ΜΕΤΡΗΣΗ ΜΑΓΝΗΤΙΚΗΣ ΔΙΑΠΕΡΑΤΟΤΗΤΑΣ: ΔΥΝΑΤΟΤΗΤΕΣ ΚΑΙ ΠΕΡΙΟΡΙΣΜΟΙ

Σπύρος Αγγελόπουλος[1], Πολυξένη Βουρνά[1], Αφροδίτη Κτενά[1,2], Ευάγγελος Χριστοφόρου[1]
[1]Εργαστήριο Ηλεκτρονικών Αισθητηρίων, ΣΗΜΜΥ, ΕΜΠ, Ζωγράφου
[2]Εργαστήριο Ενεργειακών Συστημάτων, Τμήμα Ηλεκτρολόγων Μηχ. ΤΕ, ΤΕΙΣΤΕ, Εύβοια
e-mail: aktena@teiste.gr

Περίληψη

Η μαγνητική διαπερατότητα είναι μια μακροσκοπική ιδιότητα των μαγνητικών υλικών η οποία αντανακλά την υφιστάμενη μικροδομή κατά τη στιγμή της μέτρησης και την αλληλεπίδρασή της με εξωτερικά ερεθίσματα όπως επιβαλλόμενα πεδία, μηχανικές τάσεις, θερμοκρασία. Ωστόσο η ερμηνεία και συσχέτιση της μαγνητικής διαπερατότητας με μικροδομικές παραμέτρους ή ενδογενείς μαγνητικές ιδιότητες απαιτεί ιδιαίτερη προσοχή καθώς παραπέμπει στη βαθύτερη κατανόηση της διαδικασίας της μαγνήτισης του υλικού. Σε πρακτικές εφαρμογές, χρησιμοποιείται η μέτρηση της *διαφορικής* μαγνητικής διαπερατότητας ως προς το εφαρμοζόμενο μαγνητικό πεδίο, $\mu_{diff}=dB/dH$, αντί της $\mu=B/H$. Στην παρούσα εργασία, διερευνάται η εξάρτηση της μ_{diff} από την παραμόρφωση και το μέγεθος κόκκου του υλικού και η χρήση της μέγιστης τιμής μ_{diff} ως μετρικής για τον προσδιορισμό του τασικού πεδίου σε χάλυβες. Τα αποτελέσματα συγκρίνονται με μετρήσεις με 2Δ VSM και άλλες παραμέτρους όπως αυτές του θορύβου Barkhausen. Για τη μελέτη της επίδρασης του μεγέθους του κόκκου πάνω στην μαγνητική συμπεριφορά του υλικού, η ενεργός τάση του θορύβου Barkhausen επιδεικνύει συνεπέστερη συμπεριφορά από τη μ_{diff}. Ωστόσο, η μ_{diff} συνιστάται για την αξιολόγηση της παραμόρφωσης μαγνητικών υλικών, όπως οι χάλυβες. Τέλος, προτείνεται η χρήση της πρώτης παραγώγου της διαφορικής διαπερατότητας ως συμπληρωματική μετρική για παραμορφώσεις στην πλαστική περιοχή.

Abstract

Magnetic permeability is a macroscopic property of magnetic materials which reflects the existing microstructure at the time of measurement and its interaction with external stimuli such as applied fields, mechanical stresses, temperature. However, the interpretation and correlation of magnetic permeability with microstructural parameters or inherent magnetic properties requires particular attention as it refers to a deeper understanding of the magnetization process of the material. In practical applications, the measurement of the differential magnetic permeability as a function of the applied magnetic field, $\mu_{diff}=dB/dH$, is used instead of $\mu=B/H$. In the present study, we investigate the dependence of μ_{diff} on the strain and grain size of the material investigated and the use of μ_{diff} as a metric for the determination of the tensile field in steels. The results are compared with 2D VSM measurements and other parameters such as those obtained from Barkhausen noise measurements. For the study of the effect of the grain size on the magnetic response, the RMS voltage of Barkhausen noise shows a more consistent behavior than μ_{diff} . However, μ_{diff} is proposed for the evaluation of mechanical deformation of magnetic materials, such as steels. Finally, we propose the use of the first derivative of differential permeability as a supplementary metric in the region of plastic deformation.

Λέξεις-Κλειδιά: μαγνητική διαπεραότητα, AC μαγνητομετρία, διανυσματικές μετρήσεις VSM, πλαστική παραμόρφωση

1. Εισαγωγή

Ο χαρακτηρισμός ενός υλικού ως προς τις μαγνητικές του ιδιότητες περιλαμβάνει σχεδόν πάντα τη μέτρηση του μείζονος βρόχου Β(Η) του υλικού, δηλαδή της μεταβολής της μαγνητικής επαγωγής, Β, με την εφαρμογή εξωτερικού μαγνητικού πεδίου, Η. Τα μακροσκοπικά μεγέθη που προκύπτουν από τη μέτρηση αυτή και αναφέρονται ως χαρακτηριστικές ιδιότητες του υλικού είναι η μαγνητική επαγωγή κορεσμού, B_{sat}, η παραμένουσα μαγνήτιση σε μηδενικό πεδίο, B_r, ο λόγος $S=B_r/B_{sat}$ που απεικονίζει την, κατά τεκμήριο, αντιστρεπτή χαλάρωση της μαγνήτισης πάνω στους εύκολους άξονες, μετά την αφαίρεση ενός πεδίου κορεσμού, και το συνεκτικό πεδίο, H_c, στο οποίο μηδενίζεται η μαγνητική επαγωγή. Σε εφαρμογές μαγνητικής εγγραφής κυρίως, αναφέρεται επίσης η παράμετρος S^* που αντιστοιχεί στην κλίση του βρόχου στο H_c και αντανακλά το συσχετισμό μεταξύ ενέργειας ανταλλαγής και μαγνητοστατικής ενέργειας του υλικού. Τέλος, σε ενεργειακές συνήθως εφαρμογές, αναφέρεται και το εμβαδό που περικλείει ο βρόχος και αντιστοιχεί στην ενέργεια που έχει δαπανηθεί για έναν πλήρη κύκλο μαγνήτισης (Emura et al., 2001). Αντίστοιχες παράμετροι καταγράφονται και στην περίπτωση μέτρησης του μείζονος βρόχου μαγνήτισης $M(H)$. Τα δύο μεγέθη συνδέονται με τη γνωστή σχέση:

$$B = \mu H = \mu_0(H+M) \qquad (1)$$

όπου μ η μαγνητική διαπερατότητα του υλικού και $\mu_0 = 4\pi 10^{-7}$ H/m η μαγνητική διαπερατότητα του κενού. Επισημαίνουμε ότι η μαγνητική διαπερατότητα μ όπως περιγράφεται από την (1) δεν είναι σταθερά αλλά συνάρτηση του εφαρμοζόμενου πεδίου H (σχήμα 1) και εξαρτάται από τον τρόπο μέτρησης της σχέσης $B(H)$, δηλαδή αν πρόκειται για την αρχική καμπύλη μαγνήτισης, για dc μέτρηση του μείζονος βρόχου με VSM, για ac μέτρηση όπου πρέπει να λαμβάνεται υπόψη η επίδραση της συχνότητας, τα πεδία απομαγνήτισης κ.α.. Η επιλογή του τρόπου και του είδους μέτρησης επιβάλλεται μεταξύ άλλων, από τον τύπο, το μέγεθος και τις ιδιότητες του υλικού.

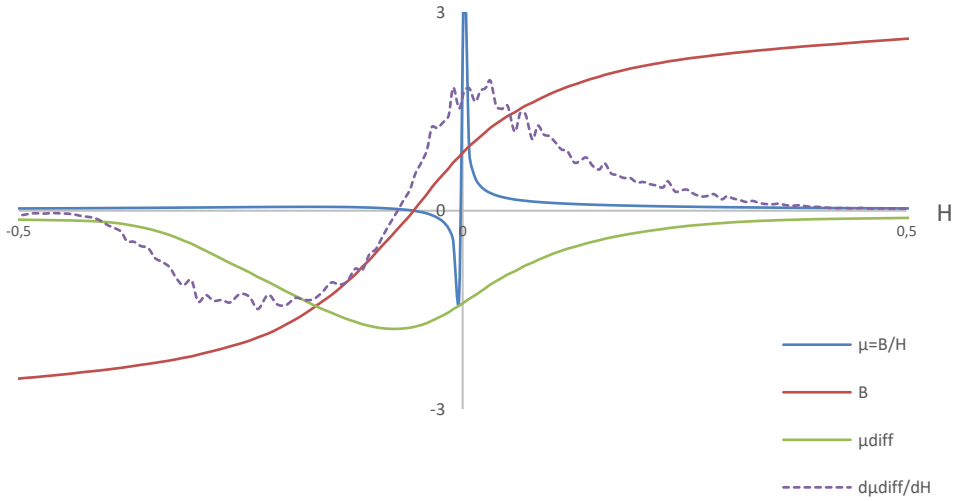
Σε κάθε περίπτωση, οι μακροσκοπικές αυτές ιδιότητες αντικατοπτρίζουν τη διαδικασία μαγνήτισης του υλικού η οποία εξαρτάται από την ατομική δομή και μικροδομή του υλικού καθώς αυτή έχει διαμορφωθεί και από φορτίσεις, θερμικές, μηχανικές ή μαγνητικές κατά την παρασκευή, κατεργασία ή χρήση ενός υλικού. Η με οποιοδήποτε τρόπο φόρτιση ενός υλικού οδηγεί σε απορρόφηση ενέργειας από αυτό η οποία οδηγεί σε αλλαγές και αναδιατάξεις τόσο σε ατομικό όσο και σε μικροσκοπικό επίπεδο. Αυτές με τη σειρά τους αντικατοπτρίζονται στο βρόχο και στις αντίστοιχες μακροσκοπικές μαγνητικές παραμέτρους (Iordache etal. 2003, Vourna et al. 2016, Liu et. al. 2016). Η εγγενής σχέση των παραπάνω μαγνητικών ιδιοτήτων με τη μικροδομή και το ιστορικό του υλικού χρησιμοποιείται για την ανάπτυξη νέων μεθόδων μη καταστροφικών δοκιμών (Dubov and Kolokolnikov 2012, Vourna et al. 2015, Chmielewski et al. 2017).

Η μέτρηση του θορύβου Barkhausen περικλείει επίσης πολύτιμη πληροφορία για τη διαδικασία μαγνήτισης και τη μικροδομή του υλικού. Η αποκωδικοποίησή της αποτελεί σημαντική πρόκληση παρά την πληθώρα των διατάξεων που έχουν προταθεί (O'Sullivan et al. 2004, Stupakov et al. 2010, Ktena et al, 2014, Chmielewski et al. 2017) για τη μέτρησή του και την εφαρμογή του σε μη καταστροφικούς ελέγχους. Παράμετροι που έχουν προταθεί ως μετρικές περιλαμβάνουν το πλήθος των αιχμών του θορύβου πάνω από μια τιμή κατωφλίου, την ενεργό τιμή τάσης VRMS του φακέλου του θορύβου, την αρμονική ανάλυσή του κ.α..

