

# CARACTERIZAÇÃO DE CHAPAS DE AÇOS 5%Ni E 10%Ni COM RUÍDO BARKHAUSEN<sup>1</sup>

Eduardo Monlevade<sup>2</sup>  
Marcos Flavio de Campos<sup>3</sup>  
Freddy A. Franco G.<sup>4</sup>  
Julio Capó-Sánchez<sup>5</sup>  
Helio Goldenstein<sup>6</sup>  
Linilson R. Padovese<sup>7</sup>

## Resumo

Duas chapas de aços, uma com 5%Ni e outra com 10% Ni foram submetidas a cementação e têmpera, gerando uma microestrutura com martensita e austenita retida. Esses aços foram caracterizados com ruído magnético Barkhausen (RMB). O sinal Barkhausen é distintamente diferente para as amostras cementadas e temperadas. As amostras cementadas e temperadas apresentam maior campo coercivo do que as amostras recozidas. Dados de difração de raios-X indicam que as amostras cementadas e temperadas estão bastante encruadas, resultado da transformação martensítica.

**Palavras-chave:** Ruído Barkhausen; Ensaios não-destrutivos; Cementação; Têmpera.

## CHARACTERIZATION OF 5%NI AND 10%NI STEEL SHEETS WITH BARKHAUSEN NOISE

### Abstract

Two steels sheets, one with 5% Ni and another with 10% Ni were submitted to carburization and quenching, obtaining a microstructure with martensite and retained austenite. These steels were characterized with MBN – Magnetic Barkhausen Noise. The Barkhausen signal is distinctively different for the carburized and quenched samples. The carburized and quenched samples present higher coercive field than the annealed samples. X-ray diffraction data indicated that the carburized and quenched samples have high density of dislocations, consequence of the martensitic transformation.

**Key words:** .Barkhausen noise; Non-destructive testing; Carburization; Quenching.

<sup>1</sup> Contribuição técnica ao 47º Seminário de Laminação – Processos e Produtos Laminados e Revestidos, 26 a 29 de outubro de 2010, Belo Horizonte, MG.

<sup>2</sup> Doutorando, Depto de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, SP, Av. Prof. Mello Moraes, 2463, 05508-900 São Paulo, SP

<sup>3</sup> Professor. Depto de Engenharia Mecânica. EEIMVR – Universidade Federal Fluminense. Av dos Trabalhadores 420, Vila Santa Cecília, 27255-125, Volta Redonda RJ.

<sup>4</sup> Doutorando, Depto de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, SP, Av. Prof. Mello Moraes, 2231, 05508-900 São Paulo, SP

<sup>5</sup> Professor. Departamento de Física, Facultad de Ciencias Naturales, Universidad de Oriente, Av. Patricio Lumumba s/n 90500, Santiago de Cuba, Cuba.

<sup>6</sup> Professor, Depto de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, SP, Av. Prof. Mello Moraes, 2463, 05508-900 São Paulo, SP

<sup>7</sup> Professor. Depto de Engenharia Mecânica, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, SP, Av. Prof. Mello Moraes, 2231, 05508-900 São Paulo, SP.

## 1 INTRODUÇÃO

O interesse por ensaios não-destrutivos vem aumentando muito recentemente. Entre os maiores interessados encontram-se companhias brasileiras de grande porte como Petrobrás e Embraer. Uma das técnicas de avaliação não-destrutivas é o ruído Barkhausen. Uma melhor compreensão da relação entre os sinais Barkhausen e a microestrutura é essencial para o aprimoramento da técnica.

Neste estudo é discutida a correlação entre o ruído Barkhausen e a microestrutura para dois aços, um com 5% Ni e outro com 10% Ni, os quais sofreram posterior cementação e têmpera, com significativa formação de martensita e de austenita retida.

Os materiais ferromagnéticos estão divididos em pequenas regiões, chamadas domínios magnéticos, magnetizadas em direções distintas uma das outras. Quando estes materiais são submetidos a campos magnéticos variáveis, o tamanho e direção dos domínios magnéticos mudam. O Ruído Magnético de Barkhausen (RMB) é causado pelo movimento irreversível das paredes de domínio, ou por rotação irreversível de domínios.

Jiles<sup>(1)</sup> lista as possíveis razões para ocorrência de ruído Barkhausen:

- movimentação irreversível (e descontínua) de paredes de domínio;
- rotação irreversível de domínios;
- aparecimento e desaparecimento de agulhas (*spikes*) de Neel;
- inversão de magnetização em partículas monodomínio; e
- deslocamento de paredes de Bloch ou Neel em duas paredes de 180° com magnetizações opostas.

Para aços, existe uma analogia duro/mole entre propriedades mecânicas e magnéticas. Materiais magneticamente duros apresentam maior campo coercivo e maior área de curva de histerese, tendo também maior dureza mecânica. Isso ocorre porque os mesmos defeitos que promovem o ancoramento de discordâncias também ancoram paredes de domínio. Mas há uma diferença muito importante: uma discordância é um defeito linear (1D), da ordem de 5 Angstroms, da ordem do parâmetro de rede. Uma parede de domínio em aços é uma região com 1.000 Angstroms – 2.000 Angstroms de espessura, e na verdade é um volume, trata-se de uma região tridimensional 3D. Assim, ambos, discordâncias e paredes de domínios interagem com defeitos cristalinos e microestrutura (contornos de grão, inclusões, discordâncias), mas de maneira bem diferente.

No caso de aços, o processo mais efetivo para aumentar a dureza mecânica é a formação de martensita (ocasionada por austenitização seguida de têmpera).

