



Universidade Federal  
do Rio de Janeiro  
Escola Politécnica

# CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA DOS EFEITOS DE DEFORMAÇÃO EM AÇOS FERRÍTICOS ATRAVÉS DA TÉCNICA BITTER MODIFICADA

Lucas Kling e Silva

Projeto de Graduação apresentado ao Curso de Engenharia Metalúrgica da Escola Politécnica, Universidade Federal do Rio de Janeiro, como parte dos requisitos necessários a obtenção do título de Engenheiro Metalúrgico.

Orientador: Gabriela Ribeiro Pereira  
Paula Mendes Jardim

Rio de Janeiro  
Novembro de 2015

CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA DOS EFEITOS DE DEFORMAÇÃO EM AÇOS  
FERRÍTICOS ATRAVÉS DA TÉCNICA BITTER MODIFICADA

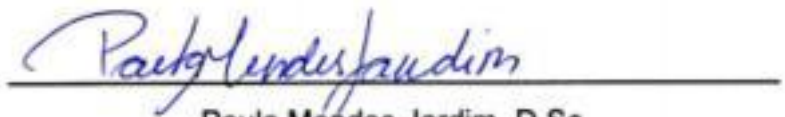
Lucas Kling e Silva

PROJETO DE GRADUAÇÃO SUBMETIDO AO CORPO DOCENTE DO CURSO DE  
ENGENHARIA METALÚRGICA DA ESCOLA POLITÉCNICA DA UNIVERSIDADE  
FEDERAL DO RIO DE JANEIRO COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS  
PARA A OBTENÇÃO DO GRAU DE ENGENHEIRO METALÚRGICO.

Examinado por:



Gabriela Ribeiro Pereira, D.Sc  
PEMM-COPPE/UFRJ – (Orientadora)



Paula Mendes Jardim, D.Sc  
PEMM-COPPE/UFRJ – (Orientadora)



Renata Antoun Simão, D.Sc.  
PEMM-COPPE/UFRJ



Pedro Dolabella Portella, Dr. -Ing.  
Bundesanstalt für Materialforschung und –prüfung (BAM)

RIO DE JANEIRO, RJ – BRASIL.

NOVEMBRO DE 2015

Kling e Silva, Lucas

Caracterização magnética dos efeitos de deformação em aços ferríticos através da técnica Bitter modificada / Lucas Kling e Silva – Rio de Janeiro: UFRJ/ Escola Politécnica, 2015.

xiii, 77 p.: il; 29,7 cm.

Orientador: Gabriela Ribeiro Pereira e Paula Mendes Jardim

Projeto de graduação – UFRJ/Escola Politécnica/ Engenharia Metalúrgica, 2015.

Referências Bibliográficas: p. 74-77.

1. Caracterização Magnética 2. Efeitos da deformação 3. Técnica Bitter 4. Domínios magnéticos 5. Ferrofluido.

I. Pereira, Gabriela Ribeiro e Jardim, Paula Mendes. II. Universidade Federal do Rio de Janeiro, Escola Politécnica, Curso de Engenharia Metalúrgica. III. Caracterização magnética dos efeitos de deformação em aços ferríticos através da técnica Bitter modificada.

*“No meio da dificuldade  
encontra-se a oportunidade”*

*Albert Einstein*

Dedico este trabalho aos meus queridos pais, Rosilene e Jorge, e a minha amada companheira Maria Clara que são os pilares da minha vida.

## AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, por serem meu maior exemplo. Em especial a minha mãe que desde minha mais tenra idade, ensinou-me, através do amor, que a perseverança é a maior aliada para se atingir o sucesso, independente das dificuldades que possam vir a surgir.

Ao meu amor Maria Clara, minha maior fonte de inspiração. Presente em todos os momentos, minha companheira de viagens, de sonhos, me ensinando sempre a ver o lado bom nas dificuldades e tornando, assim, minha vida sempre mais colorida.

A todos os amigos da querida “Metalmat” por sempre estarem presentes ao longo desta jornada. Em especial ao Breno Feres, pelas longas jornadas de estudo saindo além das 22h do fundão, sempre amigo e bom conselheiro. E também ao Marcus Azevedo, por me ensinar que quando as coisas parecem complicadas, basta “jogar as crianças para o outro lado” para simplificar a vida.

Aos amigos do trajeto Fundão X Petrópolis, por tornarem infinitas horas de trânsito em boas conversas e muitas risadas. Em especial aos amigos Fabio Blaser e João Pércia que por todo o companheirismo e amizade ao longo destes anos.

Aos amigos Felipe, João e Zanetti que desde a época do colégio estiveram presentes em minha vida e me proporcionaram momentos inesquecíveis. Em especial ao Zanetti, por sempre se mostrar solícito nos momentos de necessidade.

As minhas orientadoras Gabriela Pereira e Paula Jardim, por me darem a oportunidade de realizar este trabalho, pelos ensinamentos, pela sempre gentil disponibilidade.

A professora Renata Simão, por todas as oportunidades e auxílios dados a mim durante a graduação. E agradeço principalmente por sua amizade!

*Ich bedanke mich Frau Sonntag für geduldige und fähige Betreuung. Ich möchte mich noch die Bundesanstalt für Materialforschung und-prüfung (BAM) für höflichen Empfang bedanken.*

Ao professor Portella pela oportunidade a mim dada, de fazer parte da BAM, ao professor Rizzo e professora Cynthia por todo apoio e conhecimento transmitidos.

Por fim, a CAPES pelo apoio financeiro através do programa “Ciências sem Fronteiras”.

Resumo do Projeto de Graduação apresentado à Escola Politécnica/UFRJ como parte integrante dos requisitos necessários para a obtenção do grau de Engenharia Metalúrgica

Caracterização magnética dos efeitos de deformação em aços ferríticos através da técnica Bitter modificada

Lucas Kling e Silva

Novembro/2015

Orientador: Gabriela Ribeiro Pereira e Paula Mendes Jardim

Curso: Engenharia Metalúrgica

A deformação plástica de aços acompanha mudanças irreversíveis da microestrutura, que podem ser consideradas como o estágio inicial do processo de fratura. No entanto, detectar, monitorar e avaliar previamente, estados de dano e pequenos defeitos, de forma não destrutiva, ainda se mostra desafiador. Reportou-se o fenômeno do surgimento espontâneo de fracos campos magnéticos em aços estruturais e em oleodutos, que são originados devido a tensões mecânicas heterogêneas ou térmicas. Esta observação não é associada com transformações de fase induzidas por deformação e parece ser uma ferramenta promissora para a caracterização prévia de danos em aços ferromagnéticos. Para proporcionar uma melhor compreensão das bases físicas deste processo, foram observadas as microestruturas magnéticas de tais materiais e as mudanças ocorridas nos domínios magnéticos dos mesmos após sofrerem deformação plástica. Para isto foi utilizado um meio de solução coloidal com partículas superparamagnéticas na escala nanométrica (ferrofluido) que proporcionou, através da técnica Bitter, observar não apenas uma mudança de tamanho dos domínios magnéticos do material, mas também modificações em sua morfologia. Foram estudados neste trabalho aços ferríticos com as respectivas concentrações de carbono em sua composição: 0,08% ; 0,22% e 0,45%.

Palavras-chaves: Domínios Magnéticos ; Técnica Bitter ; Aços ; Ferrofluido ; Deformação.

Abstract of Undergraduate Project presented to DEMM/POLI/UFRJ as a partial fulfillment of the requirements for the degree of Metallurgical Engineer.

Magnetic Characterization from the effects of deformation on ferritic steels using the modified technique Bitter  
Lucas Kling e Silva

November/2015

Advisors: Gabriela Ribeiro Pereira e Paula Mendes Jardim

Course: Metallurgical Engineering

The plastic deformation results in irreversible microstructure changes in the steel, which can be considered as the initial stage of the fracture process. However, detecting, monitoring and evaluating, damage states and small defects non-destructively in advance still proves challenging. It is reported the phenomenon of the spontaneous emergence of weak magnetic fields structural steels and pipelines, which originate due to heterogeneous mechanical and / or thermal stresses. This observation is not associated with induced phase transformations by deformation and appears to be a promising tool for the prior characterization of damage in ferromagnetic steels. To provide a better understanding of the physical bases of the process, the magnetic microstructure of such materials and a change of magnetic domains after undergoing plastic deformation were studied. A colloidal solution with paramagnetic particles in the nanometer range (ferrofluid), which allowed, through the Bitter technique, not only to observe a change in size of the magnetic domains of the material, but also changes in their morphology. Ferritic steels with their concentrations of carbon in its composition (0.08%; 0.22% and 0.45%) were studied in this work.

*Keywords:* Magnetic Domains ; Bitter Technique ; Steels ; Ferrofluid ; Deformation.

## Sumário

<b>ÍNDICE DE FIGURAS.....</b>	<b>5</b>
<b>ÍNDICE DE TABELAS.....</b>	<b>10</b>
<b>ÍNDICE DE ABREVIATURAS .....</b>	<b>11</b>
<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>12</b>
<b>2 OBJETIVOS.....</b>	<b>15</b>
<b>2.1 OBJETIVO GERAL .....</b>	<b>15</b>
<b>2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO.....</b>	<b>15</b>
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>16</b>
<b>3.1 AÇOS .....</b>	<b>16</b>
3.1.1 Aços Estruturais .....	16
3.1.2 ASTM A366.....	17
3.1.3 ASTM A283C.....	18
3.1.4 ASTM 1045 .....	19
<b>3.2 AÇOS INOXIDÁVEIS.....</b>	<b>20</b>
3.2.1 Aço inoxidável austenítico .....	21
3.2.2 AISI 304.....	22
<b>3.3 DEFORMAÇÃO PLÁSTICA EM METAIS.....</b>	<b>24</b>
<b>3.4 PROPRIEDADE MAGNÉTICA DOS AÇOS .....</b>	<b>25</b>
3.4.1 Campo magnético .....	26
3.4.2 Dipolos magnéticos .....	26
3.4.3 Comportamento magnético dos materiais.....	27
<b>3.5 DOMÍNIOS MAGNÉTICOS .....</b>	<b>31</b>
3.5.1 Origem dos domínios magnéticos e as paredes de Bloch.....	32
3.5.2 Técnica de observação Bitter .....	34
<b>3.6 FERROFLUIDO.....</b>	<b>35</b>
<b>3.7 MICROSCOPIA ÓPTICA .....</b>	<b>37</b>
<b>4 MATERIAIS E MÉTODOS.....</b>	<b>39</b>
<b>4.1 MATERIAL.....</b>	<b>40</b>
4.1.1 Aços .....	40
4.1.2 Ferrofluido .....	40
<b>4.2 PREPARAÇÃO METALGRÁFICA .....</b>	<b>41</b>
<b>4.3 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL.....</b>	<b>42</b>
<b>4.4 SELEÇÃO DO FERROFLUIDO.....</b>	<b>43</b>
<b>4.5 CARACTERIZAÇÃO DOS AÇOS, NÃO DEFORMADOS, COM FERROFLUIDO .....</b>	<b>44</b>



<b>4.6</b>	<b>CORRELAÇÃO DA INFORMAÇÃO MAGNÉTICA E MICROESTRUTURA CONVENCIONAL .....</b>	<b>44</b>
<b>4.7</b>	<b>ENSAIO DE DUREZA E DEFORMAÇÃO PLÁSTICA POR ESTAMPAGEM.....</b>	<b>45</b>
4.7.1	Caracterização dos aços, deformados plasticamente, com ferrofluido através do ensaio de dureza .....	45
4.7.2	Caracterização dos aços, deformados plasticamente, com ferrofluido através da estampagem de caracteres.....	47
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>50</b>
<b>5.1</b>	<b>CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL .....</b>	<b>50</b>
<b>5.2</b>	<b>SELEÇÃO DO FERROFLUIDO .....</b>	<b>52</b>
<b>5.3</b>	<b>CORRELAÇÃO DA INFORMAÇÃO MAGNÉTICA COM MICROESTRUTURA CONVENCIONAL .</b>	<b>58</b>
<b>5.4</b>	<b>RELAÇÃO DEFORMAÇÃO DOMÍNIOS MAGNÉTICOS .....</b>	<b>60</b>
5.4.1	Caracterização dos aços, não deformados, com ferrofluido.....	60
5.4.2	Caracterização dos aços, deformados plasticamente, com ferrofluido.....	64
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO .....</b>	<b>72</b>
<b>7</b>	<b>PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>74</b>
<b>8</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>75</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1:	Resultado do sensoriamento GMR de uma amostra de aço ASTM A283C. Em (a) tem-se a distribuição do campo magnético da amostra isenta de deformação plástica. Em (b) tem-se a distribuição do campo magnético, desta mesma amostra, após carregamento que promoveu deformação plástica. Adaptado de [3].....	6
Figura 1.2:	Fase martensítica $\alpha'$ revelada por ferrofluido EMG 308 no aço EN 1.4318 após 15% de deformação plástica. Adaptado de [6].....	7
Figura 3.1.2.1:	Microestrutura da amostra ASTM A366 em diferentes aumentos. .....	10
Figura 3.1.3.1:	Microestrutura da amostra ASTM A283C em diferentes aumentos. .....	11
Figura 3.1.4.1:	Microestrutura da amostra ASTM 1045 em diferentes aumentos. .....	12
Figura 3.2.1:	Diagrama de Schaeffler, indicando a composição química associada aos diferentes grupos de aços inoxidáveis [16].....	14
Figura 3.2.2.1:	Microestrutura da amostra AISI 304 em diferentes aumentos. .....	15
Figura 3.3.1:	Em (a) observa-se a estrutura cristalina CFC da austenita, que após deformação plástica gera a estrutura martensítica TCC da imagem (b). Adaptado de [18].....	18
Figura 3.4.2.1:	Dipolo magnético e geração do momento magnético nos átomos. Adaptado [20].....	26
Figura 3.4.3.1:	Esquema representativo de um material diamagnético quando submetido a um campo magnético. Adaptado de [21].....	20
Figura 3.4.3.2:	Esquema representativo de um material paramagnético quando submetido a um campo magnético. Adaptado de [21].....	22
Figura 3.4.3.3:	Esquema representativo de um material ferromagnético quando submetido a um campo magnético. Adaptado de [21].....	23

Figura 3.4.3.4:	Momentos dipolo magnéticos de um material antiferromagnético; adaptado de [20].....	23
Figura 3.4.3.5:	Esquema representando a diferença entre ferro e ferrimagnetismo. Adaptado de [20].....	24
Figura 3.5.1.1:	Alinhamento dos momentos magnéticos. Adaptado de [22].....	25
Figura 3.5.1.2:	Esquema representativo dos domínios magnéticos orientados em várias direções. Adaptado de [5].....	26
Figura 3.5.1.3:	Estrutura de parede de domino de 180°. Adaptado de [22].....	27
Figura 3.6.1:	Partículas multidomínio e monodomínio. (a) Partícula multidomínio; (b) Partícula monodomínio.....	29
Figura 4.1:	Fluxograma com os macroprocessos dos métodos utilizados.....	31
Figura 4.2.1:	Modelo das amostras antes e após o corte.....	34
Figura 4.2.2:	Amostras cortadas e embutidas. ....	34
Figura 4.4.1:	Bécher utilizado para diluição do ferrofluido.....	35
Figura 4.4.2:	Materiais utilizados para aplicação do ferrofluido.....	35
Figura 4.6.1:	Esquema de setorização e marcação nas amostras.....	36
Figura 4.7.1.1:	Esquema que identifica as regiões ensaiadas com ferrofluido antes da deformação plástica.....	37
Figura 4.7.1.2:	Modelo representativo da etapa 2. Localização das endentações.....	38
Figura 4.7.1.3:	Modelo representativo da etapa 3. Após retirada das endentações do tipo Brinne.....	39
Figura 4.7.2.1:	Modelo representativo da etapa 2. Localização dos caracteres “BAM” estampados.....	40
Figura 4.7.2.2:	Modelo representativo da etapa 3. Localização dos caracteres “A” após retirada dos caracteres “B” e “M” estampados.....	40

Figura 5.1.1:	Microestrutura do aço ASTM A366 revelada através de nital por 15s. Em (a) tem-se um aumento de 100X enquanto em (b) tem-se um aumento de 200X.....	41
Figura 5.1.2:	Microestrutura do aço ASTM A283C revelada através de nital por 15s. Em (a) tem-se um aumento de 100X enquanto em (b) tem-se um aumento de 200X.....	42
Figura 5.1.3:	Microestrutura do aço ASTM 1045 através de nital por 15s. Em (a) tem-se um aumento de 100X enquanto em (b) tem-se um aumento de 200X....	42
Figura 5.1.4:	Microestrutura do aço ASTM 304 através de Kane e V2A-Beize. Em (a) tem-se um aumento de 100X enquanto em (b) tem-se um aumento de 200X.....	43
Figura 5.2.1:	Amostra ASTM A283C ensaiada com ferrofluido EMG 408 à base d'água.....	44
Figura 5.2.2:	Amostra ASTM A283C ensaiada com ferrofluido EMG 911 à base de óleo mineral.....	44
Figura 5.2.3:	Domínios magnéticos de uma amostra ASTM A283C observados com ferrofluido EMG 408 à base d'água.....	45
Figura 5.2.4:	Domínios magnéticos de uma amostra ASTM A283C observados com ferrofluido EMG 911 à base d'água.....	45
Figura 5.2.5:	Diferentes estágios de dissolução do ferrofluido EMG 308 à base d'água.....	46
Figura 5.3.1:	Imagens (a) e (c) representam a informação magnética (perlita e domínios magnéticos) da amostra ASTM A283C. (b) e (d) microestrutura convencional (perlita) da amostra St37 ASTM A283C. Imagem (a) representa mesma região que a imagem (b), assim como a imagem (c) representa a mesma região que a imagem (d) .....	49
Figura 5.3.2:	Em (a) tem-se a imagem da informação magnética de uma determinada região do aço ASTM A366. Em (b) tem-se a mesma região com a microestrutura revelada. Em (c) tem-se o destaque dos contornos de grão. Em (d) tem-se a sobreposição dos contornos na imagem da informação magnética.....	50

Figura 5.4.1.1:	Domínios magnéticos do aço ASTM A366 com aumento de 100X em (a) e a mesma região com aumento de 200X em (b) .....	51
Figura 5.4.1.2:	Domínios magnéticos do aço ASTM A283C com aumento de 100X em (a) e a mesma região com aumento de 200X em (b) .....	52
Figura 5.4.1.3:	Domínios magnéticos do aço ASTM 1045 com aumento de 100X em (a) e a mesma região com aumento de 200X em (b) .....	53
Figura 5.4.1.4:	Contraste da matriz austenítica paramagnética do aço ASTM 306 com a martensita ferromagnética. Aumento de 100X em (a) e a mesma região com aumento de 200X em (b). Imagens capturadas em campo escuro.....	54
Figura 5.4.2.1:	Em (a) observa-se a amostra após preparação metalográfica, em (b) observa-se a amostra com as estampas dos caracteres “BAM” e em (c) observa-se a amostra após os caracteres “BM” terem sido totalmente removidos.....	55-56
Figura 5.4.2.2:	Informação magnética da figura 5.4.2.1 (c) através de ensaio com ferrofluido. As partículas se aglomeram nas regiões onde se tem martensita.....	57
Figura 5.4.2.3:	Em (a) observa-se a amostra após preparação metalográfica, em (b) observa-se a amostra com as endentações e em (c) observa-se a amostra após as endentações do tipo Brinnel terem sido totalmente removidas.....	58
Figura 5.4.2.4:	Em (a) observa-se a informação magnética da figura 5.4.2.3 (c). Em (b) tem-se a comparação das figuras 5.4.2.4 (a) e 5.4.2.3 (b) .....	59
Figura 5.4.2.5:	Em (a) tem-se resultado macroscópico da amostra ASTM A366 ensaiado com ferrofluido após endentações terem sido removidas. Em (b) tem-se região de uma das endentações em maior aumento. Em (c) tem-se a imagem (b) com delimitações destacando regiões claras e escuras.....	60
Figura 5.4.2.6:	Figuras (a), (c), (e) e (g) representam a informação magnética da amostra ASTM A366 antes da deformação plástica. Figuras (b), (d), (f) e (h)	

representam a informação magnética da amostra ASTM A366 após da  
deformação plástica.....61-62

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1.2.1:	Principais propriedades mecânicas do aço ASTM A366. Adaptado de [13].....	15
Tabela 3.1.3.1:	Principais propriedades mecânicas do aço ASTM A283C. Adaptado de [13].....	16
Tabela 3.1.4.1:	Principais propriedades mecânicas do aço ASTM 1045. Adaptado de [13].....	17
Tabela 3.2.2.1:	Principais propriedades mecânicas do aço AISI 304. Adaptado de [14].....	20
Tabela 3.2.2.2:	Principais propriedades mecânicas do aço AISI 304. Adaptado de [14].....	20
Tabela 4.1.1.1:	Composição dos aços estudados.....	36
Tabela 4.1.2.1	Propriedades e meios de dissolução dos diversos tipos de ferrofluido utilizados.....	37
Tabela 4.3.1:	Composição química, temperatura, método e finalidade do ataque.....	38

## ÍNDICE DE ABREVIATURAS

CCC	Cúbico de corpo centrado;
CFC	Cúbico de face centrada;
OCC	Ortorrômico de corpo centrado;
CP	Corpo de prova;
MO	Microscopia ótica;
$\mu$	Permeabilidade magnética;
$\chi$	Susceptibilidade magnética;



# 1 INTRODUÇÃO

O aço é a mais versátil e a mais importante das ligas metálicas, tendo os aços estruturais uma grande importância neste meio, visto que sua vasta gama de aplicabilidade aborda tanto estruturas fixas quanto móveis e constituintes de maquinários. A produção e qualidade destes aços estão diretamente atreladas ao desenvolvimento econômico do país, já que são essenciais em todos os setores de construção e avanço tecnológicos desde simples estruturas para construção civil, até componentes de máquinas complexas. Portanto, a avaliação da qualidade de tais aços e a detecção prévia de defeitos nestes materiais durante operação torna-se de crucial importância.

Dubov relatou o surgimento espontâneo de fracos campos magnéticos em aços estruturais após estes serem submetidos a deformações plásticas. Tais campos emergem não devido a alterações de fases microestruturais induzidas mecanicamente ou termicamente, mas sim por interações magneto-mecânicas [1]. O surgimento destes campos magnéticos e a influência do efeito de topografia proveniente da deformação plástica foram estudados de forma a revelar que sua intensidade provém além de mudanças topográficas [2]. Para uma melhor compreensão do mecanismo físico deste processo de magnetização nos materiais após deformações plásticas são necessárias pesquisas magneto-ópticas.

A motivação deste trabalho parte da pesquisa de SONNTAG, STEGMANN E PELKNER [3], [4] que consiste no desenvolvimento de uma nova técnica na área de ensaios não destrutivos. Esta técnica se baseia no princípio de magneto resistência gigante, do inglês “Giant magnetoresistance” – (GMR), através da construção de sensores, os quais podem medir pequenas flutuações na intensidade de campo magnético nos materiais. Um resultado de sensoriamento GMR obtido por [3] pode ser visto na figura 1.1.

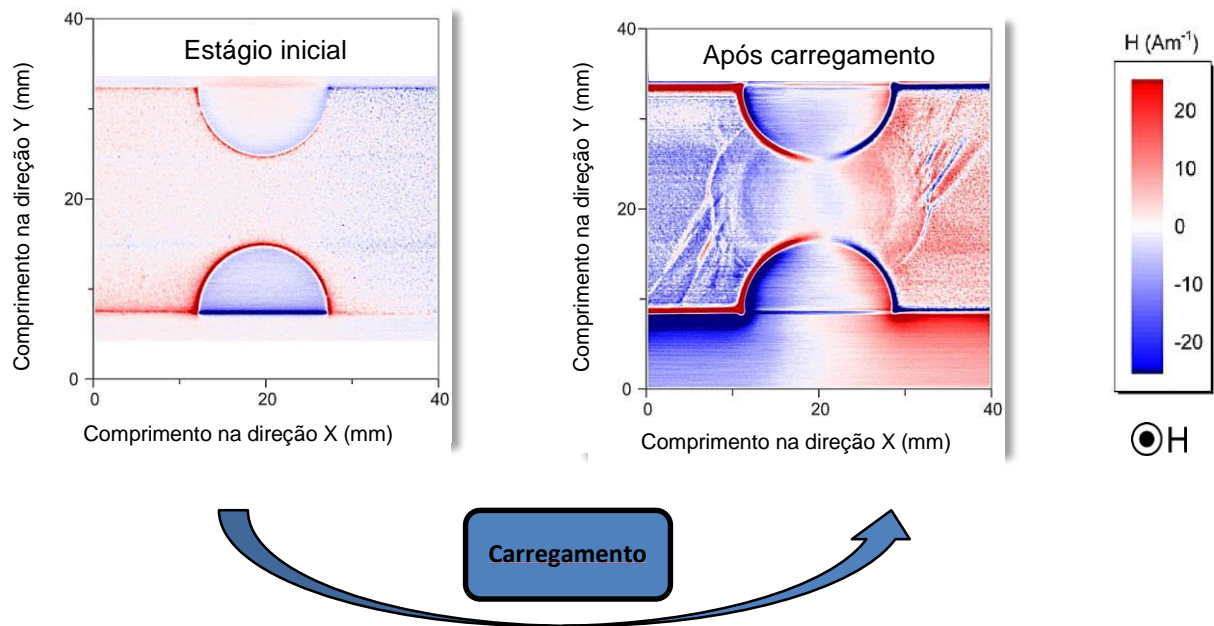


Figura 1.1: Resultado do sensoriamento GMR de uma amostra de aço ASTM A283C. Em (a) tem-se a distribuição do campo magnético da amostra isenta de deformação plástica. Em (b) tem-se a distribuição do campo magnético, desta mesma amostra, após carregamento que promoveu deformação plástica. Adaptado de [3].

