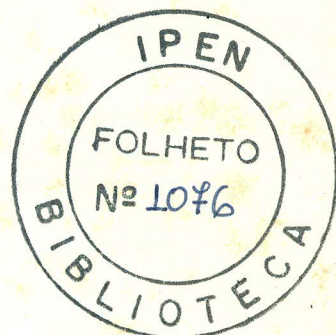


TEMPERATURA DE CURIE E TRANSFORMAÇÃO DE FASE NA LIGA FeNi (70-30%)

*Valdir*

G. Lucki; V. Sciani e A. Miranda

DIVISÃO DE DANOS DE RADIAÇÃO - IPEN-CNEN/SP



RESUMO

As ligas FeNi, contendo aproximadamente 30% de Ni, possuem Temperatura de Curie próxima da temperatura ambiente. Neste intervalo de temperatura elas apresentam mudanças reversíveis no magnetismo. Outra característica apresentada por estas ligas é uma transformação de fase austenítica-martensítica, que ocorre em baixas temperaturas, sendo a transformação oposta em altas temperaturas.

Para o estudo destas propriedades, utilizou-se, neste trabalho, amostras da liga FeNi com conteúdo de Níquel entre 29,4 e 31,4%. Acompanhou-se a evolução da permeabilidade magnética inicial durante recozimentos lineares entre -100 a 100°C, sendo complementado com curvas de Histerese Magnética, Resistividade Elétrica e Microscopia Ótica. Com isto, foi possível a determinação da Temperatura de Curie, bem como a identificação da transformação de fase existente na liga.

Seminário de Materiais Magnéticos - São Paulo

11-12/11/87 - ABM.

## INTRODUÇÃO

O estudo de metais e ligas metálicas é de primordial importância para a tecnologia em geral, visto sua grande aplicação em qualquer instalação industrial.

As ligas de FeNi, em particular aquelas contendo 30% de Níquel, possuem algumas propriedades termomagnéticas bastante específicas, que as tornam convenientes a certas aplicações tecnológicas.

Uma das características destas ligas é possuírem Temperatura de Curie próxima da Temperatura ambiente, ao contrário da liga FeNi (50-50%at), por exemplo, que possui Temperatura de Curie de 505°C<sup>(1)</sup>, portanto bem mais elevada. Neste intervalo de temperatura de mudança magnética, isto é, próximo da Temperatura de Curie, elas apresentam um decréscimo gradual da permeabilidade magnética até se tornarem não magnéticas. Com o resfriamento o aumento da permeabilidade magnética se dá na mesma taxa. Em outras palavras, neste intervalo de temperatura estas ligas apresentam mudanças reversíveis no magnetismo.

Isto sugere possíveis aplicações destas ligas, como, por exemplo, relés termo-magnéticos.

Outra característica apresentada por estas ligas é uma transformação de fase austenítica-martensítica que ocorre em baixas temperaturas, sendo a transformação oposta, martensítica-austenítica, em altas temperaturas.

Com o objetivo de caracterizar estas propriedades em material de fabricação nacional, utilizou-se, neste trabalho, ligas de FeNi com conteúdo de Níquel entre 29,4 e 31,4%, sendo empregadas algumas técnicas de medidas existentes na Divisão de Danos de Radiação do IPEN-CNEN/SP. Acompanhou-se a evolução da permeabilidade magnética inicial durante recozimentos lineares entre -100 e

e 100°C, que possibilitou a determinação da Temperatura de Curie num conjunto de 7 amostras, e a transformação de fase austenítica-martensítica. Estas medidas foram complementadas com medidas de resistividade elétrica, que possibilitou a visualização da transformação oposta (martensítica-austenítica), curvas de histerese magnética e microscopia ótica.

O objetivo básico do trabalho não foi uma interpretação física destas propriedades, mas sim, uma caracterização destas amostras.

