

**JOÃO RICARDO FILIPINI DA SILVEIRA**

**EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO OBTIDO POR LAMINAÇÃO E  
RECOZIMENTO SOBRE AS PERDAS HISTERÉTICAS EM AÇO PARA  
FINS ELÉTRICOS**

**São Paulo  
2008**

**JOÃO RICARDO FILIPINI DA SILVEIRA**

**EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO OBTIDO POR LAMINAÇÃO E  
RECOZIMENTO SOBRE AS PERDAS HISTERÉTICAS EM AÇO PARA  
FINS ELÉTRICOS**

Trabalho de graduação apresentado à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo,  
segundo a disciplina PMT 2598, para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia  
de Materiais.

**São Paulo  
2008**

**JOÃO RICARDO FILIPINI DA SILVEIRA**

**EFEITO DO TAMANHO DE GRÃO OBTIDO POR LAMINAÇÃO E  
RECOZIMENTO SOBRE AS PERDAS HISTERÉTICAS EM AÇO PARA  
FINS ELÉTRICOS**

Trabalho de graduação apresentado à Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, segundo a disciplina PMT 2598, para a obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Materiais.

Área de concentração: Engenharia de Materiais

Orientador: Professor livre-docente  
Fernando José Gomes Landgraf

**São Paulo  
2008**

## **AGRADECIMENTOS:**

A Daniel Rodrigues Júnior, cuja ajuda foi imprescindível na realização da parte experimental.

A Fernando J. G. Landgraf, pela confiança e disponibilidade.

A todos os colaboradores do laboratório de metalografia Hubertus Colpaert.

## **RESUMO:**

O presente trabalho trata de relação entre perdas histeréticas e tamanho de grão obtido por laminação e recristalização. Chapas de um aço elétrico 0,7%Si e 0,3%Al foram laminadas e recozidas (760°C, 2h) para a obtenção de diferentes tamanhos de grão (25 a 150µm). Os tamanhos de grão foram medidos por um método de análise semi-automático envolvendo a medição das áreas dos grãos individuais e também pelo método dos interceptos. Os resultados obtidos por estes dois métodos diferiram de uma constante (=0,6). As perdas histeréticas foram medidas obtendo-se uma relação linear com o inverso de TG. No entanto, devido ao erro experimental, não se descarta a possibilidade de uma relação linear com o inverso da raiz quadrada de TG.

A teoria de domínios magnéticos é recapitulada, no que diz respeito à influência de TG sobre campo coercivo e perdas histeréticas, particularmente Döring[21], Mager[22] e Goodenough[12]. A maioria dos resultados anteriores da literatura (7 gráficos de  $H_c$  x TG e  $P_h$  x TG) são representados, mostrando, ora uma dependência linear com  $1/TG$ , ora com  $1/\sqrt{TG}$ .

**Palavras-chave:** domínios magnéticos, campo coercivo, perdas histeréticas, tamanho de grão, micromagnetismo, aço elétrico.

## **ABSTRACT:**

This work deals with the relation between histeretic losses and grain size obtained through lamination and recrystallization. Electrical steel sheets 0,7%Si and 0,3%Al were cold-rolled e annealed (760°C, 2h) in order to produce different grain sizes (ranging form 25 to 150 µm). Grain size measurements were performed using a semi-automatic analysis method which offered the distribution of grain sizes, through measurements of individual grain area. Additional grain size measurements of the same samples were obtained through the intercept method. These results were found to differ by a constant of 0,6. Histeretic losses were measured and found to depend linearly on reciprocal of grain size. However, due to experimental uncertainty, a linear relation with its square root is not to be discarded.

Magnetic domain theory was revised, with regards to the specific dependence of coercive field and hysteretic losses on grain size, particularly through the work of Döring[21], Mager[22] e Goodenough[12]. The majority of literature's relevant results (7 experimental plots for  $H_c \times TG$  and  $P_h \times TG$ ) were reviewed, having been found to present alternately a linear relation to  $1/GS$ , and to  $1/\sqrt{GS}$ .

**Key words:** magnetic domains, coercive field, coercivity, histertic losses, grain size, electrical steel.

## **Lista de Ilustrações:**

Ilustração 1 – Laminados de aço elétrico .....	11
Ilustração 2 – Funcionamento de um transformador .....	13
Ilustração 3 – Motor elétrico .....	13
Ilustração 4 – Exemplo de curva de magnetização .....	16
Ilustração 5 – Trecho descendente da curva de histerese .....	17
Ilustração 6 – Curva de histerese magnética: .....	18
Ilustração 7 – Processo de magnetização, adaptado de [5] .....	20
Ilustração 8 – Linhas de campo elétrico e magnético.....	22
Ilustração 9 – Campos M, H e B[7].....	22
Ilustração 10 – Efeito do campo desmagnetizante:.....	24
Ilustração 11 – Estrutura polimérica .....	27
Ilustração 12 – Parede de domínios [Cullity apud Landgraf, 6] .....	34
Ilustração 13 – Ruído de Barkhausen: .....	37
Ilustração 14 – Relação das perdas por ciclo $P/f$ com a frequencia de excitação [6] .....	39
Ilustração 15 – Gráfico ( $W_h \times N$ a 1T) de Yensen[10] apud Landgraf [6].....	42
Ilustração 16 – Campo coercivo em função do tamanho de grão apud Degauque[11] ..	44
Ilustração 17 – Campo coercivo em função do tamanho de grão apud Adler[16] .....	45
Ilustração 18 – Perdas histeréticas em função do TG apud Bertotti et al.[17] .....	46
Ilustração 19 – Resumo de dados de $H_c \times TG$ .....	48
Ilustração 20 – Resumo de dados de $P_h \times TG$ .....	49
Ilustração 21 – Arranjo experimental de Sixtus, apud Döring.....	51
Ilustração 22 – Linhas de campo de um domínio elipsoidal .....	52
Ilustração 23 – Domínios magnéticos num material policristalino [9] .....	54
Ilustração 24 – Divergência de M na transição de grão .....	57
Ilustração 25 – Fluxo de campo desmagnetizante em domínios de contorno de grão..	57
Ilustração 26 – Espessura da amostra recozida a 760°C .....	66
Ilustração 27 – Escolha do filtro "Separator" .....	69
Ilustração 28 – Características do "Separator" .....	70
Ilustração 29 – Traçando contornos manualmente .....	70
Ilustração 30 – Resultado do "Separator" .....	71
Ilustração 31 – Efeito do filtro "Lowpass" .....	71
Ilustração 32 – Ferramenta "Magic Wand" .....	71
Ilustração 33 – Escolha das medidas apresentadas .....	72
Ilustração 34 – Contagem dos Interceptos .....	74
Ilustração 35 – Exemplos de distribuição de TG .....	76
Ilustração 36 – Distribuições de TG ( $1/d_A$ ) conforme a deformação real em gáfico log..	77
Ilustração 37 – Esboço da curva de recristalização .....	79
Ilustração 38 – Perda histerética em função de I.....	80
Ilustração 39 – Perda histerética em função de $d_A$ .....	80
Ilustração 40 – Comparação de resultados $P_h \times TG$ .....	81
Ilustração 41 – Perdas totais em função de $d_A$ .....	82
Ilustração 42 – Comparação de resultados $H_c \times TG$ .....	83
Ilustração 43 – Curvas de histerese obtidas .....	84

## **LISTA DE TABELAS:**

Tabela 1 – Deformação real e espessura dos conjuntos de amostras.....	64
Tabela 2 – Número de grãos e campos analisados por área.....	68
Tabela 3 – Número de campos e grãos analisados por interceptos.....	75
Tabela 4 – TG pelos diferentes métodos .....	78
Tabela 5 – Características da distribuição do fator de forma .....	79

## **SUMÁRIO:**

1. Introdução .....	10
1.1. Aços elétricos .....	10
1.2. Funcionamento de motores elétricos e transformadores: .....	12
1.3. Curva de magnetização e histerese .....	14
1.4. Domínios magnéticos .....	19
1.5. Condução do trabalho.....	25
2. Revisão Bibliográfica.....	26
2.1. Caracterização do tamanho de grão.....	26
2.1.1. Diferentes unidades de tamanho médio de grão.....	28
2.2. Estrutura de domínios magnéticos e minimização de energia.....	32
2.3. Curva de histerese, ruídos de Barkhausen e divisão das perdas magnéticas.....	36
2. 4. Nota sobre a teoria de domínios magnéticos, minimização de energia, curva de histerese, ruídos de Barkhausen e divisão de perdas magnéticas:.....	41
2.5. Principais publicações .....	41
2.5.1 Experimental .....	41
2.5.2. Teórico .....	50
3. Materiais e métodos .....	60
3.1. Introdução.....	60
3.2. Preparação das amostras.....	62
3.2.1. Laminação.....	62
3.2.2. Ajuste dimensional .....	63
3.2.3. Recozimento .....	65
3.3. Realização das medidas.....	65
3.3.1. Medição de tamanho de grão.....	65
3.3.2. Medidas Magnéticas .....	75
4. Resultados e discussão.....	76
5. Conclusões.....	85
6. Referências .....	87

## 1. INTRODUÇÃO

O presente trabalho trata da relação entre o tamanho de grão produzido por laminação e recristalização e a perda magnética quase estática em aços elétricos. Trata-se de uma clássica relação microestrutura-propriedade cuja aplicação leva à confecção de dispositivos mais eficientes energeticamente. Por outro lado, seu estabelecimento remete a uma melhor compreensão dos fenômenos magnéticos que ocorrem dentro do material durante sua utilização. Ela apresenta interesse, portanto, tanto de um ponto de vista prático quanto teórico.

### 1.1. Aços elétricos:

Aços (para fins) elétricos são materiais magneticamente moles utilizados na confecção de motores elétricos e transformadores. São aços de baixo carbono com adições de silício (até 6,5%), alumínio e manganês (ambos até 0,5%). Para sua aplicação, é preciso que se reduza a passagem de correntes elétricas devido à alteração do fluxo magnético no seu interior. É este o motivo de sua baixa espessura e alto conteúdo de silício.

Após a sua produção por lingotamento contínuo em placas de vários centímetros de espessura, são laminados a quente e posteriormente a frio produzindo bobinas de espessura entre 0,3 e 2,0 mm. As bobinas de aço são desenroladas e estampadas, para produzir a forma adequada à aplicação. A seguir, os diferentes estampos são empilhados, constituindo, por exemplo, um núcleo de rotor de motor elétrico, ou de transformador.



**Ilustração 1 – Laminados de aço elétrico [1]**

Em 2003, estimava-se que a produção brasileira deste material girasse em torno de 150 mil toneladas anuais pela Arcelor Mittal, mais 200 mil toneladas Usiminas e CSN. A produção total de aço elétrico no mundo equivalia a 10 milhões de toneladas, ou seja, 1,25% dos 800 milhões de aço como um todo [2]. Em 2007, a Arcelor Mittal realizou um aumento de sua capacidade de produção de 145 para 242 mil toneladas anuais da produção de aço elétrico a grão orientado, bem como um aumento de 43 para 60 mil toneladas da variante de grão orientado [8]. Por fim, estima-se que a produção nacional cresceu de 350 em 2003 para 420 mil toneladas em 2007 [3].

Apesar de não representarem a maior fatia do mercado de laminados, devido à sua ubiquidade em motores de utensílios domésticos, os aços elétricos possuem importância estratégica, tanto para o produtor como para o consumidor, que vê seus gastos com energia elétrica reduzidos quando, por exemplo, o motor de sua geladeira se torna mais eficiente.

## 1.2. Funcionamento de motores elétricos e transformadores:

Devido a efeitos quânticos, os elétrons de qualquer material geram um campo magnético no espaço. Existe uma aproximação da mecânica clássica que atribui este fato à corrente devida à rotação do elétron em torno do próprio eixo, em acordo com a lei de Ampère. O vetor que caracteriza este campo é chamado de momento magnético eletrônico e sua soma por unidade de volume constitui a magnetização do material.

Quando os elétrons estão emparelhados (spin oposto) a magnetização é nula, porque se somam vetores de sentidos contrários. Isso ocorre para a maioria dos materiais. Para ferromagnéticos aquecidos acima da temperatura de Curie, a partir da qual a agitação térmica se torna preponderante, os elétrons têm seus spins orientados em direções aleatórias, de forma que a magnetização também se nulifica.

À temperatura ambiente, no interior de materiais ferromagnéticos, a maioria dos átomos possui elétrons de spin desemparelhado, os quais tendem a se alinhar com um campo externo que lhes seja aplicado, gerando uma magnetização não nula. Isto provoca o surgimento de um campo magnético adicional, que vem se unir ao anterior, amplificando-o. A permeabilidade magnética, uma medida desta capacidade de amplificação, constitui uma das propriedades mais buscadas nestes materiais.

O funcionamento de um transformador pode ser esquematizado como na figura abaixo [Ilustração 2]. Ele permite a transferência de corrente alternada de um circuito para outro através de indução magnética, de forma que a tensão em cada circuito seja diferente. A passagem de corrente no primeiro circuito leva ao surgimento de um fluxo magnético que induz, por sua vez, a passagem de corrente no segundo circuito. A razão entre as tensões é equivalente à proporção do número de espiras.

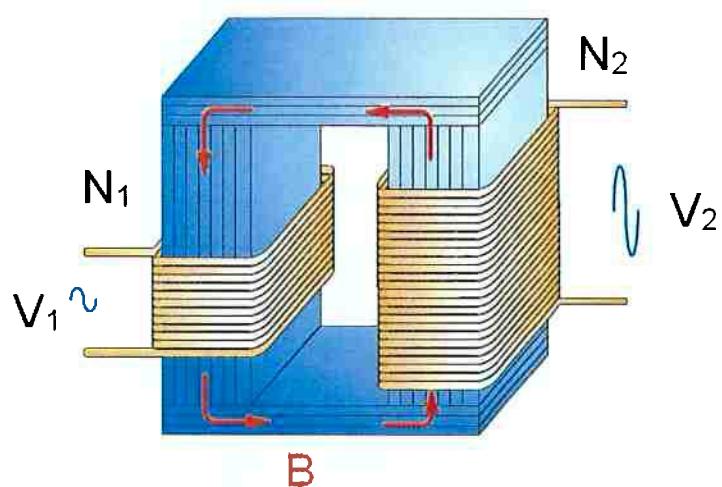


Ilustração 2 – Funcionamento de um transformador

De maneira semelhante, nos motores elétricos, os fios de cobre são enrolados ao redor do estator, peça fixa em cujo interior um campo magnético rotativo surge, induzindo o movimento sincronizado do rotor, conectado ao eixo. Na figura abaixo [Ilustração 3] vê-se um motor do tipo “gaiola de esquilo” com as peças de aço laminado já empilhadas montadas no estator à esquerda e rotor “gaiola de esquilo” à direita, no qual são unidas por alumínio fundido.

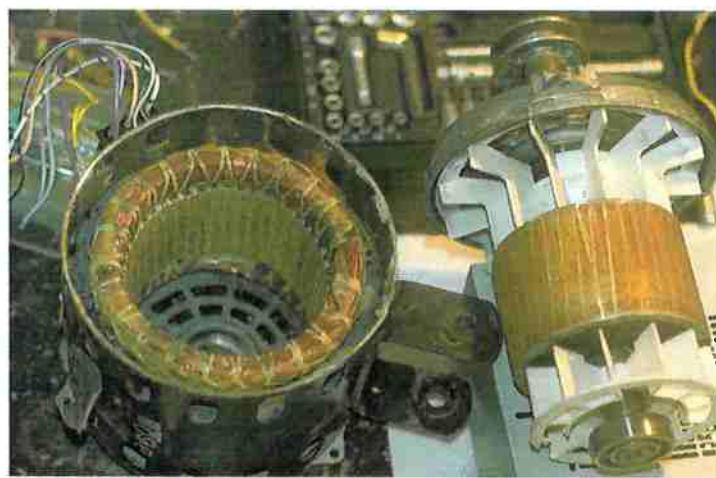


Ilustração 3 – Motor elétrico com estator à esquerda e rotor “gaiola de esquilo” à direita [4]

Durante a operação destes equipamentos, é de interesse que toda a potência oferecida pelo circuito de entrada se converta em corrente no circuito de saída no caso do transformador, ou em energia mecânica no caso do motor. Além das perdas por efeito Joule ocorridas no circuito de cobre, há perdas induzidas no interior do material amplificador de campo. Para aumentar a eficiência do dispositivo, é conveniente considerar as seguintes propriedades:

- O número de elétrons disponíveis para participar da amplificação, ou o campo magnético máximo gerado quando todos os elétrons desemparelhados se alinham;
- A eficiência desta amplificação, ou seja, o quanto cresce o campo fornecido pelo circuito elétrico graças ao aporte da orientação dos spins dos elétrons do material, ou a razão campo obtido/campo fornecido;
- A facilidade com que os elétrons vão se realinhar, ou o campo externo necessário para produzir este realinhamento;
- O trabalho realizado no alinhamento e realinhamento dos elétrons em direções sempre variáveis, rotacional no motor e alternada no transformador, produzida pelo efeito da corrente alternada, a cada 1/60s.

É interessante notar que estas propriedades se assemelham, grosso modo, à indução máxima, permeabilidade máxima, campo coercivo, e perdas magnéticas tal como medidos na curva de histerese. Elas não são completamente independentes, apesar de serem afetadas de maneiras diferentes por modificações na microestrutura do material.

### **1.3. Curva de magnetização e histerese [6, 5]:**

A curva de histerese magnética é o principal recurso experimental para a compreensão teórica dos fenômenos em jogo durante a utilização de materiais magneticamente moles como amplificadores de campo magnético. Muito embora todos os seus

meandros não sejam explicados, uma visão geral das medições expressas na curva nos permite averiguar a aplicabilidade do material em questão.

A curva é traçada através da medição do campo total que reina no interior da amostra, a indução magnética  $B$ , em função do campo externo aplicado,  $H$ . A indução magnética é o campo que efetivamente reina no espaço, podendo ser chamado de densidade de fluxo magnético; é medido em T (Tesla) no SI (equivalente a Vs/m<sup>2</sup>), e G (Gauss) no sistema cgs. O campo magnético ou magnetizante, também chamado de campo externo, é o campo fornecido pelo circuito do aparelho de medida, sua unidade é A/m no SI e Oe (Oersted) no cgs.

Ao se aplicar um campo externo crescente, aos poucos, os elétrons no interior do material vão se alinhando, fornecendo um aporte à indução, que varia segundo o campo aplicado. A este aporte, ou, à soma dos momentos magnéticos dos elétrons no interior do material chamamos magnetização, expressa pela letra  $M$  ou polarização magnética, expressa pela letra  $J$ , conforme a unidade e o contexto ( $M$  tem as mesmas unidades e se compara a  $H$ ;  $J$  a  $B$ ).

Outra maneira de quantificar a amplificação, que é a propriedade buscada, recebe o nome de permeabilidade magnética:

$$\mu = B/H;$$

na ausência de material magnético,  $B$  difere de  $H$  pela constante  $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$  (SI) correspondente à permeabilidade magnética do espaço. Dessa forma<sup>1</sup>:

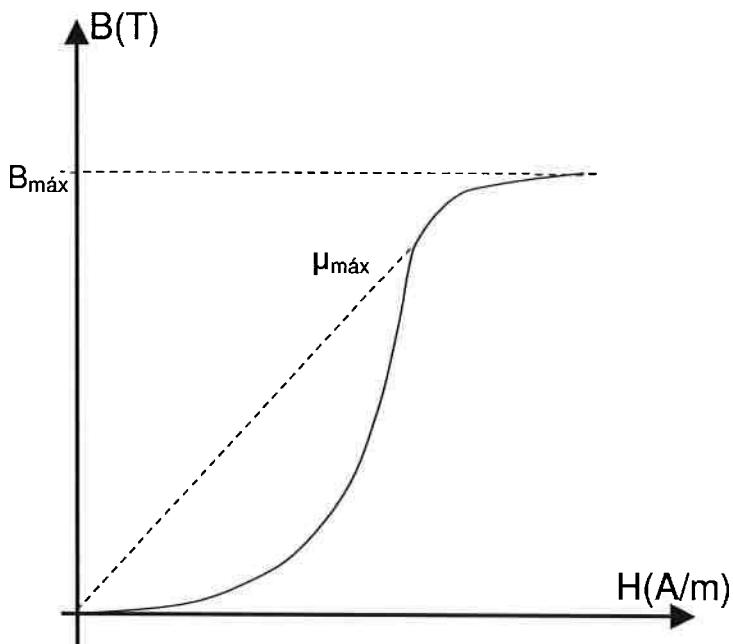
$$B = \mu_0 (H + M) = \mu_0 H + J$$

---

<sup>1</sup> Outras variáveis representativas do comportamento magnético, conforme o contexto estudado, são a permeabilidade relativa,  $\mu_r$ , e a susceptibilidade magnética,  $\chi$ .  $\mu_r = \mu/\mu_0$ ;  $\chi = M/H$ ;  $\mu_r = 1 + \chi$

O campo que reina no espaço é a soma do campo fornecido pelo circuito do equipamento mais todos os momentos magnéticos no interior do material. Porém, a quantidade de elétrons que se alinha, ou a magnetização  $M$  (e portanto o valor de  $B$ ) não varia linearmente com  $H$ .

Na figura abaixo [Ilustração 6] podemos diferenciar uma região na qual  $B$  cresce pouco com  $H$ , seguida de uma região na qual  $B$  dispara, e, por fim, uma região na qual  $B$  cresce cada vez menos e mais dificilmente, até estagnar.

