otimizada quando produzida com baixo teor de carbono, baixos teores de elementos formadores de inclusão, conformação mecânica controlada, e com um recozimento final que possibilite refino químico por reação com a atmosfera, crescimento de grão e controle da textura cristalina (30).

As empresas produtoras de materiais magnéticos oferecem diversos produtos a base de ferro com teor de níquel entre 45 e 50%, e seus catálogos referem-se aos diferentes níveis de propriedades magnéticas que podem ser atingidas dependendo do processo de fabricação e do recozimento final.

A tabela 1 reúne dados de catálogos de 6 fabricantes internacionais destas ligas (2,5-9). Nestes catálogos são apresentadas frequentemente 3 características indicativas do comportamento das curvas de magnetização histerese: a permeabilidade inicial  $\mu_i$ , a permeabilidade máxima  $\mu_{max}$  e o campo coercitivo  $H_c$ . Estas três propriedades são afetadas pelo processamento metalúrgico do material, enquanto a Indução de Saturação  $B_s$ , a temperatura Curie  $T_c$  e a resistividade elétrica são determinados essencialmente pela composição química (33).

Os dados da tabela 1 podem ser tomados como indicativos, mas não são inequivocamente comparáveis entre si, pois as propriedades magnéticas são também função da espessura do material, da frequência de excitação e do próprio método de medida, que não são idênticos em todos os casos.

Buscou-se, sempre que possível, apresentar os valores correspondentes a medidas em corrente contínua, condição considerada como referência para comparação de materiais (2).

Tabela 1: Características magnéticas de materiais de diferentes fabricantes

Fabricante/Identificação	Características Magnéticas					
	B <sub>s</sub> (T)	T <sub>c</sub> (°C)	ρ Ωmm <sup>2</sup> /m	μ <sub>i</sub>	μ <sub>max</sub>	H <sub>c</sub> (A/m)
<u>Vacuumschmelze</u> (Permenorm)						
5.000 Z	1,55	450	0,45	~ 550	50.000	12,0
5.000 ZE	1,60	-	0,40	~ 550	70.000	8,0
5.000 H2	1,55	450	0,45	12.000	80.000	4,0
5.050 H4	1,52	470	0,45	10.000	90.000	4,0
5.000 H3	1,55	440	0,45	5.000	35.000	10,0
5.000 S	1,55	440	0,40	5.000	35.000	8,0
5.000 S2	1,60	500	0,40	15.000	140.000	3,0
<u>Krupp Widia</u> (Hypernorm)						
50	1,50	470	0,45	5.000	50.000	6,0
52	1,50	470	0,45	12.000	80.000	-
53	1,50	500	0,40	50.000	120.000	-
50 T	1,55	470	0,45	650	80.000	-
<u>Telcon</u>						
Radiometal 4550	1,60	530	0,45	6.000	40.000	10,0
Super Radiometal	1,60	530	0,40	11.000	100.000	3,0
Hydro Radiometal	1,40	530	0,75	4.000	65.000	10,0
<u>Wilbur Driver</u>						
Permalloy 45	1,60	440	0,55	-	30.000	16,0
Permalloy 49	1,60	500	0,45	-	50.000	8,0
<u>Carpenter</u>						
49 - Rotor	1,60	450-500	0,48	15.000	120.000	-
49 - Transformer	1,60	450-500	0,48	13.000	150.000	-
<u>Sumitomo</u>						
PB-1	1,49	-	0,45	3.900	40.000	6,0
PB-2	1,4-1,5	-	0,52	5.800	80.000	5,0



Tabela 2: Características metalúrgicas de materiais de diferentes fabricantes.

Fabricante/ Identificação	Características Metalúrgicas				
	Notas do Fabricante	T (°C)	t(h)	V.resfr.	Atmosfera
<u>Vacuumschmelze</u> (Permenorm) 5.000 Z 5.000 ZE 5.000 H2 5.050 H4 5.000 H3 5.000 S 5.000 S2	T G ~ 10 µm textura (100) <001> textura (100) <001> recrist.secundária TG < TG (5000H2) forjado ou fundido sinterizado sinterizado e lami- nado	- - 1.200 1.200 1.200 - 1.000-1.200	- - 2-5 2-5 2-5 - 0,5-5	- - no forno no forno no forno - no forno	- - - - - - -
<u>Krupp Widia</u> (Hyperm) 50 52 53 50 T	- - tratado em campo magnético texturado	1.050-1.100 1.250 1.250 1.050	5 5-8 5-8 2-4	- - - -	- - - -
<u>Telcon</u> Radiometal 4550 Super Radiometal Hydro Radiometal	- maior pureza que 4.550 + elemento de liga para aumentar re- sistividade elétri- ca.	1180-1200°C idem idem	2-4 2-4 2-4	125°C/h 125°C/h 125°C/h	H <sub>2</sub> ou amô- nia craquea- da idem idem
<u>Wilbur Driver</u> W.B. Permalloy 45 Permalloy 49	- -	1.100 1.100	2 2	lento lento	- -
<u>Carpenter</u> 49 Rotor Transformer	isotrópico semi-orientado	1.180 1.180	2-4 h 2-4 h	40-90°C/h 40-90°C/h	H <sub>2</sub> PO-40°C H <sub>2</sub> PO-40°C
<u>Sumitomo</u> PB-1		1.100	2	no forno	H <sub>2</sub>

A função do recozimento final, realizado após todas as conformações mecânicas necessárias, é maximizar as propriedades magnéticas do material. Ainda que existam aplicações onde são necessárias características magnéticas particulares - como um ciclo de histerese retangular, anisotropia de propriedades ou permeabilidade magnética constante (30) - a aplicação mais comum, entretanto, exige a maximização da permeabilidade máxima e a minimização do campo coercitivo.

Para este tipo de aplicação a especificação ASTM A-753-85 (3) estabelece, em ligas com teor de níquel entre 47 e 49% com espessura entre 1,5 e 0,635 mm, um valor mínimo de 100.000 para a permeabilidade máxima e um valor máximo de 4,8 A/m para o campo coercitivo, medidos em ensaio sob corrente contínua. A tabela 1 mostra que são poucos os materiais comerciais que atendem esta especificação.

A tabela 2 compara as condições de recozimento sugeridas pelos fabricantes dos materiais apresentados na tabela 1, indicando a temperatura de recozimento, o tempo, a velocidade de resfriamento e a atmosfera. A temperatura e o tempo de recozimento sugeridos apresentam uma variação considerável.

A literatura técnica aborda o efeito do recozimento final nas propriedades magnéticas, levando em conta as variações de características metalúrgicas dos materiais induzidas pelo recozimento (30a 37). Tais características, como o tamanho de grão, a distribuição dimensional de inclusões e a textura, dependem também da composição química e do processamento prévio do material, antes do recozimento (30,35).

A seguir são apresentadas as informações da literatura quanto aos efeitos do recozimento e do teor de enxofre nas propriedades magnéticas da liga ferro 47,5% níquel. Como a interpretação destes efeitos, utilizando os conceitos da físi

ca do fenômeno da magnetização, baseia-se no comportamento do tamanho de grão, textura e inclusões, são apresentados primeiramente os efeitos do recozimento nestas características metalúrgicas e posteriormente as informações sobre os efeitos destas características no campo coercitivo e na permeabilidade máxima. Pode-se assim resumir a estrutura deste capítulo:

1. Efeitos do recozimento e do teor de enxofre nas propriedades magnéticas.
2. Efeitos de recozimento em características metalúrgicas:
  - . tamanho de grão
  - . textura cristalina
  - . inclusões
  - . teor de carbono.
3. Efeitos destas características metalúrgicas nas propriedades magnéticas.

#### 4.2. EFEITOS DO RECOZIMENTO E DO TEOR DE ENXOFRE NAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

Eberly ( 34) mostrou que o aumento da temperatura de recozimento provoca uma diminuição do campo coercitivo de uma liga ferro - 49% níquel, conforme demonstra a figura - 15. Esta figura sugere que é possível obter campo coercitivo abaixo de 4,8 A/m, limite estabelecido na especificação ASTM A-753-85 ( 3 ), com recozimento em temperaturas acima de 1050<sup>o</sup>C.

Adler e Pfeiffer ( 35) apresentaram resultados - que confirmam tal tendência de diminuição do campo coercitivo com o aumento da temperatura de recozimento, mas tais dados , mostram também que é possível obter valores de campo coercitivo diferentes, numa mesma temperatura de recozimento. Este comportamento pode ser visto na figura 19, associado ao efei-

to do tamanho de grão no campo coercitivo.

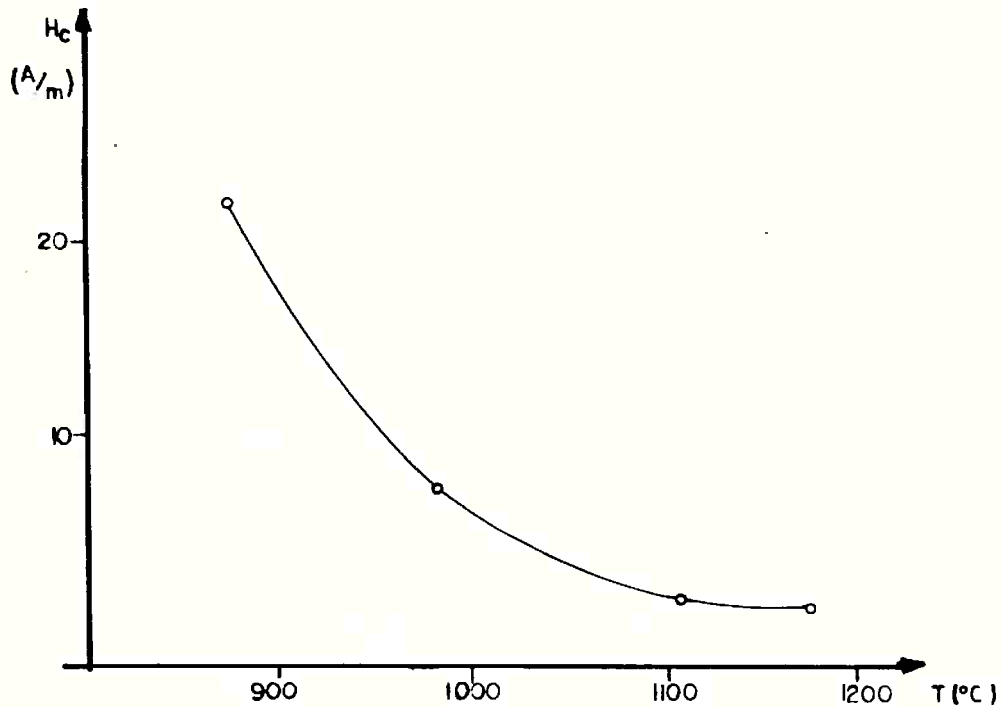


Figura 15: Efeito da temperatura de recozimento no campo coercitivo, medido a partir de campo máximo de 80 A/m (34).

O efeito da temperatura de recozimento na permeabilidade máxima pode ser visto na figura 16, publicada em catálogo de fabricante de liga ferro - 49% níquel(8). Pode-se notar que um recozimento a  $1120^{\circ}\text{C}$  permite obter permeabilidade máxima da ordem de 120.000, atendendo o limite mínimo de 100.000 estabelecido na especificação ASTM A-753-85.

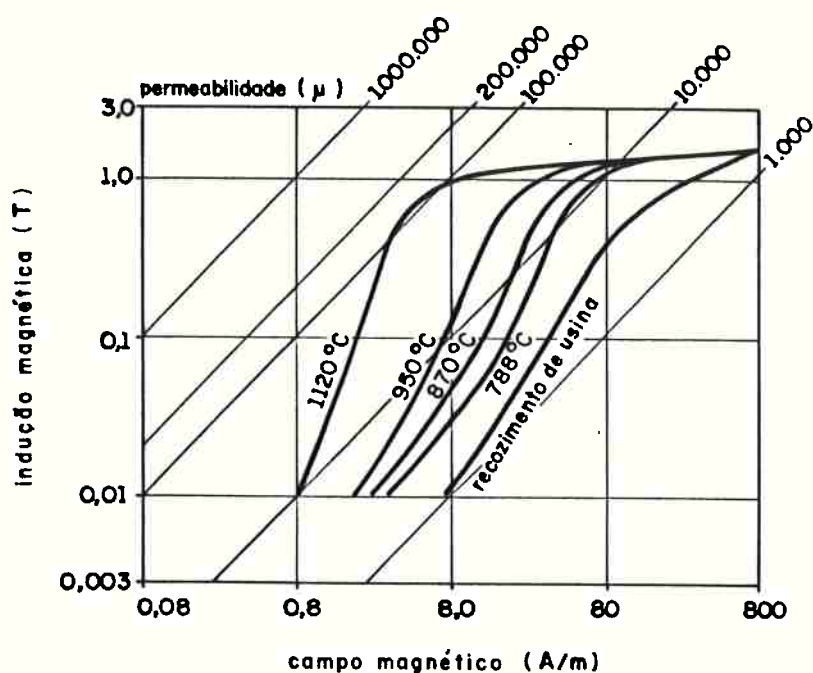


Figura 16: Efeito da temperatura de recozimento nas curvas de magnetização de liga ferro 49% níquel ( 8 ).

As referências que apresentam as figuras 15 e 16 não fornecem informações quanto ao teor de enxofre dos materiais investigados. Enxofre e outras impurezas como oxigênio e carbono são consideradas deletérias para as propriedades magnéticas dos materiais de alta permeabilidade (36, 37). Adler e Pfeiffer (35), entretanto, afirmam que não há uma boa correlação entre os teores de enxofre e oxigênio e o campo coercitivo das ligas ferro 47,5% níquel.

A única referência específica quanto ao efeito de teor de enxofre em propriedades magnéticas (36) mostra que a redução do teor de enxofre provoca um aumento na permeabilidade inicial, conforme apresentado na figura 17.

O efeito da temperatura de recozimento e do teor de enxofre nas propriedades magnéticas é interpretado na literatura através de seus efeitos no tamanho de grão, textura, inclusões e teor de carbono. Apresenta-se a seguir informações sobre o efeito do recozimento nestas características metalúrgicas.

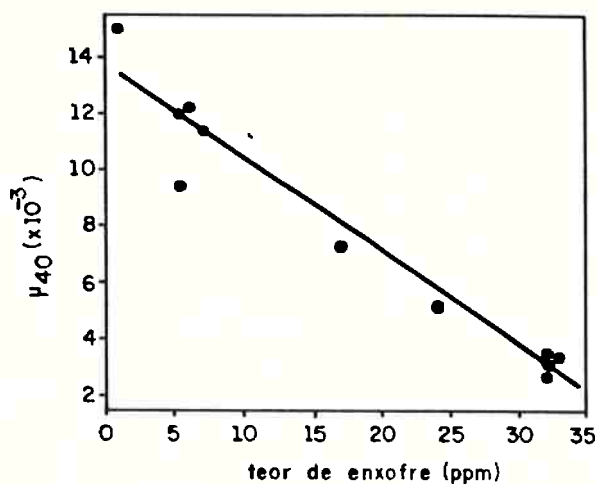


Figura 17: Efeito do teor de enxofre na permeabilidade magnética inicial a 0,004 T de liga ferro 49% níquel, medida em corrente alternada, frequência 60 Hz (36).

#### 4.3. EFEITOS DO RECOZIMENTO NAS CARACTERÍSTICAS METALÚRGICAS

##### 4.3.1. Efeito do recozimento no tamanho de grão

Os materiais deformados plasticamente tem alta energia interna, devido ao grande número de defeitos cristali-

nos induzidos pela deformação. A energia térmica transferida ao material por ocasião do recozimento permite a redução da energia interna através da recristalização e posterior crescimento de grão.

Num material totalmente recristalizado, o potencial termodinâmico para o crescimento de grão deve-se à energia interfacial dos contornos de grão. Conforme os grãos crescem em tamanho e diminuem de número, a área dos contornos de grão diminui e a energia total de superfície diminui (38).

A mobilidade do contorno de grão depende da temperatura e da orientação relativa das direções cristalográficas entre dois grãos vizinhos. A existência de direções preferenciais, a textura, pode restringir o crescimento de grão ao afetar o valor da energia interfacial média (39).

Por outro lado, partículas de segunda fase, como as inclusões não metálicas, interagem com os contornos de grão exercendo uma força retardadora ao seu movimento, restringindo o crescimento de grão (40).

A eficácia destas restrições ao crescimento de grão depende da temperatura. Em temperaturas suficientemente elevadas, tais restrições são vencidas com a ocorrência de um crescimento anormal dos grãos, a recristalização secundária (41).

O crescimento de grão da liga ferro 47,5% níquel não foi abordado sistematicamente na literatura. De acordo com Adler e Pfeiffer (35), o tamanho de grão, considerado como a distância média entre interfaces, sejam contornos ou maclas, cresce com o aumento da temperatura de recozimento. A partir de uma figura daquele artigo (35), apresentada aqui na figura 19, pode-se notar que o tamanho de grão cresce de 33  $\mu\text{m}$  a 900°C, até 100  $\mu\text{m}$  a 1200°C. A recristalização secun-

dária, por outro lado, pode ocorrer em temperaturas a partir de  $1050^{\circ}\text{C}$  (30, 42), dependendo de parâmetros que serão discutidos a seguir.

#### 4.3.2. Efeito do recozimento na textura

A distribuição das orientações cristalinas da liga ferro 47,5% níquel pode assumir diferentes configurações, dependendo do processamento do material (30):

1. Materiais sem textura acentuada.
2. Materiais de textura cúbica, com o plano (100) paralelo a superfície da chapa e a direção 001 paralela a direção de laminação.
3. Materiais com textura (210) 001, obtidos por recristalização secundária.
4. Materiais com outras texturas, obtidas em recristalização secundária.

Tais estruturas cristalinas são geradas no recozimento final, mas Pfeifer e Radeloff (30) mostram que são três os principais fatores associados ao processo de fabricação, que determinam a textura das ligas ferro 47,5% níquel: a temperatura do recozimento final, o grau de redução e a temperatura do recozimento intermediário.

A deformação plástica introduzida pela laminação à frio dá origem a uma textura de deformação, que é função da taxa de redução (43). O tamanho de grão e a textura pré-existent no material, podem reforçar a textura após recozimento (30). Tal tamanho de grão e textura dependem da temperatura do recozimento intermediário, realizado antes da etapa final de laminação à frio. Pfeifer e Radeloff sinte-



tizam os efeitos destas variáveis na microestrutura das ligas ferro 47,5% níquel através da figura 18.

Pode ser notado nesta figura que materiais isotrópicos são obtidos com graus de redução abaixo de 90%, independentemente da temperatura de recozimento intermediário ou final. Quando o grau de redução excede 90%, o recozimento final em temperaturas entre 900° e 1050°C pode dar origem a uma textura cúbica se a temperatura de recozimento intermediário for baixa.

Quanto maior o grau de redução, mais acentuada é a textura cúbica formada, mesmo quando a temperatura de recozimento é elevada. Como esta textura restringe o crescimento de grão, mantém-se o tamanho de grão da recristalização primária, da ordem de 10  $\mu\text{m}$ .

Quando a temperatura do recozimento final é elevada para 1100 a 1200°C as condições que davam origem a textura cúbica e restringiam o crescimento de grão passam a promover a recristalização secundária. Dependendo da temperatura de recozimento intermediário e da taxa de redução, esta recristalização secundária apresenta textura (210)  $\langle 001 \rangle$  ou as texturas chamadas normais, onde a mais frequente tem o plano (112) paralelo a superfície da chapa. Esta última textura não tem direções  $\langle 001 \rangle$  no plano (112).

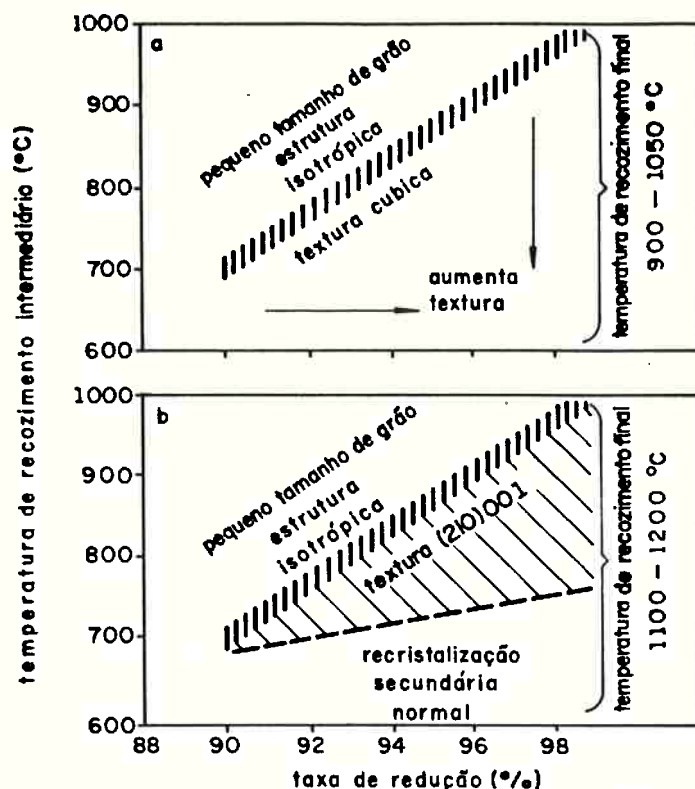


Figura 18: Efeito da taxa de redução, da temperatura de recozimento intermediário e da temperatura de recozimento final na textura da liga ferro 47,5% níquel (30).

#### 4.3.3. Efeito do recozimento nas inclusões

A quantidade e a distribuição dimensional das inclusões são afetadas pela temperatura, tempo, atmosfera e velocidade de resfriamento (35,44).

As inclusões, particularmente os sulfetos, podem ser dissolvidas na matriz com o aumento da temperatura (44). A distribuição dimensional pode ser alterada pelo coalescimento das inclusões, devido ao efeito do raio de curvatura das inclusões no potencial químico dos seus elementos formadores. Com o coalescimento, as inclusões maiores crescem

às custas da dissolução das menores, desde que a temperatura garanta as condições necessárias para a difusão das espécies químicas (45).

Adler (35) mostra que, na liga ferro 47,5% níquel, o número de inclusões com dimensão abaixo de  $0,5 \mu\text{m}$  diminui de  $5,5 \times 10^6$  inclusões por  $\text{cm}^2$  presentes em material recozido a  $950^\circ\text{C}$ , para  $1,7 \times 10^6$  inclusões por  $\text{cm}^2$  em material recozido a  $1150^\circ\text{C}$ .

Tais dados referem-se a inclusões do tipo sulfeto de manganês e óxidos de silício. A estabilidade termodinâmica das inclusões, também afeta o coalescimento, pois - aquele artigo mostra que a mesma liga, desoxidada com cálcio e magnésio, não apresenta efeito da temperatura de recozimento no número de inclusões com dimensão abaixo de  $0,5 \mu\text{m}$ .

Os elementos químicos formadores de inclusões podem reagir com a atmosfera. Neste sentido, Colling e Aspden (36) mostram que o teor de enxofre de liga ferro 49 % níquel pode ser reduzido de 33 ppm para 17 ppm em recozimento a  $1100^\circ\text{C}$ , por 4 h, sob atmosfera de hidrogênio, chegando em 1,1 ppm a  $1200^\circ\text{C}$ . A  $900$  e  $1000^\circ\text{C}$ , entretanto, aqueles autores não constataram redução do teor de enxofre.

No resfriamento a solubilidade dos elementos formadores de inclusões é reduzida, promovendo a precipitação das inclusões. A velocidade de resfriamento afeta a distribuição dimensional das inclusões precipitadas. O aumento da velocidade de resfriamento restringe o tempo disponível para difusão, forçando a precipitação de um maior número de inclusões, menos espaçadas (46). Não foram encontrados dados específicos do efeito da velocidade de resfriamento na distribuição de inclusões em ligas ferro-níquel.

#### 4.3.4. Efeito do recozimento no teor de carbono

A liga ferro 47,5% níquel contém teores residuais de carbono oriundos da sua elaboração. Durante o recozimento sob atmosfera de hidrogênio o teor de carbono pode ser reduzido por reação com a atmosfera (44).

Colling e Aspden (36) mostram que lâminas da liga ferro 49% níquel com teor inicial de carbono de 380 ppm - apresentam teor final de 40 ppm, após o recozimento. Tal teor final foi independente da temperatura de recozimento, de 900 a 1200°C. A diferença de comportamento do carbono em relação ao enxofre pode ser creditada a diferença de difusividade destes dois elementos na matriz (44).

#### 4.4. EFEITO DE CARACTERÍSTICAS METALÚRGICAS NAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

##### 4.4.1. Efeito do tamanho de grão

Como foi discutido no capítulo 3, pode ser estabelecida uma relação entre o campo crítico para a movimentação irreversível de domínios e o campo coercitivo. Mager(29) apresenta uma relação teórica entre o tamanho de grão e o campo crítico, adaptada por Pfeifer e Radloff a partir da equação 18 anteriormente citada:

$$H_c = \frac{3 \gamma}{M_s} \left( \frac{1}{d} \right) \quad (\text{A/m}) \quad (18b)$$

onde  $\gamma$  é a energia de parede de domínio (J/m<sup>2</sup>.)

$M_s$  é a magnetização de saturação (T)

$d$  é o tamanho de grão (m)

Pfeifer e Radloff(30) calculam o valor de  $H_c$  para a liga ferro 47,5% níquel, obtendo a relação:

$$H_c \approx 290 \left(\frac{1}{d}\right) \quad \text{em A/m} \quad (20)$$

$d$  = tamanho de grão em  $\mu\text{m}$

Os mesmos autores realizaram uma avaliação experimental do efeito do tamanho de grão no campo coercitivo, isolando o efeito de inclusões através da utilização de matérias primas de alta pureza na confecção da liga por sinterização.

A figura 19 mostra a correlação experimental obtida por aqueles autores. A figura mostra também que a correlação é válida para materiais com diferentes texturas, sendo que o efeito do tamanho de grão se confirma mesmo quando obtido em diferentes temperaturas de recozimento.

Na avaliação do tamanho de grão os autores consideraram as maclas como contornos de grão, considerando que as diferenças de orientação cristalográfica e magnética em maclas e contornos de grão são comparáveis, em seus efeitos sobre as propriedades magnéticas.

A reta experimental pode ser descrita pela equação (35):

$$H_c = 0,8 + 290 \left(\frac{1}{d}\right) \quad \text{em A/m} \quad (21)$$

Nestas condições, o efeito do tamanho do grão, obtido experimentalmente, tem relação satisfatória com a previsão teórica anteriormente calculada, considerando as imprecisões da estimativa da energia da parede de domínio (35).

Não foi encontrado na literatura qualquer investigação do efeito do tamanho de grão na permeabilidade máxima.

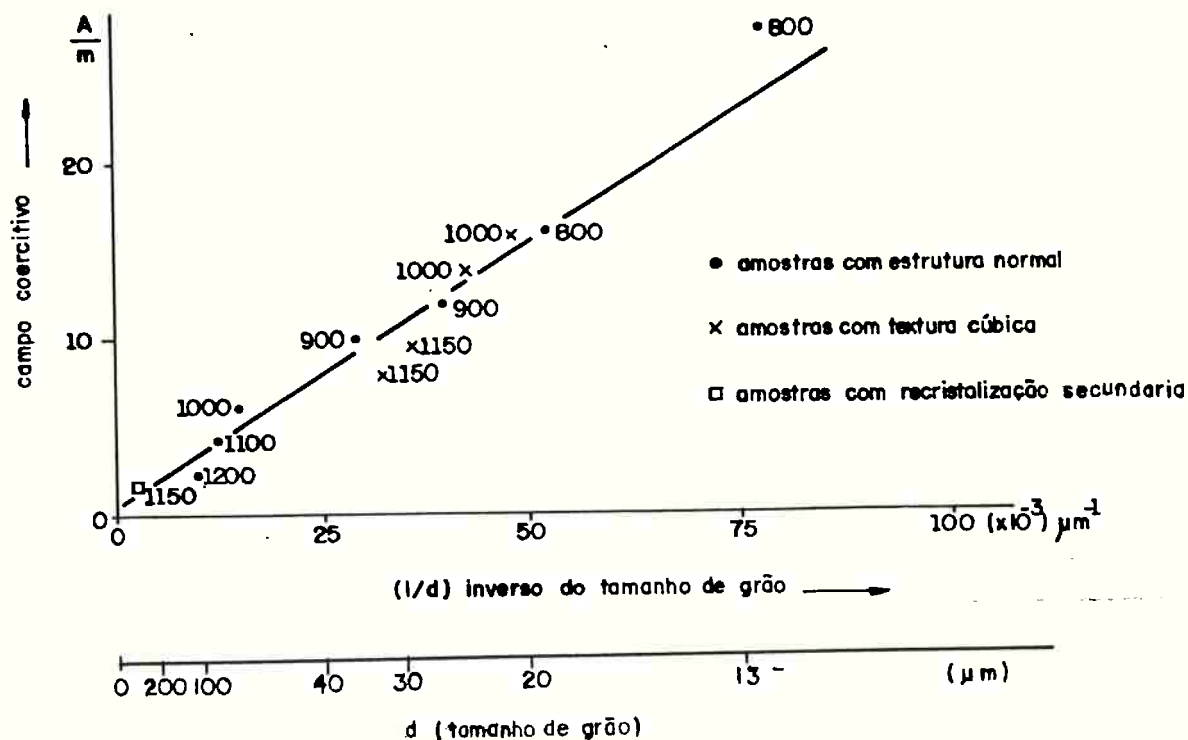


Figura 19: Campo coercitivo em função do inverso do tamanho de grão. Associados a cada ponto estão as temperaturas do recozimento final. Campo coercitivo determinado em corrente contínua (35).

#### 4.4.2. Efeito da textura nas propriedades magnéticas

A figura 19 mostrou que o campo coercitivo é determinado pelo tamanho de grão, independentemente da textura do material (35). Não foi encontrada na literatura qualquer referência ao efeito da textura na permeabilidade máxima da liga ferro 47,5% níquel.

Couderchon e Tiers (15), mostram que a permeabilidade máxima de liga ferro 55% níquel depende da temperatura de recozimento final e pode ser associada à redução da textura

(100) 001 do material com o aumento da temperatura de recozimento, conforme mostra a figura 20.

Existem referências quanto ao efeito da recristalização secundária e da textura na permeabilidade inicial de ligas ferro 49% níquel (36,42), mostrando que a textura cúbica prejudica a permeabilidade inicial.

A permeabilidade inicial, entretanto, está associada à movimentação reversível de paredes de domínio, enquanto a permeabilidade máxima é obtida pela movimentação irreversível, conforme discutido no capítulo 3.

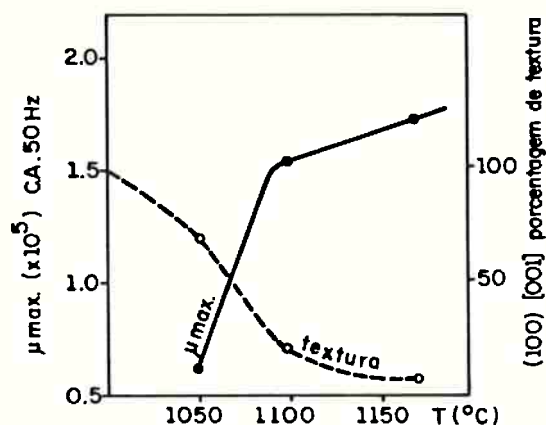


Figura 20: Efeito da temperatura de recozimento na permeabilidade máxima medida a 50 Hz e na porcentagem de textura (100) 001 de liga ferro 55% níquel (15).

#### 4.4.3. Efeito de inclusões nas propriedades magnéticas

O recozimento pode alterar a quantidade e a distribuição de tamanho de inclusões, principalmente dos sulfetos (35), devido à variação do limite de solubilidade do enxofre - em função da temperatura (47). Além da já citada remoção de

enxofre e possivelmente de oxigênio (48), podem ocorrer coalescimento durante a manutenção em alta temperatura e reprecipitação no resfriamento.

O efeito de fases não magnéticas, como restrição a movimentação de paredes de domínio, foi discutido teoricamente por diversos autores, e o modelo de Kersten ampliado por Néel é abordado em vários manuais de ferromagnetismo (11, 13) na perspectiva do efeito de inclusões sobre o campo coercitivo e a permeabilidade inicial.

Tal modelo considera que uma fase não magnética no interior de um domínio introduz polos magnéticos, onde o campo magnético  $H$  em seu interior tem sentido oposto ao da magnetização do domínio (20), aumentando a energia do sistema. A parede do domínio, por sua vez, também tem energia associada, devido a direção de magnetização em seu interior estar fora da direção de magnetização fácil. Quando um campo externo  $H$  é aplicado, os domínios orientados na direção do campo externo tendem a crescer através da movimentação das paredes de domínio. As interações entre o campo externo, as paredes de domínio e os defeitos não magnéticos determinam o comportamento do material.

Uma revisão recente (49) sintetiza, na figura 21, os mecanismos pelos quais inclusões reduzem a energia do sistema ao imobilizar paredes de domínio, contribuindo para a diminuição da permeabilidade inicial:

1. Inclusões com diâmetro menor que a espessura de parede de domínio, diminuem o volume da parede, e portanto sua energia total (Fig.21a).



2. Inclusões com diâmetro da ordem da espessura da parede reduzem a energia magnetostática associada de inclusão, através de redistribuição dos polos magnéticos (Fig.21b).
3. Inclusões maiores que a espessura da parede - induzem a formação de domínios de fechamento para provocar a redistribuição de polos; para mover a parede original é necessário arrastar esses domínios, aumentando o volume total de paredes (Fig.21c).

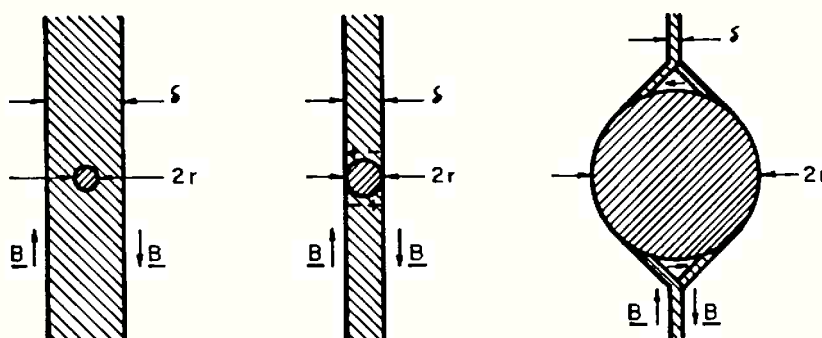


Figura 21: Interação entre a espessura da parede de domínio,  $\delta$ , e inclusões de vários diâmetros  $2r$  (49).