Percebe-se que após a deformação plástica sofrida pela amostra, há uma acentuada modificação nas informações magnéticas do material. Isto foi a motivação central para realização do presente trabalho com o intuito de explicar a causa física da modificação das informações magnéticas das regiões deformadas plasticamente, podendo assim, respaldar a continuidade do desenvolvimento desta nova técnica de ensaio não destrutivo.

A hipótese proposta para explicar este fenômeno foi baseada nos conceitos de domínios magnéticos. Os domínios magnéticos estão relacionados intrinsecamente com caráter magnético dos materiais ferromagnéticos. A interação dos domínios magnéticos com a aplicação de campos magnéticos externos quanto ao seu crescimento e morfologia foi amplamente estudada por SCHÄFER [5]. Porém o estudo proposto por este trabalho se torna inovador, já que, este trabalho pesquisa sobre as modificações dos domínios magnéticos devido à deformação plástica causada no material e sem a influência de campos magnéticos externos.

Para que se tornasse possível a observação dos domínios magnéticos sem a influência de campos magnéticos externos foi proposta a utilização de um líquido coloidal com partículas superparamagnéticas em escala nanométrica, denominado ferrofluido (FeFI). O ferrofluido é amplamente utilizado no setor de tecnologia e armazenamento de informação, tendo sua maior gama de aplicabilidade no processo de qualidade dos produtos produzidos por este setor. Apesar do grande potencial do ferrofluido para caracterização magnética em materiais, sua aplicação em metais ainda não se mostra recorrente. Entretanto TALONEN [6] utilizou o ferrofluido para observação e quantificação de martensita ferromagnética em aços austeníticos metaestáveis que foram submetidos à deformação plástica. Exemplarmente um resultado de TALONEN [6] pode ser observado na figura 1.2.

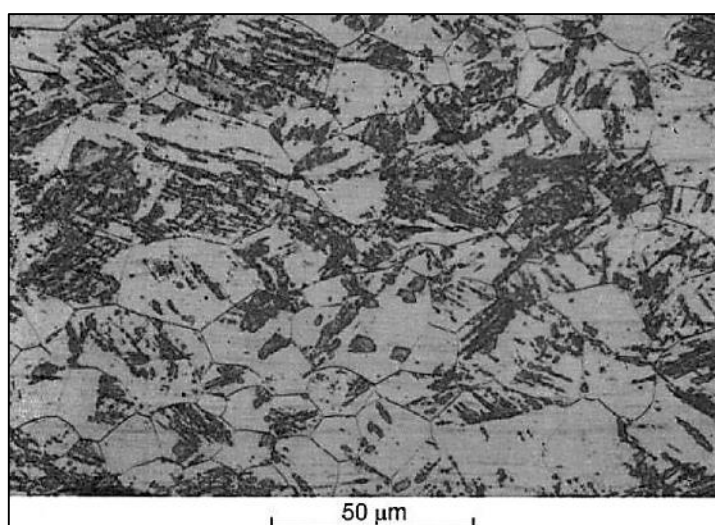


Figura 1.2: Fase martensítica  $\alpha'$  revelada por ferrofluido EMG 308 no aço EN 1.4318 após 15% de deformação plástica. Adaptado de [6].

Dado o conjunto de fatos mencionados, este trabalho primeiramente sistematizou e metodizou a utilização e aplicação do ferrofluido para os aços investigados, seguido de um estudo para a compreensão da informação magnética revelada pelo ferrofluido e sua correlação com a microestrutura dos materiais. Posteriormente foi realizada a identificação e interpretação dos domínios magnéticos e, finalmente, a observação das modificações nestes domínios ocasionadas devido à deformação plástica.

## **2 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo geral**

O objetivo deste trabalho é investigar a influência da deformação plástica na distribuição e magnitude do campo magnético dos aços de ASTM A366, ASTM A283C, ASTM 1045 e AISI 304 com o intuito de compreender os mecanismos magneto-físicos responsáveis por estas mudanças, utilizando a técnica Bitter através de ferrofluido.

### **2.2 Objetivo específico**

- Investigar as condições específicas para a escolha dos diferentes tipos de ferrofluido, com foco em resultados de bom contraste e interpretação, além de determinar o grau de dissolução correto para os ferrofluidos e respectivos solventes que levem aos resultados almejados.
- Realizar uma análise comparativa entre as informações magnéticas, reveladas pelo ferrofluido, com a microestrutura dos materiais estudados, de forma que, compreenda-se e relacione-se a microestrutura com a imagem obtida da informação magnética.
- Observar, compreender e interpretar os domínios magnéticos, revelados através do ferrofluido, dos aços estudados isentos de deformação plástica.
- Analisar as modificações sofridas pelos domínios magnéticos devido à deformação plástica, de forma a relacionar tanto a dimensão quanto a morfologia destes domínios no estado isento de deformação plástica.

## **3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA**

### **3.1 Aços**

Por definição, aço é uma liga metálica formada essencialmente por ferro e carbono, com porcentagens de peso em carbono variando entre 0,008% e 2,11% [7]. Aços são produzidos em grandes variedades de tipos e formas, para atender de forma eficaz diversas aplicações. Esta variedade decorre da necessidade de ininterruptas adequações dos produtos, às exigências do mercado que pede aplicações específicas, sejam elas nas mudanças das propriedades mecânicas, na composição química, ou até mesmo na forma final do material [8]

#### **3.1.1 Aços Estruturais**

Aços estruturais são aços-carbono que possuem em sua composição apenas quantidades limitadas de determinados elementos químicos, como, carbono, silício, manganês, enxofre e fósforo. Outros elementos químicos existem apenas em quantidades residuais.

A classificação dos aços é atrelada a quantidade de carbono presente em sua composição. Os aços de baixo carbono possuem no máximo de 0,3% deste elemento e possuem grande ductilidade. São apropriados para trabalho mecânico e soldagem, não sendo temperáveis, porém são utilizados na construção de edifícios, pontes, navios, automóveis, dentre outros usos. Os aços de médio carbono possuem de 0,3% a 0,6% de carbono e são utilizados em engrenagens, bielas e outros componentes mecânicos. São aços que, temperados e revenidos, atingem boa tenacidade e resistência. Já os aços de alto carbono possuem mais do que 0,6% de carbono e apresentam elevada dureza e resistência após têmpera. São comumente utilizados em trilhos, molas, engrenagens, componentes agrícolas sujeitos ao desgaste e pequenas ferramentas [6].

Na construção civil, o interesse maior recai sobre os chamados aços estruturais de média e alta resistência mecânica, termo designativo de todos os aços que, devido à sua resistência, ductilidade e outras propriedades, são adequados para a utilização em elementos da construção sujeitos a carregamento. Os principais requisitos para os aços destinados à aplicação estrutural são: elevada tensão de escoamento, elevada tenacidade, boa soldabilidade, homogeneidade microestrutural, susceptibilidade de corte por chama sem

endurecimento e boa trabalhabilidade em operações tais como corte, furação e dobramento, sem que se origine fissuras ou outros defeitos [9].

### 3.1.2 ASTM A366

Dentre os aços estruturais existentes atualmente, o mais utilizado e conhecido é o ASTM A366, que é classificado como um aço de baixo carbono e média resistência mecânica. Seus requisitos de propriedade mecânica baseiam-se em elevada tensão de escoamento, elevada tenacidade, boa soldabilidade, homogeneidade microestrutural, susceptibilidade de corte por chama sem endurecimento e boa trabalhabilidade em operações tais como corte, furação e dobramento, sem que se origine fissuras ou outros defeitos [8].

Sua microestrutura é constituída de uma matriz ferrítica com formação de pequenas ilhas de perlita espalhadas dentro dos grãos. A ferrita possui uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), com parâmetro de rede tabelado igual à  $2,8664 \text{ \AA}$  [10]. A cementita,  $\text{Fe}_3\text{C}$  constituinte da perlita, possui uma estrutura cristalina ortorrômbica de corpo centrado (OCC), com parâmetros de rede tabelados, sendo,  $a = 4.53 \text{ \AA}$ ,  $b=5.11 \text{ \AA}$  e  $c = 6.77 \text{ \AA}$  [11]. A figura 3.1.2.1 mostra a microestrutura típica deste aço, formada por uma matriz ferrítica e ilhas de perlita no interior dos grãos.

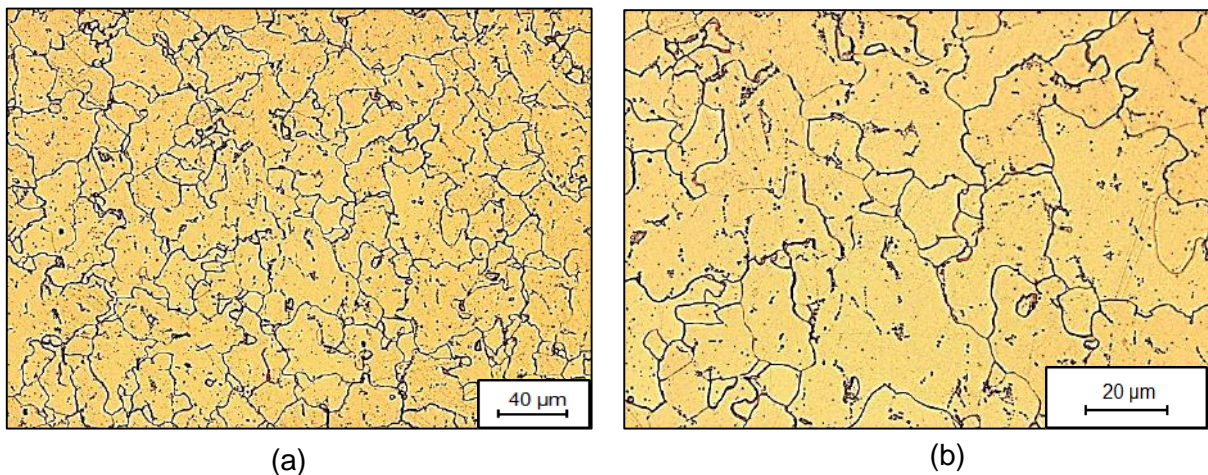


Figura 3.1.2.1: Microestrutura da amostra ASTM A366 em diferentes aumentos.

E por fim, na tabela 3.1.2.1 apresenta-se as principais propriedades mecânicas e teor de carbono deste aço de baixo carbono e média resistência.



Tabela 3.1.2.1: Principais propriedades mecânicas do aço ASTM A366. Adaptado de [13]

Tipo de aço	Teor de Carbono máx. (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB) máx.
ASTM A366	0,08	135	170	305	30	220

### 3.1.3 ASTM A283C

O aço A283C é, em grande parte, aplicado em componentes estruturais onde as propriedades mecânicas são bem definidas, permitindo, deste modo, a sua utilização em projetos que exijam dobramento e boa soldabilidade. Quando fabricados em chapas de aço possuem resistência intermediária e são aplicadas em componentes estruturais variados, desde os mais comuns até os mais elaborados tais como: pontes, locomotivas, estruturas de máquinas, galpões e edifícios [8].

Sua microestrutura baseia-se em uma matriz ferrítica com formação de perlita nas regiões de contornos de grãos. A figura 3.1.3.1 mostra a microestrutura típica deste aço, formada por uma matriz ferrítica e ilhas de perlita que se apresentam na região dos contornos de grão.

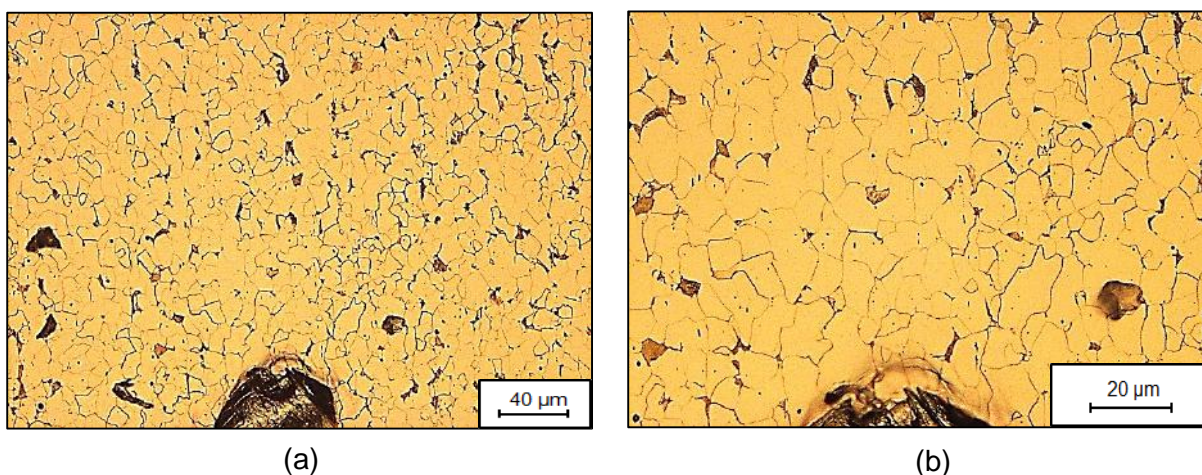


Figura 3.1.3.1: Microestrutura da amostra ASTM A283C em diferentes aumentos.

E por fim, na tabela 3.1.3.1 apresenta-se as principais propriedades mecânicas e teor de carbono do aço ASTM A283C.

Tabela 3.1.3.1: Principais propriedades mecânicas do aço ASTM A283C. Adaptado de [13]

Tipo de aço	Teor de Carbono máx. (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB) máx.
ASTM A283C	0,22	170	210	380	25	260

### 3.1.4 ASTM 1045

O Aço ASTM 1045 possui ampla aplicação na indústria mecânica, reunindo boa resistência e baixo custo. Ele é indicado para forjamento, com boa resposta à têmpera, porém não recomendado para cementação. Sua maior área de aplicações baseia-se em eixos, cubos de roda, balancins, engrenagens, árvore de manivelas, pinos, parafusos, hastes de amortecedor, porcas e sapatas de trator (perfis especiais). Este aço também é empregado em refinarias do setor de petróleo e gás, atuando em eixos de bombas das torres de destilação e em eixos de ventiladores, geralmente sofrendo desgaste devido ao ambiente agressivo ao qual são expostos [14].

Sua microestrutura baseia-se em uma matriz ferrítica com vasta formação de grandes ilhas de perlita por toda a microestrutura, como pode ser visto na figura 3.1.4.1.

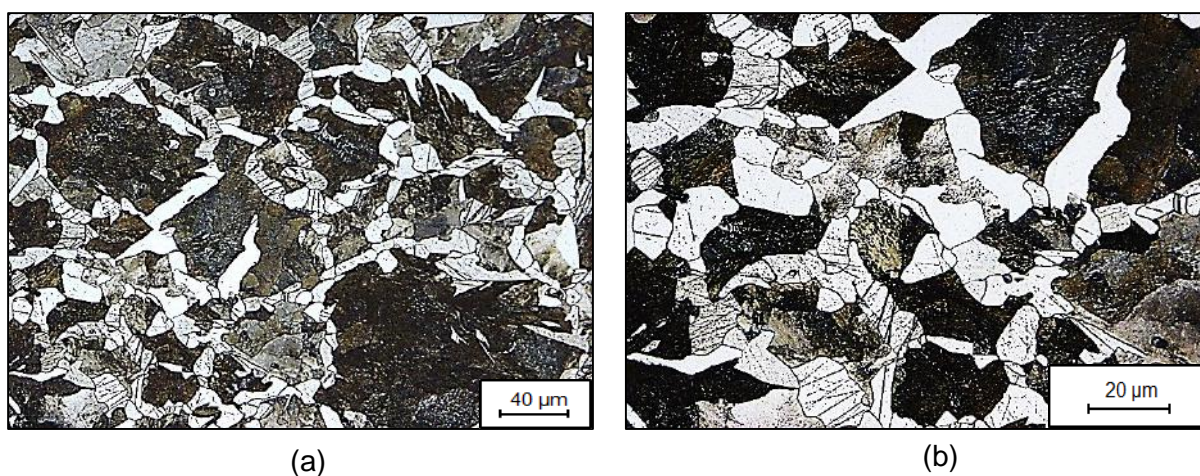


Figura 3.1.4.1: Microestrutura da amostra ASTM 1045 em diferentes aumentos.



E por fim, na tabela 3.1.3.1 apresenta-se as principais propriedades mecânicas do aço ASTM 1045.

Tabela 3.1.4.1: Principais propriedades mecânicas do aço ASTM 1045. Adaptado de [13]

Tipo de aço	Teor de Carbono máx. (%)	Módulo de elasticidade (GPa)	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB) máx.
ASTM 1045	0,45	250	310	560	17	270

### 3.2 Aços Inoxidáveis

Os aços inoxidáveis são ligas de ferro, carbono e cromo, que ainda podem conter outros elementos como, por exemplo, níquel e molibdênio, de modo a atender as operações de fabricação a serem empregadas e as propriedades finais desejadas. De forma geral, são materiais caracterizados por exibirem elevada resistência à corrosão, podendo apresentar ainda outras propriedades, como tenacidade e resistência mecânica, inclusive em temperaturas elevadas [14].

A resistência à corrosão dos aços inoxidáveis está associada basicamente à presença do cromo, que se apresenta em quantidade mínima de 10% a 12% (em peso), de acordo com CHIAVERINI [15]. A introdução do cromo como elemento de liga possibilita a formação de filmes ou camadas muito finas de óxido, cerca de 0,02m, que protegem o material de ataques corrosivos em meios diversos, tornando o material passivado [15].

Devido a diferentes composições químicas destes aços, são também formadas diferentes microestruturas nos aços inoxidáveis. Sabe-se que suas propriedades estarão diretamente associadas as microestruturas e, portanto, esses materiais são classificados essencialmente em cinco grupos: ferríticos, austeníticos, martensíticos, endurecíveis por precipitação e duplex, segundo COLPAERT [16]. Já que diversos elementos podem estar presentes, é normalmente empregado uma representação simplificada das relações das fases com a composição, com base nos conceitos de cromo equivalente Crequivalente e níquel equivalente Niequivalente, conforme as equações 3.2.1 e 3.2.2 apresentadas a seguir. Através destas equações, obtém-se o chamado Diagrama de Schaeffler (Figura 3.2.1). Com o auxílio deste diagrama podem ser verificadas as composições químicas associadas aos

diferentes grupos de aços inoxidáveis e classificações específicas segundo a norma AISI (American Iron and Steel Institute).

$$\text{Crequivalente} = \% \text{Cr} + 1,5 \text{ X } \% \text{Si} + \% \text{Mo} \quad \text{Equação 3.2.1}$$

$$\text{Niequivalente} = \% \text{Ni} + 30 \text{ X } (\% \text{C} + \% \text{N}) + 0,5 \text{ X } (\% \text{Mn} + \% \text{Cu} + \% \text{Co}) \quad \text{Equação 3.2.2}$$

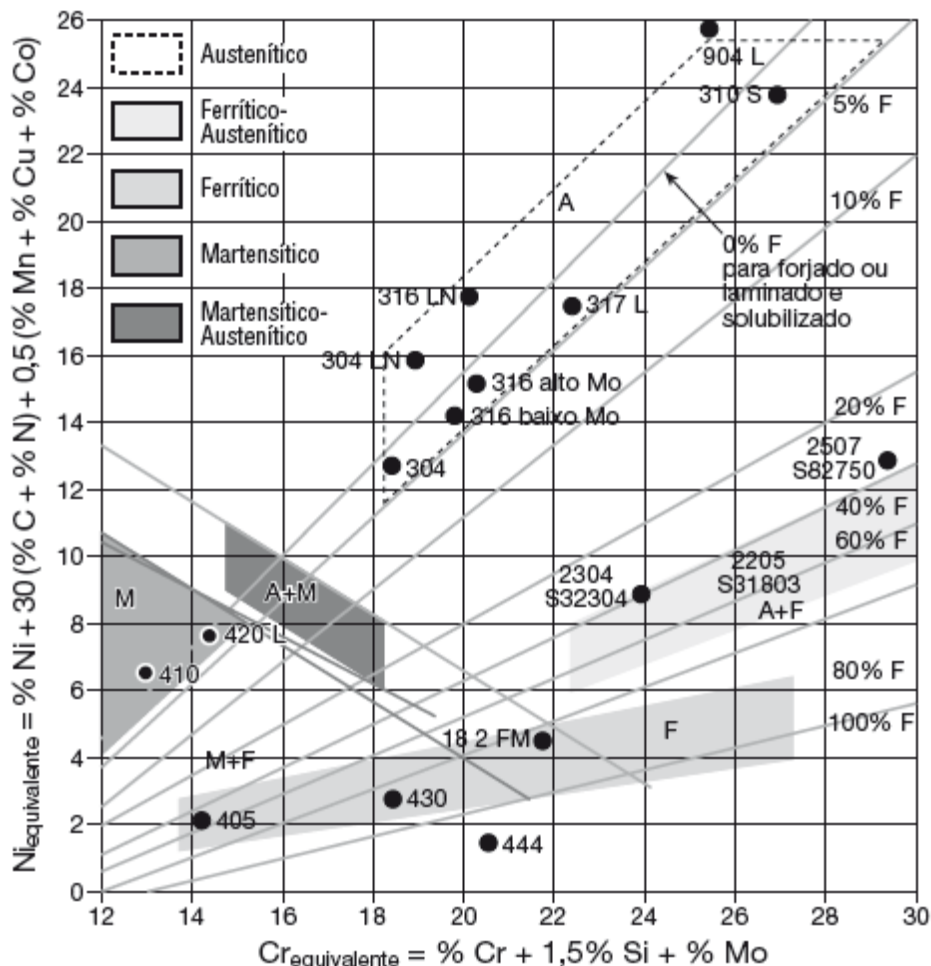


Figura 3.2.1: Diagrama de Schaeffler, indicando a composição química associada aos diferentes grupos de aços inoxidáveis [16].

Apenas o aço inoxidável austenítico é utilizado neste trabalho, portando as propriedades e parâmetros apenas deste aço serão aprofundados no item a seguir.

### 3.2.1 Aço inoxidável austenítico

Os aços inoxidáveis austeníticos são usualmente os mais comuns dentre as ligas metálicas inoxidáveis, representando cerca de 67% da produção mundial [16]. Sua composição química possui como principal característica, além da presença do cromo, a presença de níquel, podendo ainda possuir três outros elementos, como manganês,

molibdênio e nióbio. O níquel é classificado como um elemento gamagêneo, possibilitando a maior estabilidade da fase austenítica à temperatura ambiente. Em ligas comerciais o cromo varia de 16% a 26% da composição em peso, enquanto o níquel varia de 6% a 22% [15].

### 3.2.2 AISI 304

Este aço trata-se de um aço contendo cromo-níquel, de caráter inoxidável austenítico, não-temperável e não-magnético. O aço AISI 304 possui resistência à oxidação até a temperatura de cerca de 850 °C. Para prevenir uma redução da resistência à corrosão, deve-se eliminar a carepa formada pelos processos de solda ou conformação a quente. Ele apresenta boa conformabilidade a frio, apesar de exigir maiores esforços de conformação ao comparado com os aços não ligados.

Este material é largamente utilizado no setor industrial, na fabricação de válvulas, tubos, recipientes, equipamentos hospitalares e farmacêuticos, peças para a indústria química, petrolífera, têxtil, de laticínios, frigorífica e de tintas. É indicado para a fabricação de peças que devem resistir ao ataque de um grande número de substâncias corrosivas, tais como o ácido nítrico, soluções alcalinas e soluções salinas.

Sua microestrutura é constituída de austenita que possui uma estrutura cristalina cúbica de face centrada (CFC), com parâmetro de rede tabelado igual à 3,6000 Å [10]. A figura 3.2.2.1 mostra a austenita, regiões claras. As regiões escuras são maclas e possível martensita que pode ter sido formada durante a preparação metalográfica.

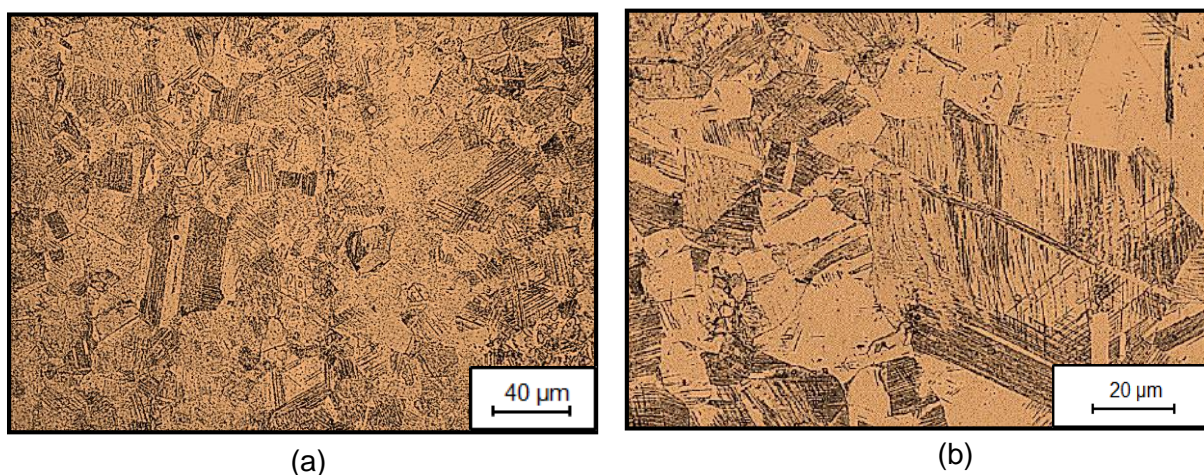


Figura 3.2.2.1: Microestrutura da amostra AISI 304 em diferentes aumentos.

