

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

# Estudo do ruído Barkhausen como técnica de ensaio não destrutivo

---

Diego Ernesto González Chávez

CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS

2009

# Resumo

O efeito Barkhausen corresponde aos saltos na magnetização de um material quando o campo magnetizante é variado gradualmente. Estes saltos resultam no ruído Barkhausen (RB) que pode se observar na bobina secundária de qualquer circuito magnético com núcleo ferromagnético. As séries temporais medidas do RB carregam informação da interação das paredes dos domínios magnéticos e os defeitos metalúrgicos presentes no material estudado. No presente trabalho foi investigado o ruído Barkhausen medido em laminas delgadas de ferro e níquel puro submetidas a diversos níveis de tensão mecânica. O objetivo deste estudo foi de melhorar tanto as técnicas experimentais para a obtenção do RB, como os métodos numéricos para sua análise a fim de obter relações entre a tensão e fadiga mecânica nas amostras medidas e o RB gerado. Para este fim, foi desenvolvido um sistema de medição de RB, tomando cuidado na instrumentação utilizada. Foram desenvolvidos também diversos procedimentos de medição e algoritmos para a análise e parametrização dos dados obtidos. Os parâmetros de RB estudados são: valor RMS, amplitude média, espectro de potências, distribuições de amplitude, tamanho e duração, e o valor da integral do sinal medido.

# Abstract

The Barkhausen effect is a series of jumps in the magnetization of a material when the magnetizing field is gradually varied. These jumps result in the well known Barkhausen noise (BN) at the secondary coil's leads in any magnetic circuit with a ferromagnetic core. The BN time series carry information on the interaction of the magnetic domain walls with the metallurgical defects present in the material under study. In this work it is investigated the effect of mechanical stress on the Barkhausen noise measured in pure Fe and Ni. The objective of this work is to improve both, the experimental setup and the numerical methods to get relevant information from raw Barkhausen data, in order to obtain clear relationships between mechanical stress or fatigue of a sample and the BN generated. It was implemented a experimental setup for BN measurements taking care on the used instrumentation. It was also developed different controlled measuring schemes and several data analysis algorithms for obtaining the BN parameters: RMS value, mean amplitude, power spectrum, amplitude, size and duration distributions, and the integral value of the measured signal.

# Sumário

<b>1</b>	<b>Introdução</b>	<b>2</b>
<b>2</b>	<b>Processos de Magnetização</b>	<b>4</b>
2.1	Materiais ferromagnéticos . . . . .	4
2.2	Energia livre . . . . .	5
2.2.1	Energia de troca . . . . .	6
2.2.2	Energia de anisotropia . . . . .	7
2.2.3	Energia magnetoelástica . . . . .	8
2.2.4	Energia magnetostática . . . . .	10
2.3	Domínios magnéticos . . . . .	10
2.4	Paredes de domínios magnéticos . . . . .	13
2.4.1	Paredes de Bloch . . . . .	13
2.4.2	Paredes de 180° . . . . .	14
2.4.3	Paredes diferentes de 180° . . . . .	14
2.4.4	Paredes de Néel . . . . .	14
2.5	Processos de magnetização . . . . .	15
2.5.1	Movimento das paredes de domínio . . . . .	15
2.5.2	Modelos do efeito Barkhausen . . . . .	15
<b>3</b>	<b>Técnicas de ensaios não destrutivos</b>	<b>20</b>
3.1	Técnicas já estabelecidas na indústria . . . . .	20
3.1.1	Magneto-Emissão Acústica . . . . .	20

3.1.2	Correntes parasitas . . . . .	21
3.1.3	Partículas Magnéticas . . . . .	21
3.2	Efeitos da tensão mecânica nos materiais . . . . .	22
3.2.1	Tensões internas . . . . .	22
3.2.2	Tensões externas . . . . .	23
3.3	Experimentos de ruído Barkhausen . . . . .	23
3.3.1	Arranjo experimental . . . . .	24
3.3.2	Análise do ruído Barkhausen . . . . .	25
<b>4</b>	<b>Procedimento experimental</b>	<b>27</b>
4.1	Preparação de amostras . . . . .	27
4.2	Caraterização estrutural das amostras . . . . .	28
4.3	Medidas da curva de magnetização $M \times H$ . . . . .	28
4.4	Medidas de ruído Barkhausen . . . . .	29
4.4.1	Circuito Magnetizante . . . . .	30
4.4.2	Sistema de detecção e digitalização das medidas . . . . .	31
4.4.3	Fontes de ruído não desejado no experimento . . . . .	32
4.4.4	Software de aquisição de dados . . . . .	33
4.5	Análise do ruído Barkhausen . . . . .	37
4.5.1	Susceptibilidade diferencial $dM/dH$ . . . . .	37
4.5.2	Distribuição da amplitude $P_0(\dot{\Phi})$ . . . . .	38
4.5.3	Espectros de potências . . . . .	40
4.5.4	Distribuições de tamanho e duração . . . . .	40
4.5.5	Valor médio do sinal . . . . .	41
4.5.6	Valor RMS do sinal . . . . .	42
<b>5</b>	<b>Resultados</b>	<b>43</b>
5.1	Caracterização estrutural das amostras . . . . .	43
5.2	Curvas de magnetização $M \times H$ . . . . .	46

---

5.3	Curvas de magnetização $M \times H$ a partir do sinal de ruído Barkhausen . . .	48
5.3.1	Curvas $M \times H$ sobre tensão para amostras de ferro . . . . .	48
5.3.2	Curvas $M \times H$ sobre tensão para amostras de níquel . . . . .	52
5.4	Susceptibilidade diferencial $dM/dH$ . . . . .	56
5.4.1	Curvas de susceptibilidade diferencial sobre tensão para amostras de ferro . . . . .	56
5.4.2	Curvas de susceptibilidade diferencial sobre tensão para amostras de níquel . . . . .	59
5.5	Amplitude média do ruído Barkhausen . . . . .	63
5.6	Valor RMS do sinal . . . . .	67
5.7	Espectros de potências . . . . .	70
5.8	Distribuições de Tamanho e Duração . . . . .	78
<b>6</b>	<b>Conclusões e considerações finais.</b>	<b>88</b>

# 1. Introdução

O efeito Barkhausen corresponde aos saltos na magnetização de um material ferromagnético quando o campo magnetizante é variado gradualmente. Estes saltos resultam no bem conhecido ruído Barkhausen (RB) [1, 2, 3] que pode se observar na bobina secundária de qualquer circuito magnético com núcleo ferromagnético. O ruído Barkhausen é consequência da interação entre as paredes dos domínios magnéticos e os defeitos metalúrgicos presentes no material [1], Assim as séries temporais medidas do RB carregam informação tanto da microestrutura metalúrgica como da dinâmica da configuração micro-magnética no material. Isto possibilita que a análise do RB seja utilizada como técnica de ensaios não destrutivos (END) [4], complementando outras técnicas magnéticas muito mais estabelecidas como os ensaios por correntes parasitas e partículas magnéticas [5].

Apesar da técnica de ensaio por RB já ser utilizada em END para processos industriais [4, 6], a metodologia utilizada para a medição e análise do sinal RB não são padronizados, e usualmente carece de um fundamento teórico que avalie as medidas e explique os resultados. Para uma melhor compreensão dos possíveis alcances e limitações desta técnica é preciso o entendimento dos processos de geração e medição de RB, incluindo a influência da instrumentação em ambos processos, assim como dos processos de análise e avaliação dos resultados obtidos.

Dada a complexidade dos sinais RB medidos, os quais usualmente têm forma de ruído aleatório, é necessário uma parametrização do RB a valores, ou séries de valores que possam ser comparados entre si, para medidas abaixo de diferentes condições a serem avaliadas pelo END. É também fundamental a compreensão dos algoritmos utilizados na parametrização do RB para poder avaliar os resultados obtidos das medidas.

O presente trabalho apresenta no segundo capítulo uma revisão teórica dos fundamentos necessários para a compreensão da origem, características e parâmetros que influem no ruído Barkhausen. Inicialmente são apresentadas as energias magnéticas que dão origem à formação de domínios magnéticos nos materiais ferromagnéticos, em seguida é apresentada a teoria da formação das paredes de domínios magnéticos e os processos de movimento destas, os quais dão origem ao ruído Barkhausen. São também apresentados modelos do efeito Barkhausen que tentam explicar o carácter aleatório e as características estatísticas do RB.

No terceiro capítulo é feita uma breve revisão das técnicas de ensaios não destrutivos estabelecidas na indústria e são apresentados os efeitos da tensão sob os materiais, a qual é o parâmetro de END medido neste trabalho. Finalmente é feita uma breve descrição conceitual das técnicas de medição e análise do BR.

No capítulo quarto são apresentadas inicialmente as técnicas de preparação e caracterização estrutural das amostras que foram utilizadas. Também é descrito detalhadamente o arranjo experimental utilizado, incluindo todos os problemas detectados devidos à limitação da instrumentação utilizada. Finalmente são explicados os procedimentos de medição e os algoritmos de análise dos dados obtidos.

Os dois últimos capítulos apresentam os resultados das medidas e a interpretação destas. Os vários parâmetros de RB calculados refletem de diferentes formas a fadiga que foi induzida nas amostras, sendo também possível relacioná-los com os níveis de tensão aos quais são submetidas as amostras.

## 2. Processos de Magnetização

Neste capítulo são apresentados os fundamentos necessários para a compreensão da origem, das características e dos parâmetros que influem no ruído Barkhausen e na sua análise. Na primeira secção é feita uma breve introdução dos materiais ferromagnéticos, objetos de estudo deste trabalho. A segunda secção apresenta as energias magnéticas relevantes para a teoria da estrutura de domínios magnéticos nos materiais ferromagnéticos e os parâmetros externos que influem sobre elas. A secção 2.3 explica a formação dos domínios magnéticos como resultado da minimização da energia livre no material. Na secção 2.4 são mencionados os diferentes tipos de paredes de domínios que se formam dentro dos materiais. A secção 2.5 apresenta os processos de movimento das paredes de domínios, os quais dão origem ao ruído Barkhausen. São também apresentados modelos do efeito Barkhausen que tentam explicar o carácter aleatório e as características estatísticas do RB.

### 2.1 Materiais ferromagnéticos

Os materiais ferromagnéticos podem ser representados como um conjunto de momentos magnéticos [7] ou spins que interagem entre eles e com um campo magnético externo  $\vec{H}$ . A maneira na qual os spins interagem e se ordenam pode ser explicada analisando a energia livre do material ferromagnético [7, 1, 8, 9]. Na mecânica quântica, os hamiltonianos das diferentes contribuições energéticas dependem dos spins  $\vec{S}_i$  nas posições  $\vec{r}_i$ , a partir destes podem ser obtidas expressões contínuas onde os spins são substituídos pelo campo vetorial da magnetização por unidade de volume do material  $\vec{M}(\vec{r})$  o qual caracteriza

completamente o estado magnético do material. A magnetização local esta relacionada com o spin  $\vec{S}$  na posição do íon magnético  $\vec{r}$  pela seguinte expressão [8]:

$$\vec{M}_{(\vec{r})} = g\mu_B\vec{S}_{(\vec{r})}/\Omega_{(\vec{r})} \quad (2.1)$$

onde  $g$  é o fator de Landé,  $\mu_B$  é o magneton de Bohr e  $\Omega_{(\vec{r})}$  é o volume atômico por íon magnético.

Num material ferromagnético, a intensidade da magnetização  $\vec{M}$  local é sempre a magnetização de saturação  $M_s$  característica do material. A magnetização fica definida então só pela sua direção, dada pelo campo vetorial  $\vec{\gamma}$  com  $\gamma^2 = 1$ .

$$\vec{M}_{(\vec{r})} = M_s\vec{\gamma}_{(\vec{r})} \quad (2.2)$$

## 2.2 Energia livre

A energia livre num material magnético pode-se dividir numa soma de contribuições energéticas dependentes da magnetização. Estas contribuições são [10]: a energia de troca  $E_{troca}$ , a energia de anisotropia  $E_\kappa$ , a energia magnetostática  $E_{Mag}$  e a energia magnetoelástica  $E_{me}$ .

$$E_{livre} = E_{troca} + E_\kappa + E_{Mag} + E_{me} \quad (2.3)$$

Deve-se fazer distinção entre os termos da energia locais e não-locais [10]. Os termos locais estão baseados nas densidades de energia determinadas somente pela magnetização local  $\vec{M}_{(\vec{r})}$ . O valor total da energia pode ser determinado pela integração de uma função de densidade de energia  $e_{(\vec{M})}$ , na forma  $\int_\Omega dV e_{(\vec{M})}$ . As energias relevantes deste tipo são: a energia de troca, a de anisotropia a energia magnetostática devida ao campo aplicado ou energia de Zeeman, e a energia magnetoelástica devido à tensões de origem não magnético. As contribuições energéticas não-locais são: a energia magnetostática devida ao campo desmagnetizante, e a energia magnetoelástica, devido à magnetostricção

própria do material. O análise destes termos energéticos num certo ponto qualquer do material depende tanto da magnetização local nesse ponto como também da magnetização no resto do material, entretanto estes termos não podem ser calculados mediante uma simples integral.

### 2.2.1 Energia de troca

A energia de troca é dada por uma interação eletrostática de origem quântica. Na interação de átomos vizinhos, esta interação tende a orientar o spin eletrônico dos átomos de forma paralela ou antiparalela. No cálculo quântico da energia envolvida existe uma certa integral de energia  $J$  cujo sinal algébrico dá a orientação dos spins [11].

$$E_{troca} = -2 \sum_{i \neq j} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (2.4)$$

Onde  $S$  é o spin dos átomos da rede. Esta interação é usualmente de curto alcance. Se apenas as interações entre los vizinhos mais próximos forem consideradas, e estas interações forem iguais, então a densidade de energia de troca pode ser escrita como [8]:

$$e_{troca} = -2J_0 S^2 \frac{1}{\Omega} \sum_{i \neq j} \vec{\gamma}_i \cdot \vec{\gamma}_j \quad (2.5)$$

onde a soma do produto vetorial das direções dos momentos magnéticos  $\vec{\gamma}_i$  e  $\vec{\gamma}_j$  é efetuada somente para os primeiros vizinhos. No caso dos materiais ferromagnéticos  $J_0 > 0$ , por isso os spins tendem a se orientar de forma paralela. Esta interação de troca é a que dá origem a o ferromagnetismo.

Fazendo uma expansão do produto  $\vec{\gamma}_i \cdot \vec{\gamma}_j$  [7], a densidade de energia de troca  $e_{troca}$  pode ser aproximada para [10]:

$$e_{troca} = \sum_{i,k,l} A_{kl} \frac{\partial \gamma_i}{\partial x_k} \frac{\partial \gamma_i}{\partial x_l} \quad (2.6)$$

Para o caso de materiais isotrópicos ou com redes cúbicas, o tensor simétrico  $A$  resulta em um escalar

$$e_{troca} = A(\nabla\vec{\gamma})^2 \quad (2.7)$$

onde  $A$  é a constante de dureza de troca, “exchange stiffness” (de dimensão  $J/m$ ) que é função da integral de troca  $J_0$ , do numero de átomos de uma célula unitária da rede  $n$ , do parâmetro de rede  $a$  e do spin dos átomos da rede  $S$

$$A = \frac{nJ_0S^2}{a} \quad (2.8)$$

### 2.2.2 Energia de anisotropia

A energia num material ferromagnético depende da orientação da magnetização em relação aos eixos cristalográficos do material. Esta dependência é descrita pela energia de anisotropia  $E_\kappa$ , também chamada energia magnetocristalina, que é resultado das interações spin-órbita e da ação do campo elétrico cristalino anisotrópico [10, 8]. Estas interações atuam de tal maneira que a magnetização tende a se orientar em certas direções preferenciais ao longo dos eixos cristalográficos, que são chamados eixos fáceis de magnetização. Em geral, o termo da energia de anisotropia tem a mesma simetria da estrutura cristalina do material [7]. Para um material desordenado ou amorfo a energia de anisotropia tem simetria triclinica e a expressão geral para a densidade de energia anisotrópica [8]  $e_\kappa$  é:

$$e_\kappa = k_0 + \sum_{i \neq j} k_{ij} \gamma_i \gamma_j + \sum_{i \neq j, k, l} k_{ijkl} \gamma_i \gamma_j \gamma_k \gamma_l \quad (2.9)$$

onde os tensores  $k$  descrevem as propriedades de cada material e os vetores  $\gamma$  a direção da magnetização.

Para redes cúbicas, os tensores  $k$  resultam nos escalares  $K$ , devido à simetria da rede.

$$e_\kappa = K_0 + K_1(\gamma_1^2\gamma_2^2 + \gamma_1^2\gamma_3^2 + \gamma_2^2\gamma_3^2) + K_2\gamma_1^2\gamma_2^2\gamma_3^2 + \dots \quad (2.10)$$

onde  $K_1$  e  $K_2$  são denotados como o primeiro e o segundo coeficiente de anisotropia. O coeficiente  $K_0$  é independente da direção e é redundante [8, 9].  $\gamma_1, \gamma_2, \gamma_3$  são os cossenos

diretores da magnetização com relação aos eixos do cubo.

Os valores dos coeficientes  $K_1$  e  $K_2$ , a temperatura ambiente, para o ferro e níquel são apresentados na tabela 2.1

	$K_1$ [J/m <sup>3</sup> ]	$K_2$ [J/m <sup>3</sup> ]
Fe (bcc)	$4,8 \times 10^4$	$-1,0 \times 10^4$
Ni (fcc)	$-4,5 \times 10^3$	$-2,5 \times 10^3$

Tabela 2.1: Coeficientes de anisotropia  $K_1$  e  $K_2$  para ferro e níquel, obtidos da referencia [8].

Os eixos fáciis para o níquel são as diagonais do cubo (direção [111]), e para o ferro as arestas do cubo (direção [100])

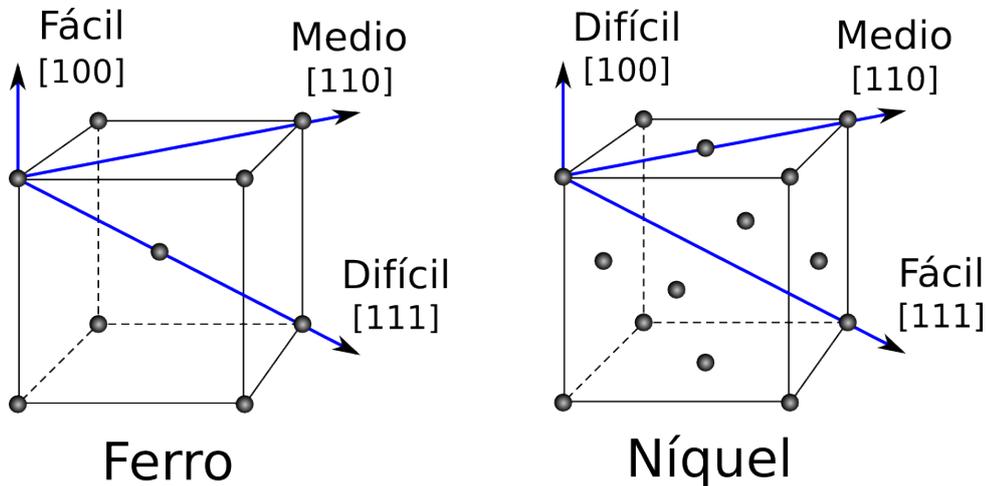


Figura 2.1: Direções preferenciais de magnetização para cristais de ferro e níquel

### 2.2.3 Energia magnetoelástica

A energia magnetoelástica é produto da interação entre a magnetização e a deformação mecânica na rede, e fica definida como nula para uma rede sem deformação [11]. O fenômeno no qual um sistema magnético é deformado quando magnetizado é chamado de magnetostricção. Complementarmente, quando o sistema é deformado por ação de tensões externas ou internas, acontece o fenômeno de magnetostricção inversa ou anisotropia de tensão [1].

Se a tensão mecânica é aplicada unidirecionalmente, é possível dividir os materiais em duas classes: materiais com magnetostricção positiva nos quais a magnetização aumenta com a tensão aplicada (salvo na magnetização de saturação) e eles se expandem quando são magnetizados; e materiais com magnetostricção negativa, onde a magnetização diminui com a tensão e o material é contraído quando é magnetizado [12].

Os efeitos magnetostritivos podem ser distinguidos de acordo com as quatro diferentes origines [8]:

- Magnetostricção de volume: São deformações devido a dependência do volume das propriedades magnéticas intrínsecas do material como a magnetização espontânea e as integrais de troca.
- Magnetostricção forçada: Devido a dependência volumétrica da energia de Zemman.
- Os efeitos devido a dependência da forma da amostra na energia desmagnetizante.
- E a magnetostricção de forma: Também chamada magnetostricção espontânea devida, às deformações espontâneas que minimizam a energia de anisotropia.

De todas as contribuições na magnetostricção, usualmente só a ultima é relevante [8].

A densidade de energia associada ao efeito magnetoelástico  $e_{me}$  é descrita, em termos dos coeficientes de magnetostricção  $\lambda$ , para uma rede cubica na seguinte forma:

$$e_{me} = -\frac{3}{2} \lambda_{100} \sigma (\gamma_1^2 \delta_1^2 + \gamma_2^2 \delta_2^2 + \gamma_3^2 \delta_3^2) - 3 \lambda_{111} \sigma (\gamma_1 \gamma_2 \delta_1 \delta_2 + \gamma_2 \gamma_3 \delta_2 \delta_3 + \gamma_3 \gamma_1 \delta_3 \delta_1) \quad (2.11)$$

onde  $\sigma$  é a tensão aplicada sobre a amostra e  $\gamma_i$  e  $\delta_i$  são os cossenos diretores da magnetização e da tensão com relação aos eixos da rede cúbica.

Os coeficientes  $\lambda_{100}$  e  $\lambda_{111}$  são os valores de saturação da magnetostricção nas direções [100] e [111] respetivamente. Os seus valores para o ferro e o níquel são apresentados na tabela 2.2

	$\lambda_{100}$	$\lambda_{111}$
Fe	$20,7 \times 10^{-6}$	$-21,2 \times 10^{-6}$
Ni	$-45,9 \times 10^{-6}$	$-24,3 \times 10^{-6}$

Tabela 2.2: Coeficientes de magnetostricção para o ferro e o níquel [13].

### 2.2.4 Energia magnetostática

A energia magnetostática se deve à interação da magnetização do material com ela mesma, devido à geometria da amostra, e também com o campo externo. Ela pode se dividir em duas partes, a *energia do campo externo ou energia de Zeeman* e a *energia do campo desmagnetizante*

A energia de Zeeman  $E_{Zeeman}$  é a interação da magnetização da amostra com o campo externo

$$E_{Zeeman} = -\mu_0 \int_{\Omega} \vec{H}_{ext} \vec{M} dV \quad (2.12)$$

A energia do campo desmagnetizante  $E_{demag}$  é a energia do campo gerado pela própria magnetização da amostra, conhecido como campo desmagnetizante  $\vec{H}_d$ . [10]

$$E_{demag} = \frac{1}{2} \mu_0 \int_{\Omega_{inf}} \vec{H}_d^2 dV \quad (2.13)$$

O problema para o cálculo desta energia está no cálculo do próprio campo desmagnetizante, dependente da geometria da amostra e a configuração dos domínios magnéticos.

## 2.3 Domínios magnéticos

Os materiais ferromagnéticos usualmente têm uma estrutura de domínios magnéticos, dentro do qual a magnetização espontânea toma diferentes direções em diferentes domínios. Entre os domínios adjacentes existe uma região de transição da orientação da magnetização, chamada parede de domínio.

A configuração magnética do material, neste tipo de domínios e paredes de domínios

magnéticos, é resultado da minimização da energia livre descrita na secção 2.2. Em geral, não existe uma solução analítica para as condições de equilíbrio micromagnético de um material ferromagnético tridimensional, mas é possível fazer uma análise qualitativa baseada nas diferentes contribuições energéticas e nos mecanismos para a minimização destas, os quais dão origem à formação das estruturas de domínios magnéticos.

A energia de troca favorece a formação de regiões de magnetização uniforme, a energia de anisotropia tende a orientar a magnetização sob os eixos fáceis da rede cristalina, a energia magnetoelástica tende a orientar a magnetização paralela ou perpendicular a direção das tensões internas ou aplicadas externamente. A energia desmagnetizante, a principal causa dos padrões de domínios, tende a criar diferentes domínios e orientá-los de tal modo a fechar o fluxo magnético dentro do material. Por último, a energia de Zeeman fomenta o crescimento dos domínios com orientação paralela ao campo magnético externo dependendo da intensidade deste.

A influência destas energias sobre certo material estão relacionadas aos coeficientes característicos dos termos das energias, resumidos de maneira simplificada na tabela 2.3 [10].

Energia	Coefficiente	Definição	Escala	Unidades
Troca	$A$	Constante do material	$10^{-12} - +2 \cdot 10^{-11}$	$[J/m]$
Anisotropia	$K_1, K_2$	Constante do material	$\pm(10^2 - 2 \cdot 10^7)$	$[J/m^3]$
Campo externo	$H_{ext}M_s$	$H_{ext}$ = Campo externo $M_s$ = magnetização de saturação	Depende da magnitude do campo	$[J/m^3]$
Campo demagnetizante	$K_d$	$K_d = \mu_0 M_s^2 / 2$	$0 - 3 \cdot 10^6$	$[J/m^3]$
Tensões externas	$\sigma_{ext}\lambda$	$\sigma_{ext}$ = Tensão externa $\lambda$ = Constante de magnetostrição	Depende da magnitude da tensão	$[J/m^3]$
Magnetostricção própria	$C\lambda^2$	$C$ = modulo de cisalhamento	$0 - 10^3$	$[J/m^3]$

Tabela 2.3: Coeficientes dos termos de energias discutidos na secção 2.2

Destas constantes características surgem naturalmente dois comprimentos característicos [10]: o *comprimento de troca*  $l_{troca}$  que vem da relação entre a energia de troca e a energia desmagnetizante

$$l_{troca} = \sqrt{\frac{A}{K_d}} = \sqrt{\frac{2A}{\mu_0 M_s^2}} \quad (2.14)$$

e a *largura da parede de domínio de Bloch*  $l_{dw}$  que surge da relação entre a energia de troca e a energia de anisotropia

$$l_{dw} = \sqrt{\frac{A}{K}} \quad (2.15)$$

Outra quantidade relevante é o *fator de qualidade*  $Q$  que corresponde à razão entre a energia de anisotropia e a energia magnetostática

$$Q = \frac{K}{K_d} = \frac{2K}{\mu_0 M_s^2} \quad (2.16)$$

onde este último parâmetro está relacionado com a dureza magnética do material, sendo um material macio magneticamente se  $Q \ll 1$  e duro se  $Q \gtrsim 1$  [1]. A diferença nas curvas de magnetização para estes dois tipos de materiais é apresentada na figura 2.2.

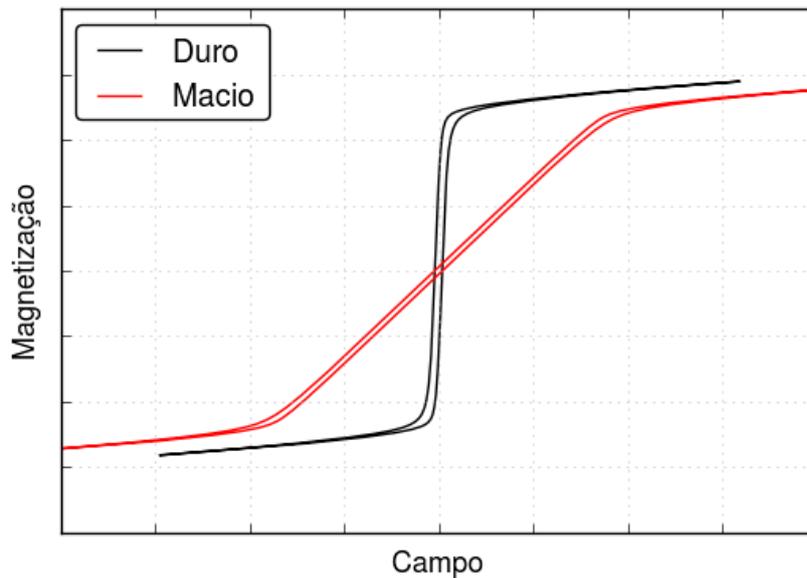


Figura 2.2: Curvas de histereses para um material macio (linha vermelha) e para um material magneticamente duro (linha preta)

A formação de domínios magnéticos em termos gerais é determinada pela comparação das dimensões da amostra com os comprimentos característicos. Para amostras de tamanho muito maior que os comprimentos  $l_{troca}$  e  $l_{dw}$  acontece a formação de multidomínios separados por paredes de Bloch. Para este tipo de amostras, a maior divisão de domínios

dentro do material diminuirá a energia desmagnetizante, entretanto este processo acontecerá até que a energia necessária para estabelecer uma nova parede adicional seja maior que a diminuição da energia desmagnetizante associada.

## 2.4 Paredes de domínios magnéticos

As paredes de domínios são regiões de transição entre as fronteiras dos domínios onde os spins mudam gradualmente sua direção de um domínio a outro. Estas paredes podem ser classificadas quanto à direção de rotação dos spins da parede, como *paredes de Bloch* e *paredes de Néel*.

### 2.4.1 Paredes de Bloch

As paredes de Bloch são definidas como as paredes que giram seu vetor magnetização sem criar campos desmagnetizantes. Sejam  $\vec{m}^I$  e  $\vec{m}^{II}$  os vetores de magnetização em dois domínios adjacentes, os vetores normais ao plano da parede permitidos  $\vec{n}$  são dados pela condição da não existência de cargas magnéticas  $\sigma_s$  na parede

$$\vec{n} \cdot (\vec{m}^I - \vec{m}^{II}) = \sigma_s = 0 \quad (2.17)$$

O vetor diferença da magnetização dos domínios deve estar no plano da parede e define o eixo sobre o qual este plano pode girar sem gerar campos desmagnetizantes. A magnetização normal à parede, dentro da parede, deve se manter constante. O ângulo da orientação da parede é o menor ângulo entre o plano da parede e o plano definido pela magnetização dos domínios ( $\vec{m}^I, \vec{m}^{II}$ ). A transição da magnetização entre os dois domínios se dá pela rotação da componente paralela ao plano da parede mantendo constante a componente perpendicular ao plano, a forma que acontece esta rotação depende das constantes magnéticas características do material.