O efeito de cada um destes modelos depende da espessura da parede do domínio, da distribuição de tamanhos de inclusões e da distância média entre elas. Cutler e Angus(49)

descrevem um modelo em que inclusões com diâmetro menor que a espessura da parede tem efeito pouco importante, e obtém a figura 22 que mostra o efeito calculado do tamanho da inclusão na permeabilidade inicial. Segundo esta estimativa, para uma fração volumétrica total constante, o aumento do tamanho de inclusão conduz a um aumento da permeabilidade inicial.

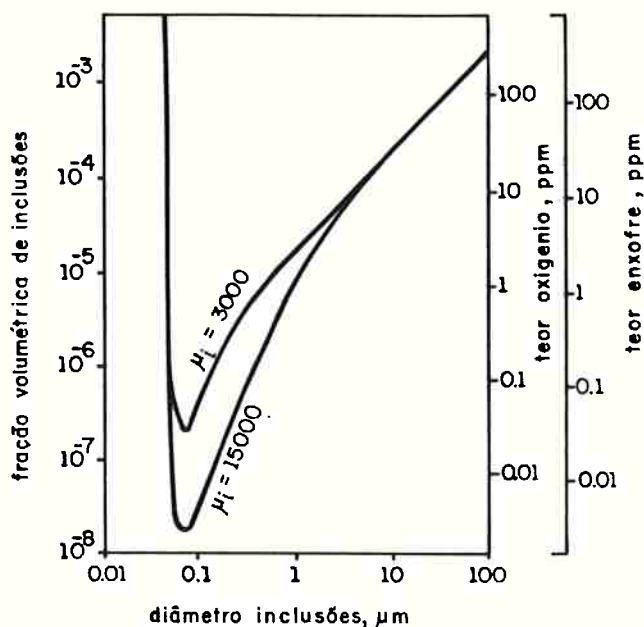


Figura 22: Fração volumétrica de inclusões responsável por fixação da parede de domínio, resultando em permeabilidade inicial de 3000 e 15000, em função do diâmetro das inclusões. Mostra-se também os teores de enxofre e oxigênio, equivalentes aquela fração volumétrica (49).

Por outro lado, Adler e Pfeiffer (35) investigaram experimentalmente o efeito dos teores de enxofre e oxigênio, que correspondem ao volume total de inclusões, e concluíram inexistir uma clara relação entre esses teores e o campo

coercitivo. Esses autores consideraram também que inclusões com tamanho médio próximo da espessura da parede devem ter efeito significativo no campo coercitivo, como será analisado a seguir.

Para calcular a espessura da parede utilizaram a relação entre a espessura da parede  $d$ , a constante de energia de troca  $A$  e a constante de anisotropia magnetocristalina  $K$ , - cujo valor experimental é de  $10^3$  J/m<sup>3</sup> nas ligas ferro 47,5% níquel. A constante de energia de troca foi considerada proporcional à  $KT_c/a$ , onde  $K$  é constante de Boltzmann, a temperatura Curie  $T_c = 770^\circ\text{K}$  e o parâmetro de reticulado  $a = 3,5 \times 10^{-10}$  m, para esta liga:

$$d \sim \sqrt{\frac{A}{K}} = \sqrt{\frac{KT_c}{aK_1}} \sim 0,2 \mu\text{m} \quad (22)$$

Aqueles autores investigaram a distribuição do tamanho de inclusões em faixas dimensionais, abaixo de  $0,5 \mu\text{m}$ , por microscopia eletrônica de transmissão, e concluíram haver uma correlação linear entre o número total de inclusões entre  $0,02$  e  $0,5 \mu\text{m}$  e o valor do campo coercitivo como mostra a figura 23.

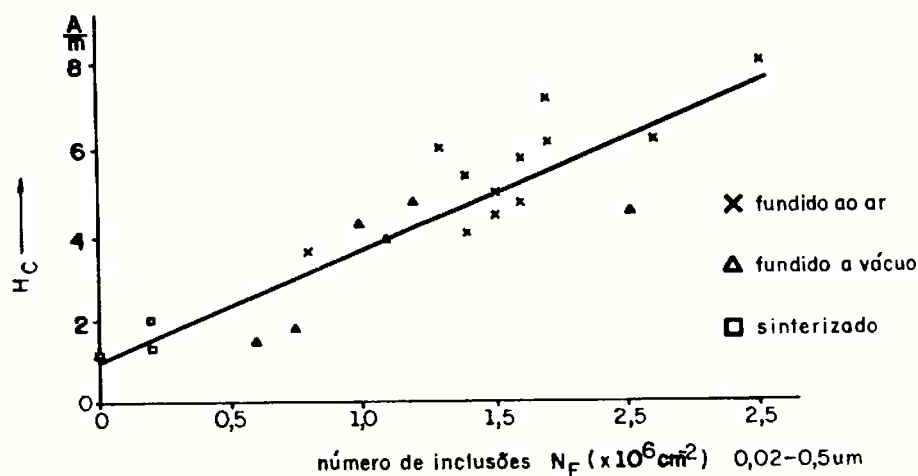


Figura 23: Campo coercitivo de liga ferro 47,5% níquel em função no número de inclusões ( $d=0,02$  a  $0,5 \mu\text{m}$ ), para diferentes processos de fabricação. (35).

Este efeito das inclusões no campo coercitivo foi determinado em materiais recozidos a 1200°C, com grande tamanho de grão, de maneira que seu efeito pudesse ser minimizado. Assim, a expressão geral para o campo coercitivo obtida por Adler e Pfeiffer é dada por:

$$H_c = 0,8 + 290 \left(\frac{1}{d}\right) + 2,8 \times 10^{-6} N \quad (23)$$

onde  $H_c$  é dado em A/m

$d$  é o tamanho de grão em  $\mu\text{m}$

$N$  é o número de inclusões/cm<sup>2</sup> com diâmetro abaixo de 0,5 $\mu\text{m}$ .

O fato de que estes autores não encontraram correlação entre o campo coercitivo e o número de inclusões com diâmetro superior a 1  $\mu\text{m}$  é utilizado como explicação para a ausência de correlação entre o teor de enxofre e o oxigênio e o campo coercitivo, pois o volume total das inclusões maiores que 1 $\mu\text{m}$  contém a maior parte do enxofre e do oxigênio da liga.

Suas conclusões podem ser assim resumidas:

1. O campo coercitivo não depende diretamente dos teores de enxofre e oxigênio da liga.
2. O campo coercitivo não depende do número de inclusões com diâmetro acima de 1 $\mu\text{m}$ .
3. O campo coercitivo depende linearmente do número de inclusões com diâmetro entre 0,5 e 0,02  $\mu\text{m}$ .

Não foi encontrada na literatura uma investigação do efeito das inclusões na permeabilidade máxima. Como foi dito anteriormente, não se pode extrapolar as considerações feitas para a permeabilidade inicial, aplicando-as para a permeabilidade máxima.

4.4.4. Efeito do teor de carbono nas propriedades magnéticas

A única informação disponível mostra que a redução do teor de carbono favorece o aumento da permeabilidade - inicial das ligas ferro 47,5% níquel (48). De forma geral - considera-se que elementos em solução sólida, capazes de provocar deformações do reticulado cristalino, sejam prejudiciais à movimentação das paredes de domínio (50).

## 5. OBJETIVOS DO TRABALHO EXPERIMENTAL

Mostrou-se no capítulo 4 que as ligas ferro 47,5% níquel, tem suas propriedades magnéticas otimizadas por um recozimento final em atmosfera de hidrogênio. Mostrou-se também que estas propriedades podem ser afetadas pela anisotropia magnetocristalina, tamanho de grão, textura, distribuição dimensional de inclusões e teor de carbono, propriedades estas que são, por sua vez, afetadas pelo recozimento.

Um dos objetivos deste trabalho é investigar o efeito da temperatura de recozimento no campo coercitivo e na permeabilidade máxima de ligas ferro 47,5% níquel com diferentes teores de enxofre, visando estabelecer as condições necessárias para o atendimento dos níveis de propriedades magnéticas fixados pela norma ASTM A 753-85 (3).

O segundo objetivo é avaliar, a partir dos resultados experimentais aqui obtidos, a reprodutibilidade da relação entre tamanho de grão e campo coercitivo apresentada na literatura (35).

O terceiro objetivo é investigar a possibilidade de existência de relação entre tamanho de grão e permeabilidade máxima, a partir da hipótese, apresentada no capítulo 3, de que tanto o campo coercitivo quanto a permeabilidade máxima são determinados pelo mesmo fenômeno, a movimentação irreversível das paredes de domínio.

CAPÍTULO 6

PROGRAMA EXPERIMENTAL

## 6.1. INTRODUÇÃO

O programa experimental foi integralmente conduzido nas instalações da Divisão de Metalurgia do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S.A., parte dele durante a vigência de um projeto financiado pelo Fundo de Incentivo à Pesquisa Técnico-Científica - FIPEC, do Banco do Brasil, cujo objetivo foi o "Desenvolvimento do processo de fabricação de ligas níquel ferro de alta permeabilidade magnética".

## 6.2. ELABORAÇÃO DAS LIGAS

### 6.2.1. Introdução

Dentre as 70 corridas de liga ferro níquel elaboradas no período entre 1983 e 1986 foram selecionados, para este trabalho, cinco corridas de processamento semelhante que resultaram em composições químicas finais semelhantes, a menos do teor de enxofre.

### 6.2.2. Procedimentos

As corridas foram elaboradas em forno a indução sob vácuo, marca GCA, cadinho com capacidade para 100 kg, utilizando como fonte de ferro corridas de aço extradoce, também elaborados sob vácuo, níquel e manganês eletrolíticos e silício metálico, com processo de elaboração descrito no relatório final do Projeto acima citado (51).

## 6.3. CONFORMAÇÃO MECÂNICA

### 6.3.1. Introdução

A liga ferro 47,5% níquel é normalmente utilizada na forma de chapas com espessura abaixo de 1 mm, e portanto



laminadas a frio. A laminação à frio afeta a textura cristalográfica do material recozido e neste trabalho procurou-se evitar a geração de textura por dois motivos: existem aplicações onde a anisotropia deve ser evitada, e o corpo de prova utilizado nos ensaios magnéticos, em forma de anel, é adequado para materiais isotrópicos.

### 6.3.2. Procedimentos

Os cinco lingotes de seção quadrada aproximada - mente 100 x 100 mm foram condicionados por esmerilhamento para remoção de defeitos superficiais, aquecidos em forno mufla a 1100°C por 6 h e forjados em martelo pneumático até a dimensão de 30 x 65 mm de seção transversal.

As barras assim obtidas foram reaquecidas no mesmo forno e laminadas a quente até dimensões de 6 x 65 mm, em laminador duo STANAT com temperatura final da ordem de 900°C.

As placas laminadas a quente foram novamente condicionadas para eliminação de defeitos e laminadas a temperatura ambiente até a espessura final de 1 mm no mesmo laminador, com cilindros de 127 mm de diâmetro e rotação de 23 rpm.

O grau de redução à frio ( $\epsilon$ ) foi calculado segundo a expressão abaixo e corresponde a 85% de redução, fora dos limites onde a literatura prevê como condição suficiente para ocorrência de recristalização secundária no recozimento final (30). Tal procedimento foi adotado visando evitar a geração de textura cristalográfica por deformação à frio, que poderia tornar mais complexa a interpretação dos resultados.

O valor do grau de redução foi obtido com a expressão:

$$e = \frac{e_i - e_f}{e_i} = \frac{6 - 1}{6} = 0,833 \quad (24)$$

onde  $e_i$  é a espessura inicial (mm)

$e_f$  é a espessura final (mm)

#### 6.4. CICLOS DE RECOZIMENTO

##### 6.4.1. Introdução

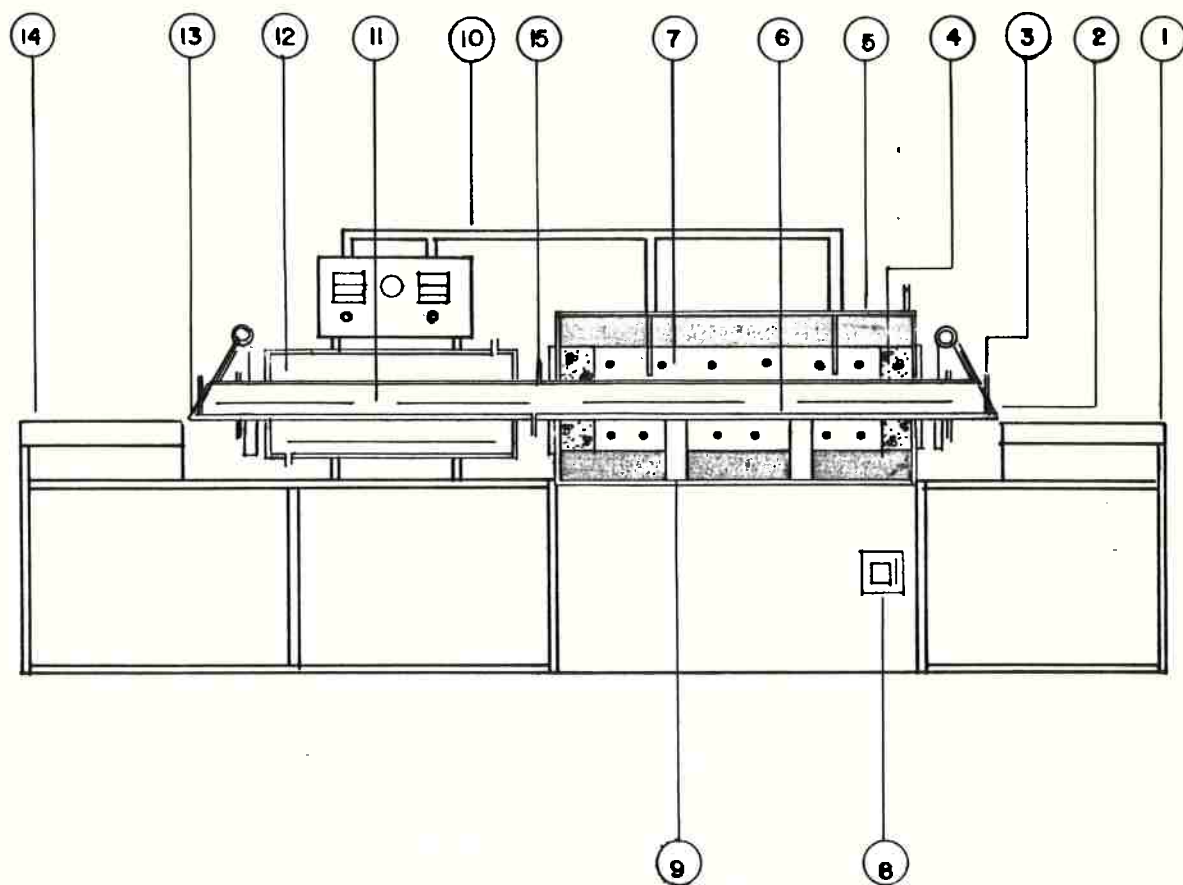
Oito ciclos de recozimento foram realizados variando a temperatura e o tempo de tratamento térmico. Utilizou-se sempre hidrogênio comercialmente puro como atmosfera de recozimento, uma vez que argônio e nitrogênio resultaram em oxidação da superfície dos corpos de prova, em ensaios preliminares.

Foram investigadas temperaturas entre 950 e 1150°C, tempos de 1 hora e 4 horas e velocidade de resfriamento de 150°C/hora. Foram realizados três ciclos idênticos, a 1050°C por 4 horas, visando avaliar a reprodutibilidade dos resultados.

##### 6.4.2. Procedimentos

Os ciclos térmicos foram realizados em forno de esteira marca Lucifer, modelo CPM, cujas dimensões e arranjo estão apresentados na figura 24. Para utilização de atmosfera de hidrogênio deve-se pré-aquecer o forno até 700°C com fluxo de nitrogênio, por medida de segurança. O equipamento dispõe de dispositivo que automaticamente substitui o fluxo de hidrogênio por nitrogênio em caso de perda de pressão ou queda de energia elétrica.

Os corpos de prova foram introduzidos sempre a 800°C, já sob atmosfera de hidrogênio para evitar a sua oxidação pelo nitrogênio comercial utilizado, que apresenta teores



- |                      |  |                          |
|----------------------|--|--------------------------|
| ① bandeja de entrada | ⑥ câmara de aquecimento                              | ⑪ câmara de resfriamento |
| ② porta de entrada   | ⑦ termopar   | ⑫ camisa d'água          |
| ③ chama piloto       | ⑧ chave geral  | ⑬ porta de saída         |
| ④ refratário         | ⑨ tijolo $\text{Al}_2\text{O}_3$ (suporte da câmara) | ⑭ bandeja de saída       |
| ⑤ elemento global    | ⑩ condúite para fio de compensação                   | ⑮ entrada de gás         |

Figura 24: Aspecto do forno de hidrogênio utilizado nos re-cozimentos.

de oxigênio e umidade indesejáveis. A esteira conduz os corpos de prova até a zona quente em aproximadamente 5 minutos, e o forno atinge  $1000^{\circ}\text{C}$  em 3 horas,  $1150^{\circ}\text{C}$  em 5 horas, aproximadamente. O tempo de recozimento em cada temperatura foi controlado a partir do momento em que um termopar de controle, colocado junto aos corpos de prova, acusava atingir a temperatura objetivada.

Cumprido o tempo determinado, a temperatura do forno foi reduzida visando uma taxa de resfriamento de  $150^{\circ}\text{C}/\text{h}$ , com redução da temperatura do controlador de potência em patamares de  $75^{\circ}\text{C}$  cada meia hora. A figura 25 mostra, para um ciclo de recozimento a  $1150^{\circ}\text{C}$ , a evolução da temperatura da câmara, medida pelo termopar de controle. Note-se que a taxa de resfriamento real varia entre  $70$  e  $110^{\circ}\text{C}/\text{h}$ , e depois de 2,5 horas a potência do forno é desligada, quando a taxa de resfriamento é inferior a  $100^{\circ}\text{C}/\text{h}$ . Dezesesseis horas após o início do resfriamento, quando o forno atinge  $350^{\circ}\text{C}$  aproximadamente, o fluxo de hidrogênio é substituído por nitrogênio, a esteira acionada para levar os corpos de prova até a zona fria e uma hora depois retiradas as amostras.

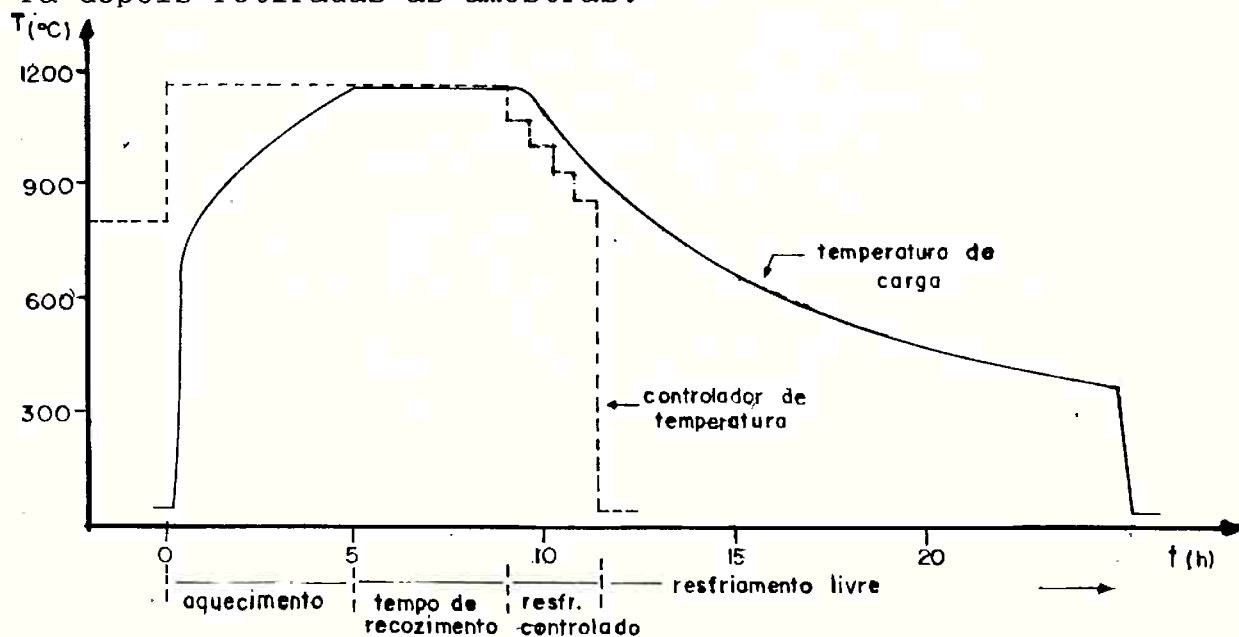


Figura 25: Evolução da temperatura no ciclo de recozimento C8, correspondente a tratamento a  $1150^{\circ}\text{C}$  por 4 horas.

A literatura sugere que o hidrogênio utilizado tenha baixos teores de oxigênio e umidade, com ponto de orvalho da ordem de  $-50^{\circ}\text{C}$  (36). Os gases de tal pureza, disponíveis no mercado nacional, tem alto custo, impeditivo para ciclos de alto consumo de gás como os aqui utilizados ( $21,6\text{m}^3/\text{ciclo}$ ) e por isso optou-se pela utilização de hidrogênio de pureza comercial. Mesmo introduzindo dessecadores como silicagel e perclorato de manganês na linha de gases, o ponto de orvalho na entrada da câmara resultou em  $35^{\circ}\text{C}$  controlado por medidor marca Industronics, modelo TMA 880, baseado no método do embaçamento de espelho (52).

A tabela 3 apresenta as informações relativas às temperaturas e tempos de recozimento utilizados em cada um dos ciclos, assim como a identificação dos ciclos para uso posterior, na apresentação de resultados e discussão.

Tabela 3 - Características dos ciclos de recozimento realizados.

Identificação	Temperatura ( $^{\circ}\text{C}$ )	Tempo (h)
C1	950	4
C2	1050	1
C3	1050	4
C4	1050	4
C5	1050	4
C6	1100	4
C7	1150	1
C8	1150	4

## 6.5. CARACTERIZAÇÃO METALÚRGICA DOS MATERIAIS RECOZIDOS

### 6.5.1. Introdução

Foram investigados o tamanho de grão e os teores de carbono e enxofre. O tamanho de grão é uma das variáveis de maior influência nas propriedades magnéticas da liga ferro 47,5% níquel, conforme discutido no item 4.3. A literatura indica que o recozimento afeta o teor de carbono final da liga, podendo alterar com isso suas propriedades magnéticas. As inclusões de sulfetos também tem influência nas propriedades, e a literatura prevê que o teor de enxofre é alterado pelo recozimento. A investigação do efeito de inclusões submicroscópicas foi prejudicada por motivos discutidos à seguir.

Investigou-se em algumas amostras a distribuição de inclusões observáveis por microscopia ótica, visando avaliar seu efeito no tamanho de grão final.

### 6.5.2. Teor de carbono e enxofre

Os teores de carbono e enxofre foram analisados em segmentos dos discos-corpos de prova que acompanharam cada ciclo de recozimento. Em virtude dos baixos teores a serem determinados, próximos aos limites de detecção dos instrumentos LECO WR12 (Carbono) e LECO IR32 (Enxofre), todas as análises foram realizadas em um só dia, com uma única calibração do instrumento e avaliações de reprodutibilidade no curso do período de análise.

### 6.5.3. Tamanho de grão

Foram preparados corpos de prova metalográficos da seção transversal dos discos, com 1mm de espessura e apro-

ximadamente 12mm de comprimento. A microestrutura foi revelada por meio de ataque metalográfico com reagente contendo 20 ml de HCl, 0,4 g de  $\text{CuCl}_2$ , 1,4 g de  $\text{FeCl}_3$ , 1 ml de  $\text{HNO}_3$ , 40ml de metanol e 20 ml de água destilada.

A avaliação do tamanho de grão foi realizada pelo método de intersecção de uma escala linear de comprimento L aplicado sobre fotomicrografias. O método da superposição de círculos é aqui prejudicado, pois nas amostras com maior tamanho de grão cada grão chega a ocupar a metade da espessura da chapa. O tamanho de grão é portanto determinado pela contagem de intersecções em segmento linear, utilizando-se a fórmula:

$$\bar{L} = \frac{L}{MN}$$

onde  $\bar{L}$  = diâmetro médio dos grãos

L = comprimento da escala

M = aumento da foto

N = número de intersecções.

Para minimizar os erros, os aumentos e o comprimento da escala foram selecionados de maneira que o número de intersecções foi sempre maior que 6. O número total de intersecções em cada amostra foi sempre maior que 50.

Conforme sugestão da literatura (35), as maclas foram consideradas como intersecções para efeito destas determinações.

#### 6.5.4. Contagem de inclusões

Segundo discutido no item 4.3.3, as inclusões que afetam o campo coercitivo são aquelas de dimensões entre 0,02 e 0,5  $\mu\text{m}$  (35). Tais inclusões não são observáveis por microscopia ótica, e mesmo por microscopia eletrônica de var-

redura inclusões abaixo de  $0,3 \mu\text{m}$  são dificilmente distinguíveis de defeitos de polimento. A literatura cita a utilização de microscopia de transmissão (35), não disponível no IPT e no Dept<sup>o</sup> de Metalurgia da Escola Politécnica. Tentativas de observação em microscópios de outras instituições revelaram-se infrutíferas até o momento, mas devem ser continuadas.

Trabalho anterior (53) mostrou não haver evidências de correlação entre permeabilidade máxima e número de inclusões maiores que  $1 \mu\text{m}$ , observáveis por microscopia ótica. Ainda assim foram realizadas contagens de inclusões em algumas amostras, visando avaliar seu efeito no tamanho de grão. Este método implica na contagem do número de inclusões observáveis com 400 aumentos em um campo visual de  $380 \mu\text{m}$  de diâmetro, obtendo-se um valor médio para 40 campos observados.

## 6.6. PREPARAÇÃO DOS CORPOS DE PROVA PARA ENSAIO MAGNÉTICO

### 6.6.1. Introdução

A determinação das propriedades magnéticas em materiais de alta permeabilidade é muito sensível à presença de campos desmagnetizantes, originados sempre que ocorre uma interrupção do fluxo magnético no material. O corpo de prova ideal para a continuidade do fluxo tem a forma de anel, onde o campo é aplicado circunferencialmente.

### 6.6.2. Procedimentos

A fig.26 mostra uma ferramenta de corte por estampagem, construída para obter corpos de prova na forma de anéis, adequados para o ensaio magnético a ser realizado. As dimensões dos anéis são  $50 \pm 0,1 \text{mm}$  de diâmetro externo,  $40 \pm 0,1 \text{mm}$  de diâmetro interno e espessura de  $1 \pm 0,03 \text{mm}$ . Tais dimensões correspondem a uma relação diâmetro interno/diâmetro externo da ordem de 0,8, inferior ao limite mínimo de 0,82 sugerido pela



especificação ASTM A-596-69 (54). O limite especificado objetiva garantir que o campo magnético  $H$  aplicado possa ser calculado a partir da geometria do sistema sem riscos de fuga de fluxo (54). Assim, o corpo de prova aqui utilizado não é normalizado, mas a pequena diferença em relação ao limite especificado e a alta permeabilidade magnética do material concorrem para garantir a validade comparativa dos ensaios realizados - (8). O disco central obtido na estampagem é também aproveitado como testemunho que acompanha os anéis nos ciclos térmicos para posterior avaliação de características metalúrgicas.

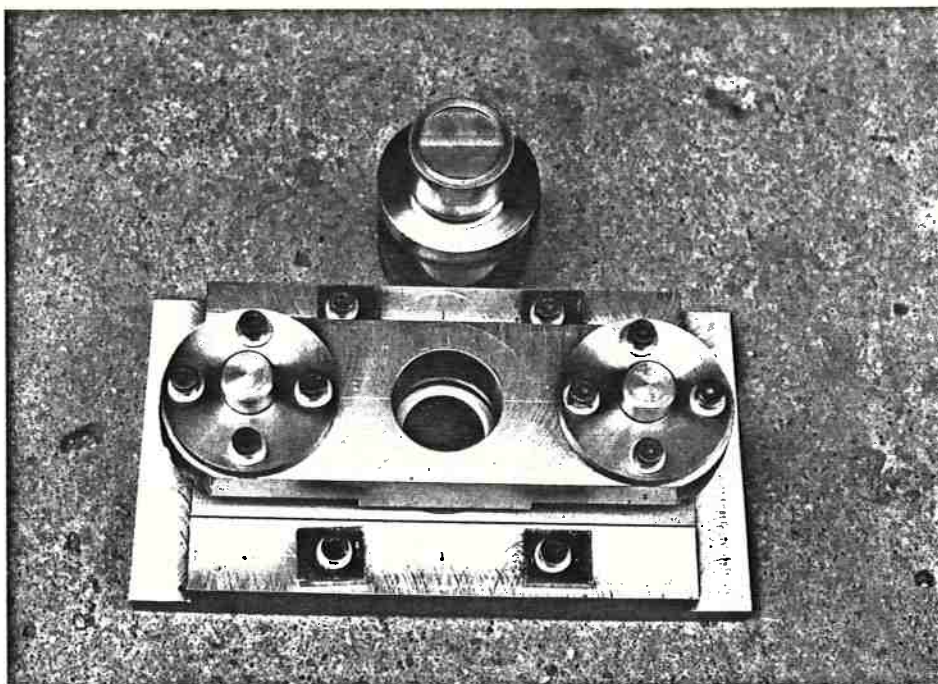


Figura 26: Aspecto da matriz de estampagem de anéis.

## 6.7. ENSAIOS MAGNÉTICOS EM CORRENTE ALTERNADA

### 6.7.1. Introdução

Os ensaios magnéticos foram realizados em Traçador de Curvas de Histerése (TCH), construído pelo Instituto de Física da USP, a partir de protótipo desenvolvido por Antonio Domingues dos Santos (55). Um segundo protótipo foi entregue ao IPT em agosto de 1986 e algumas modificações foram sugeridas visando aumentar a precisão de determinação de resultados. A estrutura atual do instrumento foi descrita em contribuição técnica apresentada no I Seminário de Materiais Magnéticos da ABM (56), e seu diagrama de blocos é apresentado na figura 27.

A especificação americana ASTM A 753-85 estabelece limites para algumas propriedades magnéticas a serem determinadas por métodos em corrente contínua, seja utilizando galvanômetro balístico(54), seja com integradores eletrônicos (57).

O TCH opera em corrente elétrica senoidal, com frequência de excitação controlável entre 0,01 e 1000 Hz. Os procedimentos adotados para determinação das propriedades magnéticas são descritos a seguir e a comparabilidade desses resultados com aqueles obtidos por métodos em corrente contínua é discutida no capítulo 8.

### 6.7.2. Levantamento da curva de magnetização

Os corpos de prova na forma de anéis receberam uma cobertura de um filme polimérico (Mylar) para garantir a isolação e proteção dos fios de cobre utilizados para o enrolamento das bobinas primária e secundária. O enrolamento secundário, cuja função é detetar a variação de fluxo durante a mag

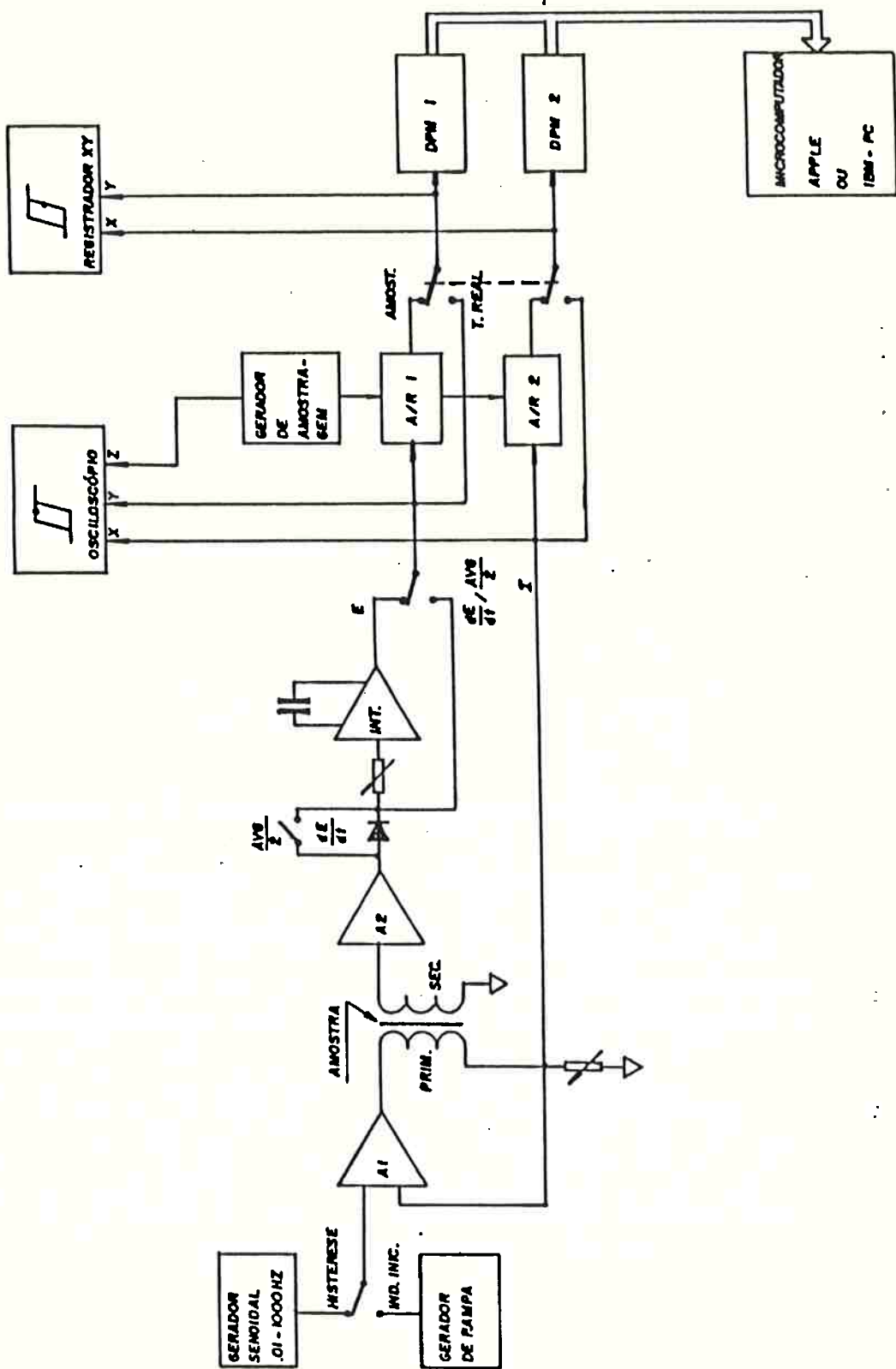


Figura 27: Diagrama de blocos do Traçador de curvas de histerése (TCH) (56).

netização, é aplicado diretamente sobre o anel isolado, mantendo uma baixa tensão mecânica de enrolamento para evitar introdução de tensões internas que mascarem as propriedades. O enrolamento primário, cuja função é aplicar o campo magnético  $H$  através de passagem de corrente elétrica por suas espirais, é enrolado sobre o secundário. O corpo de prova preparado é apresentado na figura 28.