E por fim, na tabela 3.3.2.1 apresenta-se os principais componentes químicos deste aço e na tabela 3.2.2.2 apresenta-se as principais propriedades mecânicas do aço AISI 304.

Tabela 3.2.2.1: Principais propriedades mecânicas do aço AISI 304. Adaptado de [14]

Tipo de aço	Teor de Carbono máx. (%)	Teor de Manganês máx. (%)	Teor de Cromo máx. (%)	Teor de Níquel máx. (%)
AISI 304	0,45	2,00	20,00	11,00

Tabela 3.2.2.2: Principais propriedades mecânicas do aço AISI 304. Adaptado de [14]

Tipo de aço	Módulo de elasticidade (GPa)	Limite de escoamento (MPa)	Limite de resistência à tração (MPa)	Alongamento (%)	Dureza (HB) máx.
AISI 304	225	240	540	40	160

Cabe ainda ressaltar que em ligas metálicas em geral, a ocorrência de deformação plástica a frio envolve a formação de defeitos cristalinos, como imperfeições puntiformes, discordâncias e falhas de empilhamento. A magnitude destas descontinuidades irá depender de diversos fatores, tais como as fases presentes, a microestrutura, a taxa de deformação, dentre outros. No caso dos aços inoxidáveis austeníticos, além das alterações mencionadas, pode ser associado ainda ao processamento a frio do metal o fenômeno de transformação martensítica por deformação plástica. Esse fenômeno é caracterizado, no sistema Fe-Cr-Ni, pelo desenvolvimento das martensitas  $\alpha'$  (estrutura cristalina cúbica de corpo centrado CCC, ferromagnética) e martensita  $\varepsilon$  (estrutura cristalina hexagonal compacta HCP, paramagnética). O mecanismo exato de formação de ambas, especialmente de  $\alpha'$ , é ainda controverso, com trabalhos sugerindo tanto desenvolvimento independente como a sequência de formação  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  [17]. Em termos de localização, por outro lado, observa-se que a martensita  $\alpha'$  surge preferencialmente nas interseções entre as placas de  $\varepsilon$  com contornos de maclas e grãos. A ocorrência e extensão dessas transformações adifusionais irão depender de diferentes parâmetros, como tipo e quantidade de deformação, temperatura de processamento e tamanho de grão, além das características específicas ou composição química de cada liga [15].

### 3.3 Deformação plástica em metais

Por definição a deformação plástica em metais é o regime de deformação em que ocorre mudança dimensional permanente do material. Isto ocorre quando se excedem os limites de deformação elástica tendo assim a movimentação de discordâncias. Em outras palavras, é a deformação permanente decorrente do deslocamento de átomos ou moléculas para novas posições no reticulado. Sendo que a deformação plástica dos metais é oriunda por meio de dois processos fundamentais: deformação por escorregamento (resultante de esforços de cisalhamento, movimentação das discordâncias) e deformação por maclação [7].

Em geral nas ligas metálicas, a ocorrência de deformação plástica a frio traduz-se em formação de defeitos cristalinos, como imperfeições puntiformes, discordâncias e falhas de empilhamento. A intensidade destas discontinuidades depende de diversos fatores, como por exemplo as fases presentes, a microestrutura, a taxa de deformação, dentre outros.

Para os aços estruturais não há nenhuma peculiaridade quanto a deformação plástica. Ao serem submetidos a um carregamento que excede os limites de deformação elástica o material começa a se deformar plasticamente, alongando-se de forma permanente até que ocorra o seu rompimento.

No caso dos aços inoxidáveis austeníticos, o processamento a frio do metal pode levar ao acontecimento do fenômeno de transformação martensítica por deformação plástica. Esse fenômeno é caracterizado, no sistema Fe-Cr-Ni, pelo desenvolvimento das martensitas  $\alpha'$  (estrutura cristalina tetragonal de corpo centrado CCC, ferromagnética) segundo PADILHA & GUEDES [17]. A ocorrência e extensão dessa transformação adifusional irá depender de diferentes parâmetros, como tipo e quantidade de deformação, temperatura de processamento e tamanho de grão, além das características específicas ou composição química de cada liga. Um exemplo da transformação martensítica, a nível estrutural, pode ser visto na figura 3.3.1.

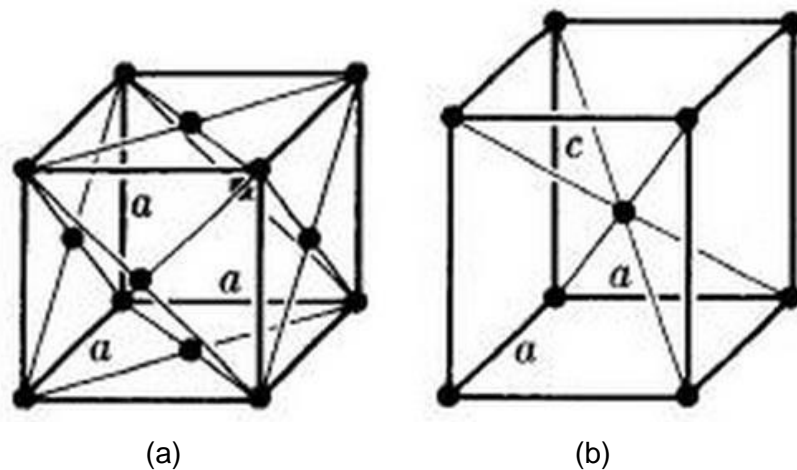


Figura 3.3.1: Em (a) observa-se a estrutura cristalina CFC da austenita, que após deformação plástica gera a estrutura martensítica TCC da imagem (b). Adaptado de [18]

Ainda dentro deste contexto, os aços inoxidáveis austeníticos podem ser divididos em duas categorias: estáveis e metaestáveis. Os aços estáveis são aqueles que apresentam como tendência a permanência da estrutura austenítica mesmo após a deformação plástica a frio. Já as ligas metaestáveis possuem certa facilidade para deformarem sua estrutura cristalina e originar martensita  $\alpha'$ .

### 3.4 Propriedade magnética dos aços

LINS [19] define o magnetismo como sendo uma propriedade cuja natureza é de origem elétrica e está relacionada com uma carga em movimento. As propriedades magnéticas dos materiais têm sua origem no movimento de cargas elétricas ou em uma propriedade intrínseca de partículas elementares, como elétrons e prótons, gerando, assim o momento magnético dos átomos. De forma geral, as propriedades magnéticas dos materiais são determinadas por sua estrutura eletrônica, estrutura cristalina e microestrutura (domínios magnéticos). As fases ferrítica, perlítica e martensítica dos aços estudados apresentam informação magnética, enquanto a fase austenítica possui caráter paramagnético. A ferrita possui uma alta permeabilidade magnética (razão entre o campo magnético induzido e o campo magnético aplicado), baixa retentividade e baixa coercividade ao ser comparada com a cementita que por sua vez possui baixa permeabilidade magnética, porém alta coercividade [30].

### 3.4.1 Campo magnético

O campo magnético  $\vec{B}$  é um campo vetorial definido a partir da força,  $\vec{F}$ , que sente uma partícula elétrica,  $q$ , quando esta se desloca com velocidade,  $\vec{v}$  em relação a um referencial inercial na presença do campo  $\vec{B}$ . A força  $\vec{F}$  é dada pela equação 3.4.1.1.

$$\vec{F} = q\vec{v} \times \vec{B} \quad \text{Equação 3.4.1.1}$$

### 3.4.2 Dipolos magnéticos

As forças atrativas e repulsivas entre os ímãs ocorrem devido ao gradiente de campo próximo a uma das extremidades de um ímã. A linha de campo de um campo vetorial, como o campo magnético, é a curva que em qualquer um dos seus pontos é tangente a um vetor de campo magnético de uma determinada intensidade. Como não existe uma carga magnética (monopolo magnético) as linhas de campo magnético são curvas fechadas, saindo de uma das extremidades do material magnético e chegando à outra extremidade. Devido a convenção adotada, designa-se uma extremidade como o pólo norte (linhas de campo saem do ímã) e a outra de pólo sul magnético (linhas de campo entram do ímã). Dividindo-se um ímã permanente ao meio, nenhuma das duas metades resultantes perde o magnetismo: cada uma delas se transforma em um novo ímã permanente, apresentando os respectivos polos norte e sul em suas extremidades. Dividindo em pedaços ainda menores, formar-se-ia ímãs minúsculos, mas ainda com as mesmas características do ímã original. Desta forma, cada um desses ímãs ainda seria um dipolo. Na natureza cada átomo pode ser imaginado como um minúsculo ímã denominado pela física de momento magnético ( $\vec{\mu}$ ). Estes são equivalentes magnéticos a dipolos elétricos, só que compostos por um polo norte e um polo sul em vez de uma carga elétrica positiva e de uma carga elétrica negativa [20]. Um modelo representativo dos dipolos magnéticos pode ser observado na figura 3.4.2.1

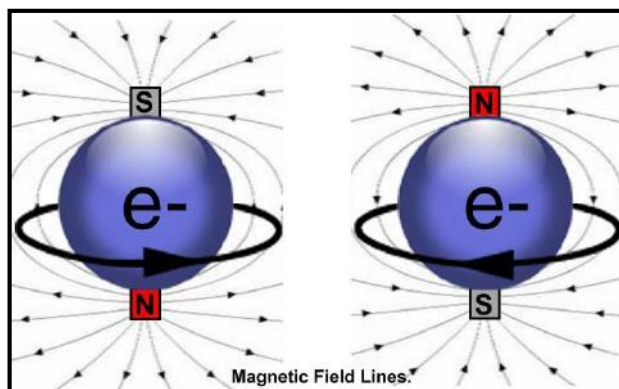


Figura 3.4.2.1: Dipolo magnético e geração do momento magnético nos átomos. Adaptado [20]

### 3.4.3 Comportamento magnético dos materiais

As propriedades magnéticas de cada material são associadas aos elétrons dos átomos, possuidores de um momento magnético ( $\mu$ ). Classicamente, este momento magnético tem origem nos movimentos em torno de seu próprio eixo e do núcleo do átomo. O momento magnético do elétron, gerado pelo sentido spin é, porém, um fenômeno quântico. O valor deste momento é dado em função do magnéton de Bohr ( $\mu_B$ ) [21]. De modo geral, existem dois tipos de magnetismo nos materiais: o magnetismo induzido e o magnetismo espontâneo. O magnetismo induzido só existe na presença de um campo magnético aplicado. O magnetismo espontâneo, como indicado pelo próprio nome, não necessita da aplicação de um campo para existir. De acordo com a facilidade com que são magnetizados e desmagnetizados, os materiais que apresentam magnetismo espontâneo podem ser divididos em macios (também conhecidos como moles ou doces) e duros. Os considerados macios são facilmente magnetizados e desmagnetizados. Pode-se citar, como exemplo, o ferro-silício e óxidos magnéticos macios (ferritas). Entretanto, os considerados duros só serão magnetizados quando submetidos a um campo magnético bastante elevado. Uma vez magnetizados, dificilmente irão ser desmagnetização. Um exemplo de materiais com esta propriedade é o alnico (liga de alumínio, níquel e cobre) e a ferrita de bário que são utilizados como ímãs permanentes.

Os principais tipos de comportamento magnético conhecidos são:

1. Diamagnetismo – corresponde ao tipo mais fraco de resposta magnética de um sistema. Todos os materiais apresentam propriedades diamagnéticas.

Todavia, quando outra forma de comportamento magnético estiver presente este efeito diamagnético, por ser muito mais fraco, é subjugado. O diamagnetismo é caracterizado por uma susceptibilidade negativa ( $-10^{-6} < \chi < 10^{-5}$ ). Este valor ser negativo é explicado pela lei de Lenz que postula que um circuito submetido a um campo magnético externo variável, cria um campo contrário que se opõe à variação deste campo externo. Nos materiais diamagnéticos o momento angular total dos átomos é nulo ( $J = L + S = 0$ ) onde  $L$  é o momento angular orbital e  $S$  o momento de spin. Isto quer dizer que estes materiais não possuem momento de dipolo magnético intrínseco, o qual é induzido pelo campo magnético externo [20]. Pode-se observar na figura 3.4.4.1 uma representação do diamagnetismo.



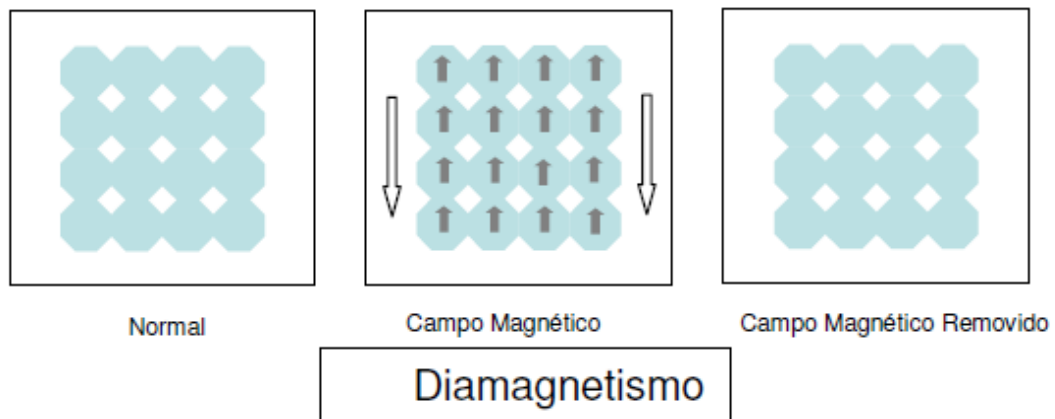


Figura 3.4.3.1: Esquema representativo de um material diamagnético quando submetido a um campo magnético. Adaptado de [21]

2. Paramagnetismo – estes materiais se caracterizam por apresentar uma susceptibilidade magnética positiva, porém baixa (entre  $10^{-5} < \chi < 10^{-3}$ ).

Esta susceptibilidade possui pouca variação com o campo aplicado e varia inversamente com a temperatura. Na ausência de um campo magnético os dipolos estarão aleatoriamente orientados. A aplicação de um campo externo ( $B_{ext.}$ ) irá tender ao alinhamento dos dipolos na direção do campo magnético. Esta tendência encontrará oposição na agitação térmica, pois a temperatura ( $T$ ) é inversamente proporcional a susceptibilidade paramagnética. Sendo assim, dois aspectos são importantes para determinação da origem do paramagnetismo: a magnitude de  $\chi$  ( $T$ ). Em alguns materiais cada átomo se comporta como um pequeno ímã, isto é, cada átomo possui um momento magnético diferente de zero. A causa deste momento magnético se deve a dois fatores: momento magnético orbital (movimento dos elétrons em suas órbitas) e o momento magnético de spin (campo associado aos spins dos elétrons). Portanto um átomo contendo número ímpar de elétrons será paramagnético. Podemos expressar a medida em que uma amostra paramagnética é magnetizada pela razão de seu momento dipolo magnético pelo volume  $V$ . Então o vetor magnetização  $M$  será dado por [21]:

$$M = \frac{\mu}{V} \quad \text{Equação 3.4.4.1}$$

Onde  $\mu$  é o momento magnético medido e  $V$  o volume. A unidade de  $M$  é ampere por metro (A/m). Pierre Curie, em 1895, descobriu empiricamente que a magnetização de um material paramagnético é diretamente proporcional ao campo magnético externo ( $B_{ext.}$ ) e inversamente proporcional à temperatura absoluta ( $T$ ).

$$M = C \frac{B_{ext}}{T} \quad \text{Equação 3.4.4.2}$$

A equação 3.4.3.2 é conhecida como Lei de Curie tendo C como a constante de Curie. De acordo com esta lei, aumentando ( $B_{ext.}$ ) há uma tendência de os momentos dos dipolos atômicos se alinharem e assim aumentar M, ao passo que aumentando T a tendência é perturbar o alinhamento via agitação termal e assim diminuir M. Apesar disto, esta lei só é aplicável quando a razão  $\frac{B_{ext.}}{T}$  não é muito grande [20]. Em suma, tanto o diamagnetismo quanto o paramagnetismo são propriedades magnéticas onde a magnetização é induzida através de campo magnético externo e desaparece quando este campo é retirado [20]. Pode-se observar na figura 3.4.4.2 uma representação do paramagnetismo.

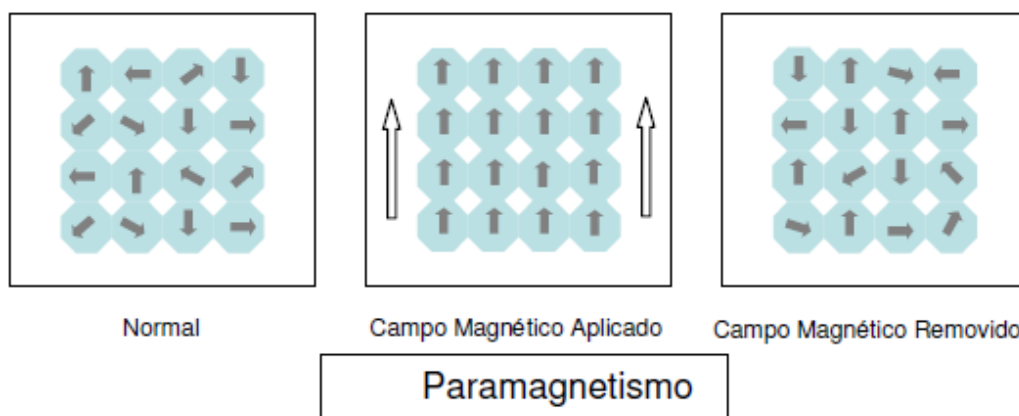


Figura 3.4.3.2: Esquema representativo de um material paramagnético quando submetido a um campo magnético. Adaptado de [21]

3. Ferromagnetismo – Estes materiais apresentam um magnetismo permanente abaixo de certa temperatura  $T_C$ .

Para que isto ocorra, é necessário algum tipo de interação entre os momentos magnéticos atômicos para que os ordene direcionalmente, gerando um momento magnético total não nulo. Elementos como ferro, cobalto, níquel e compostos contendo estes elementos podem exibir esta propriedade devido a um efeito quântico físico chamado acoplamento de troca. Neste efeito, os spins de um átomo interagem com os do átomo vizinho resultando no alinhamento dos momentos dipolo magnético dos átomos. Este alinhamento persistente é o que confere aos materiais ferromagnéticos seu magnetismo permanente. Se a temperatura de um material ferromagnético é elevada acima de um valor crítico  $T_C$  chamada de temperatura de Curie, o acoplamento de troca deixa de ser eficaz. Isto faz com que o material se torne paramagnético. Os dipolos mantêm a tendência de se alinhar com o campo

externo, mas de uma maneira muito mais fraca e a agitação térmica pode agora muito mais facilmente romper o alinhamento. Para o ferro a temperatura de Curie é 1043 K (770°C). Os valores de susceptibilidade magnética estão entre  $10^{-2} < \chi < 10^{+6}$  [20]. Pode-se observar na figura 3.4.4.3 uma representação do paramagnetismo.

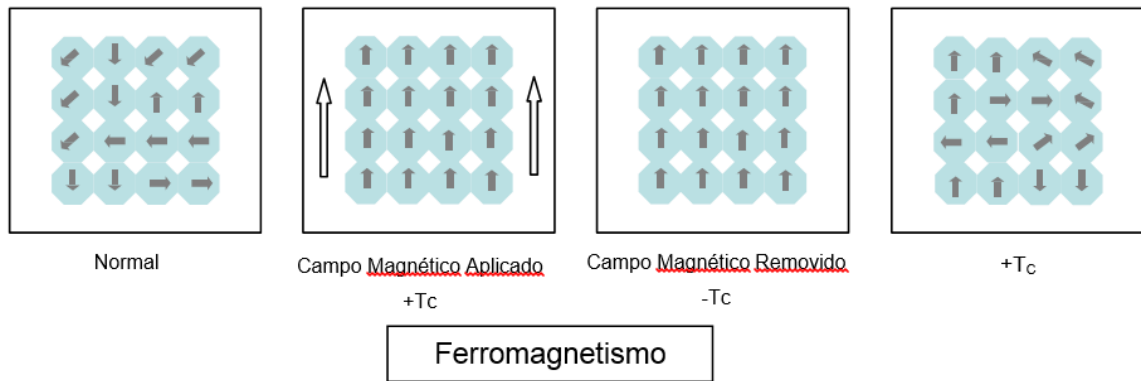


Figura 3.4.3.3: Esquema representativo de um material ferromagnético quando submetido a um campo magnético. Adaptado de [21]

4. Antiferromagnetismo – é gerado pelo alinhamento dos dipolos dos átomos em direções opostas, de modo que os momentos vizinhos se cancelam mutuamente. Como pode ser visto, esquematicamente na figura 3.4.4.4.

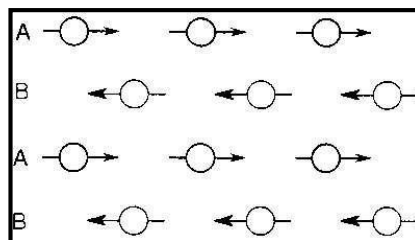


Figura 3.4.3.4: Momentos dipolo magnéticos de um material antiferromagnético; Adaptado de [20]

No antiferromagnetismo, a temperatura crítica é denominada de temperatura de Néel  $T_N$ , acima da qual o alinhamento espontâneo dos dipolos magnéticos desaparece e o material recupera o comportamento paramagnético. Assim, a susceptibilidade magnética possui valores baixos e positivos, entre  $0 < \chi < 10^{-2}$ .

5. Ferrimagnetismo – os momentos magnéticos de um tipo de íon em um tipo de sítio na rede são alinhados antiparalelos aos íons em outro sítio da rede. Como os momentos magnéticos não tem a mesma magnitude eles se cancelam apenas parcialmente e o material apresenta uma magnetização líquida mesmo na ausência de um campo externo. A susceptibilidade magnética possui valores entre  $10^{-2} < \chi < 10^{+6}$ . Um conhecido exemplo deste material é a magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ). Os íons  $\text{Fe}^{3+}$  estão distribuídos em dois sítios diferentes da rede, porém com momentos magnéticos opostos. Os íons  $\text{Fe}^{2+}$  (com menor momento magnético) são responsáveis pelo não pareamento dos momentos magnéticos, o que leva em domínios magnéticos permanentes na magnetita [20]. Um esquema do ferrimagnetismo pode ser observado na figura 3.4.4.5.

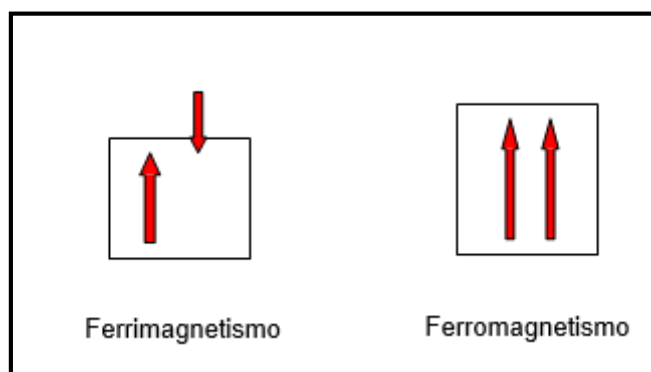


Figura 3.4.3.5: Esquema representando a diferença entre ferro e ferrimagnetismo. Adaptado de [20].

### 3.5 Domínios Magnéticos

Quando os aços ferromagnéticos são solidificados e, por isso, resfriados abaixo da temperatura de Curie gera-se o alinhamento dos momentos magnéticos atômicos, o que resulta em polos eletroestáticos. Este alinhamento resulta em um estado de alta energia no material, tornando-o instável. Deste modo, surgem regiões de forma homogênea e espontânea por todo o material, as quais possuem momentos magnéticos com direções distintas de modo a anularem uns aos outros em seu somatório. Estas regiões são chamadas de domínios magnéticos e garantem um estado de energia favorável ao material [5]. Os domínios magnéticos são áreas separadas entre si, as quais os sentidos de magnetização giram. Essa rotação magnética é chamada de parede de Bloch. Nesta região de rotação, emerge uma informação através da superfície.

### 3.5.1 Origem dos domínios magnéticos e as paredes de Bloch

Devido as interações atômicas, os momentos magnéticos dos átomos são obrigados a alinharem-se em paralelo, como pode ser observado na figura 3.5.1.1.

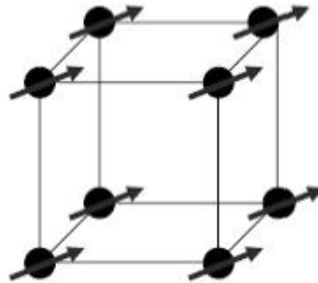


Figura 3.5.1.1: Alinhamento dos momentos magnéticos. Adaptado de [22]

A direção desses alinhamentos depende do tipo de estrutura do material, se ordenando em busca de um estado de mínima energia. A energia total de um material ferromagnético se da a partir do seguinte somatório [22]:

$$E_T = E_{ex} + E_m + E_{an} + E_{stric} + E_{dis} \quad \text{Equação 3.5.1.1}$$

Onde:

**$E_{ex}$**  é a energia de troca. Ela favorece as configurações de magnetização uniforme além de gerar uma tendência ao alinhamento dos momentos magnéticos atômicos, sendo esta a contribuição mais importante.