### 2.4.2 Paredes de 180°

Um caso especial são as paredes de Bloch de 180°, onde a magnetização dos domínios são paralelas com sentidos opostos, neste caso a magnetização dentro da parede encontra-se e gira completamente no plano da parede. A energia por unidade de área  $e_B$  e a largura  $l_B$  deste tipo de parede são:

$$e_B = 4\sqrt{AK} \quad (2.18)$$

$$l_B = \pi\sqrt{\frac{A}{K}} \quad (2.19)$$

onde  $A$  é a constante de troca e  $K$  é a constante de anisotropia, mas esta última pode ser substituída pela anisotropia “efetiva”, adicionando as contribuições dos efeitos da magnetostricção e das tensões internas ou externas. Uma maior anisotropia diminuirá a largura da parede, mas aumentará sua energia.

### 2.4.3 Paredes diferentes de 180°

As paredes de 90° e outro tipo de paredes com uma rotação da magnetização menor que 180° aparecem naturalmente em materiais com anisotropia multiaxial e quando o campo externo é perpendicular ao eixo fácil deste material [10]. Estas paredes, devido a sua baixa mobilidade, não são tão relevantes como as paredes de 180° no efeito Barkhausen [4].

### 2.4.4 Paredes de Néel

A parede tipo Bloch é um caso idealizado onde o material pode ser considerado infinito e a parede é considerada plana. Nos casos com condições de contornos particulares como filmes finos ou regiões superficiais de materiais magnéticos duros pode surgir outro tipo de parede chamada *parede de Néel*. Nesta parede o giro da magnetização é perpendicular ao plano da parede, neste caso a influência das cargas magnéticas volumétricas é mais

importante que a das cargas superficiais. Nestas condições também podem acontecer configurações de paredes mais complicadas, como as paredes tipo vórtice.

## 2.5 Processos de magnetização

Quando um material é submetido a um campo magnético crescente, a magnetização deste é aumentada até um valor máximo chamado magnetização de saturação. Este processo é composto da movimentação das paredes de domínio e da rotação dos domínios magnéticos.

### 2.5.1 Movimento das paredes de domínio

Quando uma parede de domínio é deslocada devido ao efeito de um campo magnético externo  $H_{ext}$  acontece um aumento no volume do domínio melhor alinhado com  $H_{ext}$ , e ao mesmo tempo uma diminuição do volume do domínio contíguo, o resultado é um aumento na magnetização total do material. Num material real, existem muitos defeitos que atuam como centros de aprisionamento das paredes de domínio, fazendo com que o movimento das paredes não aconteça de forma suave, o movimento real acontece como uma série de saltos chamados *saltos Barkhausen*. Estes saltos estão ligados às variações abruptas e irreversíveis na magnetização do material. Os centros de aprisionamento são associados à existência de desordem estrutural gerada por defeitos, presença de grãos em materiais policristalinos, discordâncias e deformações da rede, flutuações na composição, presença de inclusões, impurezas ou tensões localizadas no material.

### 2.5.2 Modelos do efeito Barkhausen

Um modelo simplificado deste processo é considerar as paredes de domínio planas com um único grau de liberdade para se movimentar. Este modelo não explica adequadamente fenômenos como a dissipação da energia ou de coercividade, mas é de muito valor para o estudo do *efeito Barkhausen* [1].

Nos experimentos do efeito Barkhausen é medida a taxa de variação  $d\phi/dt$  do fluxo

magnético numa certa região da amostra. É esperado, neste modelo simplificado, que  $d\phi/dt$  seja governado por uma equação de evolução da forma

$$d\phi/dt = f(\phi, \vec{H}_{ext}, \{P\}) \quad (2.20)$$

onde a função  $f$  contém a informação das interações energéticas dentro da amostra. Os parâmetros desta função são o campo externo  $\vec{H}_{ext}$ , os parâmetros que descrevem a desordem dentro do material  $\{P\}$ , e o fluxo macroscópico  $\phi$ , que devido à simplicidade do modelo, substitui a configuração micromagnética da amostra.

Supondo que uma parede de domínio de  $180^\circ$  de área  $S$  seja deslocada com uma velocidade  $v_w$ , devido à ação de um campo externo  $\vec{H}_{ext}$  e mantendo a parede plana e rígida, como um domínio se acrescenta em detrimento do outro, a taxa da mudança na magnetização total  $\frac{d\vec{M}}{dt}$  da amostra é:

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = 2\vec{M}_s S v_w \quad (2.21)$$

Se o fluxo magnético é medido na direção ao campo  $\vec{H}_{ext}$ , que faz um ângulo  $\theta$  com a magnetização dos domínios  $\vec{M}_s$ , a taxa de variação deste fluxo é proporcional a  $\frac{d\vec{M}}{dt}$

$$\frac{d\phi}{dt} = \frac{1}{d}\mu_0 \left| \frac{d\vec{M}}{dt} \right| \cos \theta \quad (2.22)$$

onde  $d$  é o comprimento da amostra na direção do campo.

Quando a parede se move, uma certa quantidade de energia é dissipada. Em meios metálicos o principal mecanismo de dissipação é o efeito das correntes induzidas. A variação do fluxo magnético induz um campo elétrico  $\vec{E}$ , proporcional à taxa de variação da magnetização

$$|\vec{E}| = D \frac{d\phi}{dt} \quad (2.23)$$

onde  $D$  depende unicamente da geometria do sistema parede - amostra, e é uma constante para cada ponto dentro da amostra. Para um material com condutividade  $\sigma$ , as correntes

induzidas  $\vec{j} = \sigma \vec{E}$  dissiparam uma potência  $P_c$  proporcional à integral de  $\vec{E} \cdot \vec{j}$  sob toda a amostra, então:

$$P_c = d\sigma G \left( \frac{d\phi}{dt} \right)^2 \quad (2.24)$$

onde  $G$  é uma constante adimensional

O trabalho por unidade de tempo  $P_H$  realizado pelo campo  $\vec{H}_{ext}$  é dado por:

$$P_H = \mu_0 \frac{d\vec{M}}{dt} \cdot \vec{H}_{ext} = d \frac{d\phi}{dt} H_{ext} \quad (2.25)$$

Se a energia interna total da amostra  $E_s$  é considerada uma função dependente do fluxo  $\phi$ , então a variação por unidade de tempo desta energia é:

$$P_s = \frac{\partial E_s}{\partial \phi} \frac{d\phi}{dt} = d H_s \frac{d\phi}{dt} \quad (2.26)$$

onde o campo  $H_s$  é definido pelo gradiente da energia  $H_s \equiv (1/d)(\partial E_s / \partial \phi)$

Por conservação da energia,  $P_H = P_c + P_s$ , entretanto, das equações 2.24, 2.25 e 2.26.

$$\sigma G \frac{d\phi}{dt} = H_{ext}(t) - H_s(\phi) \quad (2.27)$$

Esta última equação governa o movimento das paredes de domínio. É esperado que o campo  $H_s$  exiba variações aleatórias em função de  $\phi$  devido a presença da desordem estrutural na amostra, mas esta equação também prevê uma conexão entre as flutuações de  $\frac{d\phi}{dt}$  e a configuração micromagnética da amostra e suas interações com a microestrutura da amostra.

### Modelo ABBM

Em 1990 Alessandro, Beatrice, Bertotti e Montorsi propuseram um modelo para o ruído Barkhausen [14, 15]. Este modelo considera que a origem dos sinais de ruído Barkhausen é a presença de desordem, porém o modelo desestima os detalhes da energia micromagnética e só considera um termo uniforme de energia magnetostática e o resto é substi-

tuído por uma função aleatória da magnetização. De acordo com estas considerações, o campo  $H_s$  apresentado na equação 2.27, que contém a informação da microestrutura do sistema, pode ser separado em duas contribuições: um termo relacionado com as interações de grande escala, principalmente os efeitos magnetostáticos  $\phi/\mu S$ , e outro devido à contribuição das interações de pequena escala  $H_p(\phi)$  relacionado com a microestrutura caracterizada pelo desordem estrutural. Isto é representado na seguinte equação:

$$H_s(\phi) = \frac{\phi}{\mu S} + H_p(\phi) \quad (2.28)$$

onde  $S$  é a secção transversal do sistema e  $\mu$  é a permeabilidade do sistema. O primeiro termo desta equação assegura que a curva macroscópica da magnetização total do sistema tenha uma inclinação constante  $dM/dH_{ext} = \mu/\mu_0$ .

O campo  $H_p(\phi)$ , chamado campo de aprisionamento, descreve as flutuações aleatórias da energia ao redor da curva macroscópica. Este campo é definido por dois parâmetros relacionados com a *aleatoriedade* do campo e com um *comprimento de correlação* que mede a escala da interação do movimento das paredes e as fontes de aprisionamento. A partir destas considerações e mediante o uso da teoria de possessos estocásticos, é obtida uma teoria coerente com as propriedades estatísticas do ruído Barkhausen [14], que mostra que a caracterização estatística das medidas experimentais como a distribuição de amplitudes  $P(\phi)$  e o espectro de potências  $F(\omega)$  seguem leis simples explicadas pela teoria [15]. Este modelo prediz adequadamente as leis de potência que governam a estatística do ruído, os expoentes característicos, e a existência de valores de corte, mas estes valores de corte não concordam com os experimentos [16]

### Modelo de paredes flexíveis

O modelo ABBM assume um movimento rígido das paredes de domínio e um campo de aprisionamento Browniano e correlacionado, mas, num ferromagnético real, as paredes são flexíveis e se movem em um meio de impurezas não correlacionadas. Neste modelo a análise é realizado considerando as contribuições da energia micromagnética, e adicionando um

termo de desordem gaussiano não correlacionado. Os resultados incluem uma nova classe de universalidade e novos expoentes característicos, dependendo dos tipos de interações utilizadas (dipolares de longo alcance ou estáticas de curto alcance), assim como a correta predição dos valores de corte [16] [2].

## 3. Técnicas de ensaios não destrutivos

Neste capítulo é feita uma breve revisão das técnicas de ensaios não destrutivos já estabelecidas na indústria baseadas nas propriedades elétricas ou magnéticas do material a ser avaliado.

Na secção 3.2 são apresentados os efeitos da tensão sob os materiais a qual é o parâmetro de END medido neste trabalho. Na última secção é feita uma breve descrição conceptual das técnicas de medição do BR, e são apresentados os diferentes parâmetros obtidos dos sinais de RB.

### 3.1 Técnicas já estabelecidas na indústria

#### 3.1.1 Magneto-Emissão Acústica

A Magneto-Emissão Acústica (MEA) é uma série de estouros acústicos na forma de ondas ultrassônicas de alta frequência emitidas quando um material ferromagnético é magnetizado. Geralmente, a principal atividade da MEA é detectada na região mais pronunciada da curva de histerese, i.e., perto do campo coercivo. Mas, diferentemente do ruído Barkhausen, que têm origem no movimento das paredes de domínio, a Magneto-Emissão Acústica têm origem nos processos irreversíveis de criação e de aniquilação de paredes de domínio, que acontecem principalmente ao redor dos centros de aprisionamento [17].

### 3.1.2 Correntes parasitas

Neste ensaio, o campo magnético gerado por uma sonda ou bobina de excitação alimentada por corrente alternada produz correntes induzidas (correntes parasitas) na peça sendo ensaiada. O fluxo destas correntes depende das características do material. As correntes induzidas circulam na superfície do material e são modificadas pela presença de descontinuidades ou de defeitos. Estas correntes, por sua vez, geram um campo magnético em oposição ao campo de excitação, este campo é detectado por uma bobina secundária ou medindo a impedância da própria sonda de excitação. As pequenas variações nesta medição podem ser correlacionadas com os defeitos estruturais da peça ensaiada, ou com as mudanças locais na condutividade elétrica ou na permeabilidade magnética do material [18].

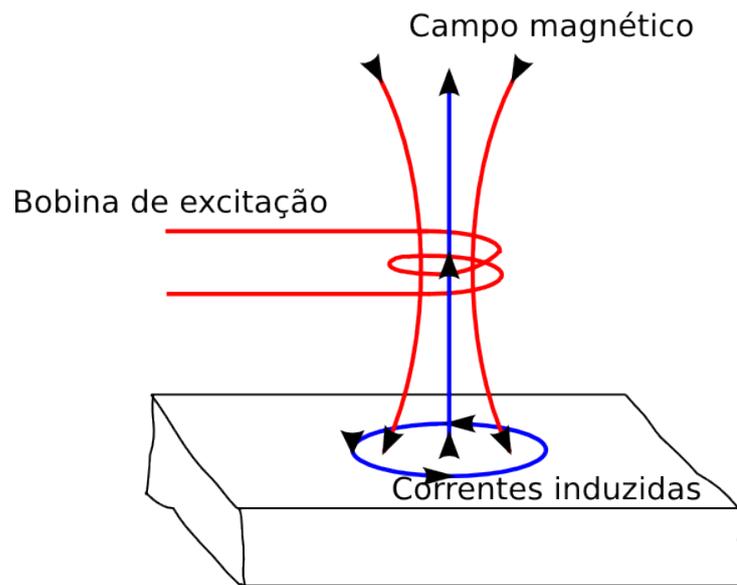


Figura 3.1: Esquema do ensaio de correntes parasitas.

### 3.1.3 Partículas Magnéticas

O ensaio por partículas magnéticas é usado para detectar descontinuidades superficiais e sub superficiais em materiais ferromagnéticos. O método de ensaio está baseado na geração de um campo magnético que percorre toda a superfície do material. As linhas magnéticas do fluxo induzido no material desviam-se de sua trajetória ao encontrar uma

descontinuidade superficial ou sub superficial, criando assim uma região com polaridade magnética (figura 3.2), altamente atrativa à partículas magnéticas. No momento em que se provoca esta magnetização na peça, as partículas magnéticas são aplicadas sobre a peça e serão atraídas à localidade da superfície que contiver uma descontinuidade formando assim uma clara indicação de defeito [18].

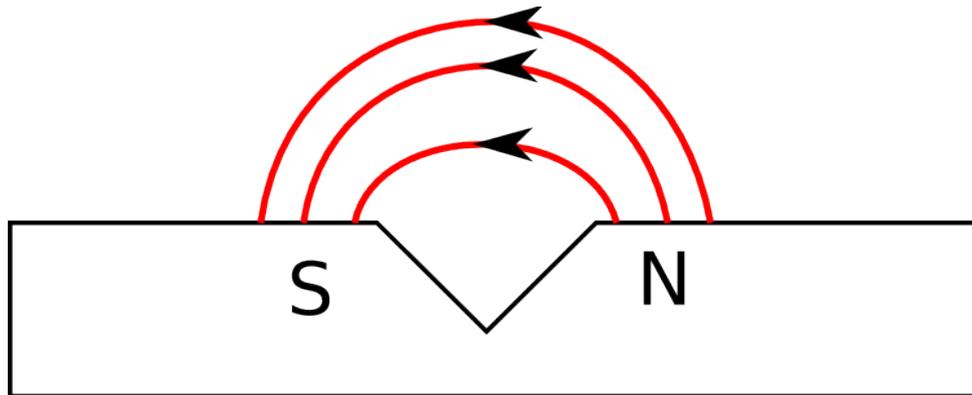


Figura 3.2: Uma fratura num material magnetizado dá origem a polos magnéticos nos lados da fratura.

## 3.2 Efeitos da tensão mecânica nos materiais

### 3.2.1 Tensões internas

As tensões internas são principalmente atribuídas a uma distribuição não uniforme das deformações em todo o volume da amostra. Estas tensões internas podem classificar-se na seguinte base:

Tensões tipo I : São tensões que se contrabalanceiam no volumem do corpo todo, também chamadas macro tensões. Tensões tipo II : O balanço de forças acontece dentro de um simples grão do material; também são chamadas micro tensões. Tensões tipo III : São tensões localizadas num volume da ordem da constante de rede do cristal; são distorções estáticas da estrutura do cristal.

As tensões do tipo II e III podem ser determinadas por técnicas de raios-X. As tensões tipo II modificam a constante de rede dos cristais do material, portanto, tendem aumentar

a largura das linhas de interferência do padrão de difração dos raios-X. As distorções na estrutura do cristal (tensões tipo III) reduzem a intensidade das linhas de interferência.

### 3.2.2 Tensões externas

As tensões externas são produto da aplicação de uma força externa, e estas desaparecem quando a força é removida. Estas tensões produzem deformações que podem ser elásticas ou plásticas.

#### Deformação elástica

Este tipo de deformação, e suas influências, desaparecem completamente quando a força externa é retirada. As tensões só ocasionam mudanças completamente reversíveis nas propriedades do material.

#### Deformação plástica

Quando a tensão excede certo valor definido (limite plástico) a deformação torna se irreversível. Após da remoção da tensão, só a componente plástica da deformação é eliminada.

## 3.3 Experimentos de ruído Barkhausen

Apesar da grande quantidade de resultado experimentais recolhidos sobre o ruído Barkhausen, o numero de resultados fiáveis e pequeno [2]. Uma das razões para este fato é a falta de um procedimento experimental “padrão” que permita a comparação dos resultados de uma maneira coerente. Também se observa na literatura a ausência de uma interpretação coerente de medidas “boas” de ruído Barkhausen, o que poderia ser atribuído à falta de um bom modelo teórico. Um aspecto que questiona a fiabilidade de muitos resultados experimentais é o fato que as propriedades do ruído variam no longo da curva de histerese, portanto, as medidas precisariam ser feitas apenas perto do campo coercivo, onde o movimento das paredes de domínio é o mecanismo predominante do processo de magnetização,

e o sinal do ruído Barkhausen é estacionário. É preciso pelo tanto identificar uma série de regras práticas para determinar o procedimento adequado para uma medição coerente do ruído Barkhausen.

### 3.3.1 Arranjo experimental

O principal sistema de medição de ruído Barkhausen, usado desde os primeiros experimentos, é baseado na medição, por meio de uma bobina sensora, da variação do fluxo magnético em resposta a um campo externo que varia muito lentamente. O sinal obtido é uma série de pulsos induzidos como resposta do movimento aleatório das paredes de domínio. Estes pulsos contrastam com a regularidade do campo aplicado. Outro método mais recente é a observação direta das paredes e de seus deslocamentos mediante experimentos magneto-ópticos, baseados no efeito Kerr (MOKE). Este método é adequado, por exemplo, para a pesquisa das propriedades do ruído nos filmes finos.

#### Métodos indutivos

A configuração experimental para medidas indutivas do ruído Barkhausen é, em princípio, muito simples, precisando só de uma fonte de campo, usualmente dada por uma solenoide ou uma bobina de Helmholtz, e um certo número de bobinas sensoras para detectar os fluxos induzidos. Mas, nesta simplicidade, deve-se considerar alguns detalhes essenciais, como, por exemplo, que o campo aplicado sobre a amostra deve ser suficientemente homogêneo sob toda a amostra e o comprimento das bobinas sensoras deve ser o menor possível. Estas duas condições fazem com que a medição seja do efeito do movimento das paredes, todas sobre as mesmas condições. Para aplicações práticas como ensaios não destrutivos, é evidente que as recomendações anteriores não possam ser sempre cumpridas, nestes casos, o sinal pode ser uma superposição de diferentes efeitos e mecanismos de magnetização, os quais devem ser levados em consideração para a análise da sinal.

As medidas indutivas são sempre uma detecção coletiva do movimento de muitas paredes, onde a propagação e as interações de longo alcance sempre têm um papel significativo.

Com as medidas indutivas é impossível distinguir o movimento de apenas uma parede ou da superposição no espaço e/ou tempo do movimento de varias paredes. Esta limitação tem fortes consequências na interpretação estatística das distribuições do ruído, em particular com o efeito da taxa de variação do campo externo. Geralmente, o campo externo tem forma de onda triangular com frequências muito pequenas, para ter uma variação constante e pequena no campo. A amplitude da onda deve ser tal que atinja a magnetização de saturação da amostra a fim de restabelecer uma configuração magnética conhecida e constante a cada ciclo de medição. Idealmente, no limite adiabático (zero variação no campo externo), o sinal do ruído deveria ser considerado como uma sequência de pulsos ou avalanches independentes, mas, com uma frequência finita do campo externo, os pulsos medidos podem ser resultado da superposição de diferentes avalanches. Claramente existe uma dificuldade prática para determinar o valor da baixa frequência que se aproxima ao limite adiabático.

### 3.3.2 Análise do ruído Barkhausen

O sinal obtido dos experimentos de ruído Barkhausen é usualmente uma série temporal da voltagem medida na bobina sensora. Este sinal é uma sequência de pulsos com natureza de redundância fractal que refletem os saltos que aconteceram na magnetização da amostra. Deve-se considerar que o do ruído de fundo do experimento limita a detecção das avalanches muito pequenas.

#### Análise estatística

Para investigar a distribuição estatística da sinal Barkhausen é preciso definir a duração  $T$  e o tamanho  $S$  (integração da amplitude  $v$  sobre os limites temporais) de cada salto individual sobre a série temporal medida. Para evitar os problemas devidos ao ruído define-se um coeficiente de resolução para definir os limites temporais de uma avalanche.

A distribuição da amplitude do sinal, relacionada diretamente com a velocidade das paredes de domínio decai com a lei de potência

$$P(v) \sim v^{-(1-c)} \exp(v/v_0) \quad (3.1)$$

onde  $c$  é proporcional à taxa de variação do campo externo aplicado, e  $v_0$  é o valor de corte. As distribuições de  $T$  e  $S$  seguem leis de potência da forma:

$$P(T) \sim T^{-\alpha} f(T/T_0) \quad (3.2)$$

$$P(S) \sim S^{-\tau} f(S/S_0) \quad (3.3)$$

onde  $\alpha$  e  $\tau$  são expoentes característicos e  $T_0$  e  $S_0$  são valores de corte.

### Espectro de potências

A análise espectral do sinal de ruído Barkhausen foi uma técnica muito utilizada desde os primeiros experimentos. Este espectro de potências pode ser modelado como uma superposição de saltos Barkhausen “elementares” e independentes. Este modelo é capaz de explicar, satisfatoriamente, praticamente qualquer forma de espectro de potências medido, mas não considera as interações micromagnéticas ou a dinâmica das paredes de domínios, por isso, não representa um avanço no entendimento fundamental do ruído Barkhausen. [2]. O espectro de potências também apresenta leis de potências e expoentes característicos descritos pelos modelos teóricos [2].

### Outras formas de análise

Existem outras formas de analisar e parametrizar o ruído Barkhausen como a obtenção do RMS [19] ou amplitude do sinal, e a integral do sinal [20]. Este tipo de análise, devido a sua simplicidade é muito utilizado em estudos do ruído como técnica de ensaios não destrutivos [2].

## 4. Procedimento experimental

Neste capítulo são descritos os sistemas experimentais e de instrumentação envolvidos no processo de preparação das amostras, e a detecção do ruído Barkhausen. São apresentados também os procedimentos para a análise estatística dos dados obtidos e algoritmos utilizados para este propósito.

### 4.1 Preparação de amostras

Neste trabalho, foram produzidas amostras de Fe e de Ni puros, que foram laminadas, utilizando um laminador manual (IMUS), a partir do tarugo inicial com redução de 90% em área, produzindo uma tira comprida de secção transversal média  $3,0 \times 0,5 \text{ mm}^2$ . Em seguida, a tira foi cortada em segmentos de 80,0 mm. As amostras foram tratadas termicamente em vácuo durante 2 horas a temperaturas superiores à temperatura de recristalização: 450 °C e 600 °C para o Fe e o Ni, respectivamente. O objetivo do tratamento é eliminar as tensões internas das amostras e reforçar a ordenação preferencial dos eixos cristalográficos dos grãos devido ao processo de laminação ao qual foram submetidas.

O equipamento utilizado para o tratamento foi desenvolvido para este fim, e consta de um tubo de quartzo de 10,0 mm de diâmetro e 50 cm de comprimento, fechado em um dos extremos, e com o outro extremo conetado a um sistema de alto vácuo ( $4 \times 10^{-6}$  mbar). A amostra é introduzida dentro do tubo e esquentada por uma lâmpada de luz alógena de 400 W montada num sistema com uma placa refletora de aço inox de tal modo que a luz emitida pela lâmpada é focalizada sob a amostra. O sistema baseia-se no aquecimento da amostra pela absorção da luz. Estima-se que, já que o quartzo é quase transparente a luz

da lampada e o contato térmico do tubo com a amostra é desprezível o tubo de quartzo se mantém a uma temperatura baixa.

As amostras foram preparadas para cada material (Fe e Ni) sob as mesmas condições de laminação e tratamento térmico. Estas amostras, após o tratamento térmico, são consideradas para este trabalho como amostras quase livres de dispersão na anisotropia magnetocristalina, defeitos metalúrgicos, e de tensões a estes associados.

## 4.2 Caraterização estrutural das amostras

Antes e depois do tratamento térmico, foram realizadas análises por difração de raios-X de uma amostra de cada material, para o controle do ordenamento dos grãos, e estimação das tensões internas no material. O padrão de difração apresenta uma série de picos característicos resultado da difração construtiva devido a um certo plano cristalográfico (hkl). A intensidade relativa destes picos fornece informação sobre a textura das amostras, e a largura do picos da informação sobre as tensões internas as quais estão submetidos estes cristais

## 4.3 Medidas da curva de magnetização $M \times H$

Foram efetuadas medidas de  $M \times H$  usando um magnetômetro de amostra vibrante (VSM) desenvolvido no laboratório. O objetivo destas medidas foi a determinação da magnetização de saturação e a obtenção de alguma informação sobre a forma do laço de histerese para a comparação deste antes de depois do tratamento térmico, e também para a posterior comparação com os laços obtidos da integração numérica do sinal do RB. As medidas  $M \times H$  foram realizadas sob amostras de dimensões aproximadas  $3,0 \times 3,0 \times 0,05 \text{ mm}^3$  cortadas com uma tesoura do centro das amostras medidas pela técnica de RB.

## 4.4 Medidas de ruído Barkhausen

O arranjo experimental utilizado para as medidas de ruído Barkhausen é apresentado no diagrama de blocos da figura 4.1. O sistema consta de um solenoide que serve para gerar o campo magnético aplicado sobre a amostra, e uma pequena bobina sensora que detecta a variação do fluxo magnético e, portanto, a evolução da magnetização da amostra.

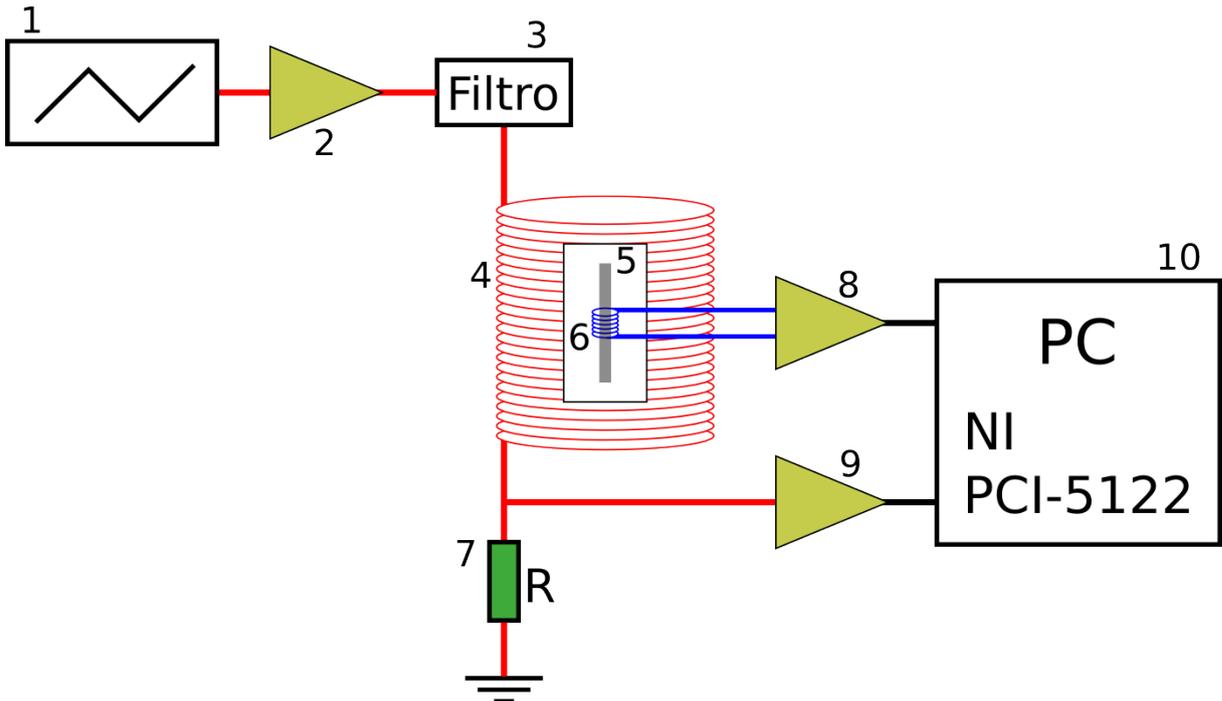


Figura 4.1: Esquema do sistema de medida do ruído Barkhausen. 1: Gerador de funções. 2: Amplificador de potência. 3: Filtro passa baixa. 4: Bobina de campo. 5: Amostra. 6: Bobina sensora. 7: Resistor sensor de corrente. 8 e 9: Pré-amplificadores de baixo ruído. 10: Placa de aquisição de dados e computador.

Um gerador de funções gera um sinal de voltagem, que alimenta um amplificador de potência capaz de fornecer corrente eléctrica suficiente ao solenoide para gerar o campo requerido. Neste circuito de corrente encontra-se também um filtro passa baixa entre o amplificador de potência e o solenoide, cujo propósito é filtrar qualquer variação brusca na voltagem aplicada. Além disso, um resistor serve como sensor de corrente. A voltagem gerada na bobina sensora de indução e a queda de voltagem no resistor sensor de corrente, são amplificadas por dois pré-amplificadores e depois digitalizadas por uma placa de aquisição de dados, para serem armazenadas num computador do tipo PC.