Μια μαγνητική παράμετρος που παρουσιάζει ιδιαίτερο ενδιαφέρον τόσο λόγω της πληροφορίας που παρέχει όσο και λόγω της ευκολίας στη μέτρησή της είναι η διαφορική

μαγνητική διαπερατότητα η οποία αντιστοιχεί στην κλίση του βρόχου υστέρησης ως προς το εφαρμοζόμενο πεδίο, $\mu_{diff}(H) = \frac{dB}{dH}$, η τιμή της οποίας στην περιοχή του συνεκτικού πεδίου αντιστοιχεί στην προαναφερθείσα παράμετρο *S**. Η παράμετρος αυτή διαφέρει από τη μ της (1) (σχήμα 1) και έχει προταθεί ως μετρική για τις παραμένουσες τάσεις στην επιφάνεια ή στο βάθος ενός υλικού (Ktena and Hristoforou 2012, Vourna et al. 2015, Hristoforou et al. 2016). Μπορεί δε είτε να προσδιοριστεί από την παραγώγιση της B(H) είτε να μετρηθεί απευθείας με ac μαγνητομετρία.

Η τελευταία μέθοδος στηρίζεται στο Νόμο του Faraday και συνίσταται στη μαγνητική διέγερση του υλικού με ac μαγνητικό πεδίο και τη μέτρηση της επαγόμενης τάσης V_{out} στα άκρα πηνίου μέσα από το οποίο διέρχεται η μαγνητική ροή του εξεταζόμενου όγκου ή επιφάνειας. Εύκολα αποδεικνύεται ότι η V_{out} είναι ανάλογη της πρώτης παραγώγου της μαγνητικής επαγωγής ως προς το πεδίο, *dB/dH*, δηλαδή της μ_{diff}, και η μέγιστη τιμή της V_{out} είναι ανάλογη της *S**. Η ολοκλήρωση της V_{out} ως προς τον χρόνο δίνει το βρόχο υστέρησης. Το σχήμα 1 δείχνει μια μέτρηση $V_{out}(H)=\mu_{diff}(H)$ για ηλεκτρικό χάλυβα και συχνότητα διέγερσης 0.5Hz, το ολοκλήρωμά της *B(H)*, τη $\Delta\mu_{diff}(H)/\Delta H$, και το πηλίκο $\mu=B/H$.



Σχήμα 1: Μέτρηση διαφορικής διαπερατότητας με ac μαγνητομετρία (f=0.1 Hz) μ_{diff}, το ολοκλήρωμά της B, η παράγωγός της μ_{diff} /dH, και το πηλίκο μ=B/H

Η κορυφή της V_{out} έχει χρησιμοποιηθεί στον προσδιορισμό της χαρακτηριστικής καμπύλης βαθμονόμησης MASC ενός χάλυβα (Vourna et al. 2015, Hristoforou et al. 2016) που συνδέει ποσοτικά τη μέγιστη διαφορική διαπερατότητα με τις παραμένουσες τάσεις στην ελαστική περιοχή. Επιπλέον, η κανονικοποίηση της καμπύλης αυτής ως προς τα αντίστοιχα μεγέθη του σημείου διαρροής του εξεταζόμενου υλικού καταλήγει σε μια και μοναδική καμπύλη για όλους τους τύπους χάλυβα που έχουν εξεταστεί μέχρι τώρα, γεγονός που υποδηλώνει την ύπαρξη καθολικότητας.

Ο κατάλληλος σχεδιασμός και τοποθέτηση των πηνίων διέγερσης και λήψης επιτρέπει τη μέτρηση διαπερατότητας τόσο της επιφάνειας όσο και όλου του υπό εξέταση τμήματος του υλικού. Η ac μαγνητομετρία γίνεται έτσι ένα σημαντικό εργαλείο για τη μελέτη των ιδιοτήτων μαγνητικών υλικών, τόσο στο εργαστήριο όσο και στο πεδίο, λόγω της απλότητας της κατασκευής και της ποικιλίας των αισθητήρων που μπορούν να χρησιμοποιηθούν. Ιδιαίτερη προσοχή χρειάζεται η επιλογή της συχνότητας *f* του πεδίου διέγερσης όχι μόνο γιατί η V_{out} μεταβάλλεται αναλογικά με αυτήν αλλά κυρίως λόγω των δινορρευμάτων και των σχετικών με αυτά απωλειών που υπερτίθενται στις απώλειες (dc)

υστέρησης με αποτέλεσμα διαφορετική *B(H)*. Για συχνότητες κάτω από 0.5Hz, η μέτρηση της *B(H)* με AC μαγνητομετρία είναι ισοδύναμη με την dc μέτρηση με VSM (Ktena, Davino et al. 2014).

Άλλες μέθοδοι μέτρησης της μ_{diff} είναι η χρήση μαγνητοσυστολικής γραμμής καθυστέρησης (Hristoforou and Ktena 2007, Ktena et al. 2014) με μεταβολή του πεδίου πόλωσης στο σημείο λήψης. Η μέθοδος αυτή επιτρέπει τη dc σημειακή μέτρηση της μ_{diff} σε μαλακά υλικά όπως σύρματα ή ταινίες. Τελευταία έχει προταθεί ένας νέος αισθητήρας για τη 2Δ μέτρηση της επιφανειακής διαπερατότητας (Δίπλωμα Ευρεσιτεχνίας, OBI, 20160100075/1-3-2016).