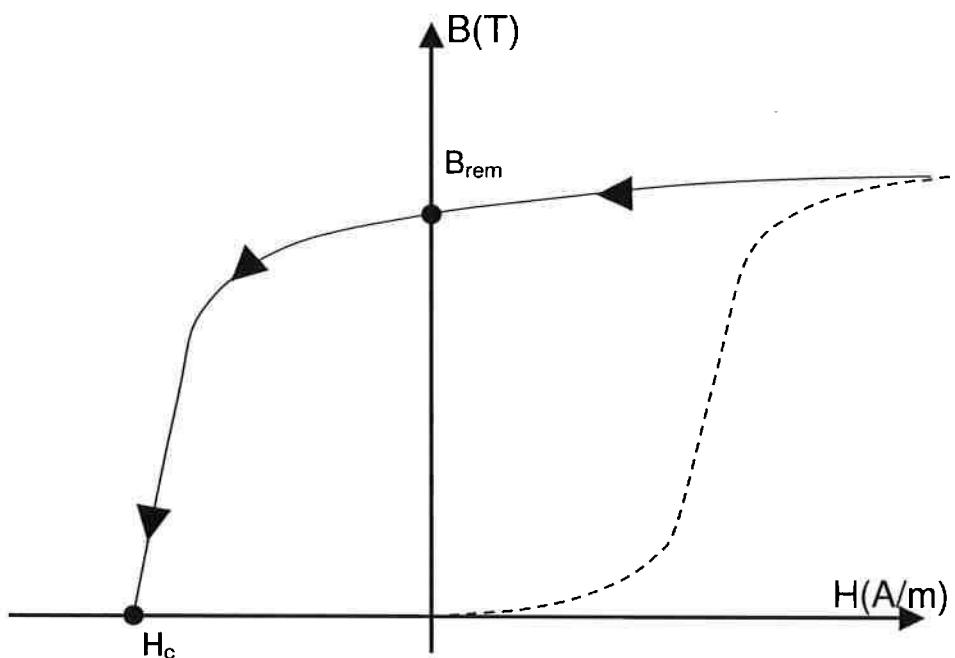


**Ilustração 4 – Exemplo de curva de magnetização**

De maneira bem simples, percebe-se que, de início, para baixo  $H$ , algum impedimento parece opor-se ao alinhamento dos elétrons. À medida que o campo externo é aumentado, este impedimento é superado e  $B$  cresce fortemente. Atinge-se uma condição de permeabilidade máxima, na qual a maior amplificação de campo é obtida. Na região final, outro mecanismo torna a se opor ao alinhamento dos elétrons, até que, à custa de elevado  $H$ , todos estejam alinhados e o material se encontre magneticamente saturado. A compreensão de qual é(são) este(s) impedimento para

baixo  $H$ , e qual a influência do tamanho de grão no valor do campo crítico que precisa ser superado constituem o objetivo deste trabalho.

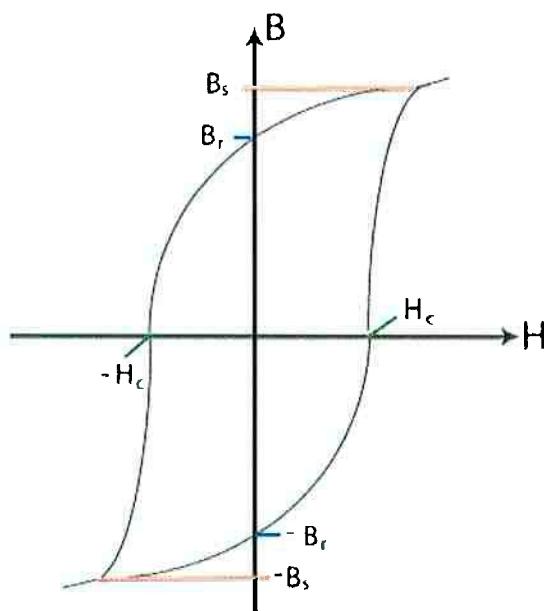
Esta não é, no entanto, a curva de histerese do material. Para uma melhor compreensão dos fenômenos é preciso estudar o que ocorre à medida que o campo fornecido decresce e se inverte, com a variação da corrente do circuito:



**Ilustração 5 – Trecho descendente da curva de histerese**

Na figura acima [Ilustração 5], à medida que o campo é removido, a indução cai até atingir o valor de campo residual, ou remanente,  $B_{rem}$ . Neste ponto o campo externo é nulo. A amostra pode ser retirada de onde esteja e ainda haverá uma indução magnética no espaço que a cerca. O material se encontra imantado. Algum tipo de transformação irreversível ocorreu, acumulando energia no seu interior. A natureza dos processos de acúmulo de energia no interior do material é que constituem as perdas magnéticas. Seu estudo, bem como a influência do tamanho de grão por sobre eles, também faz parte do conteúdo deste trabalho.

Quando  $H$  cresce em módulo no sentido negativo, vê-se uma curva que se assemelha à curva pontilhada já discutida, indicando a ocorrência de fenômenos inversos aos supracitados. O campo que leva à completa desmagnetização do material ( $B = 0$ ), na intersecção da curva com o eixo das abscissas, é chamado de campo coercivo,  $H_c$ . Ao traçar-se esta curva para um ciclo completo em que  $H$  varia nos campos positivo e negativo, obtém-se a curva de histerese:



**Ilustração 6 – Curva de histerese magnética:** exemplo com os valores de indução à máxima atingida ( $B_s$ ), indução à remanência ( $B_r$ ) e campo coercivo ( $H_c$ ). As perdas magnéticas são obtidas calculando-se a área no interior da curva.

As regiões mais íngremes da curva denotam que um pequeno aporte no campo externo resulta num grande aumento da indução magnética. O campo crítico a ser ultrapassado para que a maior parcela dos elétrons se alinhe é o campo coercivo,  $H_c$ , situado na intersecção da curva com o eixo das abscissas. A indução atingida quando todos os elétrons se alinharam é a saturação,  $B_s$  (nem todas as curvas de histerese se estendem até este ponto). A área no interior da curva representa o trabalho realizado ao longo de um ciclo,  $W_t$ , ou, sabendo-se o intervalo de tempo em que isto ocorreu, as perdas de potência magnéticas totais,  $P_t$ .

Os elétrons não se comportam de maneira independente no interior do material ferromagnético. Não são elétrons livres, estão associados a átomos. Eles tendem a alinhar seus momentos magnéticos uns aos outros, graças a interações de natureza quântica, explícitas por meio da energia de troca,  $E_J$ . Desta forma, encontram-se no material grandes grupos de elétrons cujos spins/momentos magnéticos estão todos paralelos. Estes grupos são chamados de domínios magnéticos. O modelo dos domínios magnéticos apresenta uma visão muito mais refinada sobre os fenômenos ocorridos durante a histerese, constituindo a ferramenta principal para a sua interpretação.

A partir daqui começa a engenharia de materiais, pois os domínios magnéticos são da mesma escala de grandeza que a microestrutura do material, de  $1\mu\text{m}$  até  $1\text{mm}$  [6]. Considera-se então, a interação microestrutura – domínios magnéticos, na esperança de descobrir quais modificações no processamento levarão a uma melhoria das propriedades.

#### **1.4. Domínios magnéticos [6,5,7]:**

Voltando à curva de magnetização proposta acima, pode-se começar a explicar os fenômenos com base em domínios magnéticos. No estado inicial, desmagnetizado, o material contém grandes regiões de elétrons com spin orientado no mesmo sentido. Porém, se não há campo externo aplicado sabe-se que a soma de todos os momentos magnéticos presentes no interior do material é nula, pois não há magnetização “líquida” observável (indução magnética no interior e redor do material nula). Donde se conclui que deve haver um volume igual de domínios orientados em direções opostas.

Há direções cristalográficas preferenciais nas quais os domínios magnéticos ficarão orientados, ditas direções de fácil magnetização (como  $<100>$  no ferro/aço, ou  $<111>$  no níquel [5]). É possível fazer com que os momentos magnéticos dos elétrons que constituem os domínios saiam destas direções, tornando-se oblíquos em relação a elas.

Para tanto, é preciso fornecer energia, aplicando um campo externo elevado. Até campos externos próximos do campo coercivo, a energia associada à direção cristalográfica é muito superior, de forma que os domínios “escolhem” a direção de fácil magnetização que forma o menor ângulo com campo externo, e permanecem paralelos a ela.

Assim que um campo externo é acionado, a tendência dos domínios a buscar a direção de fácil magnetização que forma o menor ângulo com o campo externo leva a uma perturbação da estrutura desmagnetizada na qual os volumes ocupados por domínios de magnetização oposta são iguais. Os domínios de direção formando menor ângulo com o campo externo crescem em detrimento daqueles que formam maior ângulo, de forma que a soma total dos momentos magnéticos deixa de ser nula. O material se magnetiza oferecendo uma contribuição para a indução magnética proporcional ao volume de domínios “em excesso”.

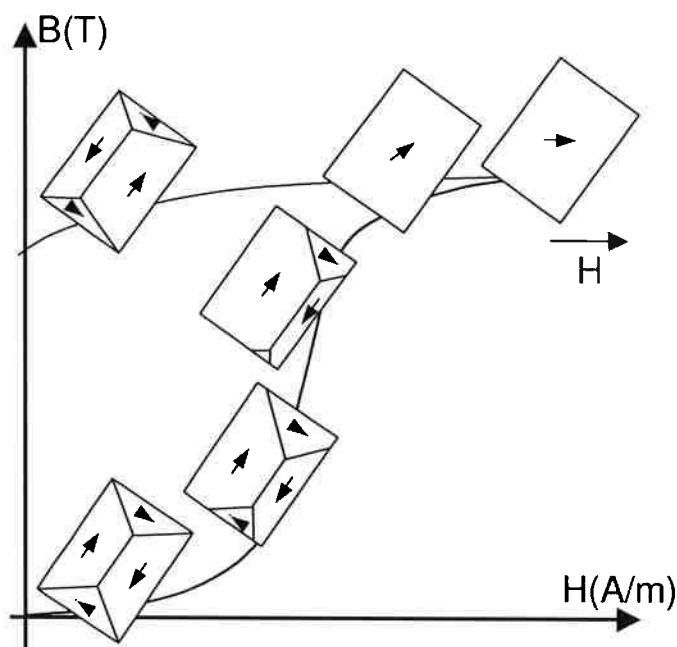


Ilustração 7 – Processo de magnetização, adaptado de [5]

Uma vez que todo o material (monocristal) é ocupado por um único domínio, orientado na direção de fácil magnetização que forma o menor ângulo com campo externo, não é

possível que ocorra uma magnetização maior por crescimento e desaparecimento de domínios. Essa é a fonte da maior dificuldade de magnetização (redução da permeabilidade dada pela tangente à curva) que causa o joelho da curva de histerese. No entanto, se o campo externo cresce o suficiente, os domínios passam a se rotacionar (desalinhlar da direção de fácil que ocupavam) até se tornar completamente paralelos ao campo aplicado, ponto a partir do qual nada mais ocorre.

Ao se retirar o campo aplicado, os domínios relaxam até a direção de fácil magnetização mais próxima. A seguir, com campo externo decrescente, nucleiam-se domínios nas direções opostas que crescem em detrimento dos outros até a remanência, ponto no qual o material fica imantado/magnetizado. De forma geral, considera-se que a rotação de domínios é um processo reversível, enquanto seu crescimento e nucleação são irreversíveis [6] (ou seja, acumulam energia e é preciso realizar trabalho para desfazê-los).

Além das questões discutidas até aqui, outra contribuição energética vem se associar complicando a estrutura de domínios. Como regra geral do magnetismo, temos que a indução magnética normal a uma superfície é constante em ambos os lados da superfície, produzindo um campo solenoidal (cujo divergente vale zero em todos os pontos do espaço).

Outra maneira de ver o que é campo solenoidal é pensar nas linhas de campo: o campo magnético “corre” de um pólo a outro; o campo elétrico “corre” a partir da carga até o infinito. Esta é apenas uma representação gráfica da afirmação  $\text{div } \mathbf{B} = 0$ ; ela e a constância da densidade de linhas de campo através das superfícies são matematicamente equivalentes.

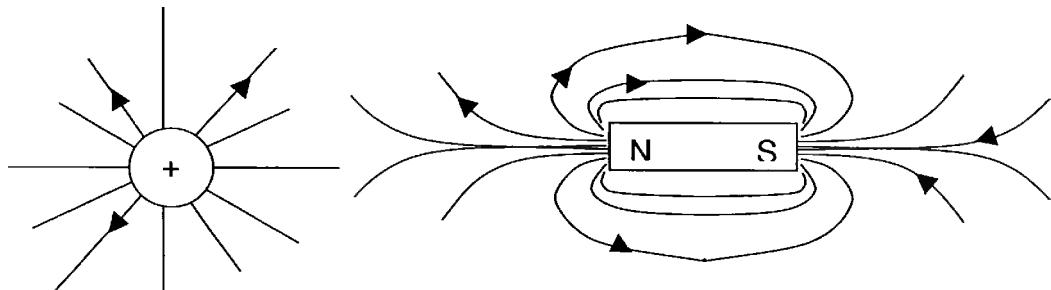


Ilustração 8 – Linhas de campo elétrico e magnético

Considerando um ímã constituído por um único domínio magnético alinhado na direção de seu eixo central (sem campo externo aplicado), observaríamos, ao atravessar a tampa circular, uma variação abrupta de  $B$ . No interior do material ele possuiria o valor da remanência, e no exterior valeria zero; não é isto que ocorre. (Aliás, se os ímãs não produzissem campo magnético no seu exterior, não seriam muito úteis!)

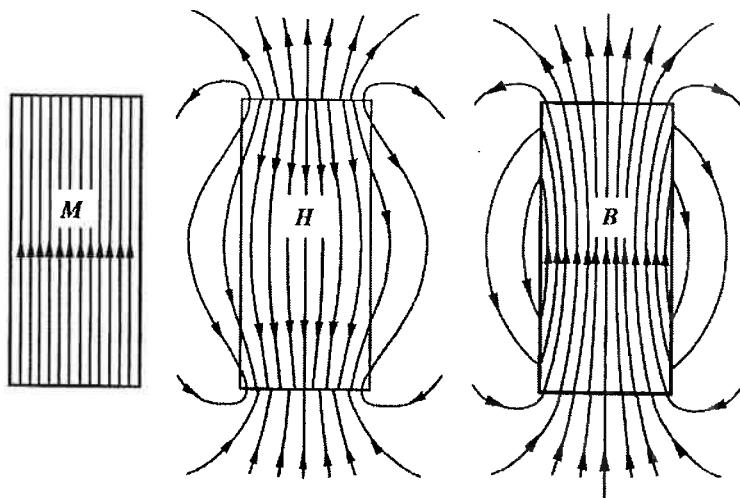


Ilustração 9 – Campos M, H e B[7]

Indução  $B$  e campo  $H$  num ímã permanente cilíndrico na ausência de campo aplicado. Supõe-se que a magnetização  $M$  é uniforme. A indução  $B = \mu_0(H+M)$  é solenoidal ( $\text{div}B = 0$ ) e o campo  $H$  satisfaz a condição ( $\text{rot}H = 0$ ). Isto significa que  $H$ , em analogia formal com o campo elétrico, pode ser expresso como o gradiente de uma função potencial escalar. Desta forma, é como se cargas magnéticas de igual densidade, porém sinais opostos, ocupassem uniformemente as tampas superior e inferior do cilindro. (FIORILLO, F., "Measurement and Characterization of Magnetic Materials", p.7, figure 1.1, San Diego, CA, Elsevier Academic Press, 2004.)

Surge então uma componente que atravessa o espaço no sentido do pólo norte até o pólo sul, pelo interior (chamada aí campo desmagnetizante,  $H_d$ ) e pelo exterior (chamada “stray field”) do ímã. No exterior do ímã ela coincide com a indução,  $B$ , (que passa a ter os mesmos valores acima e abaixo da tampa). Já no seu interior, ela se opõe à indução magnética funcionando como uma contra-amplificação, donde tira seu nome desmagnetizante. Associada à presença de campo desmagnetizante, e, portanto, a qualquer variação abrupta da magnetização ( $\text{div } M \neq 0$ ), tem-se a energia magnetostática, que é a componente magnética da energia acumulada no material e é fonte de grandes complicações na estrutura de domínios.

Em primeiro lugar, para minimizar a energia interna, é necessário “conter o fluxo” magnético no interior do material, portanto, surgem domínios de fechamento nas suas extremidades. Em segundo lugar, como em todo contorno de grão há uma mudança de orientação cristalográfica, gerando magnetizações de direções diferentes, ao atravessar-se a superfície normal ao contorno de grão observa-se uma divergência de  $M$ , gerando um grande acúmulo de energia nos contornos, bem como o surgimento de um forte campo desmagnetizante. Analogamente aos domínios de fechamento, surgem aí domínios que permitem a minimização desta energia.

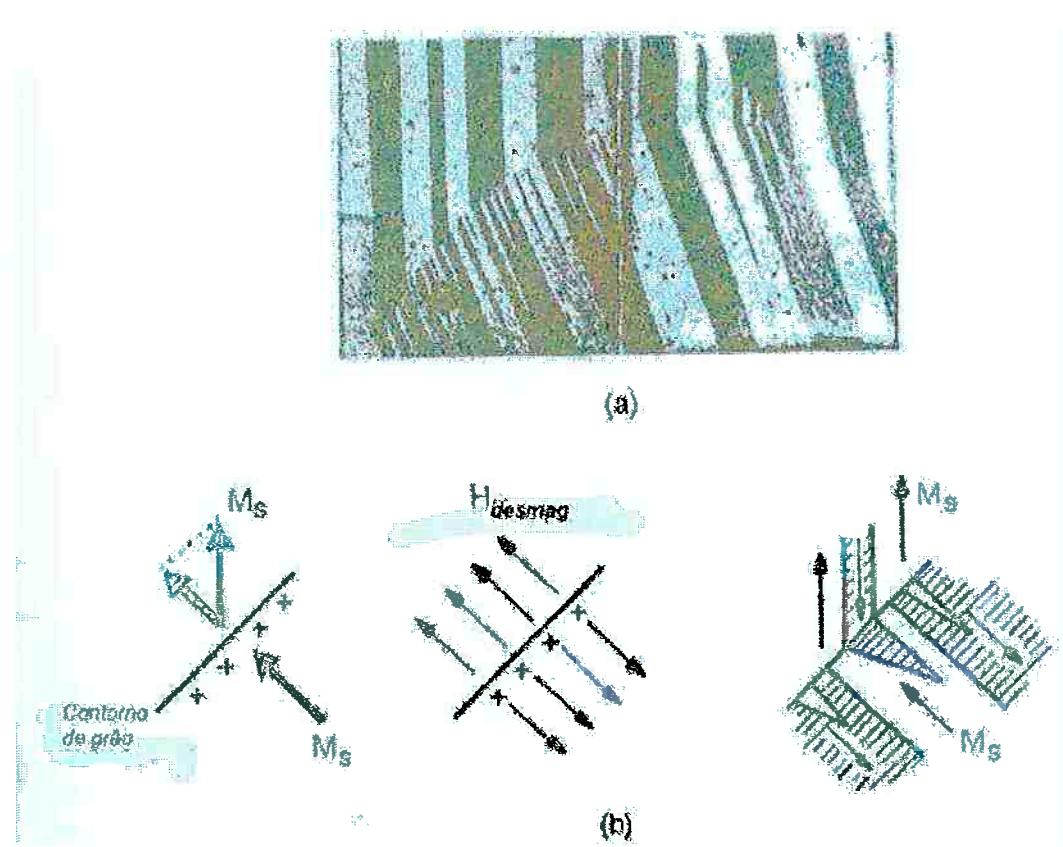


Ilustração 10 – Efeito do campo desmagnetizante:

- a) domínios magnéticos próximos a um contorno de grão observados por efeito Kerr  
b) esquematização da divergência de  $M$ , surgimento de  $H_d$  e dos domínios no contorno [6].

Acredita-se que uma das principais dificuldades enfrentadas pelos domínios na sua movimentação, levando a altos campos coercivos, seja esta energia inerente aos materiais policristalinos. Se a maioria dos grãos for orientada no mesmo sentido fala-se de chapas com textura forte, ou grão-orientado. Neste caso o problema desaparece e as perdas magnéticas são muito menores. No entanto o custo de produção destes materiais faz com que eles não tomem a fatia preponderante do mercado. A Arcelor Mittal produziu no Brasil, em 2007, 3 vezes mais chapas com grão não orientado [8].

### **1.5. Condução do trabalho:**

Através do estudo da magnitude da energia magnetostática, da direção e módulo do campo desmagnetizante e do número e dimensões dos domínios de fechamento em contornos de grão em função do campo externo, das orientações cristalográficas dos grãos, da forma do contorno e das outras energias atuantes, deve ser possível modelar o efeito do tamanho de grão no comportamento histerético de aços elétricos.

O presente trabalho:

- Passa por uma elucidação mais sistemática e detalhada da teoria relevante na **Revisão Bibliográfica**;
- Descreve o método experimental pelo qual foram obtidas as curvas de perdas histeréticas e campo coercivo em função do tamanho de grão em **Materiais e Métodos**;
- Discute as formas de apresentação dos resultados, apresenta-os, e cita as conclusões teóricas às quais eles apontam em **Resultados e Discussão**.
- E, por fim, faz um apanhado das constatações gerais sobre a evolução desta teoria bem como sugestões de futuros trabalhos na **Conclusão**.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A revisão bibliográfica se divide em 3 partes. Primeiramente é feita uma discussão das normas para medição do tamanho de grão e da conversão entre os diferentes valores de medida, bem como os conflitos que surgem à medida que cada autor se serve de uma definição particular de tamanho de grão.

Em segundo lugar, é feita uma explanação mais sistemática sobre a curva de histerese, utilizando os conteúdos apresentados na introdução.

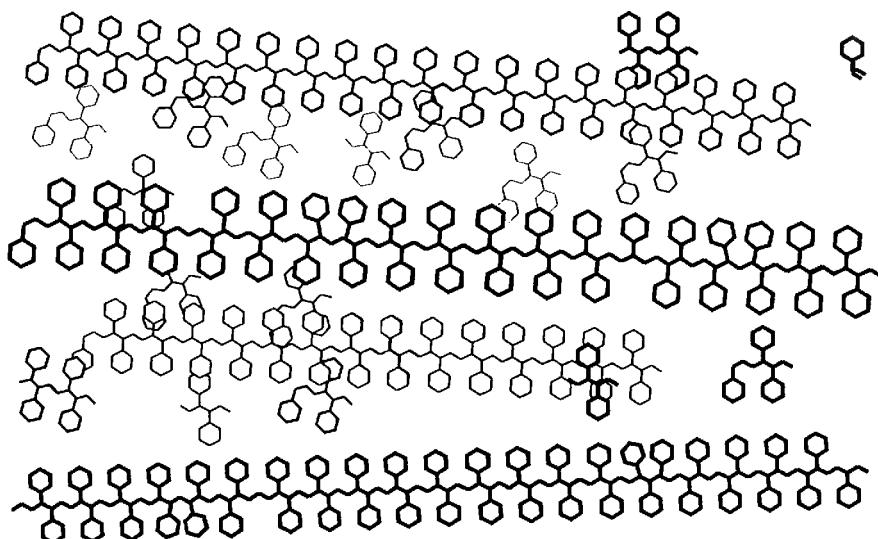
Em terceiro lugar, é feita uma discussão mais elaborada do modelo de domínios magnéticos e suas implicações na relação do tamanho de grão com as perdas magnéticas e campo coercivo.