**$E_m$**  é a energia magnetostática. Ela favorece as configurações de magnetização que geram um momento magnético nulo. Esta energia ocorre devido às interações entre os momentos atômicos, o campo externo e entre os dipolos dos diferentes spins. Neste termo é considerada a energia oriunda do campo desmagnetizante.

**$E_{an}$**  é energia de anisotropia magnetocristalina. Ela ocorre devido as interações da magnetização com a rede cristalina. Na ausência de um campo magnético externo, o material ficará magnetizado em direções chamadas fáceis. Magnetizando o material nessas direções, a energia de anisotropia será mínima.

**Estric** é a energia magnetostrictiva. Ela indica a deformação na rede cristalina causada pela variação da magnetização. Materiais ferromagnéticos sofrem variação em suas dimensões quando são sujeitos a campos magnéticos externos.

**Edis** é a energia de desordem. Ela considera os efeitos devido às não-homogeneidades do material, à presença de defeitos como lacunas, discordâncias e impurezas não magnéticas.

Os materiais ferromagnéticos possuem grandes volumes de átomos nos quais os momentos magnéticos estão alinhados segundo uma direção de magnetização espontânea ou de fácil magnetização. Estas regiões são denominadas de domínios magnéticos. Um exemplo destas regiões pode ser observado na figura 3.5.1.2.

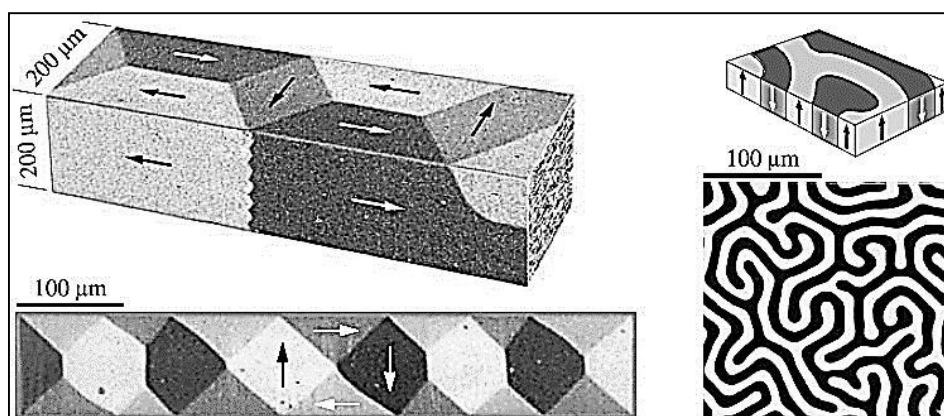


Figura 3.5.1.2: Esquema representativo dos domínios magnéticos orientados em várias direções. Adaptado de [5]

Devido a uma dependência das características da estrutura cristalina, a direção preferencial de magnetização é diferente em diversas regiões do material. Assim sendo, a direção de alinhamento dos momentos magnéticos varia de domínio para domínio.

A transição de uma direção de magnetização para outra em domínios adjacentes é contínua, isto é, a parede de domínio tem uma largura finita e, portanto, possui uma estrutura interna. O deslocamento angular total através de uma parede de domínio é frequentemente de  $180^\circ$  ou  $90^\circ$ . A Figura 3.5.1.3 exemplifica como é produzida a mudança de direção dos momentos magnéticos entre dois domínios com direções de magnetização oposta. Durante esta transição, emerge informação magnética pela superfície do material.

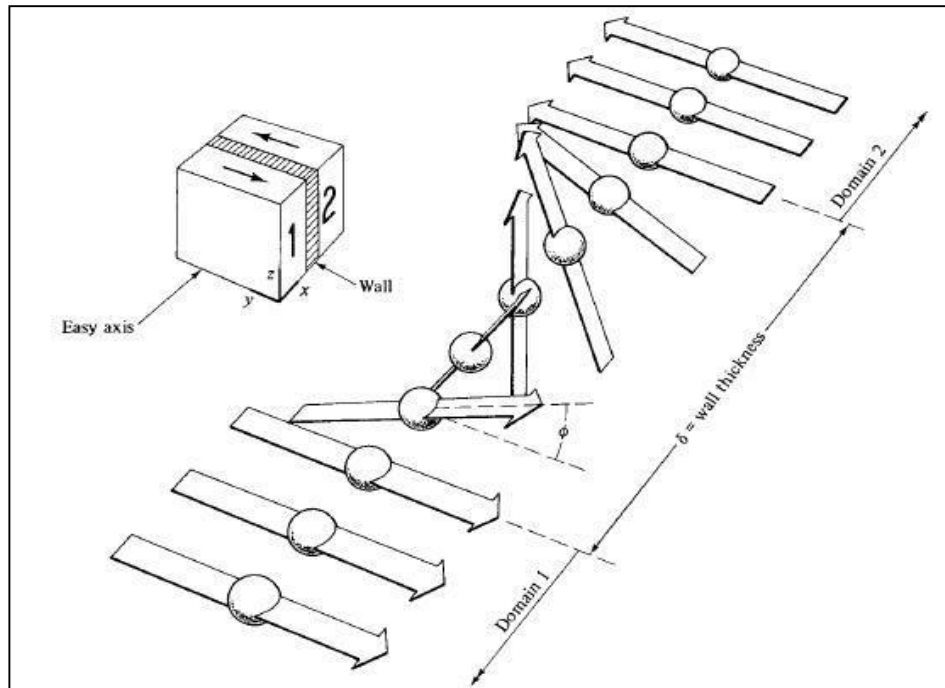


Figura 3.5.1.3: Estrutura de parede de domino de 180°. Adaptado de [22].

As regiões de transição entre os domínios magnéticos, ou seja, as paredes entre os domínios magnéticos são usualmente chamadas de paredes de Bloch. A facilidade com que as paredes dos domínios se movimentam e giram está relacionada com a energia magnetostática total, que varia com o tamanho, forma e a microestrutura do material. A movimentação é afetada pela presença de tensões e defeitos como, vazios, inclusões, partículas de segunda fase, discordâncias, defeitos pontuais e contornos de grão [22].

### 3.5.2 Técnica de observação Bitter

A técnica Bitter pode ser utilizada na observação das paredes de Bloch, uma vez que, na transição entre dois domínios adjacentes emerge informação magnética da superfície do material.

Esta técnica consiste no recobrimento, da amostra a ser investigada, por uma solução coloidal constituída por partículas ferromagnéticas. Estas partículas interagem com a informação magnética emanada pelas paredes de Bloch aglomerando-se nestes locais e, desta forma, permitindo a visualização dos domínios magnéticos através de microscopia ótica. A utilização desta técnica influi diretamente nos sentidos de magnetização dos domínios, uma vez que, as partículas ferromagnéticas possuem um campo magnético próprio. Para o trabalho em questão isto é prejudicial, pois deseja-se observar apenas as modificações dos

domínios magnéticos causadas pela deformação plástica. Para solucionar este problema, optou-se pela utilização do ferrofluido que será apresentado no item seguinte [29].

### **3.6 Ferrofluido**

O ferrofluido utilizado trata-se de uma solução coloidal de partículas superparamagnéticas com diâmetro de cerca de 10 nm. Estas partículas são capazes de interagir com ínfimos campos magnéticos, sendo então atraídas por estes campos sem exercer nenhuma influência sobre a informação magnética da amostra.

Estas partículas são na verdade partículas de magnetita, que por sua vez é magnética. Entretanto, materiais com dimensões extremamente reduzidas, como no caso destas nanopartículas magnéticas, o volume total da partícula corresponde a um único domínio magnético sendo por isso denominado monodomínio magnético. Assim, cada átomo de uma partícula faz parte de um arranjo magneticamente ordenado com os momentos magnéticos alinhados em uma única direção espacial. Devido a isto, estas partículas assumem a propriedade chamada de superparamagnetismo [24].

Devido ao superparamagnetismo, a forma pela qual um sólido composto por um grande número de momentos magnéticos reduz a energia magnética no espaço em torno do material é formar domínios magnéticos nas direções de fácil magnetização, de modo que a soma dos momentos dos domínios seja essencialmente zero. Embora dois domínios vizinhos tenham orientações diferentes, os momentos magnéticos em cada domínio são paralelos por causa da interação de troca. Desta forma, partículas superparamagnéticas conseguem reagir a uma informação magnética, sem que esta informação seja modificada ou influenciada.

A disputa entre a energia de troca e a energia de anisotropia magnetocristalina irá determinar a espessura das regiões de transição entre os domínios, ou seja, as paredes de Bloch. Se o tamanho das partículas é menor ou da mesma ordem que a espessura das paredes de Bloch, a configuração energeticamente mais favorável é um arranjo no qual todos os momentos magnéticos da amostra estão paralelos, conhecido como monodomínio. A figura 3.6.1 (a) mostra uma partícula que contém vários domínios, enquanto a figura 3.6.1 (b) mostra uma partícula que contém um único domínio [24].



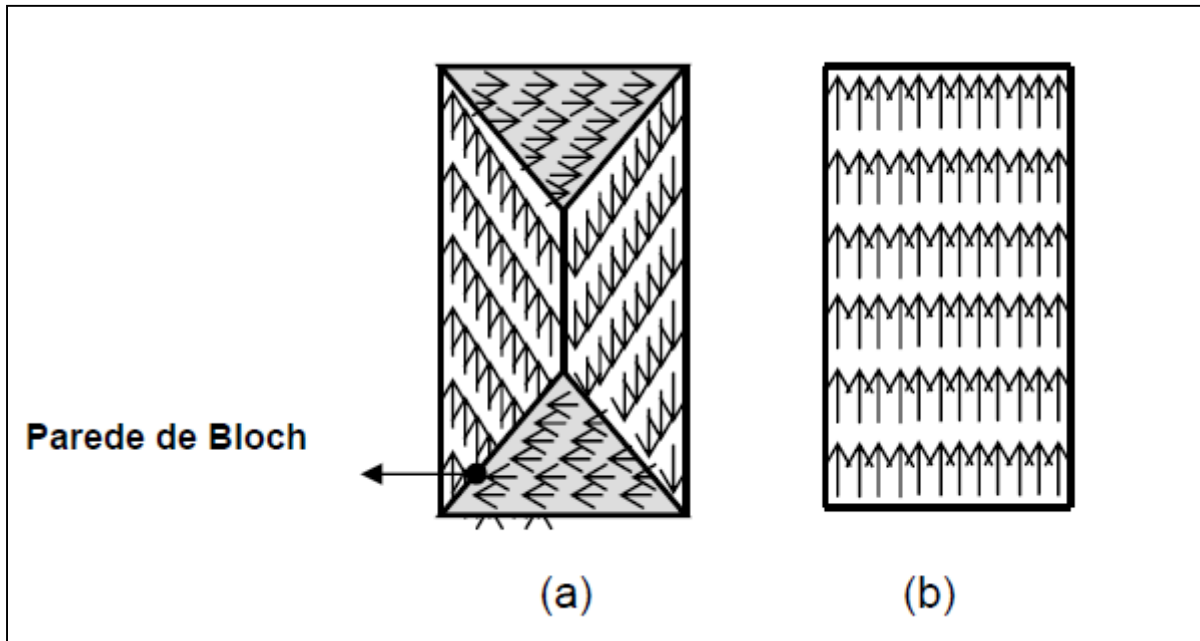


Figura 3.6.1: Partículas multidomínio e monodomínio. (a) Partícula multidomínio; (b) Partícula monodomínio.

Em 1949, Louis Néel (NÉEL, 1949) mostrou que partículas magnéticas extremamente pequenas podem apresentar um estado magnético peculiar. Este estado, chamado mais tarde de superparamagnetismo, pode ser descrito de modo bastante simples. Uma partícula monodomínio está magnetizada uniformemente, com todos os momentos magnéticos paralelos. A energia de anisotropia necessária para manter o momento magnético alinhado em uma direção determinada é expressa pela equação:

$$E(\theta) = E_B f(\theta) \quad \text{Equação 3.6.1}$$

Sendo  $E_B$  a barreira de energia que separa duas direções de fácil magnetização e  $f(\theta)$  uma função do ângulo entre os eixos de anisotropia e magnetização.

No caso de partículas de dimensões nanométricas, essa energia é relativamente pequena e pode ser comparável à energia térmica, dada por:

$$E_T = K_B T_a \quad \text{Equação 3.6.2}$$

Sendo  $K_B$  a constante de Boltzmann e  $T_a$  a temperatura absoluta.

Para partículas de dimensões nanométricas, o momento magnético da partícula como um todo sofre os efeitos da agitação térmica. O efeito dessa agitação sobre as propriedades magnéticas da partícula depende do tempo de medida. Se o tempo característico de uma medida é muito maior que o tempo de relaxação do sistema, que é função da temperatura e

do volume das partículas, o sistema se encontra no estado superparamagnético, logo a agitação térmica faz com que os momentos magnéticos não tenham uma orientação preferencial. Porém, se por outro lado, o tempo da medida é muito menor que o tempo de relaxação, os momentos magnéticos das partículas se mantêm paralelos durante o período de observação. A temperatura que separa os dois regimes é chamada de temperatura crítica de desbloqueio [22].

### 3.7 Microscopia óptica

O principal objetivo através da microscopia óptica é permitir a observação de estruturas menores que a resolução do olho humano. A microscopia óptica viabiliza uma análise de fase rápida, dando informações sobre a morfologia e o tamanho dos grãos de cada fase [25].

Seu funcionamento se dá através da iluminação do objeto com luz visível ou luz ultravioleta. O limite da sua resolução é determinado pelos efeitos de difração devido ao comprimento de onda da luz utilizada, podendo se obter um aumento de até 1000 vezes, e portanto, chegando a uma resolução de aproximadamente 250 nanômetros [26]. O microscópio apresenta dois sistemas de lentes convergentes; a objetiva e a ocular. A objetiva é um conjunto de lentes que apresenta pequena distância focal e que fornece uma imagem real e aumentada do objeto que é observado. A ocular funciona como uma lupa, que nos dá uma imagem virtual e aumentada da imagem real que se formou em pela objetiva [25].

A maioria dos microscópios dispões de sistemas de iluminação de campo claro (*brigthfield*), campo escuro (*darkfield*) e de interferência diferencial. No modo de iluminação de campo claro a luz viaja ao longo do eixo óptico, através da lente objetiva em direção à amostra que está sendo observada e, assim, a amostra é vista pela luz que ela reflete. Filtros especiais podem ser utilizados para abrandar a luz e aumentar o contraste. A microscopia de é um excelente modo para se examinar uma superfície polida [26].

No campo escuro a luz é direcionada para o exterior do cone que a objetiva compreende para iluminar a lâmina obliquamente, fazendo com que somente a luz refletida ou difratada pelas características da amostra entre na objetiva. Deste modo, a amostra aparece como um fundo preto com as características refletidas ou difratadas aparecendo com brilho. A utilização da iluminação de campo escuro potencializa a visibilidade de detalhes que são frequentemente não revelados pela iluminação de campo claro. Mesmo detalhes estruturais pequenos tonam-se visíveis com campo escuro. Sendo assim, a microscopia de

campo escuro mostra-se uma excelente técnica para uma varredura rápida, com um amplo campo de visão, para partículas, ranhuras ou resíduos químicos [26].

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Na figura 4.1 pode-se observar o fluxograma, o qual representa os macroprocessos realizados neste trabalho que serão explicados nos itens mais à frente.

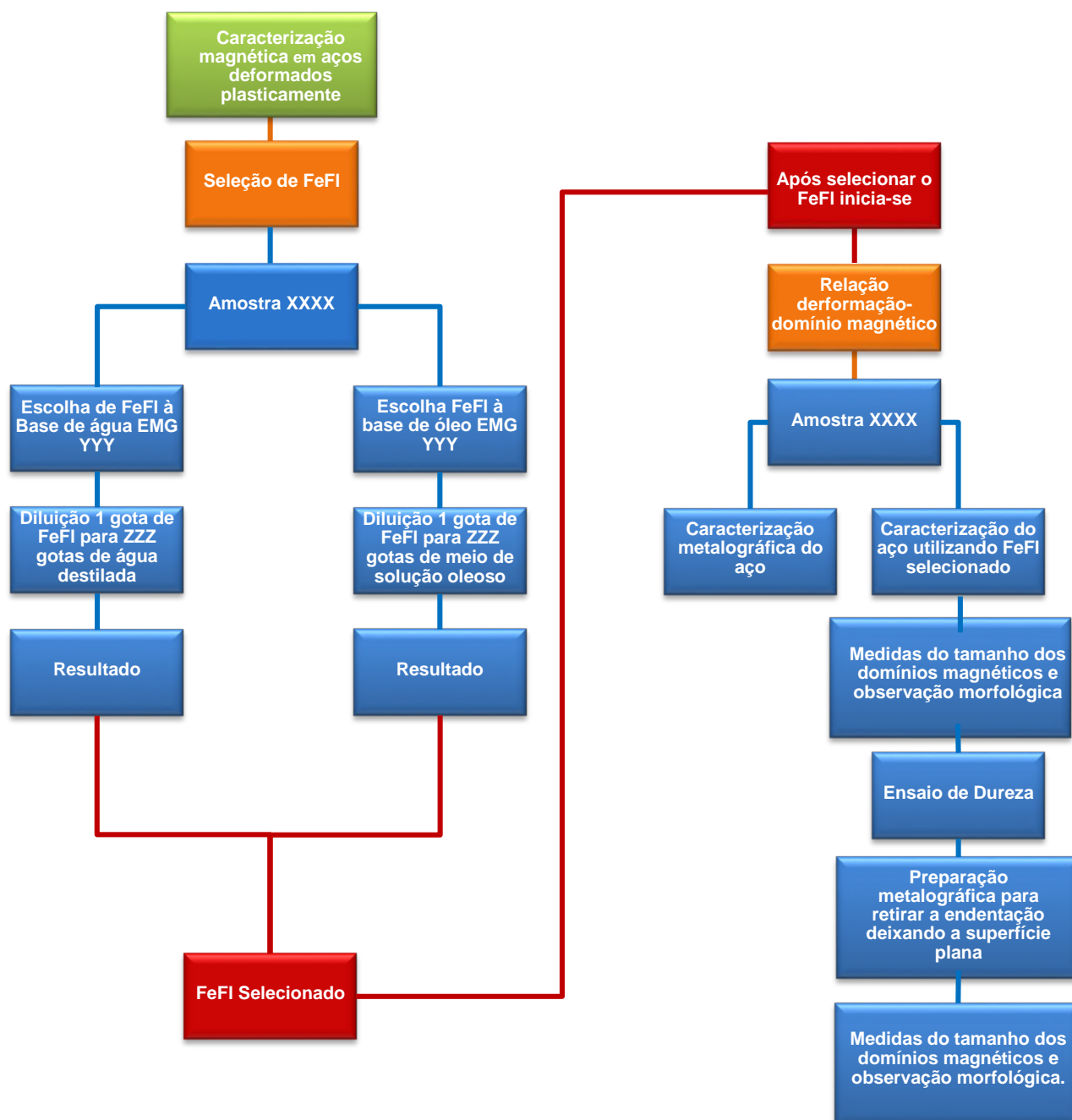


Figura 4.1: Fluxograma com os macroprocessos dos métodos utilizados.

## 4.1 Material

Para a realização deste trabalho foram utilizados como amostras os aços estruturais ASTM A283C, ASTM A366, ASTM 1045 e um exemplar de aço inoxidável austenítico AISI 304. O ferrofluido foi utilizado para a observação das informações magnéticas destas amostras.

### 4.1.1 Aços

Os aços estruturais analisados são de médio carbono e não ligados, já a amostra de aço inoxidável se trata de um aço austenítico metaestável ligado de baixo carbono. Na tabela 4.1.1.1 seguem as composições químicas dos materiais utilizados.

Tabela 4.1.1.1: Composição dos aços estudados.

Número do material	ASTM	DIN	C%	Mn%	P%	S%	Cu%	Si	Cr%	Ni
10330	A366	St12	0,08	0,60	0,03	0,04	0,2	-	-	-
10037	A283C	St37	0,22	1,60	0,04	0,05	-	0,05	-	-
11191	1045	Ck45	0,45	0,75	0,03	0,03	-	0,25	-	-
14301	304	V2A	0,08	2,00	0,04	0,03	-	1,00	20,00	10,50

### 4.1.2 Ferrofluido

O ferrofluido foi adquirido através da empresa Ferrotec e subdivide-se nas séries EMG308, EMG408 e EMG807, estes à base d'água, e a série EMG 911, esta à base de óleo mineral. Este óleo mineral também é fornecido pela empresa Ferrotec que o denomina como EMG900 solvente. Cada série além de possuir meios de dissolução diferentes (água ou óleo), também possui diferentes saturações de magnetização das partículas e diferentes viscosidades, como pode ser observado na tabela 4.1.2.1:

Tabela 4.1.2.1 Propriedades e meios de dissolução dos diversos tipos de ferrofluido utilizados.

Série	Saturação magnética (mT)	Viscosidade (mPa-s)	Meio de dissolução
EMG 308	6,6	2	Água destilada
EMG 408	6,6	2	Água destilada
EMG 807	11	<5	Água destilada
EMG 911	11	2	Óleo mineral

Há uma tendência para que as partículas magnéticas se aglomerem de modo a formar agregados. Para melhores resultados a empresa recomenda a utilização de seu produto até 90 dias após a fabricação. Nota-se que os produtos EMG 308 e 408 da tabela 4.1.2.1 possuem as mesmas propriedades físicas, conforme fornecido pela empresa Ferrotec, porém sua diferença se dá no tempo de aplicação do produto para se obter os resultados desejados.

## 4.2 Preparação metalográfica

Os aços foram recebidos em chapas laminadas com dimensões de 60 milímetros de comprimento por 10 milímetros de largura por 5 milímetros de espessura. Estas chapas foram cortadas utilizando-se um disco de corte 30A13 fabricado pela empresa Struers, um modelo do corte pode ser observado na figura 4.2.1. Em seguida cada corpo de prova (CP) foi embutido utilizando-se pó de metil-metacrilato (Dermotec 35), da empresa Dermotec, que ao adicionar um solvente fornecido pela mesma empresa gera uma peça de resina, em 20 minutos, que envolve o CP facilitando desta forma as seguintes etapas de preparação, vide figura 4.2.2. Após o embutimento, os corpos de prova foram lixados utilizando-se lixas de granulometria a partir de #120 $\mu$ m até #1500 $\mu$ m. Posteriormente, foram polidos utilizando partículas de alumina de 3 $\mu$ m e 1 $\mu$ m em meio líquido e os respectivos panos de polimento DAC 3 $\mu$ m e NAP 1 $\mu$ m, fabricados pela empresa Struers, obtendo uma superfície espelhada. Para um melhor acabamento superficial das amostras, foi realizada mais uma etapa de polimento com sílica coloidal de tamanho de grão aproximado de 25  $\mu$ m (OPS) utilizando-se o devido pano de polimento e a solução MasterMet 25, também da Struers.

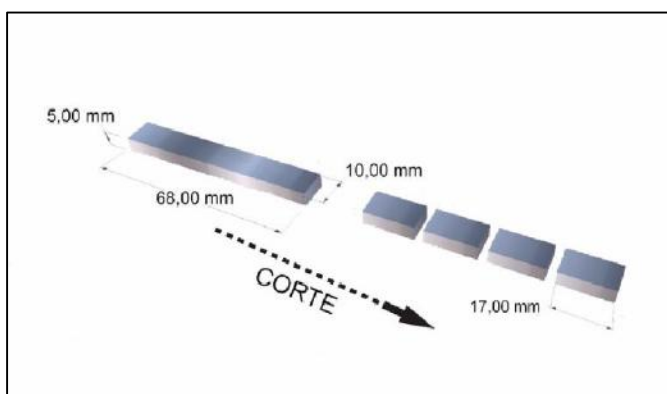


Figura 4.2.1: Modelo das amostras antes e após o corte.



Figura 4.2.2: Amostras cortadas e embutidas.

### 4.3 Caracterização Microestrutural

Após a preparação metalográfica os corpos de prova foram atacados quimicamente com o intuito de revelar e então observar sua microestrutura. Para os aços estruturais foi utilizado o reagente químico nital, onde as amostras foram imersas por cerca de 15 segundos com posterior lavagem em água destilada corrente e secagem com auxílio de álcool e ar comprimido. Para o aço AISI 304 foi utilizado tanto o reagente Kane, que revela a estrutura martensítica em aços cromo-níquel, quanto o reagente V2A-Beize, que revela contornos de grão da austenita e algumas fases, como por exemplo, ferrita delta. A composição química, o método, a temperatura e a finalidade dos ataques utilizados podem ser observados na tabela 4.3.1.

Tabela 4.3.1: Composição química, temperatura, método e finalidade do ataque

Ataque	Composição química	Método	Temperatura	Finalidade
Nital	2 ml $\text{HNO}_3$ + 98 ml $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$	Imersão	25°C	Revelar microestrutura dos aços estruturais
Kane	60 ml $\text{HCl}$ + 6 ml $\text{H}_2\text{O}$ + 6 g $\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$	Imersão	25°C	Revelar a estrutura martensítica em aços cromo-níquel
V2A-Beize	100 ml $\text{HCl}$ + 100 ml $\text{H}_2\text{O}$ + 10 ml $\text{HNO}_3$ + 0,2 – 2 ml de inibidor de decaagem	Imersão	50 - 70 °C	Revelar microestrutura austenítica

As amostras devidamente atacadas foram levadas ao microscópio óptico Axioplan 2, para serem capturadas imagens de sua microestrutura, da empresa ZEISS, que conta com uma câmera modelo UI2240SE-C de 1.0 megapixel e o software Pixelferber pode ser utilizado para realizar medidas nas imagens capturadas.