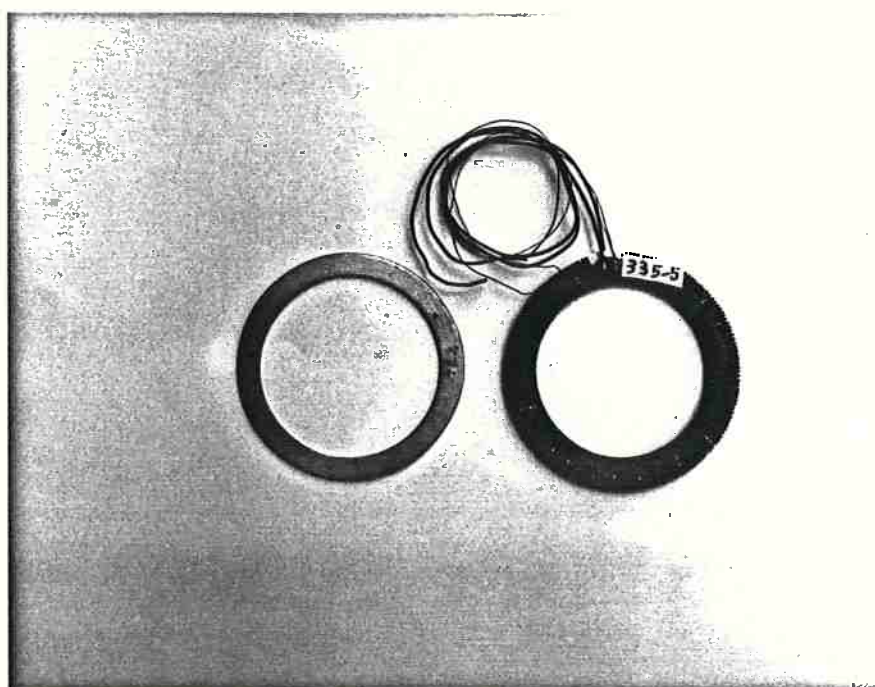


Figura 28: Aspecto do corpo de prova de ensaio magnético.

Em tal configuração o campo magnético  $H$  é dado - pela expressão:

$$H = \frac{n_1 \cdot I}{l} \quad (\text{A/m}) \quad (25)$$

onde  $n_1$  é o número de espiras do enrolamento primário.

$I$  é o valor da corrente elétrica no enrolamento (A).

$$l = \frac{(d_e + d_i)}{2} \pi, \text{ o perímetro médio do anel (m)}$$

onde  $d_e$  = diâmetro externo (m)

$d_i$  = diâmetro interno (m)

A indução magnética B, quando medida através de integrador eletrônico que integra no tempo a tensão induzida - no enrolamento secundário, e apresenta o resultado dessa integração como um valor da tensão elétrica V, é dada por:

$$B = \frac{(RC) \cdot V}{N_2 A} \quad (\text{Tesla}) \quad (26)$$

onde (RC) = constante de tempo do integrador(s)

V = tensão no integrador, (V)

$N_2$  = número de espiras do secundário

A = área da seção transversal, ( $m^2$ )

$A = e(d_e - d_i)/2$

e = espessura do anel (m)

O integrador é automaticamente zerado a cada ciclo no ponto correspondente a H máximo negativo, e assim o valor da tensão no integrador, referente ao ponto de H máximo positivo corresponde a duas vezes o valor de B. A expressão acima fica então alterada para

$$B = \frac{(RC) V}{2N_2 A} \quad (T) \quad (27)$$

Como a corrente elétrica aplicada é alternada o corpo de prova está constantemente submetido a ciclos de histerese. Considera-se que o ponto (B,H) correspondente ao máximo valor de H em cada ciclo, pertence à curva de magnetização do material, como mostra a figura 29. A reunião dos pontos correspondentes a valores de H crescentes constitui a curva de magnetização virgem, desde que o material tenha sido convenientemente desmagnetizado inicialmente, e que os pontos sejam obtidos apenas com valores crescentes de corrente.

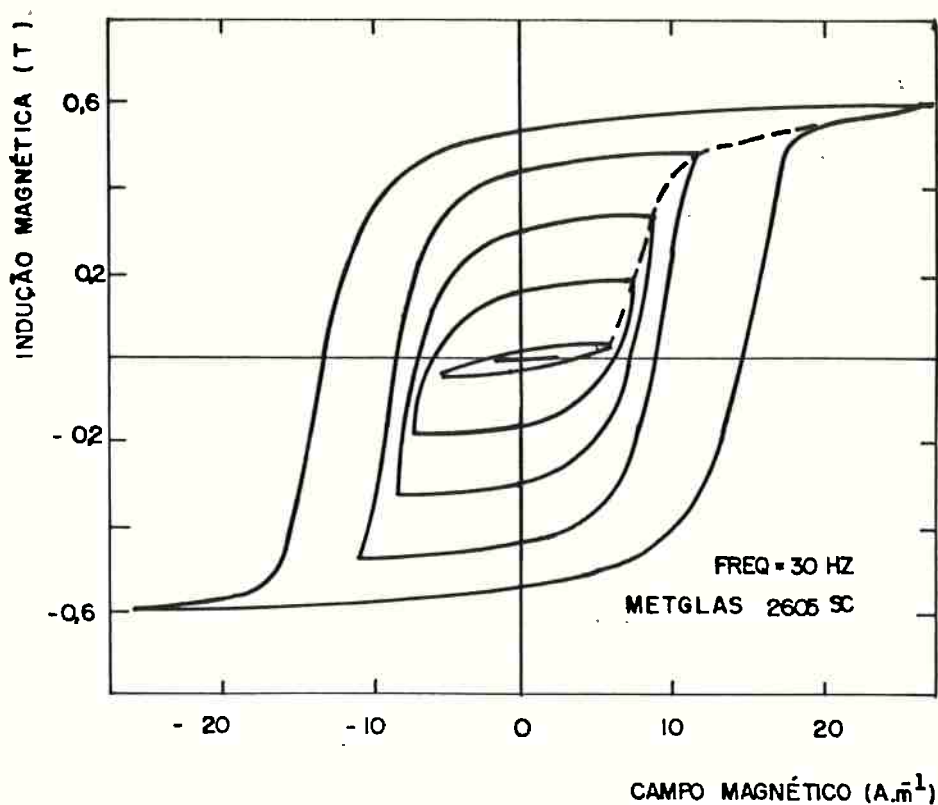


Figura 29: Obtenção da curva de magnetização: curvas de histerese para diversas amplitudes do campo magnético a aplicado. A linha tracejada, representa a curva de magnetização virgem (55).

O equipamento de medida dispõe de recursos de amostragem eletrônica que permitem a obtenção dos valores de corrente de excitação e tensão no integrador em qualquer ponto do ciclo de histerese, e esses dados são transmitidos a um microcomputador. Através de um programa computacional (58) é possível gerar um Relatório de curva de magnetização a partir das características geométricas do corpo de prova e dos pontos da curva de magnetização. Tais valores são característicos da frequência de excitação do ensaio, e sua correspondência aos valores de métodos de corrente contínua será discutida adiante. Um exemplo do relatório gerado é apresentado em apêndice. A partir dos valores obtidos, um programa gráfico permite construir a curva de magnetização, como exemplifica a figura 30.

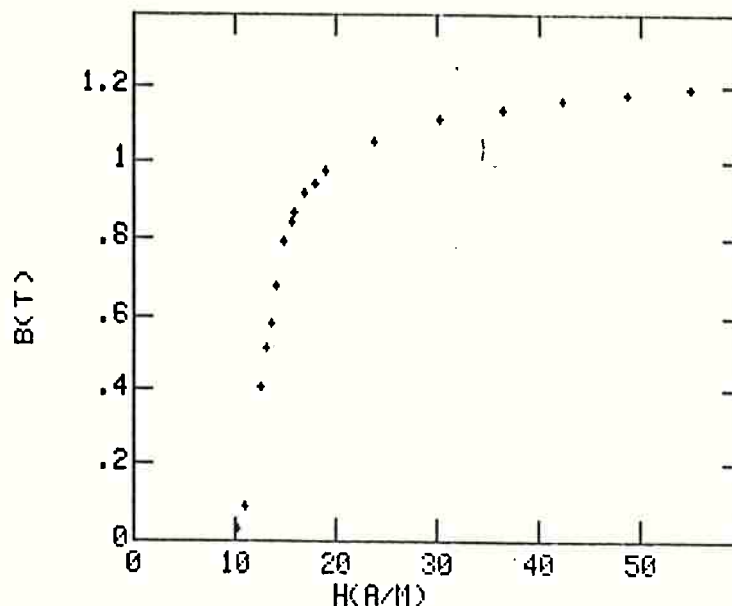


Figura 30: Exemplo de curva de magnetização.

### 6.7.3. Determinação do campo coercitivo

Em cada valor de corrente de excitação o corpo de prova está submetido a ciclos de histerése, e portanto - existe um valor de campo coercitivo correspondente. É necessário definir qual a condição de campo ou indução máxima em que os valores serão determinados. Uma condição comumente estabelecida é a partir da indução de saturação, ou seja, para um valor corrente de excitação que garanta a saturação magnética do corpo de prova, que corresponderá ao máximo valor de campo coercitivo, daquele corpo de prova, naquela frequência.

Outra condição frequentemente utilizada é a determinação a partir de uma indução máxima de 1.0 T, como estabelece a norma ASTM A-753-85 para as ligas ferro-níquel. Tal condição tem a vantagem, no caso do instrumento aqui utilizado, de permitir maior precisão na determinação do campo coercitivo.

Adotando este último critério, o procedimento - de obtenção daquela característica exige a determinação do valor de corrente de excitação que resulta em indução magnética

de 1,0 T. Tal procedimento deve ser cuidadoso pois o valor correto só pode ser obtido com incrementos de corrente, nunca com decréscimos.

Alcançada a corrente que resulta em indução magnética de 1,0 T, o valor do campo coercitivo corresponde ao ponto de indução magnética nula, ou seja, quando a tensão do integrador atinge a metade de seu valor máximo.

#### 6.7.4. Determinação da permeabilidade relativa

A permeabilidade relativa reflete a relação entre a indução magnética e o campo aplicado, no sistema SI, pela equação:

$$\mu = \frac{B}{\mu_0 H} = \frac{B}{4\pi \times 10^{-7} H} \quad (\text{adimensional}) \quad (28)$$

onde B é a indução magnética, em Tesla (T)

H é o campo magnético, em A/m

$\mu_0$  é a constante de permeabilidade no vácuo, em H/m

A figura 31 mostra a evolução da permeabilidade com o aumento da indução magnética, no caso correspondente à figura 30. A permeabilidade máxima é o máximo valor obtido - por esta relação numa curva de magnetização, e é utilizado - frequentemente como um índice de qualidade do material.

Adotou-se como critério de determinação de permeabilidade máxima tomar o maior valor dentre os pontos medidos em cada ensaio, cuidando de evitar incrementos de indução magnética superiores a 0,05 T entre dois pontos consecutivos, na região de permeabilidade máxima.



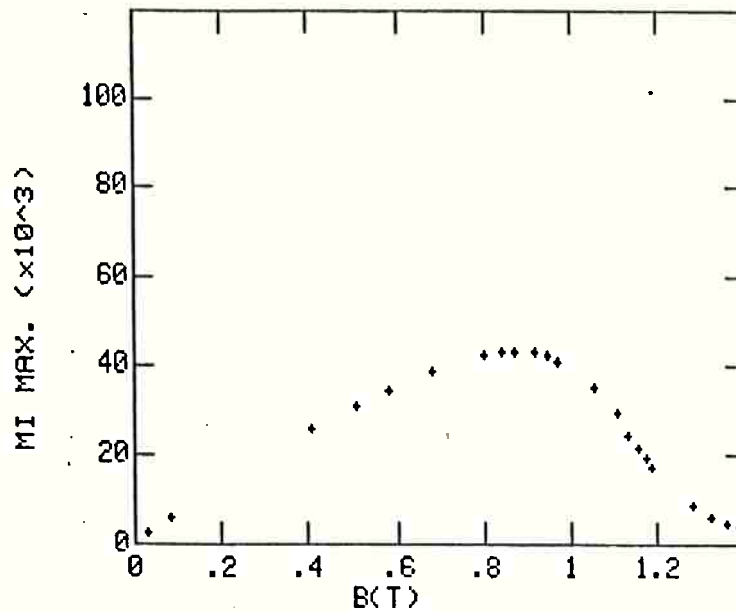


Figura 31: Variação da permeabilidade em função do valor da indução magnética B, relativo à curva de magnetização da figura 30.

#### 6.8. LEVANTAMENTO DA CURVA DE MAGNETIZAÇÃO EM CORRENTE CONTÍNUA

A norma ASTM A-596-69 (54) trata dos métodos de medida de propriedades magnéticas em corrente contínua, usando corpos de prova em forma de anel e métodos balísticos para determinação da indução magnética. A utilização deste método - foi descrita detalhadamente em trabalho anterior (59), apresentado aqui como apêndice.

CAPÍTULO 7

RESULTADOS

## 7.1. CARACTERIZAÇÃO METALÚRGICA

### 7.1.1. Composição química dos lingotes investigados

As corridas realizadas conforme procedimento descrito no item 6.2.2, visando a obtenção de teor de níquel de 47,5%, tem sua composição química apresentada na tabela 4.

Tabela 4: Composição química das cinco corridas utilizadas no programa experimental.

Identificação de corrida	% Ni	% Mn	% Si	% C	% S	% O
330	47,3	0,38	0,15	0,015	0,005	0,003
331	47,7	0,39	0,14	0,016	0,005	0,003
334	46,9	0,38	0,13	0,021	0,003	0,002
335	47,9	0,38	0,13	0,026	0,001	0,002
336	48,2	0,39	0,15	0,013	0,005	0,002

### 7.1.2. Teor de carbono no material recozido

Foi analisado o teor de carbono após recozimento em todos os corpos de prova recozidos da corrida 330, e em alguns corpos de prova recozidos das outras corridas, para efeito de averiguação. Os resultados obtidos são apresentados na tabela 5.

Tabela 5: Teor de carbono de corpos de prova recozidos nos diferentes ciclos de recozimento.

Identificação do ciclo	Temperatura (°C) e tempo (h)	Teor de carbono (em ppm) nas corridas				
		330	331	334	335	336
C1	950; 4	<30				
C2	1050; 1	<30	< 30	<30	< 30	<30
C3	1050; 4	<30				
C4	1050; 4	40				
C5	1050; 4	-				
C6	1100; 4	<30		<30	< 30	
C7	1150; 1	<30				
C8	1150; 4	<30				

NOTA: 30 ppm é o limite de detecção do instrumento.

### 7.1.3. Teor de enxofre nos corpos de prova recozidos

Foi analisado o teor de enxofre após recozimento em todos os corpos de prova da corrida 331, e em alguns corpos de prova recozidos de outras corridas, para efeito de averiguação. Os resultados são apresentados na tabela 6.

Tabela 6: Teor de enxofre de corpos de prova recozidos nos ciclos de recozimento da tabela 3.

Identificação do ciclo	Temperatura (°C) e tempo (h)	Teor de enxofre (em ppm) nas corridas				
		330	331	334	335	336
C1	950; 4		50			
C2	1050; 1		40			
C3	1050; 4	45	45	30	10	40
C4	1050; 4		50			
C5	1050; 4		-			
C6	1100; 4	45	45	30		
C7	1150; 1		45			
C8	1150; 4	40	25	30	10	40

NOTA: precisão da medida do teor de enxofre:  $\pm 10$  ppm.

#### 7.1.4. Tamanho de grão nos corpos de prova recozidos

Conforme foi descrito no item 6.5.3, denomina-se aqui tamanho de grão a distância média entre interfaces, sejam contornos de grão ou maclas. A tabela 7 apresenta os resultados das medidas de tamanho de grão, com seus respectivos desvios-padrão, realizados em todos os corpos de prova disponíveis.

Tabela 7: Valores de tamanho de grão e seu desvio-padrão, medidos na direção transversal da chapa, relativos aos corpos de prova recozidos.

Identificação do ciclo	Temperatura (°C) e tempo (h)	Tamanho de grão (em $\mu\text{m}$ ) nas corridas				
		330	331	334	335	336
C1	950; 4	34( $\pm$ 5)	32( $\pm$ 3)	50( $\pm$ 10)	57( $\pm$ 6)	31( $\pm$ 5)
C2	1050; 4	80( $\pm$ 8)	290( $\pm$ 53)	76( $\pm$ 10)	99( $\pm$ 40)	77( $\pm$ 7)
C3	1050; 4	94( $\pm$ 16)	298( $\pm$ 56)	129( $\pm$ 40)	142( $\pm$ 40)	82( $\pm$ 10)
C4	1050; 4	186( $\pm$ 38)	296( $\pm$ 87)	-	-	-
C5	1050; 4	-	-	-	-	-
C6	1100; 4	255( $\pm$ 54)	308( $\pm$ 71)	149( $\pm$ 49)	220( $\pm$ 87)	131( $\pm$ 19)
C7	1150; 1	228( $\pm$ 22)	290( $\pm$ 45)	202( $\pm$ 72)	187( $\pm$ 98)	175( $\pm$ 31)
C8	1150; 4	276( $\pm$ 24)	342( $\pm$ 82)	277( $\pm$ 77)	277( $\pm$ 77)	258( $\pm$ 49)

## 7.2 CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA DOS CORPOS DE PROVA RECOZIDOS

### 7.2.1. Levantamento das curvas de magnetização

Foram obtidas curvas de magnetização em frequência de excitação de 0,6 Hz, para todos os corpos de prova do programa experimental, segundo o procedimento descrito no item 6.7.2. Obteve-se 40 pontos de indução magnética versus campo magnético aplicado, desde 0,02 T até valores próximos de 1,55 T, com campo magnético variando de zero a 3000 A/m.

A figura 32 apresenta como exemplo, curvas de magnetização completas, obtidas para corpos de prova das cinco corridas, submetidas ao ciclo de recozimento C1, correspondente a 950°C por 4 horas.

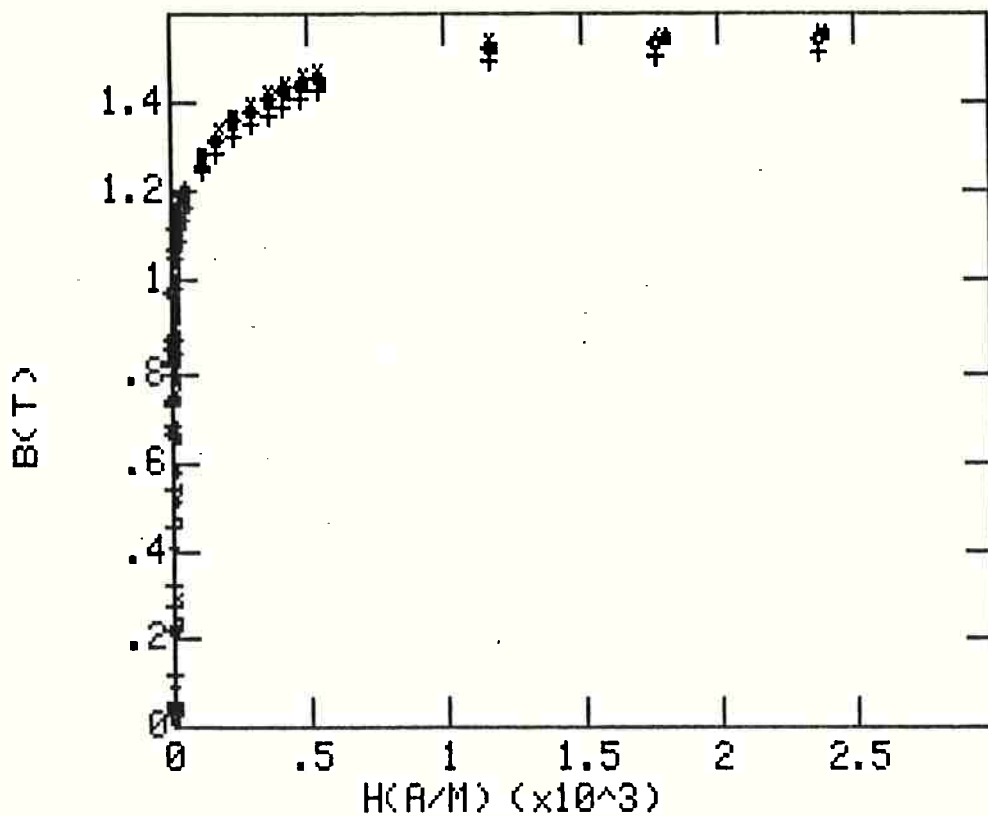
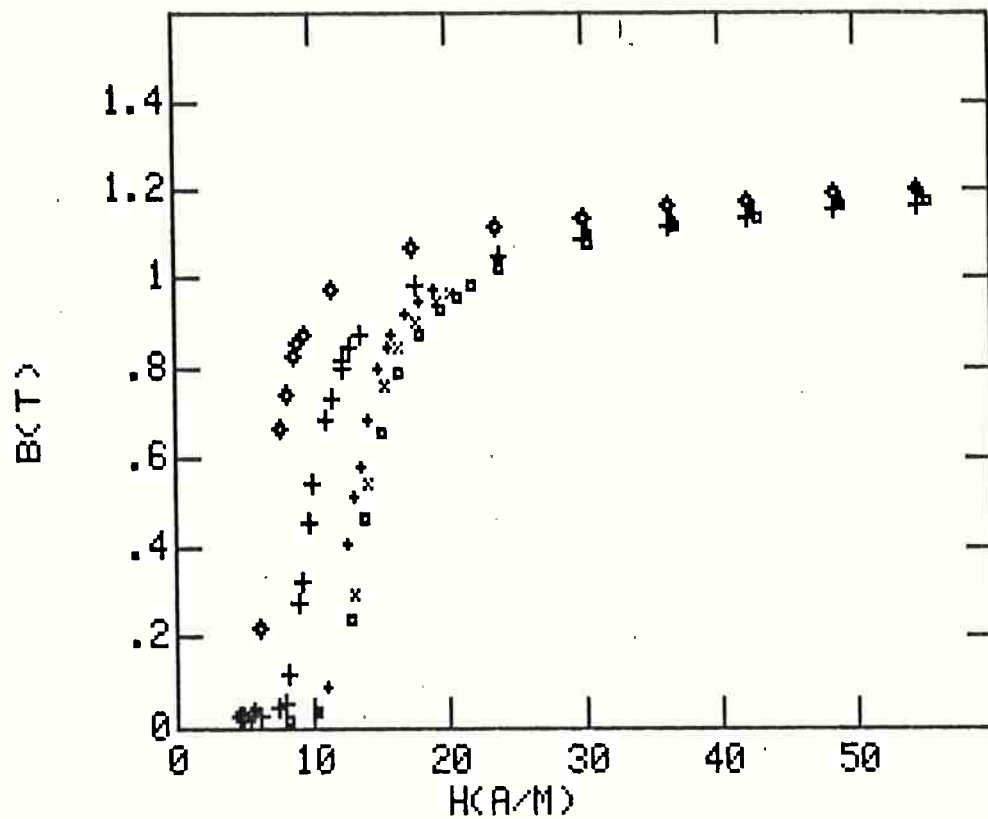


Figura 32(a) Curvas de magnetização de corpos de prova das corridas 330,331, 334, 335 e 336, recozidas a 950°C por 4 h, até campo máximo de 60 A/m.

(b) Idem, para campo máximo de 3000 A/m.

(Identificados, respectivamente, como +, x, +, ⊕, □).

Como o interesse principal do levantamento das curvas de magnetização é a determinação da permeabilidade máxima, apresenta-se nas figuras 33(a) a 33(h) segmentos das curvas de magnetização até indução magnética de 1,2 T, detalhando assim o comportamento da região de permeabilidade crescente. Nestas figuras superpõe-se as curvas de magnetização das cinco corridas em cada ciclo de recozimento.

Considerando que a permeabilidade é a razão entre a indução magnética e o campo aplicado, os dados das figuras 34(a) a 34(h) podem ser reapresentados como a permeabilidade em função da indução magnética, facilitando assim a observação dos valores da permeabilidade máxima. As figuras 34(a) a 34(h), referem-se aos mesmos dados das figuras 33(a) a 33(h).

#### 7.2.2. Resultados de permeabilidade máxima

Os valores de permeabilidade máxima obtidos nas curvas de magnetização apresentadas no item anterior são resumidos na tabela 8.

A precisão de medida da permeabilidade máxima foi determinada em ensaios de reprodutibilidade de resultados, tendo obtido um coeficiente de variação,  $C_v = \sigma / \bar{X}$ , correspondente a  $\pm 2\%$  do valor médio.



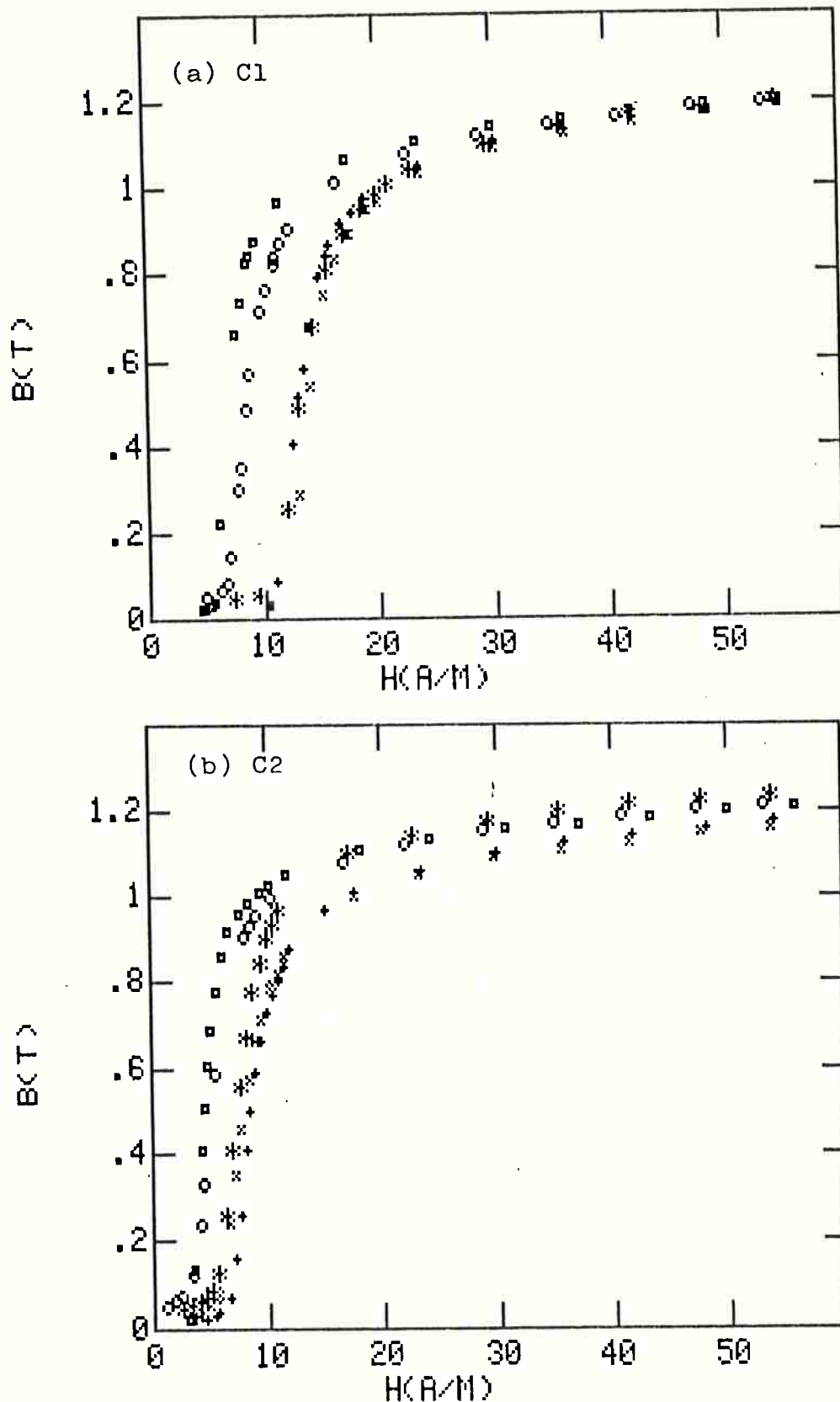


Figura 33: Trechos das curvas de magnetização relativas aos corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336 (identificados respectivamente como +, x,  $\square$ ,  $\diamond$  e \*), para  $H_{\max} = 60$  A/m. Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 e (h) C8.

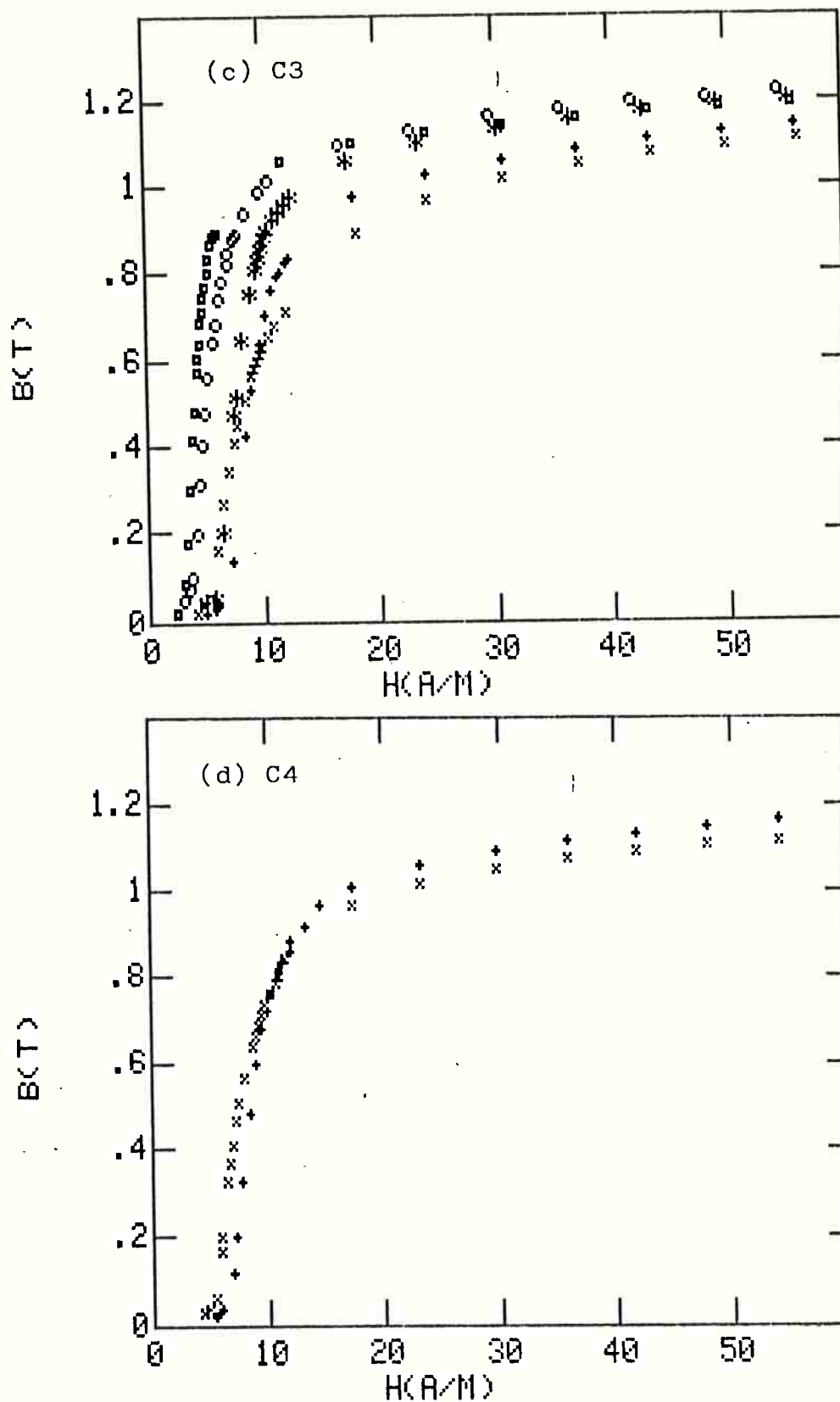


Figura 33: Trechos das curvas de magnetização relativas aos corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336 (identificados respectivamente como +, x, □, ■ e \*), para  $H_{\max} = 60$  A/m. Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 e (h) C8.