### 2.1. Caracterização do tamanho de grão:

Geralmente, os efeitos do tamanho de grão nas propriedades utilizam um único valor numérico, associado a um tamanho de grão médio, sendo a abordagem da distribuição dos tamanhos raramente empregada [6]. Por si só, este fato já permite uma crítica potencial aos modelos da dependência do tamanho de grão com qualquer variável magnética.

A distribuição de tamanho de grão oferece valores como desvio padrão (a distribuição não é normal, ela é lognormal, mas existe um valor matemático que pode ser identificado ao desvio padrão), moda, mínimo, máximo, fração de área dos grãos entre outros, os quais poderiam ser indicativos úteis na caracterização dos fenômenos. Seria possível plotar as propriedades magnéticas em função destes indicadores numéricos para obter certas informações.

Certas perguntas permanecem não respondidas pela literatura, por exemplo: Se duas chapas idênticas possuem mesmo tamanho de grão médio, porém com desvio padrão muito diferente, qual será o efeito nas propriedades magnéticas? Qual a influência de crescimento de grão anormal com a resultante distribuição de tamanho bimodal? Qual surte maior efeito nas perdas magnéticas, o tamanho de grão médio, ou a média ponderada pela fração de área? Aqui a analogia é feita com os polímeros, cujas propriedades dependem da massa molecular média ponderada pela massa.



**Ilustração 11 – Estrutura polimérica:** há muito mais moléculas pequenas, porém há propriedades controladas pelas poucas moléculas grandes, que ocupam maior espaço e têm maior massa

Por outro lado, ao se traçar um gráfico qualquer, é preferível que a determinação de ambas as variáveis passe por um estudo rigoroso. Nos trabalhos anteriores, pouca atenção foi dada à metalografia, por ser um assunto bem conhecido de forma geral, e que não era o foco destes trabalhos. Então se supôs que não haveria nem dúvida, nem imprecisão nem interesse quanto aos métodos de determinação de tamanho de grão empregados. Estas suposições podem ser colocadas em cheque, se notarmos que diferentes autores utilizam diferentes unidades cuja conversão não está sempre clara.

É muito difícil oferecer modelos claros no que diz respeito à estrutura de domínio magnéticos no interior de um material policristalino, pois a sua configuração depende

de todas as orientações estatísticas dos grãos, de suas formas, tamanhos e posições no espaço tridimensional no interior do material [9].

A maioria dos modelos teóricos realiza o máximo de simplificações para possibilitar os cálculos. Estas mesmas simplificações reduzem sua generalidade e os mecanismos experimentais para testá-los. Eles confirmam o coeficiente angular da reta  $H_c$  em função do inverso do  $TG$  obtida em certos experimentos[10,11], porém não são firmes o bastante para oferecer novos “insights” sobre o comportamento dos fenômenos [22,12].

Concluindo, o estudo da determinação de tamanho de grão e da sua distribuição foi cogitado devido a diferentes fatores:

- 1. As distribuições poderiam oferecer valores numéricos úteis (como o desvio padrão e moda);
- 2. Não fica claro se há coerência na definição de tamanho de grão adotada por diferentes autores, pois eles não a discutem;
- 3. Os modelos teóricos eles próprios devem ser concebidos levando em consideração a heterogeneidade da microestrutura.

### **2.1.1. Diferentes unidades de tamanho médio de grão:**

É interessante aprofundar o 2º tópico, desambiguando as diferentes definições de tamanho de grão utilizadas por cada autor. No que diz respeito à determinação de tamanho de grão médio por metalografia utilizando métodos manuais ou semi-automáticos, a norma ASTM [23] parece ser a rota mais clara e definitiva para diferenciar as unidades de medida e técnicas utilizadas.

Existem três principais métodos manuais para o cálculo do tamanho de grão médio. Apesar de chamarem manuais, um computador pode ser utilizado contanto que nenhuma etapa do cálculo seja efetuada por algum programa ou algoritmo. Eles se aplicam, segundo a norma [23], principalmente a distribuições lognormais de grãos

equiaxiais de um material monofásico. Podem ser adaptados para um material bifásico com grãos levemente distantes da equiaxialidade, mas não se aplicam, de forma alguma, a casos em que a distribuição de  $TG$  não é lognormal (crescimento de grão anormal).

Os métodos são:

- método da comparação, que consiste em comparar a microestrutura observada com figuras de referência
- método planimétrico, que consiste em contar o número de grãos no interior de uma figura de área conhecida
- método dos interceptos, que consiste em contar o número de interseções dos contornos de grão com grades de medida formadas por retas ou círculos, o que equivale a calcular a distância média entre duas interseções, o intercepto médio.

O objetivo principal da utilização destes métodos é a obtenção do tamanho médio de grão,  $G$ , na unidade “tamanho de grão ASTM”, definida por:

$$N_{AE} = 2^{G-1}, \quad [eq. 1]$$

na qual  $N_{AE}$  é o número de grão por polegada quadrada a 100X de aumento. O número de grãos por milímetro quadrado a 1X de aumento,

$$N_A = 15,5 \cdot N_{AE}. \quad [eq. 1.1]$$

O método da comparação dá uma estimativa direta de  $G$  na sua unidade original. Compara-se a microestrutura observada numa micrografia ou projeção com uma série de ilustrações desenvolvidas especialmente para o aumento, tipo de ataque e estrutura encontrados. Cada ilustração tem um valor de  $G$  atribuído a ela. O valor de  $G$  do campo exibido é obtido por comparação direta, sendo igual àquele da imagem que mais assemelha à microestrutura do material.

Existem critérios para a escolha do campo, do número de campos e do número pessoas que efetuam a medida, os quais buscam maior precisão nos resultados, e que não cabe discutir aqui. E analogamente para os outros métodos aqui descritos. Em “Materiais e métodos” discute-se, com base nas normas [23,13], valores satisfatórios para os métodos utilizados.

O método planimétrico apresenta interesse especial, pois foi utilizado por YENSEN [10] em seu influente trabalho sobre o efeito do tamanho de grão nas perdas histeréticas. Traça-se um retângulo ou círculo de área conhecida (normalmente 5000 mm<sup>2</sup>) sobre a micrografia (ou sobre uma transparência) e conta-se o número de grãos totalmente encompassados pela figura ( $N_e$ ), bem como o número de grãos interceptados por ela ( $N_i$ ). O número de grãos por milímetro quadrado a 1X de aumento é dado pela fórmula:

$$N_A = f (N_e + 0,5N_i),$$

na qual  $f$  é o multiplicador de Jeffries, constante tabelada que depende do aumento utilizado bem como da área da figura de medida.

A área média de grão,  $A$ , é recíproco de  $N_A$ , e o diâmetro médio,  $d$ , sua raiz quadrada. No próprio texto da norma indica-se que  $d$  não tem nenhum significado físico, pois a seção reta dos grãos não é quadrada.

$$A = 1/N_A = d^2.$$

O método dos interceptos e suas variantes são mais poderosos e geralmente mais aceitos. A norma indica que são mais rápidos que o método planimétrico para uma mesma precisão. O método básico é o do intercepto linear. Retas de medida são apropriadamente traçadas sobre a micrografia ou transparência e conta-se o número de interseções. Dividindo-se o comprimento total das retas pelo número de interseções, contando 1½ interseção no caso de pontos triplos, obtém-se a distância média entre duas interseções:

$$I = L / (M \cdot N_i),$$

na qual  $M$  é o aumento,  $L$  é o comprimento da reta de medida e  $I$  o intercepto médio.

A notar que não existe relação matemática exata entre  $I$  e  $G$ , como no caso do método planimétrico. A relação proposta pela norma lança um valor de  $G$  como função de  $I$  que dista por volta de 1% do que seria obtido medindo-se pelo método planimétrico:

$$G = -3,288 - 2\log_2 I \quad [\text{eq. 2}]$$

Donde, substituindo (1) e (1.1) em (2), se extrai a conversão errada no máximo por 1%, de  $I$  para  $N_A$  e  $d$ :

$$1,26I^2 = 1/N_A; \quad 1,122 I = d.$$

O que leva a crer que o intercepto médio é uma subestimativa do diâmetro médio do círculo de mesma área,  $C$ , pois:

$$C = \sqrt{A \cdot 4/\pi} = \sqrt{4/\pi \cdot 1/N_A} = \sqrt{4/\pi \cdot 1,26I^2} = I \cdot \sqrt{4/\pi \cdot 1,26} = 1,27 I.$$

Com efeito, a norma propõe que uma boa estimativa do tamanho de grão tridimensional,  $D$  é:

$$D = 1,5I$$

para esferas de tamanho semelhante.

Assim fica estabelecido que o diâmetro médio obtido pelo método planimétrico não equivale ao intercepto médio, ambos são uma subestimativa do diâmetro do círculo de

mesma área (diâmetro equivalente) e do diâmetro da esfera de tamanho similar. Por fim, o intercepto médio a partir do número de grãos por milímetro quadrado é dado por:

$$I = 0,89/\text{raiz}(N_A) \quad [\text{eq. 3}]$$

## 2.2. Estrutura de domínios magnéticos e minimização de energia[7,14]:

No interior de materiais ferromagnéticos circulam correntes elétricas de natureza quântica na escala atômica, as quais não implicam num fluxo de carga através do material. Os fenômenos magnéticos observados na escala macroscópica são produto destas correntes, de acordo com a lei de Ampère.

Aos elétrons em órbita está associado um momento magnético:

$$\mathbf{m} = -(e/2m_e)\mathbf{L},$$

na qual  $e$  é a carga de elétron,  $m_e$  sua massa e  $L$  o momento angular.

Para além da escala atômica, considera-se a magnetização:

$$\mathbf{M(r)} = \sum \mathbf{m}_i / \Delta V,$$

soma dos efeitos presentes no interior de um elemento de volume, grande o suficiente para perder os detalhes quânticos da escala atômica, porém pequeno o bastante para ser considerado local.

Num ponto  $r$  qualquer se considera que a magnetização é resultado dos elétrons de spin desemparelhado, pois a soma dos momentos magnéticos de elétrons com spin emparelhado, e portanto oposto, é nula.

A magnetização se orienta de forma a minimizar o conjunto de energias dependentes de sua direção:

- A energia de troca,  $E_J$ , de natureza quântica, a qual produz uma tendência de que as magnetizações de pontos adjacentes tenham a mesma direção.
- A energia de anisotropia magnetocristalina,  $E_{mc}$ , dependente da cristalografia do material, influenciando a magnetização a cada ponto a se alinhar com uma das direções de fácil magnetização.
- A energia de anisotropia magnetoelástica,  $E_{me}$ , dependente da cristalografia e das tensões de reticulado, levando  $M$  a se alinhar a certo ângulo da tensão elástica conforme o material.
- A energia magnetostática,  $E_{ms}$ , surge na presença de um campo magnético  $H$ , criando a tendência de que  $M$  se alinhe a ele ponto a ponto.

(Estas energias podem ser futuramente refinadas e subdivididas para facilitar o seu cálculo ou na tentativa de fornecer uma melhor explicação dos fenômenos.)

A energia de troca pode ser calculada segundo a fórmula:

$$E_J = -2JS^2\cos\theta,$$

na qual  $J$  é a integral de troca (dependente do material),  $S$  é o número quântico de spin de cada átomo e  $\theta$  o ângulo entre seus momentos magnéticos. Devido ao seu elevado valor, os momentos magnéticos se organizam em grandes grupos nos quais se encontram todos orientados na mesma direção. São os chamados domínios magnéticos.

A energia de anisotropia magnetocristalina pode ser calculada segundo a equação de Akulov, no caso de um monocrystal monodomínio orientado segundo os ângulos  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ , e  $\alpha_3$  com relação à direção  $<100>$ :

$$E_{mc} = K_1(\alpha_1^2 + \alpha_2^2 + \alpha_3^2) + K_2\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2$$

A título de exemplo, temos que  $K_1 = 48\ 000\text{J/m}^3$  no ferro puro e  $K_1 = -4\ 500\text{J/m}^3$  no níquel, a  $20^\circ\text{C}$ .

Devido à presença da anisotropia magnetocrystalina, os momentos magnéticos do material se encontram todos alinhados em direções ditas de fácil magnetização, as quais dependem das constantes  $K_1$  e  $K_2$ . Um elevado valor positivo de  $K_1$ , como no ferro, leva os momentos magnéticos a se alinhar com as direções  $\langle 100 \rangle$ . No níquel  $\langle 111 \rangle$ .

Os domínios magnéticos se encontram, portanto, orientados segundo alguma direção de fácil magnetização. Entre dois domínios com orientações diferentes, devido à energia de troca, ao invés de uma transição abrupta, há uma camada de transição ao longo da qual os momentos magnéticos giram progressivamente de uma direção à outra. É o que chamamos parede de domínio, ou parede de Bloch.

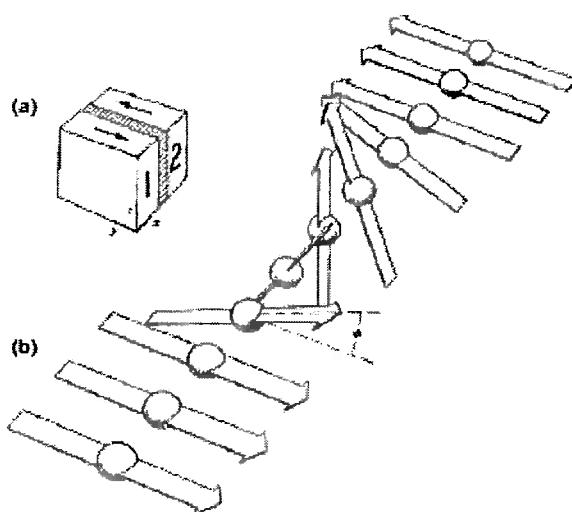


Ilustração 12 – Parede de domínios [Cullity apud Landgraf, 6]

A espessura da parede  $\delta$ , bem como a sua energia de superfície,  $\gamma_{par}$ , são determinadas pelo melhor compromisso entre as energias de troca e de anisotropia magnetocristalina.

$$\delta = \Pi \operatorname{raiz}(JS^2/aK_1); \quad \gamma_{par} = 2\Pi \operatorname{raiz}(JS^2K_1/a).$$

nas quais,  $J$  é a integral de troca,  $S$  é o número quântico de spin,  $K_1$  é a constante de anisotropia (como anteriormente) e  $a$  é o parâmetro de rede. Dessa forma, para o ferro, temos uma espessura na ordem de  $0,1 \mu\text{m}$  e uma energia na ordem de  $2 \cdot 10^{-3} \text{ J/m}^2$

Entre as magnetizações de dois domínios vizinhos, só há certos ângulos possíveis, representados pelos próprios ângulos entre as suas direções de fácil magnetização. Para o ferro, temos paredes de  $180^\circ$  e  $90^\circ$ , para o níquel temos  $70,5^\circ$  e  $109,5^\circ$ .

A energia de anisotropia magnetoelástica está associada com o fenômeno da magnetostrição. Ao longo de sua imantação, o material se expande ou contrai, conforme a direção de  $J$ . Define-se a variação relativa do comprimento de um monocrystal levado do estado desmagnetizado até a saturação nas direções [100] e [111] pelas constantes  $\lambda_{100}$  e  $\lambda_{111}$ . Para o ferro, a magnetostrição é positiva, isto é, ele tende a alongar-se na direção paralela ao campo aplicado. Para o níquel ela é negativa, o alongamento ocorrendo a  $90^\circ$  do campo.

Inversamente, quando o ferro está submetido a uma tensão elástica, externa ou residual, ele tem maior facilidade de ser magnetizado na direção desta tensão. Desta forma, sendo  $\lambda$  a magnetostrição à saturação,  $\sigma$  a tensão aplicada e  $\varphi$  o ângulo entre a tensão e a magnetização, temos:

$$E_{me} = \frac{3}{2} \sigma \lambda \cos^2 \varphi$$

A energia magnetostática é dividida entre duas componentes. A componente devido ao campo externo reflete a tendência dos momentos magnéticos se alinharem ao campo aplicado, causando crescimento dos domínios que formam menor ângulo com ele, e

eventualmente rotação dos domínios para fora das direções de fácil magnetização, se for suficientemente elevado. Ela pode ser calculada por:

$$E_{ext} = - \int H_{ext} \cdot J \, dV$$

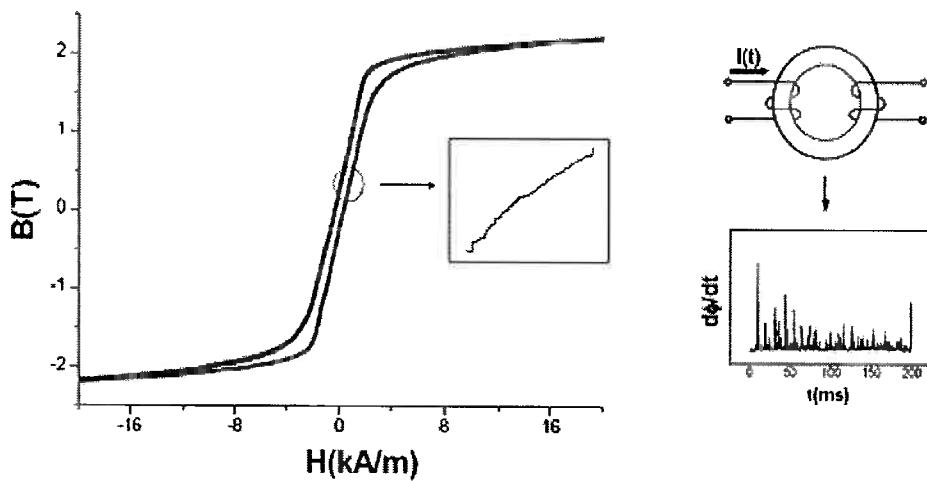
A outra componente é devido ao campo desmagnetizante ("stray field") que surge nas regiões nas quais há divergência de  $M$ . Sua presença leva à formação de domínios de fechamento nas extremidades da amostra e domínios nos contornos de grão. Pode ser calculada pela fórmula:

$$E_{des} = -1/2 \int H_{des} \cdot J \, dV \text{ (ao longo do volume da amostra)}$$

O cálculo do campo desmagnetizante constitui grande interesse, pois, de todas as variáveis citadas, é a que apresenta a maior complexidade. Normalmente a abordagem empregada envolve uma analogia com o campo elétrico que resulta no artifício matemático de considerar monopólos magnéticos de valor equivalente à divergência de  $M$  para calcular a função potencial magnético, cuja derivada representa o campo desmagnetizante.

### **2.3. Curva de histerese, ruídos de Barkhausen e divisão das perdas magnéticas:**

Apesar de ser representada frequentemente na sua forma lisa, e de ser medida numa velocidade que muitas vezes não permite a sua resolução, a curva de histerese é formada de uma série de rugosidades.



**Ilustração 13 – Ruído de Barkhausen:** Curva de histerese à esquerda; montagem do experimento e medição da variação temporal de fluxo magnético detectado no segundo circuito em função do tempo, à medida que varia a corrente no 1º circuito, com o toróide metálico funcionando como um transformador, à direita [15].

Isto indica que a movimentação de domínios no material não ocorre de maneira suave e contínua. Mesmo que a medida seja realizada em frequências muito lentas, há saltos abruptos (descontinuidades) ao longo de toda a curva de histerese. A estas vibrações dá-se o nome de “ruídos de Barkhausen”, os quais são associados com o súbito preenchimento de requisitos energéticos necessários para o desancoramento de paredes de domínio.

A energia magnetostática de campo externo representa a força motriz para nucleação/aniquilação, crescimento/diminuição e rotação de domínios de forma a levar o material até a saturação. Enquanto este estado não é atingido, para cada valor de campo externo existe uma configuração da estrutura de domínios que minimiza as energias já mencionadas. Esta configuração tende a se manter até que algum caminho pelo qual ela possa se alterar seja energeticamente possível devido ao aumento do campo externo.

O sistema histerético é, portanto, constituído de uma série de mínimos locais da energia livre, que são dependes não apenas das condições de contorno, mas também do caminho efetuado até aquele ponto. Por isso, é necessária uma compreensão refinada

da estrutura de domínios para quantificar o campo necessário para produzir um fenômeno (i.e.: deslocamento de parede, nucleação de domínios) que acarrete na alteração da polarização,  $J$ , do material.

A toda e qualquer variação do fluxo magnético no interior do material, está associado o surgimento de uma f.e.m., segundo a lei de Faraday. Portanto, os movimentos das paredes de Bloch acarretam na passagem de corrente no seu interior, dissipando energia por efeito Joule.

Se fosse possível um deslocamento infinitamente lento das paredes de domínio, a perda magnética seria nula. No entanto, a presença dos ruídos de Barkhausen mostra que o deslocamento das paredes de domínio constitui um fenômeno irreversível que envolve dissipaçāo de energia.

Ademais, quando ocorre a excitação a elevadas frequências do material, observa-se uma modificāo global do seu estado de magnetização, que traz ainda maiores perdas magnéticas. A estas perdas dependentes da frequência está associada a circulação de correntes de Foucault ou parasitas ("eddy current"; "wibelströme") no interior do material, que é bom condutor.