#### 4.4 Seleção do Ferrofluido

O Ferrofluido é usualmente utilizado na indústria de armazenamento de dados na área da tecnologia de informação, portanto não há nenhuma especificação para sua utilização nos metais. Devido a isto houve a necessidade de um estudo prévio para uma melhor aplicação e dissolução dos diferentes tipos de ferrofluido adquiridos.

Para tal, cada tipo de ferrofluido foi dissolvido em diferentes proporções dos respectivos meios de dissolução, água ou óleo, e testados nas amostras que foram levadas para microscopia óptica após aplicação e secagem do ferrofluido. A literatura sugere que quanto maior a dissolução, melhor será a movimentação das partículas superparamagnéticas pela superfície da amostra e menor será a probabilidade de formação de agregados.

A diluição foi realizada em um pequeno bécher de vidro e foi feita gota a gota com o auxílio de seringas. Foi definida, de forma empírica, a utilização de uma gota de ferrofluido, seja ela a base d'água ou óleo, e variáveis quantidades de solvente. Através de testes realizados empiricamente, definiu-se que tal estudo começaria a partir da proporção de 1:20 até a proporção de 1:200 aumentando de 20 em 20 gotas de solvente.

A aplicação da solução de ferrofluido já diluída foi realizada com o auxílio de seringas. As gotas eram despejadas uma a uma na superfície da amostra até formar uma camada fina e homogênea que recobrisse toda a área da amostra. Após cerca de 10 minutos da aplicação do ferrofluido a base d'água ou 5 minutos para o a base de óleo, retirava-se o excesso da superfície da amostra para que fosse levada à microscopia óptica para captura de imagens. O tempo de aplicação será abordado durante os resultados. Após a avaliação das imagens, observando a resolução e contraste dos domínios magnéticos, definiu-se a dissolução ideal



Figura 4.4.1: Bécher utilizado para diluição do ferrofluido.



Figura 4.4.2: Materiais utilizados para aplicação do ferrofluido.



para cada tipo de ferrofluido capaz de revelar com maior contraste e nitidez a informação magnética as amostras em questão.

#### 4.5 Caracterização dos aços, não deformados, com ferrofluido

Após definidas as proporções de dissolução ideais para cada tipo de ferrofluido, amostras de cada tipo dos diferentes aços estudados foram preparadas metalograficamente e submetidas à aplicação do ferrofluido. Após isto, as amostras foram levadas para microscopia óptica para captura sistemática de imagens varrendo toda superfície da amostra para garantir estatisticamente a observação morfológica e dimensional tanto dos domínios magnéticos quanto das fases com carácter de maior magnetismo nas amostras. Para medição da distância entre as paredes de Bloch foi utilizado o programa Pixelferber.

#### 4.6 Correlação da informação magnética e microestrutura convencional

Durante a caracterização dos aços, não deformados, com ferrofluido percebeu-se que esta técnica possui a capacidade de revelar não apenas os domínios magnéticos, mas também fases que possuem um carácter magnético mais acentuado.

Com o intuito de observar esta propriedade, as amostras foram divididas em diferentes setores que receberam uma marcação (um leve arranhão feito com uma faca cerâmica) de modo a determinar uma mesma região para ser observada tanto com o ferrofluido quanto com ataque químico que revele a microestrutura convencional do material. A forma com que as amostras foram divididas em setores pode ser observada na figura 4.6.1.

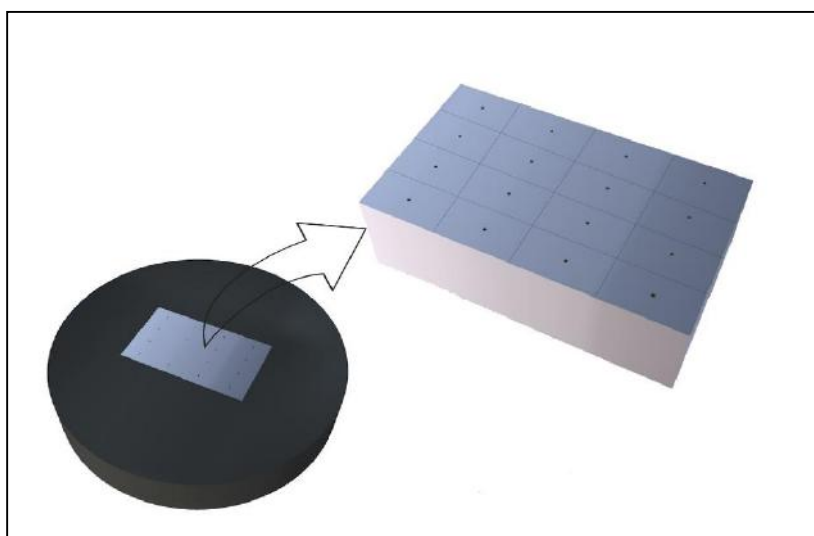


Figura 4.6.1: Esquema de setorização e marcação nas amostras.

Estas amostras marcadas foram submetidas ao ensaio com ferrofluido e imagens das regiões marcadas foram capturadas com diferentes aumentos. Em seguida, as amostras com ferrofluido foram cuidadosamente limpas com detergente e solução de ácido acético que cria um meio iônico, o qual as partículas superparamagnéticas do ferrofluido, já seco na amostra, utilizam para transportarem-se e aglomerarem-se umas com as outras, limpando desta forma a superfície da amostra. A amostra limpa foi atacada com o reagente específico para que a microestrutura do material pudesse ser revelada e, novamente, foram capturadas imagens das regiões marcadas.

Devido às marcas realizadas nas amostras foi possível comparar exatamente as mesmas regiões, em diferentes aumentos, tanto da informação magnética quanto microestrutura convencional, possibilitando desta forma, a sua comparação.

#### **4.7 Ensaio de dureza e deformação plástica por estampagem**

Da motivação deste trabalho tem-se como núcleo principal o objetivo de observar a modificação da informação magnética dos aços em questão após sofrerem deformação plástica. Escolheu-se o ensaio de dureza como fonte de deformação plástica, uma vez que este promove uma deformação plástica localizada e uniforme. Desta forma a localização e comparação de regiões deformadas plasticamente e não deformadas após posterior ensaio com ferrofluido foi facilitada.

##### **4.7.1 Caracterização dos aços, deformados plasticamente, com ferrofluido através do ensaio de dureza**

Para caracterizar sistematicamente o comportamento dos domínios magnéticos após a deformação plástica o seguinte experimento, que se divide em 3 etapas, foi proposto:

A primeira etapa foi a observação dos domínios magnéticos, através de ensaios com ferrofluido, em áreas específicas das amostras que foram definidas pela diagonal da amostra como pode ser observado na figura 4.7.1.1.

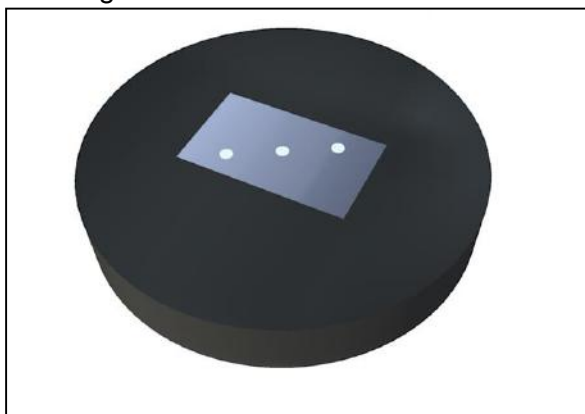


Figura 4.7.1.1: Esquema que identifica as regiões ensaiadas com ferrofluido antes da deformação plástica. 45

A segunda etapa foi a realização de três endentações (nas áreas supracitadas) com uma esfera de 2,5 mm de diâmetro do tipo Brinell, na diagonal das amostras, com idênticas cargas de 612,9 N distando 7,0 mm entre si, de modo a evitar a zona de influência da deformação plástica ocasionada pelo endentador. Também foram realizadas duas endentações do tipo Vickers nas bordas das amostras para serem utilizadas como controle, para que fosse possível saber, caso necessário, a perda de material durante os processos metalográficos subsequentes. Esta etapa pode ser observada no modelo representado pela figura 4.7.1.2.

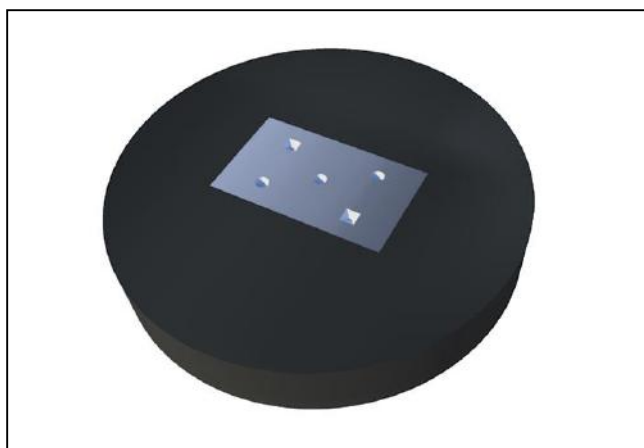


Figura 4.7.1.2: Modelo representativo da etapa 2.  
Localização das endentações

A terceira etapa consistiu na preparação metalográfica das amostras de modo a retirar as endentações por meio das lixas e polimentos até as amostras ficarem novamente planas nas áreas onde foram realizadas as endentações do tipo Brinell. Após isto, as amostras foram novamente ensaiadas com ferrofluido possibilitando observar as modificações da informação magnéticas nas regiões onde estavam as endentações, após a deformação plástica. Esta etapa pode ser observada no modelo representado pela figura 4.7.1.3

A realização deste experimento possibilitou a observação do comportamento da informação magnética de uma mesma região antes e após a deformação plástica.

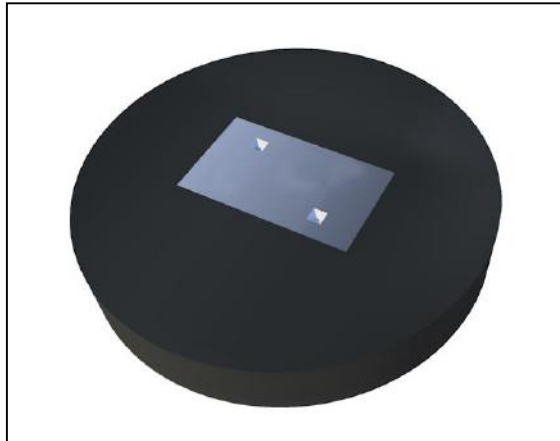


Figura 4.7.1.3: Modelo representativo da etapa 3. Após retirada das endentações do tipo Brinell.

#### **4.7.2 Caracterização dos aços, deformados plasticamente, com ferrofluido através da estampagem de caracteres**

Um segundo experimento proposto, para a validação da eficiência da técnica Bitter modificada, para o aço AISI 304 se deu na estampagem dos caracteres “BAM” na matriz austenítica metaestável, ocorrendo assim a transformação martensítica nestes locais específicos. Tal experimento ocorreu em 3 etapas:

A primeira etapa foi a observação dos domínios magnéticos, através de ensaios com ferrofluido, na área onde seria feita a estampagem dos caracteres “BAM”.

A segunda etapa baseou-se na preparação metalográfica de uma amostra do aço AISI 304 e em seguida, com auxílio de martelos de estampagem, a estampagem dos caracteres “BAM” no seio da amostra, como mostrado na figura 4.7.2.1. Cabe ressaltar que a estampagem do caractere “A” foi realizada com maior profundidade para facilitar a etapa seguinte.



Figura 4.7.2.1: Modelo representativo da etapa 2. Localização dos caracteres “BAM” estampados.

A terceira e última etapa consistiu na preparação metalográfica das amostras de modo a retirar os caracteres “B” e “M” por meio das lixas e polimentos até a amostra ficar novamente plana na região onde foi realizada a estampagem destes caracteres, como mostrado na figura 4.7.2.2. Após isto, as amostras foram novamente ensaiadas com ferrofluido possibilitando observar as modificações da informação magnética na região onde estavam os caracteres, após a deformação plástica. A permanência do caractere “A” foi utilizada apenas para facilitar a realocização da região onde houve a estampagem.

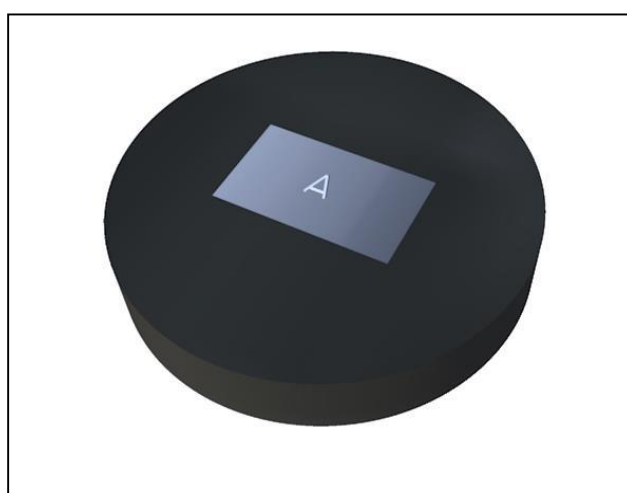


Figura 4.7.2.2: Modelo representativo da etapa 3. Localização dos caracteres “A” após retirada dos caracteres “B” e “M” estampados.

Este experimento foi capaz de verificar a fineza da resolução do ensaio com ferrofluido além de ter sido realizado “in situ” para possibilitar a observação da interação das partículas superparamagnéticas presentes no ferrofluido tanto com a matriz austenítica paramagnética quanto com a martensita ferromagnética formada após a deformação plástica.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Serão apresentados a seguir os resultados da caracterização microestrutural dos aços, observação e avaliação da informação magnética das amostras sem deformação plástica através de ensaios com ferrofluido, resultados representativos da correlação das microestruturas convencionais (fases e tamanhos de grão) com as informações magnéticas observadas através do ensaio com ferrofluido e, por fim, serão apresentados resultados, também representativos, das alterações da informação magnética macroestruturais e microestruturais das amostras após deformação plástica.

### 5.1 Caracterização microestrutural

A figura 5.1.1 mostra em diferentes magnificações a microestrutura do aço ASTM A366. É possível observar que sua microestrutura é composta por grãos médios de matriz ferrítica com pequenas ilhas de perlita formadas no interior dos seus grãos, assim como visto no item 3.1.

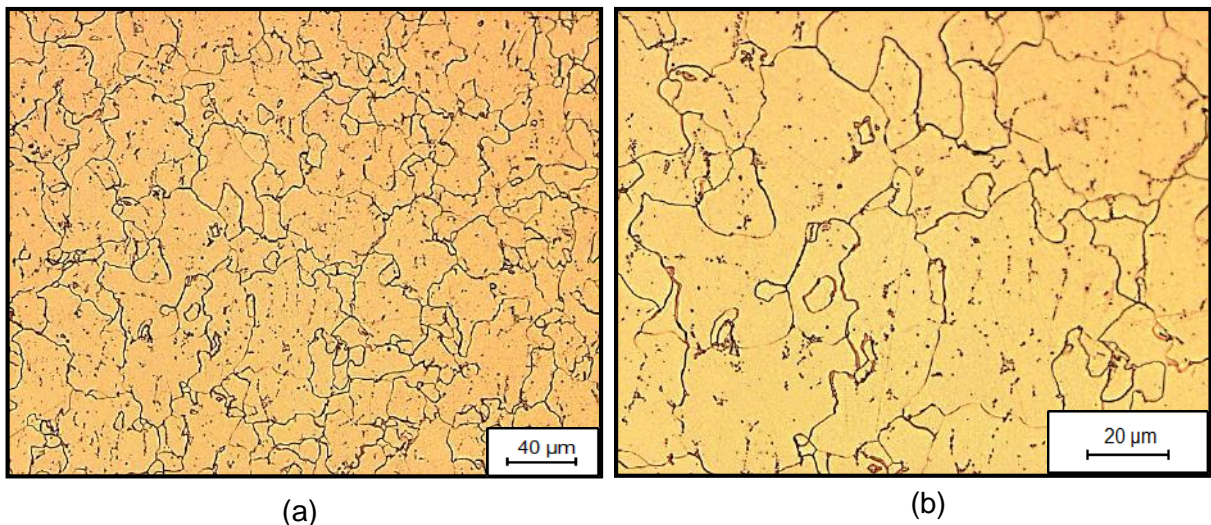


Figura 5.1.1: Microestrutura do aço ASTM A366 revelada através de nital por 15s. Em (a) tem-se um aumento de 100X enquanto em (b) tem-se um aumento de 200X.



A figura 5.1.2 mostra em diferentes magnificações a microestrutura do aço ASTM A283C. Sua microestrutura é composta por grãos médios de matriz ferrítica com formação de perlita lamelar na região entre os contornos de grão, assim como visto no item 3.1. Na figura 5.1.2 (a) é possível observar duas manchas negras. Estas manchas são marcações realizadas para ensaios que serão realizados no subitem 5.3.

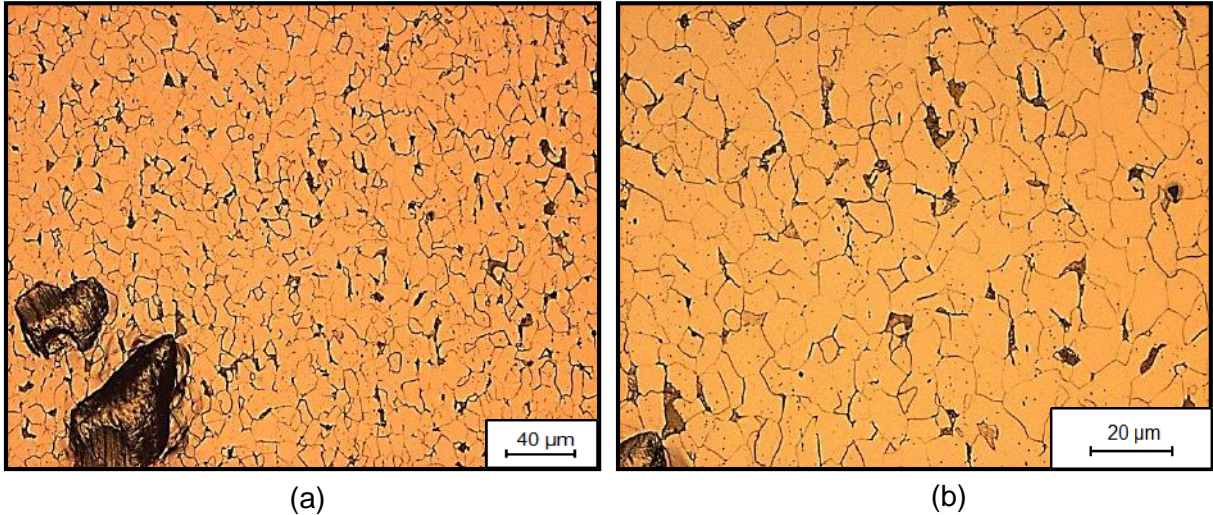


Figura 5.1.2: Microestrutura do aço ASTM A283C revelada através de nital por 15s. Em (a) tem-se um aumento de 100X enquanto em (b) tem-se um aumento de 200X.

A figura 5.1.3 mostra em diferentes magnificações a microestrutura do aço ASTM 1045. Sua microestrutura é composta por uma matriz ferrítica (regiões claras) e por grandes formações de perlita (região escura), assim como visto no item 3.1.

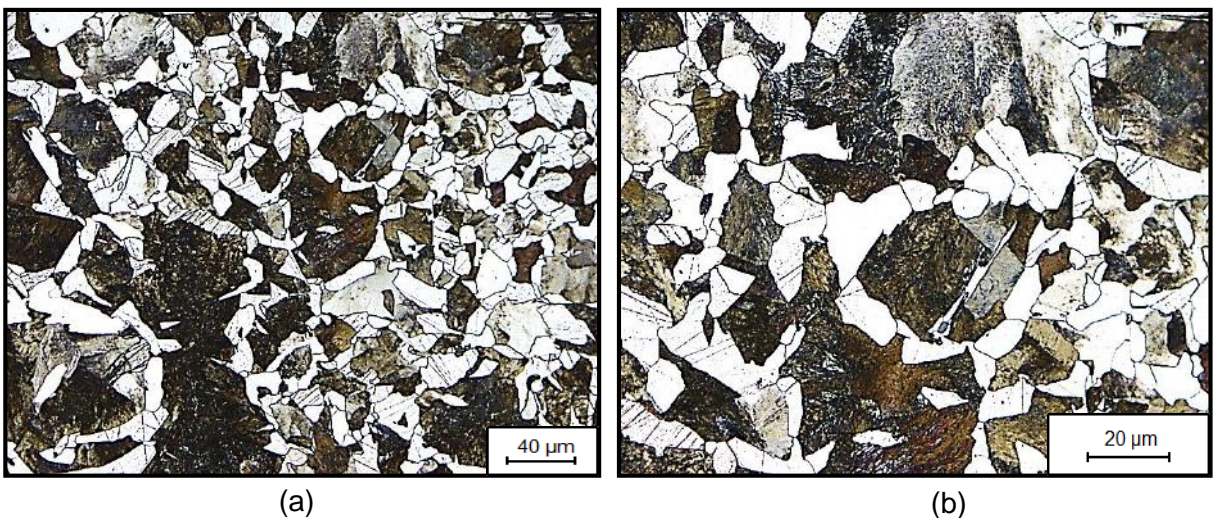


Figura 5.1.3: Microestrutura do aço ASTM 1045 revelada através de nital por 15s. Em (a) tem-se um aumento de 100X enquanto em (b) tem-se um aumento de 200X.



A figura 5.1.4 mostra em diferentes magnificações a microestrutura do aço AISI 304. Assim como visto no item 3.2. Sua microestrutura é composta por uma matriz austenítica e percebe-se a formação de maclas por toda sua microestrutura. A preparação metalográfica pode gerar, devido à pressão exercida sob a amostra durante as etapas de preparo, tanto estas regiões com maclas, quanto pequenas áreas com martensita.



Figura 5.1.4: Microestrutura do aço ASTM 304 revelada através de Kane e V2A-Beize. Em (a) tem-se um aumento de 100X enquanto em (b) tem-se um aumento de 200X.

## 5.2 Seleção do ferrofluido

Todas as amostras dos aços estudados foram utilizadas para a seleção do ferrofluido, porém neste item serão apresentados apenas alguns resultados que se mostram representativos.

A princípio foi observada a diferença entre as imagens obtidas ao utilizar tanto o ferrofluido à base d'água quanto o ferrofluido a base de óleo mineral. Na figura 5.2.1 pode-se observar os resultados ao utilizar o ferrofluido à base d'água em uma amostra ASTM A283C e na figura 5.2.2, também em uma amostra ASTM A283C, é possível observar os resultados ao utilizar o ferrofluido à base de óleo mineral.

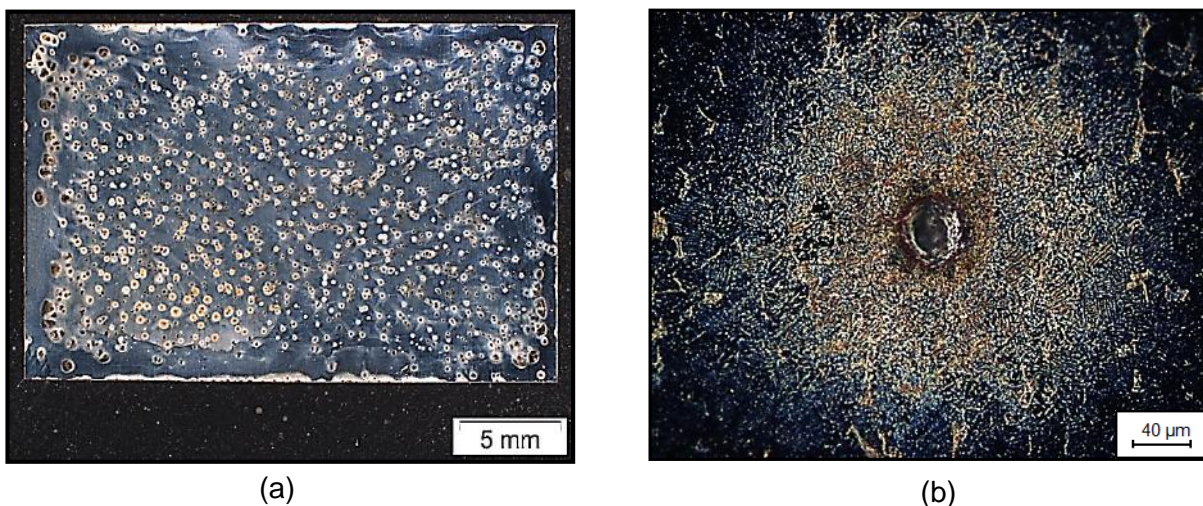


Figura 5.2.1: Amostra ASTM A283C ensaiada com ferrofluido EMG 408 à base d'água. "b" representa maior aumento de uma região em "a".