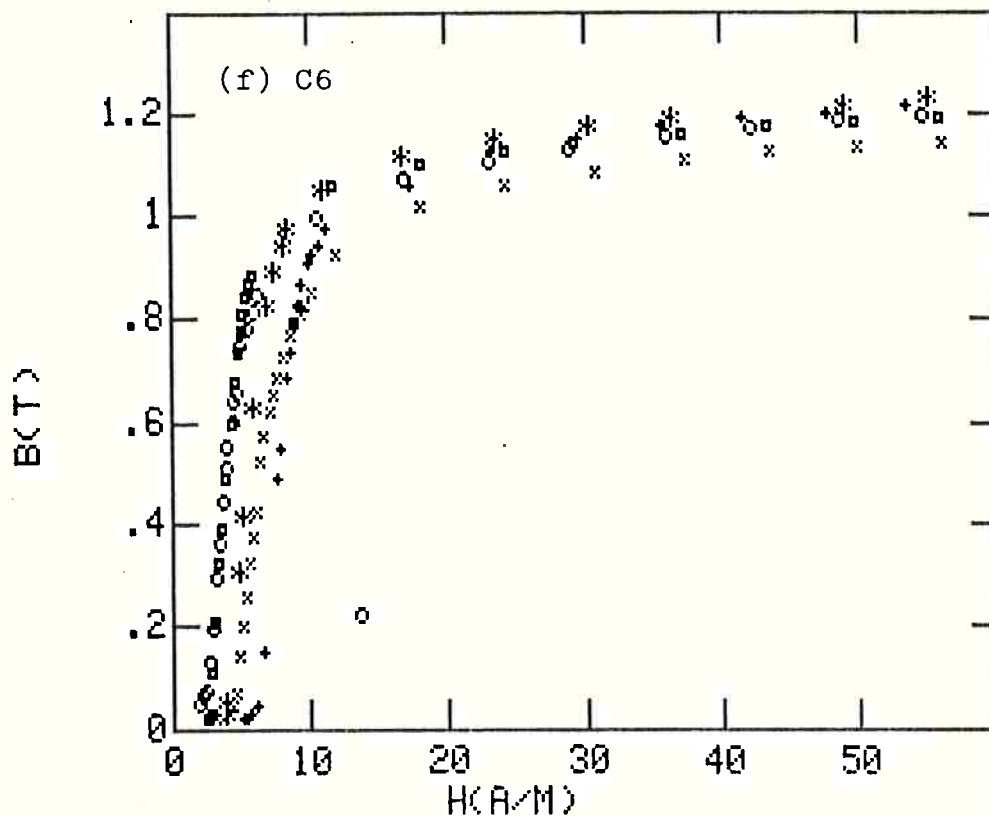
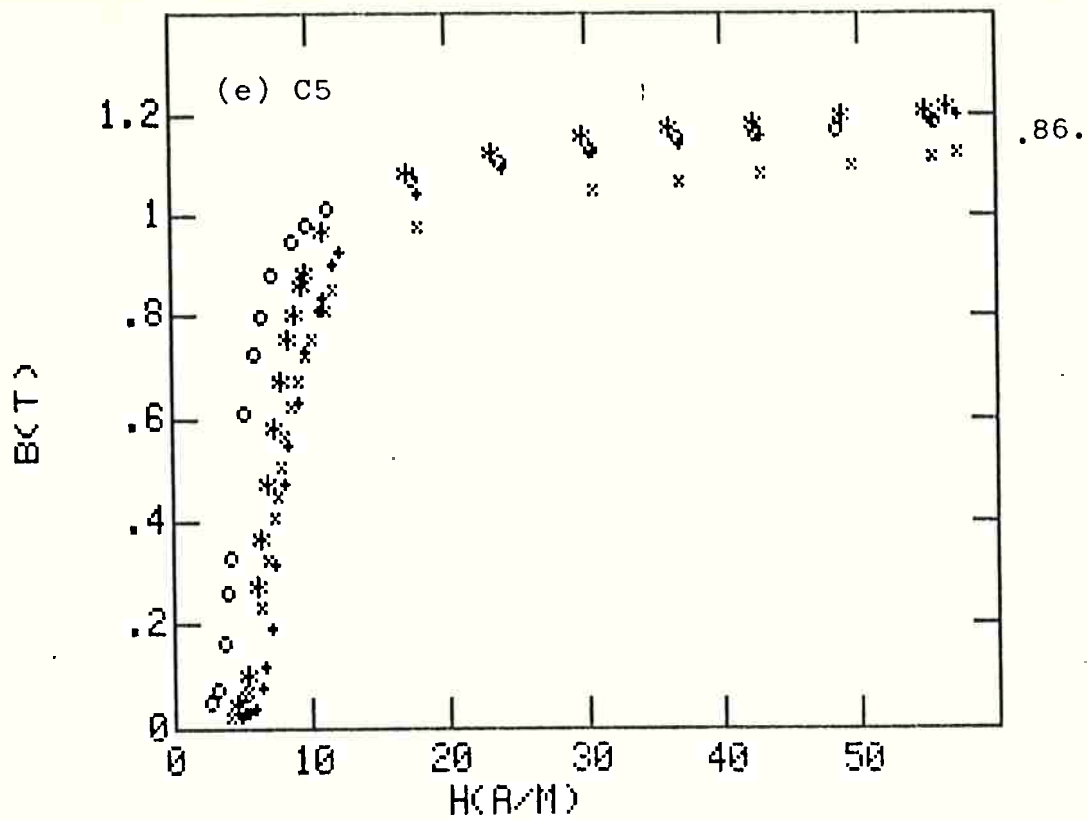


Figura 33: Trechos das curvas de magnetização relativas aos corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336 (identificados respectivamente como  $\dagger$ ,  $\times$ ,  $\square$ ,  $\square$  e  $*$ ), para  $H_{\max} = 60$  A/m. Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 e (h) C8.

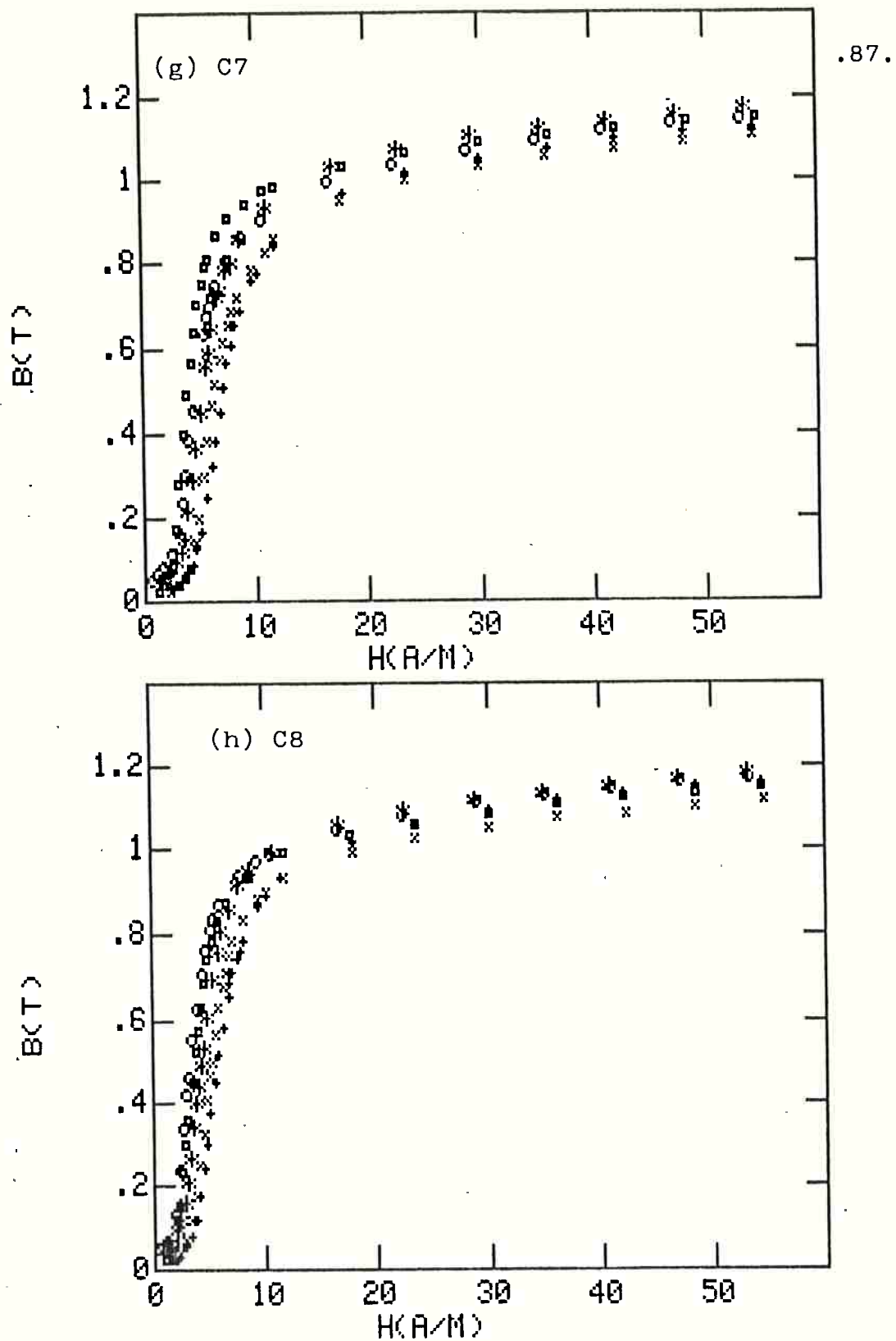


Figura 33: Trechos das curvas de magnetização relativas aos corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336 (identificados respectivamente como +, x, □, ◻ e \*), para  $H_{max} = 60$  A/m. Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7 e (h) C8.

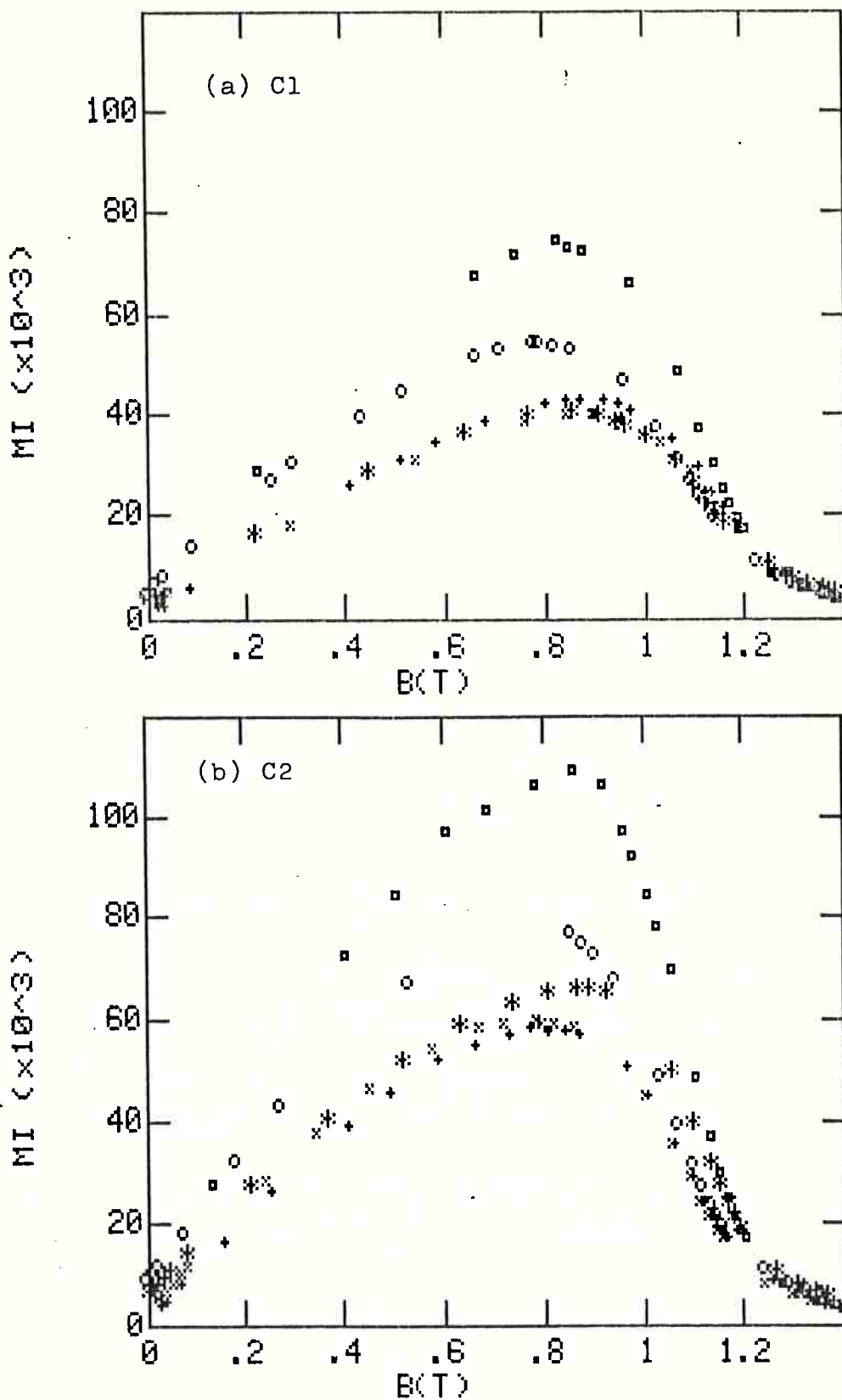


Figura 34: Trechos de curvas de permeabilidade em função da indução B, para os corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336 (identificados respectivamente como +, x, □, ■, \*). Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7, (h) C8.

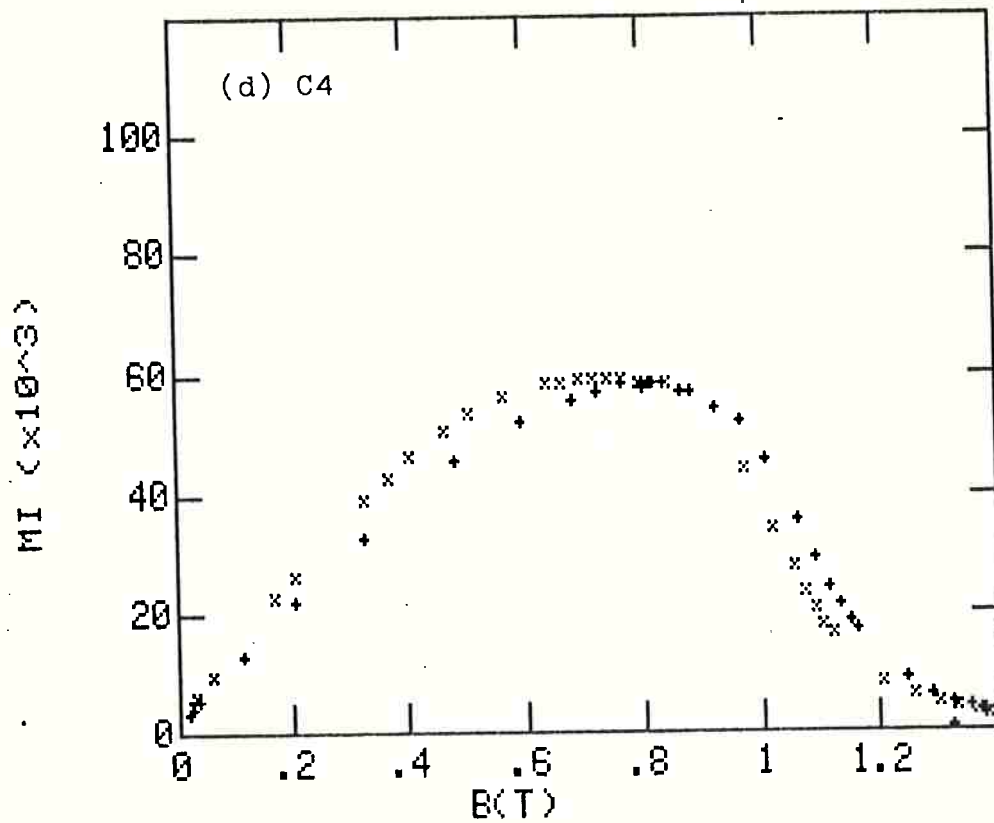
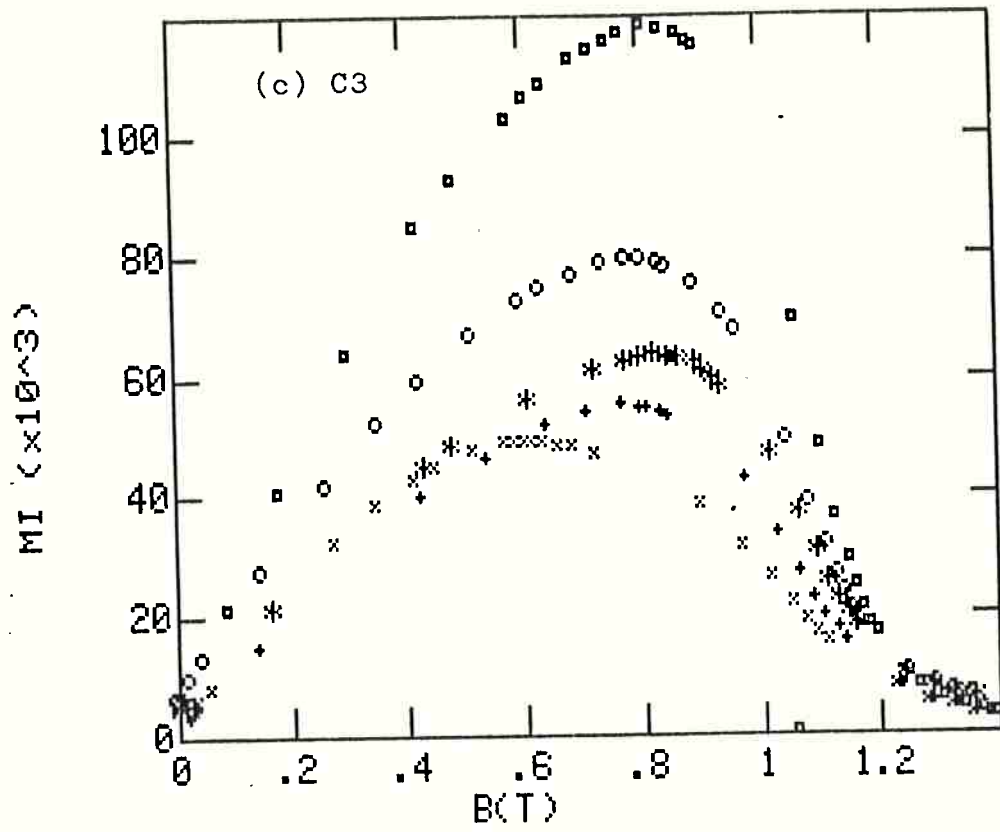


Figura 34: Trechos de curvas de permeabilidade em função da indução B, para os corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336 (identificados respectivamente como +, x, □, □, \*). Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7, (h) C8.

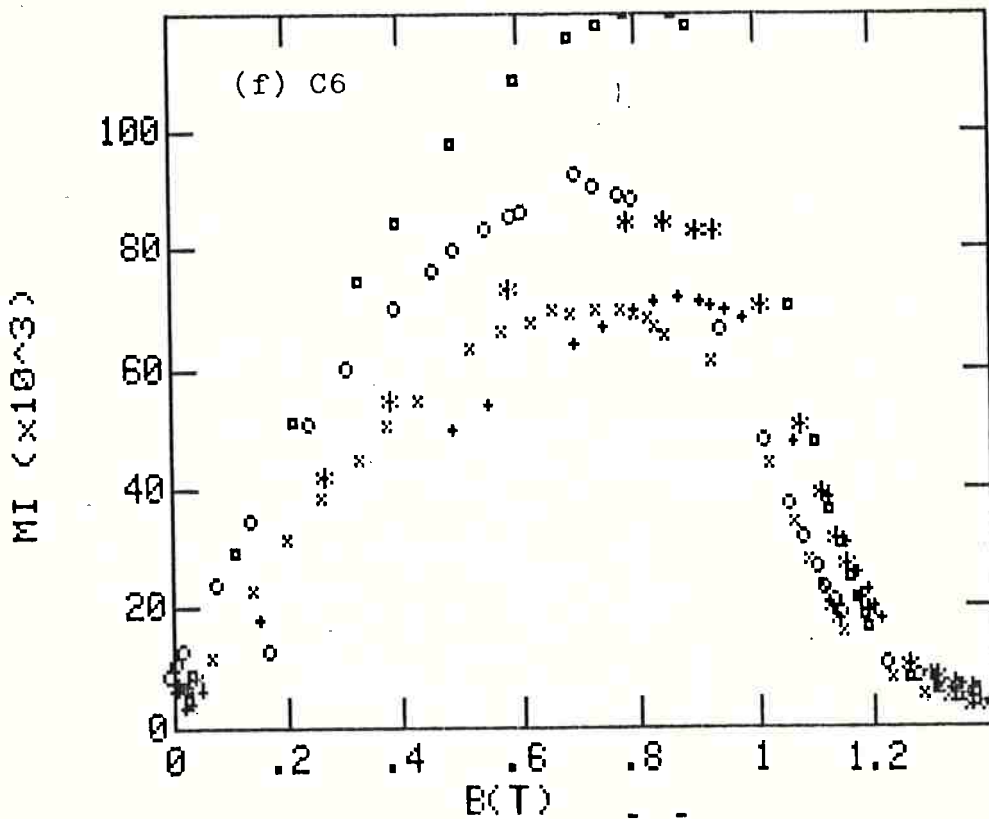
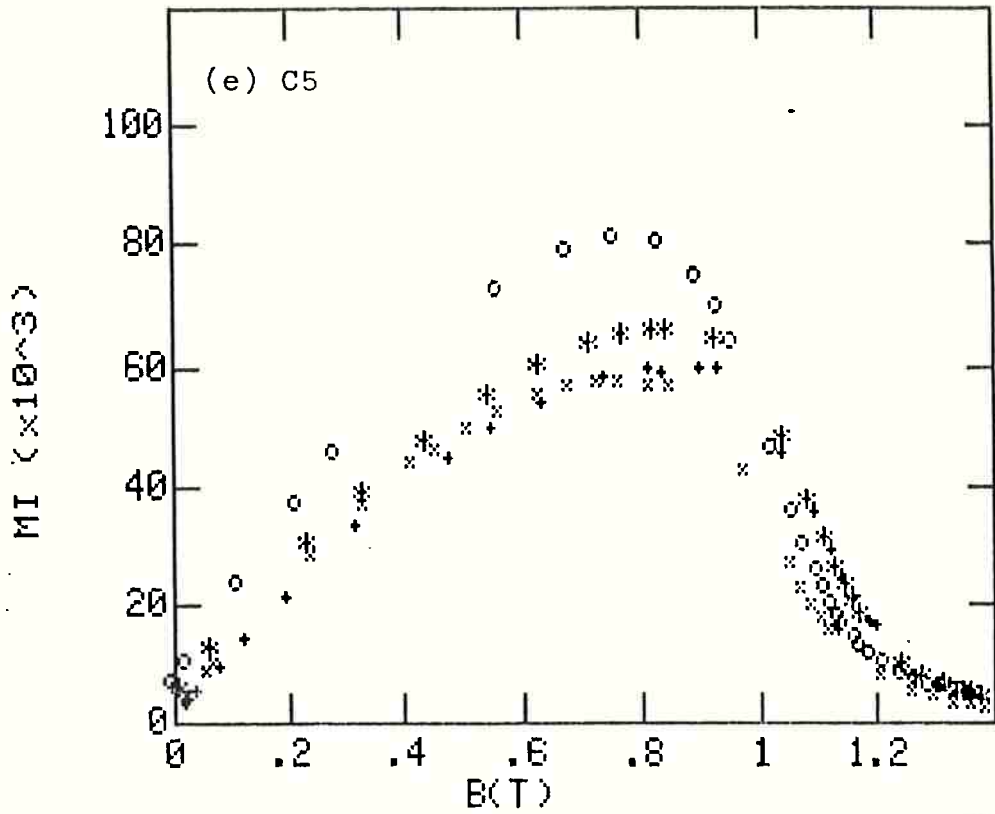


Figura 34: Trechos de curvas de permeabilidade em função da indução B, para os corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336 (identificados respectivamente como +, x, □, □, \*). Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7, (h) C8.

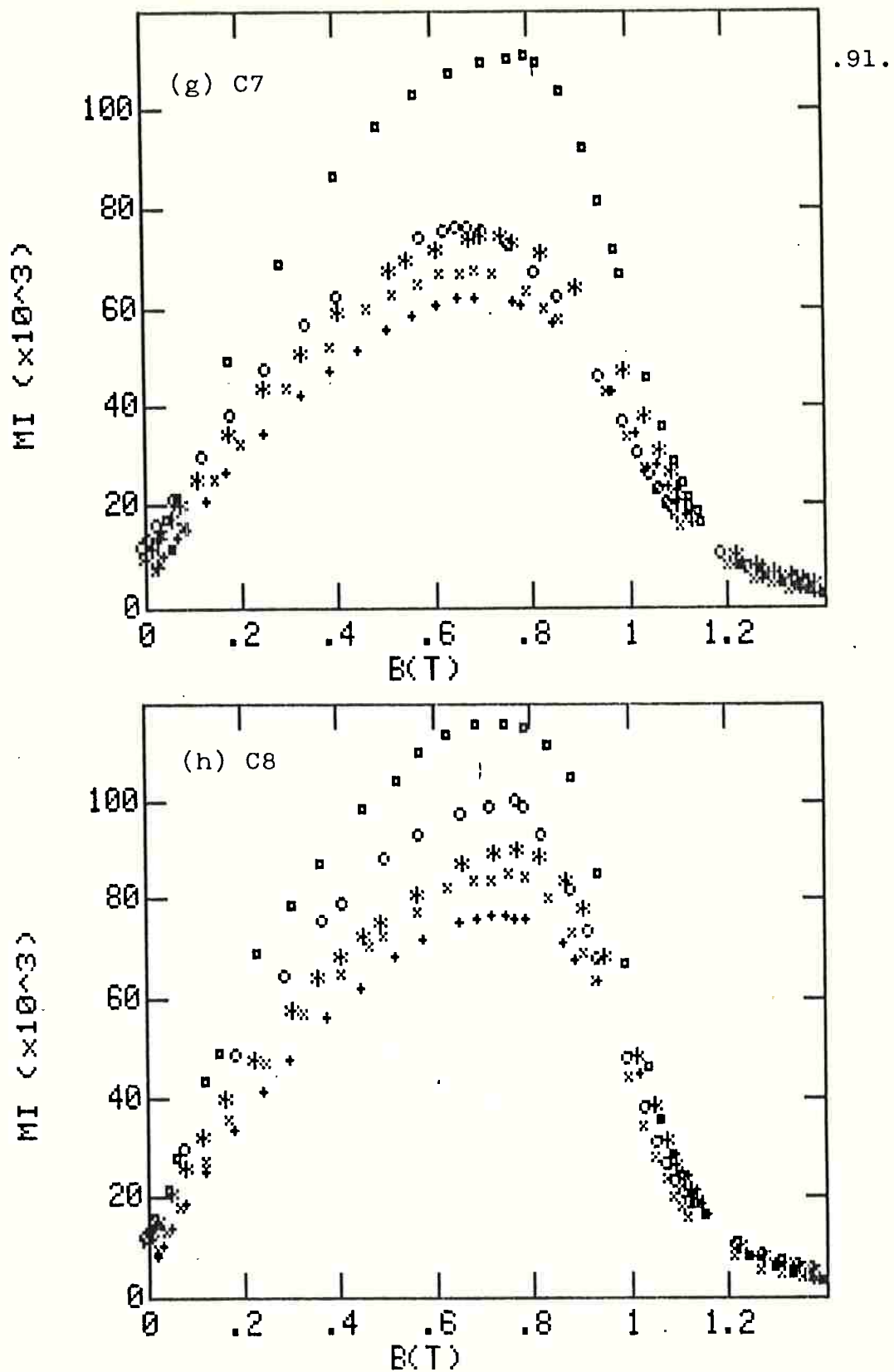


Figura 34: Trechos de curvas de permeabilidade em função da indução  $B$ , para os corpos de prova 330, 331, 334, 335 e 336 (identificados respectivamente como  $+$ ,  $\times$ ,  $\square$ ,  $\square$ ,  $*$ ). Cada conjunto de curvas corresponde a um ciclo de recozimento (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7, (h) C8.



Tabela 8: Valores de permeabilidade máxima obtidos em curvas de magnetização realizadas em frequência de 0,6Hz, relativos aos corpos de prova recozidos.

Identificação do ciclo	Temperatura (°C) e tempo (h)	Permeabilidade máxima ( $\times 10^3$ ) nas corridas				
		330	331	334	335	336
C1	950; 4	40	40	51	74	38
C2	1050; 1	58	59	75	109	64
C3	1050; 4	55	49	77	118	61
C4	1050; 4	58	59	-	-	-
C5	1050; 4	60	57	78	-	64
C6	1100; 4	71	69	90	121	82
C7	1150; 1	62	67	73	110	72
C8	1150; 4	76	85	98	116	88

### 7.2.3. Efeito da frequência de excitação nas curvas de magnetização

O efeito da frequência de excitação no comportamento das curvas de magnetização, e em particular na permeabilidade máxima, foi investigado em dois corpos de prova do programa experimental. Foram selecionados dois corpos de prova de uma única corrida, que apresentaram valores extremos de permeabilidade máxima. As curvas de magnetização foram levantados nas frequências de 2 Hz, 1 Hz, 0,6 Hz e 0,3

Hz, e comparadas com a curva de magnetização obtida em corrente contínua conforme método citado no item 6.8, visando avaliar a correspondência entre os dados de permeabilidade máxima obtidos em frequência de 0,6 Hz com aqueles medidos em corrente contínua.

As figuras 35 e 36 reúnem as curvas de permeabilidade em função da indução magnética B relativas aos corpos de prova da corrida 330 recozidos nos ciclos C1 (950°C, 4h) e C8 (1150°C, 4h), respectivamente.

#### 7.2.4. Resultados de campo coercitivo em função da frequência de excitação

Os valores de campo coercitivo foram determinados segundo o método descrito no item 6.7.3. Os resultados obtidos para todos os corpos de prova do programa experimental, ensaiados nas frequências de 2 Hz, 1 Hz, 0,6 Hz e 0,3Hz, são apresentados na tabela 9. A mesma tabela apresenta resultados de campo coercitivo obtido por método de corrente contínua, citado no item 6.8, para os corpos de prova da corrida 330, recozidos nos ciclos C1 e C8.

A precisão de medida do campo coercitivo foi determinada em ensaios de reprodutibilidade de resultados, tendo obtido um coeficiente de variação,  $C_v = \sigma / \bar{x}$ , correspondente a  $\pm 1,5\%$  do valor médio.

No capítulo 8 será discutida a validade da extrapolação, para frequência zero, dos resultados aqui apresentados. Naquele capítulo será apresentada a tabela 12, com os valores obtidos através desta extrapolação.

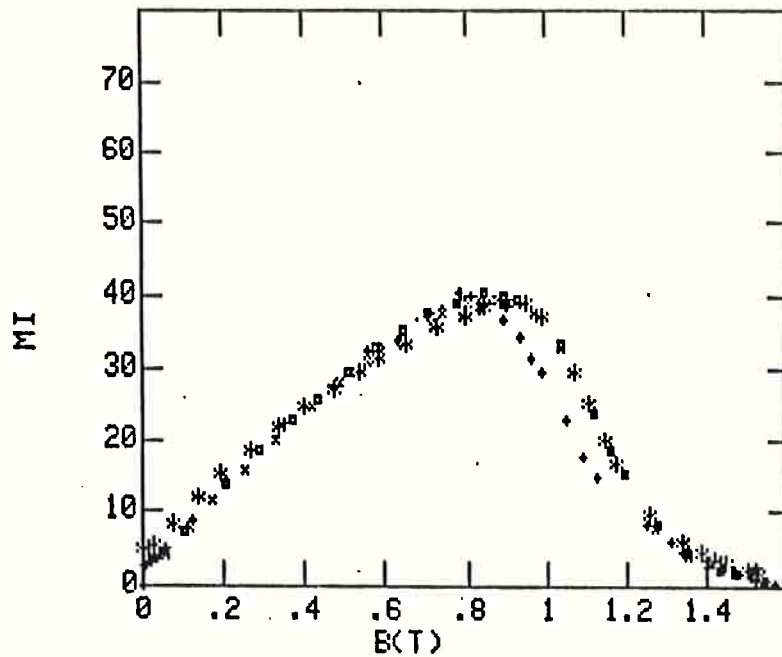


Figura 35: Curvas de permeabilidade ( $\mu$ ) em função da indução magnética (B), relativas ao corpo de prova da corrida 330, recozido no ciclo C1 ( $950^{\circ}\text{C}$ , 4h), para as frequências de 2Hz, 1Hz, 0,6Hz, 0,3Hz e para corrente contínua. (Identificados respectivamente como \*,  $\square$ ,  $\blacksquare$ , x, +).

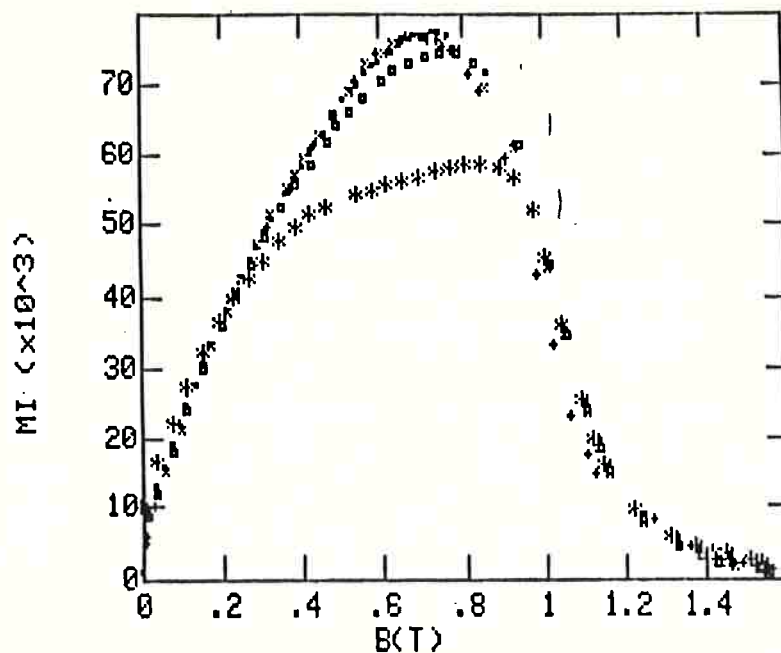


Figura 36: Curvas de permeabilidade ( $\mu$ ) em função da indução magnética (B), relativas ao corpo de prova da corrida 330, recozido no ciclo C8 ( $1150^{\circ}\text{C}$ , 4h), para as frequências de 2Hz, 1Hz, 0,6Hz, 0,3Hz e para corrente contínua. (Identificados respectivamente como \*,  $\square$ ,  $\blacksquare$ , x, +).