Graficamente podemos notar a presença dos dois fenômenos na curva das perdas magnéticas em relação à frequência de excitação:

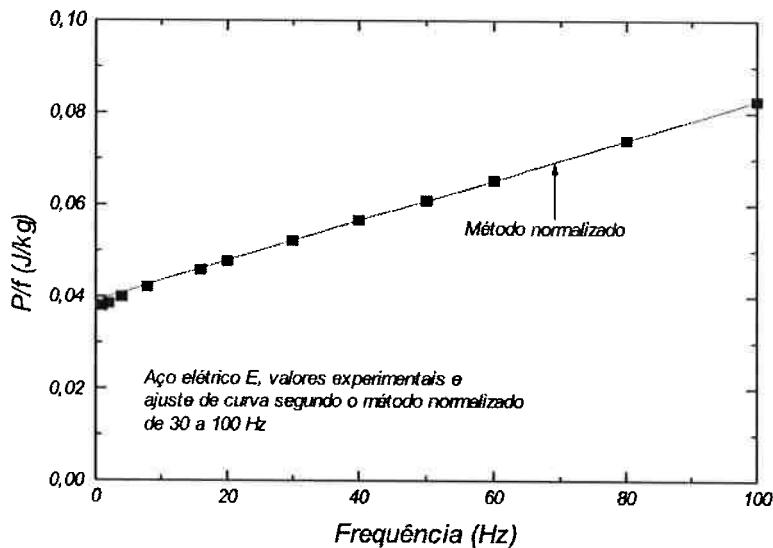


Ilustração 14 – Relação das perdas por ciclo  $P/f$  com a frequencia de excitação [6]

Como conclusão, temos que[5]:

- Há perdas associadas aos movimentos pequenos, descontínuos e relativamente correlatos das paredes de domínio (ruídos de Barkhausen) devido à dissipação por efeito Joule das microcorrentes de Foucault que induzem no interior do material. São chamadas perdas histeréticas (existem outros mecanismos que resultam em perda histerética, como a emissão magnetoacústica);
- Há perdas associadas aos movimentos globais e sincronizados das paredes, os quais dependem da frequencia de excitação e geram macrocorrentes de Foucault no interior do material que dissipam energia por efeito Joule. São chamadas perdas parasitas.

É possível obter uma fórmula para o valor das perdas parasitas considerando a geometria e condutividade de material. No entanto, se verifica experimentalmente que as perdas medidas superam em muito este valor. À parcela das perdas prevista pela equação chama-se perdas parasitas clássicas ou perdas clássicas. À parcela das perdas que é desconsiderada no cálculo teórico chama-se perdas anômalas, ou perdas em excesso. Neste caso, a fórmula teórica apresenta um valor limite abaixo do qual as perdas parasitas não podem ser reduzidas:

$$P_{cl} = \pi^2 d^2 B_m^2 f^2 / 6\rho, \text{ em W/m}^3$$

na qual  $d$  é a espessura da chapa,  $B_m$  é a indução máxima (supõe-se que  $H$  varia senoidalmente com o tempo)  $f$  é a frequencia de oscilação de  $H$  e  $\rho$  a resistividade elétrica do material.

Nota-se que as perdas clássicas dependem da resistividade do material e da espessura da chapa, daí o interesse em aumentar sua resistividade com adição de silício e alumínio e comercializar chapas de espessura reduzida que serão empilhadas na montagem do dispositivo.

Degauque argumenta que a diferença entre os valores previsto para as perdas parasitas pela equação e o experimental é apenas representativa da nossa incapacidade de calcular as perdas parasitas, e que perdas clássicas e em excesso não retratam fenômenos diferentes, pois têm a mesma origem física [5].

Cullity apud Landgraf [6], vai mais longe e afirma que todas as perdas têm a mesma origem física, e não há sentido em considerar o cálculo de perdas clássicas. No entanto, Landgraf [6] apresenta argumentos que mostram uma diferença essencial entre perdas parasitas e histeréticas. As perdas parasitas são fortemente afetadas pela resistividade do material, enquanto as histeréticas permanecem insensíveis a ela.

A natureza precisa das perdas histeréticas e das microcorrentes de Foucault por elas geradas permanece desconhecida. Além disso, não há modelos unificados que forneçam o valor total das perdas parasitas para diversas condições de contorno, de forma que a divisão das perdas magnéticas em perdas por histerese, perdas clássicas e perdas em excesso permanece a mais difundida e aceita entre os autores.

## **2. 4. Nota sobre a teoria de domínios magnéticos, minimização de energia, curva de histerese, ruídos de Barkhausen e divisão de perdas magnéticas:**

É agora que, de posse das ferramentas principais para a compreensão dos fenômenos micromagnéticos, pode-se explorar com detalhe as publicações mais relevantes sobre a influência do tamanho de grão no campo coercivo e nas perdas magnéticas.

Para mais além do que simplesmente “estudo da curva de histerese” como colocado na introdução, é importante compreender que a pesquisa se baseia em:

- Balanços energéticos para diferentes configurações da estrutura de domínios magnéticos em função do campo externo;
- Medição dos ruídos de Barkhausen e modelização das transições de posição de parede de domínio que podem acarretá-los;
- Divisão das perdas magnéticas nas três componentes típicas e medição da sua variação com algum parâmetro microestrutural.

A partir daí vê-se que as teorias elaboram seus diferentes  $H_{críticos}$ , que possibilitam, através do balanço energético, a ocorrência de uma certa transição, com sua perda e ruído associados.

## **2.5. Principais publicações:**

### **2.5.1 Experimental:**

Em 1939, Yensen[10] publicou um artigo no qual discute vários aspectos tecnológicos envolvendo características dos materiais magneticamente moles. Ele analisa efeito de impurezas, da orientação do grão e da adição de elementos de liga sobre diferentes propriedades, consagrando a maior parte de sua atenção às possibilidades tecnológicas das ligas que haviam sido recém desenvolvidas. No início de seu artigo,

no entanto, ele apresenta um resultado experimental das perdas magnéticas em função do tamanho de grão.

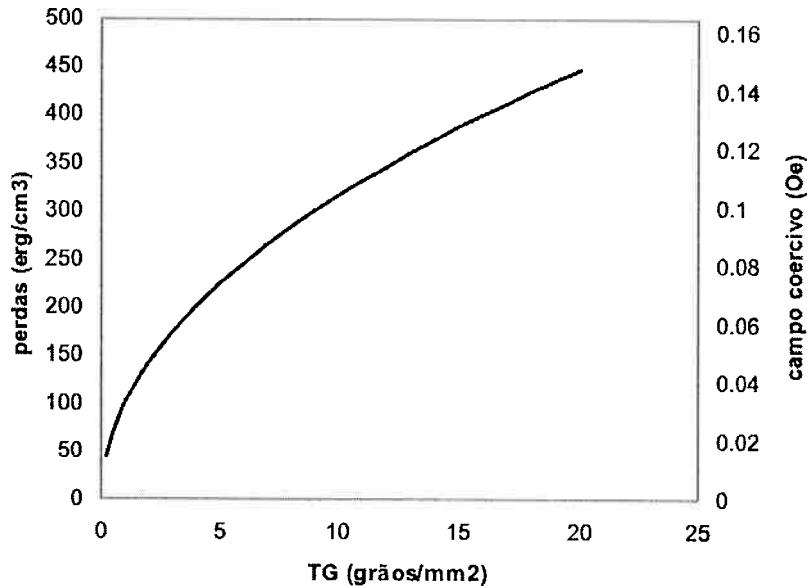


Ilustração 15 – Gráfico ( $W_h \times N$  a 1T) de Yensen[10] apud Landgraf [6]

A notar que as unidades estão em cgs. Yensen não apresenta pontos experimentais, apenas uma curva ao lado da qual propõe as equações (perdas em, ergs/cm<sup>3</sup> e campo em Oe):

$$W_h = 100 \sqrt{N}; \quad H_c = 0,033 \sqrt{N}.$$

Pode-se realizar a conversão para SI (e de grãos/mm<sup>2</sup> para diâmetro do grão em milímetro). Obtém-se:

$$W_h[J/m^3] = 10 \sqrt{N} = 8,9 / l; \quad H_c[A/m] = 2,34 / l.$$

Porém, o resultado mais usado é o campo coercivo em Oersted, em função do diâmetro d, considerando os grãos como círculos, desconsiderando o fato de que círculos adjacentes não preenchem o espaço:

$$1/N = \pi d^2/4; \quad H_c[\text{Oe}] = 0,033 \sqrt{4/\pi} \quad 1/d = 3,7 \cdot 10^{-2} \quad 1/d$$

No texto, ele comenta apenas que as perdas parasitas crescem com o aumento do tamanho de grão, e que, portanto, embora para minimizar as perdas histeréticas seja conveniente um TG tão grande quanto possível, a um compromisso a ser obtido quanto às perdas totais.

A notar que o espectro analisado é de 0 a 20 para  $N$ , ou seja, um tamanho de grão de, no mínimo  $200 \mu\text{m}$ . A dependência proposta por ele então é linear. Os dois modelos teóricos mais completos (Mager[22], Goodenough[12]) fazem referência a Yensen, pois não havia mais dados na literatura na época em que foram escritos.

Em 1982, Degauque[11] publicou uma curva de mesmo tipo, no espectro  $21\mu\text{m} < l < 425\mu\text{m}$ . Ele adapta uma reta com coeficiente linear próximo ao encontrado por Yensen aos primeiros pontos obtidos. Porém, aos dois últimos pontos, nos quais os grãos são menores que  $50\mu\text{m}$ , a reta não se adapta.

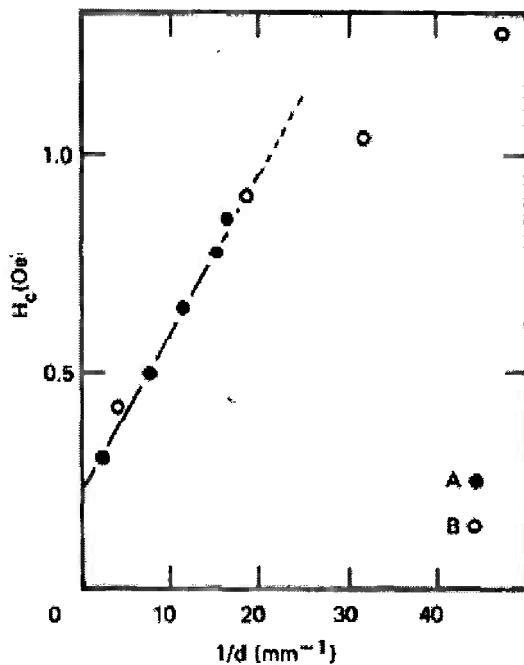


Ilustração 16 – Campo coercivo em função do tamanho de grão apud Degauque[11]

Ao calcular o coeficiente angular com os dados do gráfico, obtém-se  $3,4 \cdot 10^{-2}$ . Tanto este resultado como o de Yensen são descritos no artigo, bem como na literatura em geral como estando na potência  $10^{-4}$ , por uma razão que escapa ao autor deste trabalho.

No texto, Degauque comenta que, devido à imprecisão experimental, uma lei do tipo  $H_c \propto 1/\sqrt{d}$  também poderia se enquadrar aos dados. Sobretudo na região de grão pequeno, não estudada por Yensen. No entanto, Degauque cita Mager e Goodenough como os modelos teóricos capazes de descrever os outros pontos.

Em 1974, Adler e Pfeiffer [16] publicaram um artigo sobre a influência das inclusões e do tamanho de grão no campo coercivo na liga magneticamente mole 47,5% NiFe. Eles chegaram à conclusão de que estas contribuições são independentes e que pode-se obter uma equação para  $H_c$ , com um valor de base, o qual foi atribuído à coercividade devida a tensões internas, e duas contribuições que variam linearmente, uma para o número de inclusões submicroscópicas e outra para o tamanho de grão.

$$H_c = H_{co} + H_{ci} + H_{ck}$$

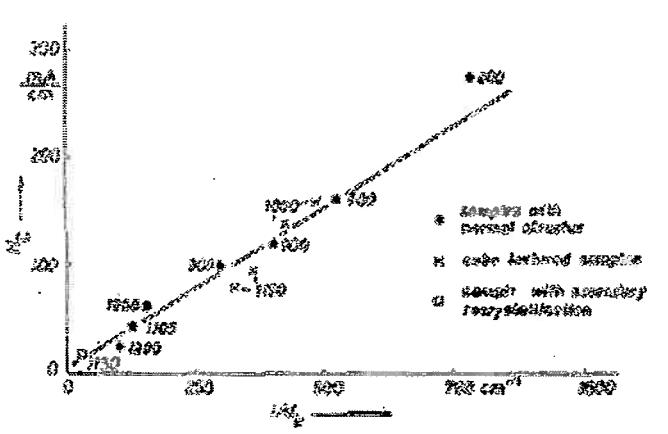


Ilustração 17 – Campo coercivo em função do tamanho de grão apud Adler[16]

No texto, apresentam o cálculo teórico de  $H_c$  segundo Mager[22] obtendo um valor teórico ( $0,31 \text{ mA/dk}$ ) muito próximo de experimental ( $0,29 \text{ mA/dk}$ ). A notar que a fórmula utilizada não é a mesma de Mager, pois eles empregaram uma constante  $15/16$ , aonde estaria  $9/8$  e que a unidade para energia de parede foi explícita pela estranha expressão  $\gamma \text{ m}^{-3}$ . No entanto, se a unidade for considerada como  $\text{J/m}^2$ , os cálculos se verificam. Desta forma, ele obteve para seus dados:

$$\text{Coef. Angular} = 0,29 \cdot 10^{-3} \cdot 4\pi = 0,36 \cdot 10^{-2} \text{ Oe mm}$$

Indicando um crescimento dez vezes menor do que Degauque e Yensen, pois a anisotropia magnetocristalina das ligas ferro níquel é quase 100 vezes menor. Os tamanhos de grão analisados também foram muito menores atingindo a marca de  $13\mu\text{m}$ .

Em 1985, Bertotti et al.[17] publicaram um artigo oferecendo um resultado um tanto quanto diferente, para chapas com  $0,35\text{mm}$  de espessura de aço elétrico com  $3\%$  Si e  $0,4\%$  Al com  $200$  inclusões/ $\text{mm}^2$ . Seus resultados apresentam uma dependência entre

perdas histeréticas e tamanho de grão do tipo raiz quadrada para grãos variando de 15 a 400 $\mu\text{m}$ . O valor do campo coercivo não é apresentado.

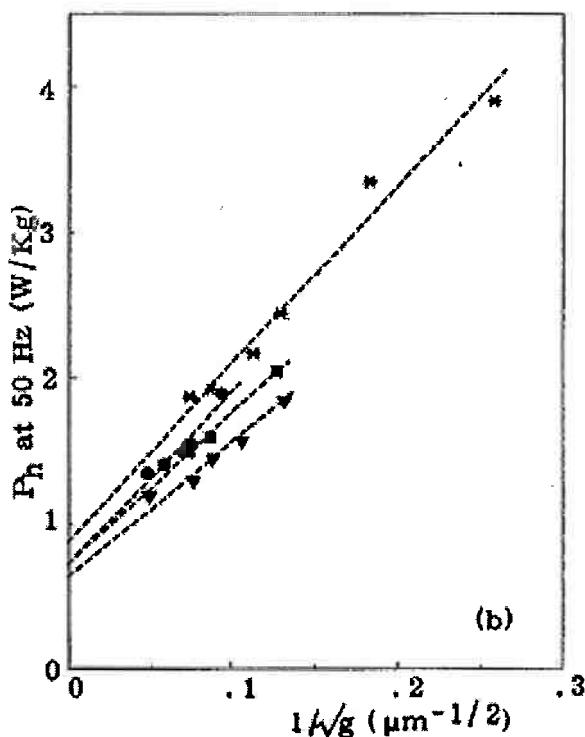


Ilustração 18 – Perdas histeréticas em função do TG apud Bertotti et al.[17]

Os autores propõem uma lei do tipo:

$$P_h = P_o + A / \text{raiz}(g)$$

na qual  $P_o$  é o valor mínimo das perdas extrapolado, considerado fruto das interações entre as paredes de domínio e os precipitados e  $A$  é um parâmetro considerado dependente da textura, sendo maior para texturas menos favoráveis.

No texto, comentam o trabalho de Goodenough, e consideram que um simples cálculo de minimização da energia magnética e de parede levam a uma correção do

modelo, através da qual a dependência com a raiz quadrada passa a ser o novo resultado da teoria. Esta afirmação permanece injustificada.

Usando a fórmula de campo coercivo equivalente,  $H_{eq}$ , proposta pelos próprios autores como sendo a metade da base de uma curva de histerese hipotética, retangular com a perda  $P_h$ :

$$H_{eq} = P_h \delta / 4B_M f_m$$

Pelos dados fornecidos na publicação,  $\delta / 4B_M f_m$  vale aproximadamente 25. Pode-se estimar um fator de conversão, considerando que um variação de 2 a 4W/kg nas perdas está relacionada com uma variação 0,088 a 0,25 de 1/raiz(g). Assim:

$$H_{eq} \propto 12,5 \cdot 10^{-2} \text{ Oe raiz(mm) / raiz(g); } A = 12,34 \text{ W/kg.raiz}(\mu\text{m})$$

A seguir, em 1991, Bertotti et al.[18] voltaram a publicar sobre o assunto, medindo perdas histeréticas a 1,5T e 50Hz de lâminas com 0,5mm de espessura dum aço elétrico com 3%Si e 0,8%Al, para os tamanho de grão entre 25 e 100 $\mu\text{m}$ , com resultados semelhantes.

Em 1994 Battistini et al.[19] publicaram resultados envolvendo experimentos realizados sobre aço inoxidável, nos quais verificou a dependência linear do campo coercivo com o inverso do tamanho de grão, observando um coeficiente angular muito mais elevado.

Recentemente, em 2008, Barros et al.[20] publicaram um trabalho no qual discutem o fato de que não há ainda modelos teóricos que expliquem o comportamento das perdas magnéticas (totais) em função das variáveis microestruturais e da textura. Os autores propõem uma equação empírica baseada em dados que coletaram de um aço elétrico não orientado com 0,5mm de espessura a 50Hz e 1,5T.

Em sua equação as perdas totais variam linearmente com o inverso do tamanho do grão e com a textura, porém de forma independente:

$$P_{\text{total}} = a + b/d + cA$$

com  $a$ ,  $b$  e  $c$  sendo constantes,  $d$  o diâmetro médio de grão e  $A$  um parâmetro que qualifica a textura.

### 2.5.1.1. Resumo dos dados experimentais:

Há ao todo 6 gráficos na literatura relacionando perdas histeréticas / campo coercivo, devido a 5 laboratórios independentes (Bertotti et al. publicaram mais de uma curva) envolvendo essencialmente 3 tipos de materiais: ligas NiFe para Adler e Pfeiffer, aço inoxidável para Battistini e aços elétricos para o restante. Barros et al. não entram na comparação pois trataram as perdas totais.

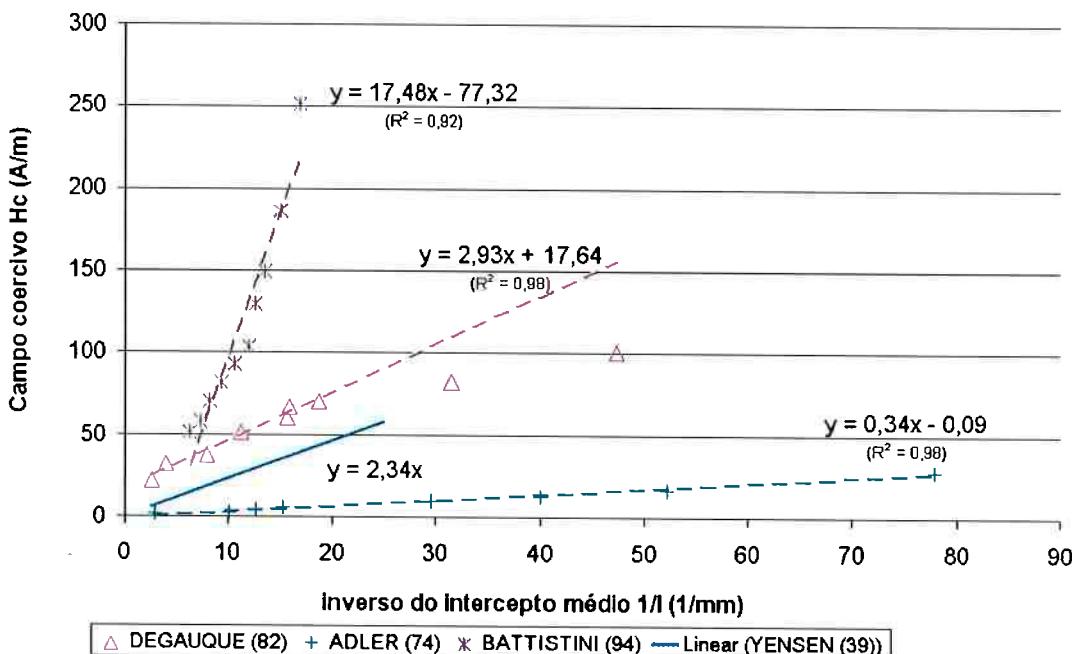
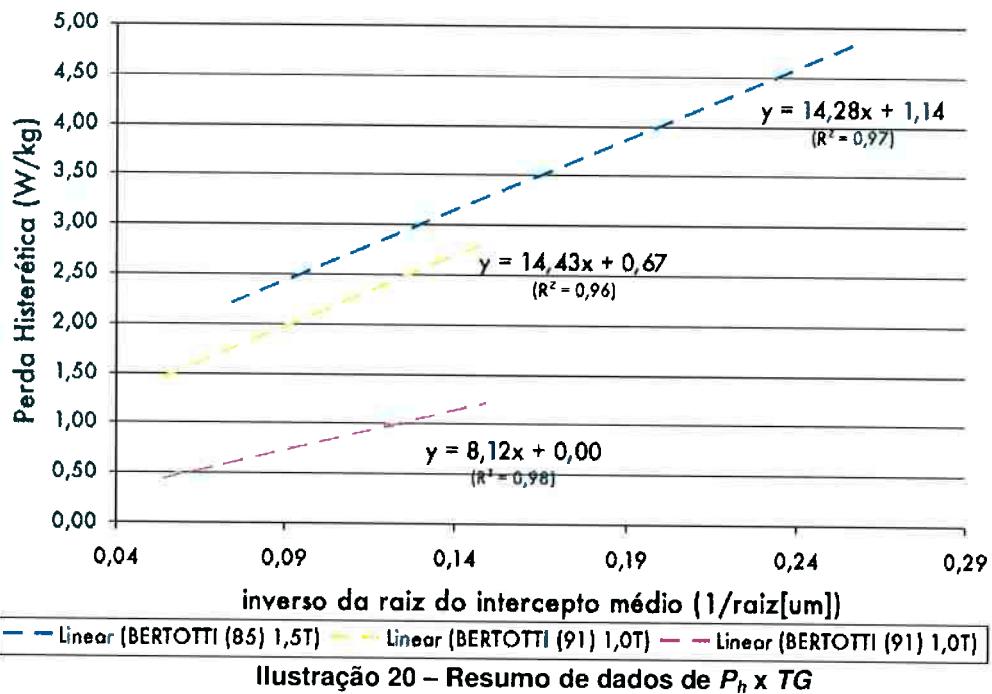


Ilustração 19 – Resumo de dados de  $H_c \times TG$



Como os dados de Yensen percorrem um escopo de tamanhos de grão muito restrito, não incluem os pontos experimentais e foram realizados há muitos anos, ficar-se-ia tentado a concluir que a dependência com o inverso da raiz quadrada, conforme preconizado por Bertotti et al. e cogitado por Degauque, seria a verdadeira.