As características técnicas de cada um dos equipamentos utilizados serão apresentadas nas próximas secções.

### 4.4.1 Circuito Magnetizante

#### Gerador de funções

Foi utilizado o modelo DS335, de Stanford Research Systems. Este gerador tem uma resolução de saída de 12 bits. Dependendo do tipo de medidas a serem realizadas, são geradas funções senoidais ou triangulares a diferentes frequências. Este gerador é controlado pelo computador mediante uma interface GPIB (IEEE488)

#### Amplificador de potência

Foi desenvolvido no laboratório especificamente para esta aplicação, baseado num amplificador operacional monolítico de alta potência: Burr-Brown OPA541 [21]. A arquitetura deste CI permite que não sejam produzidas flutuações abruptas na voltagem de saída quando esta atravessa a voltagem zero. O sistema é alimentado por um banco de quatro baterias de 12 V, de 60 Ah cada uma, que fornece uma tensão de alimentação total de  $\pm 24$  V. O amplificador é capaz de fornecer uma saída de até  $\pm 20$  V e uma corrente contínua de até  $\pm 5$  A.

#### Filtro passa baixa

Foi utilizado como filtro um banco de capacitores, com uma frequência de corte de 20 Hz.

#### Solenóide e sensor de corrente

Foi utilizado um solenóide compensado nas bordas para gerar o campo aplicado sobre a amostra, cujas dimensões são 20 cm de altura, 1,5 cm de raio interno e 3,5 cm de raio externo. Este solenóide fornece 37,3 Oe/A. Para medir a corrente que circula pelo solenóide utilizou-se um resistor de baixa resistência 82,4 m $\Omega$  conectado em série com aquele. A resposta em voltagem deste resistor é 2,21 mV/Oe

## 4.4.2 Sistema de detecção e digitalização das medidas

### Bobina sensora

Foi fabricada uma bobina sensora enrolando um fio de cobre AWG 42. Com um comprimento de 3mm, e área efetiva de  $2,7 \times 10^{-3} \text{ m}^2$ . A bobina é colocada no centro da amostra e presa ao mesmo suporte da amostra para evitar seu movimento. A direção do enrolamento da bobina foi selecionada de tal modo que o RB produza pulsos de voltagem positivos quando o campo magnético é aumentado no sentido  $-H_{max} \rightarrow 0 \rightarrow +H_{max}$ .

### Suporte para as amostras e sistema de pesos

Foi fabricado um suporte para as amostras, que permite colocá-las no centro do solenoide prendendo um extremo da amostra ao suporte e o outro extremo a um fio no qual é preso um conjunto de masas que servem para aplicar a tensão sobre a amostra. O sistema está desenhado para que amostra fique fixa e não sofra tensões que possam alterar seu estado metalúrgico. Este sistema fica encapsulado numa caixa de alumínio que serve de blindagem do ruído electromagnético externo.

### Pré-Amplificadores de baixo ruído

Foram utilizados dois pré-amplificadores de voltagem de baixo ruído, modelo SR560 da marca Stanford Research System, para amplificar os sinais do sensor de corrente e da bobina sensora. Em ambos amplificadores, alimentados por baterias, a entrada foi configurada em modo DC, com os filtros passa-baixas configurados a uma frequência de corte de 1 MHz. O ganho para o sensor de corrente foi 10, e para a bobina de indução variou entre 1000 e 10000 de acordo com o tipo de medição e a amostra utilizada. Os ganhos dos amplificadores são controlados pelo computador mediante uma interface serial RS-232.

### Placa de aquisição de dados

Modelo NI PCI-5122, da National Instruments, com resolução de 14 bits, e até 100 MHz de taxa de amostragem. A placa de aquisição recebe os sinais de voltagem das saídas

dos pré-amplificadores e o sinal TTL da referência do gerador de funções.

### 4.4.3 Fontes de ruído não desejado no experimento

Foram identificadas várias fontes de ruído não desejado, estas foram minimizadas na medida do possível. As principais fontes de ruído são:

#### **ruído intrínseco da instrumentação:**

Este ruído é devido ao ruído “ $1/f$ ”, e o ruído Johnson intrínseco nos instrumentos de medição, a contribuição mais importante é o ruído dos pré-amplificadores que equivale ao ruído gerado por um resistor de  $1\text{ k}\Omega$  ou  $(4\text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}})$ . Este ruído pode ser minimizado limitando a banda passante de frequência nas medidas, mas não pode ser eliminado, por isso é preciso considerar que os sinais medidos são sempre a soma do sinal do experimento com o sinal deste ruído.

#### **Ruído da rede elétrica no circuito magnetizante:**

Para evitar flutuações na corrente do circuito magnetizante, foram utilizadas um banco de baterias, para alimentar o amplificador de potência.

#### **Campos magnéticos externos:**

Qualquer condutor que transporte uma corrente elétrica gera um campo magnético, estes campos podem influenciar as medidas do ruído Barkhausen. A principal fonte destes tipos de campos é o circuito elétrico para a alimentação dos equipamentos utilizados. A melhor forma de redução é minimizar as fontes, isto é, que os circuitos de corrente não façam laços abertos, e que eles não fiquem perto do experimento.

#### **Ondas eletromagnéticas:**

É utilizada uma caixa de alumínio para proteger o experimento e evitar que os sinais de radio frequências sejam captados pela bobina sensora.

**Efeitos da digitalização:**

A onda gerada digitalmente dentro do gerador de funções tem uma resolução de 12 bits, isto implica que o sinal gerado não é um sinal suave, é sim uma série de degraus de voltagem. Os efeitos sobre a onda de campo gerada são reduzidos pelos filtros dentro do gerador e os filtros passa-baixa no circuito de magnetização, mas estes filtros são pouco efetivos quando a frequência da onda gerada é muito baixa ou a taxa de variação do campo magnetizante é menor que 1 Oe/s

**Não linearidade diferencial:**

Cada código digital fornecido por um conversor AD simboliza uma janela de voltagem onde será medido o sinal. Idealmente, estas janelas têm uma largura igual à resolução do AD, mas na prática, elas não são todas iguais. Esta desigualdade é medida como um parâmetro do AD chamado não linearidade diferencial (DNL). Para a data desta tese, considera-se um AD como bom se ele tem uma diferença máxima de 30% a 50% entre a largura de duas janelas adjacentes. O mesmo parâmetro (DNL) é usado também para medir o erro na saída de um conversor DA. Os efeitos e meios de minimização da DNL sobre as medidas serão apresentados na secção 4.5

**4.4.4 Software de aquisição de dados**

Foi desenvolvido um programa para a aquisição de dados, utilizando a linguagem de programação interpretada Python com uso dos pacotes: Visa para controle das interfaces serial e GPIB, ctypes para acessar a biblioteca `niscope_32.dll` que controla a placa de aquisição, `numpy` para as estruturas de dados utilizadas, e `scipy` para o entorno gráfico. Foi desenvolvido um pacote que utiliza programação orientada por objetos e permite o controle de todas as funções do hardware (gerador de funções, pré-amplificadores e placa de aquisição) Um segundo pacote, fornece ao usuário um conjunto de rotinas que utiliza os objetos de software que controlam o hardware na sequência adequada para realizar os experimentos desejados e medir e armazenar os dados correspondentes. Este pacote

fornece rotinas para a calibração do experimento, para realizar testes das medidas, e duas rotinas especiais para a coleta do ruído Barkhausen: a primeira mede o RB num período completo, com um campo de excitação senoidal, e a segunda mede o RB dentro de uma janela de campo magnético onde este varia com uma taxa de variação do campo constante.

### Medição num ciclo completo de magnetização

A primeira rotina controla o experimento de tal forma que sobre a amostra é aplicado um campo com forma de onda senoidal. O software estabelece uma janela de medição de duração igual a um período completo da onda, e mediante uma rotina de detecção da fase da onda, esta janela é sincronizada para iniciar no máximo positivo da senoide (quando o campo magnético aplicado é máximo) como é mostrado na figura 4.2. É seguida a sequência de medidas do ruído Barkhausen e do campo magnético dentro desta janela. Estas medidas são repetidas, e é feita a média sobre elas.

As voltagem medidas  $V_H$  e  $V_{BN}$  são respectivamente proporcionais ao campo magnético aplicado e à variação do fluxo sobre a amostra.

$$V_H = KH \quad (4.1)$$

onde  $K$  é uma constante igual à resposta em voltagem do resistor sensor de campo, ao campo aplicado.

$$V_{BN} = \frac{d\phi}{dt} \quad (4.2)$$

O sinal positivo na direita desta equação é dado pela escolha da orientação do enrolamento da bobina sensora. Se esta bobina tem uma área efetiva  $A_{ef}$  e definimos o parâmetro de área  $A_s$  como a secção transversal da amostra multiplicada pelo número de espiras da bobina sensora, a voltagem induzida  $V_{BN}$  pode ser escrita em função do campo externo  $H$  e da magnetização da amostra  $M$ .

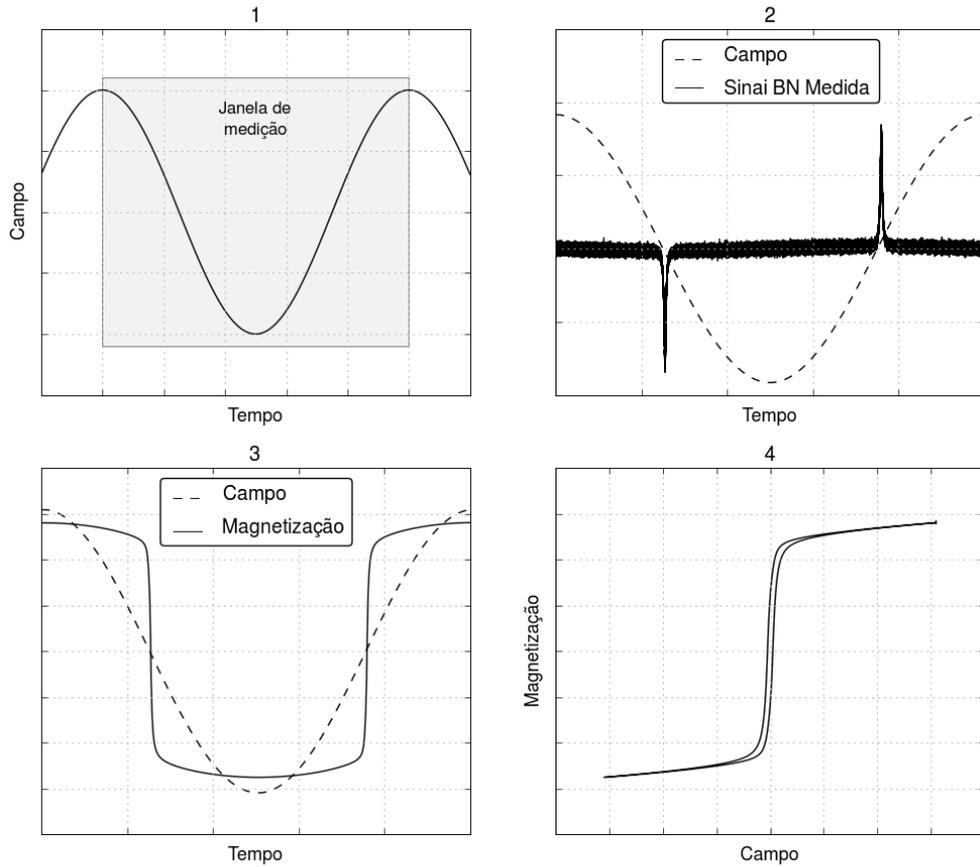


Figura 4.2: Sinais medidos e obtidos na rotina de medição num ciclo completo de magnetização. 1: Sinal de campo magnético e janela de medição. 2: Ruído Barkhausen. 3: Magnetização calculada. 4: Curva de magnetização (Magnetização vs Campo)

$$V_{BN} = \mu_0 A_{ef} \frac{dH}{dt} + \mu_0 A_s \frac{dM}{dt} \quad (4.3)$$

Logo, a magnetização em função das voltagens medidas é:

$$M = \left( \int V_{BN} dt - \frac{\mu_0 A_{ef}}{K} V_H \right) / (\mu_0 A_s) \quad (4.4)$$

esta rotina utiliza a equação anterior (4.4) para calcular a magnetização a partir dos sinais medidos. Os valores do campo e da magnetização são armazenados em arquivos de dados binários no formato NumPy `.npy`, e estes arquivos são logo zipados junto com um arquivo de texto que contém os parâmetros utilizados na medição.

### Medição numa janela de campo magnético

Na segunda rotina, dada uma janela de campo magnético (campo inicial e campo final) e uma taxa de magnetização, ambas definidas pelo usuário, o software controla o experimento de modo que a amostra seja submetida a um ciclo de magnetização onde o campo varia com uma taxa constante, e na janela definida a taxa muda para o valor indicado e é medido o sinal do ruído Barkhausen, tal como se apresenta na figura 4.3

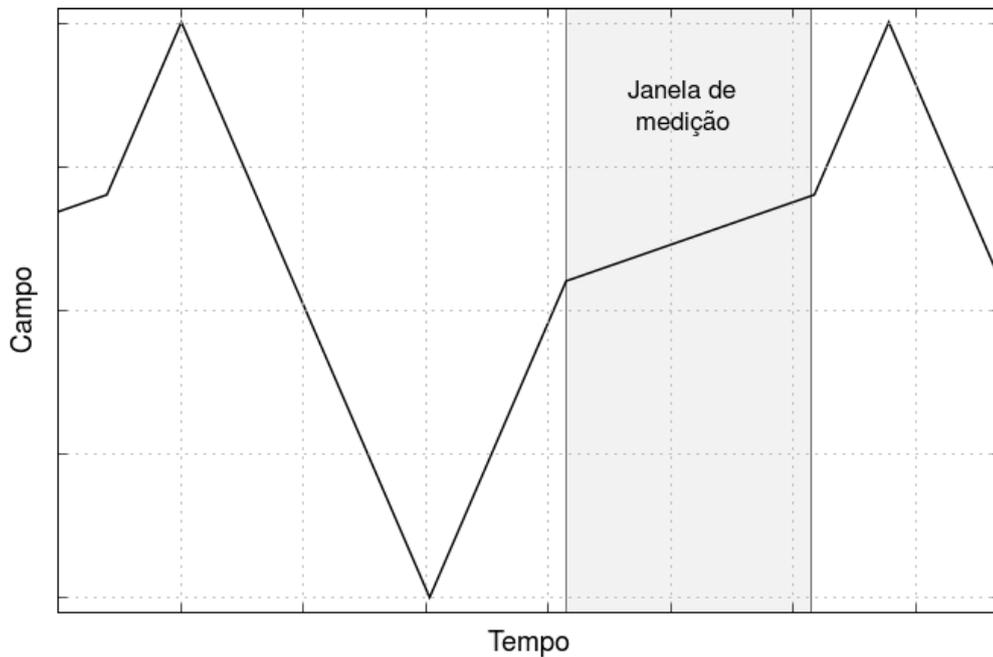


Figura 4.3: Sinal fornecido pelo gerador de funções, apresentando a janela com taxa de variação regulável onde é medido o ruído Barkhausen.

Cada uma das séries temporais do RB, no formato fornecido pela placa de digitalização (séries de números inteiros de 16 bits) são armazenadas em arquivos binários `.npy`. A partir do sinal do campo, eles são medidos e armazenados na taxa de real de variação de campo e os valores iniciais e finais da janela de campo. Todos estes arquivos são zipados junto com um arquivo de texto que contém o resto de parâmetros utilizados na medição.

## 4.5 Análise do ruído Barkhausen

Para a análise dos sinais medidos foi desenvolvido um software programado na linguagem de programação interpretada `Python`, onde se utilizou também os pacotes `numpy`, `scipy` e `matplotlib`. A escolha da linguagem de programação `Python` foi baseada na sua licença livre, a simplicidade da sintaxe, e a disponibilidade de pacotes de análise numérica.

Foram desenvolvidas várias de rotinas para a manipulação e análise dos dados, e apresentação dos resultados em gráficos. No que segue são apresentados, em forma conceitual, os algoritmos utilizados para as rotinas relevantes.

### 4.5.1 Susceptibilidade diferencial $dM/dH$

A partir dos valores de magnetização obtidos na medida do ciclo completo de magnetização, é calculada a susceptibilidade diferencial  $dM/dH$ . Para evitar problemas de ruído na diferenciação numérica, cada uma das séries temporais medidas ( $M$  e  $H$ ) é dividida em 10000 janelas e os valores médios das janelas armazenados em novas séries. Em seguida é feito um ajuste das séries para funções obtidas a partir dos 1000 primeiros coeficientes de Fourier. Finalmente as derivadas das funções foram calculadas analiticamente para obter valores da susceptibilidade em função do campo.

Os valores da susceptibilidade perto do campo máximo aplicado têm muitos erros numéricos, uma vez que  $dH \approx 0$ , por isso esta região da curva de magnetização é descartada. Quando a susceptibilidade é muito pequena, pode-se observar nos gráficos desta um padrão de picos negativos periódicos no campo (Ver figura 4.4). Dada a periodicidade e características destes picos, podemos concluir que são produto da não linearidade diferencial (DNL) da saída do gerador de funções usado como fonte no circuito de magnetização. Este ruído é eliminado mediante a convolução das séries de susceptibilidade calculada com uma janela Hanning de tamanho adequado, a qual suaviza a curva eliminando os picos.

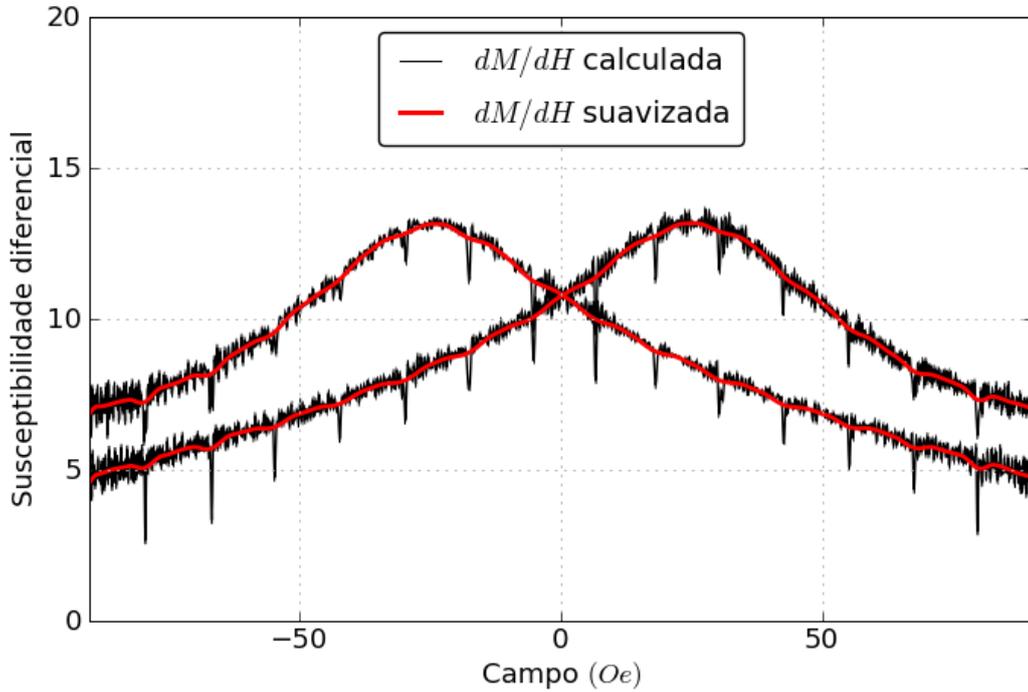


Figura 4.4: Efeito da DNL do gerador de funções na susceptibilidade calculada

#### 4.5.2 Distribuição da amplitude $P_0(\dot{\Phi})$

A distribuição da amplitude  $P_0(\dot{\Phi})$  é calculada medindo a probabilidade que a variação do fluxo magnético na amostra atinja um certo valor em um tempo qualquer [15].

O sinal medido experimentalmente é a soma do sinal Barkhausen e do ruído causado pela instrumentação. Portanto, a probabilidade medida, calculada a partir do histograma do sinal medida, corresponde à convolução de  $P_0(\dot{\Phi})$  com a distribuição gaussiana do ruído da instrumentação. O efeito desta convolução pode ser entendido graficamente como a suavização da curva de  $P_0(\dot{\Phi})$ , esta suavização depende da largura da gaussiana.

No cálculo do histograma, a melhor resolução que se pode obter na amplitude é a resolução do conversor AD da placa de aquisição, isto implica que as janelas usadas para calcular o histograma têm a largura equivalente à distancia entre dois códigos digitais adjacentes do AD, largura que varia de acordo com a não linearidade diferencial (DNL) da placa de aquisição.

O problema causado pela DNL é minimizado aplicando-se um filtro digital passa baixa

sobre os dados adquiridos. A aplicação deste filtro permite também a redução da largura da gaussiana do ruído da instrumentação, sem maior detrimento para  $P_0(\dot{\Phi})$ , minimizando o efeito de suavização da convolução.

O algoritmo de cálculo da  $P_0(\dot{\Phi})$  é aplicado sob as séries temporais resultado da medição do RB numa janela de campo magnético. Cada uma das séries temporais é filtrada com um filtro passa baixa, logo se calcula o histograma de cada uma delas utilizando  $2^{14}$  janelas (a resolução do conversor AD da placa de aquisição). O resultado final é a média de cada um dos histogramas individuais corrigidos de tal jeito que a moda de cada um deles coincida no mesmo valor.

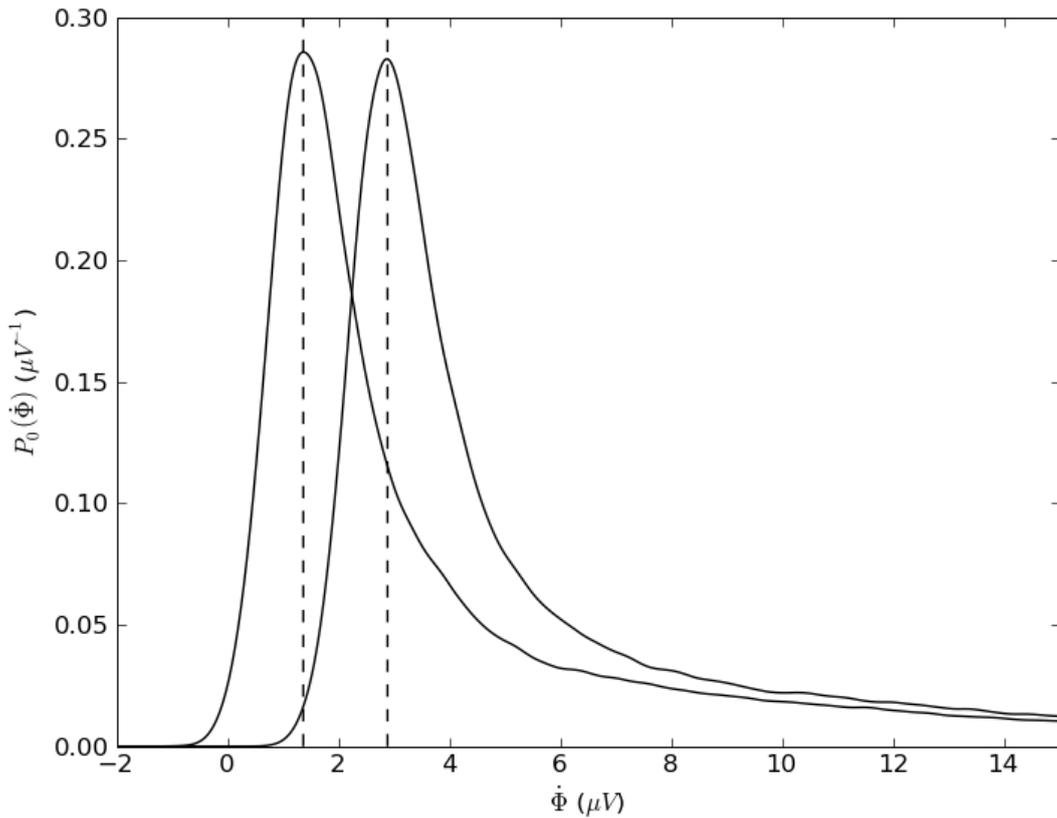


Figura 4.5: Histogramas suavizados de duas séries temporais após filtradas, e as modas calculadas para cada um deles (linhas verticais)

As modas dos histogramas são calculadas da posição do valor máximo da probabilidade após de suavizar o histograma mediante a convolução deste com uma janela Hanning normalizada. A frequência do filtro utilizado foi de 10 kHz, e o tamanho da janela Hanning

foi de 30 pontos.

A necessidade de corrigir os histogramas vem do deslocamento do valor de referência da voltagem na instrumentação nas diferentes séries individuais, que pode ser observado na figura 4.5. A diferença entre as modas é de  $1,51 \mu\text{V}$  que é equivalente a 59 vezes a resolução mínima do eixo x do histograma

### 4.5.3 Espectros de potências

A densidade espectral de potência  $PSD$  é calculada a partir da transformada de Fourier  $\mathcal{F}$  dos sinais de RB medidos.

$$PSD = |\mathcal{F}|^2 \quad (4.5)$$

A transformada de Fourier foi obtida aplicando os algoritmos de transformada rápida de Fourier sobre as séries temporais completas obtendo-se uma muito boa resolução em frequência para os valores estimados da  $PSD$ . Para obter uma melhor estimativa da  $PSD$  real, é feita uma média de um certo número de valores da  $PSD$  de frequências discretas adjacentes, o resultado é a estimativa na frequência central destas [22].

O resultado final é a  $PSD$  calculada a partir do RB medido, diminuída na  $PSD$  medida do ruído de fundo dos amplificadores.

### 4.5.4 Distribuições de tamanho e duração

Para a medição da duração  $T$  e do tamanho  $S$  de um pulso Barkhausen, é preciso a definição do início e final do pulso, para o qual se define um coeficiente de resolução que determina estes valores, tal como se apresenta na figura 4.6.

A escolha do coeficiente de resolução é feita baseada no valor de corte  $V_0$  obtido a partir da análise da amplitude de probabilidade. A região onde foram medidos os saltos foi restringida à janela de campo onde a susceptibilidade diferencial é maior ao 90% de seu valor máximo.

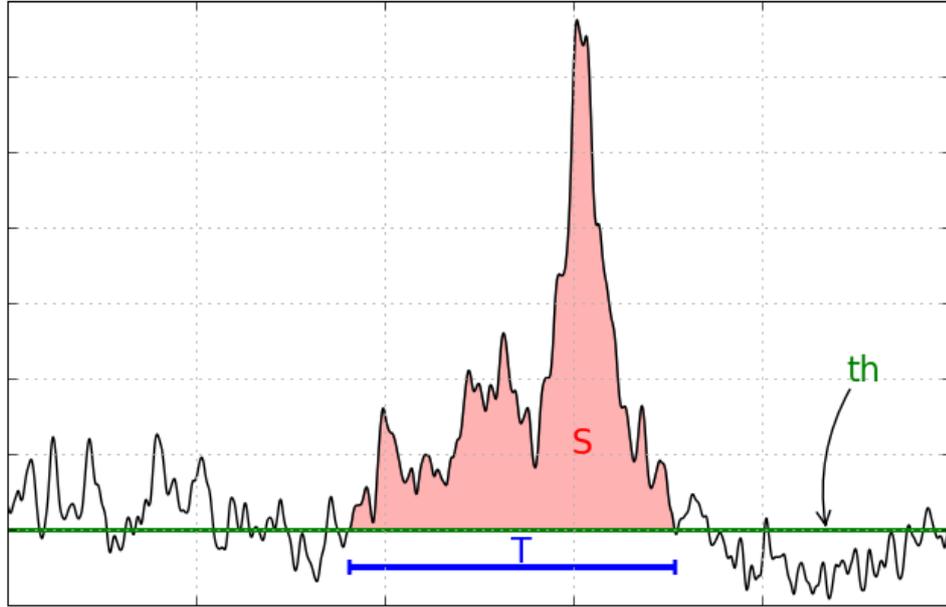


Figura 4.6: Definição do tamanho (S) e duração (T) de um pulso, em função do coeficiente de resolução (th)

#### 4.5.5 Valor médio do sinal

O valor médio das séries temporais de RB é calculado da média de várias medidas na mesma faixa de campo aplicado. A série resultante, de vários milhões de pontos, é dividida em 1000 janelas e a média temporal é calculada para cada janela para obter uma serie de só 1000 pontos que pode ser comparada graficamente com outras medidas.

Espera-se que o valor médio do RB  $\langle V_{BN} \rangle$  seja proporcional à susceptibilidade diferencial  $dM/dh$ , para fazer a comparação é utilizada a seguinte relação:

$$\frac{dM}{dH} = \frac{\langle V_{BN} \rangle}{\mu_0 A_s dH/dt} - \frac{A_{ef}}{A_s} \quad (4.6)$$

obtida a partir da equação 4.3.

### 4.5.6 Valor RMS do sinal

Foram calculados os valores RMS dos sinais medidos, após filtrá-los digitalmente com um filtro passa banda, com uma banda de frequência de 10 Hz a 100 kHz. Esta medida é uma boa estimativa do nível de atividade de ruído Barkhausen

$$V_{RMS} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum^N V_i^2} \quad (4.7)$$

As séries temporais são divididas em 1000 janelas e logo é obtido o valor RMS de cada uma segundo a equação 4.7. Foram calculados os valores médios em varias medidas, para obter como resultado uma série de 1000 pontos.

A utilização do filtro passa alta de 10 Hz aplicado sob os dados medidos é equivalente a ter medido o RB em modo AC, uma medição muito utilizada no uso do ruído Barkhausen como técnica de ensaio não destrutivo.

## 5. Resultados

Neste capítulo são apresentados os resultados experimentais obtidos e as interpretações e discussões pertinentes.