2. Υλικά και μετρήσεις

Το υλικό που έχει επιλεγεί για τη διερεύνηση της σχέσης μεταξύ μικροδομής, μηχανικής φόρτισης και μαγνητικών μακροσκοπικών παραμέτρων είναι ο μη προσανατολισμένος ηλεκτρικός χάλυβας που χρησιμοποιείται κυρίως για την κατασκευή ελασμάτων πυρήνων μετασχηματιστών για τους οποίους απαιτούνται υλικά με υψηλή διαπερατότητα και χαμηλές απώλειες υστέρησης και δινορρευμάτων. Ο ηλεκτρικός χάλυβας είναι ένα χαμηλό σε C κράμα Fe - Si με μαγνητικές ιδιότητες παρόμοιες με του σιδήρου, δηλαδή υψηλή διαπερατότητα και μαγνητική επαγωγή και χαμηλό συνεκτικό πεδίο. Το πυρίτιο είναι απαραίτητο για χαμηλότερες απώλειες δινορρευμάτων αλλά η περιεκτικότητά πρέπει να είναι χαμηλή, πλέον < 3%, για την παραγωγή λεπτών χαλυβδόφυλλων με πάχη μικρότερα και από <0.3mm με ψυχρή ή θερμή εξέλαση. Η χαμηλή (< 8 ppm) περιεκτικότητα σε άνθρακα που επιτυγχάνεται με θερμική κατεργασία, είναι απαραίτητη για τον περιορισμό των απωλειών υστέρησης (dc) και βέλτιστη μαγνητική συμπεριφορά.

Πίνακας 1: Ιδιότητες των τριών σειρών ηλεκτρικού χάλυβα TS, RX, GG (Ktena et; al, 2014)

TS-series									
Sample	**TS1**	**TS2**	**TS3**	**TS4**	**TS5**	**TS6**	**TS7**	**TS8**	**TS9**
Ονομαστική παραμόρφωση (%)	29	24	19	12	10	7	3	2	0
Πάχος (mm)	511	540	560	600	620	640	660	670	680
RX-series									
Sample	**RX1**	**RX2**	**RX3**	**RX4**	**RX5**	**RX6**	**RX7**		
Μέγεθος κόκκου (μm)	148	119	82	67	54	31	27		
Πάχος (μm)	511	501	488	475	451	400	343		
GG-series									
Sample	**GG1**	**GG2**	**GG3**	**GG4**	**GG5**	**GG6**			
Μέγεθος κόκκου (μm)	11	17	57	62	66	27			
Πάχος (μm)	540	540	540	540	540	540			

Παρουσιάζουμε αποτελέσματα για έναν τύπο εμπορικού ηλεκτρικού χάλυβα (NOES), αγνώστων λοιπών στοιχείων, ο οποίος έχει υποβληθεί σε διάφορα επίπεδα μηχανικής φόρτισης και τρεις σειρές δειγμάτων που έχουν υποστεί διάφορες θερμικές και μηχανικές κατεργασίες και φορτίσεις (Πίνακας 1). Η πρώτη σειρά (TS) προέρχεται από ελάσματα ηλεκτρικού χάλυβα ψυχρής εξέλασης με πάχη 0.51 – 0.68 mm και αντίστοιχη ονομαστική παραμόρφωση (True Strain) 0 – 29%. Η δεύτερη σειρά (RX) αφορά δείγματα που έχουν υποστεί ανακρυστάλλωση με ανόπτηση στους 760^o C για 2h με πάχη από 343 – 511μm και μέγεθος κόκκων από 27 – 148 μm. Η τρίτη σειρά (GG) αφορά δείγματα πάχους 540μm που έχουν ανοπτηθεί σε διάφορες θερμοκρασίες και χρονικές διάρκειες για να επιτευχθούν μεγέθη κόκκων από 11 – 66 μm (Ktena et al., 2014). Οι διαστάσεις όλων των δειγμάτων είναι περίπου 30mm x 3mm.

Έχουν γίνει οι παρακάτω σειρές μετρήσεων:

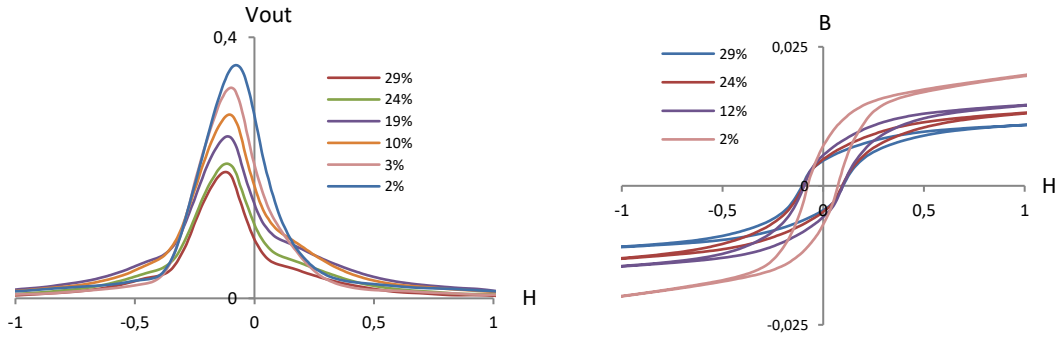
α) Μετρήσεις ac μαγνητομετρίας με υστερησιογράφο που έχει αναπτυχθεί από το Εργαστήριο Ηλεκτρονικών Αισθητηρίων και κατάλληλα πηνία διέγερσης και λήψης για τη μέτρηση της μ_{diff} ως προς το εφαρμοζόμενο πεδίο H. Το πηνίο λήψης περικλείει το υλικό και καταγράφονται το πεδίο $H(t)$ και η τάση εξόδου $V_{out}(t)$ η οποία μετά από ολοκλήρωση δίνει την μαγνητική επαγωγή $B(t)$. Οι μετρήσεις έχουν γίνει για συχνότητες διέγερεσης από 0.1Hz έως 2Hz. Στα γραφήματα που παρουσιάζονται στην επόμενη ενότητα, καταγράφεται η $V_{out}(H)$ αντί για τη $\mu_{diff}(H)$ενώ οι καμπύλες $B(H)$ δίνονται σε αυθαίρετες μονάδες (arbitrary units) γιατί δεν έχει βαθμονομηθεί ο υστερησιογράφος. Η μέτρηση γίνεται για συγκεκριμένα επίπεδα πλαστικής παραμόρφωσης τόσο κατά τη διάρκεια της φόρτισης όσο και μετά την αποφόρτιση.

β) Μετρήσεις 2Δ VSM σε δείγματα NOES με διάφορα επίπεδα πλαστικής παραμόρφωσης για την αξιολόγηση των μετρήσεων της ac μαγνητομετρίας και της επίδρασης της μηχανικής παραμόρφωσης στο διάνυσμα της μαγνήτισης. Στην περίπτωση αυτή, η μ_{diff} προκύπτει από την παράγωγο του βρόχου υστέρησης.

γ) Μετρήσεις θορύβου Barkhausen με την εμπορική συσκευή MEC-2c. Τα πηνία διέγερσης και λήψης τοποθετούνται κάθετα στο δείγμα επιτρέποντας έτσι τη μέτρηση του θορύβου Barkhausen σε διάφορα σημεία της επιφάνειας του δείγματος. Το πεδίο διέγερσης οφείλεται σε τριγωνικό σήμα 7 V συχνότητας 10 Hz. Κατά τη μέτρηση του θορύβου Barkhausen καταγράφονται το πλήθος των κορυφών του θορύβου πάνω από μια τιμή κατωφλίου, η τάση RMS του φακέλου του θορύβου και η επιφανειακή διαφορική μαγνητική διαπερατότητα στο σημείο της μέτρησης. Λαμβάνονται από 5 μετρήσεις σε 5 σημεία του διαμήκη άξονα του δείγματος και από τις δυο πλευρές.

3. Αποτελέσματα

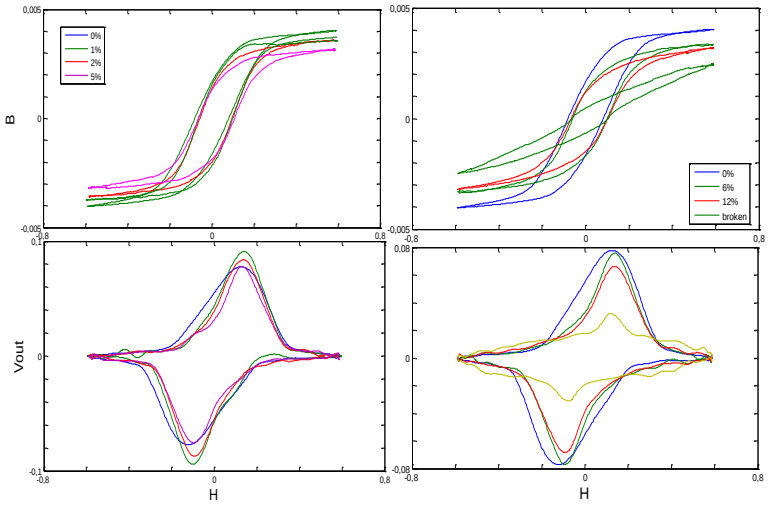
Για τη διερεύνηση της επίδρασης της μηχανικής καταπόνησης πάνω στην διαφορική μαγνητική διαπερατότητα, συγκρίνουμε ac μετρήσεις με μετρήσεις VSM και μετρήσεις Barkhausen για όλα τα δείγματα που εξετάσαμε.



Σχήμα 2: Διαφορική μαγνητική διαπερατότητα για κατιούσα ακολουθία πεδίου (αριστερά) και βρόχοι υστέρησης για διάφορα επίπεδα ονομαστικής παραμόρφωσης (σειρά TS)

Το σχήμα 2 αποτυπώνει τη $V_{out}(H) \propto \mu_{diff}(H)$ για κατιούσα ακολουθία πεδίου και βρόχους υστέρησης για διάφορα επίπεδα ονομαστικής παραμόρφωσης όπως έχουν μετρηθεί με ac μαγνητομετρία για τα δείγματα της σειράς TS. Η μέγιστη τιμή της μ_{diff} μειώνεται μονοτονικά και μετατοπίζεται προς μεγαλύτερα πεδία με την παραμόρφωση, δηλαδή αυξάνει το συνεκτικό πεδίο, όπως φαίνεται κι από τις καμπύλες των βρόχων υστέρησης, ενώ ταυτόχρονα μειώνεται η παραμένουσα μαγνητική επαγωγή. Η μείωση της μέγιστης τιμής της μ_{diff} συνδέεται με την ενίσχυση των μακρινών (μαγνητοστατικών) εις