Por outro lado, há o ponto muito forte da teoria de Mager, de que ela se enquadra para o aço elétrico e para a liga NiFe. Neste caso seriam as medidas de Bertotti et al. que conviria descartar.

Considerando que, em geral, o mesmo escopo de tamanhos de grão, frequência de excitação, indução máxima e espessura da chapa foram utilizados em trabalhos com leis incoerentes, uma maneira de congregar todos estes resultados é considerar que há efeitos da textura e das inclusões que se combinam ao tamanho de grão, fazendo com a lei de dependência com o campo coercivo não seja sempre a mesma.

Alternativamente, poder-se-ia sugerir que há duas leis de dependência, de forma que vale ora uma ora a outra, conforme o escopo de tamanho de grão. Ou seja, a relação

seria linear para grãos maiores e do tipo raiz quadrada para grãos menores. Se proceder esta hipótese, resta determinar o valor da fronteira entre os dois regimes, e de quê ele depende.

### **2.5.2. Teórico:**

O texto que segue se baseia nas publicações de Döring[21], Mager[9,22] e Goodenough[12].

#### **2.5.2.1. Döring e as condições energéticas para crescimento de domínios**

As pesquisas mais fundamentais sobre o assunto talvez sejam as de Sixtus e Tonks, de 1936 (apud Döring), pois se colocaram em condições muito simplificadas, possibilitando uma interpretação mais fácil dos resultados. Döring desenvolve sua teoria com base nestes resultados.

Fios de uma liga 15%Ni 85%Fe, a qual apresenta coeficiente de magnetostrição positivo, foram tencionados para obter comportamento semelhante a um monocrystal (energia de anisotropia magnetoelástica muito importante diante da energia de anisotropia magnetocristalina). Segundo Döring, Preisach já havia notado que nestes casos, se produzem grandes saltos de Barkhausen. No limite para tensões elevadas, ele comenta, a curva de histerese se torna bem um quadrado.

De início, o fio está magnetizado em certa direção de espaço, que será definida como negativa. Aciona-se um campo externo crescente na direção positiva. Nota-se que, para certo valor deste campo, a magnetização do material se inverte de sentido gerando um único grande ruído de Barkhausen ("Umklappwelle" = onda de inversão de magnetização). Já se sabia que este fenômeno é devido à movimentação de paredes de domínio.

Primeiramente Sixtus mediou a velocidade desta parede, obtendo a equação:

$$v = A(H - H_0)$$

na qual  $A$  é uma constante (o coeficiente angular da reta),  $v$  é a velocidade da parede e  $H_0$  é o coeficiente linear (interseção com o eixo das ordenadas) da reta que melhor se encaixa aos dados. Por estar relacionado à velocidade da parede,  $H_0$  foi apelidado atrito magnético, indicando que, mesmo no caso em que os contornos de grão não influenciam, há impedimentos para a movimentação das paredes.

Através do artifício de uma espira suplementar que influenciava só uma parte do fio, Sixtus realizou experimentos de nucleação e crescimento de domínios.

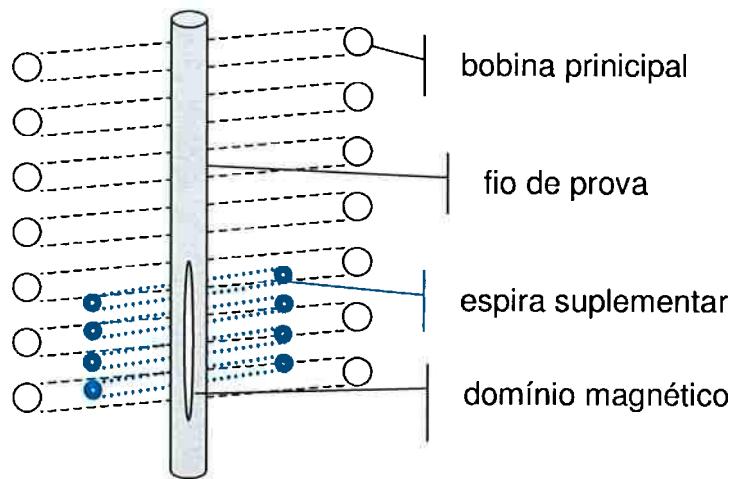


Ilustração 21 – Arranjo experimental de Sixtus, apud Döring

Se, inicialmente, um campo  $H > H_0$  é criado pela espira principal, nada ocorre, visto que não há paredes de domínio. O material se encontra totalmente saturado. A seguir, a espira suplementar é acionada, levando ao surgimento de um campo  $H'$  na região por ela encompassada. Para certo valor de  $H'$ , surgem domínios magnéticos centrados nesta região (mas que a ultrapassam), sem que a inversão de magnetização ocorra. Isto corresponde à nucleação.

A seguir, desliga-se a espira suplementar e aumenta-se o campo  $H$  da espira principal até que estes núcleos congelados desencadeiem a onda de inversão de magnetização. Isto corresponde ao crescimento. A notar que as medições feitas por Sixtus neste caso confirmaram sua hipótese de que um domínio só cresce quando  $H - H_0 = H_d$ .

O campo necessário para que um domínio se forme através de flutuações energéticas quaisquer foi chamado  $H_s$ , é o campo para o qual o trabalho para formar parede é compensado pela energia magnetostática de campo externo liberada pelo volume interno de domínio, o qual reverteu sua magnetização; é tanto relevante para nucleação como para crescimento, porque um crescimento do volume implica num aumento da parede.

Döring, em 1939, considerou que as dificuldades teóricas jaziam simplesmente no fato de que ninguém antes havia considerado a energia de parede domínios e de campo desmagnetizante ( $E_{par}$  e  $E_{des}$ ). A seguir, procede a determinar as condições energéticas de estabilidade de domínios como no caso de crescimento de uma nova fase (por exemplo: solidificação e superresfriamento).

Supõe-se que os domínios tenham a forma de um elipsóide prolato, e que o seu crescimento na largura e na altura sejam independentes. O campo desmagnetizante é muito diferente para estes dois locais.

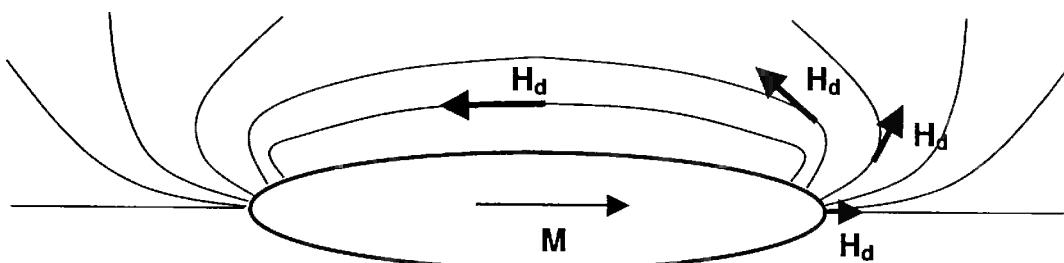


Ilustração 22 – Linhas de campo de um domínio elipsoidal

Uma variação da energia total  $dA$ , então deve envolver uma variação da energia magnetostática de campo externo ( $E_{ext} = 2HJ_s$ ), proporcional ao volume invertido, uma

variação da energia de parede ( $E_{par}/unid.\text{área} = \gamma$ ), proporcional à área criada e uma variação da energia magnetostática devido ao aumento do campo desmagnetizante ( $dW$ ):

$$dA = 2HJ_s dV - \gamma dF - dW$$

Porém, o crescimento só é possível se esta variação da energia for maior do que o gasto com o “ atrito” magnético, ou seja, é preciso considerar o trabalho de deslocamento da parede.

$$dA > 2H_0J_s dV$$

Para um crescimento do comprimento, temos:

$$2(H-H_0)J_s \delta V/\delta l - \gamma \delta F/\delta l - \delta W/\delta l > 0$$

Considerando as fórmulas para volume e superfície de um elipsóide:

$$V = c_1 l d^2; \quad F = c_2 l d,$$

E rearranjando, vem:

$$d > c_2/c_1 \cdot \gamma/2(H-H_0)J_s - 1/c_1 \cdot 1/J_s d \delta W/\delta l$$

O que indica que existe um diâmetro limite, a partir do qual o crescimento do comprimento é energeticamente favorável, muito semelhante ao raio crítico na nucleação de uma nova fase. No caso dos experimentos de Sixtus, o campo da espira suplementar é elevado o suficiente para que este diâmetro seja atingido, levando a um crescimento do comprimento mesmo até regiões nas quais o campo adicional já não é mais perceptível.

Döring segue elaborando as condições de crescimento de comprimento (para a qual acha um diâmetro crítico duas vezes maior) e explicando os fenômenos observados por Sixtus. Para o interesse deste trabalho, o descrito até aqui é suficiente. Através da consideração de energia de parade e de campo desmagnetizante, Döring estabeleceu um critério para crescimento de domínios na forma de elipsóides prolatos no sentido do comprimento, relacionando diâmetro crítico com campo externo. A partir deste ponto é que Mager trabalha.

#### 2.5.2.2. Mager e a relação entre tamanho de grão e forma dos domínios

O modelo de Döring é muito consistente e prevê completamente os fenômenos, no entanto, ele se coloca numa condição muito conveniente que é o fato dos domínios não "enxergarem" os contornos de grão devido à energia de anisotropia magnetoelástica. Mager pretende adaptar este modelo, com algumas simplificações a um caso mais próximo do que é típico na prática.

Infelizmente a tese de Mager sobre o assunto não ficou completa. Em uma comunicação pessoal ele explora as bases da teoria que começou a desenvolver.

Primeiramente, a partir das pesquisas de Sixtus e Tonks, a inversão de magnetização é devido a longos domínios aciculares. A maneira como esta estrutura se manifestaria num material policristalino sem tensão aplicada é de complexa, e de difícil descrição.

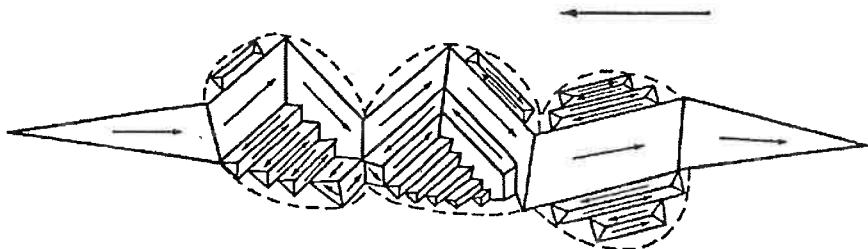


Ilustração 23 – Domínios magnéticos num material policristalino [9]

Cada grão deverá conter um domínio orientado em alguma direção de fácil magnetização, ligado a seus "correlatos" em grão adjacentes. A transição ideal se dá quando a normal do contorno é a bissetriz do ângulo entre as duas direções de fácil magnetização. Uma série de domínios de fechamento pode surgir para acomodar esta estrutura. Ela depende das formas, tamanhos, orientações e posições dos grãos no espaço.

Imagina-se que há grãos residuais na direção anterior de magnetização quando se reduz o campo da saturação (assim Mager evita a questão da nucleação) e que a inversão da magnetização vai se iniciar com o crescimento longitudinal dos maiores dentre estes grãos. A parcela do campo coercivo que é dependente do tamanho de grão, é o  $H_s$  de Döring para estes domínios.

Desconsiderando a influência do campo desmagnetizante (até porque a complexidade estrutural de domínios não permitiria o contrário) e considerando  $H_0$  negligenciável, obtém-se:

$$H_s = c_2/2c_1 \cdot \gamma/dJ_s = 3\pi/4 \cdot \gamma/dJ_s$$

cuja média ao longo das três direções do espaço fornece:

$$H_s = 9\pi/8 \cdot \gamma/dJ_s$$

Com efeito, como será comentado por Goodenough, Mager considera apenas a contribuição da energia de parede. Os seus domínios podem ter tamanho variável, mas ele considera que o início da inversão de magnetização se dá pelos maiores, que têm o diâmetro máximo do tamanho de grão, pois surgiria um campo desmagnetizante muito grande caso contrário.

### 2.5.2.3. Será Goodenough bom o bastante?

Goodenough faz uma exploração ampla da dependência do tamanho de grão com variáveis microestruturais. Ele começa definindo  $H_{ni}$  e  $H_{wi}$  como os campos de críticos de (que atendem as condições energéticas para) nucleação e crescimento, respectivamente. Cada domínio teria seus dois campos críticos associado, daí o motivo de índice  $i$ . A notar que o campo coercivo observado seria resultado da superposição dos efeitos conjuntos de todos os domínios.

$H_{ni}$  é definido como positivo se tiver o mesmo sentido da magnetização do domínio formado, ou seja contrária à do restante do material se estamos falando de domínios que vão provocar a inversão da magnetização. Se todos  $H_{ni} > 0$ , então tudo que ocorre quando se reduz o campo externo a zero (até a remanência) é rotação reversível de domínios. Poderia ocorrer o contrário, isto é, domínios que se nucleiam facilmente no sentido contrário a  $H$  para um pequeno decréscimo.

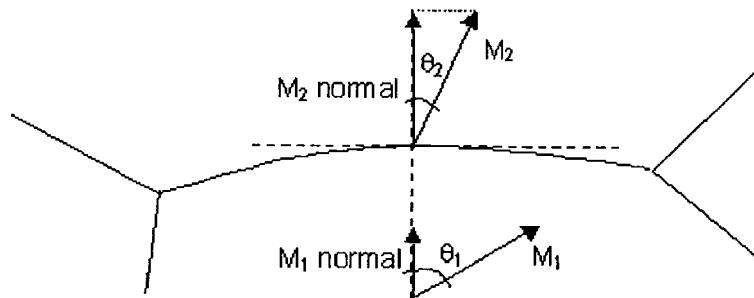
Se todos os  $H_{ni} > H_{wi}$  então a curva de histerese passa a ser um quadrado. Isto é, quando um domínio nucleia, as condições energéticas para que ele cresça indefinidamente já estão preenchidas. Um material com alta permeabilidade inicial tem muitas paredes de domínio, as quais se movem facilmente ( $H_{wi}$  baixo).

A seguir, Goodenough prossegue ao cálculo destes campos críticos.

Considerando que cada grão é totalmente preenchido por um único domínio orientado numa direção de fácil magnetização que forma pequeno ângulo com o campo externo, surge uma divergência de  $M$  ao atravessar-se o contorno, a qual pode ser equacionada em termos de monopolos magnéticos:

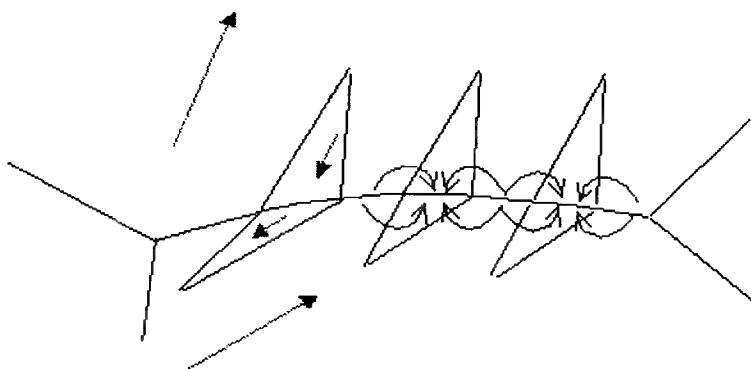
$$\omega^* = J_s (\cos \theta_1 - \cos \theta_2)$$

na qual  $\omega^*$  é a divergência de  $M$ , ou densidade de monopolos magnéticos,  $J_s$  o valor escalar da magnetização de saturação, e  $\theta_1$  e  $\theta_2$  os ângulos formados pelas direções de fácil magnetização ocupadas com a normal do contorno de grão.



**Ilustração 24 – Divergência de M na transição de grão**

A energia destes polos (magnetostática de campo desmagnetizante) diminuiria nucleando-se domínios contrários aos presentes. As linhas de campo correriam então de um polo norte ao polo sul adjacente:



**Ilustração 25 – Fluxo de campo desmagnetizante em domínios de contorno de grão**

A seguir, calculando o consumo energético necessário para a nucleação destes domínios, e impondo a condição  $H_{ni} > 0$ , Goodenough obtém a seguinte desigualdade:

$$LJ_s^2(\cos \theta_1 - \cos \theta_2) < 60 \sigma_w$$

na qual  $L$  é o tamanho médio de grão e  $\sigma_w$  a energia de parede. Esta desigualdade deve ser atingida para que  $H_{ni} > 0$ , ou seja, para que a histerese se aproxime de um quadrado.

Dessa forma, materiais com textura, devido aos menores ângulos entre as direções fáceis de magnetização dos dois grãos, têm maior chance de atingir a condição. O mesmo vale para materiais sob tensão, que ainda por cima atua na energia de parede.

No que diz respeito ao crescimento, Goodenough divide seu  $H_w$  em três componentes:

- $H_w(\omega^*)$  devido ao campo desmagnetizante;
- $H_w(\sigma_w)$  devido à energia de parede;
- $H_w(\text{incl.})$  devido às inclusões.

Com um cálculo bem simplificado (desconsiderando a interação entre os domínios adjacentes) ele chega à conclusão de que  $H_w(\omega^*) < 10^{-3} J_s$ , ou seja, em geral uma ordem de grandeza menor do que  $H_w(\sigma_w)$ .  $H_w(\text{incl.})$  também é calculado, mostrando uma dependência com o raio das inclusões e sua fração volumétrica.

Considerando a tensão superficial na parede de um domínio na forma de um elipsóide prolato, ele oferece a fórmula:

$$H_w(\sigma_w) = \sigma_w / 2J_s r \cos \theta$$

na qual  $r$  é o raio do elipsóide.

Por fim, identifica seu  $H_n$  com o  $H_s$  de Sixtus. Também identifica  $H_w$  com  $H_0$ , os quais são resultado de uma superposição das três contribuições citadas. Para Goodenough, as medidas de campo coercivo em função do tamanho de grão são interpretáveis em termos da segunda, i.e.:  $H_w(\sigma_w)$ .

Ele mostra que isto é coerente com a teoria de Mager, o qual considerou essencialmente só a energia de parede. Ele supõe que surgem vários elipsóides de magnetização contrária no contorno de forma que uma aproximação razoável é  $r = L/8$ .

Aí a equação fica:

$$H_w(\sigma_w) = 4\sigma_w/J_s L = 3,5 \cdot 10^{-3} \cdot 1/L[\text{cm}]$$

Em bom acordo com a teoria de Mager e os dados de Yensen. Ele mesmo aponta o fato de que a relação linear  $TG$  com  $H_c$ , implicaria, por este modelo, que a relação entre  $r$  e  $L$  é sempre a mesma, isto é, que o tamanho dos domínios contrários é diretamente proporcional ao tamanho de grão. Uma relação entre  $r$  e  $L$  é exatamente aquilo sobre o que se apóia a teoria de Mager, e que não está provado. Só que Mager se interessa pelos maiores domínios possíveis, que teriam  $r$  igual a  $L$ . A proposta de Bertotti de refazer esta estimativa para a relação entre  $r$  e  $L$  considerando a presença do campo desmagnetizante é muito interessante. Infelizmente não foi encontrada nenhuma publicação contendo estes cálculos.

De forma geral, Goodenough faz um bom apanhado dos efeitos sobre o campo coercivo, e deixa ótimas bases para se iniciar um cálculo mais desenvolvido. A sua parcela de campo desmagnetizante está mal estimada, porque não leva em conta a interação entre os domínios contrários.

No que se refere especificamente a este trabalho, ele não se afasta muito do proposto por Mager. Se trata de uma relação entre energia de parede e energia magnetostática de campo externo, o qual depende do diâmetro do domínio de inversão de magnetização, que está ligado com o tamanho de grão.

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS:

#### 3.1. Introdução:

O objetivo do trabalho sendo a verificação de uma relação entre o tamanho de grão do aço elétrico e seu comportamento magnético frente à histerese, expresso pela a dissipação de energia em ciclo quase-estático ou pelo campo coercivo, investigou-se mais profundadamente a medida destas variáveis.

Ora, de acesso imediato é a medida do tamanho de grão, por sua simplicidade, sendo dada por processos bem conhecidos de metalografia. Em um segundo momento, foram investigados a perda histerética, a perda total e o campo coercivo, cuja determinação dependeu inteiramente do ensaio magnético do tipo Epstein.

O material do qual se partiu foi todo proveniente de uma única bobina, cujas chapas foram cordialmente cedidas pela Cosipa. Para a confecção da bobina, o aço Coscore U260<sup>2</sup> foi solidificado em processo de lingotamento contínuo com uma espessura de 250mm, laminado a quente até a espessura de 2,3mm, laminado a frio até 0,54 mm e recozido a 640 °C.

Trata-se de um aço para fins elétricos de estrutura ferrítica com baixo teor de carbono (24ppm), adições de Silício 0,7% e Alumínio 0,3%. O material como recebido possui uma dureza de 145HV e um tamanho de grão médio de 25µm. Ele foi entregue na forma de chapas com espessura de 0,54 mm, na largura constante de 1m, e comprimento variável por volta de 0,7 m.

O objetivo foi obter, desse material, amostras de diferentes tamanhos de grão conhecidos, para então realizar medidas magnéticas sobre as mesmas. O método

<sup>2</sup> Composição química do aço:

C	Mn	P	S	Si	Cu	Al	B	Nb	V	Ti	Mo	Ni	Cr
24ppm	0,5	0,016	0,0086	0,69	0,066	0,312	1ppm	0,0024	0,013	0,001	0,056	0,0108	0,025

utilizado para tal foi laminação e recozimento. Como o ensaio magnético Epstein é normatizado e exige amostras na forma de lâminas, de comprimento 300mm e largura 30mm, houve também uma etapa de corte envolvida.