### 5.1 Caracterização estrutural das amostras

Os resultados da análise de raios X são apresentados nas figuras 5.1 e 5.2. As amostras medidas tinham dimensões  $20,0 \times 3,0 \times 0,5 \text{ mm}^3$ , e foram medidas duas vezes com o eixo maior da amostra a  $0^\circ$  e a  $90^\circ$  do plano de medição.

As amostras de ferro apresentam, antes do tratamento térmico, orientação preferencial no plano (200) e após, o novo plano preferencial muda para (211) devido à recristalização da amostra. O resultado também apresenta uma diminuição na largura dos picos após o tratamento térmico, o que reflete a diminuição das microtensões residuais no interior da amostra.

Nas amostras de níquel, as orientações preferenciais, antes do tratamento térmico, são nos planos (200) e (220). Após o tratamento térmico, o plano preferencial é somente o (200). Também é observada a uma diminuição na largura dos picos.

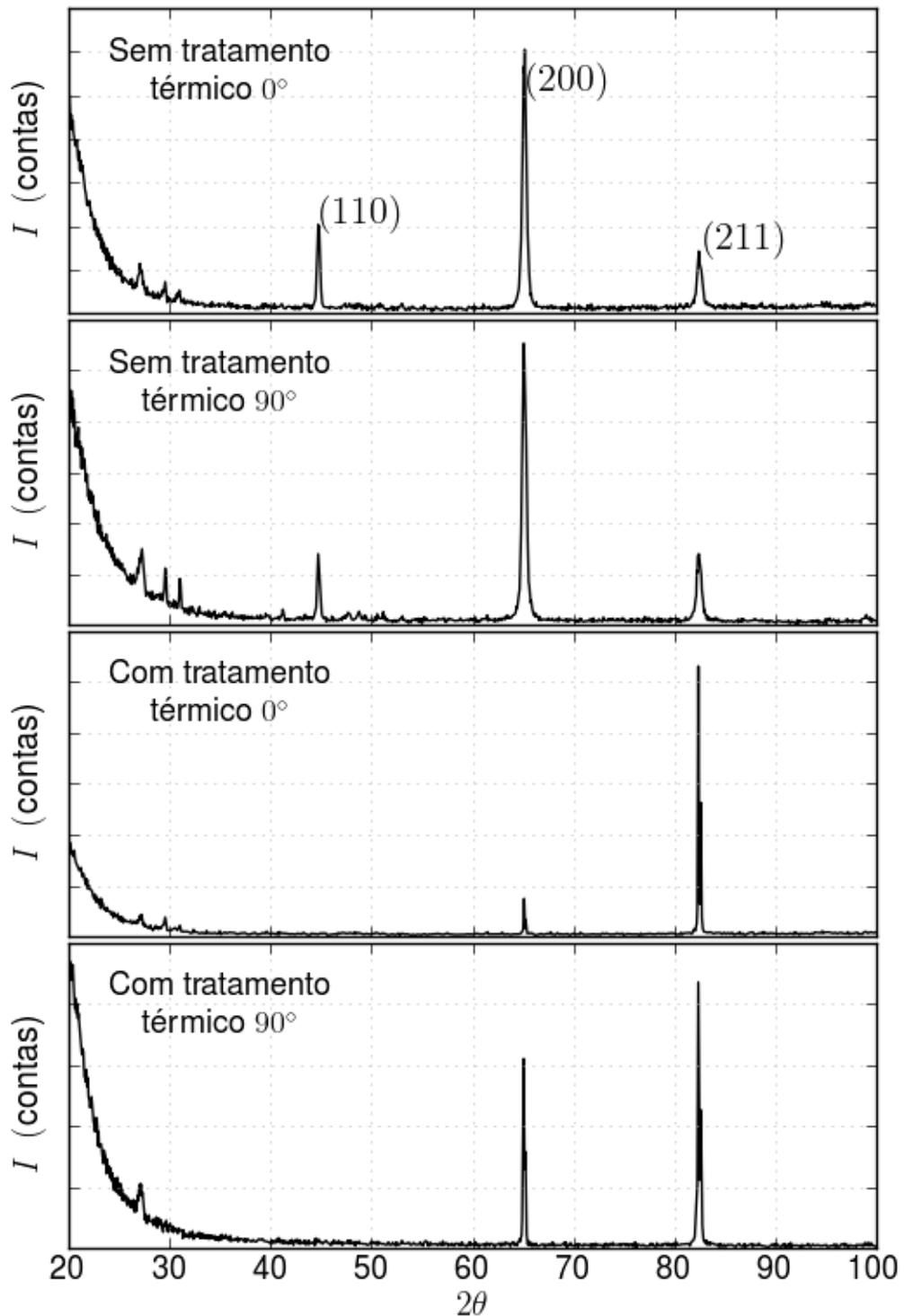


Figura 5.1: Curvas de difração de raios X para as amostras de Ferro, com e sem tratamento térmico. Os planos correspondentes a cada pico são apresentados na primeira figura.

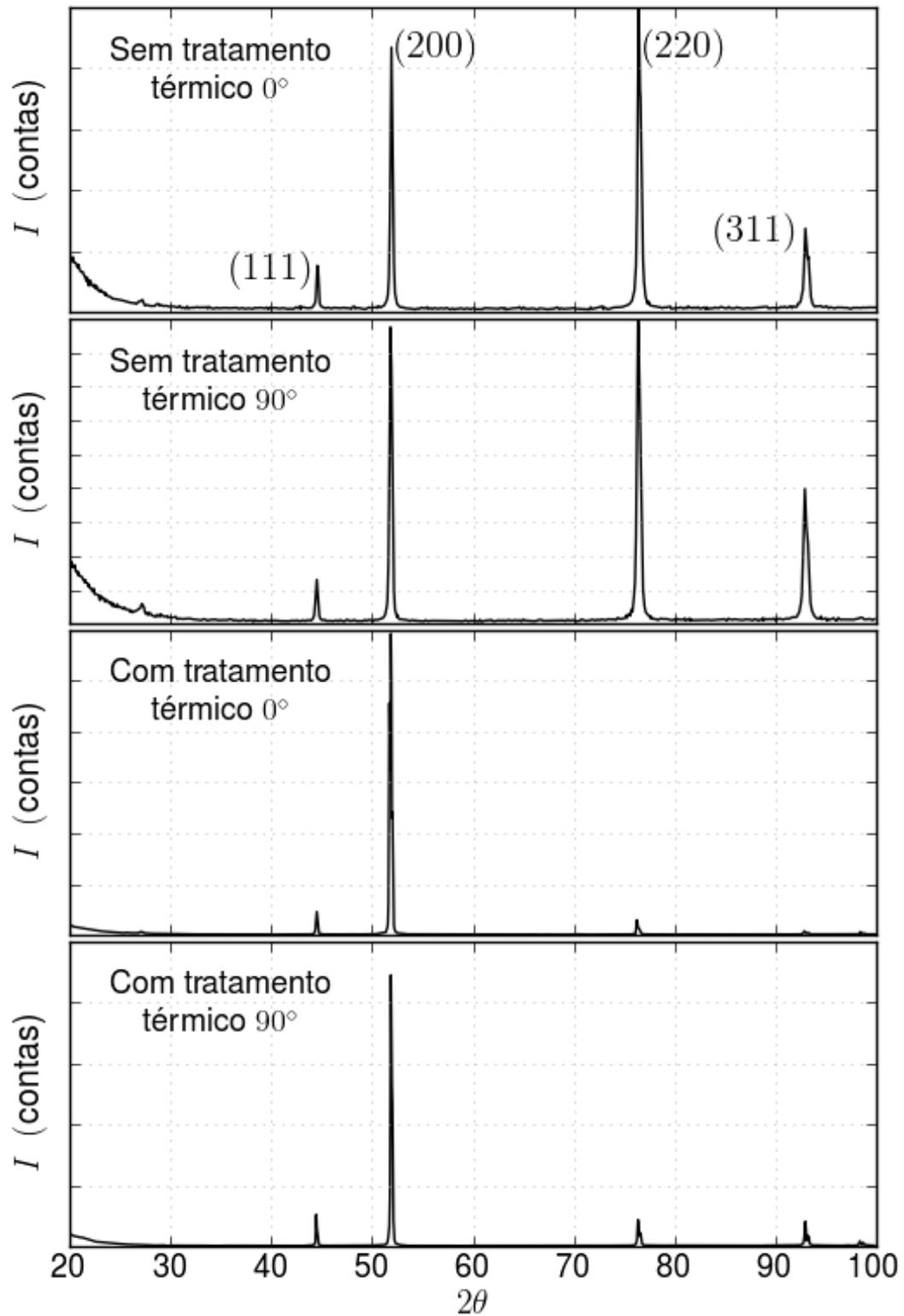


Figura 5.2: Curvas de difração de raios X para as amostras de Níquel, com e sem tratamento térmico. Os planos correspondentes a cada pico são apresentados na primeira figura.

## 5.2 Curvas de magnetização $M \times H$

Foram medidas amostras de  $3,0 \times 3,0 \times 0,05 \text{ mm}^3$  de ferro e de níquel, com e sem tratamento térmico, utilizando um magnetômetro de amostra vibrante (VSM) desenvolvido no laboratório. As curvas medidas são apresentadas nas figuras 5.3 e 5.4. Em ambas medidas, tanto do ferro e do níquel, é observado uma diminuição do campo coercivo após do tratamento térmico. Os grandes valores dos campos coercivos para as amostras sem tratamento térmico são evidência da presença de tensões internas nas amostras, tal como é esperado dado o processo de laminação utilizado para sua fabricação. A diminuição do campo coercivo após do tratamento térmico evidencia o alívio das tensões internas.

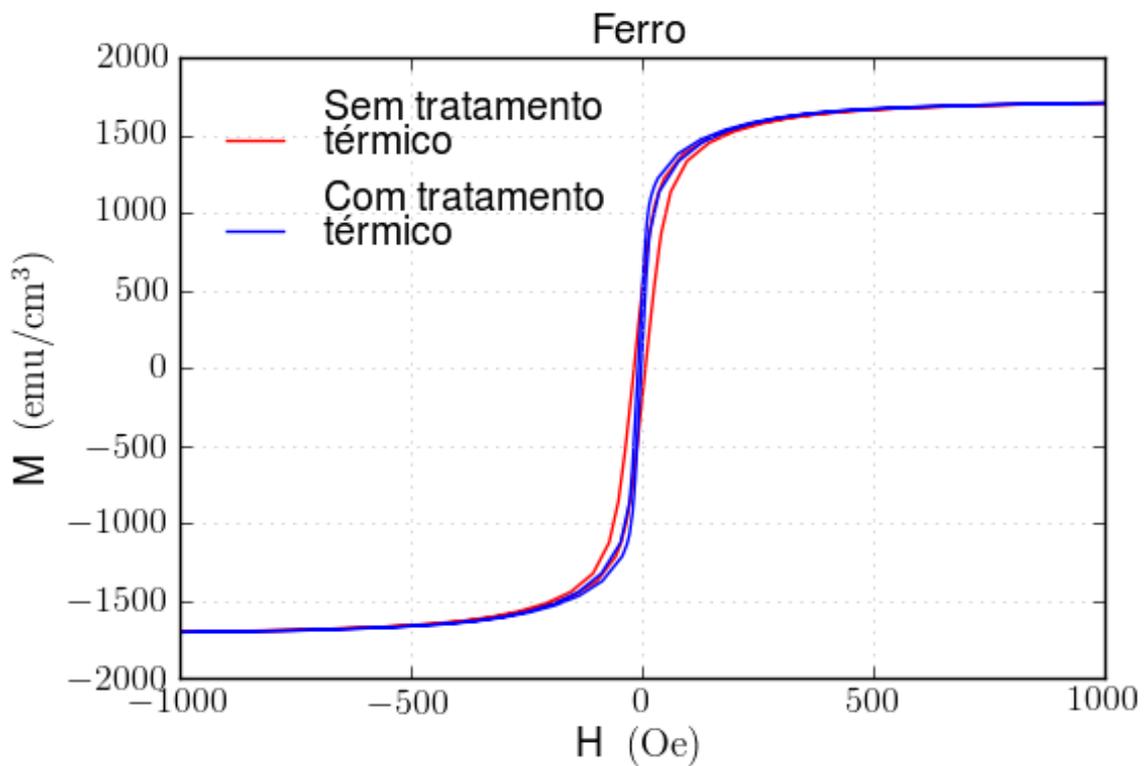


Figura 5.3: Curvas de magnetização  $M \times H$  para amostras de ferro com e sem tratamento térmico

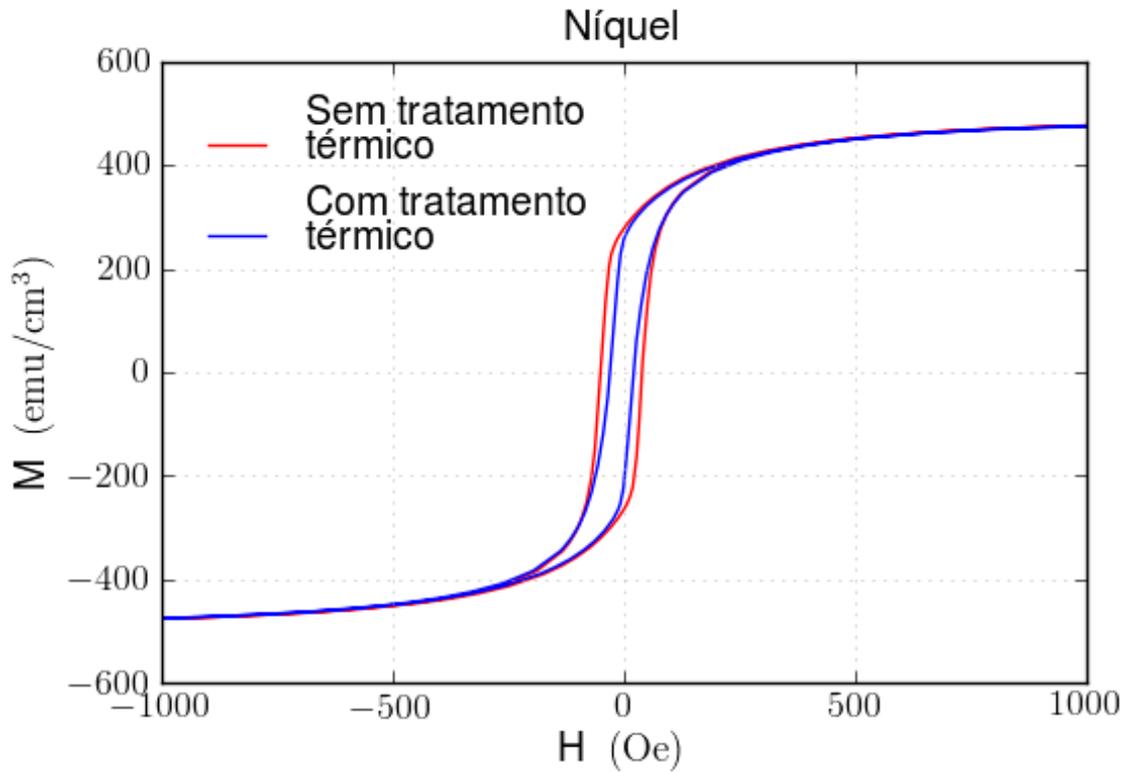


Figura 5.4: Curvas de magnetização  $M \times H$  para amostras de níquel com e sem tratamento térmico

Os valores do campo coercivo medidos destas curvas resumem-se na seguinte tabela:

	$H_c$ (Oe)
<b>Ni</b>	
Sem tratamento térmico	9,8
Com tratamento térmico	16,8
<b>Fe</b>	
Sem tratamento térmico	4,9
Com tratamento térmico	1,3

Tabela 5.1: Campo coercivo  $H_c$  das amostras medidas

## 5.3 Curvas de magnetização $M \times H$ a partir do sinal de ruído Barkhausen

As curvas de magnetização são calculadas de acordo a equação 4.4, a partir dos sinais medidos do RB. Todas as curvas foram feitas para ciclos de magnetização com o campo de excitação senoidal com amplitude  $\pm 100$  Oe, frequência 1,0 Hz, e foi utilizada uma frequência de amostragem de 3,0 MHz .

Foram medidas as curvas de magnetização de amostras de ferro e de níquel para diferentes tensões aplicadas. O seguinte procedimento foi utilizado para todas as medidas: Inicialmente as amostras tratadas termicamente foram medidas sem tensão aplicada. Em seguida é aplicada uma tensão  $\sigma$  e uma nova medida é adquirida. Em seguida a tensão é removida e a curva é medida novamente. Os dois últimos passos são repetidos aumentando a tensão aplicada gradualmente até uma tensão máxima  $\sigma = 135$  MPa. Desta sequência são obtidos dois conjuntos de medidas: a evolução da curva  $M \times H$  na primeira carga da amostra, e a evolução da curva  $M \times H$ , sem tensão, após a remoção da tensão aplicada previamente. Após a primeira carga das amostras é aplicada uma segunda sequência de tensões e são medidas novamente as curvas  $M \times H$  obtendo um novo conjunto de medidas.

### 5.3.1 Curvas $M \times H$ sobre tensão para amostras de ferro

Nesta secção são apresentadas as curvas  $M \times H$  medidas para a amostra de ferro. Algumas curvas de magnetização selecionadas são apresentadas nas figuras 5.5 (1ª carga), 5.6 (após de ter retirado a tensão) e 5.7 (2ª carga). Em cada uma destas figuras tenta-se apresentar a evolução das curvas  $M \times H$  para cada conjunto de medidas. A fim de parametrizar as curvas  $M \times H$  foi medido o campo coercivo de cada uma das medidas realizadas, o resultado é apresentado na figura 5.8. Outros parâmetros obtidos a partir de susceptibilidade diferencial serão apresentados na secção 5.4

A evolução das curvas de magnetização na primeira carga da amostra de ferro é apresentada na figura 5.5. Pode-se observar a diminuição na magnetização com a tensão aplicada, resposta característica de materiais com magnetostricção negativa. Existe também um pequeno aumento no campo coercivo ao aplicar a tensão máxima.

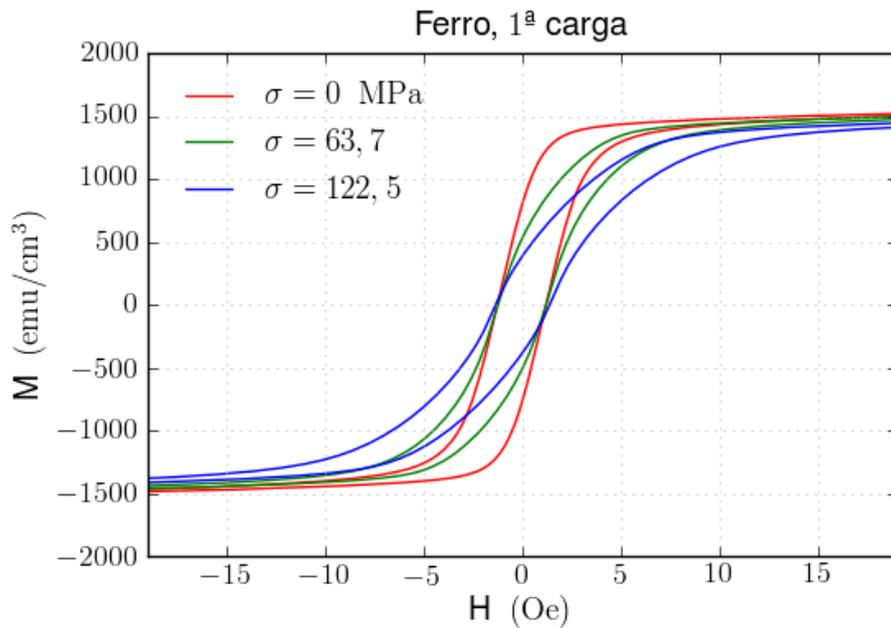


Figura 5.5: Curvas de magnetização para a amostra de ferro submetidas a diferentes tensões  $\sigma$  após do tratamento térmico. A curva para  $\sigma = 122,5$  MPa apresenta um pequeno aumento no campo coercivo em comparação com as outras duas curvas.

As curvas de magnetização medidas após a remoção da tensão aplicada são apresentadas na figura 5.6. Nenhuma alteração é observada até uma tensão crítica a partir da qual pode-se notar a mudança das curvas, especialmente no campo coercivo, que aumenta com a tensão aplicada.

Os resultados da segunda sequência de tensões são apresentados na figura 5.7. Para tensões pequenas, é observado um aumento na magnetização medida devido à magnetostricção positiva, mas para tensões grandes à magnetostricção volta a ser negativa.

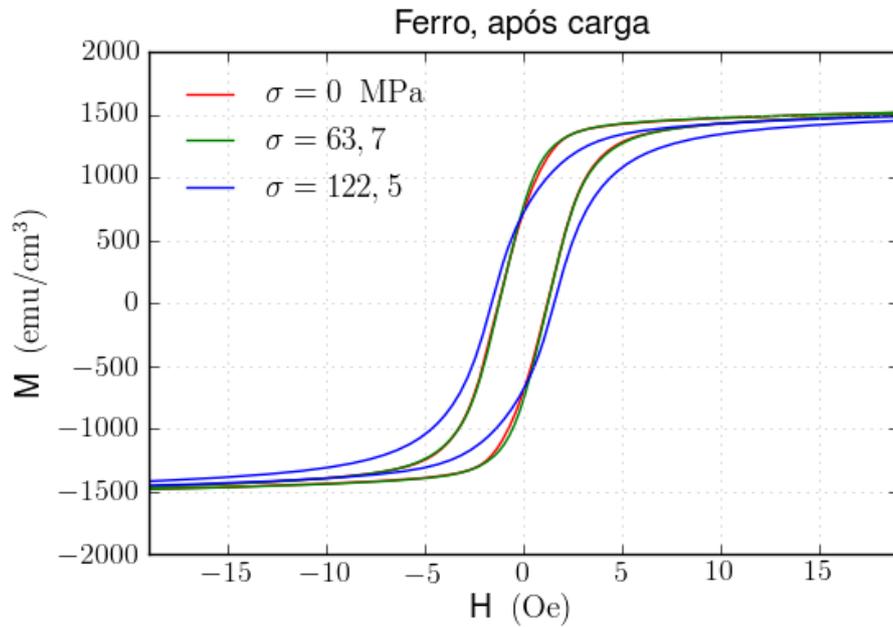


Figura 5.6: Curvas de magnetização para a amostra de ferro medidas após de retirar a tensão  $\sigma$  aplicada. A curva sem tensão e a curva para  $\sigma = 63,7$  MPa (perto da tensão crítica) não apresentam grande diferença, para uma tensão maior ( $\sigma = 122,5$  MPa) a mudança nas curvas é significativa.

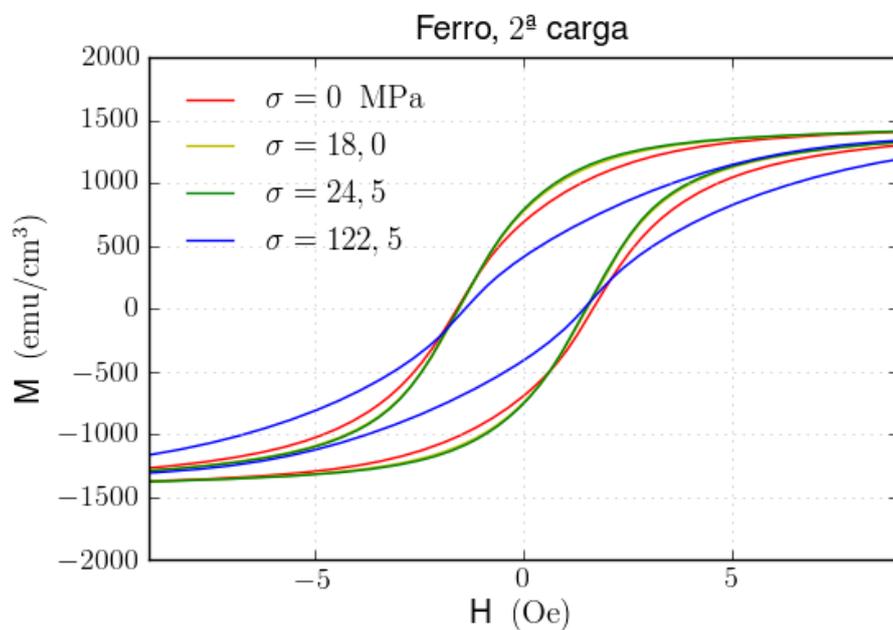


Figura 5.7: Curvas de magnetização para amostras de ferro com diferentes tensões  $\sigma$  aplicadas, após de ter aplicado uma tensão de 135,6 MPa. As curvas com tensões  $\sigma = 18$  MPa e  $\sigma = 24,5$  MPa apresentam maior magnetização que a curva sem tensão, mas ao aumentar a tensão até  $\sigma = 122,5$  MPa a magnetização diminui significativamente.

O valor máximo de tensão aplicada sobre as amostras antes de ter mudanças nas curvas de magnetização sem tensões é identificado como o limite elástico do material  $\sigma_m$ , após este limite qualquer tensão superior gera deformações plásticas que são irreversíveis. O valor deste limite pode ser observado na figura 5.8 onde é apresentado o valor calculado do campo coercivo ( $H_c$ ) para diferentes tensões, agrupados nas três séries de medidas realizadas e explicadas anteriormente.

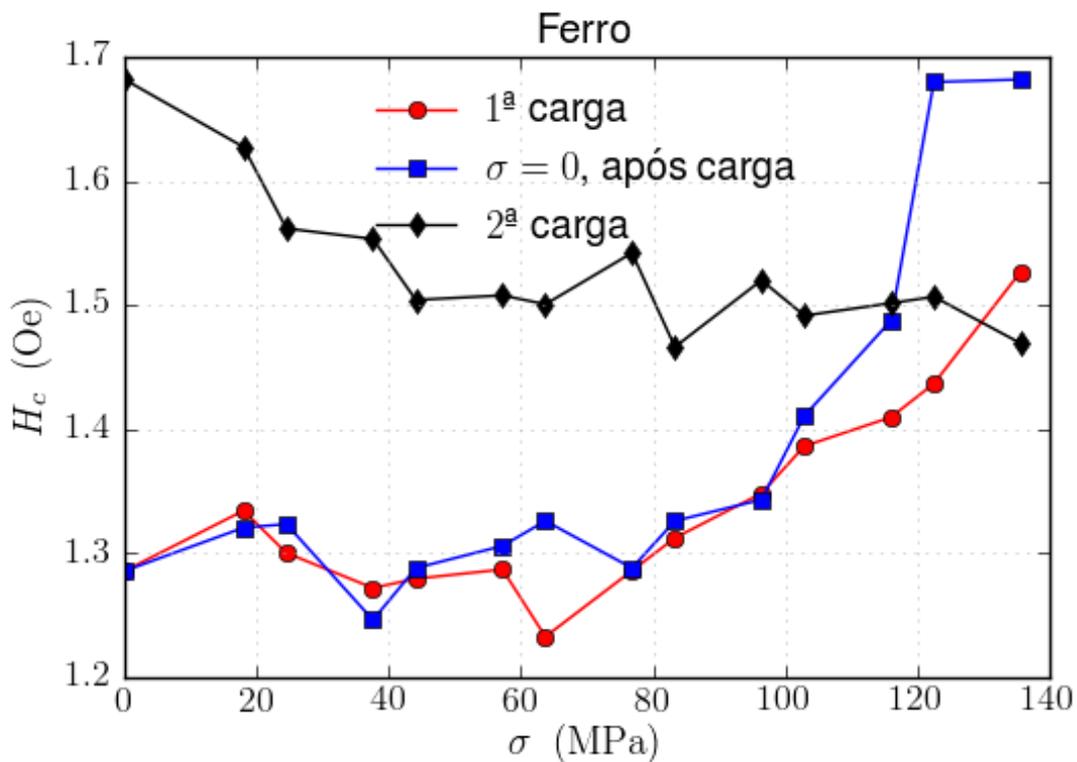


Figura 5.8: Valor do campo coercivo a diferentes tensões aplicadas sobre uma amostra de ferro.

É evidente para a série de medidas após a remoção da tensão aplicada que o campo coercivo mantém um valor constante (acontecem deformações elásticas) até uma tensão máxima a partir da qual ele aumenta com o valor da tensão previamente aplicada (acontecem deformações plásticas).

Considerando o erro esperado nas medidas do campo coercivo (da ordem de  $0,05Oe$ ), pode-se observar que tanto na primeira carga de tensão quanto nas medidas sem tensão o campo coercivo não muda significativamente até a tensão de 80 MPa, valor identificado

como limite elástico da amostra. Para valores além de 80 MPa o campo coercivo na primeira carga vai aumentando gradualmente, e a diferença entre campo coercivo com e sem carga também aumenta com a tensão aplicada. Na segunda carga, o campo coercivo diminui gradualmente com o aumento da tensão aplicada.

### 5.3.2 Curvas $M \times H$ sobre tensão para amostras de níquel

Nesta secção são apresentadas as curvas  $M \times H$  medidas para a amostra de níquel. A evolução das curvas de magnetização são apresentadas nas figuras 5.9 (1ª carga), 5.10 (após de ter retirado a tensão) e 5.11 (2ª carga).

Na figura 5.9 é apresentada a evolução das curvas de magnetização na primeira carga de tensão na amostra de níquel. Estas curvas apresentam, com a tensão aplicada, uma diminuição muito marcada da magnetização; resposta característica de magnetostricção negativa do níquel. Também é observado um aumento significativo do campo coercivo ao aplicar a tensão.