#### PARTE EXPERIMENTAL

As amostras utilizadas no presente trabalho foram fabricadas pela Eletrometal Aços Finos S.A. com as seguintes composições:

amostra elemento	1	2	3	4	5	6	7
C	0,14	0,22	0,14	0,16	0,15	0,15	0,14
Si	0,26	0,27	0,28	0,25	0,17	0,21	0,18
Mn	0,56	0,57	0,62	0,95	0,97	0,51	0,97
Ni	29,40	29,70	29,90	30,10	30,20	30,80	31,40
Fe	bal.	bal.	bal.	bal.	bal.	bal.	bal.

O tratamento térmico inicial das amostras consistiu em um recozimento a 1250°C durante 5 horas ao ar. As amostras originais possuíam uma espessura aproximada de 1 mm.

## i) Medidas Magnéticas

As amostras utilizadas nas medidas magnéticas (permeabilidade magnética inicial e histerese magnética) possuíam formato toroidal, com 1 mm de espessura, diâmetro externo de 17,4 mm e diâmetro interno de 11 mm. Estas amostras eram colocadas em um suporte de alumínio, sendo feitos dois enrolamentos (primário e secundário) com 60 espiras cada, com fio de cobre esmaltado, de 0,45 mm de diâmetro. A temperatura da amostra foi determinada por um termopar de NiCr-Ni, colocado em contato térmico com a amostra.

Para a determinação da Temperatura de Curie acompanhou - se a evolução da permeabilidade magnética inicial durante recozimentos lineares entre -100 a 100°C.

Pelo enrolamento primário do toróide, cujo núcleo era a amostra, foi injetada uma corrente elétrica alternada, de frequência 35 Hz, produzindo um campo na amostra de 4 mOe. O campo magnético induzia um sinal no secundário de algumas dezenas de microvolts, que era enviada a um amplificador lock-in, junto com ruídos parasitas. Deste espectro, ele seleciona o sinal em fase com o injetado no primário, amplificando - o e transformando numa voltagem contínua, proporcionais à permeabilidade magnética inicial (1,2).

As mesmas amostras foram utilizadas para medidas de histerese magnética. O circuito de histerese é um circuito clássico RLC em que o sinal do primário da amostra é injetado na abscissa e o do secundário na ordenada. No circuito foram intercalados dois suportes de amostras vazios enrolados em sentidos opostos a fim de eliminar a permeabilidade e indutância residuais. Durante a medida em um deles era colocada a amostra, possibilitando, desta maneira, medir somente as características da liga em questão (3).

## ii) Medidas elétricas

Para as medidas de resistividade elétrica, as amostras, que originalmente possuíam 1 mm de espessura, foram laminadas até 100  $\mu$ m. Após a laminação as amostras foram recozidas a 1.000°C durante uma hora em vácuo dinâmico de  $10^{-5}$  Torr. O método dos quatro fios foi empregado nas medidas, sendo aplicada uma corrente de 100 mA, tendo as amostras 1 mm de largura e 55 mm de comprimento.

## iii) Medidas ópticas

Algumas observações em microscopia óptica foram efetuadas, no sentido de se observar a transformação de fase que ocorre na liga.

## RESULTADOS EXPERIMENTAIS E DISCUSSÃO

Na figura 1 são mostradas curvas da permeabilidade magnética inicial em função da temperatura durante recozimentos lineares ao redor da temperatura de Curie. Nota-se, em todas as amostras, um decréscimo gradual no magnetismo nos recozimentos lineares, sendo completamente reprodutível quando a amostra é resfriada e novamente aquecida, dentro deste intervalo de temperatura (40 a 100°C). As temperaturas de Curie obtidas são mostradas na tabela 1 e figura 2.

Nota-se que a Temperatura de Curie aumenta com o aumento do teor de Níquel da liga. Não é evidente a influência das impurezas C, Si, Mn (nesta quantidade) sobre a temperatura de Curie.