βάρος των κοντινών αλληλεπιδράσεων (ανταλλαγής) και της διασποράς των εύκολων διευθύνσεων μαγνήτισης εξαιτίας της ενίσχυσης της κάθετης στη διεύθυνση της μέτρησης συνιστώσας των παραμενουσών τάσεων. Η αύξηση του συνεκτικού πεδίου συνδέεται είναι συμβατή με αύξηση της αγκύρωσης (pinning) κατά τη διαδικασία μαγνήτισης η οποία συνδέεται με μικροδομικές αλλαγές, πχ αύξηση του πλήθους με ταυτόχρονη μείωση του μεγέθους των κόκκων που είναι συμβατή με την αυξημένη διασπορά ευκόλων αξόνων. Για παραμορφώσεις μεγαλύτερες του 3%, δηλαδή μεγαλύτερες του σημείου διαρροής, παρατηρείται μη μονοτονική μεταβολή της μ_{diff} στο ίδιο τεταρτημόριο μέτρησης. Σύμφωνα με θεωρητικά αποτελέσματα (Ktena and Hristoforou, 2012), η συμπεριφορά αυτή είναι συμβατή με την ύπαρξη ενεργού πεδίου απομαγνήτισης που οφείλεται σε τασικά πεδία με κατεύθυνση κάθετη στη διεύθυνση της παραμόρφωσης και της μέτρησης. Η κάθετη συνιστώσα του τασικού πεδίου λειτουργεί ως σκληρός άξονας μαγνήτισης που αποτρέπει την ευθυγράμμιση της μαγνήτισης με το εξωτερικό πεδίο. Μαγνητικές περιοχές που υπόκεινται σε τέτοιες τάσεις μπορούν να θεωρηθούν ως άλλη μαγνητική φάση στην οποία η μαγνήτιση αντιστρέφεται με μηχανισμό διαφορετικό του υπόλοιπου υλικού. Η μη μονοτονική απόκριση της μ_{diff} είναι χαρακτηριστική στην περίπτωση πλαστικών παραμορφώσεων και αποτυπώνεται και στην αλλαγή του σχήματος των βρόχων υστέρησης.

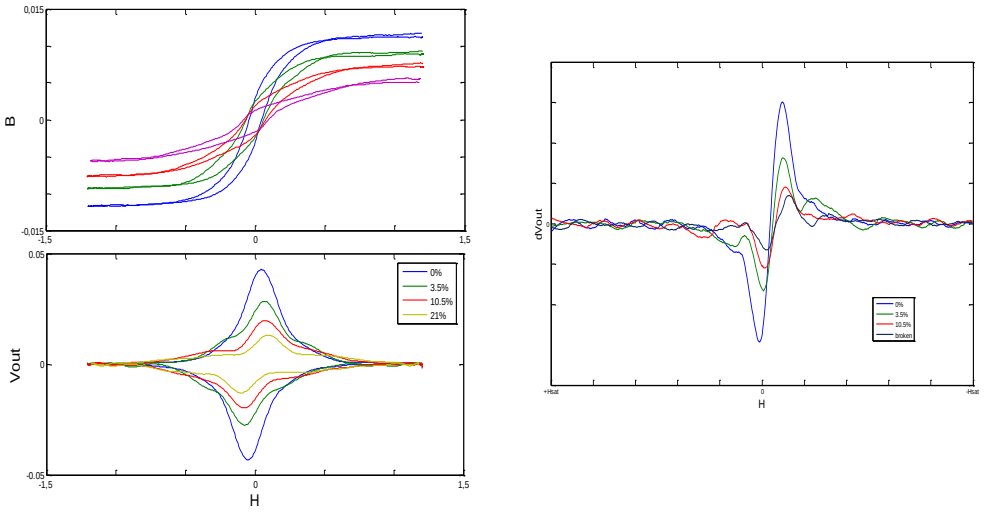


Σχήμα 3: Βρόχοι υστέρησης (δεξιά) και αντίστοιχες καμπύλες διαφορικής μαγνητικής διαπερατότητας (αριστερά) του NOES μετρημένων υπό φορτίο για διάφορα επίπεδα παραμόρφωσης

Στο σχήμα 3 παρουσιάζονται οι καμπύλες μ_{diff} και οι αντίστοιχοι βρόχοι υστέρησης που έχουν ληφθεί για διάφορα επίπεδα παραμόρφωσης του δείγματος NOES μέχρι τη θραύση και ενώ το δοκίμιο βρίσκεται υπό φορτίο. Όσο το δοκίμιο βρίσκεται στην ελαστική περιοχή, η μέγιστη τιμή μ_{diff} αυξάνει αρχικά σε σχέση με τη μηδενική παραμόρφωση για να μειωθεί μονοτονικά με την παραπέρα αύξηση της τελευταίας, μετά το σημείο Villari. Όταν το δοκίμιο εισέρχεται στην πλαστική περιοχή, η μαγνητική απόκριση κατά την κατεύθυνση της μέτρησης εξασθενεί, το εμβαδό του βρόχου, ο οποίος διατηρεί το σχήμα του, μειώνεται και αναδύεται η δεύτερη κορυφή της $\mu_{diff}(H)$ που εντοπίστηκε και στις μετρήσεις του σχήματος 2. Όταν το δοκίμιο σπάει, η συσσωρευμένη ενέργεια οδηγεί σε ενίσχυση των θλιπτικών τάσεων, ο βρόχος μαγνήτισης προσομοιάζει με μέτρηση σκληρού άξονα ενώ η μαγνητική διαπερατότητα κατά τη διεύθυνση της μέτρησης μειώνεται δραματικά.