Tabela 9: Campo coercitivo,  $H_c$ , obtido a partir de  $B_{max} = 1,0T$ , em diversas frequências, medido nos corpos de prova - recozidos

Ciclo	Corrida	$H_c$ (em A/m), nas seguintes frequências				Corrente Contínua
		2	1	0,6	0,3	
C1	330	18,0	16,8	16,0	15,0	12,51
	331	18,6	17,3	16,4	15,3	
	334	15,5	13,8	12,8	11,8	
	335	12,1	10,4	9,63	8,78	
	336	20,0	18,2	17,1	15,8	
C2	330	12,8	11,3	10,5	9,6	
	331	12,3	10,7	9,87	8,84	
	334	11,7	10,2	9,25	8,32	
	335	-	7,09	6,46	5,63	
	336	13,8	12,3	11,2	10,1	
C3	330	14,1	12,5	11,6	10,4	
	331	14,3	11,9	10,6	9,25	
	334	11,4	9,62	8,78	7,89	
	335	-	6,94	6,32	5,57	
	336	14,6	12,3	11,4	10,3	
C4	330	14,0	12,2	11,2	10,2	
	331	12,7	10,9	9,78	8,56	
	334	-	-	-	-	
	335	-	-	-	-	
	336	-	-	-	-	
C5	330	12,9	11,2	10,3	9,36	
	331	12,8	10,9	9,76	8,56	
	334	11,0	9,44	8,59	7,58	
	335	-	7,05	6,35	5,41	
	336	12,5	10,7	9,82	8,83	
C6	330	12,6	10,7	9,88	9,14	
	331	11,5	9,9	8,95	7,76	
	334	10,6	9,04	8,16	7,06	
	335	-	6,47	5,84	5,13	
	336	11,2	9,1	8,36	7,49	
C7	330	12,2	10,6	9,49	8,35	
	331	12,9	10,8	9,55	8,23	
	334	12,6	10,6	9,35	7,96	
	335	9,23	7,77	6,95	5,86	
	336	12,3	10,5	9,54	8,34	
C8	330	11,6	9,76	8,77	7,53	4,74
	331	11,3	9,32	8,05	6,75	
	334	10,4	8,67	7,60	6,39	
	335	9,36	7,76	6,82	5,66	
	336	10,7	8,95	8,08	6,91	

### 7.2.5. Resultados de indução máxima

As curvas de magnetização levantadas a 0,6 Hz, conforme descrito em 7.2.1, permitiram obter como informação adicional valores de indução máxima de todos os corpos de prova. Estes resultados são apresentados na tabela 10.

Tabela 10: Indução máxima obtida nos corpos de prova recozidos, para campos magnéticos de 3000 A/m

Identificação do ciclo	Temperatura (°C) Tempo (h)	Indução máxima, $B_{max}$ , (T)				
		330	331	334	335	336
C1	950; 4	1,553	1,566	1,520	1,544	1,558
C2	1050; 1	1,557	1,562	1,556	1,568	1,552
C3	1050; 4	1,572	1,563	1,566	1,556	1,561
C4	1050; 4	1,551	1,549	-	-	-
C5	1050; 4	1,567	1,546	1,552	1,557	1,540
C6	1100; 4	1,557	1,556	1,558	1,571	1,556
C7	1150; 1	1,556	1,557	1,546	1,552	1,552
C8	1150; 4	1,565	1,557	1,571	1,554	1,561

CAPÍTULO 8

DISCUSSÃO

## 8.1. INTRODUÇÃO

A revisão bibliográfica apresentada no capítulo 4, indicou que o recozimento final das ligas ferro 47,5% níquel sob atmosfera de hidrogênio afeta suas propriedades magnéticas principalmente através das alterações promovidas no tamanho de grão e na distribuição de inclusões submicroscópicas (35). Outros fatores como textura, teor de carbono e teor de enxofre, tem seus efeitos insuficientemente descritos.

Enquanto existem algumas referências discutindo o efeito do recozimento no campo coercitivo (34, 35), não foi localizada nenhuma referência que discuta o efeito do recozimento na permeabilidade máxima da liga ferro 47,5% níquel. Existe, entretanto, como foi visto no item 3.3, uma relação teórica entre o campo coercitivo e a permeabilidade máxima, baseada na hipótese de que as duas propriedades dependem da movimentação irreversível de paredes de domínio. Esta relação serve de base para a investigação do efeito do recozimento na permeabilidade máxima.

Abordam-se neste capítulo, inicialmente, as condições que permitem a extrapolação dos valores de permeabilidade máxima e campo coercitivo medidos em corrente alternada, para a condição normalizada em corrente contínua. Posteriormente discutem-se os efeitos metalúrgicos do recozimento para, finalmente, investigar o efeito do recozimento nas propriedades magnéticas.

## 8.2. DETERMINAÇÃO DA PERMEABILIDADE MÁXIMA E DO CAMPO COERCITIVO

Não existe uma especificação brasileira que estabeleça uma metodologia para a determinação de propriedades

magnéticas de materiais de alta permeabilidade. A especificação americana ASTM A 753-85 ( 3 ) define valores admissíveis de permeabilidade máxima e campo coercitivo para ligas a base de ferro com teor de níquel entre 47 e 49%. Esta especificação - estabelece que estas propriedades magnéticas devem ser determinadas empregando-se métodos de medida por corrente contínua - (54).

O método convencional de medida por corrente contínua descrito no apêndice 2 é moroso e exige o registro manual de dados relativos a cada ponto das curvas de magnetização e histerése. Os traçadores de curvas de histerése importados, existentes em algumas instituições brasileiras, apresentam problemas de instabilidade de medida (60,61). A opção - aqui feita, pela utilização de instrumento computadorizado semelhante aquele desenvolvido no Instituto de Física da USP(56) implicou na utilização de correntes alternadas de excitação e na necessidade de discutir a validade da extrapolação das medidas realizadas em frequências de 2 Hz, 1 Hz, 0,6 Hz e 0,3 Hz - para frequência nula, correspondente à condição de corrente - contínua.

#### 8.2.1. Efeito da frequência na permeabilidade máxima

A tabela 11 mostra os valores da permeabilidade máxima determinados em corrente contínua e nas frequências - 2 Hz, 1 Hz, 0,6 Hz e 0,3 Hz para as condições extremas de permeabilidade obtidas no programa experimental, correspondentes às curvas de magnetização apresentadas nas figuras 35 e 36(ciclos C1 e C8), no capítulo 7.



Tabela 11: Valores de permeabilidade máxima obtidos em diversas frequências de excitação.

Ciclo	Corrida	$\mu_{\max}^3$ (x10 <sup>3</sup> ) em diversas frequências(Hz)				
		2	1	0,6	0,3	C.C.
C1	330	37,6	40,0	39,6	39,3	40,3
C8	330	57,0	74,0	75,9	76,4	76,5

Com base nos resultados da tabela acima, pode-se afirmar que nos ensaios realizados em frequências abaixo de 1 Hz obtiveram-se resultados de permeabilidade máxima comparáveis aos valores obtidos com métodos de medida por corrente contínua.

Como os ensaios realizados em 0,3 Hz exigem ajustes frequentes do integrador eletrônico, prejudicando sua rapidez e precisão, optou-se por levantar as curvas de magnetização de todos os corpos de prova do programa experimental na frequência de 0,6 Hz. Os valores de permeabilidade máxima obtidos são apresentados na tabela 8 e serão utilizados por ocasião da discussão do efeito do recozimento e do teor de enxofre nesta propriedade.

#### 8.2.2. Efeito da frequência no campo coercitivo

A especificação ASTM A 753-85 (3) estabelece que o campo coercitivo deve ser determinado em um ciclo de histerese que atinge indução máxima de 1,0 T, utilizando-se métodos de medida por corrente contínua.

A tabela 9, no item 7.2.4, mostra que os valores de campo coercitivo variam consideravelmente com a variação da frequência entre 2 Hz e 0,3 Hz, ao contrário do comportamento da permeabilidade máxima discutido anteriormente.

Gyorgy (62) afirma, a partir de considerações teóricas, que o campo coercitivo é função da raiz quadrada da frequência. Santos (63) sugere que uma correlação entre o campo coercitivo e a frequência de excitação pode ser extrapolada para frequência zero, permitindo determinar o valor do campo coercitivo correspondente a corrente contínua.

As figuras 37(a) a 37(h) descrevem o comportamento do campo coercitivo em função da frequência, para os materiais aqui investigados. Nota-se que em todos os casos há uma correlação linear entre o campo coercitivo e a raiz quadrada da frequência, corroborando a previsão teórica de Gyorgy (62).

Com base na extrapolação do campo coercitivo para frequência zero, utilizando-se uma regressão linear calculada pelo método dos mínimos quadrados, foi possível obter os valores reproduzidos na tabela 12, valores estes que serão utilizados a seguir, na discussão do efeito do recozimento e do teor de enxofre no campo coercitivo.

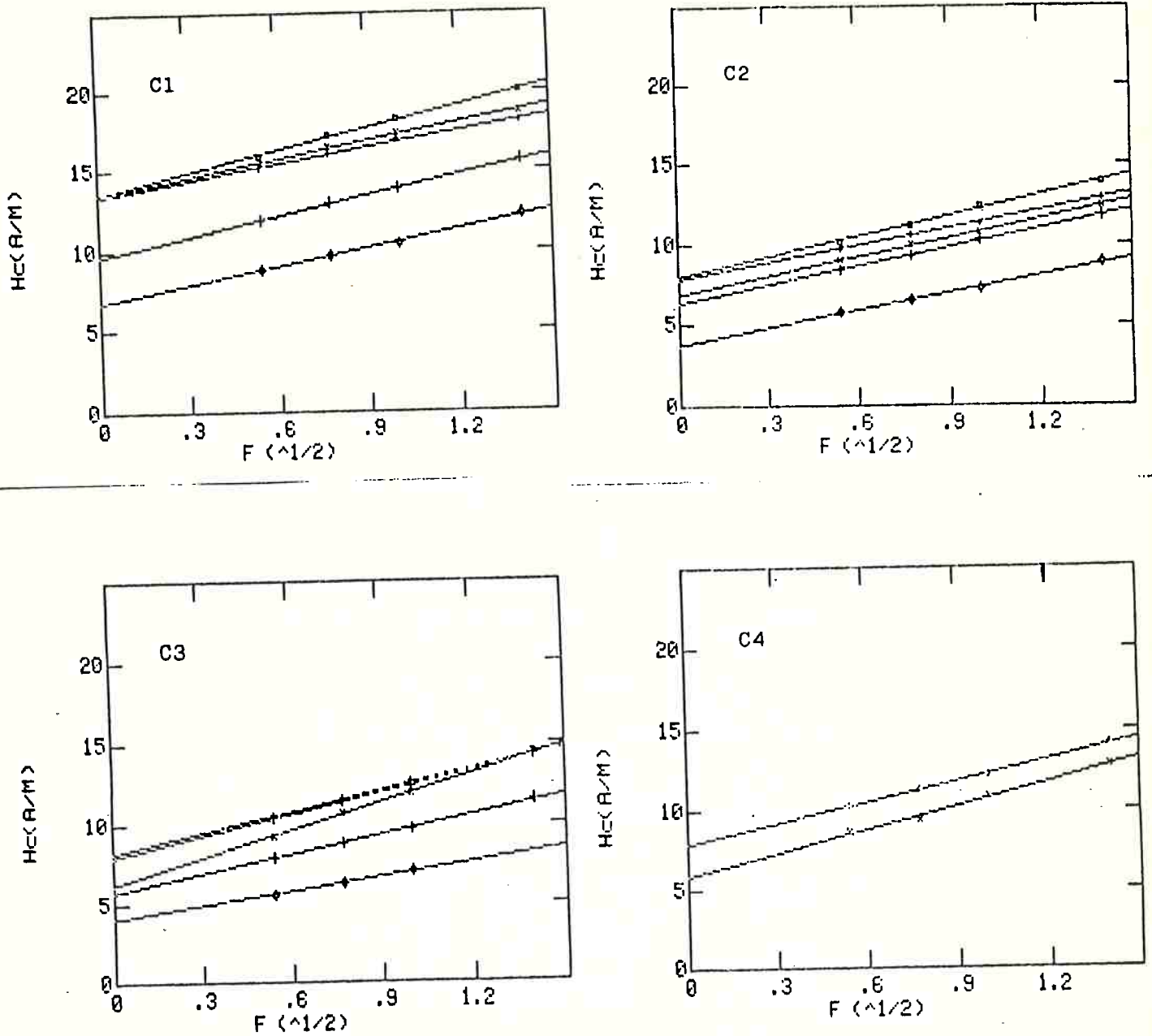


Figura 37: Campo coercitivo em função da raiz quadrada da frequência para as cinco corridas em cada um dos ciclos de recozimento, respectivamente (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7, (h) C8. (Identificação das corridas: 330 +; 331 x; 334 +; 335 ⊕; 336 □).

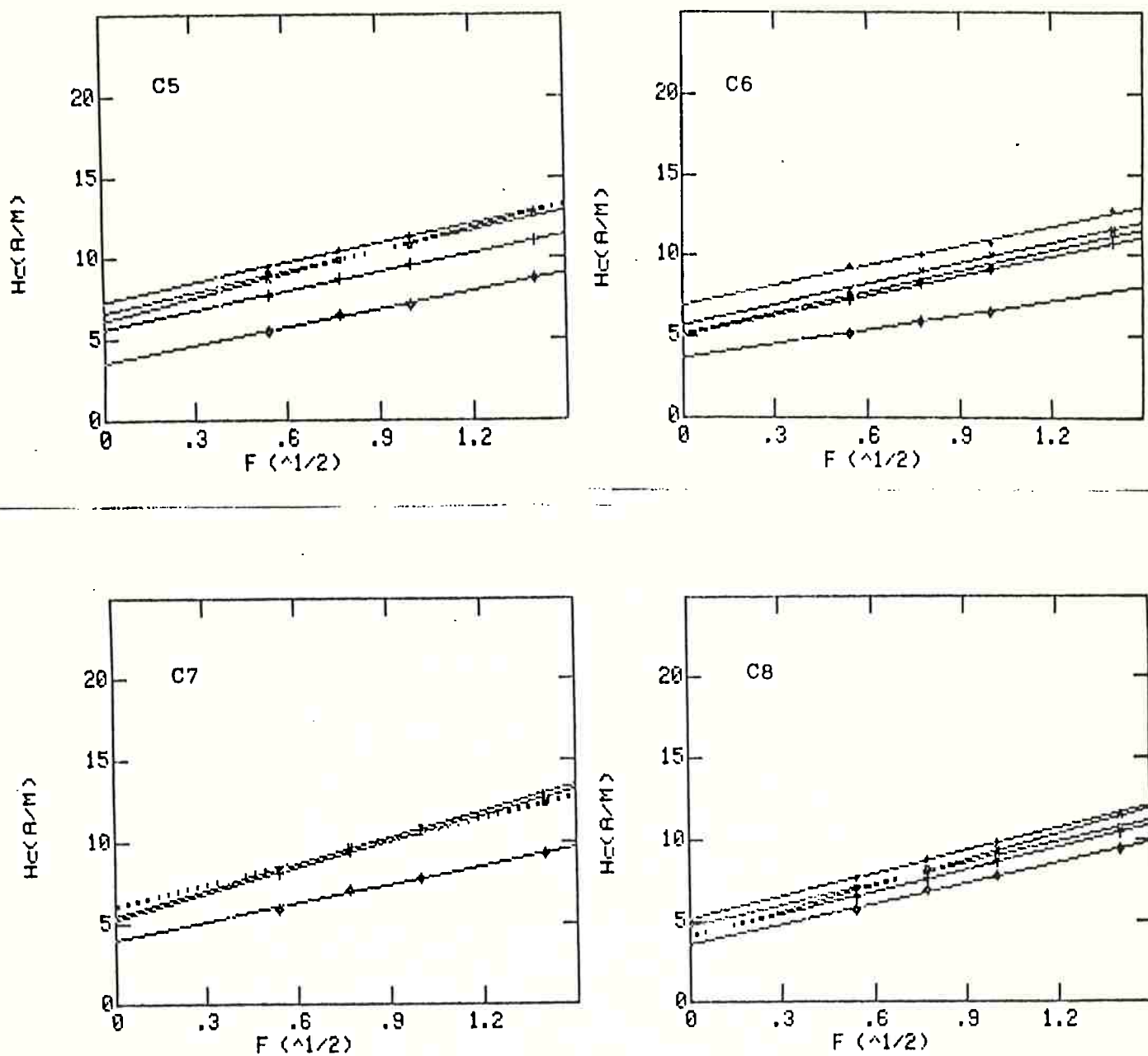


Figura 37: Campo coercitivo em função da raiz quadrada da frequência para as cinco corridas em cada um dos ciclos de recozimento, respectivamente (a) C1, (b) C2, (c) C3, (d) C4, (e) C5, (f) C6, (g) C7, (h) C8. (Identificação das corridas: 330 +; 331 x; 334 ⊕; 335 ⊕; 336 ■)

Tabela 12: Valores de campo coercitivo extrapolados para frequência zero, relativos aos corpos de prova do programa experimental.

Identificação do ciclo	Temperatura (°C) Tempo (h)	Campo coercitivo (A/m) nas corridas				
		330	331	334	335	336
C1	950; 4	13,3	13,3	9,6	6,7	13,4
C2	1050; 1	7,7	6,8	6,2	3,9	7,9
C3	1050; 4	8,1	6,1	5,7	4,0	7,5
C4	1050; 4	7,8	6,0	-	-	-
C5	1050; 4	7,2	6,0	5,5	3,5	6,5
C6	1100; 4	6,8	5,6	5,0	3,6	5,0
C7	1150; 1	6,0	5,4	5,2	3,9	6,0
C8	1150; 4	5,1	4,0	4,0	3,5	4,6

A validade desta extrapolação pode ser avaliada comparando-se, na tabela 13, os valores de campo coercitivo - determinados em corrente contínua com os valores de campo coercitivo extrapolados para frequência zero, relativos aos mesmos corpos de prova.

Tabela 13: Valores de campo coercitivo determinados em corrente contínua e valores extrapolados para frequência zero a partir de resultados obtidos em corrente alternada.

Corpos de prova	$H_c$ (A/m) em diversas frequências (Hz)				$H_c$ (A/m) extrapolado	$H_c$ (A/m) medido em C.C.
	2	1	0,6	0,3		
330 C1 (950°C, 4h)	18,0	16,8	16,0	15,0	13,3	12,51
330 C8 (1150°C, 4h)	11,6	9,76	8,77	7,53	5,1	4,74

Estes dados permitem concluir que o método de extrapolação é válido em diferentes níveis de campo coercitivo. As diferenças observadas entre os valores medidos e extrapolados não prejudicam a análise do efeito do recozimento no campo coercitivo, que será abordado mais à frente.

### 8.3. INDUÇÃO DE SATURAÇÃO

O aspecto das curvas de magnetização levantados no programa experimental foi exemplificado pela curva apresentada na figura 32. O comportamento foi tipicamente assintótico, permitindo concluir que os valores de indução máxima,  $B_{max}$ , apresentados na tabela 10, correspondem à indução de saturação,  $B_s$ . Sendo assim, a semelhança entre todos os valores apresentados na tabela 10 reflete o fato de que a indução de saturação independe da condição de recozimento, sendo função apenas da composição química básica (33), que neste caso é a mesma para as cinco corridas.

### 8.4. EFEITO DO RECOZIMENTO NO TEOR DE CARBONO, TEOR DE ENXOFRE E TAMANHO DE GRÃO

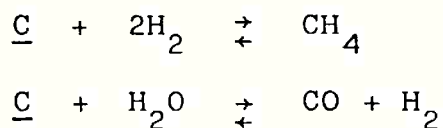
O objetivo dos ciclos de recozimento realizados no programa experimental foi promover tamanhos de grãos diferenciados, que permitissem investigar a correlação entre o tamanho de grão e duas propriedades magnéticas da liga ferro - 47,5% níquel: a permeabilidade máxima e o campo coercitivo.

Investigou-se paralelamente o efeito do recozimento nos teores de carbono e enxofre da liga, pois a literatura prevê a ocorrência de descarbonetação (36,48) e dessulfuração (36,44) no recozimento sob atmosfera de hidrogênio.

#### 8.4.1. Efeito do recozimento no teor de carbono

A tabela 5 apresenta os teores de carbono de corpos de prova, após diversos ciclos de recozimento. Os resultados mostram que o recozimento provocou a redução do teor de carbono a níveis inferiores a 40 ppm em todos os ciclos, reproduzindo-se os resultados de Colling e Aspden (36).

A redução do teor de carbono é atribuída por Couderchon (44) e Klawitter et al (48), a reações com o hidrogênio ou com o vapor de água da atmosfera do forno, segundo as equações:



#### 8.4.2. Efeito do recozimento no teor de enxofre

A tabela 6 mostra o teor de enxofre de corpos de prova após diversos ciclos de recozimento. Pode-se notar naquela tabela que uma redução significativa do teor de enxofre só foi constatada no recozimento a 1150°C por 4 h, correspondente à mais alta temperatura investigada.

O fato de não ter ocorrido dessulfuração a 950°C e 1050°C confirma resultados de Colling e Aspden (36). Estes autores, entretanto, obtiveram redução do teor de enxofre a 1100°C (de 30 para 17 ppm), enquanto os resultados aqui obtidos mostram redução de teor deste elemento somente a 1150°C.

A dessulfuração ocorre pela reação entre o enxofre dissolvido na matriz e o hidrogênio da atmosfera (44). O enxofre encontra-se inicialmente na forma de sulfeto de manganês e sua dissolução depende do teor de manganês e da tempera-

tura (47). A diferença de comportamento entre os resultados aqui apresentados e aqueles de Colling deve-se a diferenças no teor de manganês ou à diferença de espessura dos corpos de prova - 0,35 mm no caso de Colling e 1 mm neste estudo já que as distâncias de difusão tem papel importante na dessulfuração (44).

A ocorrência de dessulfuração no recozimento em atmosfera de hidrogênio será considerada na discussão do comportamento magnético dos materiais.

#### 8.4.3. Efeito do recozimento no tamanho de grão

Inicialmente, deve-se chamar a atenção para o fato de que se denomina aqui tamanho de grão à distância média - entre interfaces, incluindo maclas e contornos de grão, seguindo a sugestão de Adler e Pfeiffer (35). Este critério baseia-se na constatação de que tanto contornos de grão quanto maclas alteram a direção de magnetização dos domínios, como foi visto no item 3.2.

Os resultados das determinações de tamanho de grão e seus respectivos desvios-padrão, para as amostras submetidas aos ciclos de recozimento, foram apresentados no capítulo 7 (tabela 7). A figura 38 mostra os valores de tamanho de grão e desvio padrão em função da temperatura de recozimento, para os ciclos de 4 h. Pode-se notar o crescimento do tamanho de grão com a temperatura de recozimento, passando-se de menos de 60 para mais de 260  $\mu\text{m}$  quando a temperatura de tratamento passa de 950 para 1150<sup>o</sup>C, sendo que neste último caso - muitos grãos ocupam toda a espessura da chapa. Para efeito de comparação, apresentam-se, na figura 39, resultados relativos a 1 h de tratamento, em conjunto com os relativos a 4 h apresentados anteriormente.



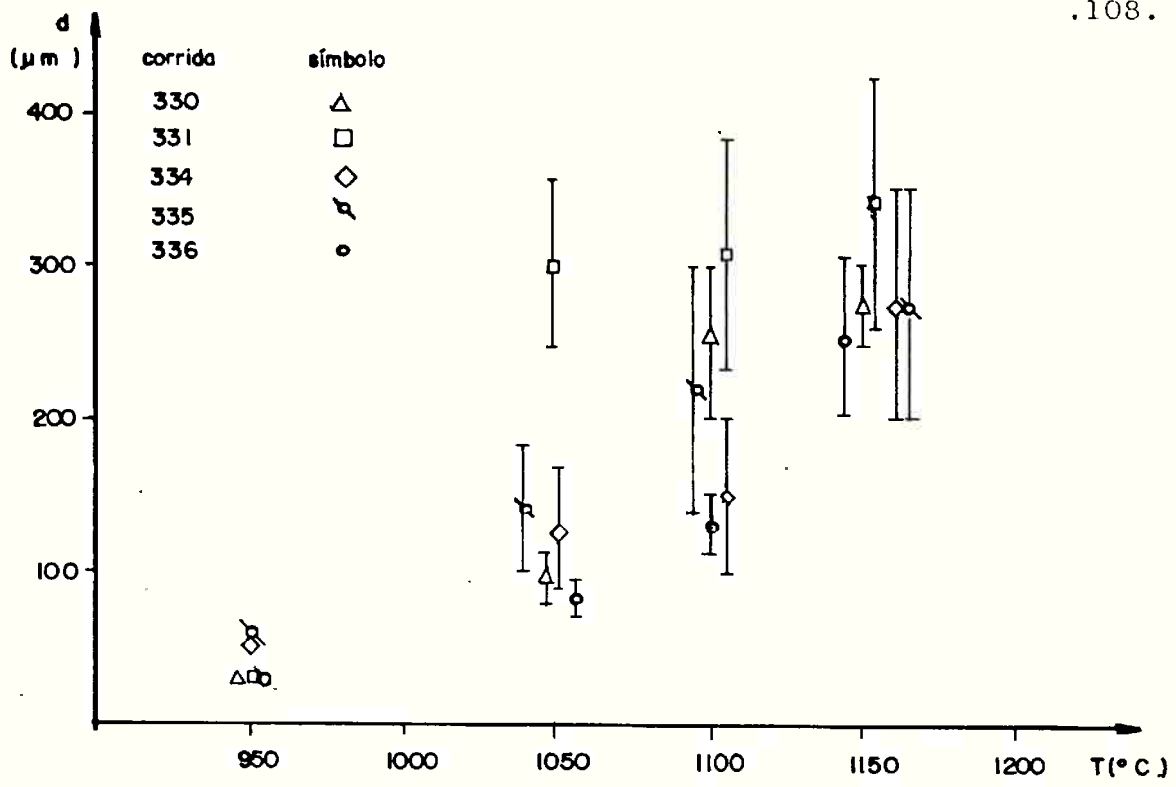


Figura 38: Tamanhos de grão e seus respectivos desvios-padrão determinados em corpos de prova recozidos por 4h em diferentes temperaturas.

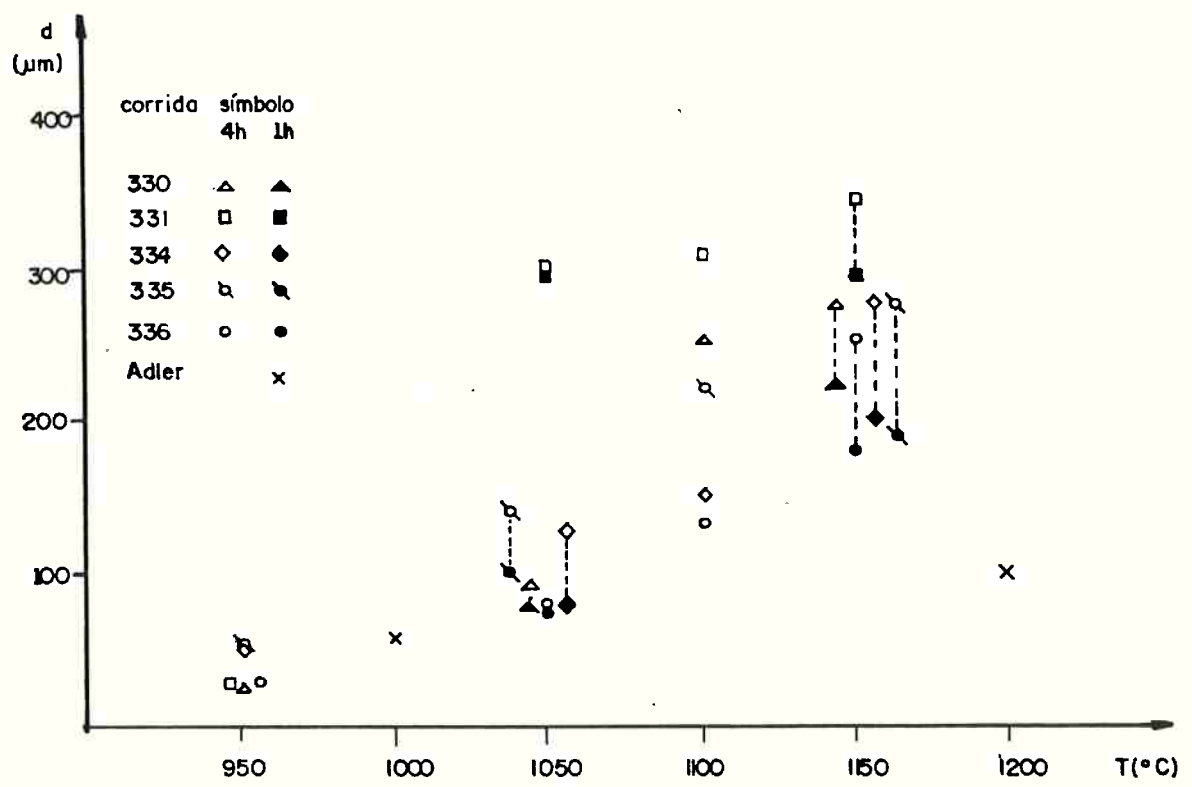


Figura 39: Tamanho de grão determinados em corpos de prova recozidos por 4h e por 1h em diferentes temperaturas.

Os tamanhos de grão aqui encontrados são maiores que os apresentados por Adler e Pfeiffer (35), reproduzidos na figura 19 (capítulo 4). Estes autores obtiveram tamanhos de grão de aproximadamente  $100 \mu\text{m}$  em recozimento por 1 h a  $1200^{\circ}\text{C}$ , e  $63 \mu\text{m}$  em recozimento por 1 h a  $1000^{\circ}\text{C}$ .

É importante observar que outros fatores, além da temperatura e do tempo de recozimento, podem afetar o tamanho de grão final destes materiais, sendo citados na literatura a textura (30) e a fração volumétrica de inclusões - (64).

Como exemplo de ocorrência de diferenças consideráveis no tamanho de grão, para as mesmas condições de tratamento térmico, pode-se analisar o comportamento das corridas 330, 331 e 336. Os tamanhos de grão determinados para

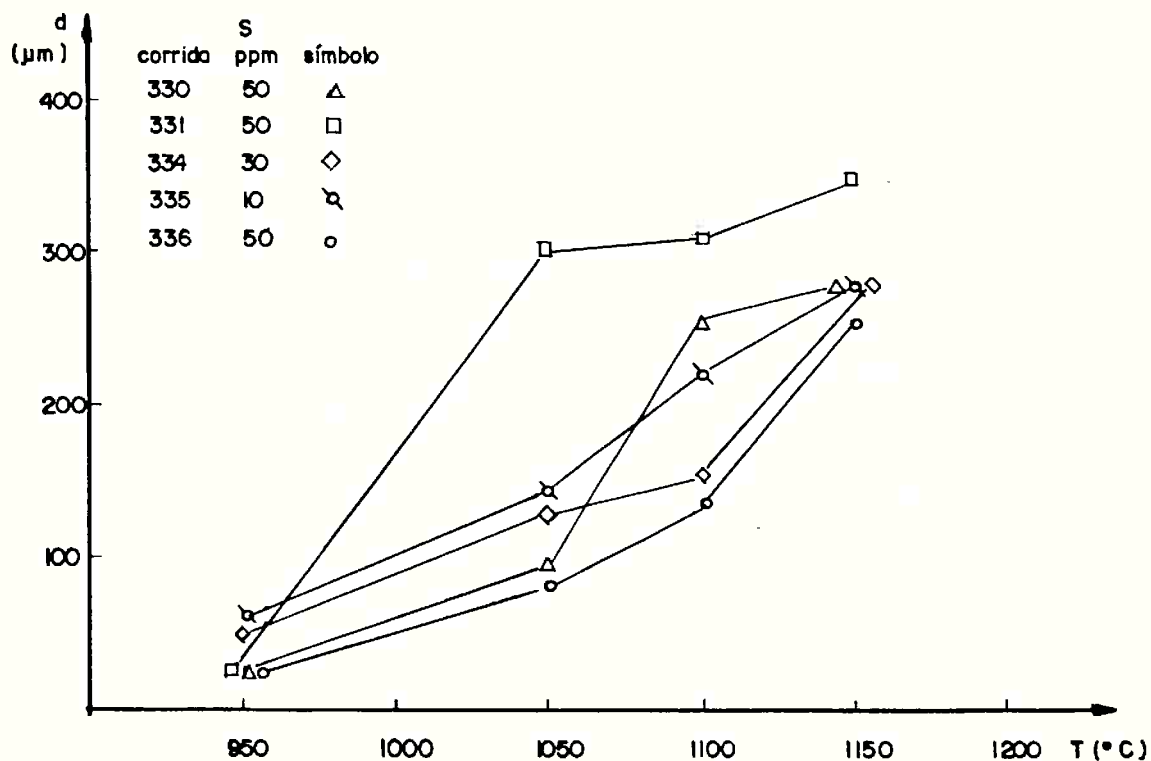


Figura 40: Efeito da temperatura de recozimento no tamanho de grão de corpos de prova recozidos por 4h.

estas ligas são apresentados na figura 40, podendo-se notar os valores substancialmente maiores apresentados pelos corpos de prova da corrida 331.

O teor de enxofre e de oxigênio destas ligas é comparável, podendo-se inferir que tenham semelhantes frações volumétricas de inclusões. Para verificar a hipótese de que o tamanho de grão pudesse ser afetado pelo número de inclusões, efetuaram-se contagens de inclusões identificáveis em microscópio ótico (dimensões acima de  $1,5 \mu\text{m}$ ), cujos resultados são apresentados na tabela 14. Obteve-se um número pequeno de inclusões por campo observado e uma grande dispersão dos resultados, provavelmente devido ao baixo teor de enxofre e oxigênio das amostras. Com base nos resultados da tabela 14 não é possível, portanto, estabelecer uma correlação entre o número de inclusões e os tamanhos de grão dessas amostras.

Tabela 14: Contagens de inclusões maiores de  $1,5 \mu\text{m}$  em campos de diâmetro  $380 \mu\text{m}$ , aumento 400X.

Material Ciclo	Número de inclusões por campo		
	330	331	336
C1( $950^{\circ}\text{C}$ , 4 h)	5,1( $\pm$ 1,4)	4,4( $\pm$ 2,1)	2,6( $\pm$ 2,1)
C2( $1050^{\circ}\text{C}$ , 4 h)	2,3( $\pm$ 1,2)	2,2( $\pm$ 2,0)	3,0( $\pm$ 1,8)
C6( $1100^{\circ}\text{C}$ , 4 h)	1,2( $\pm$ 1,0)	1,7( $\pm$ 1,4)	3,8( $\pm$ 1,8)
C 8( $1150^{\circ}\text{C}$ , 4 h)	2,4( $\pm$ 1,1)	1,7( $\pm$ 1,3)	3,5( $\pm$ 2,7)

NOTA: Os valores entre parêntesis correspondem ao desvio padrão relativo a contagens de inclusões em 40 campos.