Dessa forma, o decorrer do procedimento experimental se traduz, como um todo, nos seguintes procedimentos:

### **Preparação das amostras:**

- Laminação:**

As chapas foram cortadas na guilhotina em placas menores que pudessem passar no laminador. As mesmas foram laminadas para formar 7 grupos, cada qual com grau de deformação diferente e conhecido, controlado através da espessura.

- Ajuste dimensional:**

Os grupos de placas laminadas foram cortados em lâminas em dimensões muito próximas às necessárias para o ensaio magnético (30x300mm). Com uma passagem na retífica, seu tamanho se adequou aos padrões. Além disso, pequenos retalhos foram guardados, que tivessem sofrido a mesma redução de espessura que cada grupo de lâminas.

- Recozimento:**

As lâminas foram tratadas na empresa SEW, que processa regularmente aços elétricos a 760°C. Elas foram levadas ao forno junto com os retalhos. O processo inclui aquecimento por 4 horas, manutenção no patamar a 760° C por 2h sob atmosfera levemente oxidante, resfriamento lento até 540°C, patamar nesta temperatura por 1h sob atmosfera oxidante para produzir camada de magnetita que protege contra corrosão.

## Realização das medidas:

### **– Medição do tamanho de grão:**

Os retalhos foram cortados, embutidos exibindo dois planos, em corpos de prova diferentes, um plano paralelo à superfície – contendo as direções DT e DL – e outro plano dito longitudinal, contendo as direções DN e DL. Os corpos de prova foram então lixados, polidos e fotografados. O tamanho de grão médio e sua distribuição foram determinados por método de análise de imagens semi-automático.

### **– Medidas magnéticas.**

Cada conjunto de lâminas com uma mesma determinada deformação foi analisado em ensaio Epstein.

A seguir, cada qual destas etapas será descrita com mais detalhe, e, sobretudo, atenção ao seu efeito no resultado final do trabalho.

## 3.2. Preparação das amostras

### **3.2.1. Laminação:**

A etapa de laminação foi de importância fundamental neste trabalho, pois é através dela que se cria a condição de deformação plástica necessária para a recristalização, que, durante o recozimento, leva à obtenção de diferentes tamanhos médios de grão, em cada conjunto de lâminas.

Foram utilizados dois laminadores diferentes por questões de disponibilidade e na busca da maior precisão. O primeiro a ser utilizado foi o laminador do departamento de engenharia metalúrgica e de materiais PMT-USP, com o auxílio do técnico Rubens e do professor Ronald Lesley Plaut. O segundo laminador utilizado foi do Instituto de Pesquisas Tecnológicas, com auxílio de Sandra Munarim.

Em ambos os casos, devido à pequena largura dos rolos, as chapas disponíveis de 60-70cm de largura por 1m de comprimento não podiam ser laminadas. Por isso, uma etapa de corte na guilhotina antecedeu. Foram utilizadas a guilhotina automática do laboratório do PME-USP e a guilhotina manual do IPT.

No primeiro caso, foram cortadas placas de comprimento 700mm e largura 40, 80, 120 e 160 mm. A maior parte deste material foi descartada devido a irregularidades de espessura na deformação, causadas possivelmente por interrupções da laminação com as lâminas ainda na máquina.

No segundo caso, foram cortadas placas de 350-400mm de comprimento, e 80-100mm de largura. Após a laminiação, estas placas puderam ser cortadas em 2 ou 3 lâminas de 300x30mm para ensaio Epstein.

É preciso dizer que os graus de deformação almejados não foram atingidos. A precisão do laminador era baixa, isto é, o comprimento final da placa após um certo número de passadas não podia ser previsto. Mesmo adaptando o número de passagens e o vão entre os rolos, o resultado não podia ser controlado.

Para agravar a situação, a deformação foi raramente regular dentro de uma mesma placa. O desalinhamento dos cilindros sobre material muito mole e pouco espesso, acabou por produzir uma grande cunha, de forma que as placas se abriram num arco, como um leque, com um lado mais espesso do que o outro.

### **3.2.2. Ajuste dimensional**

Todo o material obtido de ambas as laminações foi guilhotinado para atingir o formato necessário para o ensaio Epstein. Pouca atenção foi dada ao grau de deformação almejado e ao comprimento final das placas. Ao invés disso, para contrabalançar as irregularidades da laminiação, cada pequena lâmina (300x30mm) obtida teve sua

espessura medida com o micrômetro em 8-15 pontos distintos, no centro da largura, distantes de 10-30mm um do outro.

Todas as medidas de espessura para as 155 lâminas foram compilados em uma planilha de dados, de forma a se obter um panorama das lâminas disponíveis. Cada medida de espessura foi feita pelo menos uma vez; conjuntamente com a pequena distância entre elas, além de seu grande número por lâmina, isto permitiu uma consideração de pequenas variações locais oferecendo uma visão consistente do grau de deformação a que foi submetida cada lâmina.

A partir da espessura média de cada lâmina e seu desvio padrão, descartou-se as lâminas cujo grau de deformação foi considerado heterogêneo ou irregular, e das restantes agrupou-se 7 conjuntos de 8 lâminas cada.

Os conjuntos foram formados de forma a obter a maior consistência possível da espessura entre cada par de lâminas de um mesmo conjunto, e nos diferentes pontos do comprimento de uma mesma lâmina.

As espessuras e o grau de deformação real característico dos conjuntos assim obtidos estão relatados a seguir:

**Tabela 1 – Deformação real e espessura dos conjuntos de amostras**

Espessura (um)	358	413	463	488	501	511	521
Deformação Real (%)	41	27	15	10	7,5	5,5	3,6

Dentre 8 as lâminas que sofreram deformação real de 41% chegando à espessura de 358um, 6 são provenientes da laminação realizada no departamento de engenharia de metalúrgica e de materiais, PMT-USP; igualmente para 7% de deformação resultando na espessura de 501um. Todas as restantes são provenientes da laminação realizada no Instituto de Pesquisas Tecnológicas. A priori, esta diferenciação não é necessária, pois o processo é exatamente o mesmo.

Foram guardados retalhos correspondentes aos diferentes grupos de espessuras, a serem introduzidos no forno de recozimento conjuntamente com as lâminas, com o objetivo de fornecer as amostras para a metalografia e determinação do tamanho de grão.

Devido à imprecisão da guilhotina, cuja lâmina era curva e que não dispunha de nenhum mecanismo para alinhar o corte, nem todas as lâminas atingiram após o corte o tamanho almejado. No entanto, durante o ensaio Epstein todas as lâminas devem ter o mesmo volume, para que o fluxo magnético que as transpassa seja calculável.

Dessa forma, as 56 lâminas foram retificadas na máquina do laboratório [?] sob o auxílio dos técnicos, Rubens e Cícero. Assim, atingiram todas, as dimensões de 295 +/- 1 mm de comprimento e 29 +/- 0,3 mm de largura.

### **3.2.3. Recozimento**

As lâminas conjuntamente com os retalhos foram levados até a empresa SEW, com a cooperação de Ellen Girotto, onde foram recozidas no forno durante 2 dias, sob uma atmosfera descarbonetante de H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O e N<sub>2</sub>, no qual foram levadas a uma temperatura máxima de 760°C por 2h.

## **3.3. Realização das medidas**

### **3.3.1. Medição de tamanho de grão**

#### **3.3.1.1. Introdução:**

No que diz respeito ao tamanho de grão, é notável o fato de que os trabalhos anteriores publicados a respeito deste tema não tomem por muito importante a discussão do método de medição de *TG*, estando mais preocupados com a obtenção das chapas,

seu grau de pureza, a maneira de atingir determinados *TGs*. A partir do momento em que a formulação de Mager [22] entra em jogo, uma análise mais profunda se torna necessária, pois qualquer comprovação experimental de um mecanismo proposto na teoria deve envolver uma determinação reproduzível, repetível e bem conhecida das variáveis em questão.

Foi assinalado, no decorrer do trabalho, que o tamanho de grão do material era fortemente dependente de uma série de fatores; tanto decorrentes do processo de fabricação da chapa como das condições da laminação e recozimento a que foi submetida. O primeiro raciocínio que seguiu era que, se estes fatores não forem completamente controlados, então o tamanho de grão pode ser diferente para duas regiões distintas da mesma amostra, impedindo que ela seja analisada de forma coerente.

Na micrografia abaixo [Ilustração 26], realizada a partir de uma amostra recozida, fruto desta preocupação com a homogeneidade do tamanho de grão, pareceu observar-se crescimento de grão anormal, originando uma distribuição bimodal dos tamanhos. Surgiram então as perguntas: Que valor então considerar? Como determinar quantitativamente se uma micrografia retrata um material com distribuição de tamanho de grão bimodal, o qual sofreu crescimento anormal?

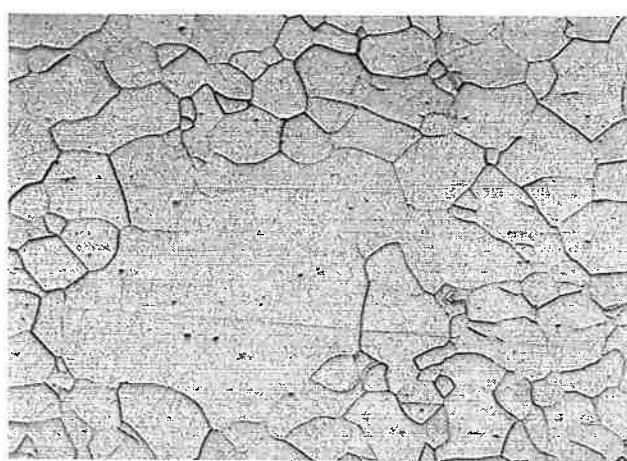


Ilustração 26 – Espessura da amostra recozida a 760°C

Notou-se, por fim, ao realizar as considerações teóricas, que a distribuição do tamanho de grão é tão relevante para os fenômenos magnéticos quanto o simples valor tamanho de grão médio. Dessa forma, foi proposto um método semi-automático de análise de imagens, que busca sanar esta dificuldade.

Para cada um dos 7 conjuntos de amostras que sofreram o mesmo grau de deformação, foi determinada a distribuição dos tamanhos de grão, da qual extraiu-se um valor médio, além de outros indicadores estatísticos que a caracterizam. Este valor foi comparado com o que seria obtido pelo método dos interceptos [23].

### **3.3.1.2. Obtenção das fotos:**

7 pequenas amostras de aproximadamente 2cm<sup>2</sup> de superfície cujas espessuras correspondiam aos graus de deformação estudados foram cortadas a partir dos retalhos recozidos utilizando o “cutter”. A seguir, foram embutidas em baquelita, com o plano de polimento paralelo à sua superfície.

Foram lixadas manualmente e fazendo uso da politriz giratória em presença de água, utilizando lixas de carbeto de silício com granulometria 100, 220, 300, 420, 600, 1200 e 2500 MESH, nessa ordem. A seguir, foram polidas com pasta de diamante de 1µm aplicada sobre o pano, na politriz giratória, em presença de álcool. Por fim, foram polidas na politriz Minimet Buehler com uma mistura de sílica coloidal e alumina gel, de respectivamente 0,1 e 0,3µm. Após o polimento, foram atacadas com Nital 5%.

Cada amostra foi fotografada num conjunto de 10-16 campos, conforme o número de grãos por campo, no aumento mais conveniente. Os aumentos foram escolhidos de maneira que cada campo contivesse por volta de 50 grãos completamente encopassados. Os campos foram escolhidos ao acaso, isto é, sem que se observasse a imagem durante a escolha, para evitar o viés devido à pretensa escolha de “campos

típicos". Procurou-se espaçar muito os campos uns dos outros, para obter valores que fossem provenientes de diferentes regiões da amostra, fugindo de variações locais.

A escolha do número de campos foi mais sutil. O valor de medidas procurado, num compromisso entre a precisão da análise e o tempo despendido, foi de 50 grãos por campo, em aproximadamente 13 campos, totalizando 650 grãos. A tabela abaixo [Tabela 2] relata a totalidade das medidas extraídas, para cada amostra:

**Tabela 2 – Número de grãos e campos analisados por área**

Espessura (um)	Deformação real (%)	Número de grãos	Número de campos	Gr/campo média	Gr/campo desv. pad.
358	41	714	10	71	3
413	27	662	13	51	4
463	15	669	10	67	3
488	10	724	10	72	3
501	7,5	741	10	74	3
511	5,5	520	16	40	4
521	3,6	649	14	50	4

A tabela mostra a espessura e o grau de deformação do retalho do qual foi tirada cada amostra. Nas colunas seguintes temos o número de grãos analisados e o número de campos fotografados bem como a média e desvio padrão do número de grãos por campo.

Em casos em que, no aumento que melhor calhava, havia um pouco mais que 50 grãos por campo, utilizou-se dois ou três campos a menos (358,463,488); Para amostras que apresentavam muito mais do que 50 grãos, tomou-se 13 campos, os quais foram analisados apenas parcialmente(413); Quando, mesmo no menor aumento, haviam muito menos que 50 grãos por campo, foram utilizados dois ou três campos a mais, sem contudo, atingir a meta de 650 grãos (511,521).

Tudo isso foi feito num esforço de poupar tempo sem perder a qualidade da medida, e sem gerar incertezas muito diferentes para cada medida. O procedimento foi baseado na norma ASTM [23], que recomenda no mínimo 10 campos ao acaso, com no mínimo

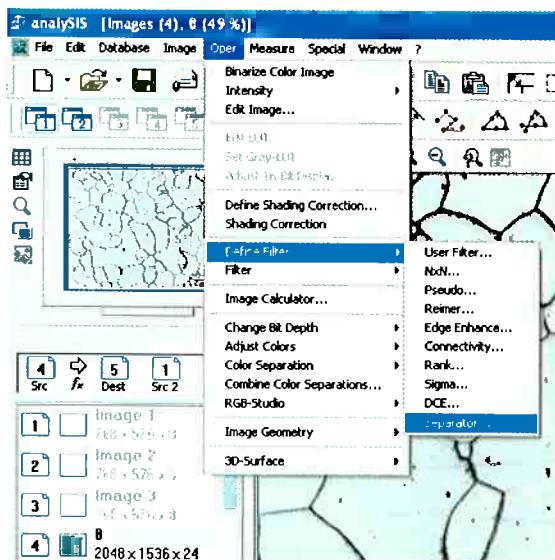
50 grãos em cada, em amostras de aproximadamente 1 polegada quadrada de superfície.

### 3.3.1.3. Método das áreas: (semi-automático, oferece distribuição)

O método das áreas consiste no uso dos recursos do programa de análise de imagens Altra System, instalado no laboratório de metalografia Hubertus Colpaert, PMT-USP. Através de filtros que consideram o contraste de luminosidade entre os diferentes pixels, o programa reconhece os contornos de grão, e mede a área de cada grão em pixel<sup>2</sup>.

O valor em pixel quadrado é simplesmente o número total de pixels, considerado cada um com a mesma área de 1 pixel<sup>2</sup>, ou seja, a soma dos pixels que constituem a figura (não existe 0,5 pixel<sup>2</sup> para o software).

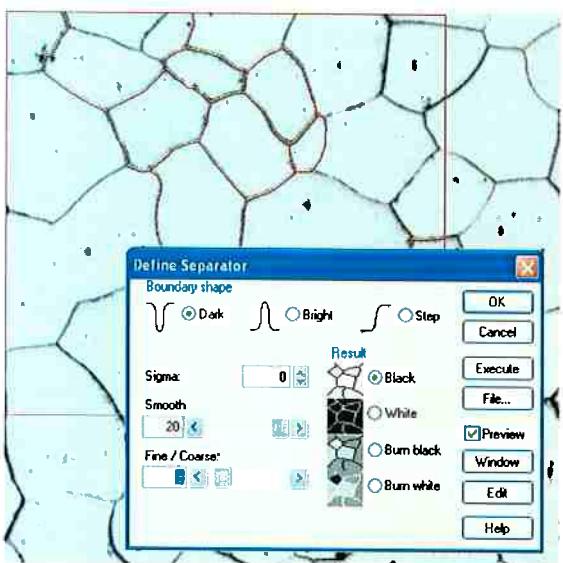
A seguir, estas áreas são convertidas em micrômetros e delas se obtém o diâmetro equivalente, que é definido como o diâmetro do círculo de mesma área. Os diâmetros são agrupados em intervalos, e plotados contra a fração de área que ocupam, reunidos, todos os grãos pertencentes ao intervalo. A maneira particular de apresentar estes resultados é explicada em detalhe na seção 4, Resultados e Discussão.



As imagens foram capturadas em preto em branco, uma vez que se trata de um aço ferrítico, para o qual a cor não acrescenta informação alguma. Caso isso não tenha sido feito, é conveniente obter um imagem preto e branco utilizando filtros os separando os canais RGB.

Ilustração 27 – Escolha do filtro "Separator"

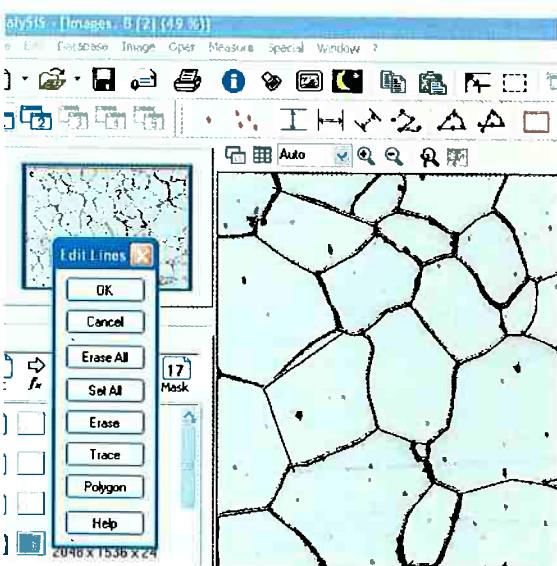
O programa já contém uma ferramenta de identificação de grão implementada; se trata do filtro “separator”, o qual foi utilizado neste trabalho. Após entrar no programa e carregar a imagem desejada, já com sua escala, seleciona-se o filtro.



Na Ilustração 28, nota-se, em vermelho, aquilo que o programa detectou como sendo contornos de grão. Vê-se na caixa de diálogo “Define Separator” que ele está configurado para localizar regiões que possuam pixels muito mais escuros do que seu arredor (“Boundary Shape” = “Dark”). Isso é o que ocorre com o contorno de grão do aço, no ataque pelo Nital, ele fica escuro em relação à matriz.

Ilustração 28 – Características do “Separator”

Alguns contornos não são reconhecidos, ou porque não foram revelados, ou porque a rotina do programa não consegue detectá-los. Clicando no botão “Edit”, (mostrado na Ilustração 28)abrimos a caixa de diálogo que nos permite modificar a seleção, acrescentando contornos ou removendo-os.



A Ilustração 29 mostra a mesma região que anteriormente, já com os contornos editados manualmente com a ferramenta “Polygon”. A etapa de edição dos contornos é o que caracteriza este método como semi-automático. Ela assegura que nenhum dado foi registrado sem verificação humana.

Ilustração 29 – Traçando contornos manualmente

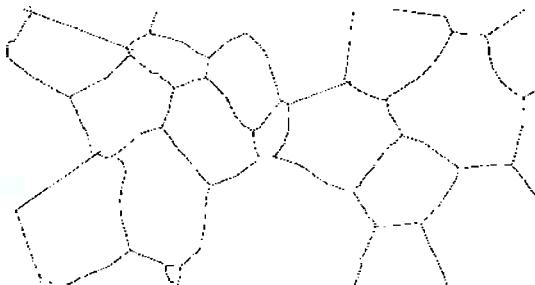


Ilustração 30 – Resultado do "Separator"

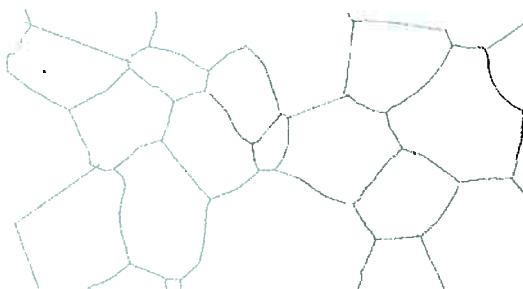


Ilustração 31 – Efeito do filtro "Lowpass"

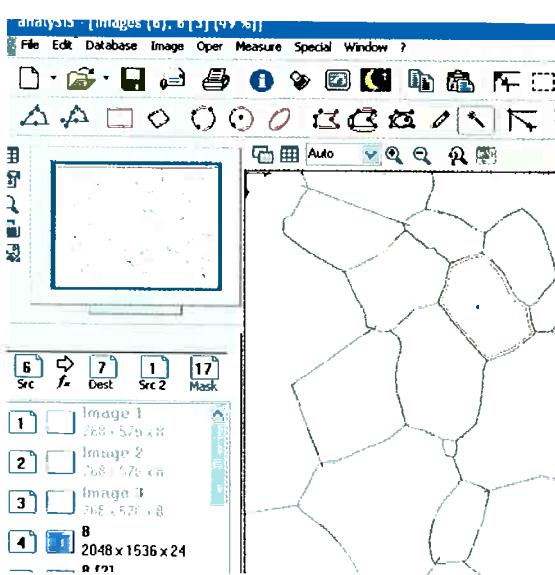


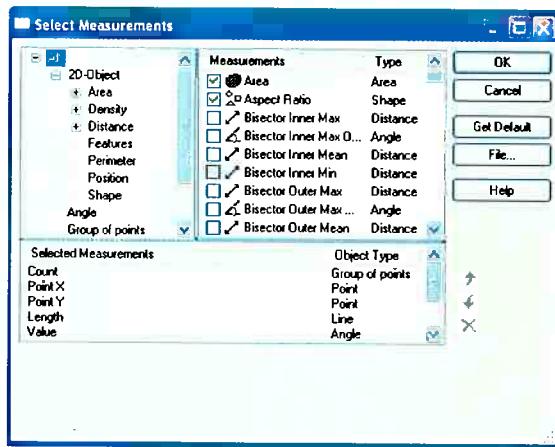
Ilustração 32 – Ferramenta "Magic Wand"

Terminada a edição, o programa substitui a seleção em vermelho por pixels pretos e todo o restante por branco (conforme selecionado na Ilustração 29, "Result" = "Black").

A aplicação do filtro "Lowpass", conforme visto na Ilustração 31, torna os contornos mais definidos, permitindo a continuação da análise.