Transformação martensítica endurece muito os aços, pois:

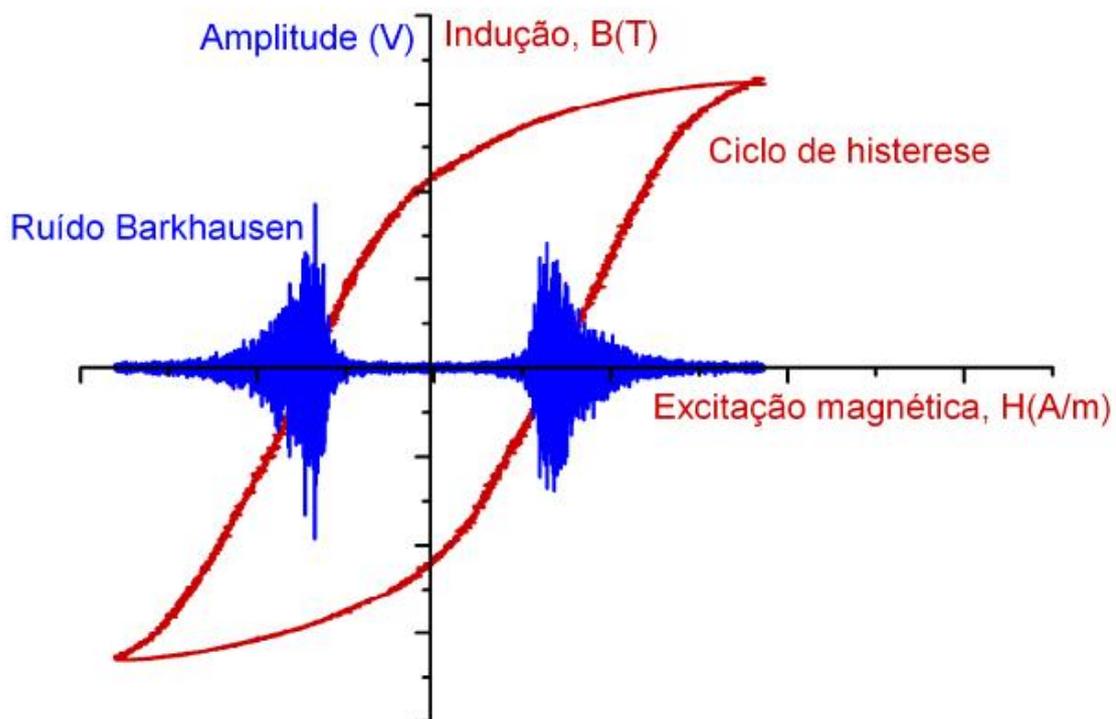
- gera grande número de interfaces;
- aumenta muito a densidade de discordâncias; e
- átomos de carbono em solução sólida geram tensões elásticas na matriz.

O grande número de interfaces na transformação martensítica poderá fazer com que rotação irreversível de domínios se torne particularmente importante em materiais com estrutura martensítica. Rotação de paredes de domínio apenas irá ocorrer em campos aplicados mais elevados do que para movimentação de parede.<sup>(2)</sup> Ou seja, rotação irreversível de parede é um processo que exige mais energia do que movimentação irreversível.

Martensita tem formato lenticular, mas em cortes bidimensionais é vista com forma de agulhas, o que poderá ser visto em algumas das microestruturas apresentadas adiante neste trabalho.

As reduzidas dimensões das lentes oriundas da transformação martensítica propiciam mecanismo de rotação. Além disso, na martensita há fortes tensões elásticas na rede cristalina, o que é causado por um grande número de discordâncias e de átomos de carbono em solução sólida. Portanto, efeitos magnetostrictivos de curtíssima distância (ordem de Angstroms) podem acontecer. Deve ser lembrando que discordâncias em cunha apresentam em seu redor campos de tensão elástica com ambos os sinais (+) e (-), ou seja de compressão e de tração. Esse campo de tensões cai rapidamente com a distância, mas é bastante expressivo dentro da distância de 1 ou 2 parâmetros de rede.

Detalhes de medidas de ruído Barkhausen são apresentadas nas Figuras 1 e 2. O envelope (vide figura 2) trata-se da envoltória do sinal temporal. O envelope é determinado a partir apenas dos sinais positivos da amplitude (V), através de uma transformada de Fourier.<sup>(3)</sup>



**Figura 1.** Ruído Barkhausen e curva de histerese associada.<sup>(3)</sup> Medição realizada num aço SAE 4140. Dois gráficos superpostos. Em azul: medidas de ruído Barkhausen. Em vermelho, ciclo de histerese. Amplitude V é  $V = -N (d\Phi/dt)$ , onde N é o número de espiras, t é tempo e  $\Phi$  é o fluxo magnético.<sup>(3)</sup>

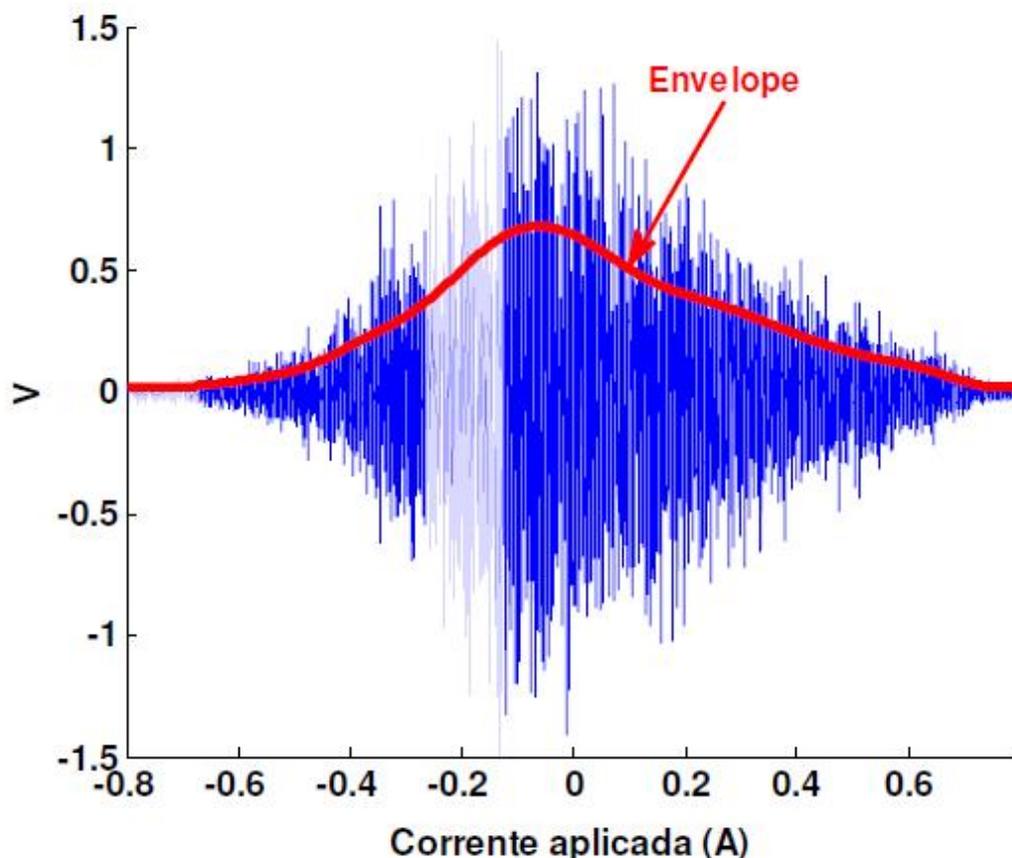


Figura 2. Exemplo do envelope do sinal de RMB determinado em um aço SAE1070.<sup>(3)</sup>

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Duas ligas Fe-Ni contendo, respectivamente, 5% e 10% em massa de níquel foram fundidas sob encomenda pela Villares Metals, em Sumaré. As composições químicas das duas ligas, analisada pela própria Villares, são dadas na tabela 1.