Por outro lado, a observação da microestrutura das três corridas mostrou que já no recozimento a  $1050^{\circ}\text{C}$  por 1 h a corrida 331 apresentava recristalização secundária, o que não ocorria para as demais, como se nota nas figuras 41, 42 e 43. Como foi visto no capítulo 4, a ocorrência de recristalização secundária se dá para materiais que sofreram - grau de redução a frio superior a 90% (30). Os três materiais aqui discutidos sofreram redução a frio de 83%, o que não seria suficiente, por si só, para provocar aquele fenômeno. - Portanto, alguma hipótese adicional deve ser buscada para explicar o comportamento dos corpos de prova que o apresentam.

Um exame sistemático da estrutura bruta de laminação a quente de uma série adicional de corridas da liga ferro 47,5% níquel de mesmo processamento revelou a ocorrência - eventual de estrutura não completamente recristalizada, como - mostra a figura 44, possivelmente creditável a diferenças na temperatura final de laminação à quente. Caso tenha ocorrido evento semelhante na laminação à quente da corrida 331, o encruamento da laminação a frio realizado sobre uma estrutura - não completamente recristalizada pode ter oferecido condições para a ocorrência de recristalização secundária.

O comportamento diferenciado do crescimento de grão destas três corridas, ainda que imprevisto, ofereceu entretanto um aspecto adicional para a discussão do efeito do - tamanho de grão nas propriedades magnéticas.

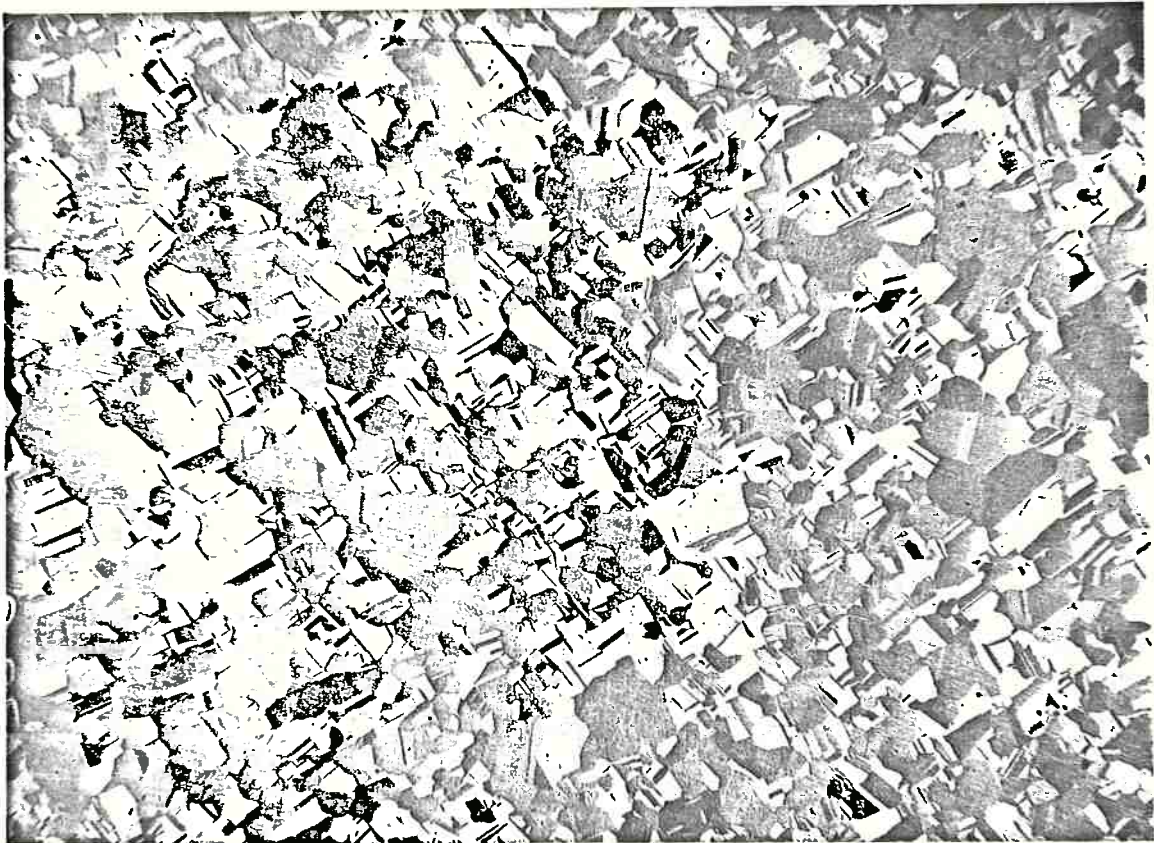


Figura 41: Aspecto da microestrutura de plano paralelo à superfície de chapa da corrida 330, recozida por 01 h a 1050°C (Aumento 25X).



Figura 42: Aspecto da microestrutura de plano paralelo a superfície de chapa da corrida 331, recozida por 01 h a 1050°C (Aumento 25X).

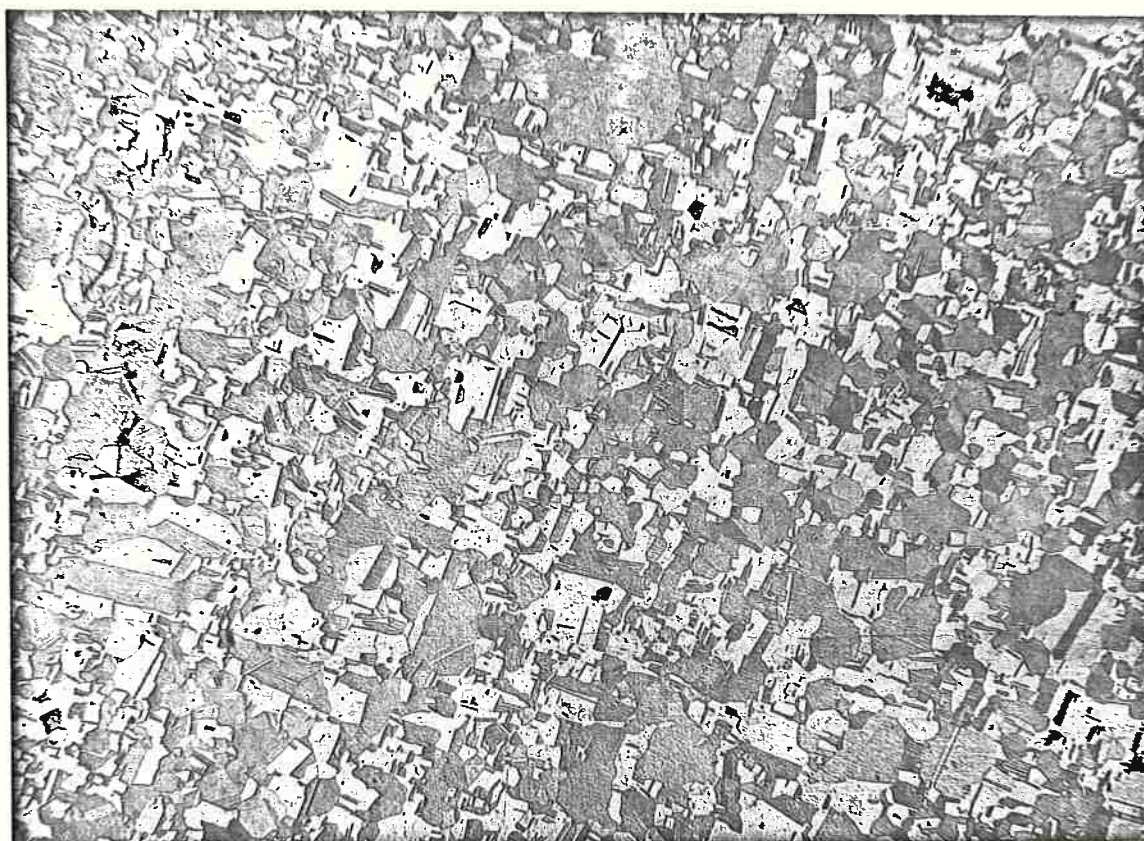


Figura 43: Aspecto da microestrutura de plano paralelo à superfície de chapa da corrida 336, recozida por 01 h a  $1050^{\circ}\text{C}$  (Aumento 25X).

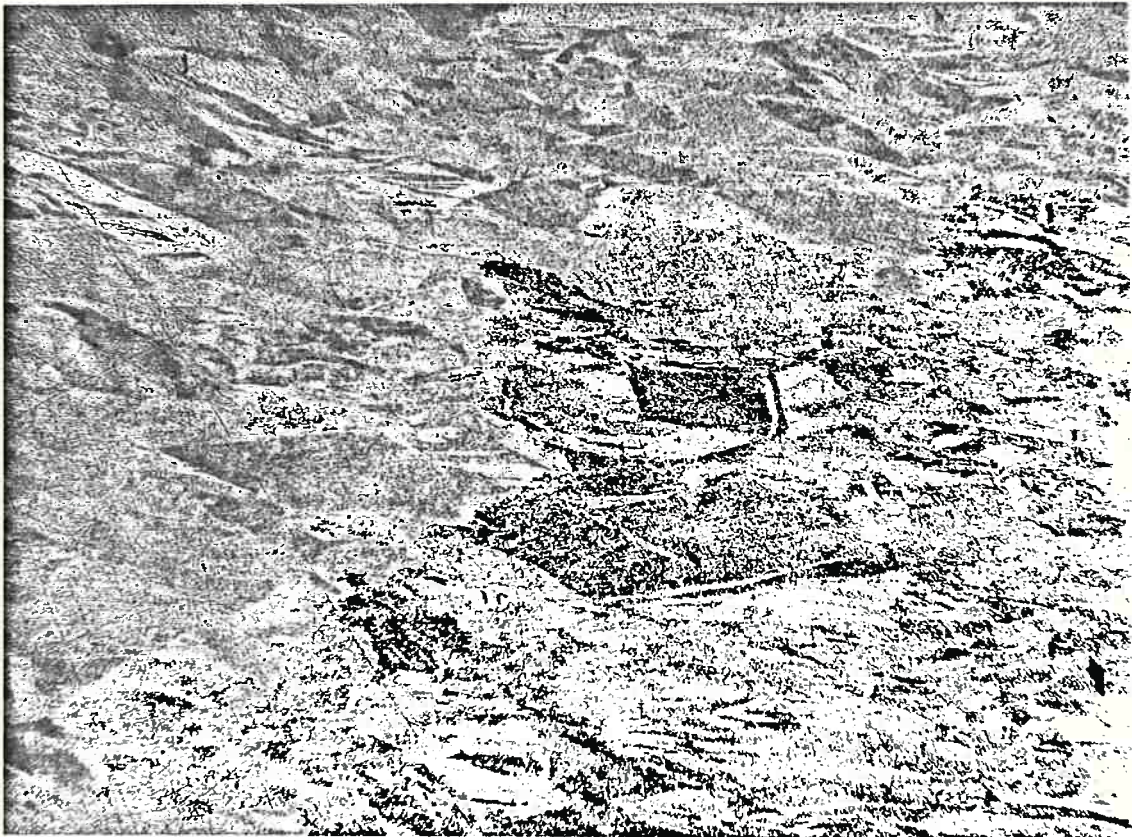


Figura 44: Microestrutura de amostra laminada à quente, espessura de 6 mm, de liga ferro 47,5% níquel. (Aumento 100X).



Considerando-se agora o comportamento do crescimento de grão em função do teor de enxofre, excluindo-se os casos em que ocorreu recristalização secundária, nota-se na figura 40 que as corridas com menor teor de enxofre apresentam maior tamanho de grão. Considerando o comportamento das corridas 336, 334 e 335, de teor de enxofre respectivamente 50, 30 e 10 ppm, pode-se sugerir que o crescimento de grão é inversamente proporcional ao teor de enxofre dos materiais, ou dito de outro modo, a diminuição da fração volumétrica de inclusões corresponde a um aumento do tamanho de grão em toda a faixa de temperaturas:

Sintetizando:

1. O aumento da temperatura de recozimento provocou aumento do tamanho de grão (distância média entre interfaces, incluindo maclas).

2. Em materiais com crescimento de grão normal (sem recristalização secundária), quanto menor o teor de enxofre, maior o tamanho de grão obtido no recozimento.

3. Ocorreu recristalização secundária no recozimento da corrida 331 a partir de  $1050^{\circ}\text{C}$ , e da corrida 330 a partir de  $1100^{\circ}\text{C}$ , resultando nos maiores tamanhos de grão da série investigada.

#### 8.5. EFEITO DA TEMPERATURA DE RECOZIMENTO NO CAMPO COERCITIVO

Tendo discutido, no item 8.4, os efeitos do recozimento em características metalúrgicas da liga ferro 47,5% níquel, passa-se agora à discussão do efeito da temperatura de recozimento em uma das propriedades magnéticas que são aqui investigadas, o campo coercitivo. No item seguinte será discuti-

da a relação entre os efeitos magnéticos e metalúrgicos do recozimento.

A figura 45 mostra o efeito da temperatura de recozimento no campo coercitivo dos corpos de prova tratados por 4h sob atmosfera de hidrogênio. Nota-se que o campo coercitivo diminui com o aumento da temperatura de recozimento, confirmando as informações da literatura apresentadas no item 4.2.

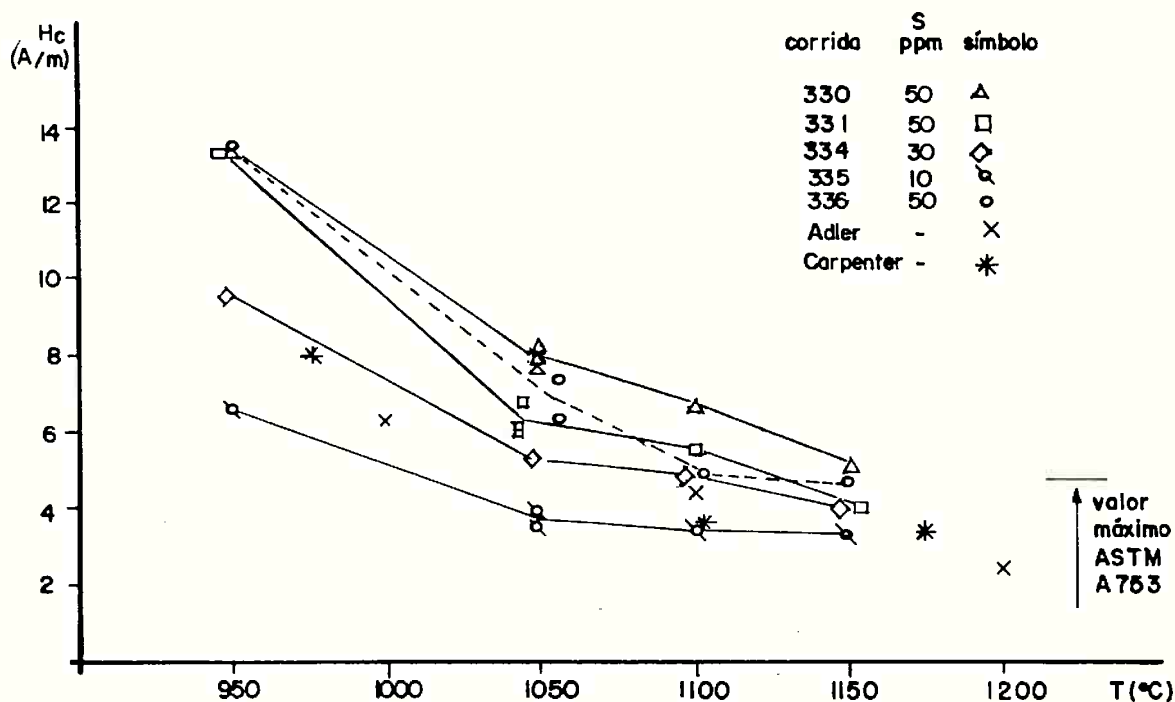


Figura 45: Efeito da temperatura de recozimento no campo coercitivo de corpos de prova tratados por 4h sob atmosfera de hidrogênio. Apresenta-se também resultados de literatura, para efeito de comparação (34,35).

Pode-se observar também que os materiais com menor teor de enxofre (corridas 334 e 335, teores de enxofre de 30 e 10 ppm, respectivamente) apresentam campo coercitivo mais baixo que aqueles referentes às corridas 330, 331 e 336, de teor de enxofre 50 ppm. Estes resultados contestam aqueles de Adler et al (35), que não observaram uma "clara relação" entre teor de impurezas e campo coercitivo em seus experimentos.

Para a temperatura de  $1050^{\circ}\text{C}$  foram realizadas repetições dos ciclos de recozimento, apresentando-se os valores obtidos para os campos coercitivos na tabela 12 (item 8.2.2) e na figura 45. Estes resultados confirmam as observações acima. O conjunto de resultados indica que, para atender ao limite estabelecido pela norma ASTM A 753-85 ( $H_c \leq 4,8 \text{ A/m}$ ), são necessários baixos teores de enxofre e/ou alta temperatura de recozimento. O valor do campo coercitivo obtido pelo corpo de prova da corrida 335, recozido a  $1100^{\circ}\text{C}$  é semelhante aos apresentados por pesquisadores da Carpenter (34), fabricante de materiais magnéticos, e por Adler e Pfeiffer (35) em recozimentos à mesma temperatura.

Tendo sido constatado o efeito da temperatura de recozimento e do teor de enxofre no campo coercitivo, será analisada a seguir a possibilidade de interpretação destes resultados em função do relacionamento entre o campo coercitivo, o tamanho de grão e o teor de enxofre.

#### 8.6. EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO E DO TEOR DE ENXOFRE NO CAMPO COERCITIVO

É interessante investigar, inicialmente, o efeito do tamanho de grão no campo coercitivo das tres corridas -

que apresentam teor de enxofre semelhante, evitando assim a interferência de efeitos de diferentes frações volumétricas de inclusões.

A figura 46 reúne todos os resultados experimentais de tamanho de grão e campo coercitivo referentes aos corpos de prova das corridas 330, 331 e 336. Utilizou-se a mesma forma de correlação adotada por Adler e Pfeifer (35), onde o campo coercitivo é considerado como função linear do inverso do tamanho de grão. Uma regressão linear realizada com estes pontos experimentais resultou na reta apresentada na figura 46, que obedece à seguinte equação:

$$H_c = 4,61 + 277 \left( \frac{1}{d} \right) \quad (\text{A/m}) \quad (29)$$

sendo  $d$  o tamanho de grão, em  $\mu\text{m}$ ,  
coeficiente de correlação  $R = 0,91$

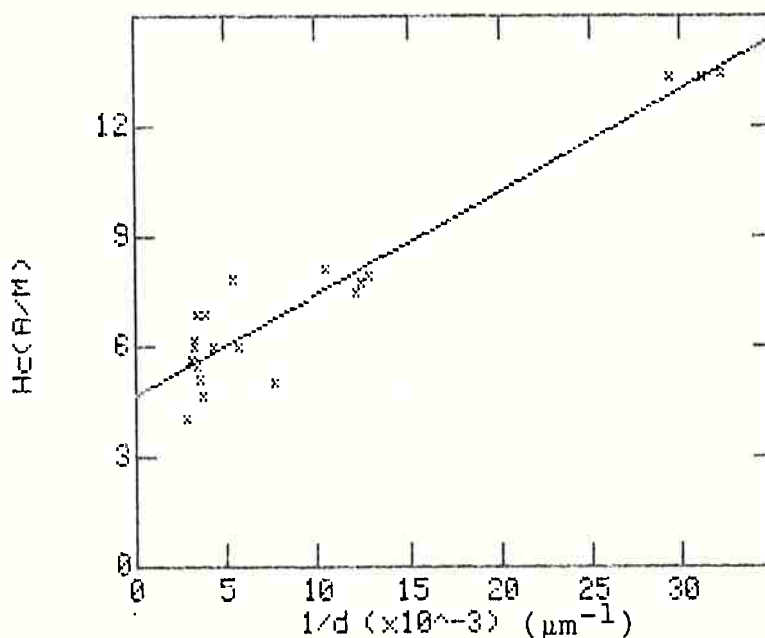


Figura 46: Relação entre tamanho de grão ( $d$ ) e campo coercitivo,  $H_c$  para os valores referentes às corridas de mesmo teor de enxofre (330, 331 e 336).

O coeficiente angular desta equação experimental é semelhante àquele obtido por Adler e Pfeiffer(35) na equação 21, abaixo reapresentada:

$$H_c = 0,8 + 290 \left( \frac{1}{d} \right) \quad (\text{A/m})$$

Por outro lado, a figura 47 mostra que, para a corrida 331 nas condições de recozimento em que ocorreu recristalização secundária, a variação do campo coercitivo não pode ser analisada em função do tamanho de grão, ao contrário do que se pode observar para as corridas 330 e 336, conforme figura 48.

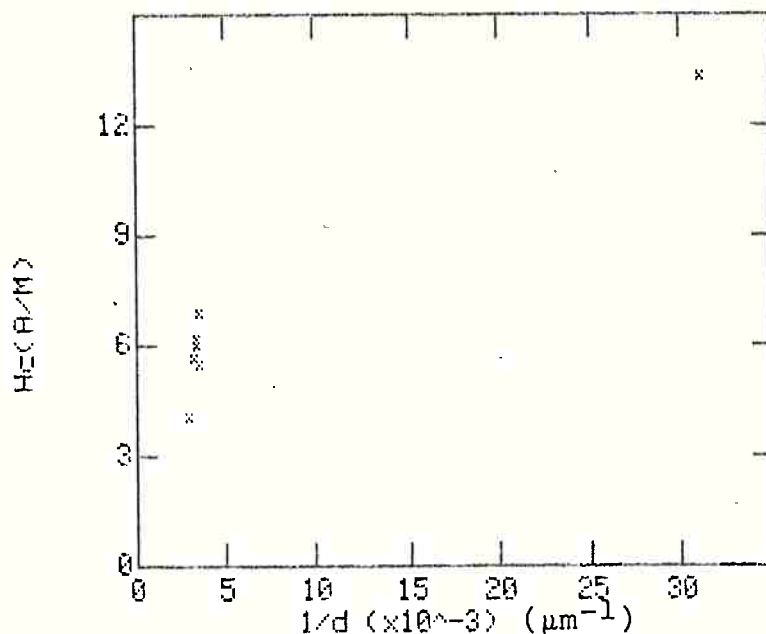


Figura 47: Relação entre tamanho de grão e campo coercitivo para a corrida 331.

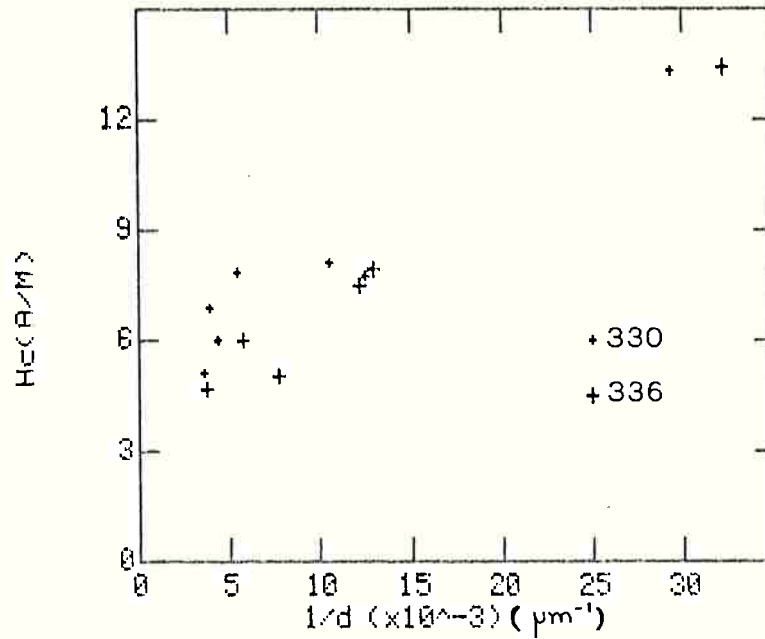


Figura 48: Relação entre tamanho de grão e campo coercitivo para as corridas 330 e 336.

Como foi visto no item 8.5, esta variação do campo coercitivo dos corpos de prova da corrida 331 correlaciona-se com a temperatura de recozimento (entre 1050 e 1150 °C). A diminuição do campo coercitivo com o aumento da temperatura de recozimento, que nesta corrida se dá sem variação significativa do tamanho de grão, pode ser atribuída ao coalescimento de inclusões. De fato, foi visto no item 4.4.3, Adler e Pfeiffer (35) mostraram que a diminuição do número de inclusões com o aumento da temperatura de recozimento é apreciável, contribuindo para a diminuição do campo coercitivo.

Se a variação do campo coercitivo da corrida - 331, de 6,8 A/m a 1050°C para 4,0 A/M a 1150°C, pode ser explicada por esta hipótese, é possível questionar a relação de causalidade entre tamanho de grão e campo coercitivo mesmo - nos corpos de prova das corridas 330 e 336. Bozorth (66) afirma, em relação ao comportamento magnético de aço silício, que o efeito do tamanho de grão é controverso. Segundo aquele autor, as variações da temperatura de recozimento que promovem a melhoria das propriedades magnéticas também provocam o crescimento de grão, mas por outro lado, o tamanho de grão é afetado pela quantidade de impurezas, que tem elas mesmas um efeito direto nas propriedades magnéticas.

O efeito das impurezas pode ser analisado comparando-se na figura 49, o comportamento das corridas com diferentes teores de enxofre. Apesar dos corpos de prova da corrida 331 recozidas entre 1050 e 1150°C terem apresentado maior tamanho de grão que aqueles das corridas 334 e 335, como foi mostrado na figura 40, os campos coercitivos destes foram menores que os obtidos na corrida 331. Nesta comparação, o efeito da fração volumétrica de inclusões, decorrente do teor de enxofre, mostrou-se mais importante que o efeito do tamanho de grão.

Seguindo esta linha de raciocínio, a diminuição do campo coercitivo observada na figura 45, entre 1100 e 1150°C, pode ter uma contribuição adicional devida à dessulfuração que foi constatada nas corridas 330, 331 e 336, conforme já apresentado na tabela 6.

Ainda que a fração volumétrica de inclusões tenha efeito importante sobre o campo coercitivo, como foi visto acima, existe uma correlação entre campo coercitivo e tamanho de grão mesmo nos materiais de menor teor de enxofre, como mostra a figura 49.

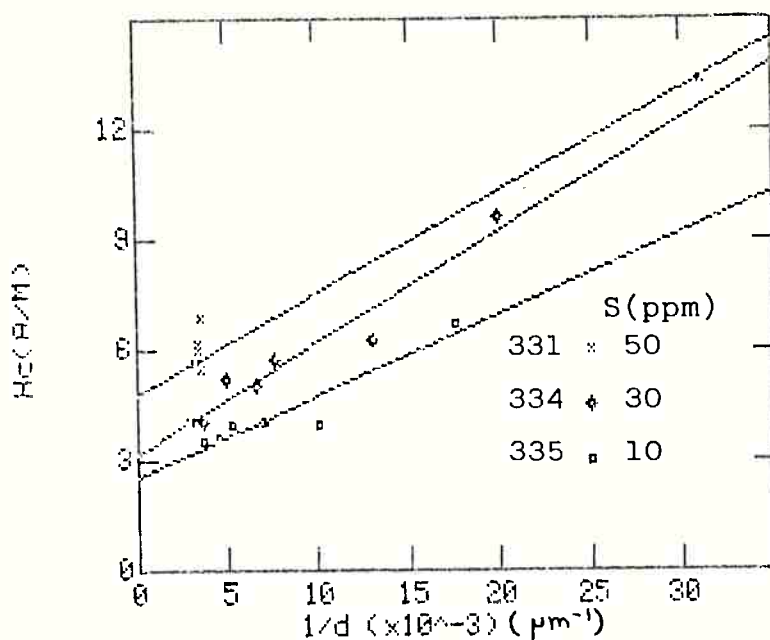


Figura 49: Relação entre tamanho de grão e campo coercitivo para as corridas 331, 335 e 336, de diferentes teores de enxofre.

A tabela 15 apresenta informações sobre as regressões lineares realizadas com os dados de cada corrida para a correlação entre campo coercitivo e o inverso do tamanho de grão. Pode-se notar a semelhança entre os valores do coeficiente angular aqui obtidos, o valor experimentalmente obti



do por Adler e Pfeiffer(35), e o valor teórico calculado pelos mesmos autores segundo a expressão 20. Este conjunto de dados oferece uma forte indicação da validade da relação causal entre tamanho de grão e campo coercitivo, mesmo para diferentes teores de enxofre.

Tabela 15: Dados relativos à regressão linear realizada com os valores experimentais de campo coercitivo e o inverso do tamanho de grão, comparados aos valores experimental e teórico obtidos por Adler e Pfeiffer(35).

$$H_c = a + b\left(\frac{1}{d}\right) \text{ onde } d \text{ é o tamanho de grão } (\mu\text{m}).$$

Corrida	a	b	R
330	5,11	273	0,955
331	4,74	274	0,96
334	3,13	301	0,96
335	2,50	220	0,94
336	3,58	307	0,986
teórico(30)	-	290	-
experimental(35)	0,8	290	-

Pode-se resumir o efeito da temperatura de recozimento no campo coercitivo da liga ferro 47,5% níquel por meio das seguintes conclusões:

1. O aumento da temperatura de recozimento promove a diminuição do campo coercitivo.

2. A diminuição do teor de enxofre das ligas favorece a diminuição do campo coercitivo.

3. Existe uma correlação entre o aumento do tamanho de grão e a diminuição do campo coercitivo, descrito por uma equação do tipo:

$$H_c = a + b \left( \frac{1}{d} \right) \text{ onde } d \text{ é o tamanho de grão } (\mu\text{m}).$$

O coeficiente angular experimentalmente obtido - para esta correlação ( $b = 275$ ), confirma a previsão teórica baseada em Mager (30) ( $b = 290$ ).

A seguir passa-se à discussão do efeito da temperatura de recozimento na permeabilidade máxima da liga ferro - 47,5% níquel.

## 8.7. EFEITO DA TEMPERATURA DE RECOZIMENTO NA PERMEABILIDADE MÁXIMA

A figura 50 mostra que o aumento da temperatura de recozimento promoveu elevação da permeabilidade máxima, confirmando as informações de literatura apresentadas no item 4.2. Observou-se uma ligeira dispersão dos resultados de permeabilidade máxima em ciclos idênticos a 1050°C, que não compromete a conclusão acima.

Nota-se, na mesma figura, que as corridas de menor teor de enxofre apresentaram maior permeabilidade máxima que as demais. O conjunto de resultados indica que somente a corrida de mais baixo teor de enxofre atenderia ao limite estabelecido pela norma ASTM A753-85 ( $\mu_{\max} > 100.000$ ). Para efeito de comparação, a figura apresenta ainda o valor obtido em materiais fabricados pela empresa Carpenter (8), em condições semelhantes de recozimento.

Da mesma maneira que no caso do campo coercitivo, é admissível que o efeito da temperatura de recozimento na permeabilidade máxima se deva, pelo menos em parte, a variações do tamanho de grão. Esta hipótese será analisada no próximo item.

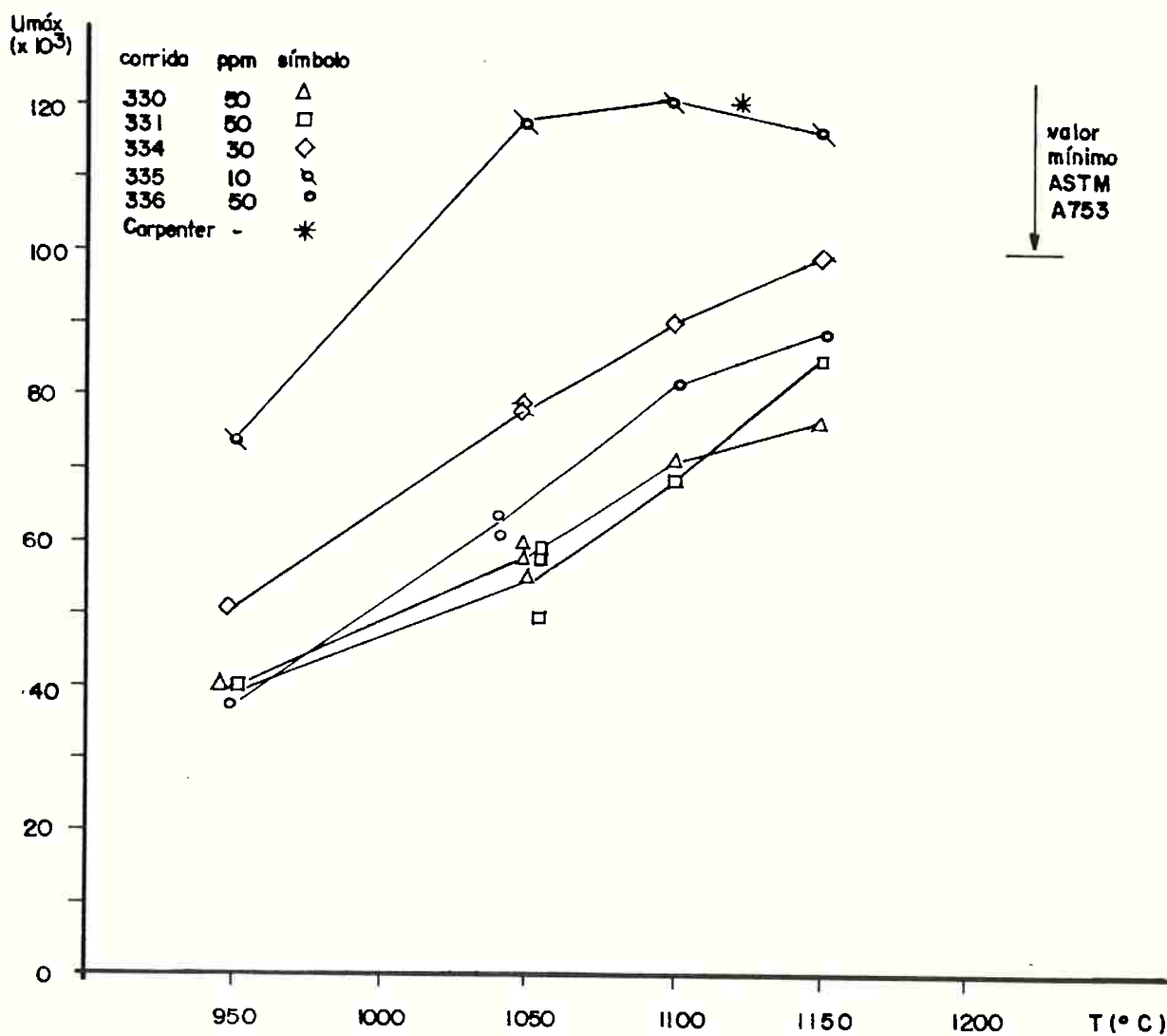


Figura 50: Efeito da temperatura de recozimento na permeabilidade máxima de corpos de prova das cinco corridas de liga ferro 47,5% níquel. Tempo de recozimento, 4 horas. Os pontos relativos a recozimento a 1050 °C encontram-se deslocados para facilitar a leitura da figura.