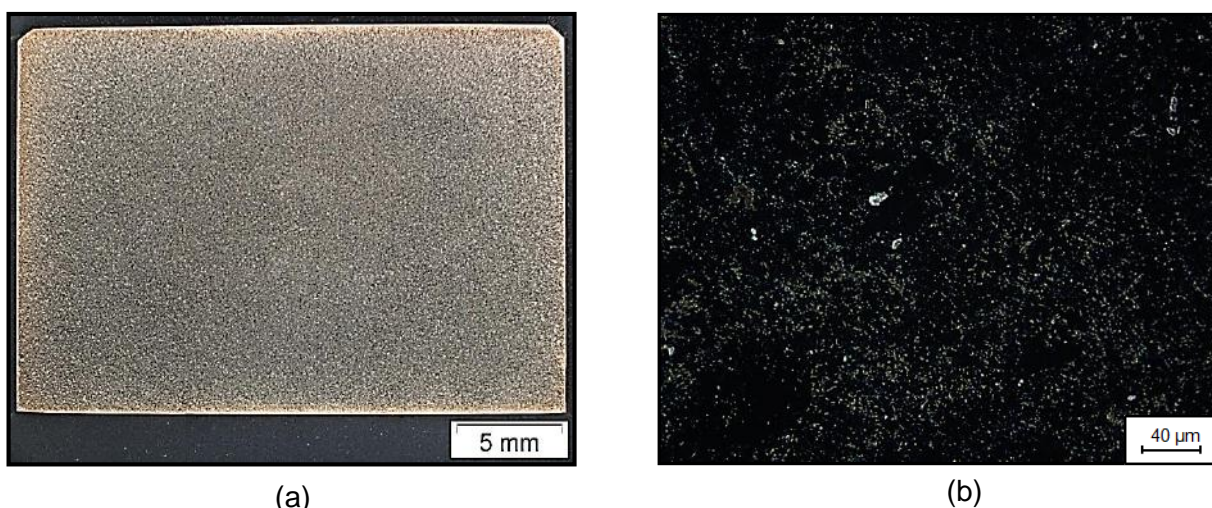


Figura 5.2.2: Amostra ASTM A283C ensaiada com ferrofluido EMG 911 à base de óleo mineral. "b" representa maior aumento de uma região em "a".

Como os aços A366, A283C e 1045 não são aços do tipo inoxidável, ao se utilizar o ferrofluido à base d'água destilada, ocorrem pites de corrosão localizada por toda a superfície da amostra, como pode ser visto na figura 5.2.1 (a). Entretanto, estes pontos de corrosão localizada geram um gradiente magnético para o centro do pite, similar ao efeito de canto, o que faz as partículas superparamagnéticas constituintes do ferrofluido se aglomerarem preferencialmente nas regiões com informação magnética ao entorno do pite, construindo, portanto, um melhor contraste, como pode ser observado na figura 5.2.1 (b).

Quando utilizado o ferrofluido a base de óleo mineral, evita-se qualquer tipo de problema com corrosão, além da camada de ferrofluido distribuir-se homogeneamente por



toda superfície da amostra, gerando um resultado macroscópico de melhor qualidade, como pode ser observado na figura 5.2.2.

As figuras 5.2.3 e 5.2.4 mostram em maior aumento regiões de uma amostra do aço ASTM A283C ensaiadas tanto com ferrofluido a base d'água destilada quanto com óleo mineral, respectivamente, com o intuito de distinguir o melhor contraste para a visualização dos domínios magnéticos.

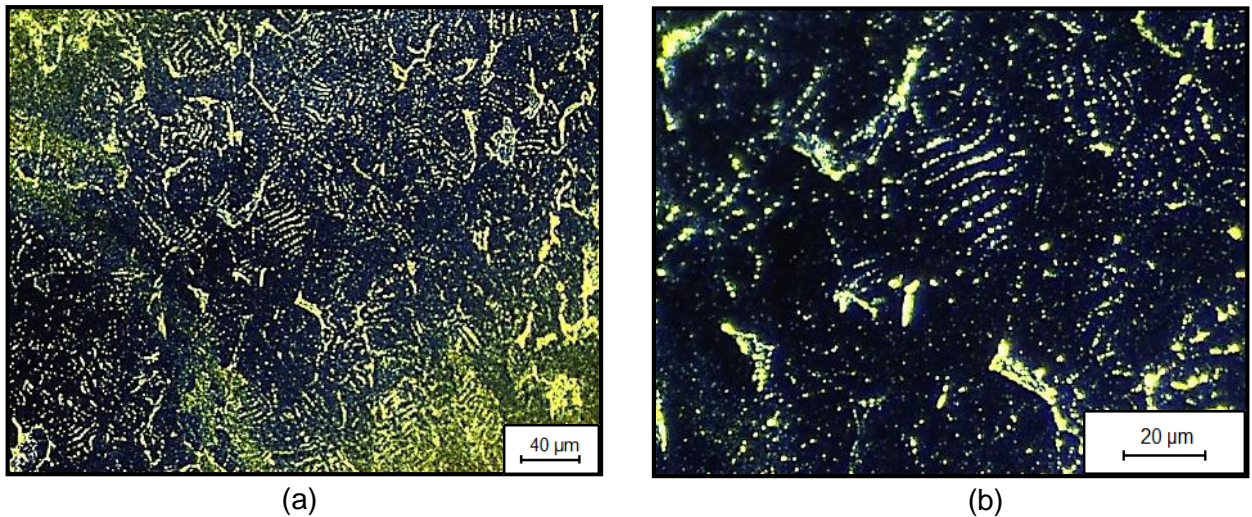


Figura 5.2.3: Domínios magnéticos de uma amostra ASTM A283C observados com ferrofluido EMG 408 à base d'água. "b" representa maior aumento de uma região em "a".

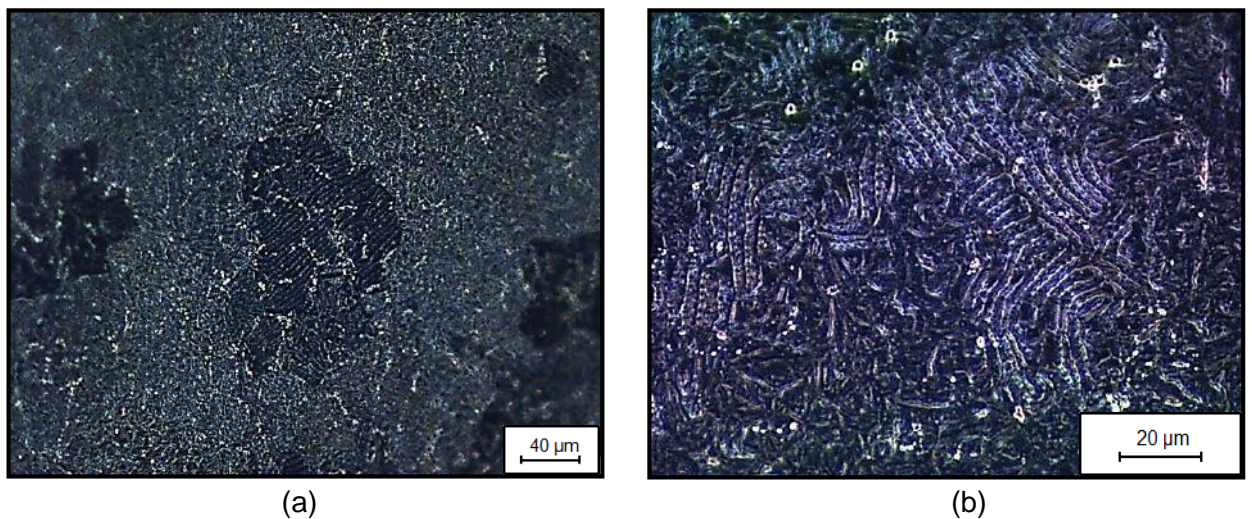


Figura 5.2.4: Domínios magnéticos de uma amostra ASTM A283C observados com ferrofluido EMG 911 à base d'água. "b" representa maior aumento de uma região em "a".

Nota-se a partir da figura 5.2.3 (a) e sua maior magnificação em (b) o nítido contraste da localização das paredes de Bloch. As partículas superparamagnéticas constituintes do

ferrofluido aglomeram-se nas paredes de Bloch, que determinam a fronteira entre os domínios magnéticos, ou seja, a distância entre duas paredes de Bloch, que podem ser observadas como as listras indicadas na figura 5.2.3 (b), definem um domínio magnético. Já na figura 5.2.4 apesar de ainda distinguíveis os domínios magnéticos, estes se apresentam com menor contraste, ao compararmos com os resultados do ensaio com ferrofluido à base d'água.

Cada meio de dissolução do ferrofluido mostrou ter suas vantagens e desvantagens para objetivos distintos. Desta forma o ferrofluido à base d'água mostrou-se vantajoso para uma análise microscópica da informação magnética presente nas amostras, já que possui maior contraste em relação ao ferrofluido a base de óleo mineral. Todavia, o ferrofluido a base de óleo mineral produz resultados de análise macroscópica com melhor qualidade, uma vez que este se distribui homogeneamente na superfície da amostra e não causa nenhum tipo de efeito corrosivo.

Após determinar qual o melhor meio de dissolução a ser utilizado para cada caso, foi preciso realizar um estudo para determinar a proporção adequada de ferrofluido/solvente para cada um desses dois meios de dissolução. A figura 5.2.5 mostra a evolução em estágios deste estudo para o ferrofluido EMG 308 à base d'água em uma amostra do aço ASTM A283C, que se mostra representativo tanto para os outros ferrofluidos das séries EMG300, EMG400 e EMG800, onde a água destilada atua como solvente, quanto para a série EMG 900, onde o óleo mineral atua como solvente. Na figura 5.2.5 (a) tem-se o resultado da dissolução de 1 gota de ferrofluido para 60 gotas de água destilada, em (b) tem-se 1 para 100 e em (c) tem-se 1:160.



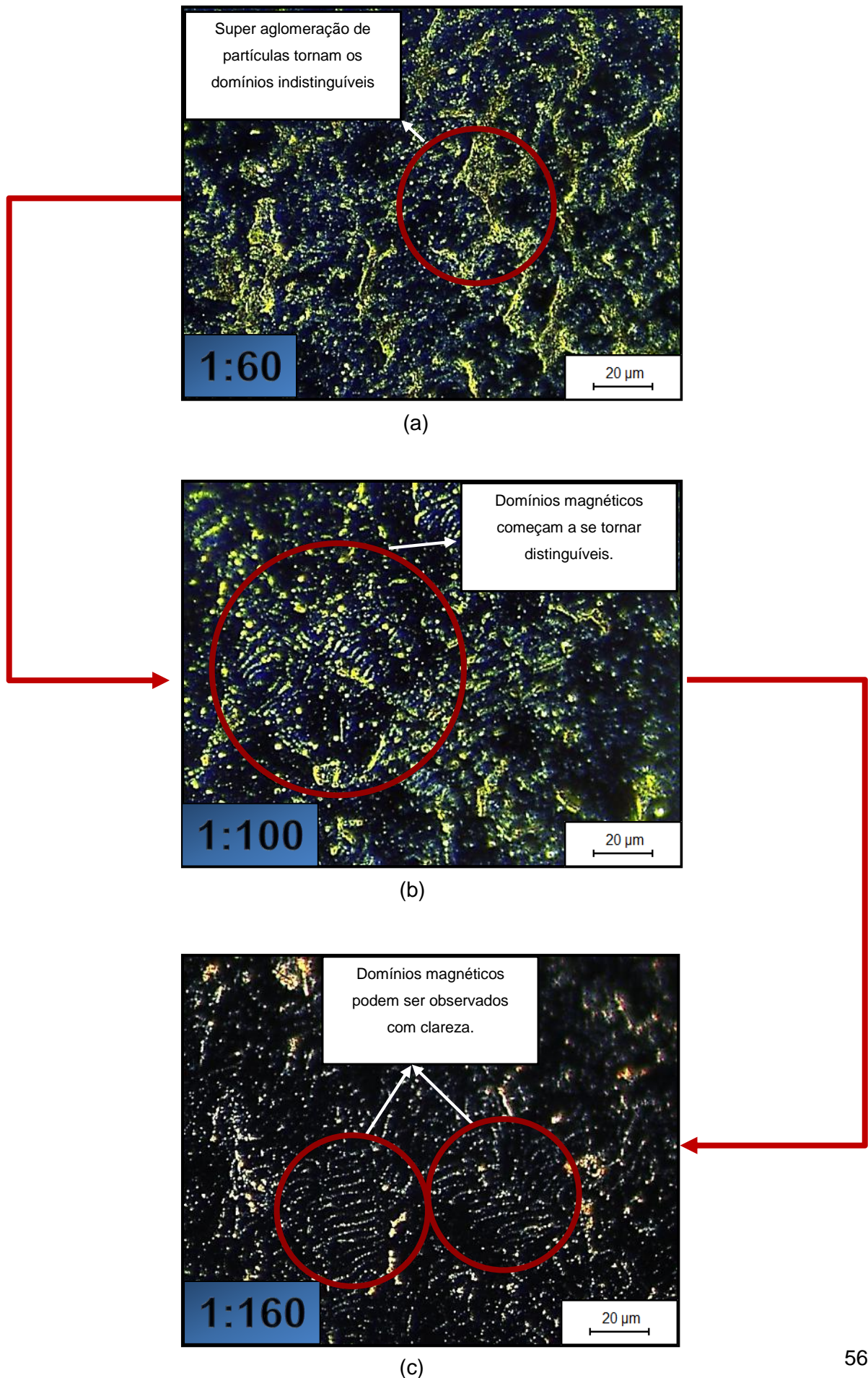


Figura 5.2.5: Diferentes estágios de dissolução do ferrofluido EMG 308 à base d'água.

Na figura 5.2.5 (a) percebe-se que com a dissolução de 1:60 as partículas superparamagnéticas juntam-se umas com as outras formando os aglomerados amarelos vistos na imagem que impossibilitam a observação dos domínios magnéticos. Na imagem (b) com dissolução de 1:100 os domínios magnéticos começam a se tornar distinguíveis na imagem, porém ainda há um alto grau de aglomeração das partículas. Já na imagem (c), com a dissolução de 1:160, os domínios magnéticos podem ser claramente distinguidos e, além disso, percebe-se que as partículas se aglomeram também em áreas distintas. A aglomeração nestas determinadas áreas será discutida no item 5.3.

Foram realizados testes tanto com menores quanto com maiores dissoluções do que aquelas mostradas na figura 5.2.5, porém foram mostrados os resultados que exemplificavam representativamente o resultado do estudo como um todo. Desta forma, chegou-se à conclusão de que para os aços estudados, a melhor dissolução quando utilizado o ferrofluido à base de água destilada foi de 1 gota de ferrofluido para 160 gotas de água destilada. Já para o ensaio que se utiliza o ferrofluido com solvente a partir de óleo mineral, a melhor dissolução para os aços estudados foi de 1 gota de ferrofluido para 60 gotas de óleo mineral. Esta diferença da quantidade de solvente utilizada para os dois possíveis tipos de solvente que podem ser aplicados, ocorre devido a diferença em sua viscosidade, molhabilidade e grau de dispersão das partículas no meio [27].

Cabe ainda ressaltar neste item que todas as séries de ferrofluido com suas diferentes propriedades quanto a saturação magnética e afins também foram testadas e percebeu-se que não há uma significativa diferença na qualidade dos resultados em si. Entretanto, notou-se que apenas o tempo necessário de espera após aplicação do ferrofluido escolhido sofre uma influência devido ao grau de saturação magnética das partículas do ferrofluido, que nos casos estudados é de 6,6 mT e 11 mT. De forma geral, quanto maior a saturação magnética das partículas presentes no ferrofluido escolhido, menor é o tempo necessário para interação da partícula com as informações magnéticas da amostra, ou seja, menor é o tempo necessário entre a aplicação e a observação por microscopia ótica. Para as séries de ferrofluido com saturação magnética de 6,6 militesla são necessários cerca de 10 minutos de espera para observação em microscopia ótica após aplicação do ferrofluido, enquanto para partículas com saturação de 11 militesla a espera é de apenas cerca de 5 minutos.

### 5.3 Correlação da informação magnética com microestrutura convencional

A seguir na figura 5.3.1 (a) e (c) pode-se observar a imagem da informação magnética de uma amostra de aço ASTM A283C, onde as partículas magnéticas possuem maior aglomeração em locais específicos além dos domínios magnéticos. Na figura 5.3.1 (b) e (d) temos a imagem da mesma região da figura 5.3.1 (a) e (c), agora atacadas com nital, respectivamente. Isto pode ser verificado pela marcação realizada, que se encontra na parte inferior à esquerda nas imagens (a) e (b) e na parte inferior à direita nas imagens (c) e (d).

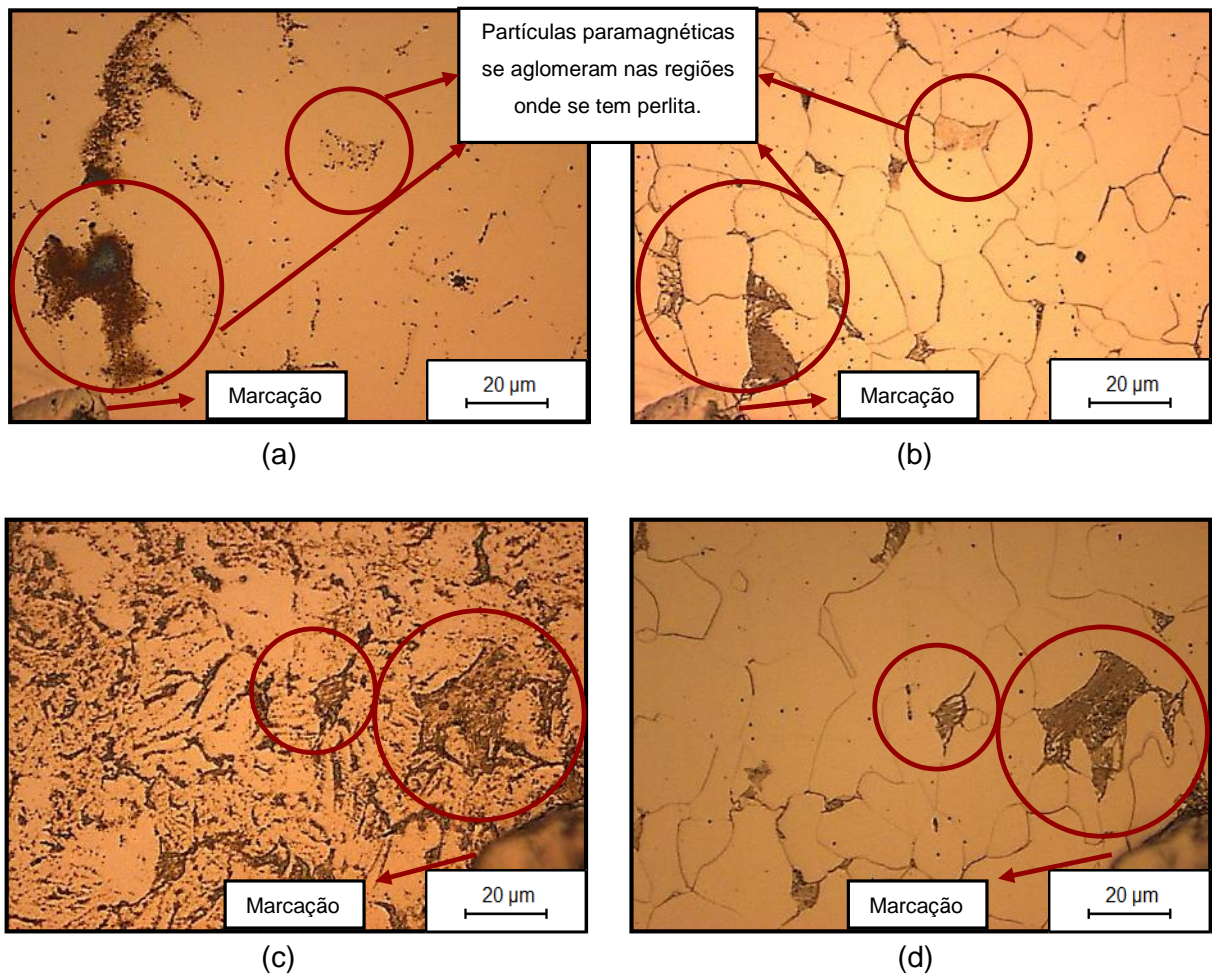


Figura 5.3.1: Imagens (a) e (c) representam a informação magnética (perlita e domínios magnéticos) da amostra ASTM A283C. (b) e (d) microestrutura convencional (perlita) da amostra St37 ASTM A283C. Imagem (a) representa mesma região que a imagem (b), assim como a imagem (c) representa a mesma região que a imagem (d).

Na figura 5.3.1 (a) e (c) pode-se observar a informação magnética das amostras através de ensaio com ferrofluido EMG 807, porém destaca-se uma região com grande



aglomeração das partículas superparamagnéticas constituintes do ferrofluido. Ao analisar a figura 5.3.1 (b) e (d), que mostra a microestrutura convencional, observa-se que a região com grande aglomeração de partículas é, na verdade, a região onde se encontra perlita em forma de lamelas. Isto se deve ao fato do alto caráter ferromagnético da cementita, que é um constituinte da perlita. Este forte caráter ferromagnético da cementita é explicado por [28]. Portanto, percebe-se que o ensaio com ferrofluido é capaz de revelar não apenas as informações magnéticas provenientes dos domínios magnéticos da ferrita, como também as informações magnéticas provenientes dos microconstituintes do material.

A seguir, na figura 5.3.2, (a) pode-se observar a imagem da informação magnética de uma amostra de aço ASTM A366, onde é possível distinguir diferentes regiões em contraste. Na figura 5.3.2 (b) temos a imagem da mesma região da figura 5.3.2 (a), agora atacada com nital. Isto pode ser verificado pela marcação realizada, que se encontra na parte superior à esquerda nas imagens (a) e (b). Na figura 5.3.2 (d) foi destacado em azul os contornos de

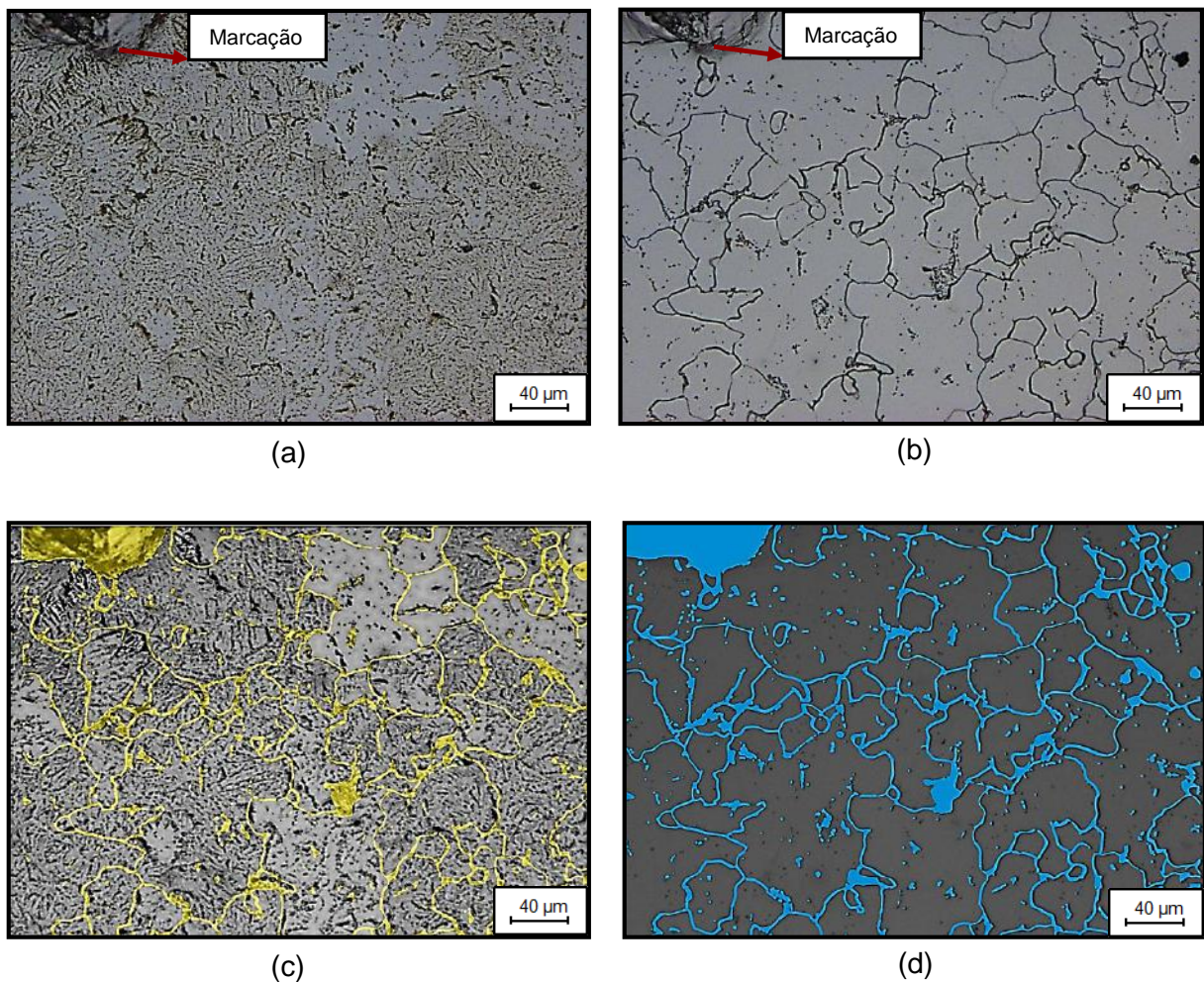


Figura 5.3.2: Em (a) tem-se a imagem da informação magnética de uma determinada região do aço ASTM A366. Em (b) tem-se a mesma região com a microestrutura revelada. Em (c) tem-se o destaque dos contornos de grão. Em (d) tem-se a sobreposição dos contornos na imagem da informação magnética.



grão revelados na figura 5.3.2 (b). A figura 5.3.2 (c) é a sobreposição das linhas azuis da figura 5.3.2 (d) com a figura 5.3.2 (a), pois desta forma podemos correlacionar as regiões de contornos de grão com a informação magnética do aço em questão.