Tabela 1 - Composição química das ligas utilizadas.

	<b>C</b>	<b>Ni</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>W</b>	<b>V</b>
<b>Fe-Ni-5</b>	0,010	4,91	0,030	0,030	0,090	0,040	<0,010	<0,010
	<b>Ti</b>	<b>Nb</b>	<b>Co</b>	<b>Cu</b>	<b>Al</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>N<sub>2</sub></b>
	<0,0050	<0,010	0,010	0,050	<0,0050	<0,0050	0,001	0,0048
	<b>C</b>	<b>Ni</b>	<b>Si</b>	<b>Mn</b>	<b>Cr</b>	<b>Mo</b>	<b>W</b>	<b>V</b>
<b>Fe-Ni-10</b>	0,003	9,94	0,020	<0,010	0,090	0,040	0,030	<0,010
	<b>Ti</b>	<b>Nb</b>	<b>Co</b>	<b>Cu</b>	<b>Al</b>	<b>P</b>	<b>S</b>	<b>N<sub>2</sub></b>
	<0,0050	<0,010	0,010	0,050	<0,0500	<0,0050	0,001	0,0042

Amostras com 10x10x25 mm, sendo que a face de 10x10 mm corresponde à direção normal da barra. Essas amostras foram laminadas a frio, na direção paralela às faces de 10x25 mm, obtendo-se uma redução de 99%. Desta forma, foram obtidas chapas de cerca de 250 mm de comprimento, e 1 mm de espessura. Em seguida, pedaços das chapas laminadas foram carbonetadas em banho de sal, obtendo-se um teor em peso de 0,8% de carbono.

Espectros de Difração de raios-x foram obtidos em Difratorômetro Shimadzu 6000, radiação Co-K $\alpha$ , e monocromador secundário (grafite). A análise Rietveld foi realizada com software Topas Academic 4.1.<sup>(4)</sup>

Para a medição do RMB é utilizada uma sonda composta por um Yoke eletromagnético em forma de U e uma bobina leitora de alta sensibilidade. No Yoke é inserida uma corrente alterna com amplitude, forma e frequência controladas, e tem como objetivo gerar o ciclo de magnetização do material a ser estudado. Por outro lado uma bobina leitora de alta sensibilidade é colocada no meio dos pólos do Yoke, onde monitora os pulsos magnéticos gerados pela movimentação discreta e brusca das paredes de domínio do material.

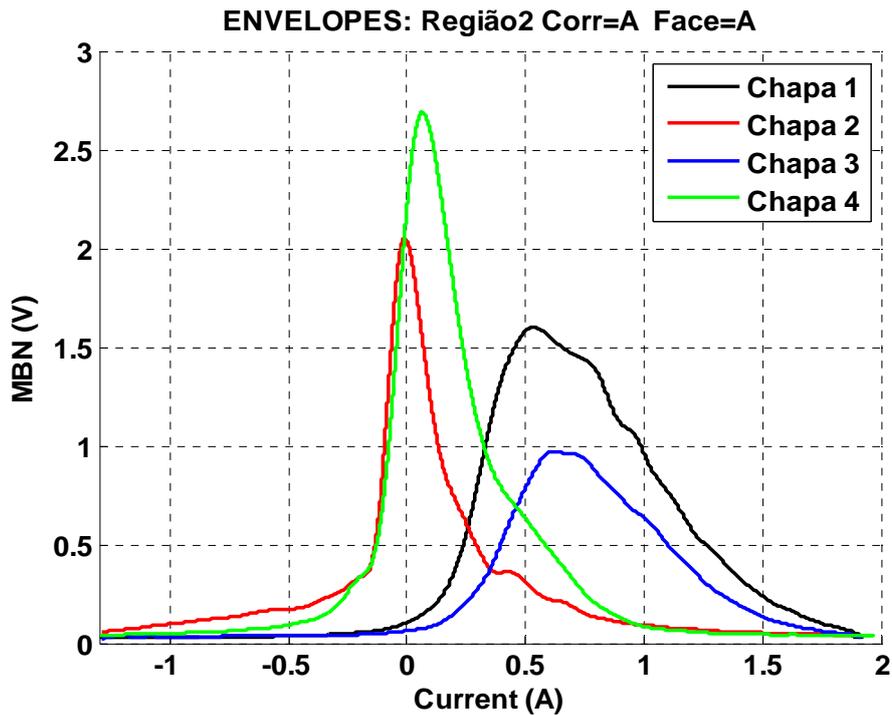
As medidas de Ruído Barkhausen foram realizadas no LADIN, Depto de Eng. Mecânica da EPUSP. Testou-se efeito da corrente aplicada e homogeneidade das amostras. Nas medições de Barkhausen foram utilizadas correntes de magnetização aplicada: Corrente B=1.12 A (Amperes); Frequência de 5 Hz.. Medidas de RMB nas duas faces (A e B) das amostras e em diferentes regiões. Foram medidas três regiões em cada face de cada chapa, totalizando seis repetições por cada condição de medida. Os pontos apresentados na Figura 3 são o valor médio das seis repetições.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