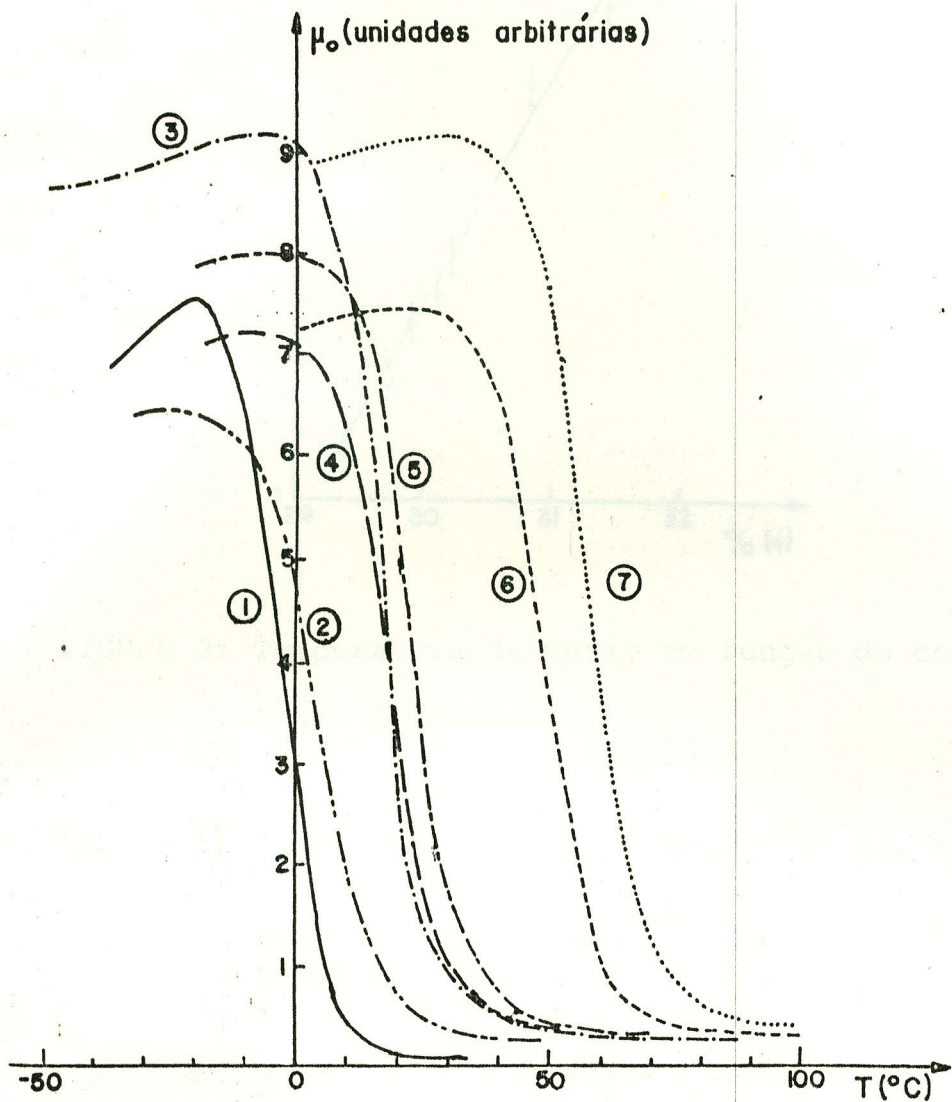


FIGURA 1: Curvas da permeabilidade magnética inicial em função da temperatura durante recozimentos lineares ao redor da temperatura de Curie. As amostras estão identificadas pelos números entre círculos.