### 8.8. EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO NA PERMEABILIDADE MÁXIMA

A figura 51 mostra os valores de tamanho de grão e permeabilidade máxima encontrados no programa experimental. Con<sub>u</sub> figura-se uma tendência de aumento da permeabilidade máxima - com o aumento do tamanho de grão, para a qual a literatura não oferece uma forma de correlação direta. Será proposta, a se<sub>u</sub> guir, uma forma de correlação baseada nos modelos teóricos di<sub>u</sub> cutidos nos itens 3.3.5 e 3.3.6, nos quais se considera que - tanto a permeabilidade máxima quanto o campo coercitivo são de<sub>u</sub> terminados pela movimentação irreversível de paredes de domí<sub>u</sub> nio.

Inicialmente desenvolve-se uma relação teórica entre permeabilidade máxima e campo coercitivo. Com base nesta rela<sub>u</sub> ção e na relação entre campo coercitivo e tamanho de grão, di<sub>u</sub> cutida no item 8.6, será estabelecida uma relação entre permea<sub>u</sub> bilidade máxima e tamanho de grão, confrontada a seguir com os resultados experimentais deste trabalho.

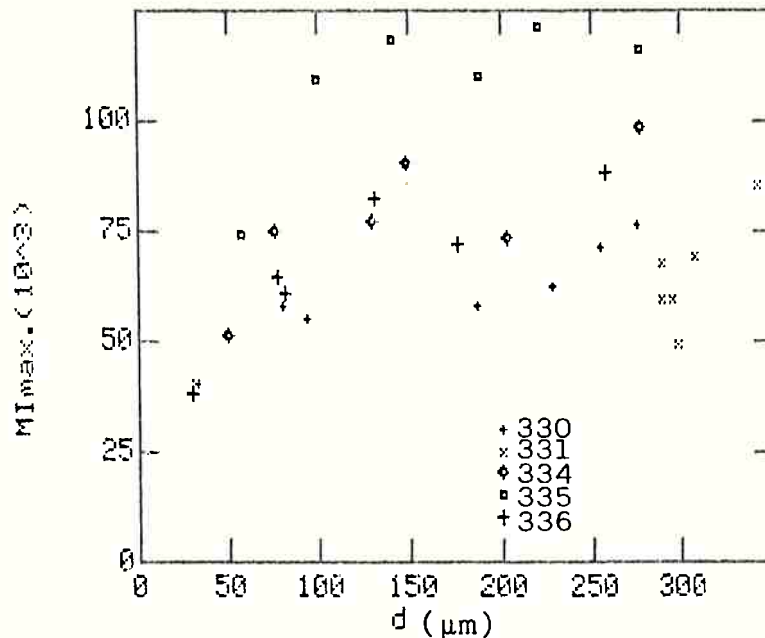


Figura 51: Valores de tamanho de grão e permeabilidade máxima para os corpos de prova das corridas 330, 331, 334, 335 e 336.

#### 8.8.1. Proposição de uma equação de correlação entre tamanho de grão e permeabilidade máxima

De acordo com Chikazumi (28), a permeabilidade máxima de materiais com anisotropia magnetocristalina cúbica e - distribuição aleatória de orientações cristalinas dos grãos - pode ser descrita pela expressão 17 (item 3.3.5):

$$\mu_{\max} \approx \frac{0,5 B_s}{\mu_o H_o} \quad (\text{adimensional}) \quad (17)$$

onde  $B_s$  é a indução de saturação (T)

e  $H_o^0$  é o campo crítico para movimentação irreversível de paredes de domínio (A/m)

Chikazumi propõe também uma relação entre o campo crítico e o campo coercitivo (item 3.3.6).

$$H_c = 1,2 H_o^0 \quad (\text{A/m}) \quad (19)$$

Combinando as expressões 17 e 19, propõe-se aqui, relações entre permeabilidade máxima e campo coercitivo, dadas pelas expressões:

$$\mu_{\max} = \frac{0,5 B_s}{\mu_o} \cdot \left(\frac{1,2}{H_c}\right) \quad (\text{adimensional}) \quad (30)$$

ou

$$\frac{1}{\mu_{\max}} = \frac{\mu_o}{0,5 B_s} \left(\frac{H_c}{1,2}\right) \quad (\text{adimensional}) \quad (31)$$

A expressão 31 oferece uma relação linear entre o inverso da permeabilidade máxima e o campo coercitivo, cujo coeficiente angular para a liga ferro 47,5% níquel ( $B_s = 1,55T$ ) é dado por:

$$\frac{\mu_o}{0,6 B_s} = 1,35 \times 10^{-6} \quad (\text{m/A}) \quad (32)$$

Pode-se confrontar esta relação, prevista teoricamente, com os valores experimentais de permeabilidade máxima e campo coercitivo apresentados na figura 52, segundo a forma de correlação proposta na expressão 31. A regressão linear pelo método dos mínimos quadrados, realizada com aquele conjunto de dados, resulta na equação abaixo, com coeficiente de correlação  $R = 0,93$ .

$$\frac{1}{\mu_{\max}} = 4,33 \times 10^{-6} + 1,64 \times 10^{-6} \cdot H_c$$

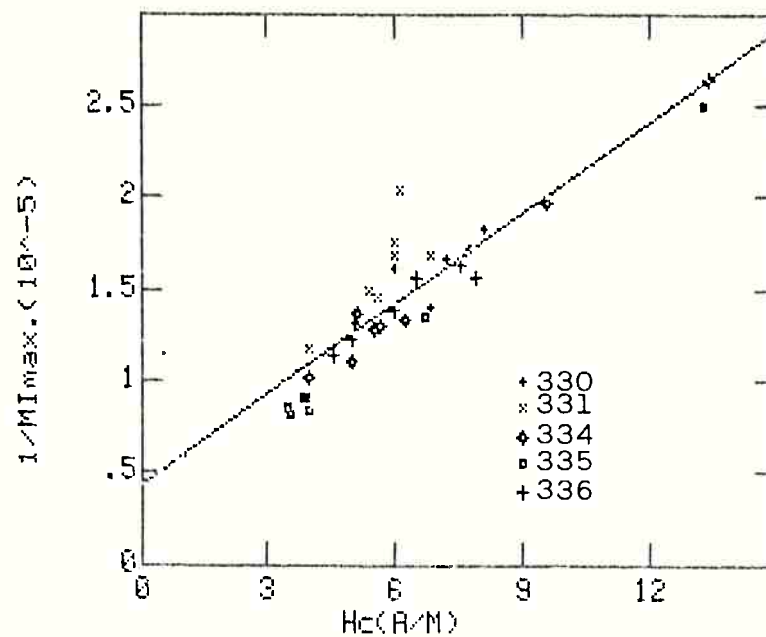


Figura 52: Relação entre campo coercitivo ( $H_c$ ) e o inverso da permeabilidade máxima ( $1/M_{i\max}$ ) para o conjunto de dados do programa experimental. Os valores correspondentes às corridas 330, 331, 334, 335 e 336 são identificados.

A evidência experimental de uma relação linear entre campo coercitivo e o inverso da permeabilidade máxima, bem como a semelhança entre os valores de coeficiente angular obtidos teórica e experimentalmente, corroboram a validade da correlação proposta.

Levando em conta, agora, que Adler e Pfeiffer (35) propuseram uma relação entre campo coercitivo e tamanho de grão (equação 18b, item 4.4.1), torna-se possível estabelecer uma relação entre permeabilidade máxima e tamanho de grão.



A relação teórica entre campo coercitivo e tamanho de grão, dada pela expressão 18b, pode ser reescrita levando em consideração a equação experimental obtida por Adler e Pfeiffer, expressão 21, resultando em:

$$H_c = A + 3 \frac{\gamma}{M_s} \left(\frac{1}{d}\right) \times 10^6 \quad (\text{A/m}) \quad (34)$$

onde A é variável independente do tamanho de grão

$\gamma$  é a energia de parede de domínio ( $\text{J/m}^2$ )

$M_s$  é a magnetização de saturação (T)

d é o tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ )

Combinando esta expressão de campo coercitivo com a expressão 31, que relaciona permeabilidade máxima e campo coercitivo, obtém-se:

$$\frac{1}{\mu_{\max}} = \frac{\mu_0}{0,6 B_s} \left[ A + 3 \frac{\gamma}{M_s} \left(\frac{1}{d}\right) \cdot 10^6 \right] \quad (35)$$

Esta expressão serve de base para o equacionamento dos valores experimentais de permeabilidade máxima e tamanho de grão.

#### 8.8.2. Relações experimentais entre tamanho de grão e permeabilidade máxima

As figuras 53 e 54 mostram os valores experimentais de permeabilidade máxima e tamanho de grão, dispostos graficamente de acordo com a expressão 35. As regressões lineares realizadas resultam em equações cuja forma geral é:

$$\frac{1}{\mu_{\max}} = p + q \left(\frac{1}{d}\right) \quad (36)$$

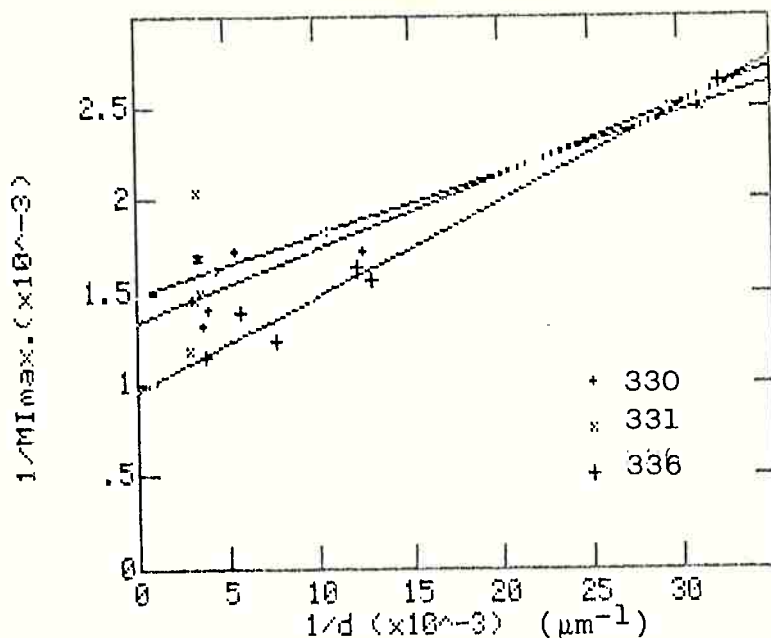


Figura 53: Relação entre o inverso da permeabilidade máxima ( $M_i$  MAX) e o inverso do tamanho de grão ( $d$ ), para os resultados experimentais de corpos de prova recozidos das corridas 330, 331 e 336, de mesmo teor de enxofre (50 ppm).

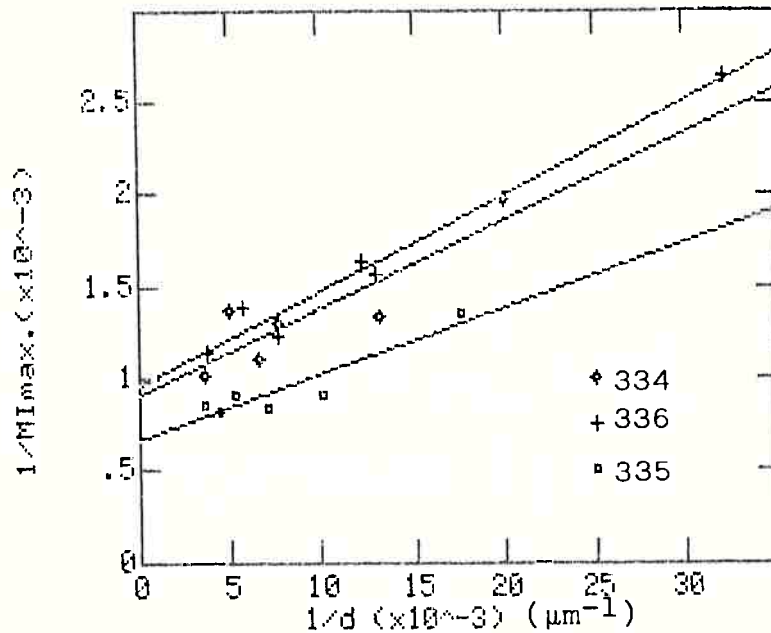


Figura 54: Relação entre o inverso da permeabilidade máxima ( $M_i$  MAX) e o inverso do tamanho de grão ( $d$ ), para os resultados experimentais de corpos de prova recozidos das corridas 336, 334 e 335, de teor de enxofre, respectivamente, 50, 30 e 10 ppm.

Os resultados experimentais relativos a cada corrida, mostrados nas figuras 53 e 54, e os coeficientes de correlação obtidos para as regressões lineares (tabela 16) sugerem que exista, de fato, uma relação entre permeabilidade máxima e tamanho de grão segundo o equacionamento proposto. Assim como em situações anteriormente descritas, a corrida 331 apresenta comportamento anômalo, que será discutido em apêndice.

Os parâmetros  $p$  e  $q$  das regressões lineares - podem ser associados ao equacionamento da expressão 35, segundo as expressões:

$$p = \frac{A \mu_o}{0,6 B_s} \quad (\text{adimensional}) \quad (37)$$

$$q = \frac{3\gamma_i}{M_s} \times 10^6 \times \frac{\mu_o}{0,6 B_s} \quad (\mu\text{m}^{-1}) \quad (38)$$

Deve existir, portanto, uma relação entre o parâmetro  $q$  e certas constantes físicas da liga ferro 47,5% níquel, como a indução de saturação e a magnetização de saturação (1,55 T) e a energia de paredes de domínios ( $1,48 \times 10^{-4}$  J/m<sup>2</sup>) calculada por Pfeifer et al (30).

Tabela 16: Dados relativos às regressões lineares realizadas com valores experimentais de permeabilidade máxima e tamanho de grão, para a expressão.

Corrida	$p (x10^{-5})$	$q(x10^{-4})$	R
330	1,335	3,94	0,95
331	1,48	3,27	0,80
334	0,907	4,70	0,88
335	0,667	3,60	0,93
336	0,955	5,10	0,98

Um reforço para corroborar o modelo proposto pode ser encontrado na avaliação dos valores experimentais obtidos para a constante  $3 \gamma/M_s$ , calculados a partir dos coeficientes angulares  $q$  da tabela 16, comparando-os com o valor teórico calculado segundo dados referentes à liga ferro 47,5% níquel, fornecidos anteriormente. Estes valores são comparados na tabela 17, a partir das expressões 39 e 40, abaixo:

$$\left(\frac{3 \gamma}{M_s}\right)_{\text{teórico}} = \frac{3 \times 1,48 \times 10^{-4}}{1,55} = 2,86 \times 10^{-4} \quad (\text{A}) \quad (39)$$

$$\left(\frac{3 \gamma}{M_s}\right)_{\text{exp}} = q \cdot \frac{0,6 B_s}{\mu_0} \times 10^{-6} \quad (\text{A}) \quad (40)$$

Tabela 17: Valores experimentais e valor teórico de  $\frac{3 \gamma}{M_s}$ , obtidos a partir da tabela 16.

Corrida	$3 \frac{\gamma}{M_s} \quad (\times 10^{-4})$
330	2,91
331	2,41
334	3,48
335	2,66
336	3,77
Valor médio	3,04
Desvio padrão	0,50
Valor teórico	2,86

A semelhança entre os valores experimentais encontrados e o valor teórico previsto pode ser considerada uma importante evidência da validade do modelo proposto.

As diferenças apresentadas pela constante  $p$  na tabela 16 sugerem a existência de outros efeitos, provavelmente do teor de enxofre, nesta constante, fato que está de acordo com a constatação de Adler e Pfeiffer (35), de que a constante  $A$  da expressão 34, e portanto da expressão 37, é função do número de inclusões com diâmetro entre 0,5 e 0,02  $\mu\text{m}$ .

É conveniente resumir, aqui, as conclusões relativas ao efeito da temperatura de recozimento e do tamanho de grão na permeabilidade máxima:

1. O aumento da temperatura de recozimento promove o aumento da permeabilidade máxima.

2. O aumento da temperatura de recozimento provoca um aumento no tamanho de grão.

3. É possível estabelecer uma relação teórica - entre tamanho de grão,  $d(\mu\text{m})$ , e permeabilidade máxima, dada pela equação

$$\mu_{\text{max}} = \frac{0,6 B_s}{\mu_o} \left[ A + \frac{3\gamma}{M_s} \left( \frac{1}{d} \right) \cdot 10^6 \right]^{-1}$$

4. Os resultados experimentais confirmam a existência de uma relação linear entre o inverso da permeabilidade máxima e o inverso do tamanho de grão, correspondente à equação acima:

$$\frac{1}{\mu_{\text{max}}} = p + q \left( \frac{1}{d} \right)$$

5. O valor da constante ( $\frac{3 \gamma}{M_S}$ ), calculado a partir dos resultados experimentais, é semelhante ao valor calculado teoricamente, corroborando a validade da relação proposta.

Sintetizando, o aumento da permeabilidade máxima que é obtido com recozimento em temperaturas crescentes pode ser interpretado através do efeito do tamanho de grão na permeabilidade máxima.

O tamanho de grão, entretanto, não é a única variável a afetar a permeabilidade máxima. O teor de enxofre - tem contribuição significativa, como foi mostrado no item 8.7, com efeito independente do tamanho de grão. A textura, por outro lado, pode interferir no efeito do tamanho de grão, sendo uma hipótese plausível para a interpretação da dispersão de valores obtidos para a constante  $q$  na tabela 16. O efeito da textura é um tema interessante para a continuidade desta investigação, e o comportamento anômalo da corrida 331, discutido em apêndice, oferece evidências nesta direção.

CAPÍTULO 9

CONCLUSÕES

## 9. CONCLUSÕES

O exame dos resultados experimentais - relativos ao efeito da temperatura de recozimento nas propriedades magnéticas de cinco corridas de liga ferro 47,5% níquel - permite as seguintes conclusões quanto ao processamento metalúrgico.

1. O aumento da temperatura de recozimento, entre 950 e 1150°C, conduziu ao aumento da permeabilidade máxima e diminuição do campo coercitivo.

2. Quanto menor o teor de enxofre do material, entre 50 e 10 ppm, maior a permeabilidade máxima e menor o campo coercitivo obtidos no recozimento.

3. Os limites estabelecidos em norma ASTM A 753-85 (permeabilidade máxima maior que 100.000 e campo coercitivo menor que 4,8 A/m) só foram alcançados em corpos de prova da corrida com teor de enxofre de 10 ppm, dentro do intervalo de temperaturas de recozimento investigado.

Mostrou-se possível interpretar o efeito da temperatura de recozimento, acima citado, através de relações entre tamanho de grão e propriedades magnéticas.

4. Foi constatado que o aumento da temperatura - de recozimento promoveu um aumento do tamanho de grão.

5. Obteve-se correlações lineares entre o campo coercitivo e o inverso do tamanho de grão para cada uma das corridas investigadas, e o coeficiente angular médio encontrado ( $275 \pm 31$  para tamanho de grão em  $\mu\text{m}$ ) é consistente - com aquele apresentado na literatura, 290, segundo Pfeifer - et al (30), que corresponde ao valor teoricamente calculado a partir da constante  $3 \frac{\delta}{M_s}$ .



6. Dada a inexistência de informações de literatura, quanto a relação entre tamanho de grão e permeabilidade máxima, propõe-se aqui uma forma de correlação que parte das relações entre permeabilidade máxima e campo coercitivo propostas por Chikazumi, combinada com a relação entre campo coercitivo e tamanho de grão proposta por Adler et al, resultando na expressão:

$$\mu_{\max} = \frac{0,6Bs}{\mu_0} \left( \frac{1}{A + 3 \frac{\gamma}{M_s} \left( \frac{1}{d} \right) 10^6} \right) \quad (\text{adimensional})$$

onde A é uma constante experimental  
e d é o tamanho de grão ( $\mu\text{m}$ ).

7. Corroborando o modelo proposto, foi possível estabelecer uma relação experimental linear entre permeabilidade máxima e o inverso do campo coercitivo e uma correlação entre permeabilidade máxima e tamanho de grão dada pela equação:

$$\mu_{\max} = \frac{1}{p + q \left( \frac{1}{d} \right)}$$

O valor médio de q, relativo às cinco corridas investigadas, é  $4,1 \times 10^{-4}$  ( $\pm 0,68 \times 10^{-4}$ ), para tamanho de grão dado em  $\mu\text{m}$ .

O valor da constante p varia entre  $0,67 \times 10^{-5}$  e  $1,48 \times 10^{-5}$ , dentre as cinco corridas, e os resultados experimentais sugerem uma dependência entre o valor desta constante e o teor de enxofre.

APÉNDICE 1

CONSIDERAÇÕES SOBRE O COMPORTAMENTO MAGNÉTICO DOS CORPOS DE  
PROVA DA CORRIDA 331

Várias observações foram feitas, ao longo do capítulo 8, destacando aspectos do comportamento dos corpos de prova da corrida 331 que os diferenciam dos demais. Relembrando:

1. A corrida apresentou os maiores tamanhos de grão de toda a série estudada (figura 40). Tal comportamento está associado à ocorrência de recristalização secundária neste material, como se nota nas figuras 41, 42 e 43, que comparam o aspecto metalográfico das corridas de mesmo teor de enxofre - submetidas a recozimento por 1h a 1050<sup>o</sup>C.

2. Os corpos de prova da corrida 331 apresentaram valores de campo coercitivo menores que aqueles das corridas 330 e 336, de teor de enxofre semelhante (figura 45). Tal comportamento é consistente com a tendência geral aqui observada, de redução do campo coercitivo com o aumento do tamanho de grão.

3. Os valores de permeabilidade máxima obtidos para este material estão significativamente fora da relação linear observada entre o inverso da permeabilidade máxima e o campo coercitivo (figura 52) para o conjunto de resultados. Mais especificamente, seus valores de permeabilidade máxima são inferiores aos que seriam esperados admitindo a correlação linear acima citada.

4. Os valores de permeabilidade máxima obtidos nos corpos de prova desta corrida são inferiores aos relativos à corrida 336, de mesmo teor de enxofre (figura 50). Este comportamento não é consistente com a tendência geral observada, de aumento da permeabilidade máxima com o aumento do tamanho de grão.

Para interpretar estes resultados e considerações, - propõe-se aqui uma hipótese explicativa, que poderá ser verificada experimentalmente: o comportamento magnético - dos corpos de prova da corrida 331 pode ser explicado admitindo a existência de textura cristalina que não apresente direção cristalográfica  $\langle 001 \rangle$  no plano da superfície da chapa. Tal hipótese baseia-se nas seguintes considerações:

A. Segundo Rathenau e Custers(67), uma das texturas mais frequentemente desenvolvidas na recristalização secundária tem plano (112) paralelo à superfície da chapa. Tal plano não contém direções  $\langle 001 \rangle$  .

B. O corpo de prova utilizado nos ensaios magnéticos aqui realizados tem forma de anel, estampado a partir de chapas laminadas. O campo magnético aplicado pelo enrolamento - primário tem direção paralela ao plano da superfície da chapa.

C. Segundo as considerações feitas por Chikazumi(26), descritas no item 3.3.5, a permeabilidade máxima é afetada pela máxima movimentação de paredes de domínio (figura 12), que por sua vez depende da relação entre a direção do campo aplicado e a direção de magnetização fácil de cada cristal (figura - 13). As direções de magnetização fácil da liga ferro 47,5% níquel pertencem à família de direções  $\langle 001 \rangle$  .

D. Se os corpos de prova da corrida 331 apresentam uma textura com plano (112) paralelo à superfície da chapa, não existirão direções fáceis de magnetização no plano da superfície da chapa, e portanto não existirão direções de magnetização fácil paralelas à direção do campo aplicado. Isto implica em que a intensidade da indução magnética B obtida nestes corpos de prova, por meio de movimentação irreversível de paredes de domínio, será menor que aquela obtida em materiais com grãos em direções cristalinas aleatórias, resultando em menor permeabilidade de máxima.

E. O campo coercitivo, por outro lado, não é afetado pela existência de textura, como afirmam Adler e Pfeiffer(35). A possível existência de textura nos corpos de prova da corrida 331, portanto, não prejudica a relação entre tamanho de grão e campo coercitivo feita na observação 2 anterior.

Evidências adicionais em reforço da hipótese de existência de textura nos corpos de prova da corrida 331 podem ser encontrados na comparação das curvas de magnetização das corridas 330, 331 e 336 recozidas, por exemplo, a  $1050^{\circ}\text{C}$  por 4 h, - como mostra a figura 1 à seguir. Nota-se naquela figura que a curva de magnetização do corpo de prova da corrida 331 tem um crescimento da permeabilidade iniciado com campos magnéticos - menores que os demais. Este comportamento é consistente com seu maior tamanho de grão e menor campo coercitivo, sendo que este último deve ser resultado de um menor campo crítico para movimentação irreversível de paredes de domínio. A continuidade do crescimento da magnetização deste corpo de prova, entretanto, se dá numa taxa menor que aquela observada para os outros dois materiais, resultando, neste caso, numa menor permeabilidade máxima. Este comportamento aqui exemplificado na figura 1, repete-se em todos os ciclos de recozimento, excetuando-se aquele a  $950^{\circ}\text{C}$  por 4 h, onde não ocorreu recristalização - secundária para o corpo de prova da corrida 331.

Outra evidência pode ser notada nas figuras 33(b) a 33(h), referentes as curvas de magnetização até campo máximo - de 60 A/m. Naquelas figuras, o valor de indução magnética B obtido nos corpos de prova da corrida 331, a partir da permeabilidade máxima, é sistematicamente inferior aos demais.

Estes dois conjuntos de resultados experimentais podem ser atribuídos à diferenças de orientação cristalográfica entre os corpos de prova, supondo que a corrida 331 apresente textura com direções de magnetização fácil fora do plano da superfície da chapa. Assim sendo, a intensidade da indução magnética B obtida por meio de movimentação irreversível de paredes de domínio seria menor no caso da corrida 331. A rotação de domínios, fenômeno predominante para a região da magnetização a partir da permeabilidade máxima (como foi visto no item 3.3.5) também exigiria campos magnéticos mais intensos caso as direções de magnetização fácil estiverem fora do plano da superfície da chapa.

Todas as considerações aqui feitas baseiam-se na hipótese de existência de um determinado tipo de textura nos corpos de prova da corrida 331 e destacam o papel da textura na permeabilidade máxima. A investigação experimental das hipóteses aqui formuladas é uma interessante possibilidade de continuidade de trabalho.

Deve-se destacar também que os resultados obtidos para esta corrida mostram que a ocorrência de recristalização secundária não conduz, necessariamente, a uma melhoria das propriedades magnéticas, contrariando considerações feitas por Lima (68) e Lopes et alii (69).

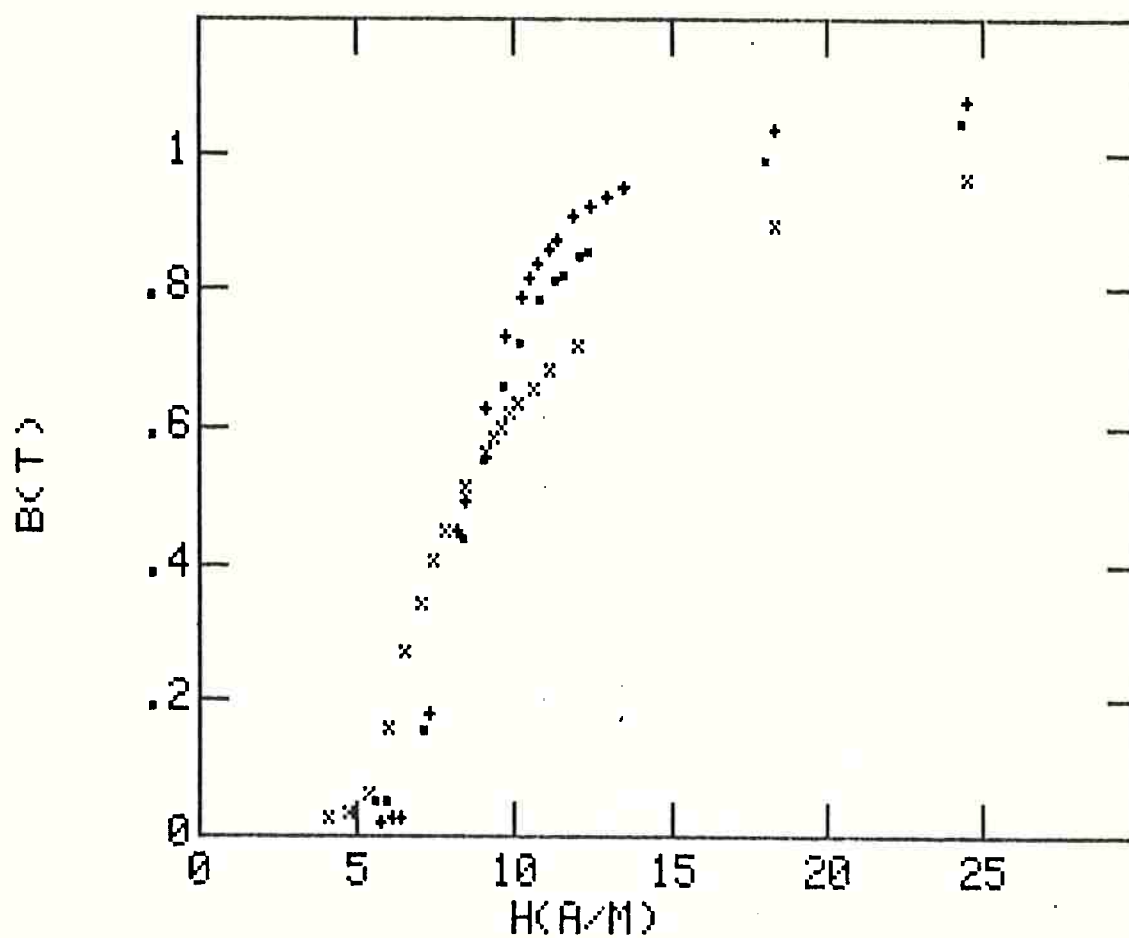


Figura 1: Curvas de magnetização obtidas em corpos de prova de corridas de mesmo teor de enxofre e tamanhos de grão diferentes, após recozimento sob hidrogênio a  $1050^{\circ}\text{C}$  por 4 h, (identificação das corridas: 330 ■; 331 ×; 336 +).

APÊNDICE 2: MEDIDA DE PROPRIEDADES MAGNÉTICAS POR CORRENTE  
CONTÍNUA



# Medida de propriedades magnéticas em liga Fe-42-Ni

Fernando José Gomes Landgraf<sup>(1)</sup>  
Luis Manuel da Fonseca Barreto<sup>(2)</sup>

*São discutidos alguns aspectos das propriedades magnéticas de ligas ferro-níquel e descritos dois métodos de medida dessas propriedades: anel de Rowland e solenóide longo. São apresentados os resultados de medidas pelo método do solenóide, em fios de liga Fe-42-Ni, nas condições encruado, recozido sob nitrogênio e recozido sob hidrogênio e pelo método do anel, em tira do mesmo material, na condição recozida sob hidrogênio. Os resultados obtidos neste último ensaio são comparáveis aos apresentados na literatura para ligas comerciais tipo Fe-45-Ni.*

## 1. INTRODUÇÃO

O comportamento magnético das ligas ferro-níquel tem encontrado aplicações comerciais desde a década de 20, particularmente devido a sua alta permeabilidade, necessária em telefonia e instrumentação.

A demanda nacional dessa classe de materiais é abastecida no exterior sob as denominações Permalloy, Hipernik, Carpenter 49 e outras. Esta situação deve-se às dimensões restritas da demanda, à relativa complexidade de processamento dos materiais e mesmo à pequena tradição em medidas de propriedades magnéticas no País.

Dentro do Programa de Nacionalização de Materiais com Propriedades Especiais, conduzido pela Divisão de Metalurgia do IPT, iniciou-se, em 1983, com o apoio da Divisão de Electricidade Industrial, o desenvolvimento de ligas de alta permeabilidade magnética. O presente trabalho apresenta resultados exploratórios sobre o efeito do tratamento térmico sobre as propriedades magnéticas de uma liga Fe-42-Ni e compara resultados de medidas por diferentes métodos.

## 2. PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DAS LIGAS FERRO-NÍQUEL

Os aços de baixo carbono e os aços ao silício são sem dúvida, os materiais magnéticos mais utilizados no mundo. Sua propriedade mais importante, em se tratando de aplicação em transformadores, é a medida das perdas magnéticas, que avalia a fração de energia perdida devido à histerese magnética e à circulação de correntes parasitas.

A família de ligas ferro-níquel apresenta uma série de particularidades

magnéticas com múltiplas aplicações, dentre as quais destacam-se a alta permeabilidade magnética inicial, alta permeabilidade máxima e baixa força coercitiva das ligas entre 40 e 50% Ni como pode ser visto na tabela I. Suas propriedades são inferiores às das ligas do teor de níquel próximo a 80%, porém têm menor custo.

Certas propriedades magnéticas, como a indução de saturação e a temperatura Curie, são consideradas propriedades insensíveis à estrutura, ou seja, dependentes somente da composição e do caráter cristalino (CFC, CCC, etc.). Por outro lado, a permeabilidade magnética, a forma da curva de magnetização, a força coercitiva e as perdas magnéticas são propriedades sensíveis à estrutura.

Essas propriedades são muito influenciadas pela facilidade de movimentação dos domínios magnéticos que, por sua vez, é afetada pela presença de concentração de tensões, microsegregação, teor de solutos intersticiais, precipitados, inclusões, tamanho de grão e textura. A ocorrência de reações de ordenação pode também afetar as propriedades magnéticas.

No caso das ligas ferro-níquel contendo entre 40 e 65% Ni, o exato teor de níquel não é crítico para as propriedades sensíveis à estrutura<sup>(1)</sup>. Não se

dispõe de informações sobre o efeito de pequenos teores de manganês e silício, mas sabe-se que eles estão, normalmente, presentes nas ligas comerciais e são admitidos nas normas internacionais.