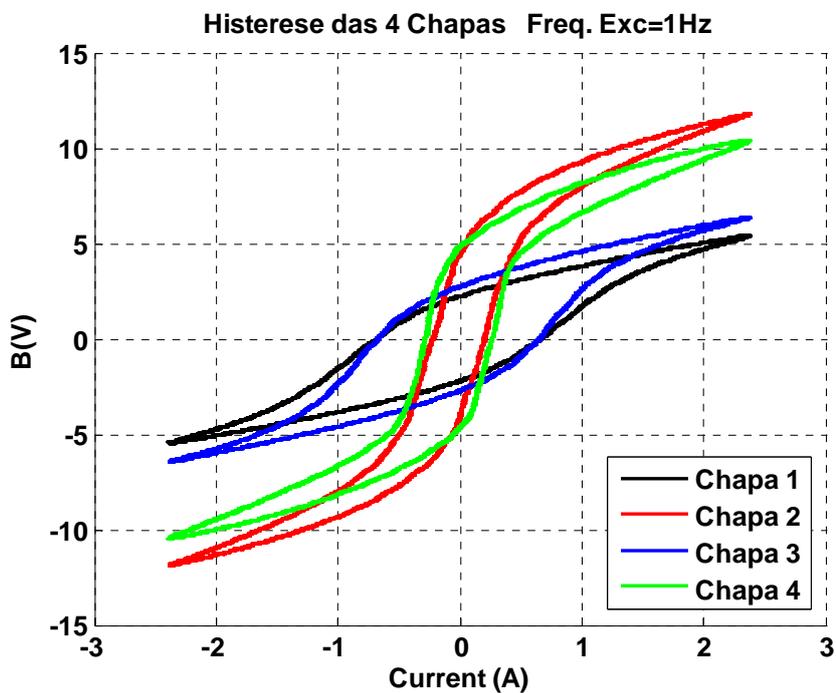
As chapas são identificadas na Tabela 2, e os resultados de ruído Barkhausen são apresentados na Figura 3, com correspondentes histereses na figura 4. Microestruturas das chapas 1 a 4 são apresentadas nas Figuras 5 a 8. Espectros de difração de raios-X são apresentados nas Figuras 9 e 10. Dados de parâmetro de rede das amostras, obtidos com análise Rietveld, são mostrados na Tabela 3. As duas amostras laminadas e recozidas (chapas 2 e 4) não tem austenita, conforme determinado pelos resultados de Difração de Raios-X (Figura 9). Pode-se notar que a chapa contendo 10% de níquel apresenta agulhas de martensita e uma grande quantidade de austenita retida (Figura 6), ao passo que a amostra com 5% Ni apresenta estrutura predominantemente martensítica e menos austenita (Figura 7). Tanto o encruamento da martensita como a tetragonalidade causada pelos átomos de carbono em solução sólida alargam os picos de difração (Figuras 9 e 10).

**Tabela 2.** Dados das chapas. Dureza Vickers obtida com carga - 0,5 kg

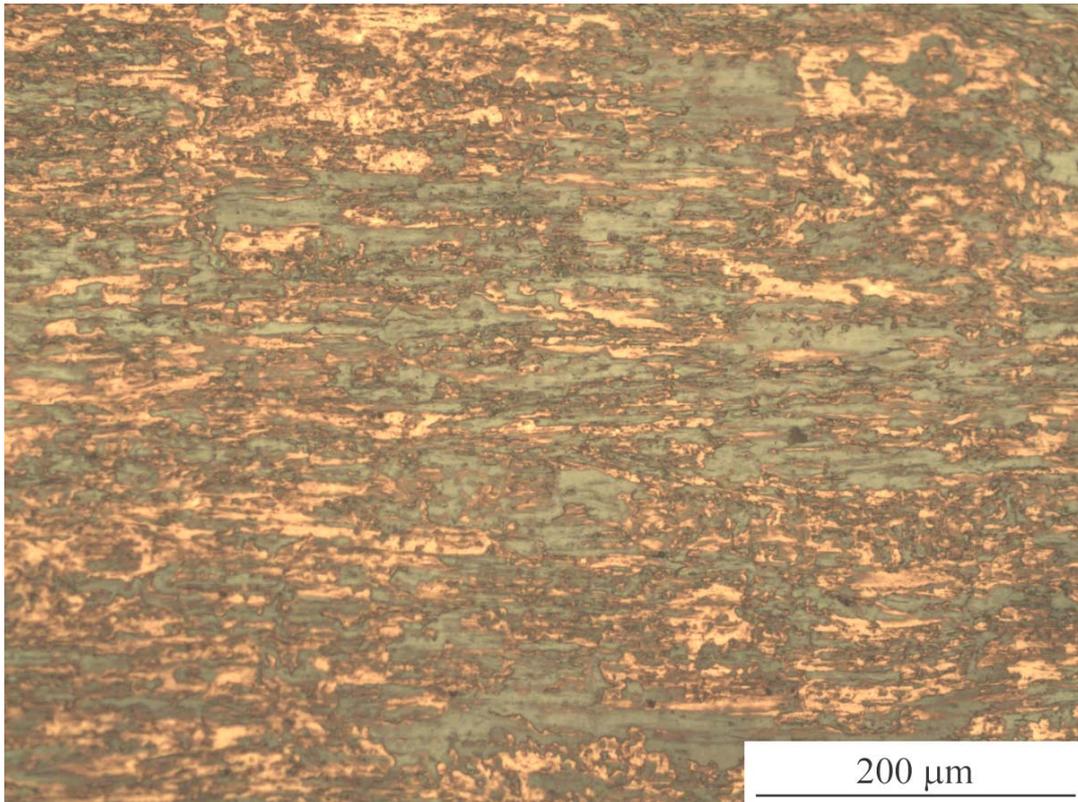
	%Ni	Condição	Dureza Vickers
<b>Chapa 1</b>	<b>5</b>	<b>Cementada + têmpera</b>	772 HV desvio: 88
<b>Chapa 2</b>	<b>10</b>	<b>Apenas laminada e recozida</b>	-
<b>Chapa 3</b>	<b>10</b>	<b>Cementada + têmpera</b>	542 HV desvio: 42
<b>Chapa 4</b>	<b>5</b>	<b>Apenas laminada e recozida</b>	-