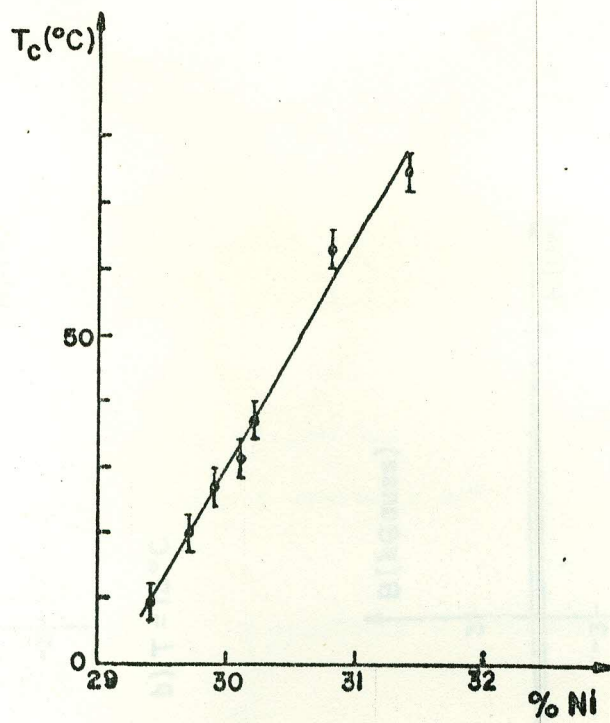
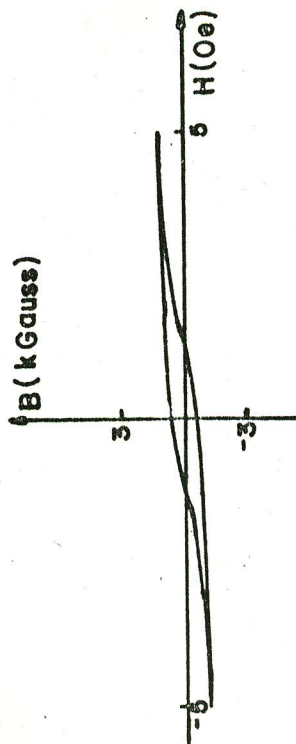


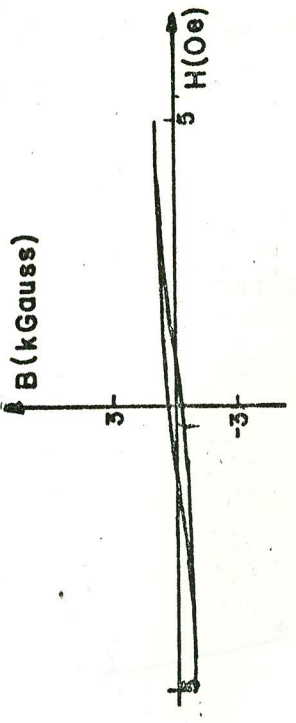
FIGURA 2: Temperatura de Curie em função do conteúdo de Níquel.

TABELA 1: Temperatura de Curie das amostras.

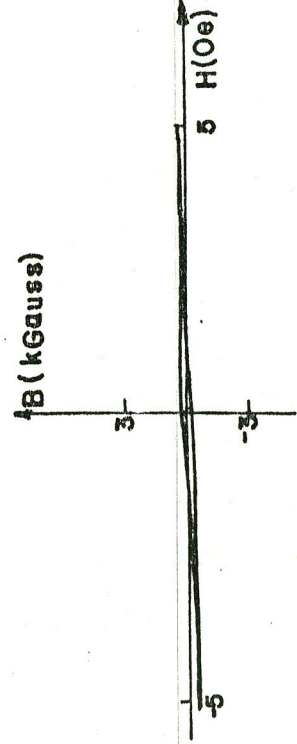
amostra	% Ni	$T_c$ (°C)
1	29,4	9
2	29,7	20
3	29,9	27
4	30,1	31
5	30,2	37
6	30,8	63
7	31,4	75