A sobreposição das linhas destes contornos de grão sobre a imagem (a) nos permite observar uma correlação do contraste da microestrutura magnética com os contornos de grão. Isto ocorre, pois, os contornos de grão são também áreas onde temos informação magnética, já que os contornos de grão também são interfaces entre dois ou mais domínios magnéticos, que se distribuem homogêneaemente dentro dos grãos.

## 5.4 Relação deformação domínios magnéticos

Para a caracterização magnética dos aços através de ensaio com ferrofluido vale ressaltar que as partículas superparamagnéticas constituintes do ferrofluido concentram-se sobre as paredes de Bloch, desta forma a distância entre duas listras ou linhas nas imagens capturadas pela microscopia ótica significam um domínio magnético. Além disso, percebeu-se também a capacidade do ensaio com ferrofluido de revelar também informações magnéticas dos microconstituintes do material e das regiões de contorno de grão, como visto no item 5.3.

### 5.4.1 Caracterização dos aços, não deformados, com ferrofluido

Na figura 5.4.1.1 é apresentada a informação magnética, pela aplicação do ferrofluido EMG 807, de uma amostra de aço ASTM A366, onde pode-se observar claramente as paredes de Bloch, ou seja, a fronteira entre domínios magnéticos.

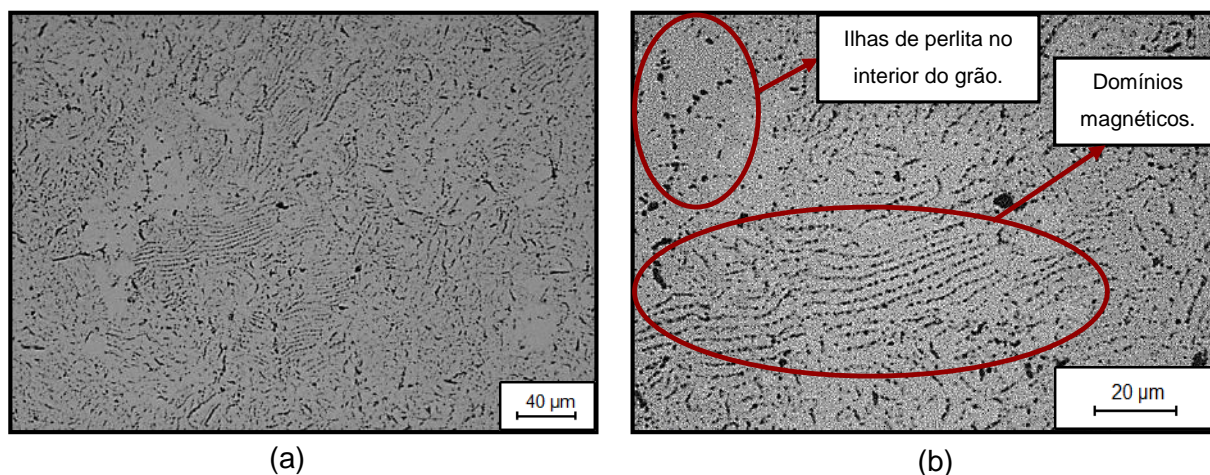


Figura 5.4.1.1: Domínios magnéticos do aço ASTM A366 com aumento de 100X em (a) e a mesma região com aumento de 200X em (b).

Tanto na figura 5.4.1.1 (a) quanto em seu maior aumento em (b) percebe-se que o resultado da caracterização magnética da amostra ASTM A366, isento de deformação plástica, é basicamente uma estrutura onde percebe-se os domínios magnéticos e os contornos de grão. A formação de pequenas ilhas de perlita localizadas no interior dos grãos, pode também ser observada através do ensaio com ferrofluido como ressaltado na imagem (b). Outra peculiaridade desta amostra é que os domínios magnéticos da fase ferrítica se mostram de forma bem alongada e paralela. Nas regiões onde percebe-se a aglomeração das partículas nas ilhas de perlita, pouco se vê os domínios magnéticos, isto se dá, pois nestas regiões as partículas são massivamente atraídas pela cementita que possui uma intensidade magnética superior à informação magnética emergente da ferrita. O fato de não se observar os domínios magnéticos na cementita pode ser justificado devido a resolução do microscópio utilizado, uma vez que, talvez estes domínios se apresentem em tamanho significativamente menor, porém em maior quantidade, em relação aos domínios magnéticos da ferrita.

Na figura 5.4.1.2 é apresentada a informação magnética de uma amostra de aço ASTM A283C, onde pode-se observar não apenas as paredes de Bloch, como também regiões de estrutura perlítica.

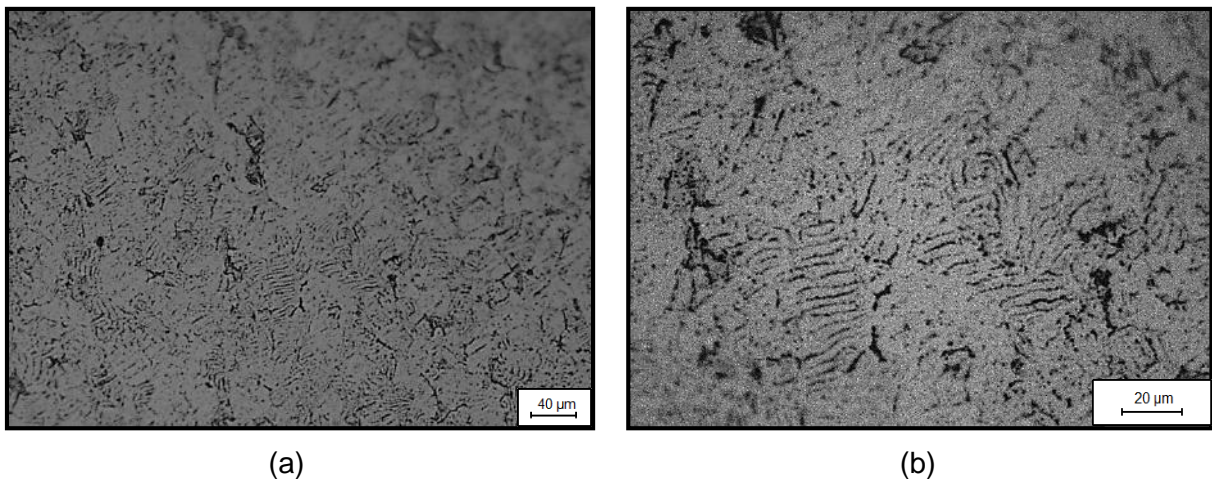


Figura 5.4.1.2: Domínios magnéticos do aço ASTM A283C com aumento de 100X em (a) e a mesma região com aumento de 200X em (b).

Tanto na figura 5.4.1.2 (a) quanto em seu maior aumento em (b) percebe-se que o resultado da caracterização magnética da amostra ASTM A283C através de ensaio com ferrofluido EMG 807, isento de deformação plástica, divide-se em uma estrutura onde é

possível observar os domínios magnéticos da ferrita, regiões perlíticas e os contornos de grão. Os domínios magnéticos deste aço mostram-se definitivamente mais curtos ao serem comparados com os da amostra ASTM A366. Neste aço nota-se que no entorno das regiões perlíticas onde as partículas superparamagnéticas se aglomeram é possível observar os domínios magnéticos com maior contraste. Neste aço a perlita não se forma no interior dos grãos, mas sim nas regiões intergranulares. Devido à disputa de atração das partículas superparamagnéticas, tanto das regiões intergranulares quanto dos constituintes magnéticos, estas partículas acabam sofrendo uma interação com todas as informações magnéticas presentes e, portanto, revela não somente os constituintes com informação magnética, mas também os domínios magnéticos ao seu entorno com um maior contraste.

Na figura 5.4.1.3 é apresentada a informação magnética de uma amostra de aço ASTM 1045, onde pode-se observar com pouco mais de dificuldade as paredes de Bloch na ferrita e com facilidade as regiões perlíticas.

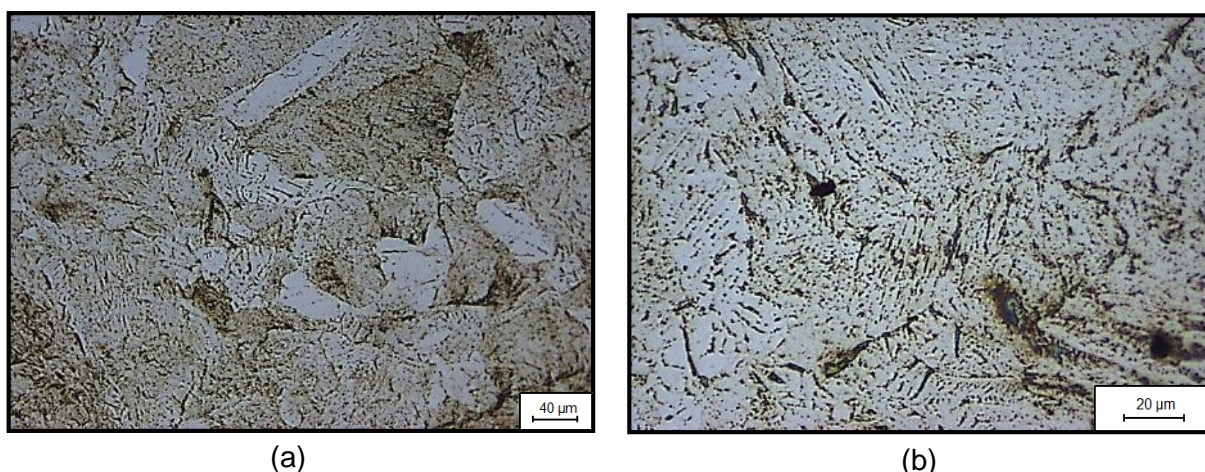


Figura 5.4.1.3: Domínios magnéticos do aço ASTM 1045 com aumento de 100X em (a) e a mesma região com aumento de 200X em (b).

Tanto na figura 5.4.1.3 (a) quanto em seu maior aumento em (b) percebe-se que o resultado da caracterização magnética da amostra ASTM 1045 através de ensaio com ferrofluido EMG 807, isento de deformação plástica, divide-se em uma estrutura onde se observa com maior dificuldade os domínios magnéticos, porém com clareza as regiões perlíticas e os contornos de grão.

Devido à alta concentração de carbono nesta amostra, que é geradora de fases ferromagnéticas como a cementita, há uma dificuldade na formação de contraste que permita uma observação clara dos domínios magnéticos. Entretanto como pode ser visto na imagem (b) em maior aumento é possível notar as regiões com domínios magnéticos. Em



contrapartida, supõe-se que devido à grande quantidade de perlita formada neste aço e, conseqüentemente, à grande disputa de atração magnética sofrida pelas partículas, gera uma não observação clara das regiões perlíticas. Todavia ainda é possível distinguir com clareza as regiões de contorno de grão.

Na figura 5.4.1.4, capturada em campo escuro, é apresentada a informação magnética de uma amostra de aço AISI 304, onde pode-se observar a matriz austenítica paramagnética quanto e a martensita ferromagnética.

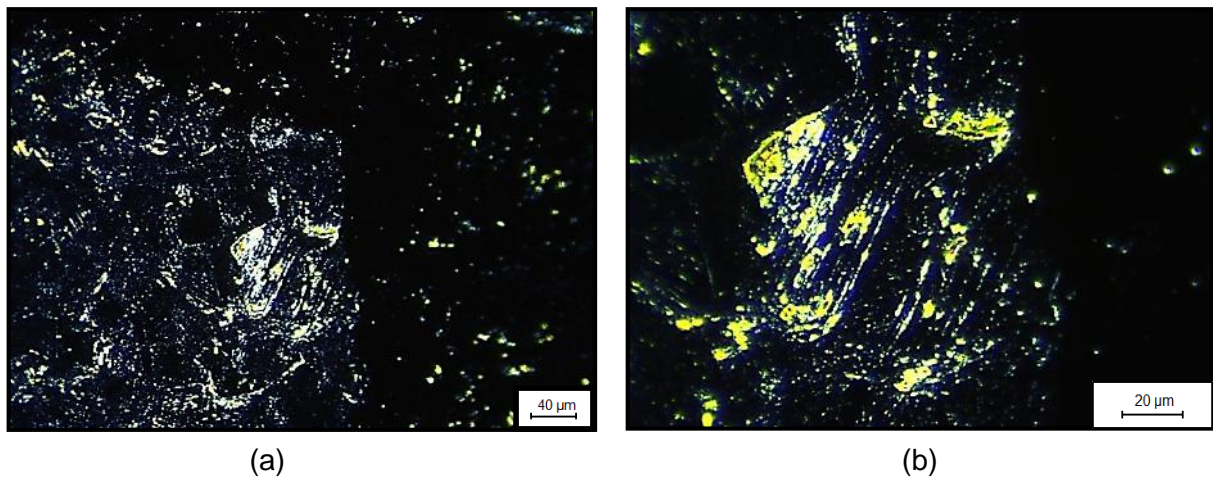
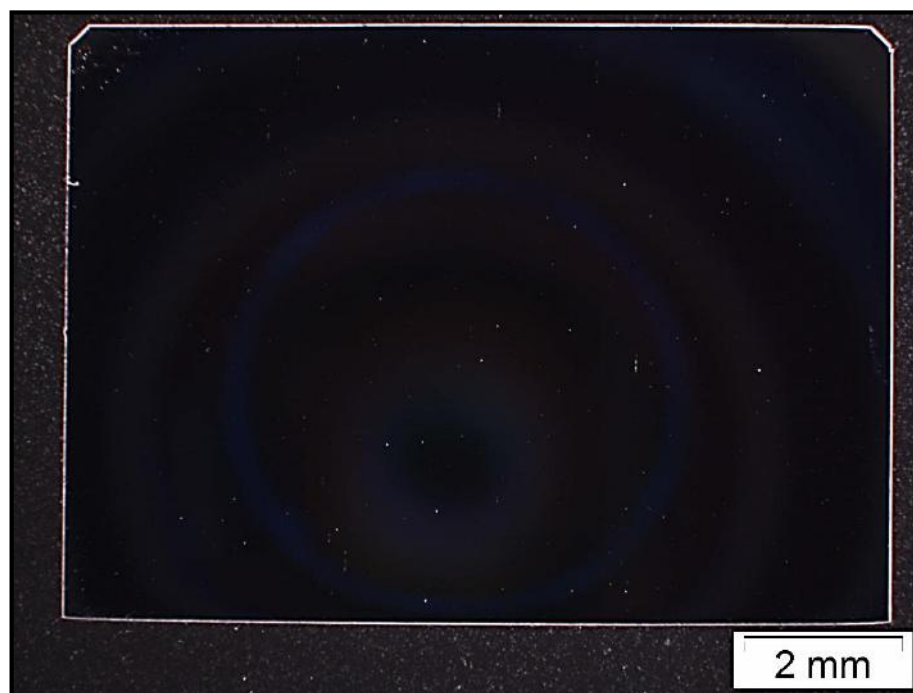


Figura 5.4.1.4: Contraste da matriz austenítica paramagnética do aço ASTM 306 com a martensita ferromagnética. Aumento de 100X em (a) e a mesma região com aumento de 200X em (b). Imagens capturadas em campo escuro.

Na amostra do aço AISI 304, ensaiada com ferrofluido EMG 807, tem-se diferentes resultados para a caracterização magnética mostrada até agora. Esta amostra é de um aço austenítico metaestável que possui uma matriz austenítica de caráter paramagnético, assim as partículas superparamagnéticas constituintes do ferrofluido não irão reagir com tal matriz. Este aço pode sofrer transformação martensítica devido a possíveis deformações durante o processo metalográfico, ou seja, dispersamente e em poucas regiões da amostra pode-se ter a presença de martensita. Ao se ensaiar esta amostra com ferrofluido as partículas superparamagnéticas aglomeram-se na única informação magnética existente na amostra, ou seja, a martensita de caráter ferromagnético. Pode-se observar com clareza o contraste da matriz paramagnética com a martensita ferromagnética tanto na figura 5.4.1.4 (a), em menor aumento, quanto na imagem (b), em maior aumento.

#### 5.4.2 Caracterização dos aços, deformados plasticamente, com ferrofluido

Na figura 5.4.2.1 tem-se a amostra AISI 304 onde é possível observar cada estágio do experimento do item 4.7.2.



(a)



(b)



(c)

Figura 5.4.2.1: Em (a) observa-se a amostra após preparação metalográfica, em (b) observa-se a amostra com as estampas dos caracteres “BAM” e em (c) observa-se a amostra após os caracteres “BM” terem sido totalmente removidos.

Temos na Figura 5.4.2.1 (a) a amostra embutida e preparada. Em seguida foi submetida à estampagem dos caracteres “BAM” com o intuito de promover uma deformação plástica localizada, este resultado pode ser observado na imagem (b) desta mesma figura. Já em (c) tem-se a amostra após os caracteres “B” e “M” terem sido removidas através de lixamento e polimento.

Após estas etapas a amostra foi submetida a ensaio com ferrofluido, desta forma, tem-se na figura 5.4.2.2 a informação magnética da figura 5.4.2.1 (c) revelada.

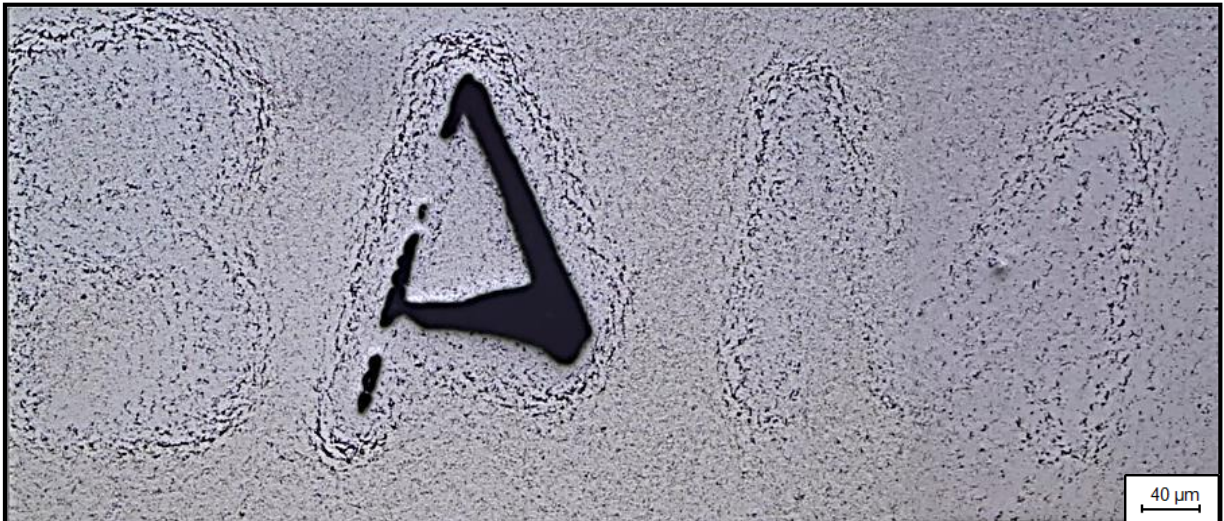


Figura 5.4.2.2: Informação magnética da figura 5.4.2.1 (c) através de ensaio com ferrofluido. As partículas se aglomeram nas regiões onde se tem martensita.

O aço AISI 304 trata-se de um aço austenítico metaestável, portanto ao deformá-lo plasticamente através da estampagem dos caracteres “BAM” gera-se, nestas regiões, martensita devido à transformação martensítica por deformação plástica. Percebe-se na figura 5.4.2.2 o nítido contraste entre a matriz paramagnética deste aço e as regiões onde tem-se martensita que, por sua vez, é ferromagnética, revelando assim, a forma dos caracteres “BAM”. Mesmo após a retirada dos caracteres “B” e “M” o material permanece deformado em seu volume sendo a resolução da técnica com ferrofluido capaz de perceber esta deformação. Portanto, nota-se novamente a capacidade da técnica de revelar um determinado histórico de deformação sofrido pelo material.

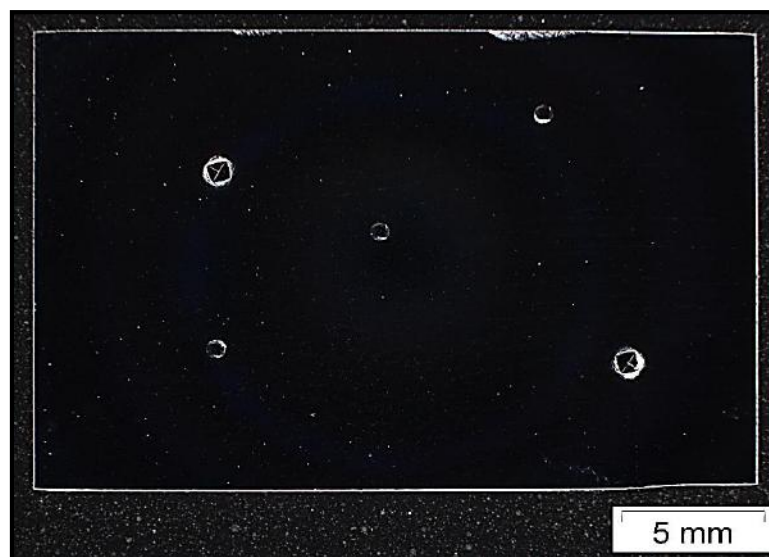
A seguir, observa-se os resultados do experimento proposto no item 4.7 para uma amostra do material ASTM A283C. Na figura 5.4.2.3 é possível observar cada estágio do experimento do item 4.7.1.

Temos na Figura 5.4.2.3 (a) uma amostra embutida e preparada metalograficamente que foi ensaiada com ferrofluido gerando os resultados da figura 5.4.2.6 (a), (c), (e) e (g). Em seguida, foi submetida ao ensaio de dureza com o intuito de promover uma deformação plástica localizada. Este resultado pode ser observado na imagem (b), desta mesma figura. Já em (c) tem-se a amostra após as endentações do tipo Brinell terem sido removidas através de lixamento e polimento.





(a)



(b)

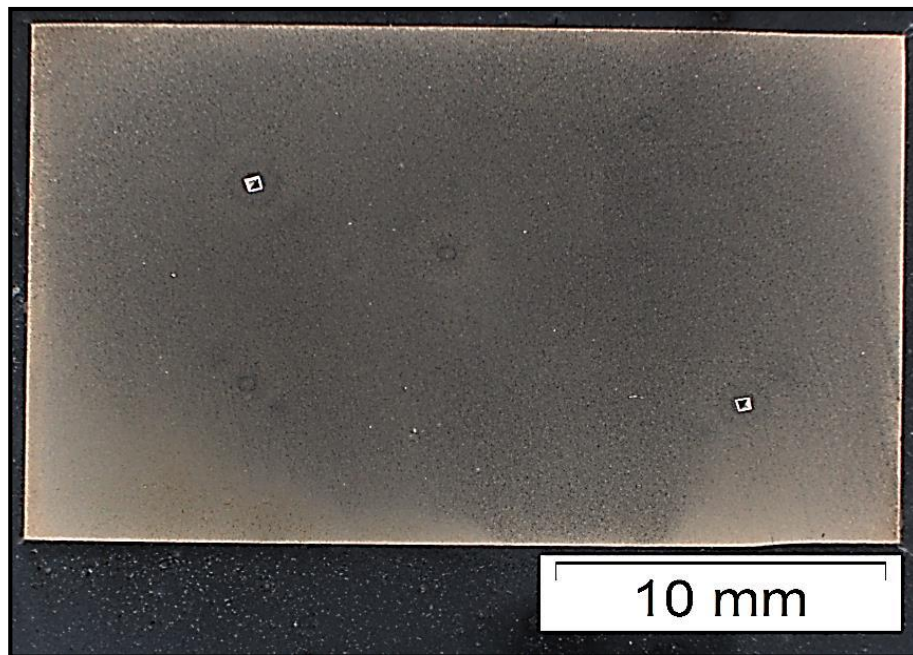


(c)

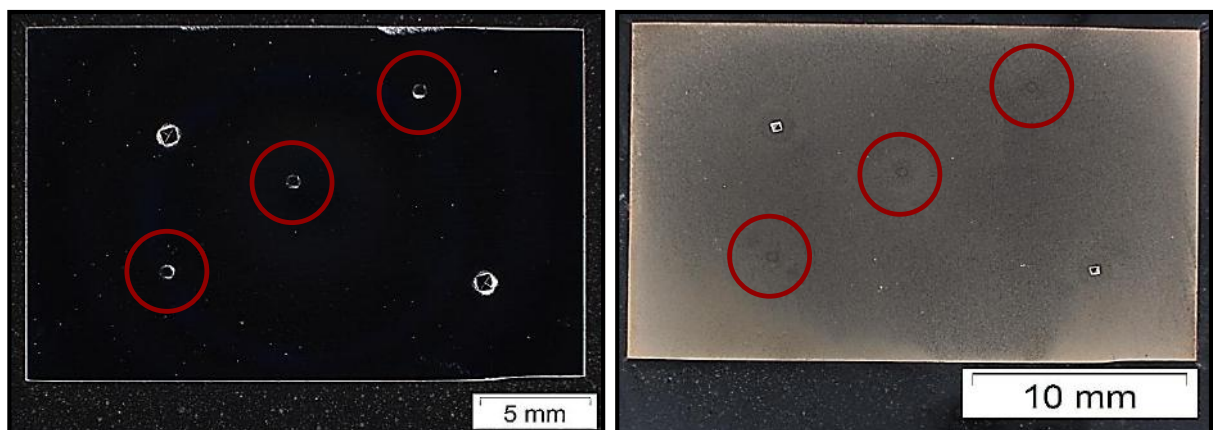
Figura 5.4.2.3: Em (a) observa-se a amostra após preparação metalográfica, em (b) observa-se a amostra com as endentações e em (c) observa-se a amostra após as endentações do tipo Brinnel terem sido totalmente removidas.