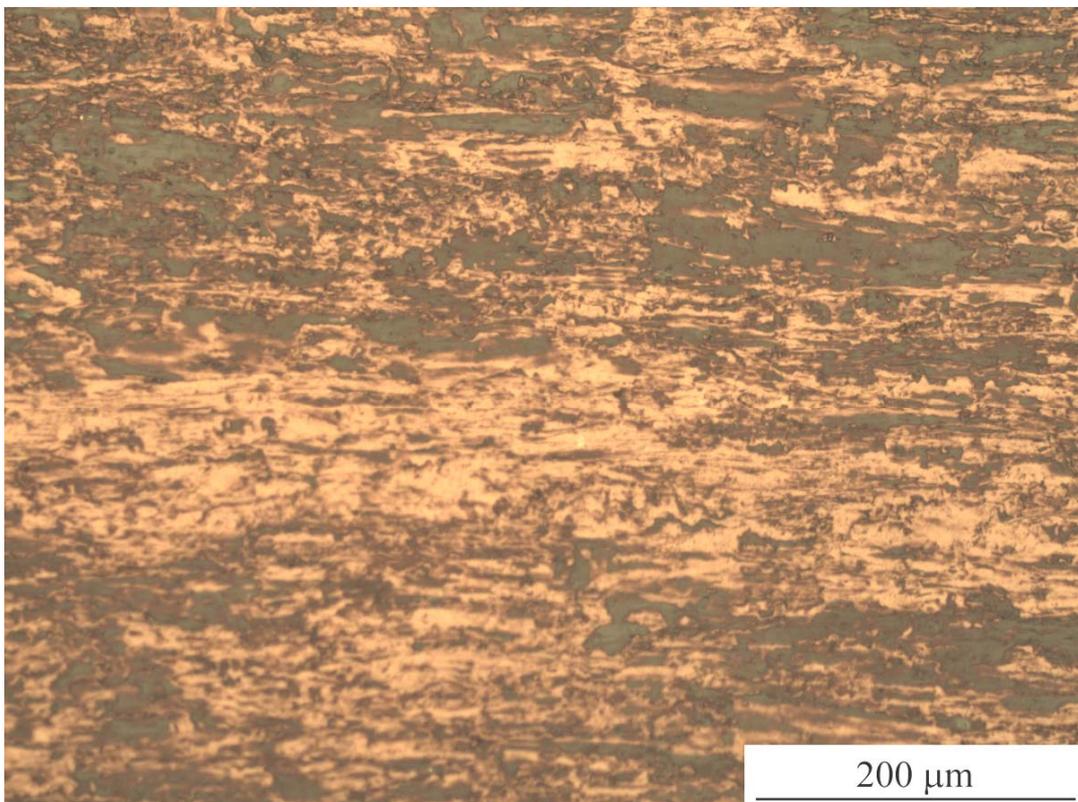
**Figura 3.** Resultado de Envelope RMB para corrente  $I_A=1.12$  A (Amperes). A chapa 1 tem 5% Ni, foi cementada e temperada. A chapa 3 tem 10% Ni, foi cementada e temperada. A chapa 4 tem 5% Ni (laminada e recozida). A chapa 2 tem 10% Ni (laminada e recozida).



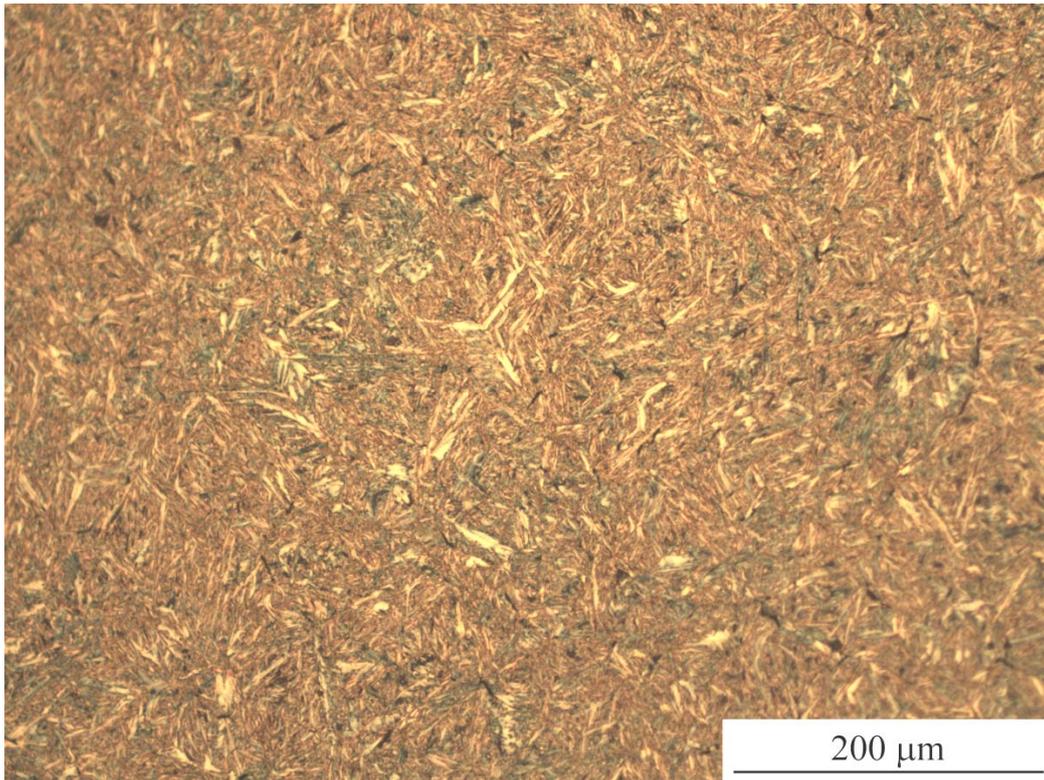
**Figura 4.** Histereses para as 4 amostras. Excitação Magnética 1Hz.  $I=1.72$  A. A corrente está diretamente associada ao campo aplicado, sendo diretamente proporcional a este, lembrando da relação  $H= I N/L$ , onde H é campo magnético, I é corrente, N é o número de espiras, L é o comprimento do solenóide. Deve ser ressaltado que o campo aplicado foi insuficiente para a saturação magnética.