A seguir, utilizando a ferramenta "Magic Wand", seleciona-se cada grão. Esta é uma ferramenta comum de programas de análise de imagens que seleciona uma área fechada com pixies de mesma intensidade ou cor, colocando um objeto de mesma forma por sobre ela (em amarelo na Ilustração 32).

O objeto é completamente conhecido pelo programa. Suas dimensões em pixies e demais características podem ser consultadas a esmo.



Foi selecionado que o programa gerasse uma planilha de dados contendo a área e o fator de forma, que representa a razão entre a maior corda e a menor corda, de cada grão.

As planilhas de cada imagem analisada foram exportadas para o Microsoft Excel, e reunidas.

**Ilustração 33 – Escolha das medidas apresentadas**

Após este processo, incluindo a devida união dos dados para cada campo de uma mesma amostra, tem-se numa planilha de dados, os valores de área em  $\text{pixel}^2$  e de fator de forma para cada grão, além do número de grãos, grãos por campo, etc.

O valor da área em  $\mu\text{m}^2$  é obtido medindo-se a escala que foi colocada logo após a captura da micrografia, com o programa que acompanha a câmera digital do microscópio ótico, para obter a razão pixel/ $\mu\text{m}$  de cada aumento. A seguir, o diâmetro equivalente é calculado diretamente, pela fórmula bem conhecida:

$$D = 2 \sqrt{A/\pi}$$

O valor de tamanho de grão que daí resulta pode ser calculado de várias formas, dentre as quais a mais imediata é a média ponderada pela fração de área dos diâmetros equivalentes. Os detalhes da escolha das classes, dos indicadores estatísticos e do cálculo do tamanho de grão aparecem na seção 4, Resultados e Discussão, uma vez que a aquisição de dados propriamente dita para por aqui.

### **3.3.1.4. Método dos interceptos: (manual, oferece média)**

O método de medida de tamanho de grão por interceptos é baseado na norma ASTM [23] sendo um dos mais conhecidos e utilizados atualmente. Ele apresenta uma facilidade adicional, pois pode ser realizado sem a captura de imagens. No entanto, optou-se por utilizar os mesmos campos fotografados do que no caso da análise por área.

O método consiste em estimar o intercepto médio contando o número de interseções entre uma reta de comprimento conhecido e contornos de grão. Intercepto significa o segmento de reta entre duas interseções da reta de medida com o contorno de grão. Em outras palavras, é uma corda do grão.

No caso de método manual, afixa-se à lente do microscópio um recorte de folha de plástico sobre o qual um conjunto de retas foi traçado, normalmente formando uma grade. O número de vezes que as retas interseccionam os contornos de grão dá o número de interceptos; O comprimento da reta, dividido pelo aumento e pelo número de interceptos fornece a dimensão do intercepto médio.

No caso do método digital, simplesmente captura-se os campos e traça-se as retas de comprimento conhecido em pixels, utilizando qualquer programa de análise de imagens. A conversão de pixel para unidade de comprimento (no caso micrômetro) deve ser obtida conhecendo-se a taxa de compressão da imagem e o aumento, ou a escala do próprio programa de captura, devidamente calibrada.

Neste trabalho, foi utilizada uma variação do método dos interceptos, na qual a figura de medida é um círculo. O objetivo é eliminar quaisquer desvios da equiaxialidade sem necessitar realizar medidas lineares em 3 direções diferentes. Neste caso, o comprimento do círculo é dividido pelo número de interceptos para fornecer o intercepto médio. Como o círculo é completamente simétrico em todas as direções do plano, obtém-se uma a média de intercepto médio em cada direção do plano fotografado.

A contagem dos interceptos não é tão imediata. É preciso dizer que, quando o círculo de medida passa por um ponto triplo, conta-se um intercepto e meio.

Vemos na Ilustração 34 um exemplo de contagem de interceptos, a notar que um par de interseções muito próximas de um ponto triplo foram contados como 1,5. O total de interceptos na figura é 25.

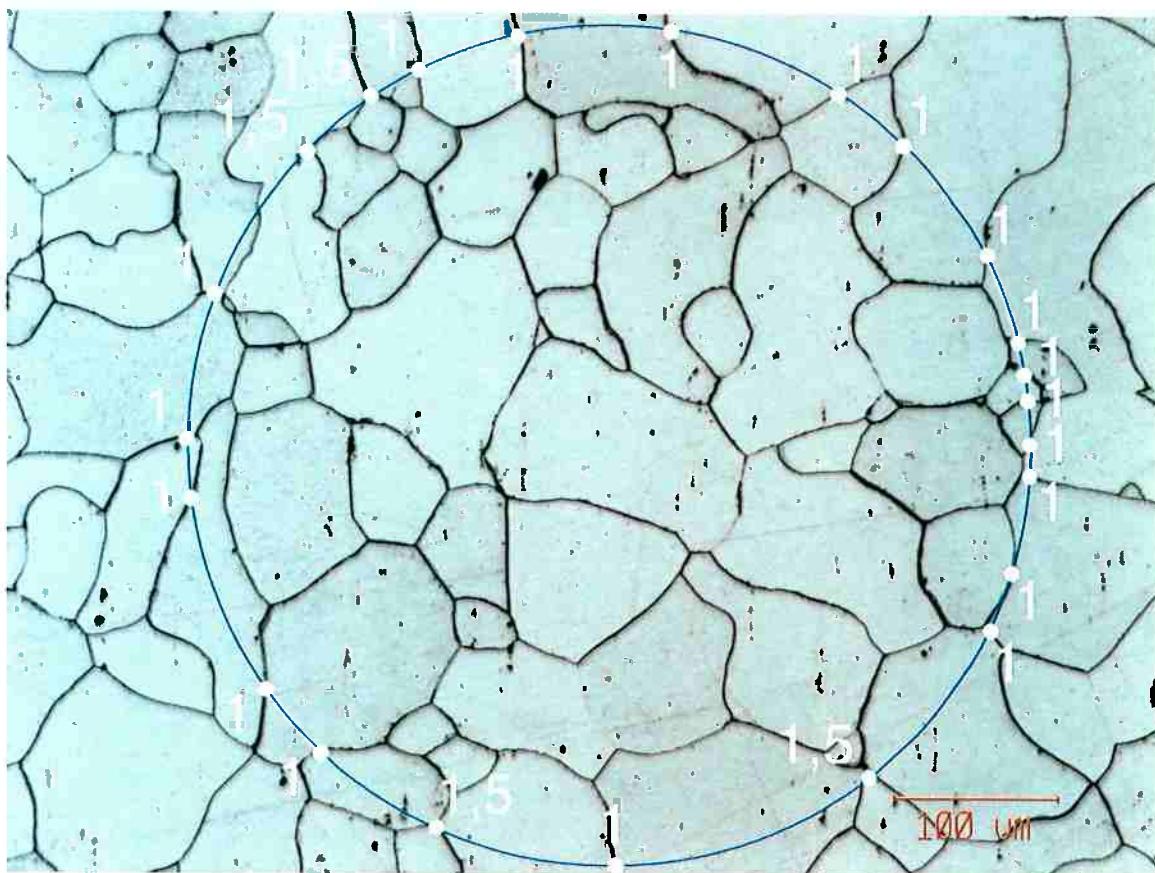


Ilustração 34 – Contagem dos Interceptos

O desvio padrão entre o número de interceptos por círculo deve fornecer uma estimativa da repetitibilidade da medida. Embora advoque-se [24] o uso de aproximadamente 35 interceptos por círculo, até 500 interceptos no total, como esta não era a medida principal, nos contentamos com 25 interceptos por círculo até 350 interceptos no total. Na Tabela 3 temos os dados da análise.

**Tabela 3 – Número de campos e grãos analisados por interceptos**

Espessura (um)	Deformação real (%)	Número de interceptos	Número de campos	inter/circ média	inter/circ desv. pad.
413	27	344	13	26	2
463	15	371	13	29	2
488	10	397	13	31	3
501	7,5	380	12	32	5
511	5,5	353	16	22	3
521	3,6	366	15	24	3

### **3.3.2. Medidas Magnéticas:**

As medidas magnéticas foram realizadas no Instituto de Pesquisas Tecnológicas, com o auxílio de Bruno Francisco da Silva. Foram medidas as perdas histeréticas em ensaio quase estático bem como as perdas totais a 60Hz, a 1,0 e 1,5T.

## 4. RESULTADOS E DISCUSSÃO:

Na Ilustração 35, temos alguns exemplos de esboços da micrografia e distribuição de tamanho de grão.

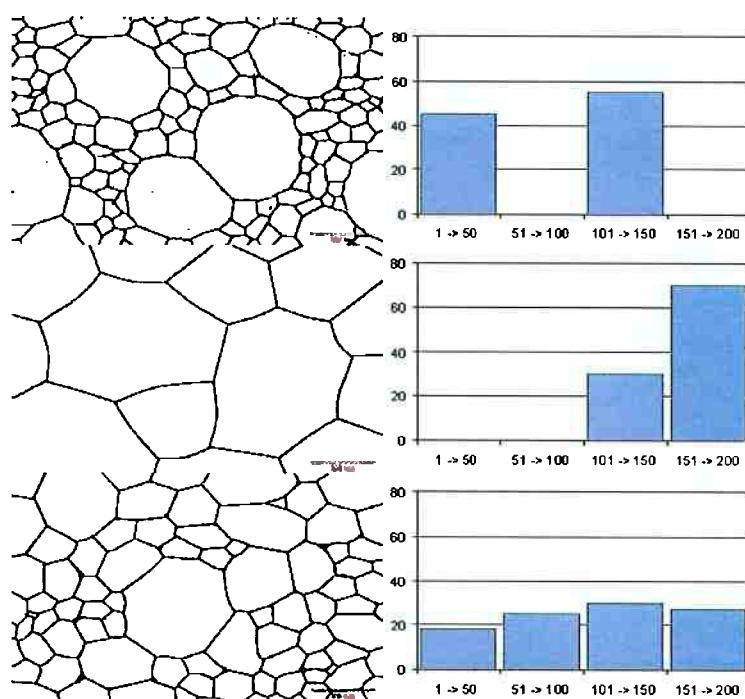


Ilustração 35 – Exemplos de distribuição de TG

A escala de cada “micrografia” representa 100um. Nos gráficos ao lado, as classes contém um intervalo de 50um. A primeira classe representa a soma da fração de área de todos os grãos que possuem de 1 a 50um de diâmetro equivalente, a segunda de 51 a 100um, e assim por diante. No eixo das ordenadas temos a soma das frações de área ocupadas pelos grãos pertencentes a cada classe.

Só são contabilizados na análise os grãos totalmente encompassados pela micrografia. A fração de área de cada grão não é, portanto, calculada em relação à área da foto, mas sim à soma das áreas dos grãos analisados.

No primeiro caso, temos uma distribuição bimodal, caracterizada pela presença de poucos grãos grandes, mas que possuem uma fração de área superior ao restante. No segundo caso, há um par de grãos de diâmetro aproximado 160 $\mu\text{m}$ , que ocupam sozinhos 70% da área de micrografia, e o terceiro grão o restante. No terceiro caso, tentou-se representar aproximadamente uma distribuição típica, com grãos dos diversos tamanhos, (os ~20% da classe 151-200 $\mu\text{m}$  são devidos a um único grão).

Essa forma de apresentar os resultados contém um problema oriundo da representação em classes. Claramente, ao alterarem-se os limites da classe, a fração de área de cada classe e a aparência geral do gráfico mudam completamente. No entanto, ao abster-se das classes, plotando separadamente o par de dados de cada grão (diâmetro, fração de área) o gráfico perde o sentido, pois passa a ser invariavelmente um conjunto de pontos alinhados. Isso se dá porque a fração de área é diretamente proporcional ao diâmetro equivalente, sendo a constante de proporcionalidade igual à área total. É então preciso separar em classes, para ter uma visão das características da distribuição.

A seguir, tem-se as representações das distribuições de tamanho de grão das amostras analisadas. A notar que a amostra de espessura 358 foi descartada, pois não se pôde medir suas perdas. Nas abscissas tem-se  $d_A$  em  $\mu\text{m}$  e nas ordenadas a fração de área.

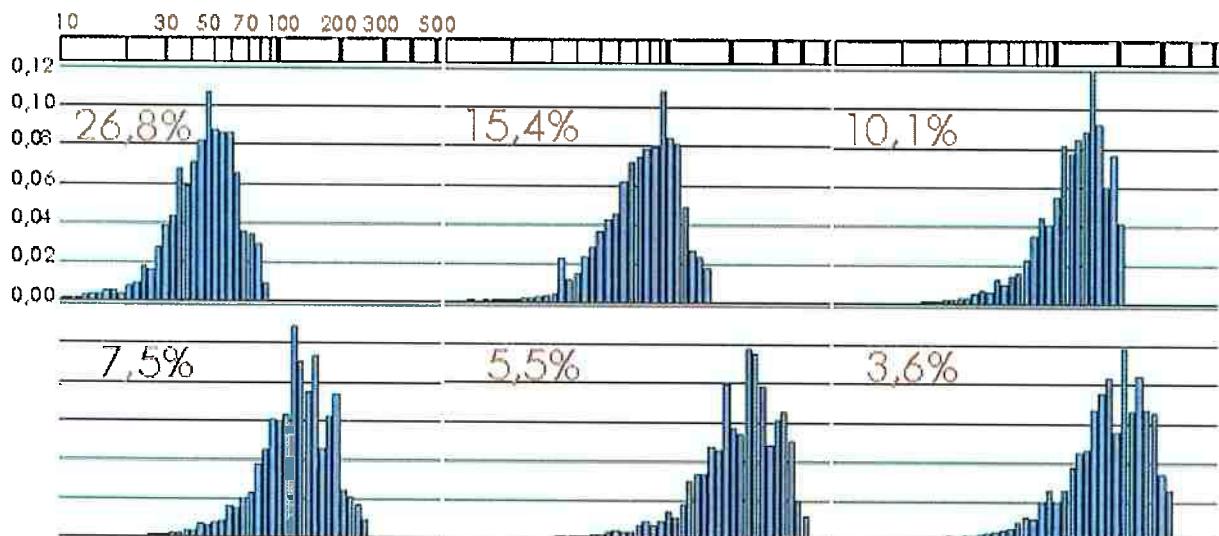


Ilustração 36 – Distribuições de TG ( $1/d_A$ ) conforme a deformação real em gráfico log.

O métodos utilizados pela norma ASTM[23] para quantificar tamanho de grão dizem respeito a um tamanho médio de grão.

Neste trabalho, foram considerados:

- o diâmetro do círculo de mesma área ponderado pela fração de área, dado pela fórmula (usando a área  $A$  como dado experimental de base):

$$d_A = f_A \cdot \sqrt{4A/\pi}; \quad f_A = A_i/\sum A_i.$$

- o diâmetro médio obtido pelo método das áreas:

$$d_m \approx \sum d_i / N; \quad d_i = \sqrt{4A_i/\pi}$$

- e o intercepto médio,  $I$ .

A tabela abaixo [Tabela 4] apresenta os diferentes valores destas 3 variáveis para cada amostra analisada. A notar que o intercepto médio se aproxima, em geral, da média dos diâmetros  $d_m$ , e não do diâmetro ponderado pela fração de área  $d_A$ .

**Tabela 4 – TG pelos diferentes métodos**

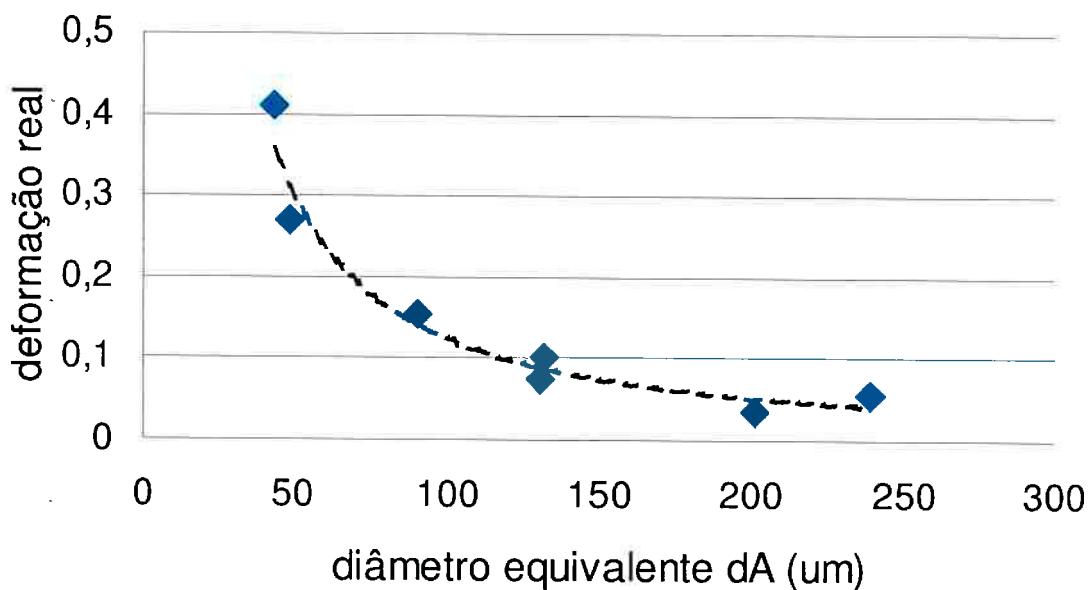
Espessura def. real (um)	fr. (%)	média da Área(um)	$d_A$	média dos diâmetros(um)	$d_m$	intercepto médio(um) $I$	razão $I/d_A$
540	0,0%		43	26	25		0,58
413	26,8%		48	35	31		0,63
463	15,4%		90	60	57		0,63
488	10,1%		132	90	78		0,59
501	7,5%		132	87	75		0,57
511	5,5%		238	138	147		0,62
521	3,6%		203	130	133		0,66

Também foram medidos os fatores de forma (maior corda dividida pela menor corda) dos grãos de cada amostra, bem como suas distribuições. As distribuições pareciam se adaptar a uma lei  $\chi$  quadrado com pico próximo a 1,3 para todas as deformações, indicando um desvio da equiaxialidade. A tabela abaixo [Tabela 5] mostra a moda e média das distribuições.

**Tabela 5 – Características da distribuição do fator de forma**

Espessura	def. real	média da fr. área	moda da fr. Área
540	0,0%	1,39	1,20
413	26,8%	1,43	1,20
463	15,4%	1,49	1,20
488	10,1%	1,47	1,30
501	7,5%	1,47	1,20
511	5,5%	1,48	1,20
521	3,6%	1,52	1,30

O gráfico abaixo [Ilustração 37] apresenta a curva de recristalização do material, de forma a poder-se verificar que as deformações realizadas levaram a tamanhos de grão coerentes. Nota-se que deformações diferentes (i.e.: 10,0% e 7,5%) levaram a um mesmo tamanho de grão médio (i.e.: 132 $\mu\text{m}$ ). Como as distribuições de tamanho são diferentes para estas amostras, poderia-se observar o efeito da distribuição nas perdas.



**Ilustração 37 – Esboço da curva de recristalização**  
(a linha pontilhada é apenas uma guia para o olhar)

As perdas histeréticas foram plotadas em função do tamanho de grão obtido por dois métodos diferentes:

- $l$ , o intercepto médio, conforme a norma ASTM:

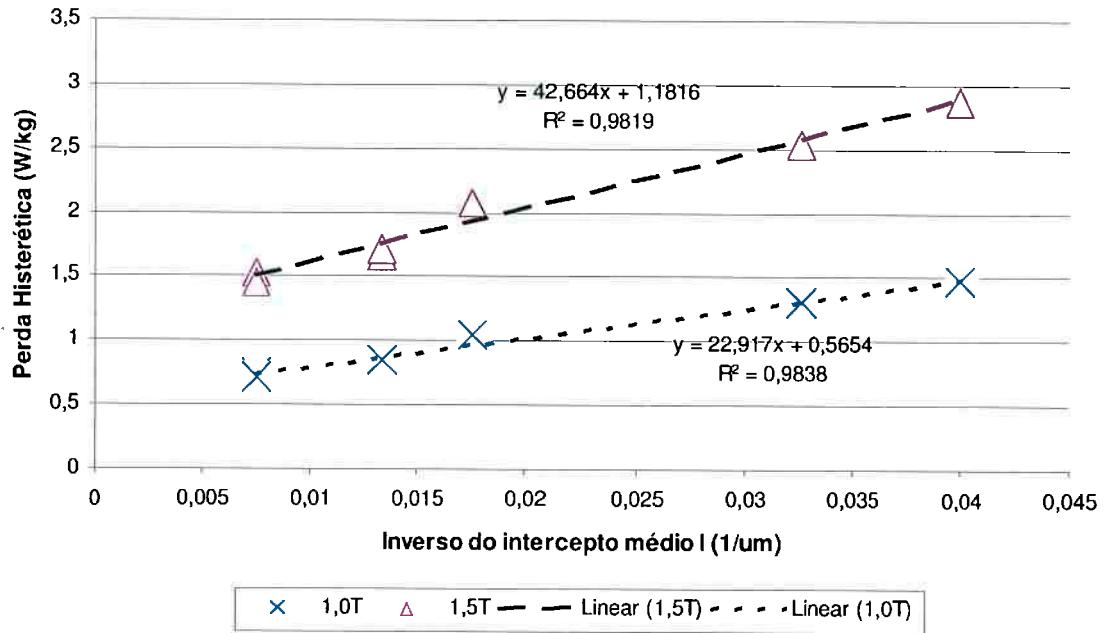


Ilustração 38 – Perda histerética em função de  $l$

- $d_A$ , diâmetro do círculo equivalente:

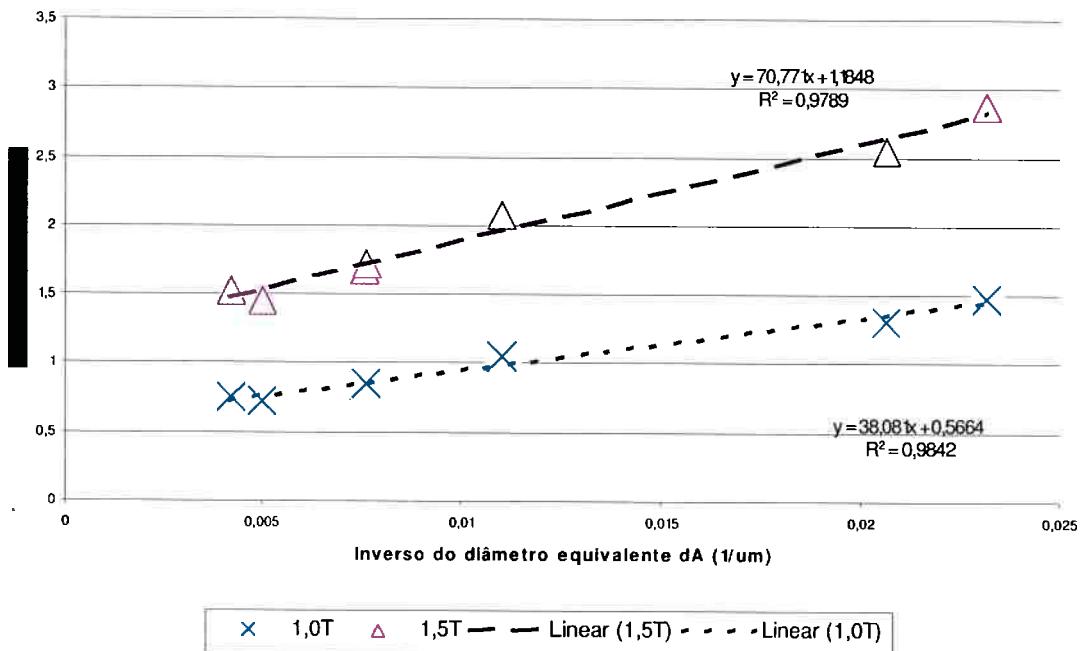


Ilustração 39 – Perda histerética em função de  $d_A$

Pode-se considerar as curvas constituídas de 5 pontos, muito embora sejam sete, pois há dois pares tão próximos que a incerteza experimental não pode diferenciar. Isso mostra que, com a precisão que se trabalhou, as pequenas diferenças na distribuição de tamanho de grão entre as amostras (521 e 511; 501 e 488) não se fez notar.