Na figura 5.4.2.4 (a) tem-se a informação magnética da 5.4.2.3 (c) revelada através de ensaio com ferrofluido e na figura 5.4.2.4 (b) tem-se a comparação das figuras 5.4.2.4 (a) e 5.4.2.3 (b), onde torna-se evidente que as partículas superparamagnéticas do ferrofluido se aglomeram nas regiões previamente deformadas, assim sendo, o ensaio com ferrofluido mostra-se capaz de revelar o histórico de deformação plástica realizado na amostra.



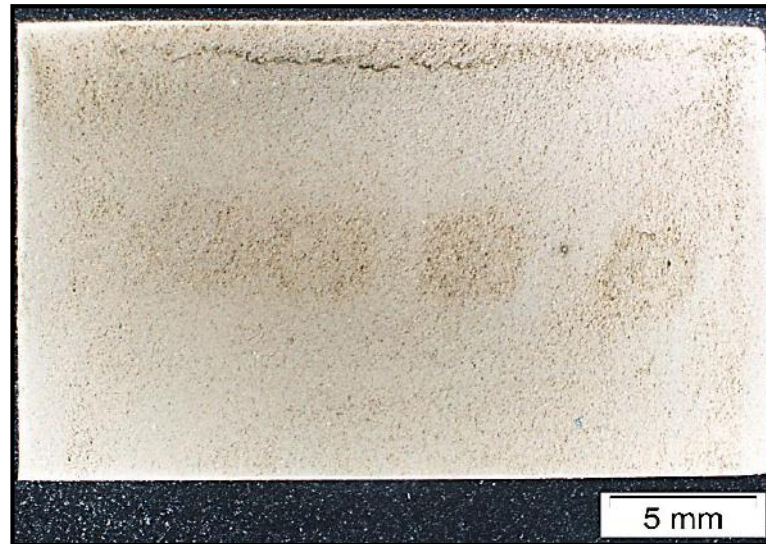
(a)



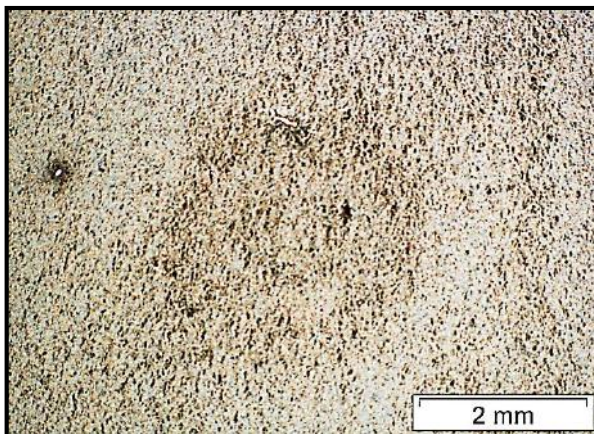
(b)

Figura 5.4.2.4: Em (a) observa-se a informação magnética da figura 5.4.2.3 (c). Em (b) tem-se a comparação das figuras 5.4.2.4 (a) e 5.4.2.3 (b).

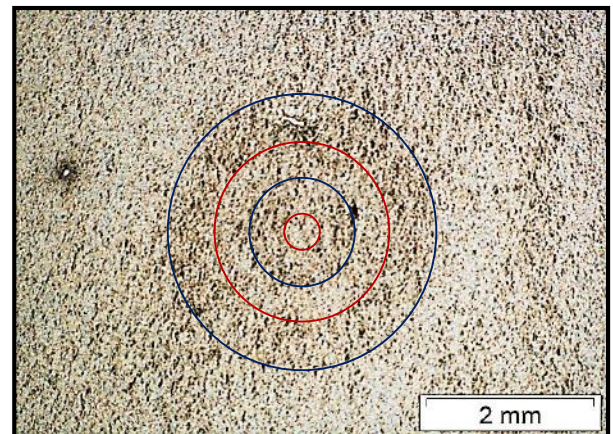
O mesmo experimento foi realizado para uma amostra do aço ASTM A366, porém foram realizadas endentações apenas do tipo Brinell localizadas ao longo do comprimento da amostra. O resultado após ensaio com ferrofluido pode ser observado na Figura 5.4.2.5.



(a)



(b)



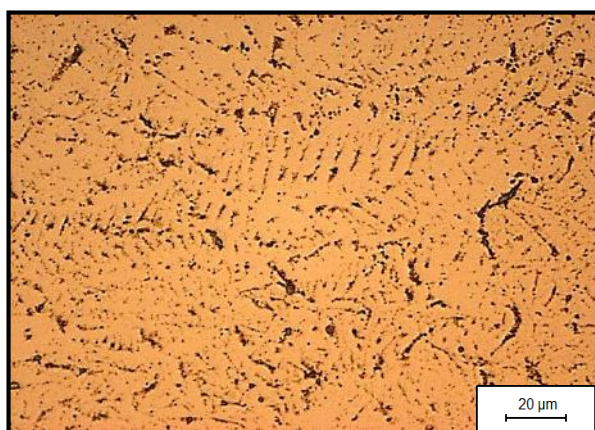
(c)

Figura 5.4.2.5: Em (a) tem-se resultado macroscópico da amostra ASTM A366 ensaiado com ferrofluido após endentações terem sido removidas. Em (b) tem-se região de uma das endentações em maior aumento. Em (c) tem-se a imagem (b) com delimitações destacando regiões claras e escuras.

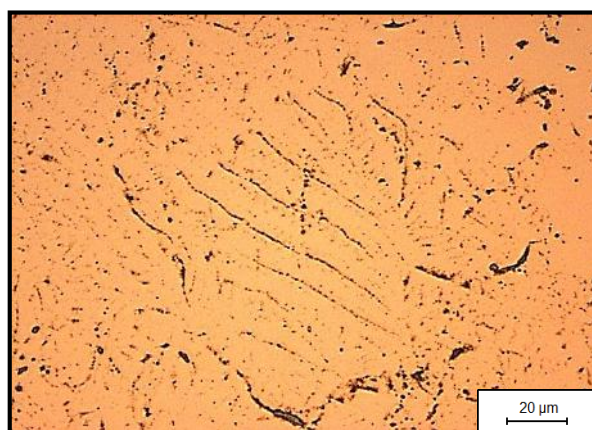
Na figura 5.4.2.5 (a) tem-se, após ensaio com ferrofluido, claramente as regiões onde havia as endentações previamente. Ao observar estas regiões em maior aumento na imagem (b) observa-se a presença de áreas mais escuras, devido a uma maior aglomeração de ferrofluido, e áreas mais claras. Estas áreas foram destacadas na imagem (c) para a melhor observação do leitor.



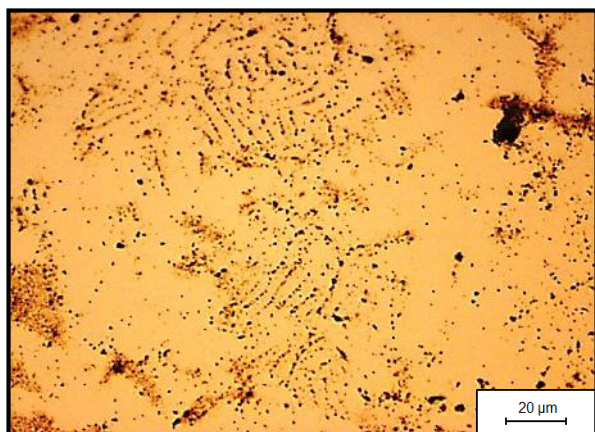
A seguir, na figura 5.4.2.6 (a), (c), (e) e (g) tem-se os resultados de ensaio com ferrofluido nas regiões da figura 5.4.2.3 (a), antes de realizar as endentações. Isto foi feito para observar a informação magnética antes da deformação plástica. Já na figura 5.4.2.6 (b), (d), (f) e (h) tem-se imagens destas regiões após a deformação plástica, como pode ser visto da imagem 5.4.2.4 (a), porém agora em maior aumento.



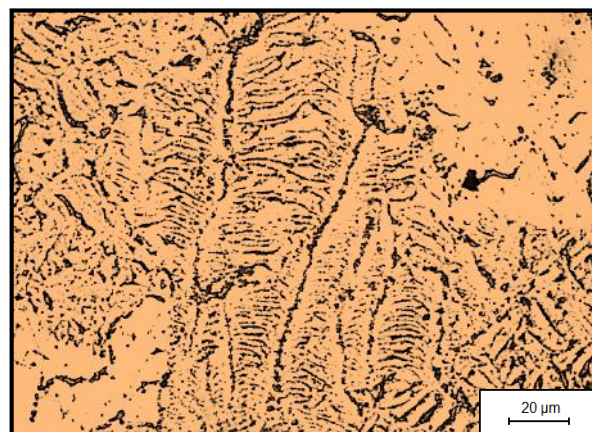
(a)



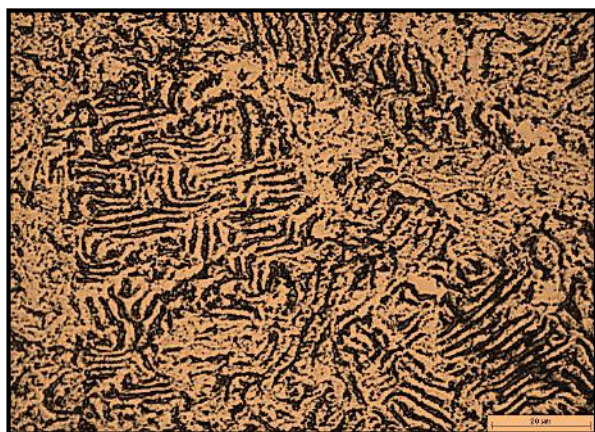
(b)



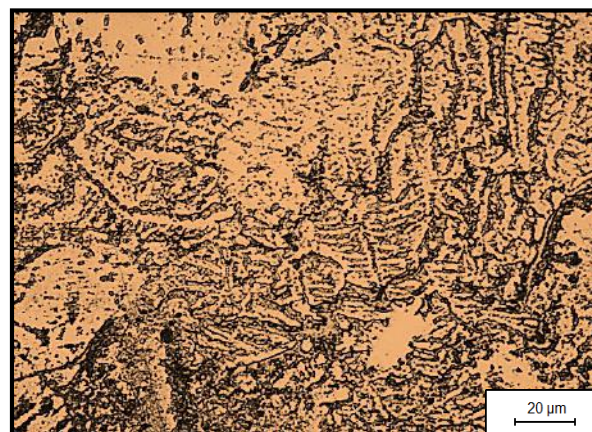
(c)



(d)



(e)



(f)



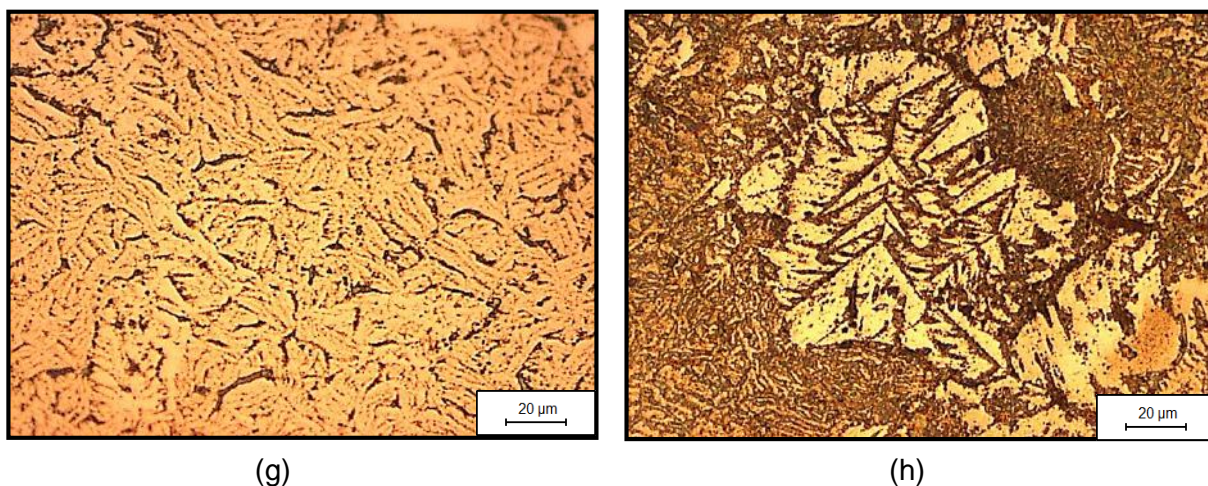


Figura 5.4.2.6: Figuras (a), (c), (e) e (g) representam a informação magnética da amostra ASTM A366 antes da deformação plástica. Figuras (b), (d), (f) e (h) representam a informação magnética da amostra ASTM A366 após da deformação plástica.

Ao observar as áreas destacadas na Figura 5.4.2.4 (com ferrofluido) em maior magnificação, figura 5.4.2.6 (b), e compara-la com imagens feitas da informação magnética da mesma amostra antes da deformação, figura 5.4.2.6 (a), tem-se que, após a deformação plástica, os domínios magnéticos apresentam uma variação em seu tamanho (distância entre duas paredes de Bloch). Cerca de 200 imagens antes e após deformação plástica foram analisadas percebendo-se que os domínios magnéticos antes da deformação plástica possuíam um tamanho de  $(3 \pm 1) \mu\text{m}$  e após a deformação plástica o tamanho de domínio magnético passou a ser de  $(8 \pm 2) \mu\text{m}$ .

As imagens (c), (e) e (g) da figura 5.4.2.6 representam as informações magnéticas das áreas a serem deformadas, já as imagens (d), (f) e (h) da figura 5.4.2.6 representam as informações magnéticas destas áreas após a deformação plástica. Ao compará-las percebe-se que, após a deformação plástica, os domínios magnéticos assumem uma estrutura de espinha de peixe, onde temos aglomerações de partículas formando uma linha central e finas paredes de Bloch com suaves inclinações ao redor desta linha. Ao medir a angulação formada por estas espinhas de peixe temos resultados entre 80 e 90 graus. SCHÄFER [5] reportou em seu livro „*The Analysis of Magnetics Microstructures*“ um estudo sobre crescimento de domínios magnéticos pela aplicação de campos magnéticos mostrando que, após o crescimento destes domínios, percebe-se também estruturas similares as espinhas com angulações entre 80 e 120 graus, assim como apresentado neste trabalho após a deformação

plástica. Em especial na figura 5.4.2.6 (h) vemos a formação de uma conhecida estrutura de árvore de natal. Esta estrutura é reportada, não apenas no livro de SCHÄFER [5].

## 6 CONCLUSÃO

Dada a motivação inicial deste trabalho em torno de explicar a modificação da distribuição e intensidade do campo magnético em uma amostra após deformação plástica devido à mudança nos domínios magnéticos, observou-se através dos ensaios com ferrofluido que os domínios magnéticos após deformação plástica se modificam não apenas em seu tamanho, mas também em sua morfologia. Isto ocorre de tal forma que, isentos de deformação plástica, os domínios possuem um tamanho de  $3\mu\text{m} \pm 1$  e após a deformação plástica observa-se um tamanho de  $8\mu\text{m} \pm 2$ . Já quanto à morfologia, isentos de deformação plástica, os domínios magnéticos apresentam-se em formas de listras homoganeamente e continuamente dispostas dentro dos grãos do material, porém, após o material ser deformado plasticamente, estes domínios apresentam-se com morfologia similar a espinha de peixe e árvore de natal, com aspectos e ângulos conhecidos na literatura a respeito do crescimento de domínios magnéticos através de campos magnéticos induzidos [5].

Além da identificação da modificação dos domínios magnéticos através da deformação plástica, foi possível perceber determinadas peculiaridades do ensaio com ferrofluido apresentados a seguir:

- O ensaio com ferrofluido mostrou-se eficiente para a revelação de informação magnética nos aços estudados
- Percebeu-se que a concentração de carbono presente nas amostras influencia a observação dos domínios magnéticos das amostras, de modo que, quanto maior a concentração de carbono, maior é a dificuldade na observação dos domínios magnéticos da ferrita. Isto ocorre, pois, o carbono é um elemento formador de fases ferromagnéticas, como, por exemplo, a cementita, gerando assim uma maior disputa magneto-atrativa das partículas superparamagnéticas presentes no ferrofluido, o que proporciona um menor contraste nas imagens capturadas.
- Observou-se que as informações magnéticas capturadas nas imagens através de ensaio com ferrofluido correlacionam-se com a microestrutura convencional do material. As partículas superparamagnéticas podem ser reveladoras de microconstituintes ferromagnéticos. Um exemplo é o caso mostrado da perlita, onde as partículas

superparamagnéticas se aglomeram na região perlítica que possui a cementita, que por sua vez é portadora de um caráter ferromagnético maior que o da matriz ferrítica. Além disso, é possível delimitar as regiões de contorno de grão através de ensaio com ferrofluido, uma vez que os domínios se distribuem no interior dos grãos e podem mudar sua orientação ao passar de um grão para outro, gerando, portanto, uma região de transição denominada parede de Bloch, onde as partículas reagem à informação magnética emergente desta região aglomerando-se e tornando-a visível.

- O ensaio com ferrofluido pode ser utilizado para revelar, de forma macroscópica, o histórico de deformação plástica sofrida pelo material, uma vez que as partículas superparamagnéticas aglomeram-se em maior quantidade nas regiões deformadas plasticamente, de modo a determinar o local onde a amostra fora deformada anteriormente.
  
- Notou-se que os diferentes tipos de ferrofluido devem ser utilizados com distintos objetivos. Em uma escala macroscópica indica-se o uso do ferrofluido a base de óleo mineral, pois com este evita-se qualquer tipo de problema com corrosão, além da camada de ferrofluido distribuir-se homoganeamente por toda superfície da amostra, gerando um resultado macroscópico de melhor qualidade. Já na escala microscópica o ferrofluido a base d'água destilada possui um melhor contraste para a observação dos domínios magnéticos.
  
- Para os materiais analisados, observou-se a existência de uma dissolução ideal de ferrofluido que permite uma ótima observação das informações magnéticas da amostra. Para o ferrofluido a base d'água destilada a dissolução ótima se deu em uma gota de ferrofluido para cento e sessenta gotas de água destilada. Já para o ferrofluido a base de óleo mineral a dissolução ótima se deu em uma gota de ferrofluido para 60 gotas de óleo mineral.

## 7 PROPOSTA PARA TRABALHOS FUTUROS

Observou-se que nas regiões onde surgem campos magnéticos espontâneos, após a deformação plástica, tem-se uma mudança não apenas no tamanho dos domínios magnéticos, mas também em sua morfologia. Isto pode vir a ser a justificativa para a modificação espontânea das informações magnéticas dos materiais pesquisados. Porém ainda são necessários métodos complementares para a observação dos domínios magnéticos, por exemplo, através de microscopia Kerr, já que os domínios magnéticos se apresentam no volume do material e o estudo feito até o momento observa apenas a superfície das amostras, já que foi realizado através de microscopia óptica, ou seja, bidimensional. Além de realizar este estudo complementar considerando as três dimensões, o trabalho ainda pode ser aperfeiçoado os seguintes pontos:

- Ainda é proposto um estudo aprofundado e sistemático para uma melhor compreensão da influência da quantidade de carbono na observação da informação magnética presente nos materiais, de forma a viabilizar captura de imagens com melhor contraste em materiais com maior teor de carbono.
- Também se mostra necessário um estudo complementar que diferencie e explique o porquê do surgimento de áreas com menores e maiores aglomerações (áreas claras e escuras, respectivamente) após a deformação plástica localizada, como mostrado na figura 5.4.2.3.
- De modo geral, recomenda-se um estudo mais aprofundado do ensaio com ferrofluido de modo a explorar com mais eficiência sua capacidade para avaliação da informação magnética nos materiais e expandir esta metodologia de ensaio para materiais além dos estudados neste trabalho.

## 8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Dubov, A.A., A study of metal properties using the method of magnetic memory. *Metal Science and Heat Treatment*, 1997. 39(9-10): p. 401-405.
- [2] Nadja Sonntag. *Nondestructive Detection of Mechanically Induced Magnetic Stray Fields in Steels*. Junior Euromat. 2014.
- [3] Sonntag, N. Stegmann, R. Self-magnetic-leakage field detection using magneto-optical sensor technique. *MATEC Web of Conferences* 12, 04010. 2014
- [4] Pelkner, M. *Entwicklung, Untersuchung und Anwendung von GMR-Sensorarrays für die Zerstörungsfreie Prüfung von ferromagnetischen Bauteilen*. Dissertation zur Erlangung des Grades des Doktors der Ingenieurwissenschaften der Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät II - Physik und Mechatronik - der Universität des Saarlandes 2014
- [5] Rudolf SCHÄFER e Alex Hubert. "Magnetic Domains The Analysis of Magnetics Microstructures". 5ed. Dresden. Springer. 2009.
- [6] J. Talonen, P. Aspegren and H. Hänninen, Comparison of different methods for measuring strain induced  $\alpha'$ -martensite content in austenitic steels. *Materials Science and Technology* December 2004 Vol. 20
- [7] ASM Metals Handbook. Vol. 1. 10th Edition.
- [8] Centro Brasileiro de Construção em Aço. (2014) *Aços Estruturais*. Rio de Janeiro. CBCA. Disponível em: < <http://www.cbca-acobrasil.org.br/construcao-em-acos-estruturais.php>>.
- [9] Echeverri, E. A. A. (2012) *Análise numérica e experimental das tensões residuais geradas durante o processo de têmpera de cilindros de aço AISI 1045, 4140 e 4340*. 185f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Metalúrgica e de Materiais). Universidade de São Paulo, São Paulo.
- [10] JCPDS, international centre for diffraction data. Ficha número 06-0696, 1995.
- [11] Wun C. Chiou Jr., Emily A. Carter. Structure and stability of Fe<sub>3</sub>C-cementite surfaces from first principles. *Science direct. Surface Science* 530 (2003) 87–100



- [12] Costa, F. A. Influência da concentração de carbono na estampabilidade de chapas de aço ao carbono. UDESC. 2012
- [13] Pannoni, F. D. M.Sc., Ph.D. [www.gerdau.com.br/arquivos-tecnicos/12.brasil.es-ES.force.axd](http://www.gerdau.com.br/arquivos-tecnicos/12.brasil.es-ES.force.axd). 2014
- [14] Sales, V. Análise do comportamento dos aços inoxidáveis AISI 304 e SAF 2205 em diferentes condições de dobramento. 2013. CEFET MG.
- [15] Chiaverini, V. Aços e ferros fundidos. 7 ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais - ABM, 2005. 599p.
- [16] Colpaert, H. Metalografia dos produtos siderúrgicos comuns. 4 ed. São Paulo: Blücher, 2008. 672p.
- [17] Padilha, A. F.; Guedes, L. C. Aços inoxidáveis austeníticos: microestrutura e propriedades. São Paulo: Hemus, 1994. 170p.
- [18] CALLISTER, W. D., Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. John Wiley & Sons, Inc., 2002.
- [19] LINS DE BARROS, H.G.P., Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, Palestra para Pós-Graduação, IME, 2011.
- [20] FARIA, R.N., Introdução ao Magnetismo dos Materiais – Editora Livraria da Física, SP, 2005.
- [21] Adriana, H. Estudo de nanopartículas de magnetita obtidas pelos métodos de coprecipitação, biossíntese e moagem. Ministério da defesa exército brasileiro departamento de ciência e tecnologia instituto militar de engenharia. 2011.
- [22] Grijalba, F. A. F. Desenvolvimento de ensaio não destrutivi baseado no ruído magnético de Barkhausen para caracterização de tensões elásticas e deformações plásticas em aços.
- [23] Cullity, B.D; Graham C. D. Introduction to Magnetic Materials, 2 ed, IEEE PRESS, Published by John Wiley & Sons, Inc., 2009.
- [24] Cardoso L. H. G. Nanopartículas magnéticas de ferritas mistas de cobalto e zinco. Ministério da defesa exército brasileiro departamento de ciência e tecnologia instituto militar de engenharia curso de doutorado em ciência dos materiais. 2011
- [25] Rudolf Kingslake (ed.), "Applied Optics and Optical Engineering", Volume IV, Parte I, Pág. 31-93, 1967.

- [26] David A. Toy, "Confocal Microscopy: The Ups and Downs of 3-D Profiling", Semiconductor International, Volume 13, No. 5, Pág. 120-123, 1990.
- [27] Russel, W.B., Saville, D.A., Schowalter, W.R., 1989, Colloidal Dispersions, Cambridge
- [28] S.W.J. Smith; W. White; S.G. Barker (1911). "The Magnetic Transition Temperature of Cementite". Proc. Phys. Soc. London 24 (1): 62–69.
- [29] Alex Hubert. Bitter-Streifen und Bloch-Wände. Zeitschrift für Physik. Volume 180, Issue 1 , pp 80-90. 1974
- [30] A. A. Chulkina, et al, Phase Composition, Structural State, and Magnetic Properties of Nanocomposites of Composition (Fe,Cr)<sub>75</sub>C<sub>25</sub>: Mechanosynthesis and Isochronous Annealings. ISSN 0031-918X, The Physics of Metals and Metallography, 2015, Vol. 116, No. 1, pp. 19–28.