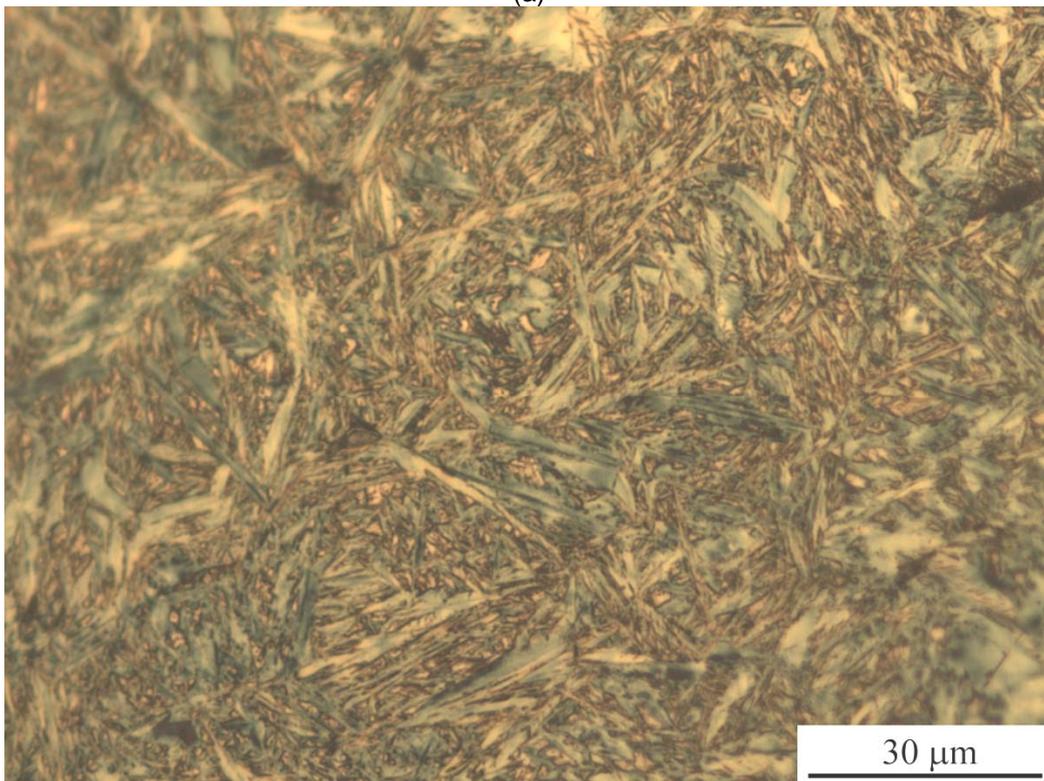
**Figura 5** – Estrutura da amostra da liga Fe-5%Ni laminada a frio (chapa 4). Aumentos: 200x; Ataque: Pré-ataque em Nital 2% (20 s) seguido de imersão em solução saturada de  $K_2S_2O_5$ .



**Figura 6** - Estrutura da amostra da liga Fe-10%Ni laminada a frio (chapa 2). Aumentos: 200x; Ataque: Pré-ataque em Nital 2% (20 s) seguido de imersão em solução saturada de  $K_2S_2O_5$ .

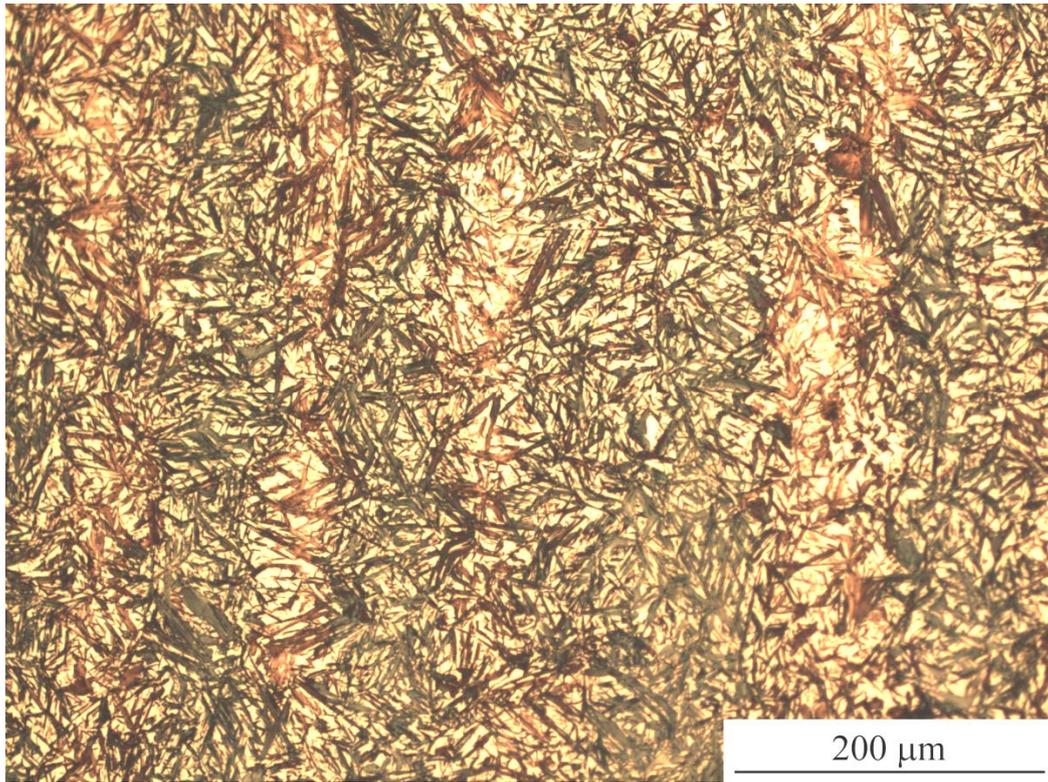


(a)

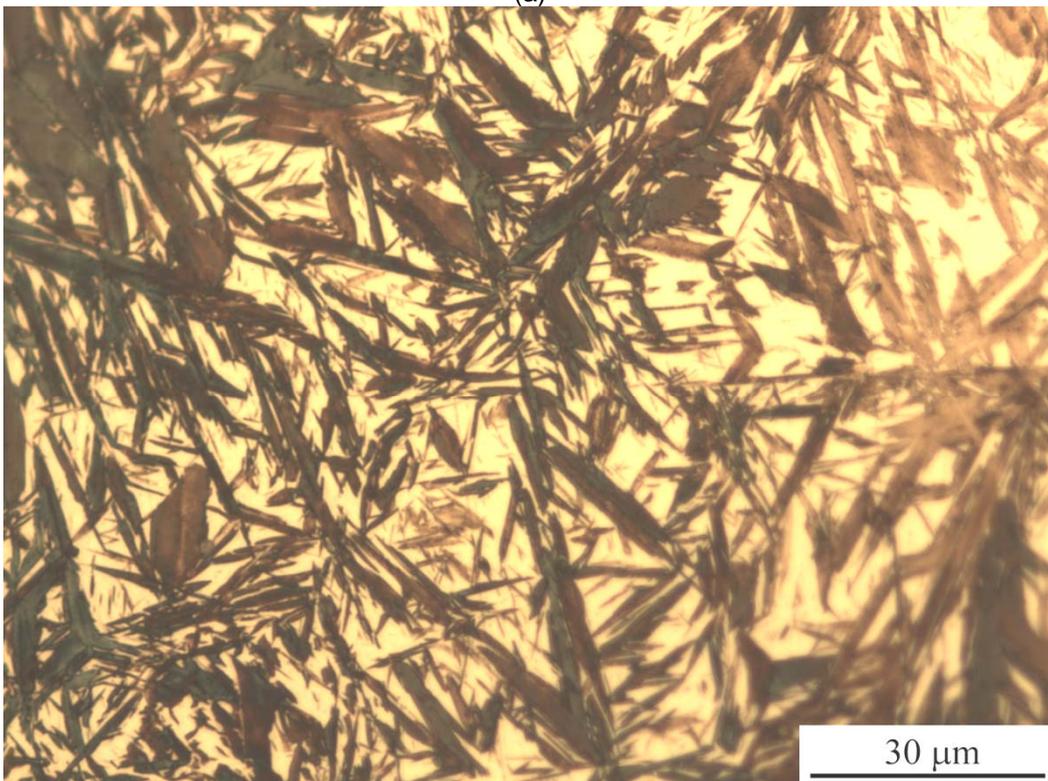


(b)