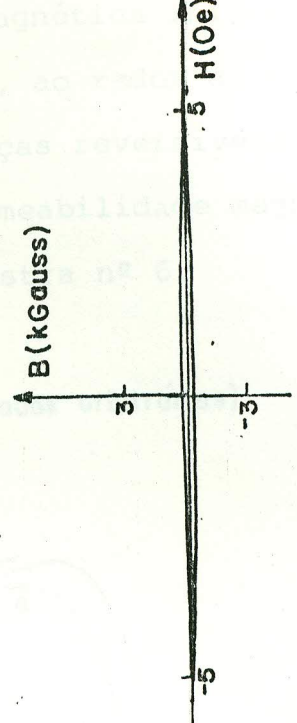
a)  $T = 0^{\circ}\text{C}$



b)  $T = 13^{\circ}\text{C}$



c)  $T = 22^{\circ}\text{C}$



d)  $T = 50^{\circ}\text{C}$

FIGURA 3(a,b,c,d): Curvas de Histerese Magnética da amostra n.º 4, para diferentes temperaturas.

Na figura 3 são mostradas curvas de histerese magnética da amostra nº 4, para quatro temperaturas diferentes. A visualização da temperatura de Curie não é tão evidente quanto a obtida através da evolução da permeabilidade magnética inicial.

Conforme citado anteriormente, ao redor da temperatura de Curie estas ligas apresentam mudanças reversíveis no magnetismo. A figura 4 mostra a evolução da permeabilidade magnética inicial em função da temperatura para a amostra nº 6.

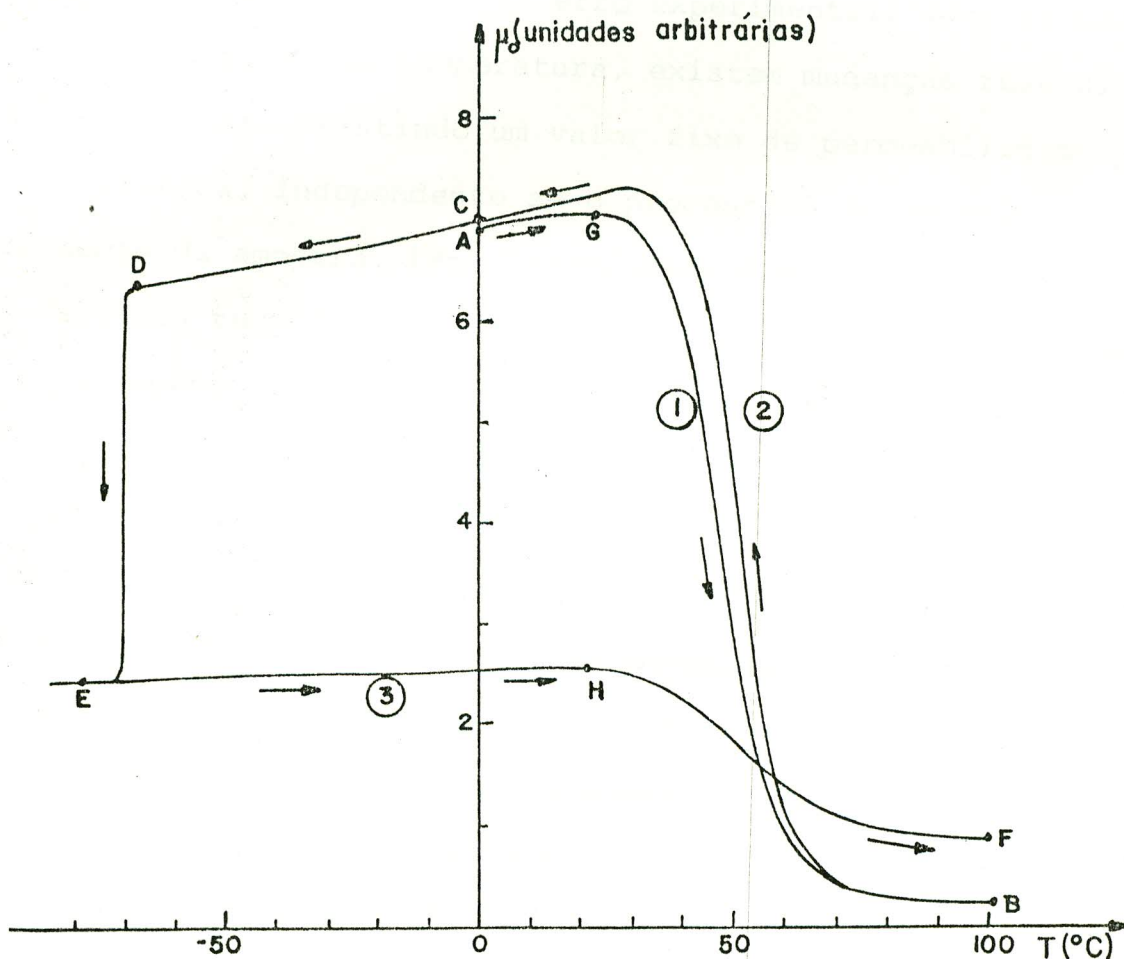
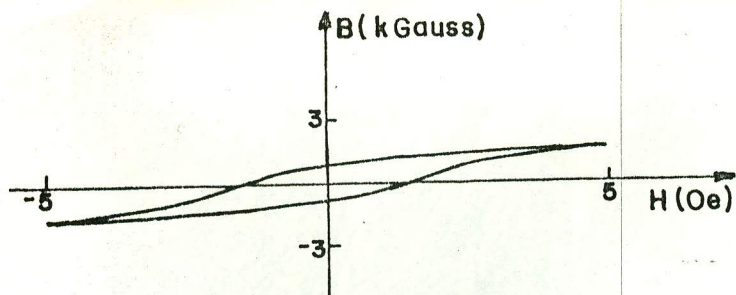