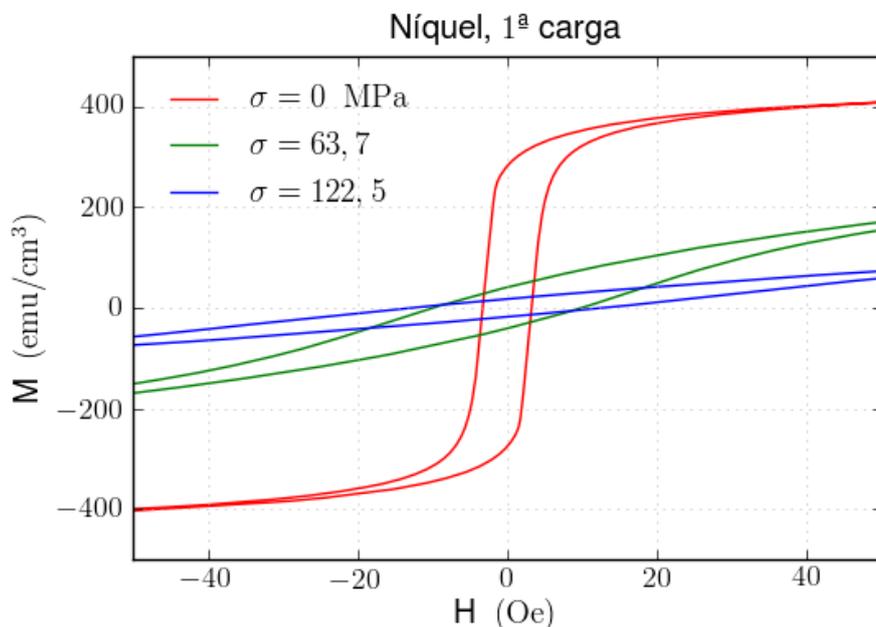


Figura 5.9: Curvas de magnetização para a amostra de níquel submetidas a diferentes tensões  $\sigma$  após do tratamento térmico. Pode-se observar a forte diminuição da magnetização com a tensão e o aumento do campo coercivo.

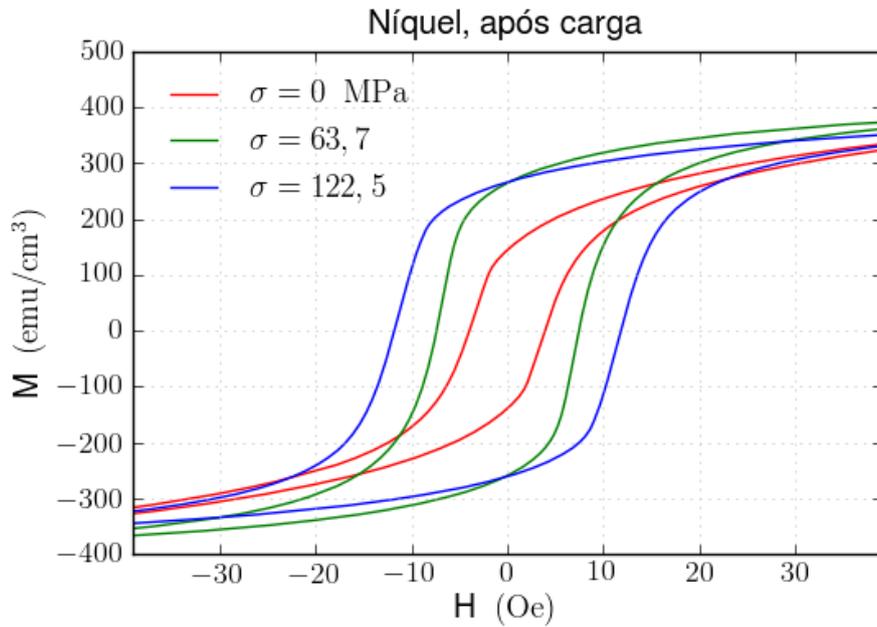


Figura 5.10: Curvas de magnetização para a amostra de níquel medidas após retirar a tensão  $\sigma$  aplicada. É observado claramente o aumento do campo coercivo devido a deformações plásticas provocadas pela tensão aplicada. A curva de magnetização para  $\sigma = 63,7$  MPa apresenta também uma maior dureza a comparação da curva inicial.

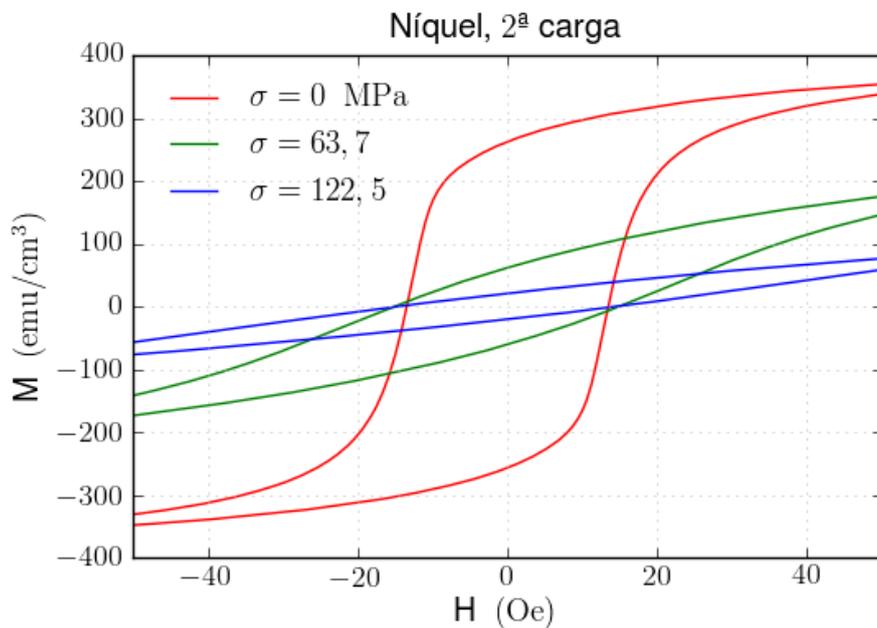


Figura 5.11: Curvas de magnetização para amostras de níquel com diferentes tensões  $\sigma$  aplicadas, após de ter aplicado uma tensão de 135,6 MPa. Ao igual que na primeira carga de tensão, é observado o efeito da magnetostricção negativa sobre as curvas de magnetização, mas neste caso as mudanças no campo coercivo são muito menores.

Os resultados da sequência de medições após a remoção da tensão aplicada são apresentadas na figura 5.10. As curvas apresentadas são para os valores inicial (sem tensão), médio e perto do fim do range de tensões medidas. Para esta amostra o aumento no campo coercivo é muito significativo e acontece desde tensões muito baixas ( $\sigma = 20$  MPa). Também é observado um aumento na dureza da curva de magnetização para o range médio das tensões aplicadas.

As curvas  $M \times H$  obtidas na segunda sequência de tensões aplicadas são apresentadas na figura 5.7. A diferença do ferro, o níquel continua apresentando os resultados típicos de um material com magnetostricção sempre negativa. A variação porcentual do campo coercivo para esta sequência de medições é pequena, evidenciando que após da amostra ter sido deformada, a tensão não influencia muito no mecanismo de coercividade.

A figura 5.12 apresenta o valor calculado do campo coercivo ( $H_c$ ) para diferentes tensões, agrupados nas três séries de medidas da amostra de níquel.

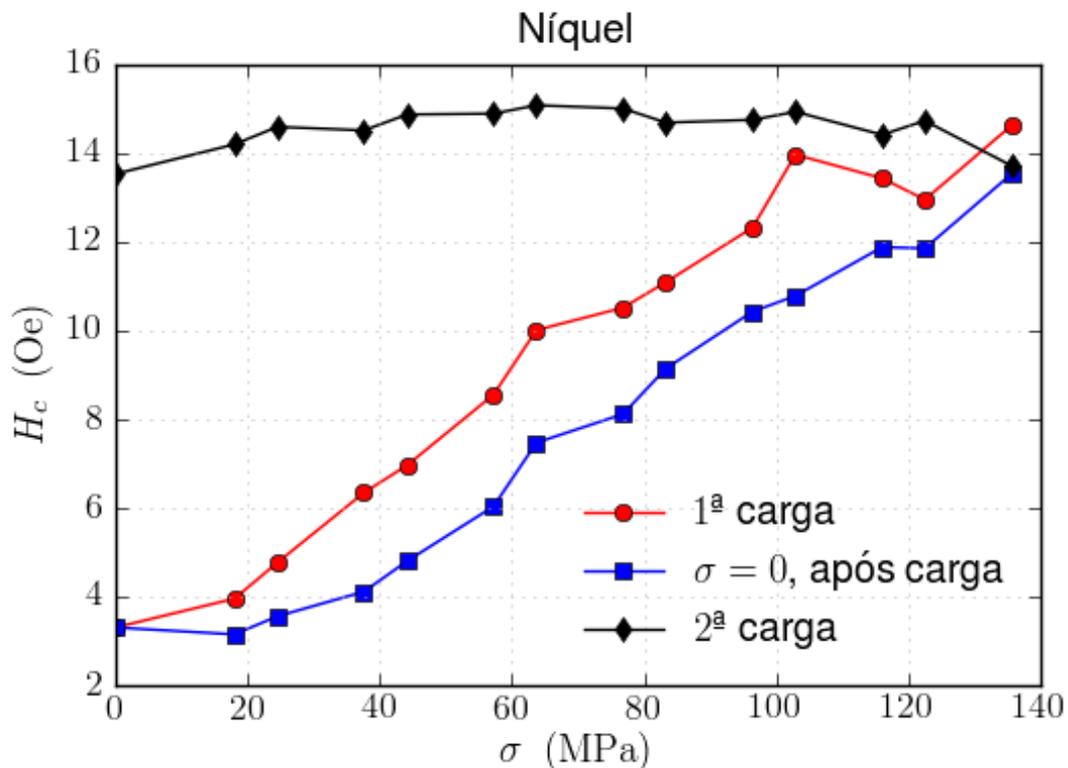


Figura 5.12: Valor do campo coercivo a diferentes tensões aplicadas sobre uma amostra de níquel

No caso da amostra de níquel, o limite elástico é identificado para a tensão de 20 MPa, valor até o qual não acontece mudança no campo coercivo das medidas sem tensão. Após este limite o campo coercivo vai aumentado com a tensão aplicada, e a diferença entre os campo coercivos com e sem tensão se mantém quase constante. Na segunda carga, o campo coercivo aumenta levemente com a tensão, para decrescer logo ao final da curva de tensão.

## 5.4 Susceptibilidade diferencial $dM/dH$

Nesta secção são apresentadas as curvas susceptibilidade diferencial  $dM/dH$  calculada, a partir das medidas de magnetização apresentadas na secção 5.3, usando o método descrito na secção 4.5.1. As curvas de susceptibilidade têm todas uma forma característica apresentando dois picos simétricos ao campo de excitação. Como a aumento da tensão aplicada são variados a amplitude dos picos, o campo de excitação ao qual são máximos, e a largura estes. Como será apresentado a continuação, estas curvas de susceptibilidade diferencial permitem observar graficamente pequenas mudanças na resposta das amostras à tensão que eram imperceptíveis nas curvas  $M \times H$ . A parametrização das curvas de susceptibilidade diferencial é realizada medindo o valor máximo de susceptibilidade diferencial ao longo da curva de magnetização. Nas sub-secções seguintes serão apresentados os resultados para as amostras de ferro e de níquel.

### 5.4.1 Curvas de susceptibilidade diferencial sobre tensão para amostras de ferro

Nas figuras 5.13 (1ª carga), 5.14 (após de ter retirado a tensão) e 5.15 (2ª carga) são apresentados algumas curvas de susceptibilidade diferencial, para a amostra de ferro, dos resultados obtidos seguindo o mesmo esquema de medidas explicado na secção anterior.

A figura 5.13 apresenta as medidas na primeira carga de tensão. Pode-se observar a diminuição da susceptibilidade devido a tensão aplicada, o que evidencia uma magnetostricção efetiva negativa. Também é observado um aumento na largura dos picos de susceptibilidade devido à tensão aplicada.

Nas medidas realizadas após a remoção da tensão aplicada, apresentadas na figura 5.14, são observadas ligeiras mudanças nas curvas de susceptibilidade antes da tensão identificada na secção anterior como limite elástico do material. Após esta tensão as mudanças são muito mais significativas.

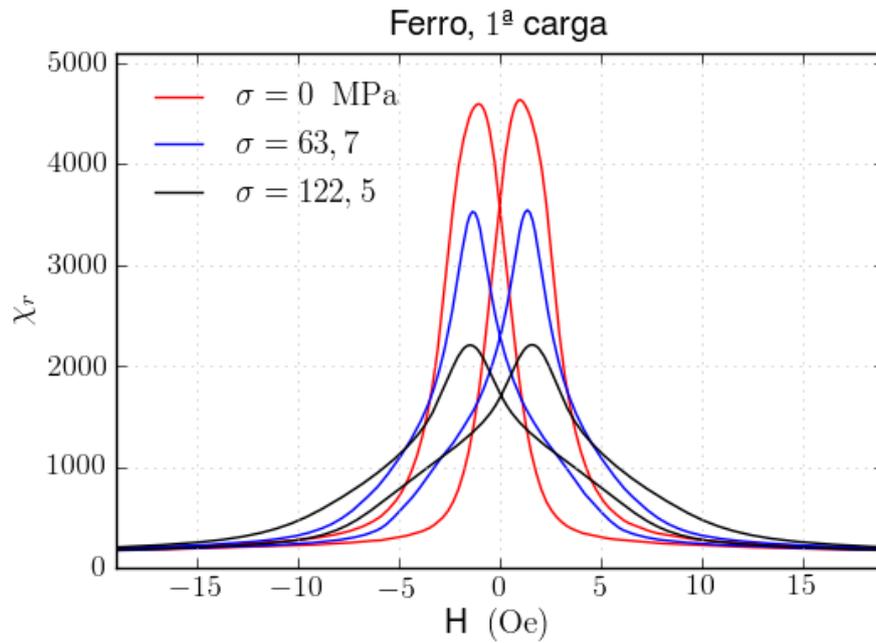


Figura 5.13: Curvas da susceptibilidade diferencial para a amostra de ferro submetidas a diferentes tensões  $\sigma$  após do tratamento térmico. A susceptibilidade diferencial máxima diminui com a tensão aplicada, evidência de uma magnetostricção efetiva negativa.

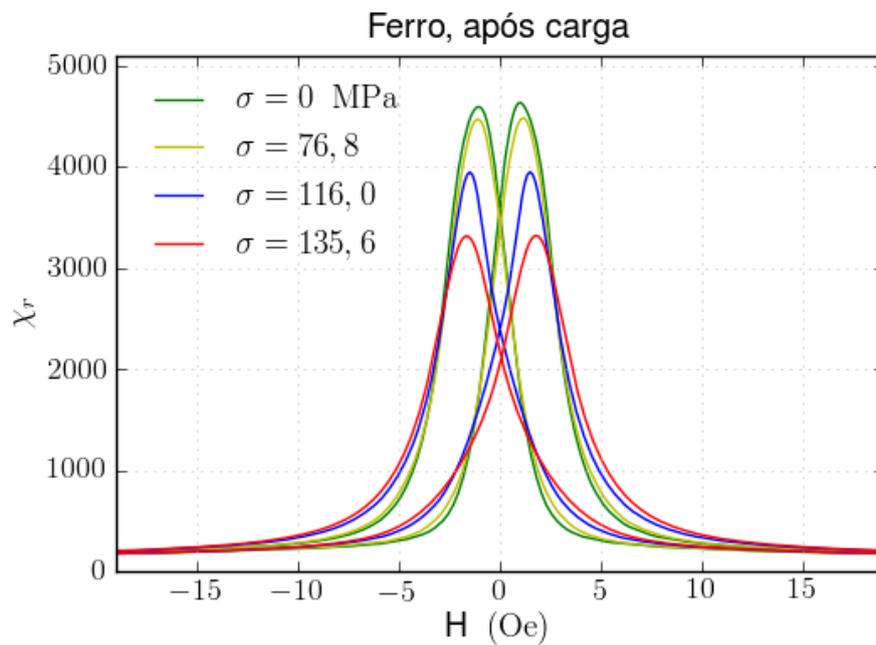


Figura 5.14: Curvas da susceptibilidade diferencial para amostras de ferro medidas após retirar a tensão  $\sigma$  aplicada. A curva para  $\sigma = 76,8$  MPa apresenta uma pequena variação em relação à curva sem tensão, além dessa tensão a diminuição da susceptibilidade máxima é muito mais significativa.

Na segunda carga da amostra, apresentada na figura 5.15; como no caso das curvas de magnetização, pode-se observar a resposta de magnetostricção positiva para tensões baixas e magnetostricção negativa para as tensões maiores.

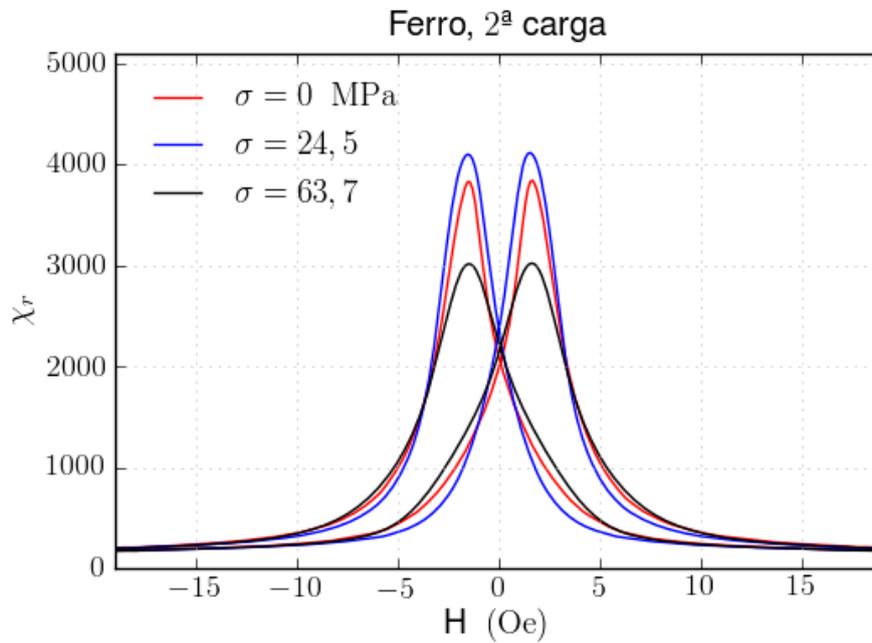


Figura 5.15: Curvas da susceptibilidade diferencial para amostras de ferro com diferentes tensões  $\sigma$  aplicadas, após ter sido aplicada uma tensão de 135 MPa. A curva para a tensão  $\sigma = 24,5$  MPa apresenta uma maior susceptibilidade que a curva sem tensão (magnetostricção efetiva positiva), mas para a tensão  $\sigma = 63,7$  MPa a susceptibilidade diminui novamente (magnetostricção efetiva negativa).

Na figura 5.16, são apresentados os valores máximos de susceptibilidade medidos em função da tensão aplicada, para as três séries de medidas da amostra de ferro. A amostra apresenta na primeira carga de tensões uma magnetostricção efetiva negativa para todas as tensões aplicadas, na segunda carga é observada uma resposta de magnetostricção positiva para tensões até 50 MPa, mas para tensões superiores a magnetostricção é negativa. A curva das medidas sem tensão apresenta uma mudança a partir de 60 MPa que coincide parcialmente com o limite elástico previamente identificado a partir das mudanças no campo coercivo. Além desta tensão as deformações plásticas no material diminuem a susceptibilidade diferencial máxima na curva de magnetização.

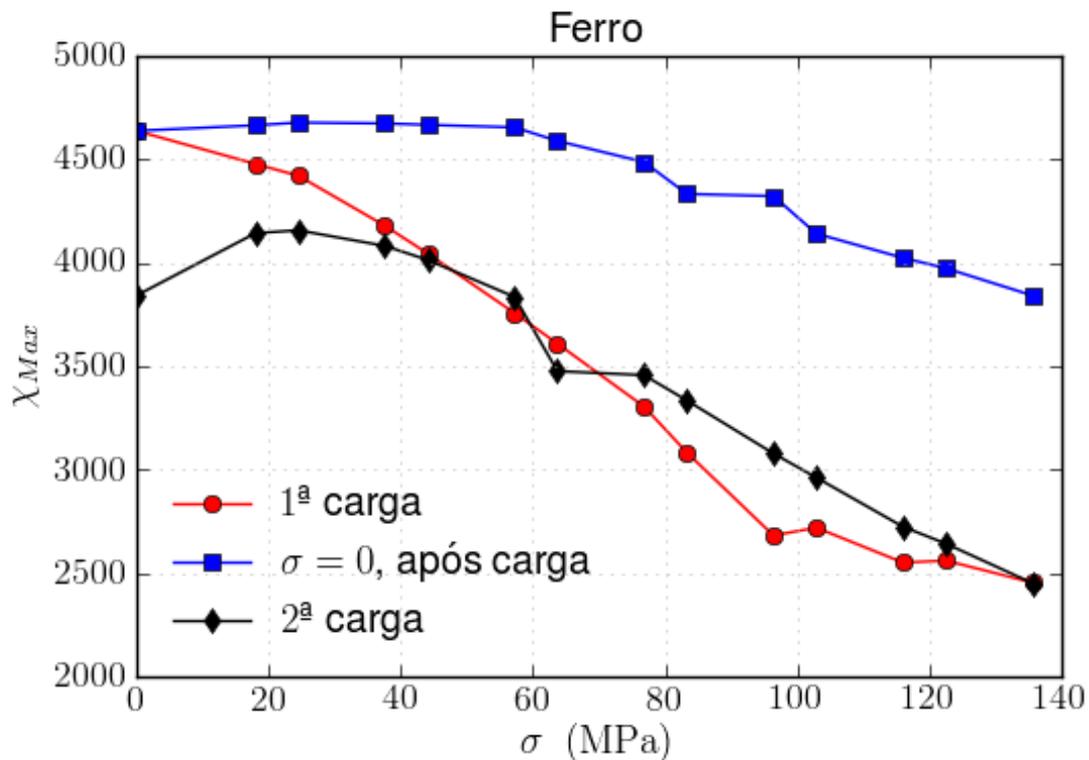


Figura 5.16: Susceptibilidade máxima diferencial em função da tensão aplicada sobre uma amostra de ferro.

#### 5.4.2 Curvas de susceptibilidade diferencial sobre tensão para amostras de níquel

Nesta secção são apresentadas nas figuras 5.17 (1ª carga), 5.18 (após de ter retirado a tensão) e 5.19 (2ª carga) as curvas de susceptibilidade diferencial calculadas para a amostra de níquel.

A figura 5.17 apresenta as evolução das curvas de susceptibilidade diferencial na primeira carga de tensão. Ao igual como foi observado nas respectivas curvas  $M \times H$  (figura 5.9) a resposta das curvas com a tensão é muito forte. Para tensões maiores a 60 MPa a susceptibilidade diferencial cai a valores menores do 10% da medida sem tensão.

Nas medidas realizadas após a remoção da tensão aplicada, apresentadas na figura 5.18, são observadas para tensões maiores a 20 MPa: a diminuição do valor máximo de susceptibilidade, a mudança da posição dos picos para valores maiores de campo aplicado, e o alongamento dos picos, de acordo quanto maior foi a tensão aplicada.

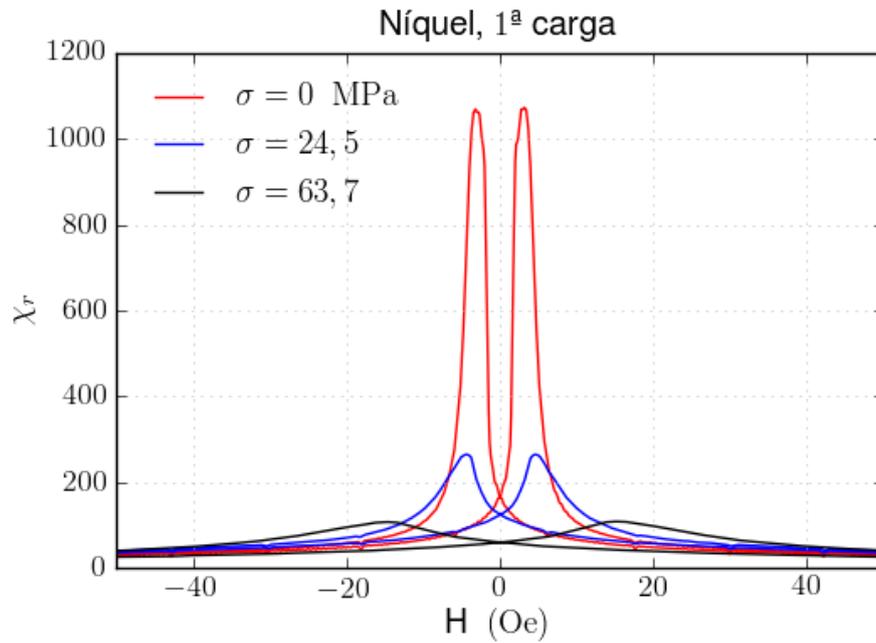


Figura 5.17: Curvas da susceptibilidade diferencial para amostras de níquel submetidas a diferentes tensões  $\sigma$  após do tratamento térmico. É evidente a resposta da magnetostricção negativa do níquel.

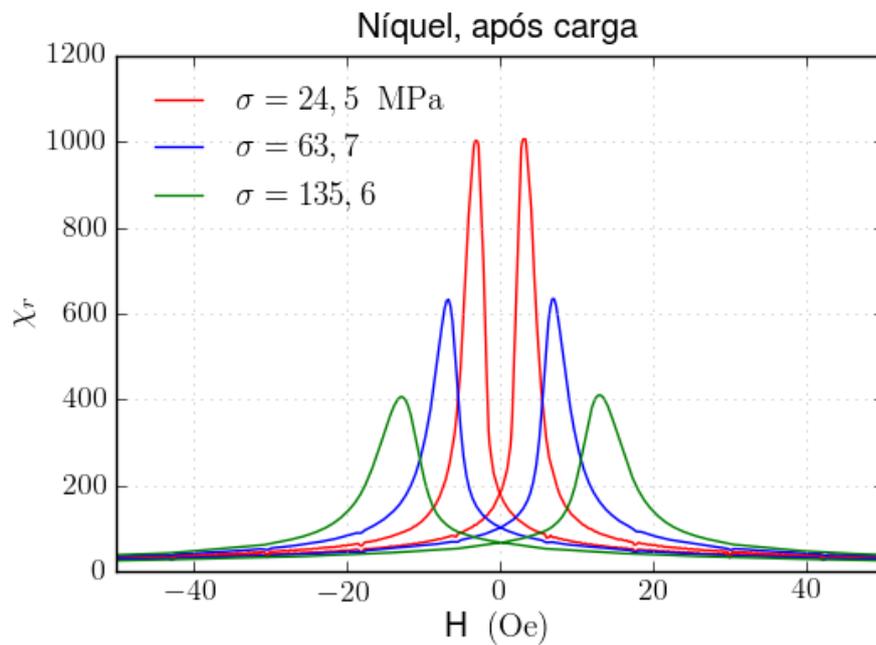


Figura 5.18: Curvas da susceptibilidade diferencial para amostras de níquel medidas após retirar a tensão  $\sigma$  aplicada. São apresentadas curvas para tensões maiores à tensão crítica a partir da qual acontecem deformações plásticas.

A figura 5.19 apresenta a resposta da susceptibilidade diferencial na segunda serie de tensões aplicadas na amostra de níquel. Como na primeira carga, e observado a diminuição da susceptibilidade diferencial quanto maior a tensão aplicada.

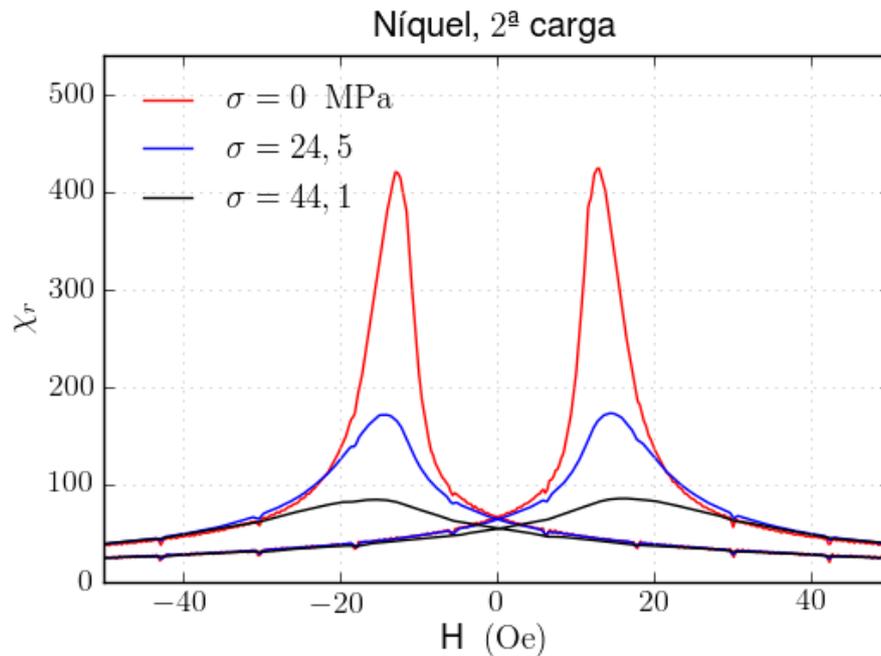


Figura 5.19: Curvas da susceptibilidade diferencial para amostras de ferro com diferentes tensões  $\sigma$  aplicadas, após ter sido aplicada uma tensão de 135 MPa.

Na figura 5.20, são apresentados os valores máximos de susceptibilidade medidos em função da tensão aplicada, para as três séries de medidas da amostra de níquel. As curvas da susceptibilidade máxima, tanto na primeira quanto na segunda carga de tensões, apresentam os efeitos da magnetostricção negativa característica deste material. O limite elástico estimado anteriormente com as medidas do campo coercivo, é confirmado novamente em 20 MPa, valor de tensão para a qual começam a acontecer mudanças na susceptibilidade máxima das medidas após retirar a tensão aplicada. O efeito das deformações plásticas sobre o material é a diminuição da susceptibilidade ainda sem tensão aplicada.