**Figura 7** - Microestrutura da liga Fe-5%Ni após carbonetação e têmpera (chapa 1). aumentos: a) 200x; b) 1000x. Ataque: Pré-ataque em Nital 2% (20 s) seguido de imersão em solução saturada de  $K_2S_2O_5$ .



(a)



(b)

**Figura 8** - Microestrutura da liga Fe-10%Ni após carbonetação e têmpera (chapa 3). aumentos: a) 200x; b) 1000x. Ataque: Pré-ataque em Nital 2% (20 s) seguido de imersão em solução saturada de  $K_2S_2O_5$ .

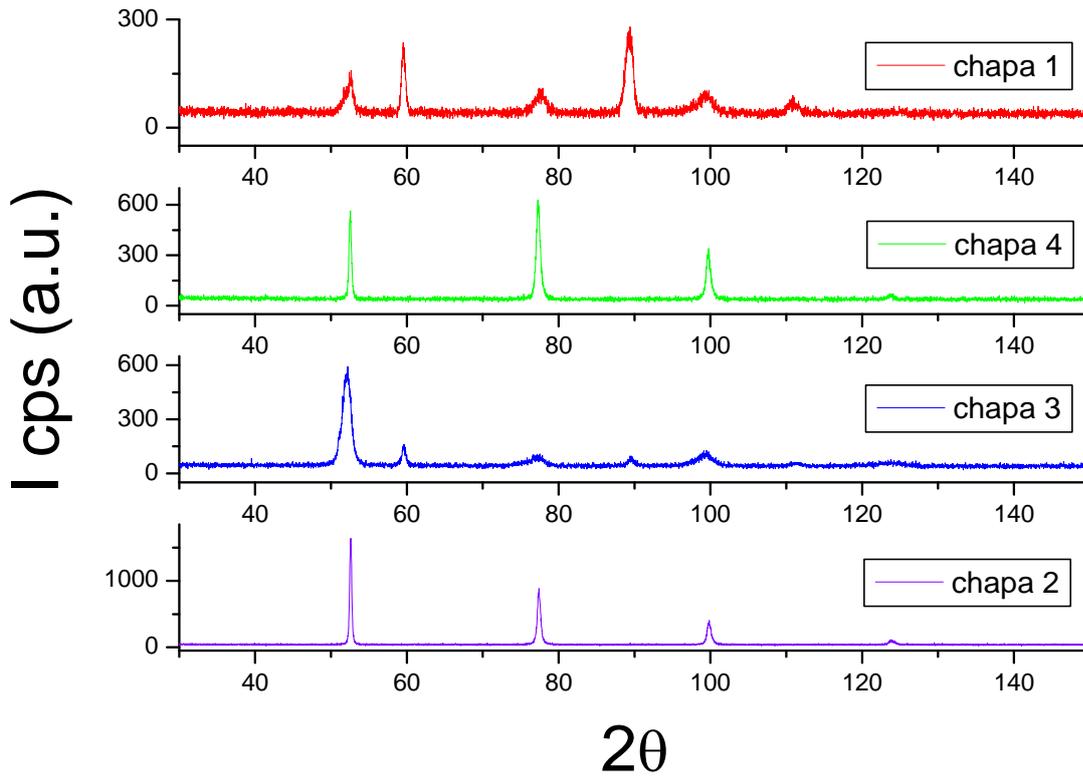


Figura 9. Espectros de Difração de Raios X para as chapas 1 a 4. Radiação  $\text{CoK}\alpha$ .

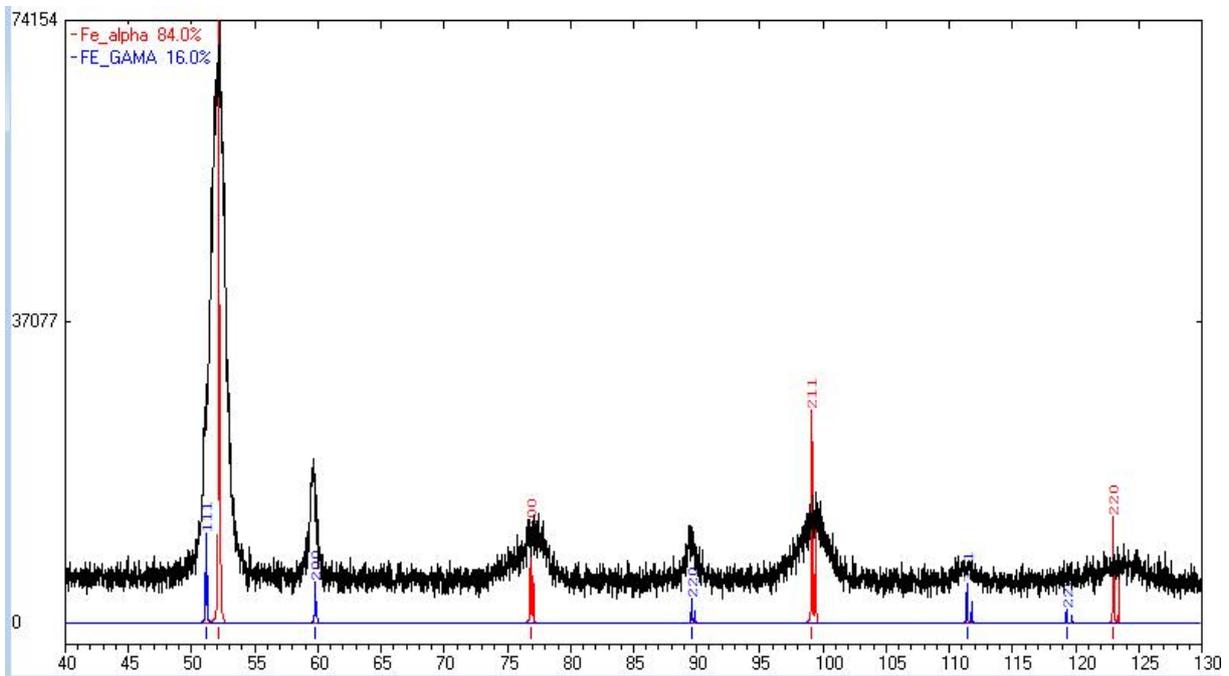


Figura 10. Espectro de difração de Raios X para a chapa 3, indicando posições dos picos de martensita (Fe-alpha) e austenita (Fe-gama). Radiação  $\text{CoK}\alpha$ . Figura feita com o software PowderCell.<sup>(5)</sup>