O tratamento térmico é considerado o ponto crítico e, nas ligas entre 40 e 50% Ni o ciclo indicado é de manutenção por 3 a 4 h entre 1100 e 1200°C sob atmosfera de hidrogênio com ponto de orvalho abaixo de -50°C, seguido de resfriamento lento a taxa máxima de 100°C/h até 300°C. A manutenção do material em altas temperaturas sob hidrogênio seco tem por finalidade provocar o crescimento de grão e a diminuição dos teores de carbono, oxigênio e enxofre<sup>(2)</sup>. O resfriamento lento visa evitar a geração de tensões de contração térmica e possivelmente tenha algum efeito nas reações de ordenação.

A importância de evitar-se tensões residuais no produto pode ser avaliada pela freqüente recomendação de que todas as operações de conformação sejam realizadas antes do tratamento térmico final<sup>(1,2)</sup>.

Dentro deste panorama, o presente trabalho busca medir as propriedades magnéticas de material encruado, tratado termicamente para simples recristalização e tratado para maximização das propriedades magnéticas, com-

TABELA I — Propriedades típicas de algumas ligas magneticamente moles<sup>(1)</sup>.

Material	$\mu_0$ permeabilidade inicial	$\mu$ máx. permeabilidade máxima	$H_c$ força coercitiva (Oe)	$B_r$ indução residual (G)
Ferro Armco	150	5 500	1,0	7 700
Aço 3% Si	290	8 000	0,7	—
Permalloy 45	2 500	30 000	0,2	8 000
Permalloy 49	4 000	50 000	0,07	8 000
Permalloy 79-4	20 000	100 000	0,03	5 000

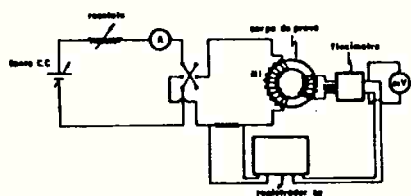


Fig. 1 - Circuito de ensaio.

paradas aos valores típicos na literatura.

### 3. MÉTODOS DE DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES MAGNÉTICAS

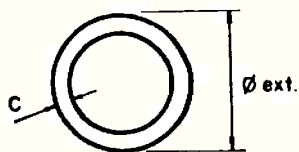
Na determinação das propriedades de materiais caracterizados por sua alta permeabilidade magnética é recomendada a utilização de corpos-de-prova em forma de anel<sup>(3)</sup>. As grandezas magnéticas são obtidas diretamente a partir de grandezas elétricas sem haver necessidade de correções. Nos casos em que o produto final tem formas cilíndricas filiformes, podem ser utilizados como corpos-de-prova segmentos cilíndricos do próprio material, desde que mantida uma relação adequada entre seu comprimento e diâmetro. Neste caso, o campo desmagnetizante provocado pelo próprio material irá introduzir alterações no campo magnético aplicado, o que torna necessário correções.

#### Método do anel de Rowland<sup>(3)</sup>

*Aparato experimental* - Através deste método é possível determinar a curva de magnetização e o ciclo de histerese do material em campo magnético contínuo.

Como instrumento de medida de fluxo podem ser utilizados um galvanômetro balístico ou um fluxímetro eletrônico, sendo maior a sensibilidade de medida do primeiro.

O circuito de medida está representado na figura 1 e as curvas podem ser obtidas diretamente em registrador X-Y ou ponto a ponto em sucessivas leituras de corrente e variação do fluxo magnético.



$\phi_{ext.} > 10 \cdot C$

Fig. 2 - Dimensões do anel.

O corpo-de-prova deve ter seu diâmetro externo superior a dez vezes a largura do anel conforme figura 2, e a escolha das dimensões deve levar em conta a sensibilidade da instrumentação utilizada.

*Obtenção da curva de magnetização* - Uma vez desmagnetizado o material, a curva de magnetização pode ser obtida atuando o potenciômetro da fonte C.C. elevando a corrente desde zero até o valor suficiente para saturação. A variação do fluxo magnético com a corrente pode ser registrada continuamente num registrador X-Y e, através de uma mudança de escalas, chega-se à curva de magnetização.

No caso de levantamento "ponto a ponto" procede-se do seguinte modo:

- Inicialmente constrói-se uma tabela relacionando os valores de corrente de magnetização e os respectivos valores de campo magnético, obtidos pela expressão:

$$H = \frac{0,4 \pi N_1 I}{l_m}, \text{ dado em Oe}$$

quando:

$N_1$  é o número de espiras do enrolamento primário de magnetização;  $I$  é a corrente de magnetização, em A;  $l_m$  é o comprimento médio do caminho de fluxo magnético, em cm no anel:

$$l_m = \left( \frac{D_{ext} + D_{int}}{2} \right) \cdot \pi$$

- Eleva-se a corrente até o primeiro valor  $I_1$  correspondente ao primeiro ponto de intensidade de campo magnético  $H_1$ , conforme figura 3. Opera-se a chave inversora várias vezes para estabilizar o material no ciclo de histerese correspondente.

- Ajusta-se o fluxímetro na posição zero. Decresce-se a corrente de  $+ I_1$  até zero, inverte-se a chave inversora e eleva-se a corrente até o valor  $- I_1$ . O fluxímetro irá indicar uma variação de fluxo  $\Delta \phi_1$  correspondente a uma variação de indução magnética  $\Delta B_1 = 2B_1$ .

- Calcula-se  $B_1$  pela expressão:

$$B_1 = \frac{\Delta \phi_1}{2N_2 A}, \text{ dado em G, onde:}$$

$N_2$  é o número de espiras do enrolamento secundário, de fluxo  
 $A$  é a área da seção reta do anel, em  $cm^2$ .

Tem-se desta maneira o primeiro ponto ( $H_1, B_1$ ) da curva de magnetização. Os pontos subsequentes são determinados de maneira análoga.

A cada ponto, a permeabilidade magnética é determinada pelo quociente  $\mu = \frac{B}{H}$  e a permeabilidade máxima é dada pelo valor da tangente do ângulo formado entre o eixo H e a reta que

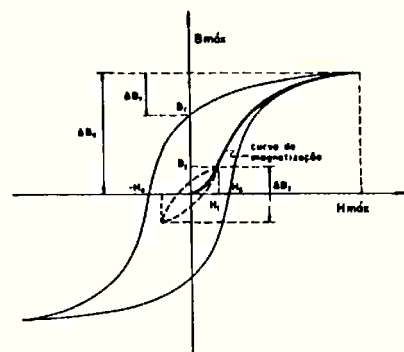


Fig. 3 - Curva de magnetização e ciclo de histerese.

passa pela origem e tangência à curva de magnetização (Fig. 4).

*Obtenção da curva de histerese* - Alguns pontos do ciclo de histerese são de particular importância: a indução remanente ( $B_r$ ) e o campo magnético coercitivo ( $H_c$ ) são dois pontos típicos para cada material. Para determiná-los utiliza-se o seguinte procedimento:

- Aplica-se ao material um campo magnético  $H_{máx}$  ao qual corresponde uma indução  $B_{máx}$ , a partir da qual pretende-se obter  $B_r$  e  $H_c$ .
- Estabiliza-se o material no ciclo de histerese correspondente, atuando várias vezes a chave inversora.
- Atuando no potenciômetro leva-se a corrente a zero e faz-se a leitura no fluxímetro, correspondente a  $\Delta \phi_r$ .

Tem-se:  $\Delta B_r = \frac{\Delta \phi_r}{N_2 A}$  e

$$B_r = B_{máx} - \Delta B_r$$

- Inverte-se a chave inversora e eleva-se lentamente a corrente até um valor  $I_c$  tal que  $\Delta B_c = B_{máx}$ .

onde:  $\Delta B_c = \frac{\Delta \phi_c}{N_2 A}$  e

$\Delta \phi_c$  é a indicação do fluxímetro e

$$H_c = \frac{0,4 \pi N_1 I_c}{l_m}$$

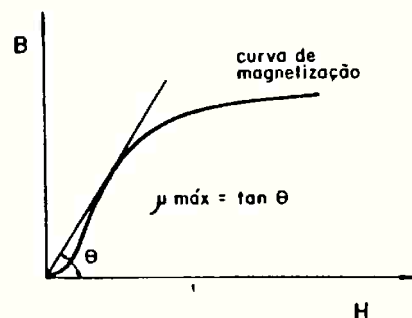


Fig. 4 - Determinação da permeabilidade máxima.

**Método do solenóide longo<sup>(2)</sup>**

Este é um método prático para determinação de características magnéticas de materiais na forma de fios. O circuito de ensaio é basicamente o mesmo do método anterior, sendo o anel substituído por um solenóide longo com  $N_1$  espiras e comprimento  $l$  no interior do qual é colocado o material em teste.

Em torno do material é colocado um enrolamento-sonda com  $N_2$  espiras para medida do fluxo, conforme figura 5.

Impondo-se uma corrente  $I$  obtém-se:

$$H_a = \frac{0,4 \pi N_1 I}{l} \text{ e } B = \frac{\Delta \phi}{2N_2 A}$$

mas  $H_a$  é o valor do campo magnético aparente. O campo magnético real,  $H$ , está influenciado pelo campo desmagnetizante gerado pelo próprio material em ensaio, devido ao fato de este constituir-se um circuito aberto para o fluxo.

A correção desse valor é feita através do fator de desmagnetização, dado graficamente por Bozorth<sup>(2)</sup> em função da relação  $r = \frac{\text{eixo maior}}{\text{diâmetro}}$ .

Na prática resulta que, quanto maior a relação  $r$ , mais próxima é a curva de magnetização aparente ( $B \times H_a$ ) da curva de magnetização real ( $B \times H$ ), conforme figura 6.

O valor de  $H$  pode ser obtido pela expressão:

$$H = H_a - \frac{(B - H_a)}{(4 \pi / Nd) - 1}$$

onde  $Nd/4 \pi$  é o fator de desmagnetização dado por Bozorth.

Para obtenção das curvas de magnetização e histerese utiliza-se o mesmo procedimento referido no método do anel de Rowland, fazendo as respectivas correções para o valor do campo magnético.

**4. TÉCNICAS EXPERIMENTAIS**

**Preparação dos materiais**

O material utilizado nos ensaios foi elaborado em forno de indução sob vácuo, com refino por 60 min a  $10^{-4}$

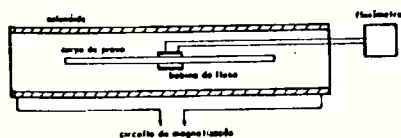


Fig. 5 – Método de solenóide longo.

TABELA II – Composição química do material ensaiado, em %.

Ni	Mn	Si	C	O	S	Fe
42	0,2	0,36	0,009	0,015	0,024	restante

atm, gerando lingote de 20 kg cuja composição química é apresentada na tabela II.

O lingote foi aquecido a 1100°C por 2 h em forno elétrico, forjado em martelete pneumático até placas de 20 x 100 mm, seguido de laminação a quente até placas de 10 x 100 mm.

De um segmento da placa foi utilizada uma barra redonda de 8 mm de diâmetro, trefilada sem recozimento intermediário até fio de 3,65 mm. Visando avaliar o efeito do estado metalúrgico nas propriedades magnéticas, foram preparados três corpos-de-prova:

*Corpo-de-prova 1.1* – Segmento de 449,5 mm, no estado encruado com 80% RA.

*Corpo-de-prova 1.2* – Segmento de 449 mm, recozido a 1000°C por 10 min em atmosfera de nitrogênio.

*Corpo-de-prova 1.3* – Segmento de 430 mm, recozido a 1100°C por 3 h em hidrogênio seco com ponto de orvalho - 60°C, resfriamento à taxa máxima de 100°C/h até temperatura ambiente, ainda sob hidrogênio.

O restante da placa laminada a quente foi decapado e laminado a frio até 2,5 x 80 mm. Desta tira foram usinadas dois corpos-de-prova, identificados como CP1.4.1 e CP1.4.2 na forma de anel de espessura 2,34 mm, diâmetro externo de 45 mm e interno de 41 mm, finalmente tratados juntamente com o corpo-de-prova CP1.3, com o objetivo de comparar resultados de ensaio por métodos diferentes em corpo-de-prova de processamento semelhante.

**Ensaio magnéticos**

Os corpos-de-prova CP1.1, CP1.2 e CP1.3 foram ensaiados utilizando solenóide de 396 espiras, comprimento de 860 mm, diâmetro de 136 mm e bobina de fluxo com 2000 espiras. A curva de magnetização foi determinada ponto a ponto utilizando fluxímetro eletrônico. A relação  $r$  do corpo-de-prova foi de aproximadamente 120.

Os corpos-de-prova CP1.4.1 e 1.4.2 foram ensaiados pelo método do anel, com 35 e 306 espiras nos enrolamentos primário e secundário do primeiro e 50 e 641 espiras, respectivamente, no segundo. A curva de magnetização foi obtida utilizando fluxímetro e registrador X-Y. As permeabilidades iniciais  $\mu_{40}$ ,  $\mu_{100}$  e a permeabilidade máxima foram obtidas por galvanômetro balístico.

A indução remanente ( $B_r$ ) e o campo coercitivo ( $H_c$ ) foram obtidos utilizando registrador X-Y para um ciclo de histerese com  $B_{máx} = 10000$  G.

**5. RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO**

Os resultados estão sintetizados nas tabelas III e IV. A tabela IV foi obtida dos registros gráficos da curva de magnetização e ciclo de histerese.

Segundo a norma ASTM A-596<sup>(3)</sup> o método mais preciso para avaliação das propriedades magnéticas é o do anel. A reprodutibilidade de resultados obtida nos ensaios dos corpos-de-prova CP1.4.1 e CP1.4.2 por esse método foi satisfatória, tendo, por exemplo, uma variação de 3% na permeabilidade inicial ( $\mu_{40}$ ) e 3,5% na permeabilidade máxima.

Por outro lado, os resultados obtidos pelo método do solenóide em material de tratamento térmico idêntico (CP1.3) aos acima citados apresentou diferença de 2% na permeabilidade inicial ( $\mu_{40}$ ) e de 16% na permeabilidade máxima, em relação à média dos resultados obtidos no anel. Essa diferença na permeabilidade máxima é esperada, devido ao fato de que o método do solenóide introduz imprecisões maiores no valor de  $H$  para regiões de mais alta permeabilidade. Essa imprecisão pode ser reduzida aumentando a relação comprimento/diâmetro do corpo-de-prova.

Deve-se salientar que o método do solenóide é de fácil aplicação, o que o torna ideal num processo de controle de produção, quando se comparam corpos-de-prova sempre com as mesmas dimensões.

Quanto ao aspecto dos materiais ensaiados, os valores de permeabilidade

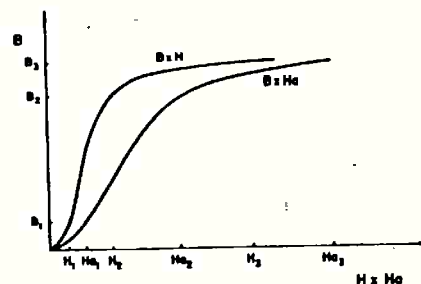


Fig. 6 – Curvas de magnetização real ( $B_v s H$ ) e aparente ( $B_v s H_a$ ).

de inicial, máxima e campo coercitivo obtidos pelo método do anel em amostras tratadas a 1100°C em hidrogênio (Tabela IV) são comparáveis àqueles apresentados na tabela I para a liga Permalloy 45. Esses resultados são uma indicação de que a elaboração e processamento utilizados neste trabalho são adequados para a produção de ligas de alta permeabilidade.

Os resultados da tabela III mostram que o recozimento a 1000°C em atmosfera de nitrogênio já aumenta em sete vezes a permeabilidade inicial, em relação ao material encruado. Entretanto, o recozimento a 1100°C em atmosfera de hidrogênio é necessário para atingir valores compatíveis com a literatura. Uma avaliação do tamanho de grão dos materiais recozidos a 1000 e 1100°C indicou tamanho médio de 0,09 e 0,12 mm, respectivamente, o que, aliado ao fato de o teor de carbono ter baixado para 0,004% e o teor de oxigênio para 0,01% neste último tratamento, favorece o aumento da permeabilidade.

6. CONCLUSÕES

A reprodutibilidade de resultados obtida nos ensaios pelo método do anel é satisfatória.

As diferenças entre os resultados obtidos pelo método do anel e pelo método do solenóide, principalmente nas regiões de alta permeabilidade, mostram a necessidade de utilizar corpos-de-prova de relação comprimento/diâmetro maior que 120, em virtude da alta permeabilidade dos materiais ensaiados.

Os valores de propriedades magnéticas obtidos na liga Fe-42-Ni tratada em hidrogênio são comparáveis aos apresentados na literatura para as ligas Fe-45-Ni.

Os valores obtidos para os materiais nas condições encruado, recozido em nitrogênio e recozido em hidrogênio confirmam que o ponto crítico do processamento dessas ligas é o tratamento térmico final.

BIBLIOGRAFIA

1. MAGNETICALLY soft materials. In: Metals Handbook 9ª ed., Metals Park, ASM, 1980, v. 3, p. 697 e 614.
2. BOZORTH, R.M. — Ferromagnetism. 3ª ed. N. York, Van Nostrand, 1951, 968 p.
3. American Society for Testing and Materials (ASTM), 1982. Direct-Current Magnetic Properties of Materials Using Ring Test Procedures; ASTM A 596-69 (1979). Part 44, Philadelphia.

DEBATE

FERNANDO COSME RIZZO ASSUNÇÃO(3) — O que teria ocorrido na estrutura dos materiais recozido e recristalizado para conseguir o ganho em propriedade?

F.J.G. LANDGRAF — O material encruado deve ter tamanho de domínio menor e movimentação de domínios mais difícil, fatores ligados ao estado de tensão do material que determinam suas baixas propriedades magnéticas. O material recristalizado a 1000°C tem tamanho de grão menor, maiores teores de carbono e oxigênio e, possivelmente, maiores tensões internas devido à mais alta velocidade de resfriamento em relação ao material recozido a 1100°C, novamente fatores associados à dimensão e mobilidade dos domínios magnéticos. Não

TABELA IV — Resultados obtidos pelo método do anel.

C.P.	1.4.1.	1.4.2.
H(Oe)	B(G)	B(G)
0,08	420	330
0,16	2 600	2 700
0,24	5 000	5 850
0,32	6 700	7 500
0,50	8 600	9 250
0,60	9 150	9 750
0,70	9 500	10 100
0,80	9 850	10 350
0,90	10 100	10 600
1,00	10 300	10 800
2,00	11 700	12 000
3,00	12 400	12 650
4,00	12 750	13 100
5,00	13 100	13 500
6,00	13 450	13 800
8,00	13 950	14 250
10,00	14 300	14 600
15,00	14 850	15 100
20,00	15 200	15 400
$\mu$ 40(1)	2 450	2 380
$\mu$ 100(1)	2 650	2 800
$\mu$ máx(1)	22 650	23 500
$\mu$ máx(2)	22 000	24 500
B <sub>r</sub> (G)	7 550	8 000
H <sub>c</sub> (Oe)	0,18	0,17

(1) utilizando galvanômetro balístico  
(2) utilizando fluxímetro eletrônico

ocorre qualquer transformação de fase nessa liga.

SÉRGIO LUIZ BERTOLDO ZIN(4) — A indução de saturação foi apresentada como propriedade insensível à estrutura. Dependia ela da estrutura cristalina?

F.J.G. LANDGRAF — A indução de saturação depende da estrutura cristalina, se é CCC ou CFC, por exemplo. Independente, entretanto, de fatores microestruturais como tamanho de grão, inclusões, deformações da rede, etc.

TABELA III — Resultados experimentais obtidos pelo método solenóide.

C.P. 1.1.		C.P. 1.2.		C.P. 1.3.	
H(Oe)	B(G)	H(Oe)	B(G)	H(Oe)	B(G)
0,037	3,5	0,058	40	0,017	40
0,057	5,7	0,116	84	0,035	100
0,114	11,5	0,135	100	0,08	500
0,17	17,2	0,231	191	0,10	850
0,28	28,6	0,29	260	0,15	2 400
0,40	40	0,35	340	0,20	3 750
0,57	59	0,46	550	0,25	4 600
0,91	100	0,58	750	0,30	5 400
1,13	121	0,69	970	0,40	6 400
1,41	156	0,87	1 330	0,60	7 800
1,70	191	0,98	1 530	0,80	8 700
2,26	272	1,16	1 850	1,00	9 400
2,82	371	1,45	2 420	1,50	10 400
3,37	515	1,73	2 940	2,00	10 950
3,87	895	2,31	3 990	2,50	11 500
4,35	1 350	2,90	4 780	3,00	12 000
4,80	2 000	4,0	6 600	4,00	12 700
5,23	2 750	5,8	8 200	5,00	13 050
7,53	5 700	8,7	10 100	6,00	13 400
10,0	7 950	11,6	11 250	8,00	13 750
15,4	9 850	17,3	12 550	10,0	14 100
21,0	10 900	23,0	13 400	12,0	14 400
26,6	11 600	29,0	14 000	15,0	14 850
32,3	12 200	35,0	14 450	20,0	15 400
43,6	13 000	46,0	15 000	25,0	15 750
55,0	13 500	58,0	15 330	54,0	16 400
$\mu$ 40	100	$\mu$ 40	690	$\mu$ 40	2 460
$\mu$ 100	110	$\mu$ 100	740	$\mu$ 100	2 850
$\mu$ máx	800	$\mu$ máx	1 700	$\mu$ máx	19 300

Contribuição Técnica nº 1853. Apresentada ao XXXIX Congresso Anual da ABM; Belo Horizonte MG; julho de 1984.

- (1) Membro da ABM. Engenheiro Metalurgista; Pesquisador de Laboratório de Elaboração de Metais e Ligas da Divisão de Metalurgia do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo; São Paulo SP. Tel.: (011) 268-2211. Ram. 215.
- (2) Membro da ABM. Engenheiro Eletrotécnico; Chefe do Agrupamento de Eletrotécnica da Divisão de Eletricidade Industrial do Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo; São Paulo SP.
- (3) Membro da ABM. Engenheiro Metalurgista e Ph.D.; PUC; Rio de Janeiro RJ.
- (4) Membro da ABM. Engenheiro Metalúrgico e M.Sc.; UFRGS; Porto Alegre RS.

ABSTRACT

Magnetic properties of a Fe-42Ni alloy. The solenoid method was used to measure the magnetic properties of a wire made of a Fe-42Ni alloy under three conditions: work-hardened, annealed under nitrogen and annealed under hydrogen. The same alloy but in the strip form, annealed under hydrogen, had its properties measured by the Rowland ring method. The results obtained in the latter case are comparable to those reported in the literature for the Fe-45Ni alloy.

APÊNDICE 3: EXEMPLO DE RELATÓRIO DE CURVA DE MAGNETIZAÇÃO

\*\*\*\*\*  
\*ENSAIO DE CURVA DE MAGNETIZACAO\*  
\*\*\*\*\*

CP.:330/10

DATA:02/12/87

FREQUENCIA:0.3HZ

N.ENSAIO:386

HISTORICO DO CP:-----

DADOS DO CP:

DIAMETRO EXTERNO(MM):50.05  
DIAMETRO INTERNO(MM):40  
ESPESSURA MEDIDA(MM):.991684007  
ESPESSURA CALCULADA(MM):.991684007  
N.ESPIRAS DO PRIMARIO:172  
N.ESPIRAS DO SECUNDARIO:523

DADOS OBTIDOS NO ENSAIO:

	C(A)	V(V)	H(A/M)	B(T)	MI
1	1.47E-03	.101	1.787	.0193	8626
2	2.08E-03	.2	2.529	.0383	12072
3	2.5E-03	.304	3.039	.0583	15267
4	2.96E-03	.505	3.599	.0968	21420
5	3.33E-03	.8	4.049	.1534	30162
6	3.48E-03	.92	4.231	.1765	33191
7	3.66E-03	1.111	4.45	.2131	38111
8	3.75E-03	1.217	4.559	.2334	40745

.154.

9	3.84E-03	1.305	4.669	.2503	42668
10	4E-03	1.505	4.863	.2887	47239
11	4.14E-03	1.706	5.034	.3272	51737
12	4.31E-03	1.906	5.24	.3656	55522
13	4.4E-03	2	5.35	.3836	57069
14	4.47E-03	2.113	5.435	.4053	59349
15	4.63E-03	2.32	5.629	.445	62911
16	4.79E-03	2.505	5.824	.4805	65659
17	4.97E-03	2.725	6.043	.5227	68838
18	5.05E-03	2.925	6.14	.5611	72720
19	5.27E-03	3.113	6.408	.5972	74163
20	5.5E-03	3.303	6.687	.6336	75399
21	5.8E-03	3.522	7.052	.6756	76240
22	6.1E-03	3.715	7.417	.7127	76463
23	6.5E-03	3.922	7.903	.7524	75756
24	6.95E-03	4.116	8.451	.7896	74355
25	8.1E-03	4.47	9.849	.8575	69286
26	.01	4.84	12.159	.9285	60767
27	.015	5.27	18.239	1.011	44110
28	.02	5.48	24.319	1.0513	34401
29	.0301	5.74	36.6	1.1012	23942
30	.04	5.91	48.638	1.1338	18550

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. PINTO, E.C.O. Estratégia de desenvolvimento de materiais com propriedades magnéticas controladas. In: LANDGRAF, F. J.G. - Desenvolvimento de Materiais Magnéticos. São - Paulo, IPT, 1984. (IPT Relatório nº 21489) p.2
2. RADIOMETAL. Crawley, Telcon Metals, 1975.
3. American Society for Testing and Materials (ASTM). 1985 Nickel-Iron soft magnetic alloys; A.753-85. Philadelphia. vol.03.04, sec.3.
4. Japanese Industrial Standard (JIS). 1971. Permalloy sheets and strip; C 2531.
5. SOFT magnetic materials. Hanau, Vacuumschmelze, s.d.
6. SOFT magnetic alloys. Newark, Wilbur B.Driver, s.d.
7. DUCTILE magnetic alloys. Newark, Wilbur B.Driver, s.d.
8. CARPENTER soft magnetic materials. Reading, Carpenter, 1974.
9. SOFT magnetic materials. Tokio, Sumitomo, s.d.
10. Deutsches Institut für Normung (DIN). 1967. Electro sheets. Magnetic materials for transformers; DIN 41301 E
11. CULLITY, B.D. Introduction to magnetic materials. Reading, Addison-Wesley, 1972. p.52.
12. Id., *ibid.*, p.50

13. CHIKAZUMI, S. Physics of magnetism. New York, John Wiley, 1964.
14. CULLITY, B.D. Introduction to magnetic materials. Reading, Addison-Weley, 1972. p.250.
15. COUDERCHON, G. & TIERS, J.F. Some aspects of magnetic properties of Ni-Fe and Co-Fe alloys. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 26: 196-214, 1982.
16. CHIKAZUMI, op.cit., p.121.
17. Id., ibid., p.236
18. SALSGIVER, J.A. Magnetic domain observations on 0,014-inch 50-percent Ni-Fe strip. IEEE Transactions on Magnetics, MAG-6 (3): 741-4, Sept.1970.
19. CHIKAZUMI, op.cit., p.229
20. Id., ibid., p.120
21. Id., ibid., p.271
22. Id., ibid., p.272
23. Id., ibid., p.286
24. Id., ibid., p.288
25. CULLITY, op.cit., p.347
26. CHIKAZUMI, op.cit., p.245.
27. Id., ibid., p.125
28. Id., ibid., p.294
29. MAGER, A. Über den Einfluss der Korngrösse auf die Koerzitivkraft. Annalen der Physik, 11: 15-18, 1952.

30. PFEIFER, F. & RADELOFF, C. Soft magnetic Ni-Fe and Co-Fe alloys - some physical and metallurgical aspects. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 19: 190-207, 1980
31. CHIKAZUMI, S. Physics of magnetism. New York, John Wiley, 1964. p.130
32. TIERS, J.F. & COUDERCHON, G. Importance of the crystalline anisotropy in commercial Ni-Fe alloys. IEEE Transactions on Magnetics, MAG-20 (5): 1493-1495, Sept.1984.
33. BOZORTH, R.M. Ferromagnetism. New York, Van Nostrand, 1951. p.30.
34. EBERLY, W.S. Soft magnetic alloys: their heat treatment and testing for magnetic properties. Metals Engineering Quarterly. 11(1): 40-47, Feb.1971.
35. ADLER, E. & PFEIFFER, H. The influence of grain size and impurities on the magnetic properties of the soft magnetic alloy 47,5% Ni-Fe. IEEE Transactions on Magnetics, MAG 10 (2): 172-174, Jun.1974.
36. COLLING, D.A. & ASPDEN, R.G. Influence of sulfur on initial permeability of commercial 49% Ni-Fe alloys. Journal of Applied Physics, 40 (3): 1571-2, Mar.1969.
37. COLLING, D.A. & ASPDEN, R.G. Influence of deoxidizers and oxygen on initial permeability of 49% Ni-Fe alloys. Journal of Applied Physics, 41 (3): 1040-1, Mar.1970.

38. REED-HILL, R.E. Physical Metallurgy Principles. New York, Van Nostrand-Reinhold, 1964. p.199.
39. GREWEN, J. & HUBER, J. Annealing textures. In: HAESSNER, F., ed. Recrystallization of metallic materials. Stuttgart, Dr.Riederer, 1978. p.111.
40. REED-HILL, op.cit., p.208
41. id., ibid., p.215.
42. CASANI, R.T. et alii Secondary recrystallization in high purity 49% Ni-Fe. Journal of Applied Physics, 37 (3): 1202-4, Mar.1966.
43. GREWEN, op.cit., p.115.
44. COUDERCHON, G. Improvement in 80 Ni permalloys through solid state refining. IEEE Transactions on Magnetics, MAG 14 (5): 524-6. Sept.1978.
45. GNANAMUTHU, D. et alii. Effect of homogenization on sulfide inclusions in ferrous alloys. Metallurgical Transactions 5 (12): 2557-67, Dec.1974.
46. SUZUKI, H.G. et alii Characteristics of hot ductility in steels subjected to melting and solidification. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, 22 (1): 48-56, Jan.1982.
47. FISCHER, M. & SCHWERDTFEGER, K. Thermodynamics of the system Fe-Mn-S: Part II. Solubility of sulfur and manganese in  $\delta$ -iron coexisting with sulfide in the temperature range 1100 to 1300°C. Metallurgical Transactions B, 9B (4): 631-4, Dec.1978.

48. KLAWITTER, W.A. & LYKENS, A.A. The effect of hydrogen flow in annealing permalloy type magnetic alloy. Transactions ASM, 57(1): 364-9, Mar.1964.
49. CUTLER, C.P. & ANGUS, H.C. A theoretical analysis of initial permeability in 36-50% Ni-Fe alloys. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 19 : 211-4, 1980.
50. METALS HANDBOOK. 9 ed. Metals Park, American Society for Metals, 1980. v.3. p.597.
51. LANDGRAF, F.J.G. Relatório final do projeto "desenvolvimento do processo de fabricação de ligas níquel-ferro de alta permeabilidade magnética". São Paulo, IPT, 1987. (IPT Relatório nº 25313) p.121.
52. METALS HANDBOOK. 9 ed. Metal Park, American Society for Metals, 1981. v.4 p.427.
53. LANDGRAF, F.J.G. Efeito da distribuição de inclusões na permeabilidade magnética inicial de liga ferro 49% níquel. In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 40. Rio de Janeiro, 30 jun.- 5 jul., 1985. Anais. São Paulo, ABM, 1985. p.361-74.
54. American Society for Testing and Materials (ASTM). 1985. Direct-current magnetic properties of materials using ring test procedures and the ballistic methods; A. 596-79. Philadelphia, vol.03.04, sec.3.
55. SANTOS, A.D. Anisotropia e magnetostricção em ligas amorfas ferromagnéticas. São Paulo, 1986. (Dissertação de Mestrado - Instituto de Física da USP).

56. LANCAROTE, M.S. & JUSTO, D.G. Traçador de curvas de histerése magnética. In: SEMINÁRIO DE MATERIAIS MAGNÉTICOS, São Paulo, 9 a 12/Novembro de 1987. São Paulo, ABM, 1987. p.315-324.
57. American Society for Testing and Materials (ASTM). 1985. D-C Magnetic properties of materials using ring and permeameter procedures with D.C. electronic hysteresisgraphs; A 773-80. Philadelphia, vol.03.04, sec.3.
58. CONCÍLIO, G. Programa Coiote. São Paulo, IPT, 1986.
59. LANDGRAF, F.J.G. & BARRETO, L.M.F. Medida de propriedades magnéticas em liga Fe-42% Ni. Metallurgia-ABM, 41 (331): 303-6, Jun.1985.
60. SENS, Márcio Comunicação pessoal.
61. OHTA, Nelson Comunicação pessoal.
62. GYORGY, E.M. Magnetics properties. In: Luborsky, F.E. ed. Metallic Glasses. Metals Park, American Society for Metals, 1976. p.290.
63. SANTOS, A.D. Anisotropia e magnetostricção em ligas amorfas ferromagnéticas. São Paulo, 1986 (Dissertação de Mestrado - Instituto de Física da USP) p.37.
64. STUWE, H.P. Driving and dragging forces in recrystallization. In: HAESSNER, F. ed. Recrystallization of metallic materials. Stuttgart, Dr. Riederer, 1978. p.19.

65. LANDGRAF, F.J.G et alii Efeito do recozimento nas propriedades magnéticas da liga ferro 47,5% níquel. In: SEMINÁRIO DE MATERIAIS MAGNÉTICOS, São Paulo, 9 a 12 de Novembro de 1987. São Paulo, ABM, 1987. p.
66. BOZORTH, R.M. Ferromagnetism. New York, Van Nostrand, 1951. p.86.
67. RATHENAU, G.W. & CUSTERS, J.F.H. Secondary recrystallization of face centred Ni-Fe alloys. Philips Research Reports, 4: 241-260, Aug. 1949.
68. LIMA, M.W. Recristalização secundária em ligas ferro - 50% níquel para aplicações magnéticas. Rio de Janeiro, 1986 (Dissertação de Mestrado - COPPE-UFRJ). p.36.
69. LOPES, C.O. et alii Comportamento magnético de liga ferro - 50 Ni - 1,26 Mn laminada a frio (99%) e recozida a 1200°C. In: SEMINÁRIO DE MATERIAIS MAGNÉTICOS, São Paulo, 9 a 12 de Novembro de 1987. São Paulo, ABM, 1987. p. 153-164.