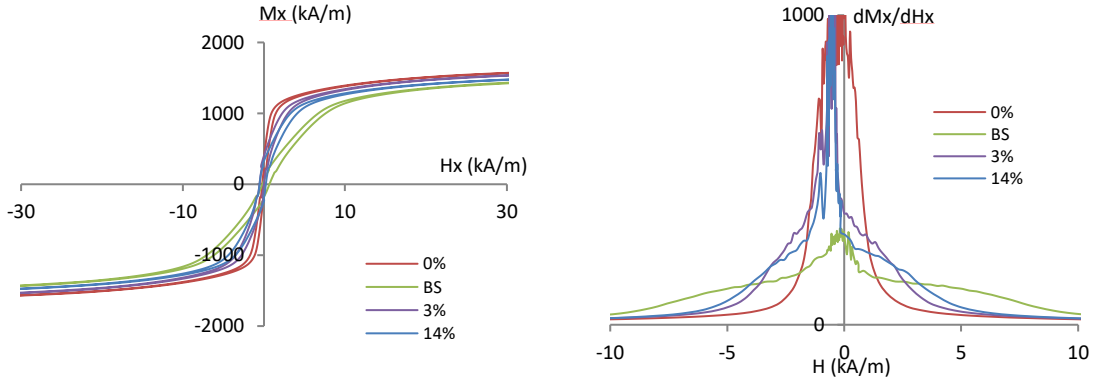
Οι μετρήσεις επαναλήφθηκαν σε δείγματα NOES χωρίς φορτίο που είχαν ήδη υποβληθεί σε συγκεκριμένα επίπεδα πλαστικής παραμόρφωσης (σχήμα 4). Εδώ το φαινόμενο της μη μονοτονικής απόκρισης της μ_{diff} και της δεύτερης μαγνητικής «φάσης» με εύκολο άξονα

κάθετο στη κατεύθυνση της μέτρησης είναι πιο έντονο. Η παράγωγος $dV_{out}t/dH$ (στο σχήμα 4 εμφανίζεται για ανιούσα ακολουθία πεδίου) μπορεί στην περίπτωση αυτή να χρησιμοποιηθεί για τον εντοπισμό των πεδίων στα οποία εμφανίζονται οι δευτερεύουσες κορυφές της μ_{diff} και οι οποίες εμφανίζονται σε όλο και μεγαλύτερα πεδία καθώς αυξάνεται η παραμόρφωση. Σε αυτή την περίπτωση η $dV_{out}t/dH$ μπορεί να αποτελέσει μια μετρική των ενεργών τασικών πεδίων στην πλαστική περιοχή.



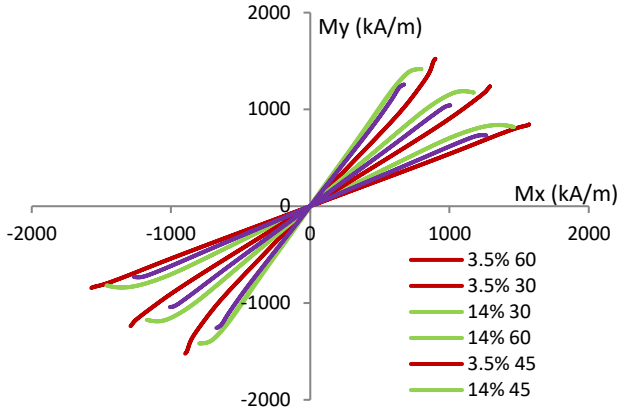
Σχήμα 4: Βρόχοι υστέρησης και αντίστοιχες καμπύλες διαφορικής μαγνητικής διαπερατότητας του NOES για διάφορα επίπεδα παραμόρφωσης μετά την αποφόρτιση (δεξιά) και η καμπύλη $dV_{out}t/dH$ για ανιούσα ακολουθία πεδίου

Οι μετρήσεις με VSM (σχήμα 5) επιβεβαιώνουν τις μετρήσεις της ac μαγνητομετρίας με συχνότητες διέγερσης κάτω από 0.5Hz. Αυτό σημαίνει ότι η μέθοδος ac, που μπορεί να συνδυαστεί με διάφορους αισθητήρες και να χρησιμοποιηθεί τόσο στο εργαστήριο όσο και στο πεδίο, δίνει τόσο αξιόπιστα αποτελέσματα για τη συμπεριφορά των μαγνητικών υλικών όσο και μια dc μέτρηση αρκεί να γίνεται σωστά ο σχεδιασμός του μαγνητικού κυκλώματος.