**Tabela 3.** Dados obtidos com Difração de raios-X- Análise Rietveld

	<b>Fe alpha (Angstroms)</b>	<b>Fe-gama (Angstroms)</b>	<b>Fração Volumétrica de Fe-gama (difícil de determinar devido a forte textura)</b>
<b>Chapa 1</b>	2.862	3.596	
<b>Chapa 2</b>	2.859	-	<b>zero</b>
<b>Chapa 3</b>	2.879	3.591	<b>~16%</b>
<b>Chapa 4</b>	2.861	-	<b>zero</b>

Existe uma relação entre largura do pico de difração a meia altura (FWHM- *full width at half weight*) e dureza magnética.<sup>(6)</sup> A existência de discordâncias na rede cristalina provoca alargamento de pico de difração e aumento do campo coercivo.<sup>(6)</sup> Assim, os dados da Figura 9 indicam que as amostras 2 e 4 são magneticamente mais moles do que as amostras 1 e 3, e isso é confirmado na Figura 4.

Em grãos grandes, livres de defeitos na rede cristalina, a reversão de magnetização ocorre basicamente por movimentação de parede domínios. Porém, nas agulhas de martensita a dimensão dos cristais é muito reduzida, e a reversão de magnetização deve ocorrer em grande parte por rotação de parede de domínio. Essa diferença de mecanismo de reversão provoca alteração do envelope (Figura 3) e aumenta o campo coercivo e a área da histerese (Figura 4).

Sumarizando, os resultados indicam ser possível estabelecer diretamente uma relação entre ruído Barkhausen e a microestrutura. Conforme, a Figura 3, os envelopes das amostras cementadas e temperadas (chapas 1 e 3) são bem diferentes dos envelopes das amostras laminadas e recozidas (chapas 2 e 4). Muitos fatores microestruturais influem na curva de histerese<sup>2</sup>, por exemplo: tamanho de grão, textura cristalográfica, inclusões, discordâncias, macro tensões residuais, composição química ( a qual afeta constante de anisotropia cristalina K1, e energia de parede de domínio  $\gamma$ ).

Portanto, microestruturas diferentes geram diferentes envelopes (Figura 3), permitindo avaliar de maneira não-destrutiva o processo de cementação e têmpera. Uma das possíveis interpretações é que a máxima amplitude V do envelope (Figura 3) está relacionada a velocidade de paredes de domínios.<sup>(7)</sup> Aumentando a distância entre os sítios de *pinning*, essa amplitude máxima aumenta.<sup>(7)</sup> Ranjan, Jiles e Rastogi<sup>(8)</sup> observaram que ao aumentar o tamanho de grão essa máxima amplitude aumenta, confirmando essa hipótese.<sup>(7)</sup>

Os envelopes são bastante diferentes para as chapas 1 e 3 (Figura 3) pois estas contém grande número de interfaces provocando "pinning", alta densidade de discordâncias também provocando "pinning" e ainda carbono em solução sólida gerando tensões elásticas que também geram "pinning". Além disso, as pequenas dimensões das lentes de martensita favorecem rotação de domínios. Tudo isso também resulta em curvas de histerese com maior área e maior campo coercivo (Figura 4).

## 4 CONCLUSÕES

Para os casos estudados (aços 5 e 10% Ni que sofreram cementação e têmpera), foram observadas relações entre o ruído Barkhausen (RMB) e a microestrutura. Constatou-se que o envelope do sinal Barkhausen é diferente para as amostras cementadas e temperadas.

É possível estabelecer correlações entre sinal RMB – histerese – microestrutura, permitindo assim obter informações microestruturais a partir de resultados RMB.

## Agradecimentos

MF de Campos, H. Goldenstein, L. R. Padovese agradecem CNPq. MF de Campos agradece CNPq **480891/2008-7**.

## REFERÊNCIAS

- 1 D.C. Jiles. Review of Magnetic Methods for Nondestructive Evaluation; *NDT International*, vol. 21, No. 5, Oct., 1988, pp. 311-319.
- 2 CAMPOS, Marcos Flavio de. *Microestrutura, Textura e Propriedades Magnéticas em Aços Elétricos*. São Paulo, 2000. 303 f + apêndices. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.
- 3 Freddy A. Franco G. Desenvolvimento de ensaio não destrutivo baseado no ruído magnético de barkhausen para caracterização de tensões elásticas e deformações plásticas em aços. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo, 2010.
- 4 Topas Academic 4.1 / <http://www.topas-academic.net/>
- 5 PowderCell:
- 6 [http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/powdcell/a\\_v/v\\_1/powder/e\\_cell.html](http://www.ccp14.ac.uk/ccp/web-mirrors/powdcell/a_v/v_1/powder/e_cell.html)
- 7 CAMPOS, M. F. de ; SABLİK, M. J. ; LANDGRAF F. J. G. ; HIRSCH, T. K. ; MACHADO, R. ; MAGNABOSCO, R. ; GUTIERREZ, C. J. ; BANDYOPADHYAY, A. . Effect of rolling on the residual stresses and magnetic properties of a 0.5% Si electrical steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 320, p. E377-E380, 2008.
- 8 J. A. Pérez-Benitez, J. Capó-Sánchez, L. R. Padovese. Modeling of the Barkhausen jump in low carbon steel. *Journal Of Applied Physics* v. 103, p. 043910, 2008.
- 9 RANJAR, R; JILES, DC; RASTOGI PK. Magnetic Properties of Decarburized Steels: An Investigation of the Effects of Grain Size and Carbon Content. *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, VOL. MAG-23, p. 1869-1876, 1987.