FIGURA 4: Evolução da permeabilidade magnética inicial durante aquecimento e resfriamento lineares da amostra nº6, com uma taxa de aquecimento de 10°C/min.

Partindo-se do ponto A, correspondente a  $0^{\circ}\text{C}$ , e elevando-se a temperatura até  $100^{\circ}\text{C}$  obtém-se a curva 1, onde pode-se notar que a permeabilidade magnética inicial decresce a uma taxa proporcional ao aumento de temperatura até aproximadamente  $60^{\circ}\text{C}$ , onde ela se torna não magnética. Resfriando-se a amostra do ponto B ao ponto C nota-se que o aumento da permeabilidade é feito na mesma taxa que ocorreu seu decréscimo devido ao aquecimento. Repetindo-se este processo de aquecimento e resfriamento tem-se uma superposição de curvas, dentro do erro experimental. Isto significa que, neste intervalo de temperatura, existem mudanças reversíveis na permeabilidade, existindo um valor fixo de permeabilidade para cada temperatura, independente se o processo é de aquecimento ou resfriamento da amostra. Esta propriedade é muito importante do ponto de vista tecnológico, com a aplicação em dispositivos sensíveis a variações de temperatura, tais como comutadores elétricos sensíveis a temperatura (reles térmicos), etc.