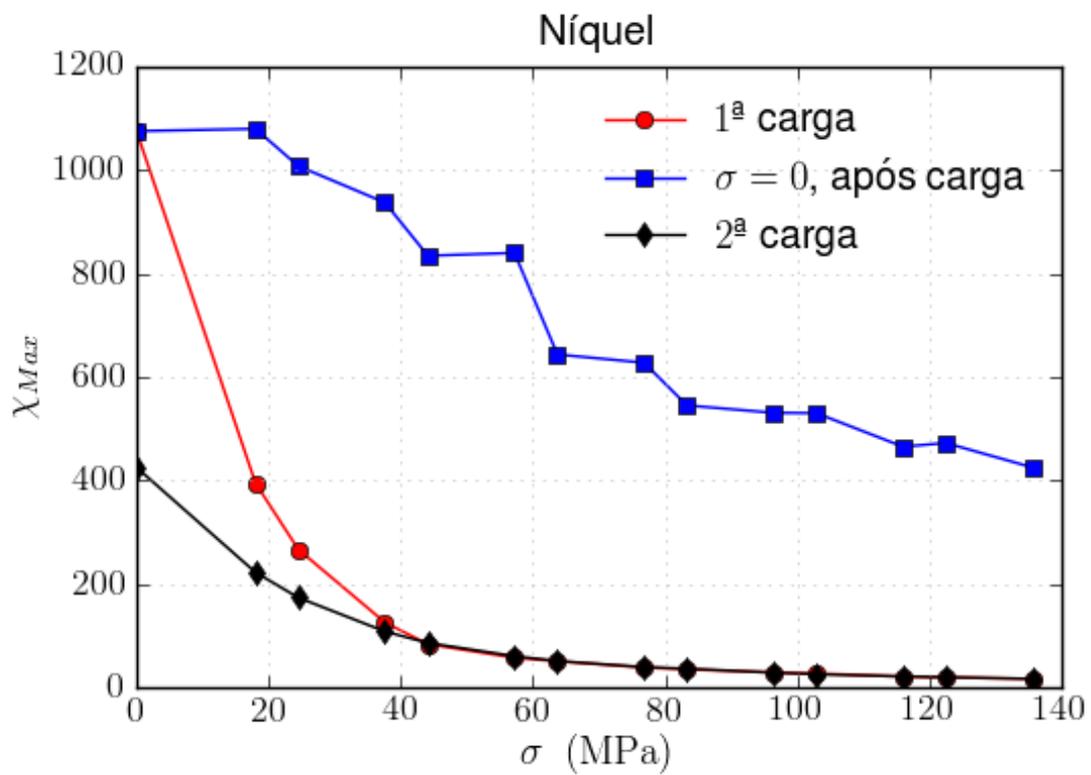


Figura 5.20: Susceptibilidade diferencial máxima em função da tensão aplicada para uma amostra de níquel

## 5.5 Amplitude média do ruído Barkhausen

Foi calculada, utilizando a equação 4.6, a susceptibilidade diferencial  $\chi_{dif} = dH/dM$  obtida a partir do valor médio do RB medido numa janela de campo a uma taxa de variação de campo constante.

As medidas foram feitas usando uma janela de campo de  $-10$  Oe a  $+20$  Oe para o ferro, e uma janela de  $-20$  Oe a  $+60$  Oe para o níquel. As taxas de variação do campo dentro das janelas foram de  $2$  Oe/s e  $6$  Oe/s para o ferro e o níquel, respetivamente. O restante da curva de magnetização foi realizado a uma taxa de variação de  $40$  Oe/s, até campos de  $\pm 100$  Oe. A frequência de amostragem utilizada foi  $1,0$  MHz. E cada amostra foi medida  $60$  vezes para cada tensão aplicada.

As figuras 5.21 e 5.22 apresentam os resultados obtidos com este método de medição de ruído Barkhausen com uma taxa de variação de campo pequena e constante, e são comparados com os valores obtidos das medidas com o campo de excitação senoidal com uma frequência relativamente alta ( $1$  Hz).

Outra diferença entre os resultados obtidos é que as medidas a baixa taxa magnetizante apresentam  $\chi_{dif}$  perto de zero para campos longe do pico central. Este fato pode ser explicado pelo fato de que, nestas regiões da curva de magnetização, o processo de magnetização acontece principalmente devido às rotações dos domínios magnéticos, e a resposta da bobina sensora é proporcional às variações na magnetização, as quais, por sua vez, para o caso de rotações de domínios magnéticos, são proporcionais à taxa de variação do campo externo aplicado.

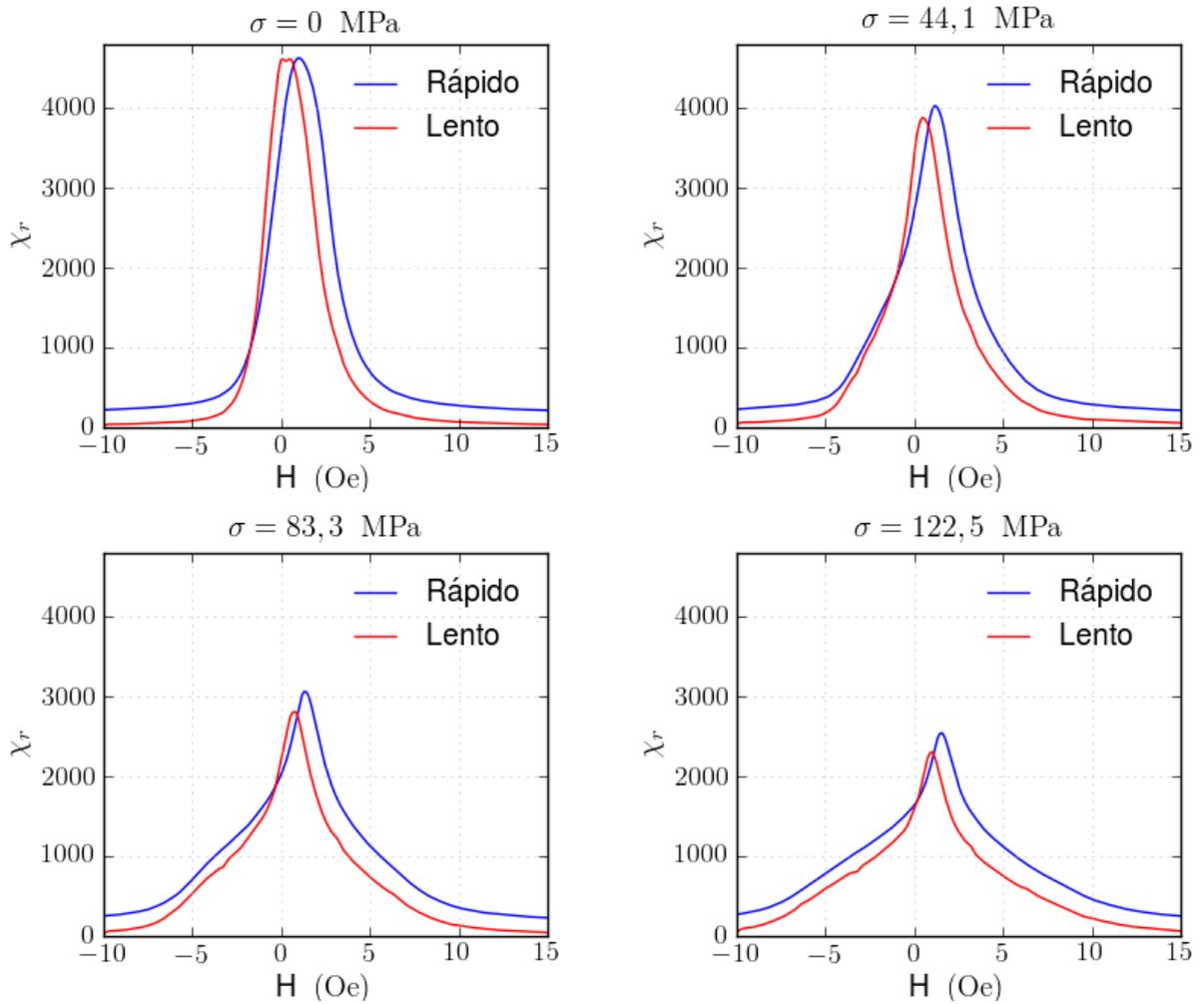


Figura 5.21: Comparação entre a susceptibilidade diferencial de uma amostra de ferro calculada a partir de dois métodos de medição de ruído Barkhausen: campo de excitação senoidal e rápido (linha azul), e campo de excitação lento, com taxa de variação constante (linha vermelha).

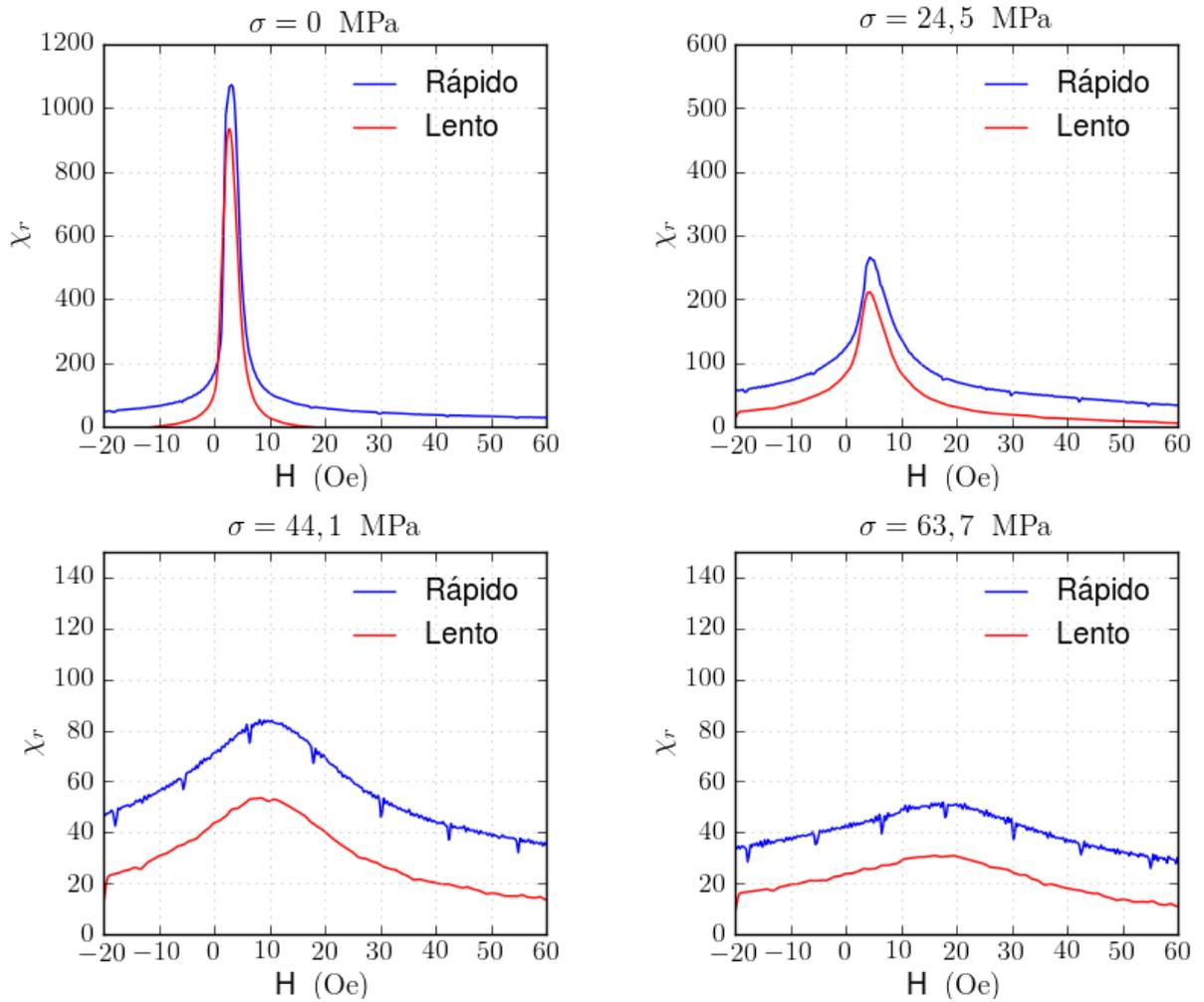


Figura 5.22: Comparação entre a susceptibilidade diferencial de uma amostra de níquel calculada a partir de dois métodos de medição de ruído Barkhausen: campo de excitação senoidal e rápido (linha vermelha), e campo de excitação lento, com taxa de variação constante (linha azul).

A figura 5.23 apresenta as curvas de susceptibilidade diferencial calculadas a partir do valor médio do RB para a primeira carga de tensão da amostra de ferro. Estas curvas mostram o efeito da magnetostricção negativa efetiva (diminuição da susceptibilidade com a tensão), também é observado que a largura dos picos cresce com a tensão (a curva de magnetização torna-se macia), e a posição do pico máximo de susceptibilidade muda para valores maiores de campo, o que corresponde à mudança no valor do campo coercivo com a tensão.

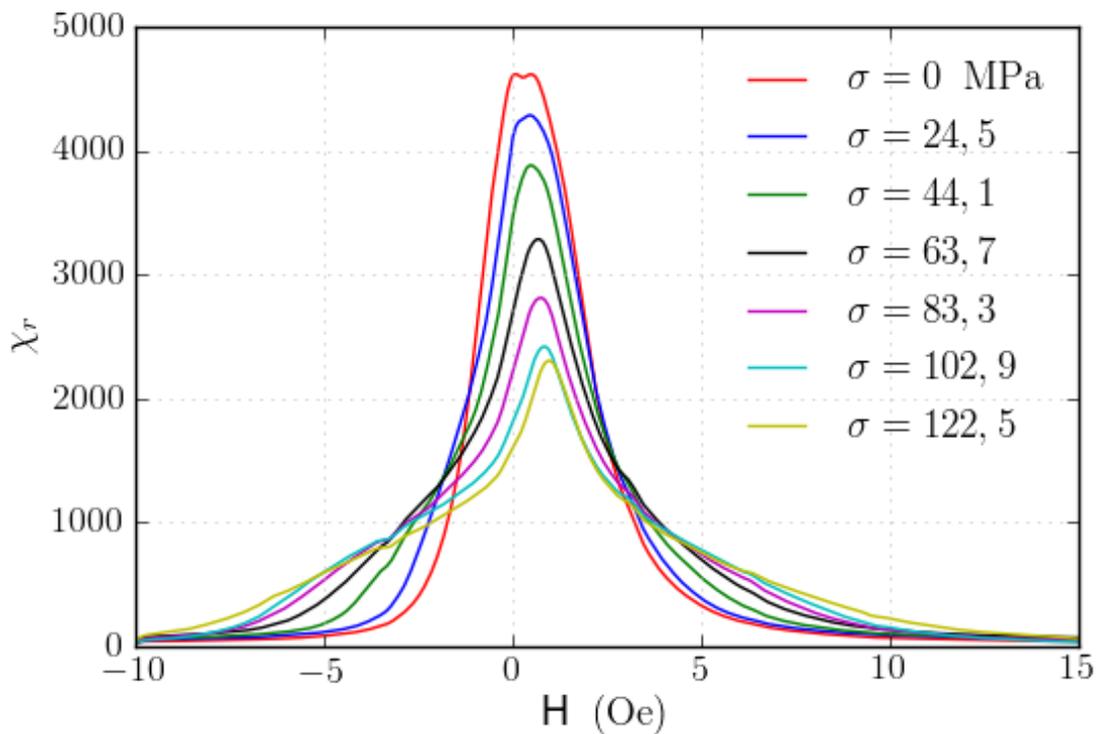


Figura 5.23: Curvas de susceptibilidade diferencial obtidas para uma amostra de ferro submetidas a diferentes tensões  $\sigma$ , aplicadas após do tratamento térmico.

## 5.6 Valor RMS do sinal

O valor RMS dos sinais medidos é calculado como descrito na secção 4.5.6; este resultado é uma boa estimativa da atividade do RB ao longo da curva de histerese.

A figura 5.24 apresenta a evolução do sinal RMS na primeira carga da tensão aplicada sobre a amostra de ferro após tratamento térmico. Pode-se observar que todas as medidas são muito parecidas com as apresentadas na figura 5.23, onde foram apresentadas as curvas de susceptibilidade diferencial  $\chi_{dif}$  para as mesmas medidas. Coincidem a posição dos picos característicos e a diminuição da amplitude destes com a tensão, até a tensão de 85 MPa, a partir de onde a amplitude máxima da curva RMS se mantém constante, diferentemente da  $\chi_{dif}$ , que continua diminuindo. Para campos menores que  $-2$  Oe e tensões maiores que 65 MPa o valor RMS é aumentado com a tensão aplicada.

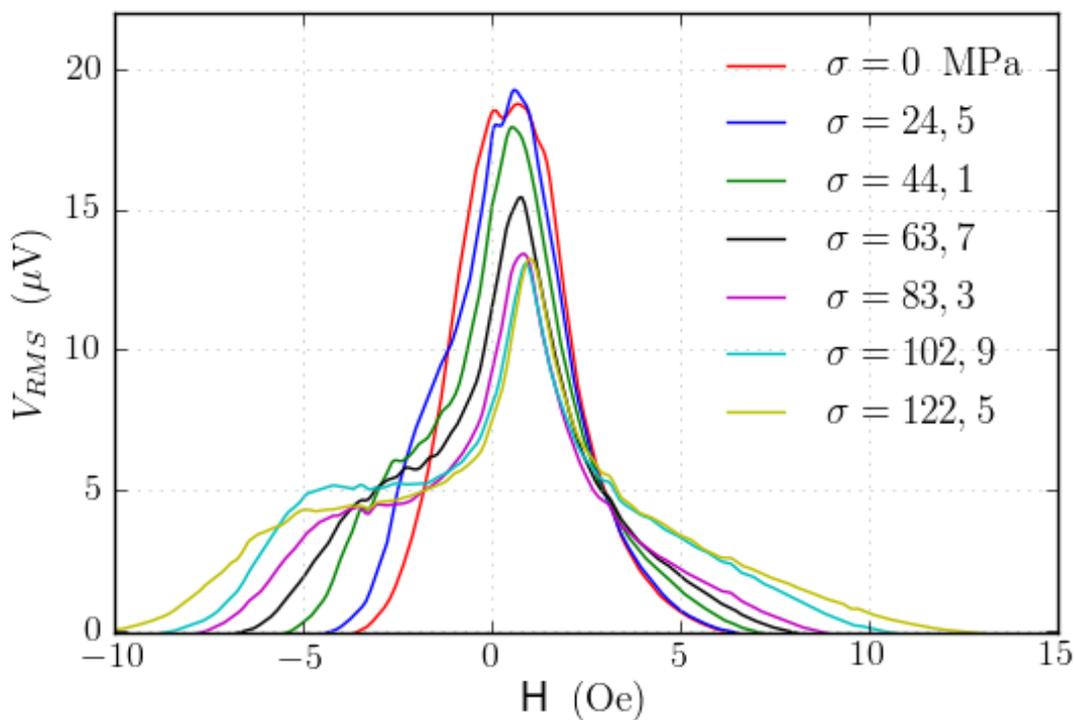


Figura 5.24: Curvas RMS obtidas para uma amostra de ferro sobre diferentes tensões  $\sigma$ , aplicadas após do tratamento térmico.

A figura 5.25 apresenta as curvas do valor RMS,  $V_{RMS}$ , e valor de voltagem média medida,  $V_{med}$ , para o ferro, para duas diferentes tensões aplicadas, e a figura 5.26 apresenta a evolução dos sinais  $V_{RMS}$  e  $V_{med}$  para as medidas do níquel após ter retirado a tensão aplicada. Estas ambas figuras apresentam a comparação da atividade de ruído Barkhausen ( $V_{RMS}$ ) e o valor da permeabilidade diferencial ( $V_{med}$ ).

No caso do níquel pode se observar como consequência da fadiga gerada pela tensão aplicada o deslocamento dos picos a um valor de campo aplicado maior. A principal diferença entre as duas medidas é que o valor  $V_{RMS}$  apresenta seus valores máximos para campos menores que  $V_{med}$ .

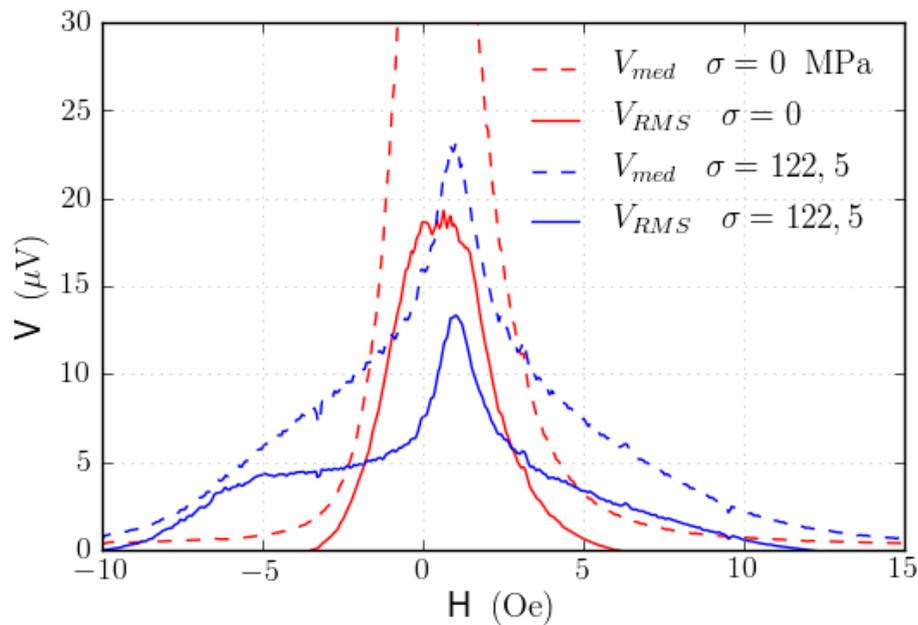


Figura 5.25: Curvas do valor médio  $V_{med}$ , e o valor RMS  $V_{RMS}$  do sinal para uma amostra de ferro.

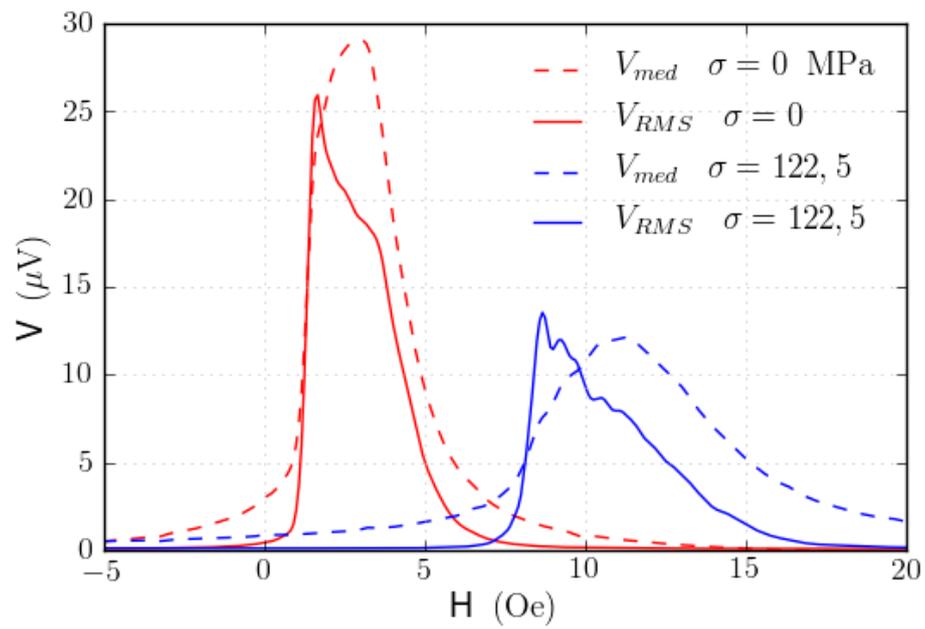


Figura 5.26: Curvas do RMS  $V_{RMS}$  e do valor medio  $V_{med}$ , obtidas para uma amostra de níquel após ter aplicado e retirado as tensões  $\sigma$ .

## 5.7 Espectros de potências

Os espectros de potências das medidas com taxa de variação de campo constante são calculados como é indicado na secção 4.5.3. Foi feito um ajuste dos dados experimentais utilizando a função:

$$|\mathcal{F}(f)|^2 = \frac{A}{f^\gamma + k^2} \quad (5.1)$$

A escolha desta função foi somente porque ela reproduz os dados experimentais, mas não pode ser associada a nenhum modelo, já que os espectros de potências obtidos foram medidos ao longo de toda a região de campo onde é observado ruído Barkhausen, e não somente na região de permeabilidade constante, condição necessária para o uso dos modelos teóricos conhecidos. Mas esta função deve reproduzir características fenomenológicas do ruído Barkhausen como o expoente de decaimento do espectro, o qual se espera seguir a relação  $|\mathcal{F}|^2 \propto f^{-2}$ , por isso, o valor de  $\gamma$  deve permanecer constante, para todas as medidas, num valor perto de 2. Os outros parâmetros de ajuste:  $A$  e  $k$  estão relacionados com a amplitude do espectro e a frequência de corte.

As figuras 5.27 (1ª carga), 5.28 (após de ter retirado a tensão) e 5.29 (2ª carga) apresentam os espectros de potências calculados para a amostra de ferro. Foi utilizada a sequência de tensões aplicadas e retiradas, como é explicado na secção 5.3. Para o ajuste foram utilizados somente os valores experimentais na faixa de frequências  $f$  entre 50 Hz e 20 kHz onde a curva está melhor comportada. Em todas as curvas pode-se observar, para frequências maiores que 20 kHz, uma queda na densidade espectral devido à resposta em frequência da bobina sensora utilizada, a qual atenua levemente o sinal a partir desta frequência.

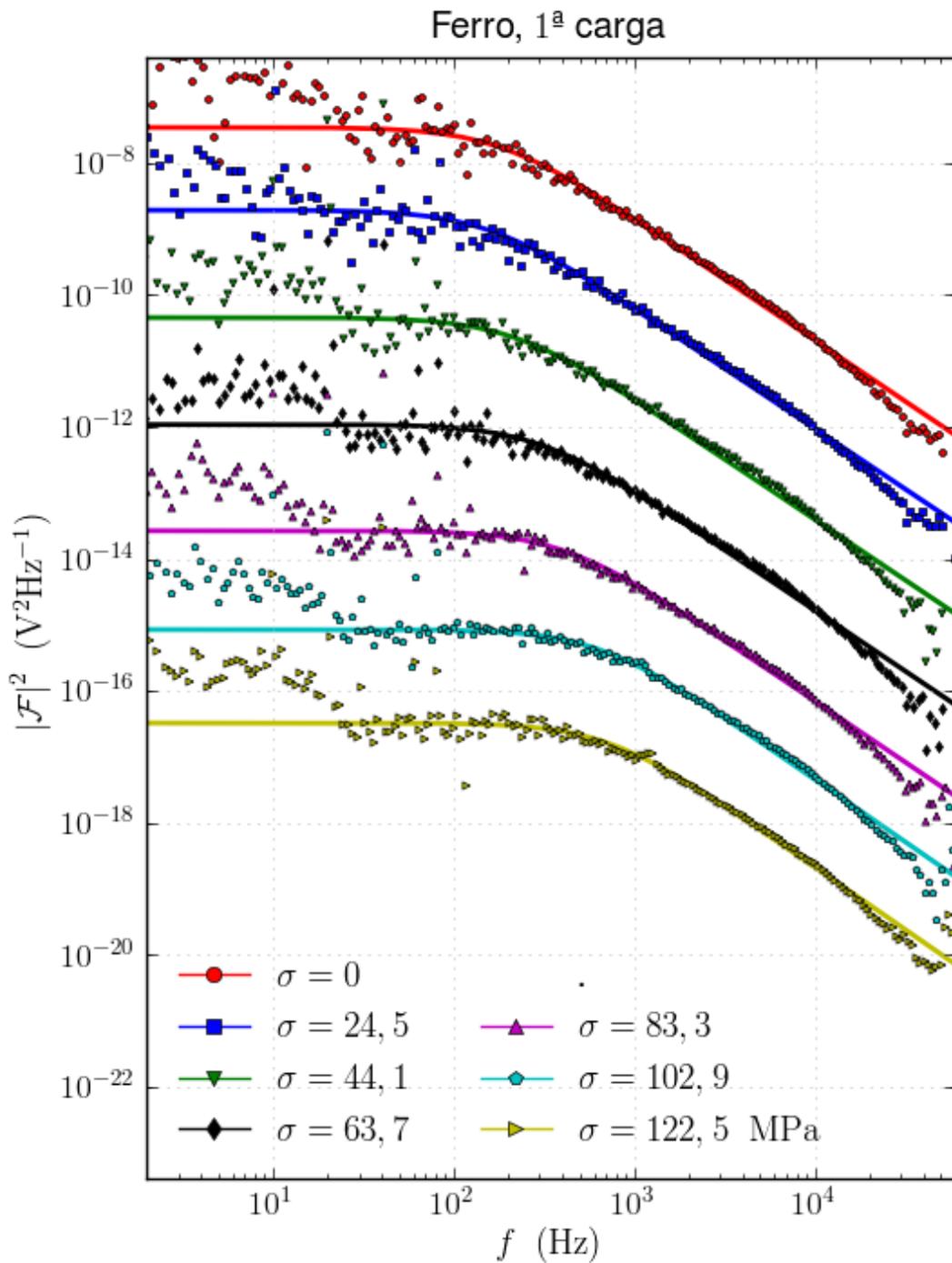


Figura 5.27: Espectros de potências da amostra de ferro submetidas a diferentes tensões  $\sigma$  após do tratamento térmico. Para uma maior clareza na figura, as curvas foram deslocadas no eixo vertical, ficando a curva inferior na posição correta.