Os resultados dos dois gráficos não apresentam grande diferença quanto à lei de dependência, isto é, a ambos se adaptam igualmente bem retas (com os mesmos coeficientes lineares). De fato, a razão entre  $d_A$  e  $I$  é relativamente constante, se aproximando de 0,6.

Devido à imprecisão experimental e o pequeno escopo de TG, estes dados também podem ser enquadrados numa lei do tipo raiz quadrada, com pequena alteração no valor de  $R^2$ .

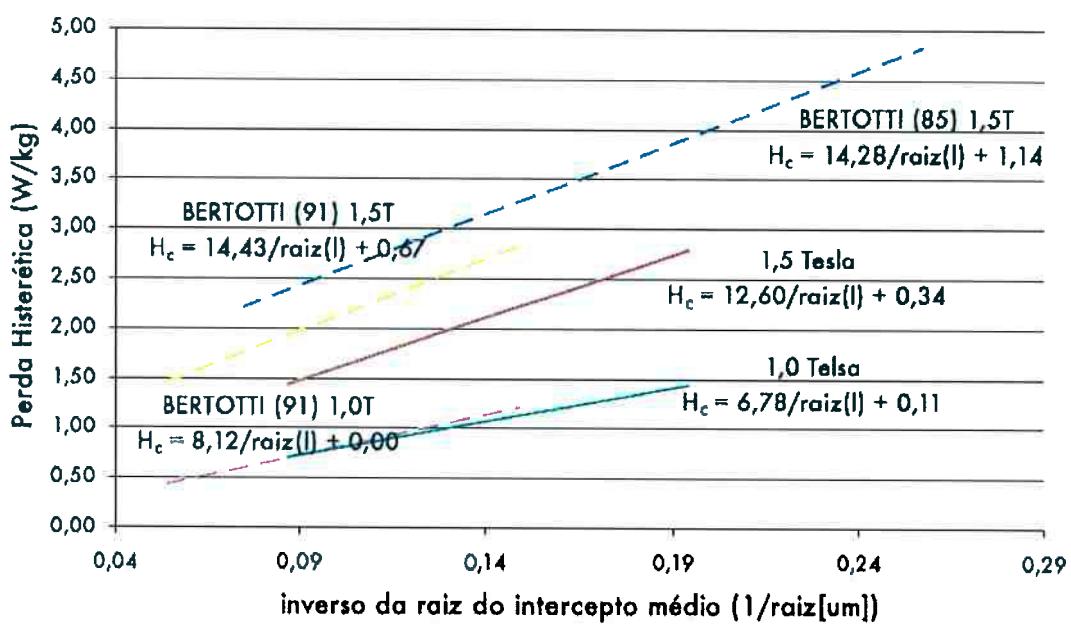


Ilustração 40 – Comparação de resultados  $P_h \times TG$

Na figura acima, temos a comparação dos resultados obtidos no trabalho com a literatura, no que diz respeito à perdas histeréticas. (Todas as curvas representam perdas histeréticas a 60Hz, considerando uma dependência com o inverso da raiz

quadrada do TG) Nota-se que o coeficiente angular obtido é muito próximo para ambas induções máximas. Um enquadramento particularmente bom foi obtido para os dados a 1,0T. Os materiais utilizados por Bertotti et al. são muito semelhantes em composição química com os deste trabalho.

Na figura abaixo [Ilustração 41] pode-se observar a variação das perdas totais com o tamanho de grão. Espera-se um aumento das perdas histeréticas e uma redução das perdas em excesso com a diminuição do tamanho de grão, representada pelo crescimento  $1/d_A$  [5, 17].

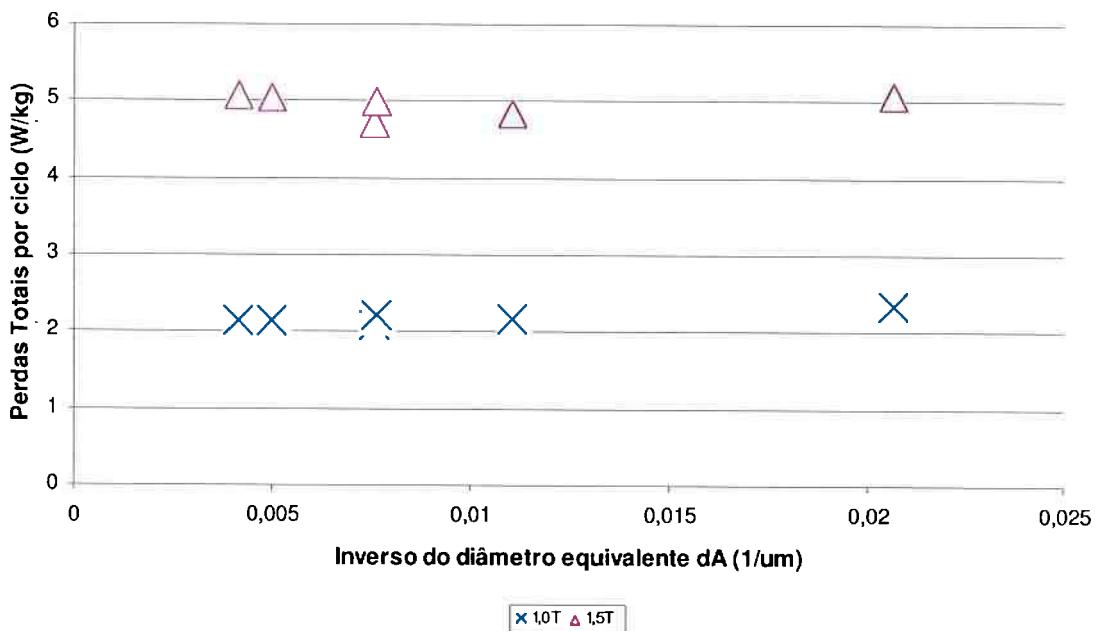
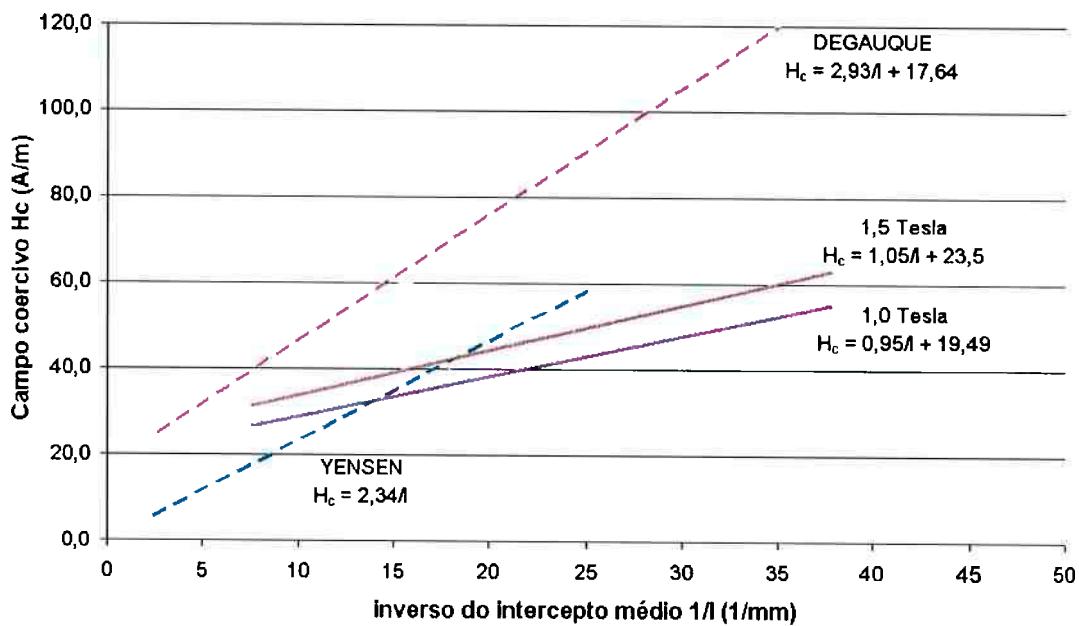


Ilustração 41 – Perdas totais em função de  $d_A$

Diferentes autores apontam a existência de um mínimo das perdas totais com o tamanho de grão. Matsumura apud Degauque [5] aponta 150 $\mu\text{m}$ , Bertotti et al. [17] propõem 200 $\mu\text{m}$ . Ao desconsiderar os dados da amostra de espessura 501 $\mu\text{m}$  (7,5% deformação) o mínimo de perdas totais é obtido para TG = 132 $\mu\text{m}$ , o qual pelo método dos interceptos foi avaliado em 75 $\mu\text{m}$ . Aliado ao máximo de perdas a 1,0T isto sugere algum problema com a amostra 501.

No entanto, os dados não corroboram com a literatura ( $132 / 75 \ll 150$ ), até porque o escopo de tamanho de grão estudado não se estende a  $200\mu\text{m}$  e devido à quantidade de valores, uma tendência ao mínimo é dificilmente observável, e o mínimo por comparação direta está sujeito aos erros experimentais.



**Ilustração 42 – Comparação de resultados  $H_c$  x TG**

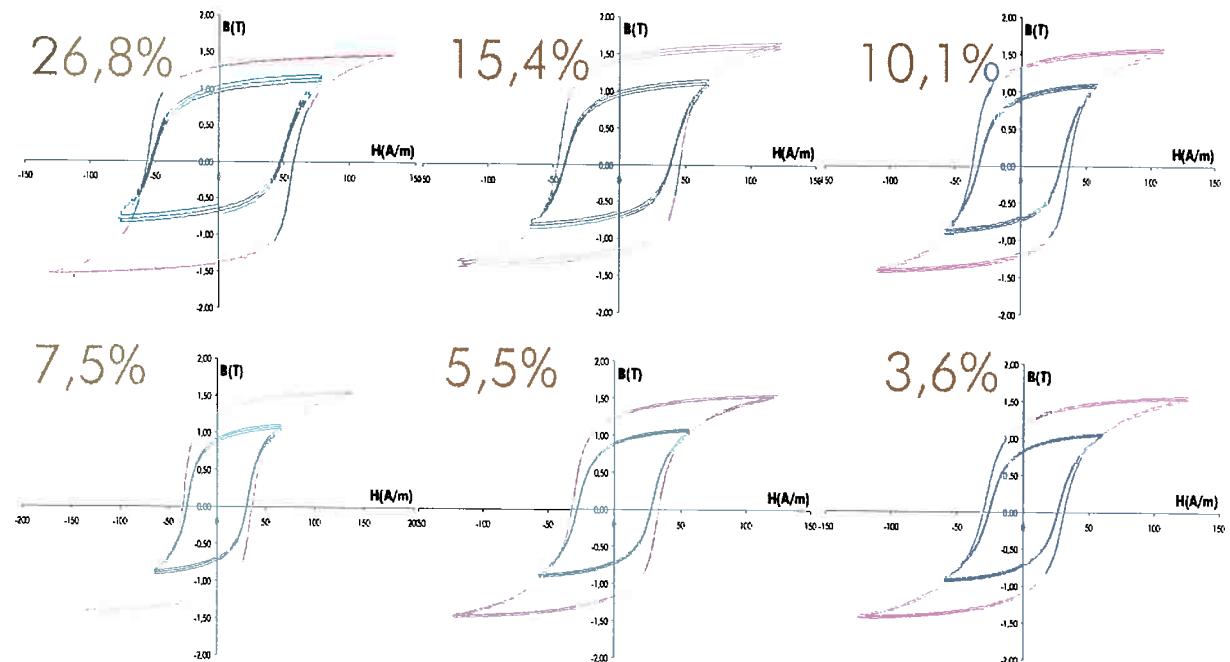
No que diz respeito ao campo coercivo, a Ilustração 42 acima, mostra a comparação dos dados obtidos com a literatura. Surpreendentemente, os coeficientes angulares para as duas induções máximas são equivalentes, e diferem fortemente da literatura.

A notar que a indução máxima e frequência utilizadas por Degauque são desconhecidas. Para Yensen: 1,0T (60Hz).

Em suma:

- os resultados de perdas histeréticas a 60Hz concordam bem com Bertotti et al., mostrando que o coeficiente angular depende fortemente da indução máxima;
- os resultados de perdas totais são inconclusivos;
- os resultados de campo coercivo diferem fortemente da literatura, e apresentam coeficiente angular independente da indução máxima.

Cogita-se atribuir parte da diferença dos resultados de coeficiente angular da reta adaptada aos dados de campo coercivo à diferença de composição química entre os materiais utilizados pelos diferentes autores. De forma geral, uma análise mais cuidadosa das curvas de histerese poderia fornecer informações complementares. Ambos caminhos ficam como sugestão de continuidade ao presente trabalho.



**Ilustração 43 – Curvas de histerese obtidas, segundo as deformações reais aplicadas**

## 5. CONCLUSÕES:

Neste trabalho, foi explorado um método de determinação de tamanho de grão a partir da distribuição de área de grão obtida por análise semi-automática de micrográfiias. Os valores obtidos para tamanho de grão médio por este método diferem de uma constante dos valores obtidos pelo método dos interceptos( $\approx 0,6$ ).

Com base na norma ASTM[23], foi calculada a relação entre estes valores e o número de grãos por milímetro quadrado que seria obtido pelo método planimétrico, o qual não foi realizado neste trabalho.

Por se tratarem de relações de proporcionalidade, as grandezas diferindo apenas de uma constante, concluiu-se que o método utilizado para determinação de tamanho de grão não influencia a lei de dependência dos fenômenos.

Para as condições empregadas, (deformação de 3,6 a 28,5%, recocimento a 2h 760° em chapas com 0,54mm de espessura de aço elétrico 0,7%Si, 0,3%Al) a distribuições de tamanho de grão se enquadram relativamente bem numa distribuição do tipo lognormal. Como todas as distribuições eram semelhantes, nenhuma influência de distribuição do tamanho de grão foi notada sobre as perdas magnéticas.

Obteve-se uma dependência linear das perdas histeréticas com o tamanho de grão, mas o escopo de tamanhos de grão estudado não pode cobrir valores para grão menor de 50 $\mu\text{m}$  como desejado. Devido ao erro experimental, não se pode excluir totalmente uma dependência do tipo raiz quadrada, a qual poderia vir à tona explorando-se estes tamanhos de grão menores, como em Degauque[11].

As 7 diferentes curvas experimentais da literatura foram levantadas mostrando, ora uma dependência linear do campo coercivo com o inverso do tamanho de grão, ora uma dependência do tipo raiz quadrada para as perdas histeréticas. Sendo que os autores

muitas vezes apresentam uma relação de proporcionalidade direta entre estas duas medidas.

As teorias de Mager[22] e Goodenough[12] foram estudadas, levando à conclusão de que a dependência linear do campo coercivo com o inverso de tamanho de grão pode ser explicada por um balanço entre energia de parede de domínio e energia magnetostática de campo externo, o qual depende do diâmetro do domínio de inversão de magnetização, que está ligado com o tamanho de grão.

O grande obstáculo para o avanço da teoria parece ser o cálculo do campo desmagnetizante que surge das complexas configurações de domínios no contorno de grão. Acredita-se que uma investigação mais profunda do número e diâmetros destes domínios em função do tamanho de grão possa levar a uma teoria mais completa.

A investigação da dependência das perdas magnéticas com variações na distribuição de tamanho de grão permanece em aberto.

Com sugestões de continuidade, temos:

- levantamento das curvas  $H_c(P_h) \times TG$  para um maior escopo de tamanhos de grão, sobretudo para grãos pequenos de forma a testar a hipótese de que dois regimes de dependência existem conforme o escopo de TG;
- explorar a obtenção de dados a partir das curvas de histerese, aplicando o método de divisão das perdas[6], e a determinação do campo coercivo pela derivada da curva;
- utilizar métodos numéricos envolvendo elementos finitos para determinar a energia magnetostática de campo desmagnetizante conforme a estrutura de domínios presente;
- verificação dos efeitos da microestrutura, isto é, presença de distribuição bimodal e forte desvio da equiaxialidade sobre as propriedades magnéticas;

## 6. REFERÊNCIAS:

- 
- [1] Disponível em: <http://www.allproducts.com/manufacture2/leicong/> Acesso em 07/jan/2009
  - [2] "INVESTIMENTOS em aços elétricos tornam produto nacional mais avançado do que alguns similares estrangeiros", Metalurgia & Materiais, 2003. Disponível em: <http://www.ipt.br/institucional/imprensa/midia/?ID=2062> Acesso em: 08/jan/2009
  - [3] LANDGRAF, F. J. G., "Materiais magnéticos para a indústria automobilística", Disponível em: [http://www.abmbrasil.com.br/cim/download/20080702\\_landgraf.pdf](http://www.abmbrasil.com.br/cim/download/20080702_landgraf.pdf) Acesso em: 08/jan/2009
  - [4] "AC Motor", Disponível em: [http://en.wikipedia.org/wiki/AC\\_motor](http://en.wikipedia.org/wiki/AC_motor) Acesso em 07/jan/2009
  - [5] DEGAUQUE, J., "Les pertes d'énergie dans les ferromagnétiques métalliques doux: origines physiques", Mémoires et études scientifiques, Revue de Métallurgie, 1985
  - [6] LANDGRAF, F. J. G., "Microestrutura e histerese magnética nos aços para fins eletromagnéticos", 2007. 117p. Tese (Livre Docência), Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2007
  - [7] FIORILLO, F., "Measurement and Characterization of Magnetic Materials", San Diego, CA, Elsevier Academic Press, 2004.
  - [8] "RELATÓRIO anual 2007", Arcelor Mittal Brasil, Disponível em: <http://www.acesita.com.br/port/empresa/arquivos/RELATORIO.swf> Acesso em: 08/jan/2009

- 
- [9] MAGER, A., Correspondência pessoal enviada a LANDGRAF, F. J. G., anexo em [6].
- [10] YENSEN, T. D., "Magnetically soft materials", Transactions of the A.S.M. p.796-820, Sep. 1939
- [11] DEGAUQUE, J. et al., "Influence of the grain size on the magnetic and magnetomechanical properties of high-purity iron", Journal of Magnetism and Magnetic Materials v. 26, p. 261-263, 1982
- [12] GOODENOUGH, J. B., "A theory of domain creation and coercive force", Physical Review v. 95, p. 917-932, 1954
- [13] ASTM Standard, E 1382 1997 (2004), "Standard test methods for determining average grain size using semi-automatic and automatic image analysis", ASTM International, West Conshohocken, [www.astm.org](http://www.astm.org)
- [14] HUBERT, A., SCHAEFER, R., "Magnetic Domains: the analysis of magnetic microstructures", New York, Springer Verlag, 2000.
- [15] BOHN,F., "Magnetostricção e ruído de Barkhausen em aços elétricos de grão não orientado", 2005. 107p. Dissertação de mestrado, Centro de Ciências Naturais e Exatas, Universidade de Santa Maria, Santa Maria, RS.
- [16] ADLER, E., PFEIFFER, H., "The influence of grain size and impurities on the magnetic properties of the soft magnetic alloy 47,5% NiFe", IEEE Transactions on magnetics, v. Mag-10, p. 172-174, Jun. 1974
- [17] BERTOTTI, G., DI SCHINO, G., MILONE, A. F., FIORILLO, F., "On the effect of grain size on magnetic losses of 3% non-oriented SiFe", p. C6 385-388, Journal de Physique, sept. 1985

- 
- [18] BERTOTTI, G., FIORILLO, F., PASQUALE, M., "Reversible and irreversible magnetization in soft iron-based polycrystalline materials", Journal of Applied Physics, v. 69, n.8, p. 5930-5932, Apr. 1991
  - [19] BATTISTINI, L., BENASCIUTTI, R., TASSI, A., "Effect of heat treatment on crystallographic and magnetic properties of magnetic steels", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v.113, p.603-606, 1994
  - [20] BARROS, J., SCHNEIDER, J., VERBEKEN, K., HOUBAERT. Y., "On the correlation between microstructure and magnetic losses in electrical steel", Journal of Magnetism and Magnetic Materials, v. 320, p. 2490-2493, 2008
  - [21] DÖRING, W., "Über das Anwachsen der Ummagnetisierungskeime bei großen Barkhausen-Sprüngen", Zeitschrift für Physic, v.108, p. 137-152, 1938
  - [22] MAGER, A., "About the influence of the grain size on coercitvity", Annalen der Physic, p. 11-15, 1952
  - [23] ASTM Standard, E 112 1996 (2004), "Standard test methods for determining average grain size", ASTM International, West Conshohocken, [www.astm.org](http://www.astm.org)
  - [24] HILLARD, J., "Estimating grain size by the intercept method", apud ASTM Stardard, op cit.