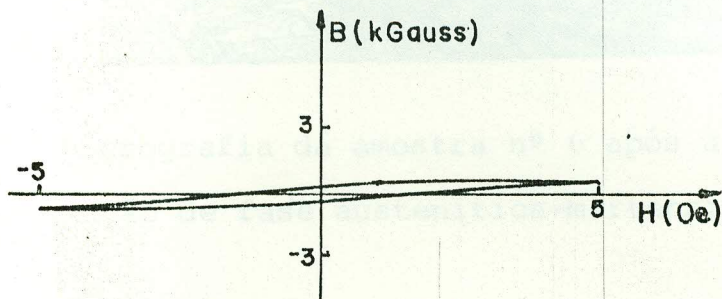
Continuando o resfriamento da amostra no ponto C, nota-se um decréscimo menos acentuado na permeabilidade, também com uma taxa proporcional à diminuição da temperatura. A partir do ponto D ocorre uma variação brusca na permeabilidade, ao redor de  $-72^{\circ}\text{C}$  para a amostra nº6. Aquecendo-se a amostra a partir do ponto E até  $100^{\circ}\text{C}$  (ponto F), obtém-se a curva 3, que é reproduzida sob resfriamento da amostra, e é bem distinta da curva 2. Nota-se nos dois casos, que existe um decréscimo gradual na permeabilidade no mesmo intervalo de temperatura ( $30-70^{\circ}\text{C}$ ), sendo muito mais acentuado na fase austenítica (curvas 1 e 2) do que na fase martensítica (curva 3).

A figura 5 mostra duas curvas de histerese, correspondentes aos pontos G e H da figura 4.



T= 23°C

a) Antes da transição à - 72°C



T= 21°C

b) Depois da transição à - 72°C

FIGURA 5: Curvas de histerese correspondentes às fases austenítica (5a) e martensítica (5b).

O ponto G corresponde ao material tratado originalmente a 1250°C durante 5 horas, apresentando uma fase austenítica. O ponto H corresponde a medida na temperatura ambiente após a transição a - 72°C. Conforme a micrografia mostrada na figura 6, a amostra se encontra na fase martensítica. Assim, em - 72°C ocorre uma transformação de fase austenítica-martensítica. A transformação de fase oposta, martensítica-austensítica ocorre em torno de 450°C, conforme mostrado na figura 7, durante a evolução da resistividade elétrica em função da temperatura de aquecimento e resfriamento, no intervalo entre -160 a 520°C.

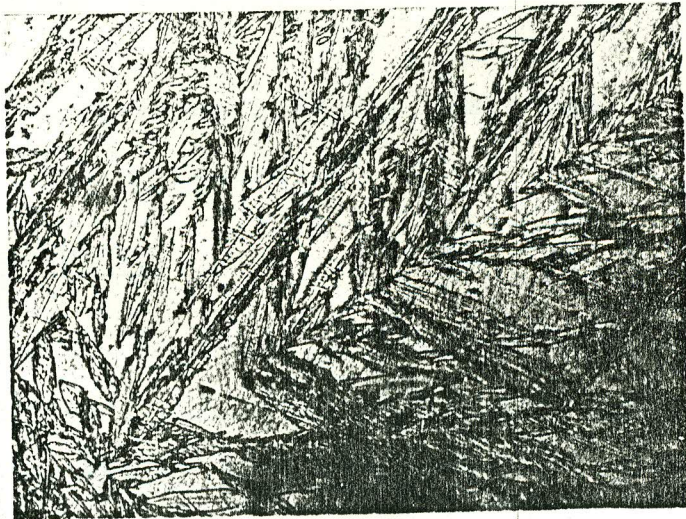


FIGURA 6: Micrografia da amostra nº 6 após a transformação de fase austenítica-martensítica.