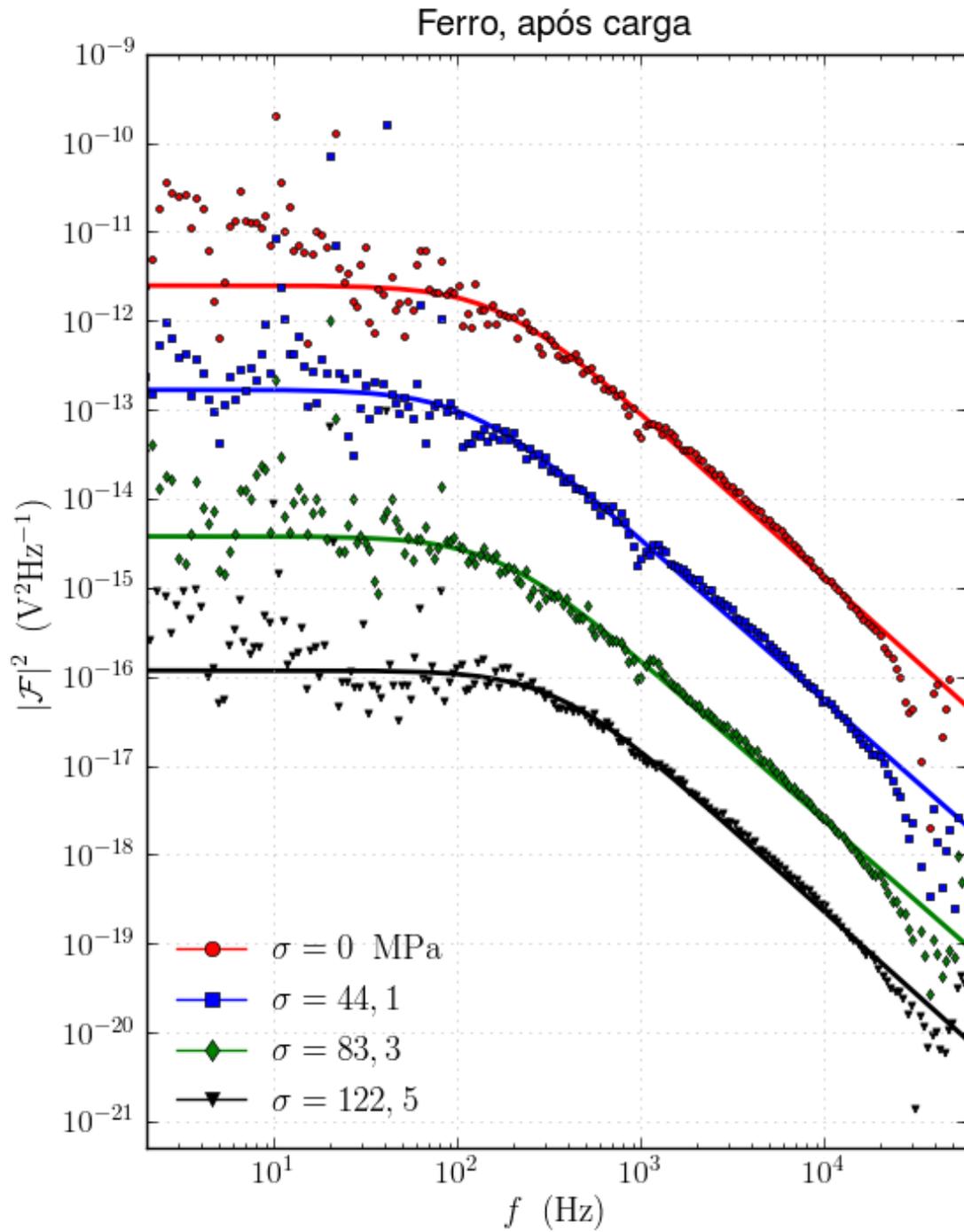


Figura 5.28: Espectros de potências para amostras de ferro medidas após retirar a tensão  $\sigma$  aplicada. Para uma maior clareza na figura, as curvas foram deslocadas no eixo vertical, ficando a curva inferior na posição correta.

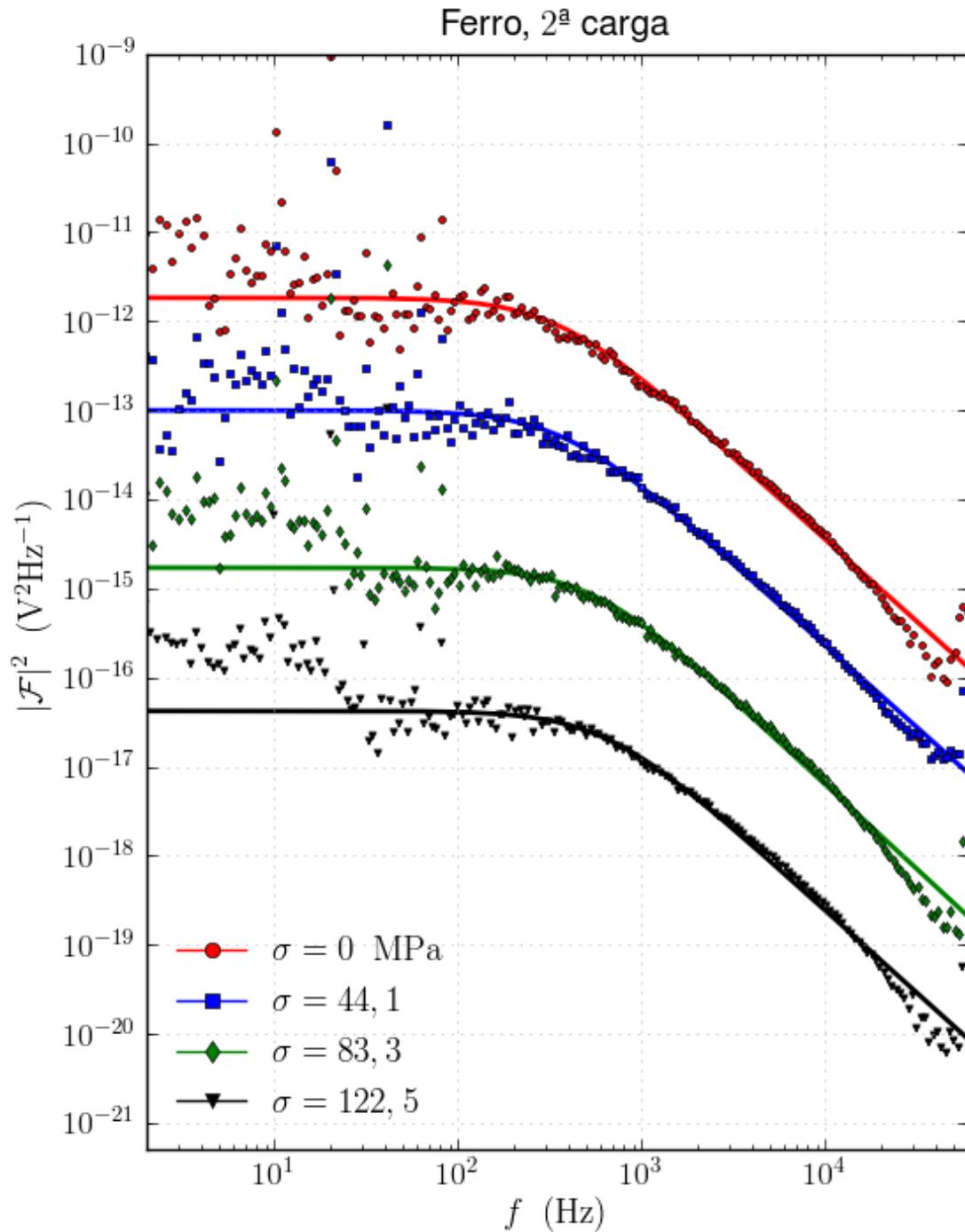


Figura 5.29: Espectros de potências para amostras de ferro com diferentes tensões  $\sigma$  aplicadas, após ter sido aplicada uma tensão de 135 MPa. Para uma maior clareza na figura, as curvas foram deslocadas no eixo vertical, ficando a curva inferior na posição correta.

Os valores dos parâmetros de ajuste para as curvas apresentadas nos gráficos anteriores são apresentados na tabela 5.2.

$\sigma$ (MPa)	$A$ $\times 10^{-12}$ (V <sup>2</sup> Hz)	$\gamma$	$k$ (Hz)	$\eta = \sqrt{A/k^2}$ (nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$ )
<b>1ª carga</b>				
0	2,1	1,85	121	11,9
24,5	2,0	1,83	100	14,1
44,1	2,2	1,83	138	10,8
63,7	2,5	1,84	189	8,4
83,3	2,8	1,85	257	6,6
102,9	6,9	1,89	449	5,9
122,5	8,2	1,89	499	5,7
<b>após carga</b>				
0	2,1	1,85	121	12,7
44,1	1,5	1,81	75	16,4
83,3	1,6	1,80	102	12,3
122,5	5,6	1,85	218	10,9
<b>2ª carga</b>				
0	5,6	1,85	218	10,9
44,1	8,5	1,84	230	12,7
83,3	10,8	1,91	395	8,3
122,5	6,6	1,86	395	6,5

Tabela 5.2: Parâmetros obtidos no ajuste das curvas dos espectros de potências do ferro.

Como é observado na tabela, o valor do expoente  $\gamma$  dos espectros de potências é praticamente constante para todas as medidas, com um valor médio de 1,85. Para a primeira carga de tensões é observado um aumento na frequência de corte  $k$  devido ao efeito da tensão aplicada. O parâmetro de amplitude  $A$  também aumenta com a tensão para a primeira carga de tensões, mas a comparação dos espectros deve ser feita com o parâmetro  $\eta = \sqrt{A/k^2}$  que representa a amplitude da densidade espectral para baixas frequências. Este parâmetro  $\eta$  diminui com a tensão aplicada tal como é esperado já que dada a resposta de magnetostricção negativa da amostra o sinal de voltagem medido diminui em amplitude.

No caso das medidas com a amostra fadigada e sem tensão os parâmetros  $A$  e  $k$  não apresentam nenhuma correlação clara com a tensão. É evidente que nas duas ultimas

séries de medidas apresentadas é necessário um maior número de medidas para poder obter relações entre a tensão e a fadiga com os parâmetros obtidos, no entanto, ainda assim, na série da segunda carga de tensões também é observado um aumento na frequência de corte com a tensão aplicada.

Para a amostra de níquel foi possível fazer o ajuste somente para as curvas que tiveram um bom sinal Barkhausen. A figura 5.30 apresenta os espectros de potências para a amostra de níquel na primeira carga de tensões, neste caso não foi possível obter um ajuste adequado, já que com a tensão aplicada os espectros de potências ficam muito ruidosos, isto é devido ao fato de os sinais de voltagem medidos serem da ordem do ruído da instrumentação, o que mostra também que o algoritmo de subtração do ruído de fundo não é efetivo para sinais tão pequenos.

Na figura 5.31 são apresentados os espectros de potências para a amostra de níquel na série de medidas sem tensão, mas após deformadas por uma tensão prévia. Neste conjunto de medidas foi feito um ajuste usando a faixa de frequências entre 300 Hz e 50 kHz, os valores dos parâmetros encontrados pelo algoritmo de ajuste são apresentados na tabela 5.2.

$\sigma$ (MPa)	$A$ $\times 10^{-12}$ (V <sup>2</sup> Hz)	$\gamma$	$k$ (kHz)	$\eta = \sqrt{A/k^2}$ (nV/ $\sqrt{\text{Hz}}$ )
<b>após carga</b>				
0	31,7	2,00	1,70	3,3
44,1	3,17	1,81	1,27	1,4
83,3	0,51	1,59	0,42	1,7
122,5	0,56	1,60	0,54	1,4

Tabela 5.3: Parâmetros obtidos no ajuste das curvas dos espectros de potências do níquel.

Na tabela é observada a diminuição da frequência de corte com a fadiga da amostra, a densidade espectral  $\eta$  diminui também fortemente com a fadiga. O expoente do espectro apresenta o valor esperado para a primeira medida mas diminui para as amostras fadigadas.

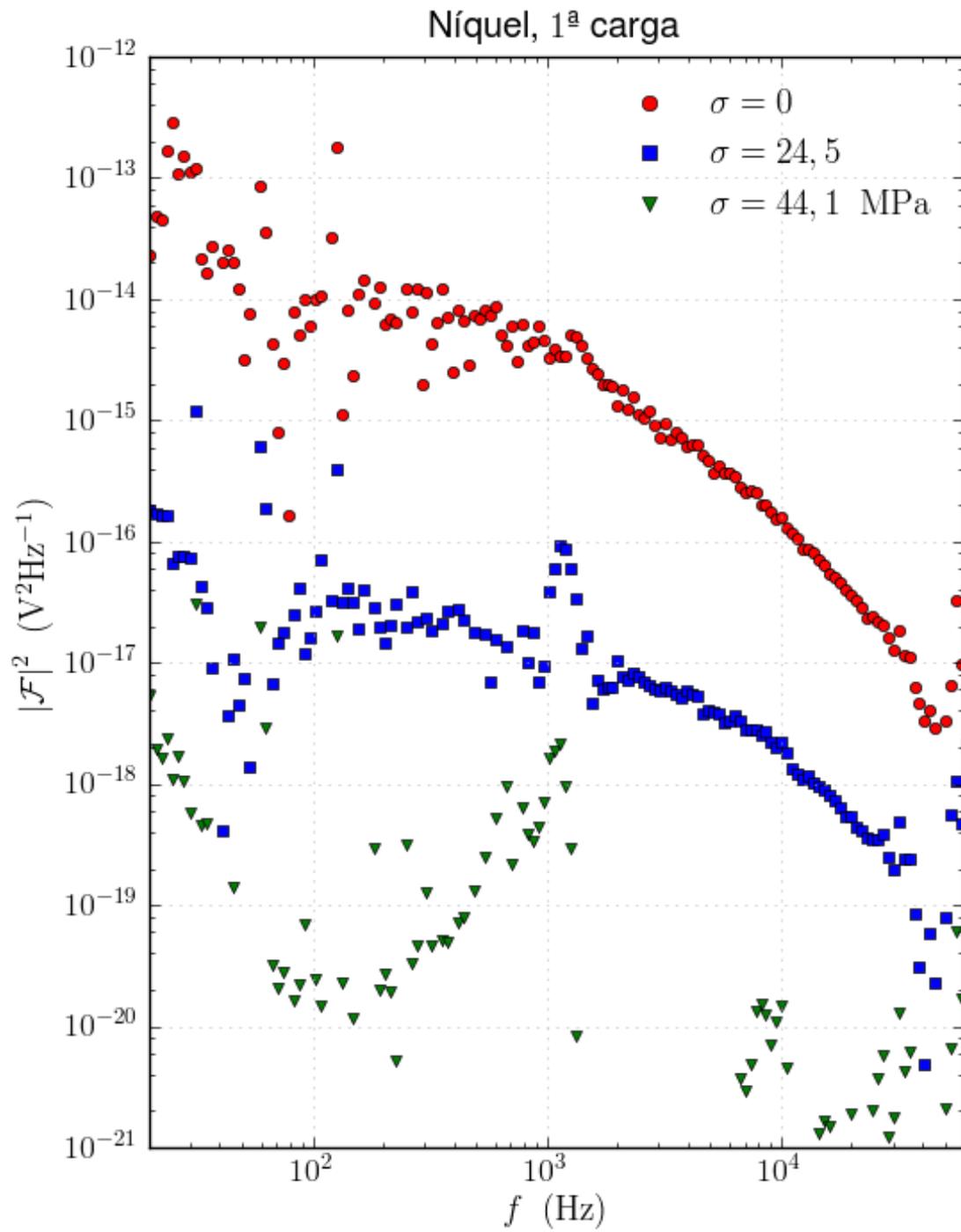


Figura 5.30: Espectros de potências para amostras de níquel medidas após do tratamento térmico.

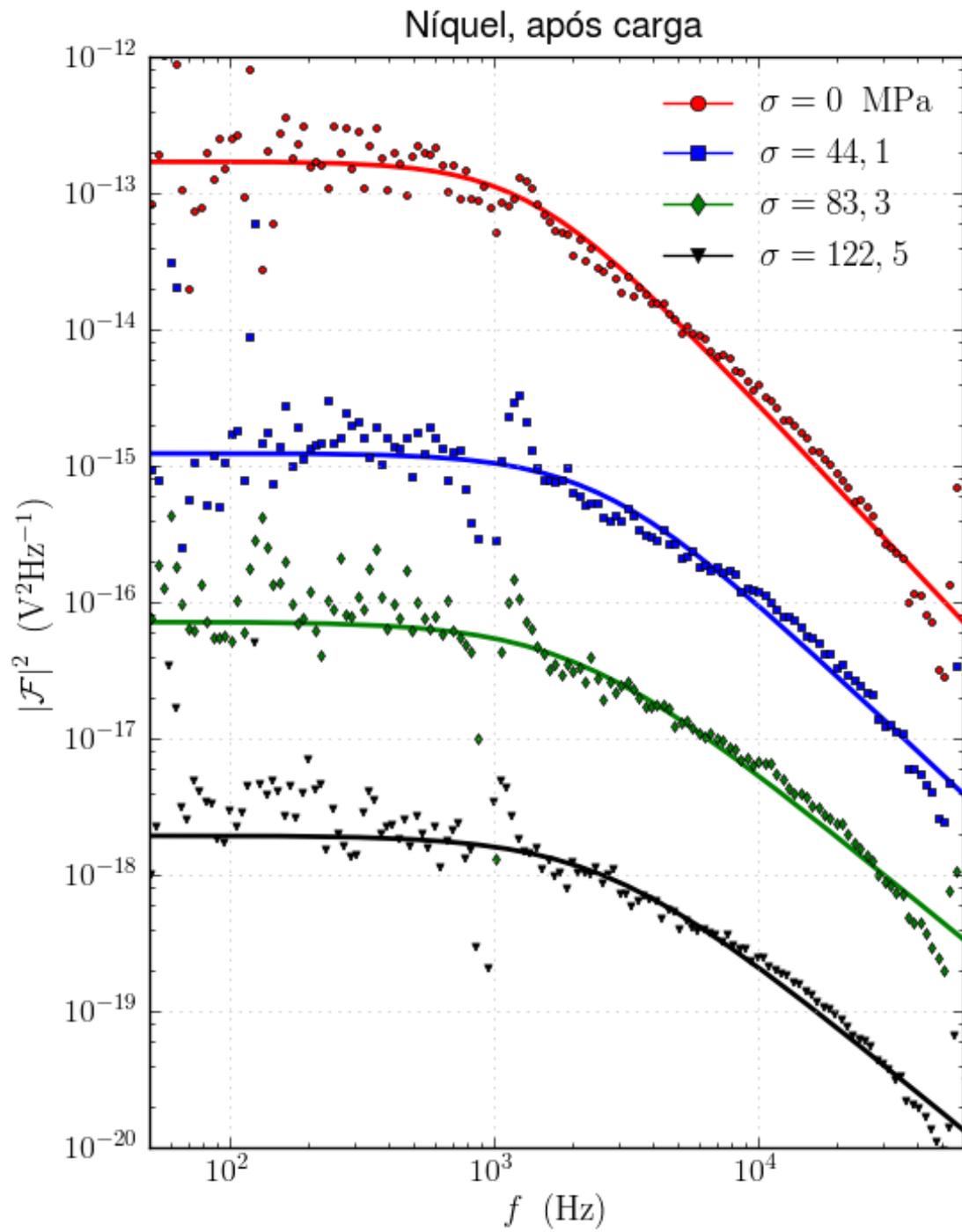


Figura 5.31: Espectros de potências para amostras de níquel medidas após retirar a tensão  $\sigma$  aplicada.

## 5.8 Distribuições de Tamanho e Duração

Nesta secção são apresentados os resultados da análise estatística das distribuições de tamanho e duração dos saltos Barkhausen. A definição do tamanho e duração de um salto Barkhausen foi apresentada na secção 4.5.4.

Os modelos teóricos para o RB preveem que as distribuições de duração  $T$  e tamanho  $S$  seguem leis de potência da forma:

$$P(T) \sim T^{-\alpha} f(T/T_0) \quad (5.2)$$

$$P(S) \sim S^{-\tau} f(S/S_0) \quad (5.3)$$

onde os expoentes característicos  $\alpha$  e  $\tau$ , segundo os modelos, são independentes da microestrutura do material e para uma taxa de magnetização baixa eles devem tomar valores de  $\alpha = 2$  e  $\tau = 1.5$ . No entanto os valores de corte  $T_0$  e  $S_0$  dependem da microestrutura e das tensões no material portanto, estes são os parâmetros de interesse para este trabalho.

Antes de medir os parâmetros  $T_0$  e  $S_0$  das distribuições  $P(T)$  e  $P(S)$  cabe lembrar que o sinal medido experimentalmente contém, além do sinal do efeito Barkhausen o ruído gerado na instrumentação. É também necessário entender o efeito da instrumentação sobre os pulsos medidos, eles são afetados pela resposta do sensor e os filtros utilizados. Todos estes efeitos são refletidos nas curvas obtidas para  $P(T)$  e  $P(S)$ .

As figuras 5.32 e 5.33 apresentam as distribuições  $P(T)$  e  $P(S)$  medidas para uma amostra de ferro. Uma característica importante das distribuições da amostra de ferro apresentadas é que elas não seguem as leis de potências esperadas para saltos com durações ou tamanhos pequenos. Além disso, a forma das curvas mudam com o filtro aplicado para as séries temporais antes de calcular as distribuições. As figuras apresentam também as distribuições calculadas, usando o mesmo algoritmo, para séries temporais onde foi medido somente o ruído da instrumentação.

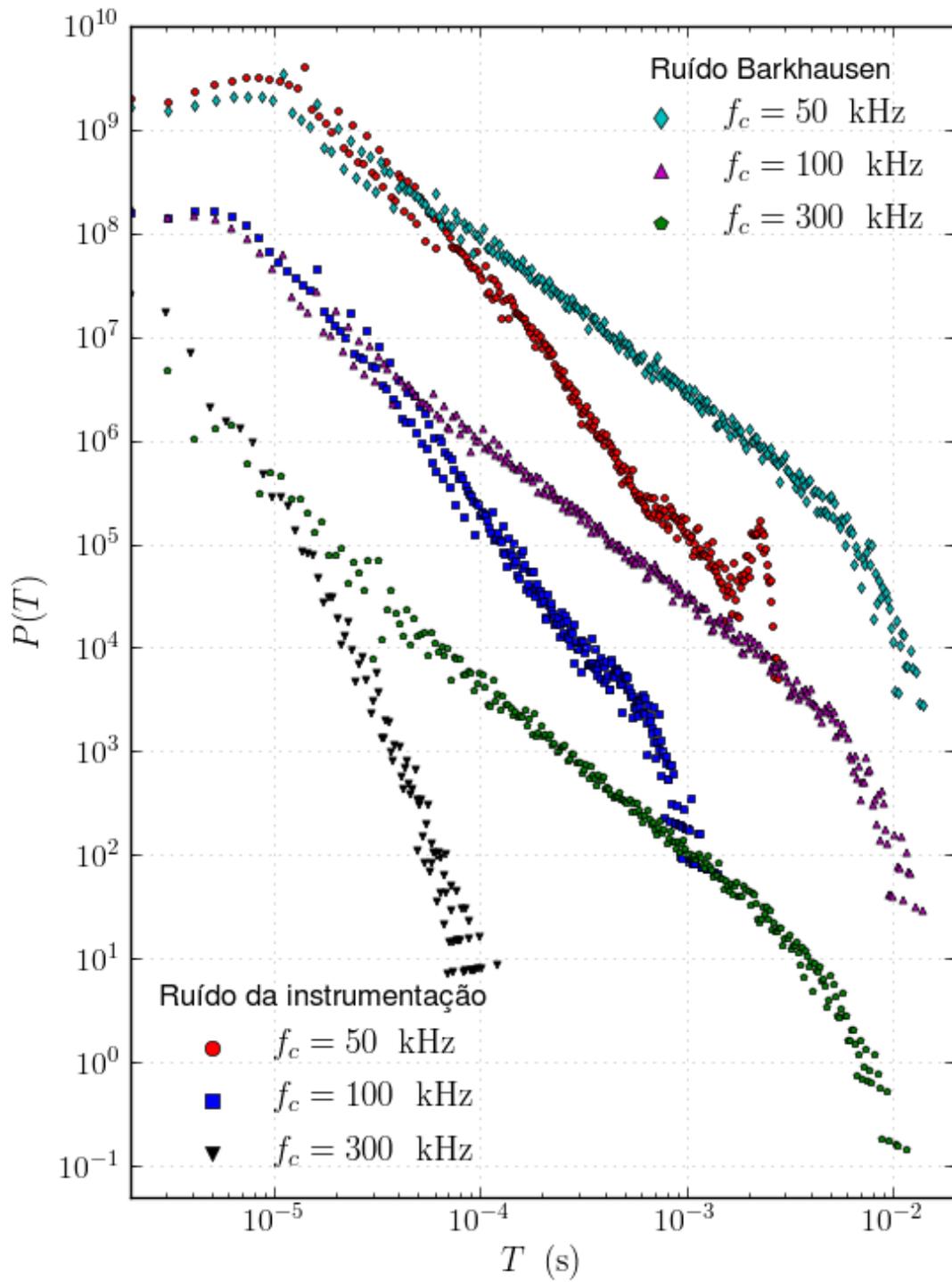


Figura 5.32: Distribuições de duração para uma amostra de ferro e para o ruído da instrumentação, calculadas das séries temporais medidas e filtradas com um filtro digital passa-baixa de frequência de corte  $f_c$

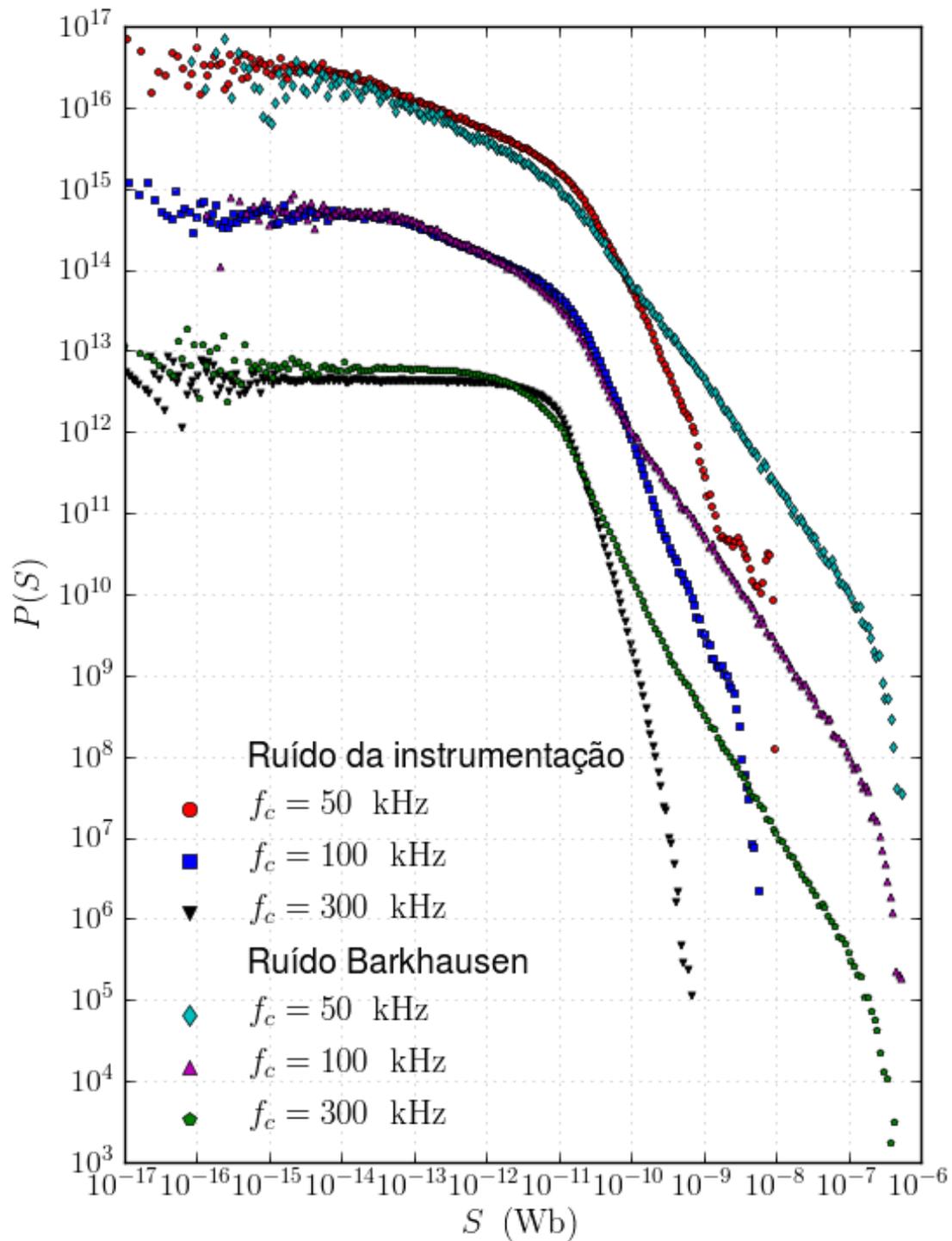


Figura 5.33: Distribuições de tamanho para uma amostra de ferro e para o ruído da instrumentação, calculadas das séries temporais medidas e filtradas com um filtro digital passa-baixa de frequência de corte  $f_c$

Nas figuras 5.32 e 5.33 é notável a concordância entre as distribuições  $P(T)$  e  $P(S)$  da amostra de ferro e do ruído da instrumentação para durações e tamanhos pequenos, justamente na região onde as distribuições da amostra não se comportam de acordo com as equações 5.2 e 5.3. Todas estas observações mostram que existe um limite de detecção dos saltos devidos ao efeito Barkhausen. Por detrás desse limite, toda estatística feita sobre as séries temporais medidas refletirá a estatística dos saltos devido ao ruído da instrumentação.

As figuras 5.34 e 5.35 apresentam as distribuições  $P(T)$  e  $P(S)$  calculadas com diferentes filtros aplicados nas séries temporais. Os dados foram ajustados usando as funções:

$$P(T) = A_T T^{-\alpha} e^{-(T/T_0)^2} \quad (5.4)$$

$$P(S) = A_S S^{-\tau} e^{-(S/S_0)^2} \quad (5.5)$$

Foram usados para o ajuste apenas saltos com tamanhos maiores a 1 nWb e durações maiores que 0,1 ms, para segurar que os dados ajustados sejam somente produto da estatística dos saltos devido ao efeito Barkhausen.