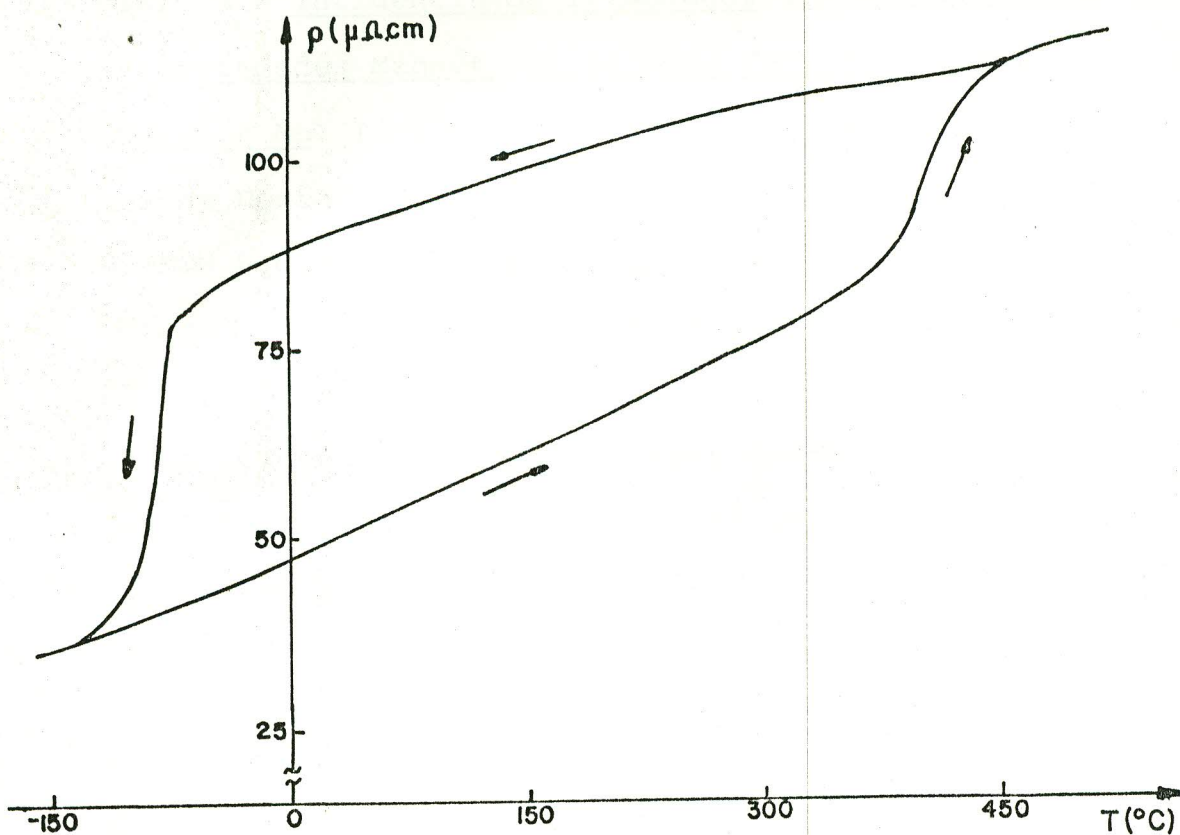


FIGURA 7: Resistividade elétrica em função da temperatura da amostra nº6, resfriada e aquecida através do ciclo indicado pelas setas.

Este ciclo da resistividade pode ser visto nas ligas Fe-29%Ni<sup>(4)</sup> e em ligas Au-Cu-Zn<sup>(5)</sup>, por exemplo.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. SCIANI, V. Estudo de Danos de Irradiação na liga FeNi Pura e com Impurezas, por Meios de Medidas Magnéticas. IPEN-CNEN/SP, São Paulo, 1978 (Dissertação de Mestrado).
2. VEISSID, N. Estudo dos Efeitos da Irradiação Neutrônica Sobre as Propriedades Ferromagnéticas em Ligas de FeNi. Instituto de Física-USP, São Paulo, 1980 (Dissertação de Mestrado).
3. LUCKI, G. Influência da Irradiação com Nêutrons sobre as Propriedades Magnéticas da Liga FeNi Pura e com Impurezas de Si e Mo. Instituto de Física-USP, São Paulo, 1971 (Tese de Doutorado).
4. SHEWMON, P.G. Transformation in Metals. Mc Graw-Hill Book Company, Inc., (Series in Materials Science and Engineering), p. 326.
5. MAKITA, T. & NAGASAWA, A. Electric Resistivity Anomaly and Martensitic Phase Transformation in Au-Cu-Zn Alloys. Scripta Metallurgica, 18: 1275-8, 1984.