Os parâmetros de ajuste obtidos são apresentados na tabela 5.4, a rotina de ajuste usada foi `scipy.optimize.leastsq` que faz uso do algoritmo de ajuste por mínimos quadrados não lineares para obter os parâmetros que minimizem a diferença entre os dados e a função de ajuste. Os parâmetros  $A_S$  e  $A_T$  foram calculados somente para ajustar a amplitude das distribuições, mas como a amplitude de probabilidade depende também do número de saltos originados pelo ruído da instrumentação, a comparação entre eles, para os diferentes filtros usados, não tem nenhuma correlação com algum parâmetro físico em estudo. Os valores dos coeficientes característicos  $\tau$  e  $\alpha$  aumentam junto com a frequência do filtro usado. Para frequências superiores a 300 kHz é possível obter “bons” ajustes das distribuições  $P(S)$  fixando o parâmetro  $\tau$  ao valor esperado  $\tau = 1.5$  e ajustando os outros dos parâmetros, mas para as distribuições  $P(T)$  não é possível obter um bom ajuste para  $\alpha > 1,8$ .

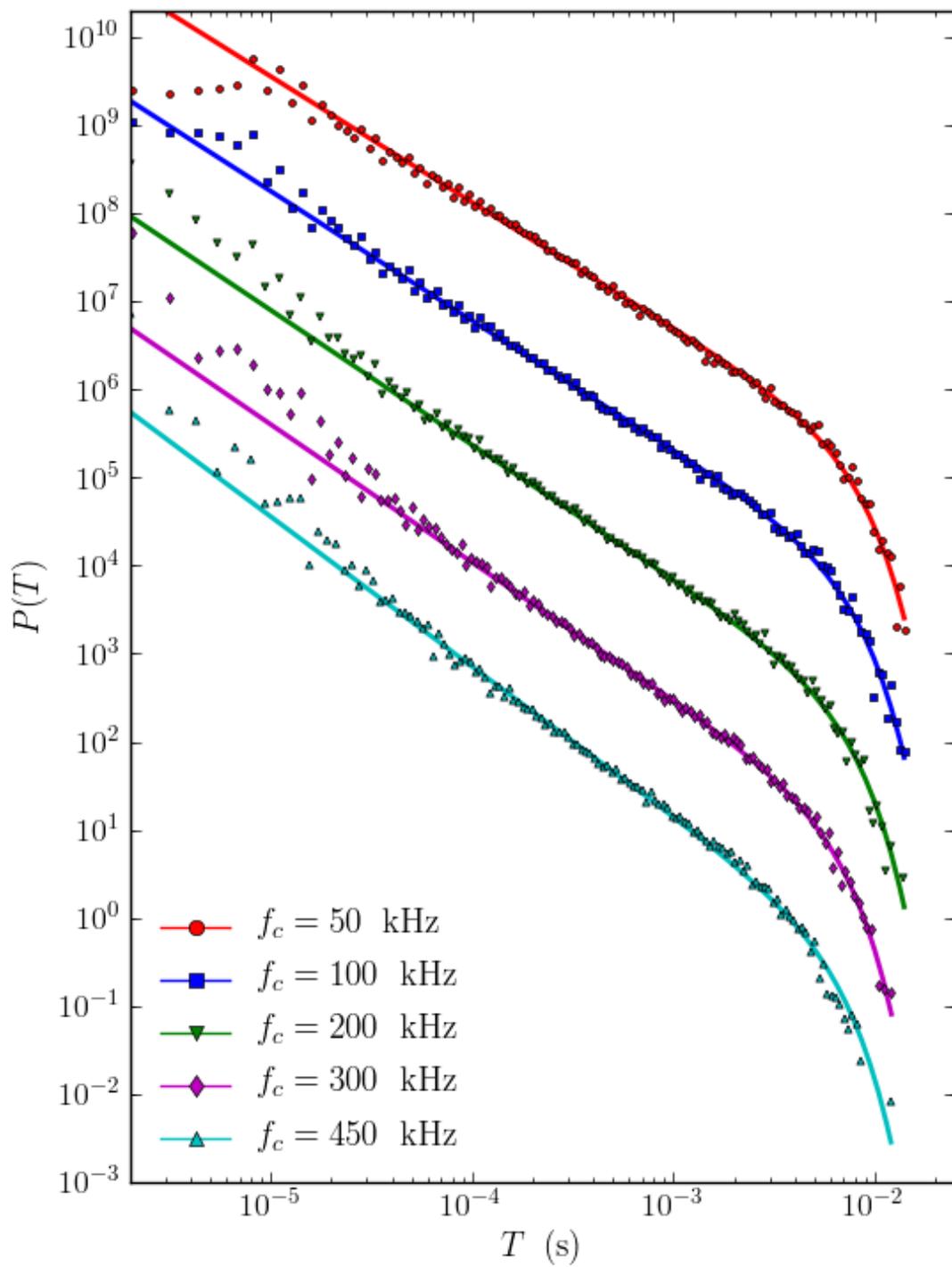


Figura 5.34: Distribuições de duração e ajustes respectivos para uma amostra de ferro, calculadas com diferentes filtros passa-baixa de frequência de corte  $f_c$  aplicados nas séries temporais.

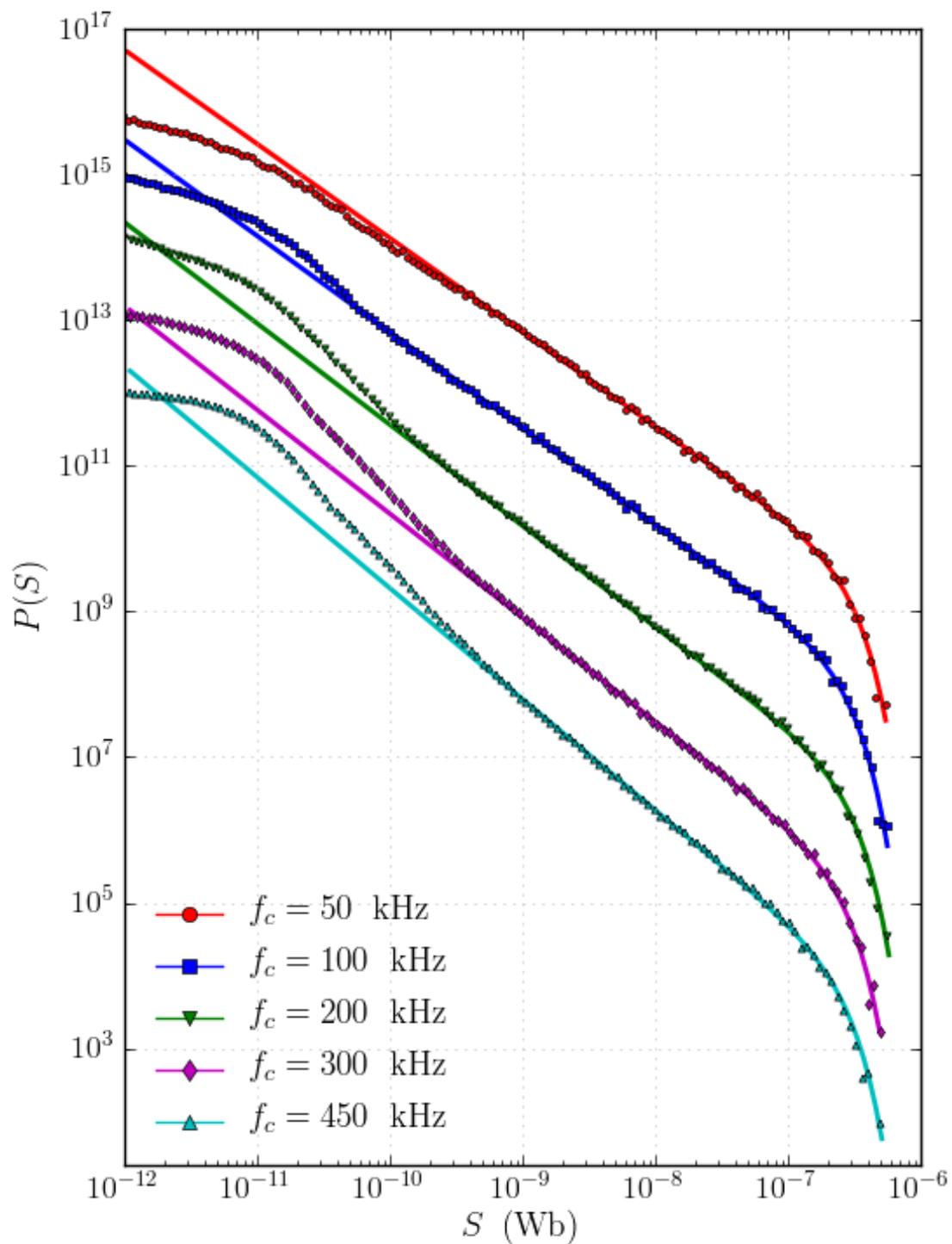


Figura 5.35: Distribuições de tamanho e ajustes respectivos para uma amostra de ferro, calculadas com diferentes filtros passa-baixa de frequência de corte  $f_c$  aplicados nas séries temporais.

Cabe lembrar, tal como é descrito na secção 4.4.3, que nestes experimentos realizados o gerador de campo magnetizante tinha um problema com a resolução da onda fornecida devido à resolução digital da onda no gerador de funções; isto implica que os saltos medidos podem ter sido influenciados pelos saltos no campo magnetizante, o que é uma possível causa da discordância dos valores medidos para  $\tau$  e  $\alpha$  e os valores esperados pela teoria.

$f_c$ (kHz)	$A_S$ $\times 10^{-6}$	$\tau$	$S_0$ (nWb)	$A_T$ $\times 10^{-5}$	$\alpha$	$T_0$ (ms)
50,0	169,51	1,29	268	265,01	1,43	0,714
100,0	44,79	1,32	254	82,48	1,47	0,683
150,0	14,57	1,35	257	34,55	1,51	0,679
200,0	4,92	1,39	264	18,36	1,53	0,656
250,0	2,06	1,41	258	9,36	1,56	0,619
300,0	1,19	1,43	239	6,16	1,56	0,581
350,0	0,49	1,46	246	3,83	1,60	0,564
400,0	0,24	1,49	243	2,03	1,65	0,571
450,0	0,12	1,52	243	1,15	1,70	0,579

Tabela 5.4: Parâmetros obtidos no ajuste das curvas das distribuições de  $P(T)$  e  $P(S)$  calculadas com diferentes filtros aplicados nas séries temporais.

Os valores dos tempos e tamanhos de corte  $T_0$  e  $S_0$  também variam com a frequência dos filtros usados, mas a variação é pequena e pouco significativa (dado o algoritmo utilizado). Estes valores de corte  $T_0$  e  $S_0$  variam também ligeiramente, para uma mesma frequência de filtragem, entre o ajuste feito deixando os parâmetros  $\tau$  e  $\alpha$  livres, e o ajuste onde  $\tau$  e  $\alpha$  são fixados num certo valor predeterminado.

Entendidos os efeitos da instrumentação e dos algoritmos de análise sobre as distribuições  $P(T)$  e  $P(S)$ , e após fazer uma análise de todas as curvas e ajustes realizadas, concluiu-se que a melhor forma de calcular os valores de corte  $T_0$  e  $S_0$ , para esta amostra, é usar uma frequência de filtragem de 100 kHz e fazer os ajustes fixando os expoentes aos valores  $\tau = 1,35$  e  $\alpha = 1,50$  para evitar a influência da variação dos expoentes sobre os valores de corte  $T_0$  e  $S_0$ .

As figuras 5.36 e 5.37 apresentam as distribuições  $P(T)$  e  $P(S)$  medidas da amostra de ferro, após tratamento térmico, sobre diferentes tensões aplicadas.

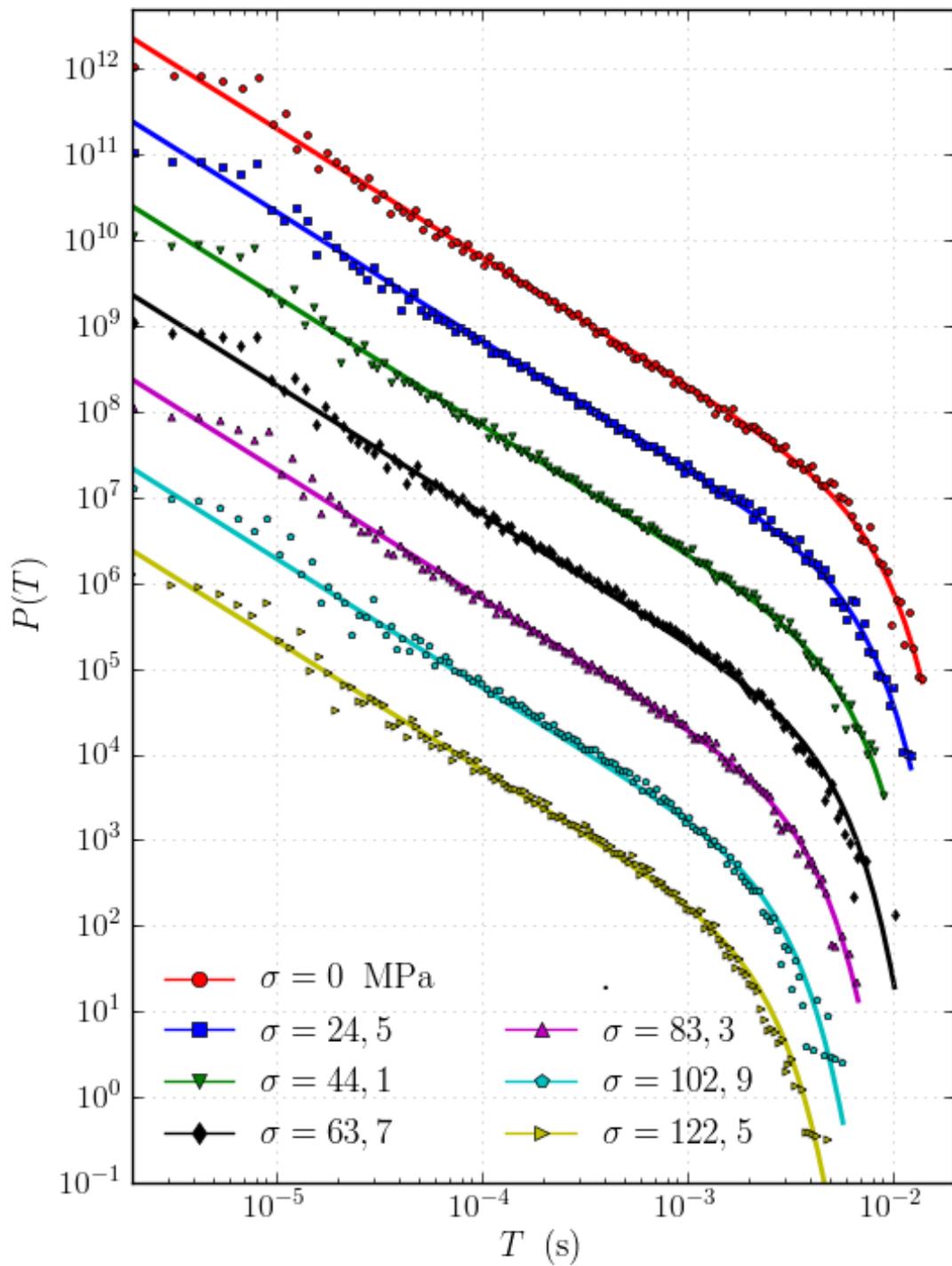


Figura 5.36: Distribuições de duração e ajustes respectivos para uma amostra de ferro sobre diferentes tensões  $\sigma$ . O ajuste foi feito fixando  $\alpha = 1,50$  sendo o objetivo do ajuste a medida do valor de corte  $T_0$

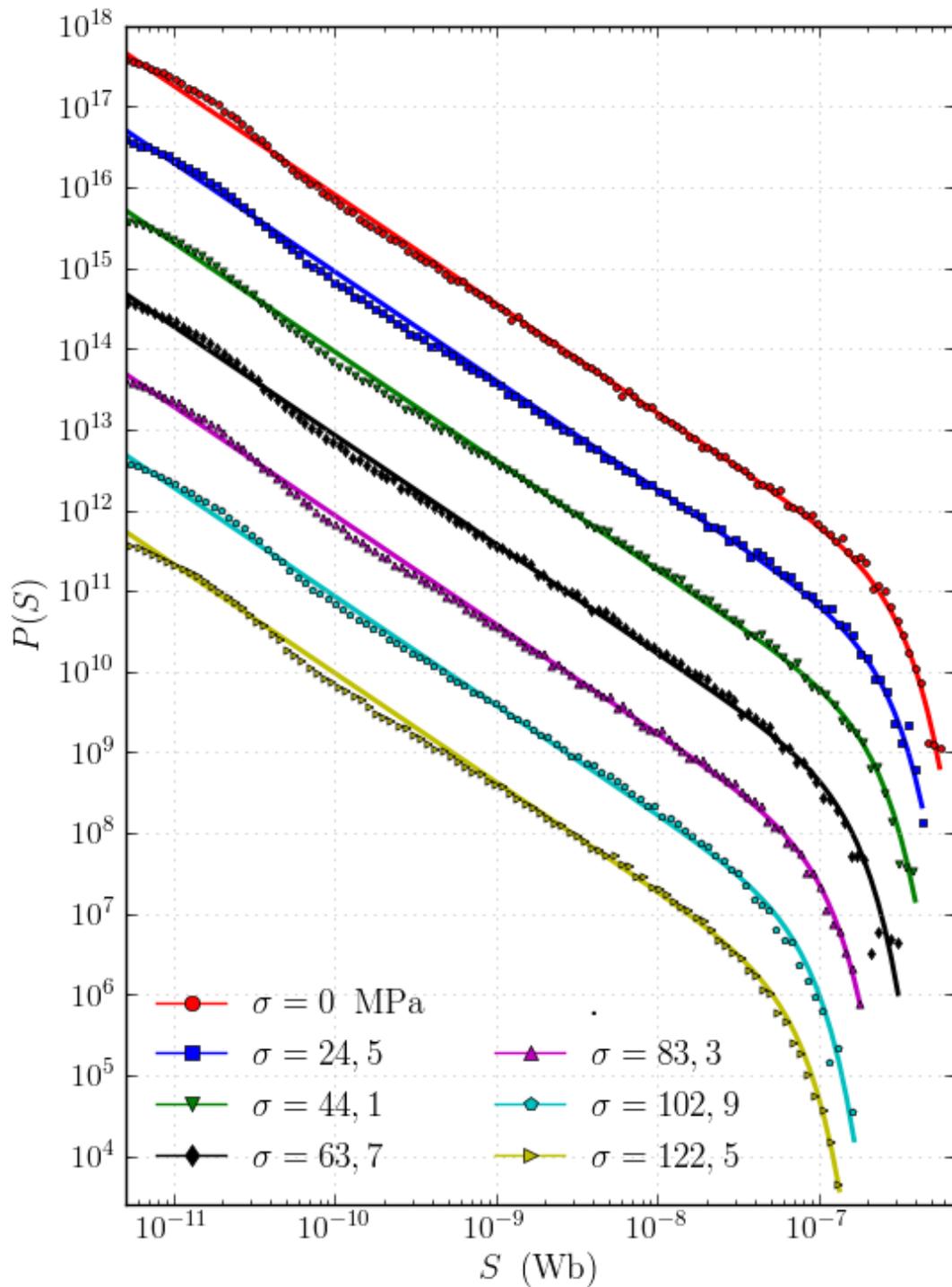


Figura 5.37: Distribuições de tamanho e ajustes respectivos para uma amostra de ferro sobre diferentes tensões  $\sigma$ . O ajuste foi feito fixando  $\tau = 1,35$  sendo o objetivo do ajuste a medida do valor de corte  $S_0$

Os parâmetros obtidos pelo algoritmo de ajuste para as distribuições  $P(T)$  e  $P(S)$  medidas da amostra de ferro sobre diferentes tensões são apresentado na tabela 5.5

$\sigma$ (MPa)	$A_S$ $\times 10^{-6}$	$\tau$	$S_0$ (nWb)	$A_T$ $\times 10^{-5}$	$\alpha$	$T_0$ (ms)
0,0	25,58	1,35	259	65,18	1,50	6,96
24,5	28,31	1,35	220	69,57	1,50	5,93
44,1	28,84	1,35	188	71,17	1,50	5,08
63,7	26,67	1,35	138	65,60	1,50	4,25
83,3	27,10	1,35	92	67,57	1,50	3,21
102,9	26,92	1,35	71	61,98	1,50	2,42
122,5	30,18	1,35	60	67,94	1,50	2,02

Tabela 5.5: Parâmetros obtidos no ajuste das curvas das distribuições de  $P(T)$  e  $P(S)$  medidas da amostra de ferro sobre diferentes tensões  $\sigma$

Tanto na tabela quanto nas figuras respectivas observa-se um claro aumento dos valores de corte  $T_0$  e  $S_0$  com o aumento da tensão aplicada.

## 6. Conclusões e considerações finais.

Neste trabalho estudamos o efeito da tensão mecânica no ruído Barkhausen e nas propriedades magnéticas em lâminas de ferro e de níquel puros. Foram utilizados dois procedimentos para a medida do ruído Barkhausen. Apesar de fazer uso da mesma instrumentação, estes procedimentos são diferentes quanto à forma como as amostras são magnetizadas. Ainda assim, a análise das medidas de RB resultantes em ambos métodos apresentam resultados úteis para o uso do RB como técnica de ensaios não destrutivos.

Foi estabelecida uma relação clara entre a tensão e a fadiga das amostras analisadas com o sinal de RB medido. Esta relação foi estudada parametrizando o RB mediante diferentes algoritmos. Todos os resultados obtidos dos algoritmos apresentam resposta do RB à tensão e fadiga das amostras, mas alguns parâmetros utilizados apresentam relação RB-tensão e fadiga muito mais evidente e fácil de interpretar.

No primeiro procedimento de medida utilizado, explicado na secção 4.4.4, é feita uma magnetização rápida e é obtida a média das medidas de RB para obter curvas de magnetização e susceptibilidade diferencial ( $dM/dH$ ). A análise destas curvas por meio da obtenção do campo coercivo e do valor máximo de  $dM/dH$  mostra uma relação clara entre o RB e a tensão, e permite identificar a tensão sobre a qual começam as deformações plásticas nas amostras. Estes resultados são parecidos com às medidas apresentadas na referência [12], os quais foram obtidos por outras técnicas.

O segundo procedimento de medição (secção 4.4.4) utiliza uma taxa de variação de campo magnetizante pequena e constante. Com esta configuração foi possível obter um conjunto mais amplo de parâmetros a partir do RB medido. Foram obtidas curvas de  $dM/dH$  que reproduzem os resultados do procedimento anterior. Foi calculado o valor

---

RMS do sinal através do qual se obtém informação do processo de magnetização e como este está relacionado com a tensão aplicada e a fadiga da amostra. Foram calculados também os espectros de potências e distribuições tamanho e duração dos saltos Barkhausen, todos estes parâmetros apresentam variações com a tensão e a fadiga da amostra.

Em resumo: Os parâmetros obtidos a partir das medidas de ruído Barkhausen são um bom indicador da tensão aplicada no material, e podem ser utilizados também para avaliar a evolução da fadiga do material. Os dois parâmetros dos quais foram obtidos os resultados mais relevantes neste trabalho foram o valor médio e o valor RMS do sinal. Foi estabelecido para estes parâmetros experimentais uma relação com magnitudes físicas conhecidas. A curva do valor médio tem relação com a susceptibilidade diferencial  $dM/dH$  e, portanto, com a curva de histerese magnética do material, a qual já tem sido amplamente estudada em função da tensão, fadiga e microestrutura do material [23, 12, 7, 24]. A curva do valor RMS é indicadora da atividade do RB e fornece informação sobre os processos de magnetização que acontecem ao longo da curva de magnetização (rotação da magnetização, nucleação de domínios e movimento das paredes de domínio) [25, 26]. As referências [27, 1] fazem estudo da relação destes processos com a microestrutura. A análise estatística dos saltos Barkhausen também apresenta resultados, mas os protocolos de medida adequados para este tipo de análise apresentam muitas dificuldades técnicas, além disso, os algoritmos de análise são complicados, fazendo este tipo de análise menos atrativa para seu uso em aplicações práticas de ensaios não destrutivos.

Se bem o presente trabalho permite estabelecer algumas pautas para o uso das medidas de ruído Barkhausen na indústria como técnica de ensaio não destrutivo, é necessário alguns refinamentos na instrumentação e algoritmos de análise que permitam solucionar os problemas observados neste trabalho, entre eles: a sensibilidade das medidas para o estudo das amostras de níquel e a necessidade de uma melhor instrumentação para a medida de séries temporais adequadas para o análise estatística dos saltos Barkhausen e sua comparação com modelos teóricos.

Um próximo passo neste trabalho seria a aplicação dos mesmos procedimentos de

medida para diferentes materiais, em especial aços estruturais utilizados na indústria. Também é necessária a caracterização dos defeitos e a textura do material causada pela fadiga nas amostras com o intuito de obter relações quantitativas entre o RB e a fadiga.

As diferentes aplicações práticas na área da engenharia requerem de condições especiais no processo de magnetização e medida do ruído. Por exemplo a magnetização de uma região localizada da peça e a medida do ruído com um sensor na superfície da peça que mede o RB na direção perpendicular a o campo magnetizante. A influência deste tipo de condições sobre o sinal RB medido será também objeto de estudo num trabalho futuro.

# Referências Bibliográficas

- [1] Giorgio Bertotti. *Hysteresis in magnetism: For Physicist Materials Scientists and Engineers*. Academic Press, San Diego, 1998.
- [2] G. Durin and S. Zapperi. The Barkhausen effect. *Arxiv preprint cond-mat/0404512*, 2004.
- [3] Francesca Colaioni. Exactly solvable model of avalanches dynamics for barkhausen crackling noise. *Advances in Physics Vol. 57, No. 4, 287-359 (2008)*, February 2009.
- [4] C.G. Stefanita. *From bulk to nano: the many sides of magnetism*. Springer Verlag, 2008.
- [5] J. Blitz. *Electrical and magnetic methods of non-destructive testing*. Kluwer Academic Publishers, 1997.
- [6] M. Willcox and T. Mysak. *An Introduction to Barkhausen Noise and its Applications*.
- [7] S. Chikazumi and S.H. Charap. *Physics of magnetism*. Wiley New York, 1964.
- [8] H. Kronmüller and M. Fähnle. *Micromagnetism and the microstructure of ferromagnetic solids*. Cambridge Univ Pr, 2003.
- [9] D.J. Craik and R.S. Tebble. *Ferromagnetism and ferromagnetic domains*. North-Holland, 1965.
- [10] A. Hubert and R. Schäfer. *Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures*. Springer Verlag, 1998.

- [11] Charles Kittel. Physical theory of ferromagnetic domains. *Rev. Mod. Phys.*, 21(4):541–, October 1949.
- [12] R.M. Bozorth and Bell Telephone Laboratories. *Ferromagnetism*. van Nostrand New York, 1968.
- [13] E.W. Lee. Magnetostriction and magnetomechanical effects. *Reports on Progress in Physics*, 18(1):184–229, 1955.
- [14] Bruno Alessandro, Cinzia Beatrice, Giorgio Bertotti, and Arianna Montorsi. Domain-wall dynamics and barkhausen effect in metallic ferromagnetic materials. i. theory. *J. Appl. Phys.*, 68(6):2901–2907, September 1990.
- [15] Bruno Alessandro, Cinzia Beatrice, Giorgio Bertotti, and Arianna Montorsi. Domain-wall dynamics and barkhausen effect in metallic ferromagnetic materials. ii. experiments. *J. Appl. Phys.*, 68(6):2908–2915, September 1990.
- [16] Gianfranco Durin and Stefano Zapperi. Scaling exponents for barkhausen avalanches in polycrystalline and amorphous ferromagnets. *Phys. Rev. Lett.*, 84(20):4705–4708, May 2000.
- [17] M. Guyot and V. Cagan. The magneto-acoustic emission (invited). In ., volume 73, pages 5348–5353. AIP, 1993.
- [18] L. Cartz. *Nondestructive testing: radiography, ultrasonics, liquid penetrant, magnetic particle, eddy current*. ASM International, 1995.
- [19] S. Palit Sagar, N. Parida, S. Das, G. Dobmann, and D.K. Bhattacharya. Magnetic barkhausen emission to evaluate fatigue damage in a low carbon structural steel. *International Journal of Fatigue*, 27(3):317–322, March 2005.
- [20] W. Ping, ZHU Shougao, T. Gui Yun, W. Haitao, and W. Xin. Stress measurement using magnetic barkhausen noise and metal magnetic memory testing.
- [21] Burr - Brown. *Datasheet OPA541*.

- [22] W.H. Press. *Numerical recipes: the art of scientific computing*. Cambridge university press, 2007.
- [23] A. Sipeky and A. Ivanyi. Magnetic hysteresis under applied stress. *Physica B: Physics of Condensed Matter*, 372(1-2):177–180, 2006.
- [24] M. J. Sablik and B. Augustyniak. The effect of mechanical stress on a barkhausen noise signal integrated across a cycle of ramped magnetic field. *J. Appl. Phys.*, 79(2):963–972, January 1996.
- [25] Felipe Bohn. Magnetostricção e ruído barkhausen em aços elétricos de grão não-orientado. Master's thesis, Universidade Federal de Santa Maria, 2005.
- [26] F. Bohn, A. Gündel, F.J.G. Landgraf, A.M. Severino, and R.L. Sommer. Magnetostriktion, barkhausen noise and magnetization processes in e110 grade non-oriented electrical steels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 317(1-2):20–28, 2007.
- [27] L. Santi, J. C. Denardin, M. R. Dotto, L. F. Schelp, and R. L. Sommer. Barkhausen noise measurements in materials with vanishing magnetoelastic anisotropies. *J. Appl. Phys.*, 91(10):8201–8203, May 2002.