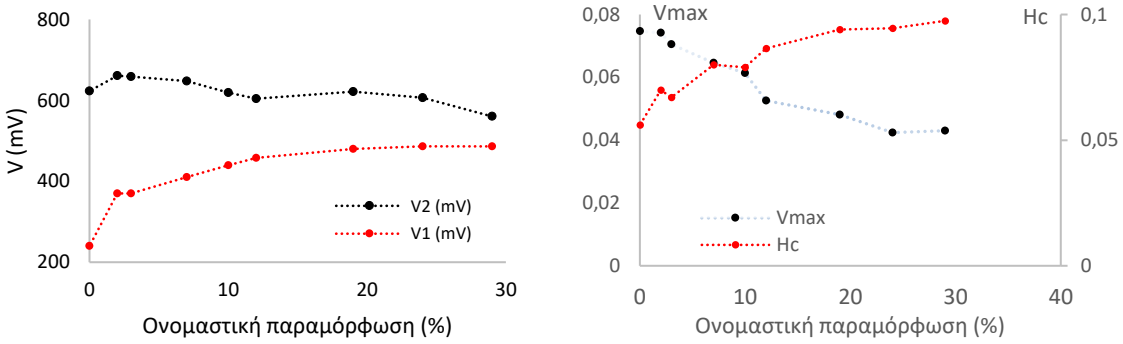
Σχήμα 5: Βρόχοι υστέρησης με VSM (δεξιά) και η παράγωγός τους (αριστερά) κατά τον άξονα x, για παραμόρφωση 0%, 3%, 14% και θραυσμένο δείγμα NOES

Οι 2Δ μετρήσεις (σχήμα 6) έγιναν για να μελετηθεί η διανυσματική συμπεριφορά της μαγνήτισης όταν το υλικό έχει υποστεί πλαστική παραμόρφωση. Όσο η τελευταία αυξάνεται η κάθετη συνιστώσα της μαγνήτισης αυξάνεται, εικόνα συμβατή με αυξημένη διασπορά της ανισοτροπίας, ενώ είναι εμφανής η χαλάρωση του υλικού όταν σπάσει με ταυτόχρονη μείωση των τιμών των μαγνητικών παραμέτρων.



Σχήμα 6: Οι συνιστώσες του διανύσματος της μαγνήτισης my και mx για διάφορα επίπεδα παραμόρφωσης (3.5%, 14%, και σπασμένο δείγμα) μετρημένες με 2Δ VSM στις 30°, 45°, και 60°

Στη συνέχεια εξετάστηκε η επίδραση της παραμόρφωσης πάνω σε παραμέτρους του θορύβου Barkhausen όπως μετρήθηκε στα δείγματα TS. Στο σχήμα 7 (αριστερά) αποτυπώνεται η μεταβολή της V1, της ενεργού τιμής της τάσης του θορύβου, και της V2, μιας παραμέτρου ελέγχου που σχετίζεται με την *επιφανειακή* διαφορική διαπερατότητα του υλικού στο σημείο της μέτρησης, με την ονομαστική παραμόρφωση TS.

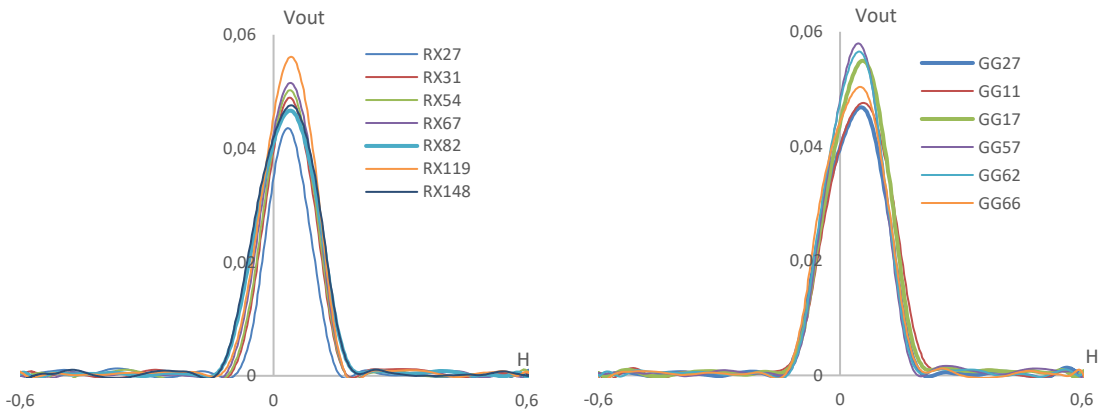


Σχήμα 7: Η ενεργός τάση V1 του θορύβου Barkhausen και η τάση V2 (αριστερά). Η κορυφή της διαφορικής διαπερατότητας, V_{max} και το συνεκτικό πεδίο H_c με ac μαγνητομετρία (δεξιά)

Η V1 αυξάνει με την παραμόρφωση όπως είναι αναμενόμενο. Τα άλματα Barkhausen είναι περισσότερα και μεγαλύτερα εξαιτίας του κατακερματισμού των κόκκων υπό την επίδραση του τασικού πεδίου, της αύξησης της διασποράς της ανισοτροπίας και της ενίσχυσης της αγκύρωσης των μαγνητικών τοιχωμάτων κατά τη διαδικασία της μαγνήτισης. Η V2 μειώνεται σταθερά μετά το σημείο διαρροής γεγονός συμβατό με τα προηγούμενα αποτελέσματα. Το δεξί γράφημα του σχήματος 7 αποτυπώνει τη V_{max} και το συνεκτικό πεδίο H_c όπως προκύπτουν από τις μετρήσεις με ac μαγνητομετρία του σχήματος 2 που, σε αντίθεση με το θόρυβο Barkhausen, αναφέρονται στον όγκο (bulk) του μετρούμενου υλικού και όχι στην επιφάνειά τους. Παρατηρούμε και εδώ ότι η V_{max}, δηλαδή η μέγιστη τιμή της μ_{diff}, μειώνεται με την παραμόρφωση ενώ το H_c αυξάνει. Και στις τέσσερις καμπύλες εντοπίζεται η επίδραση του σημείου διαρροής.

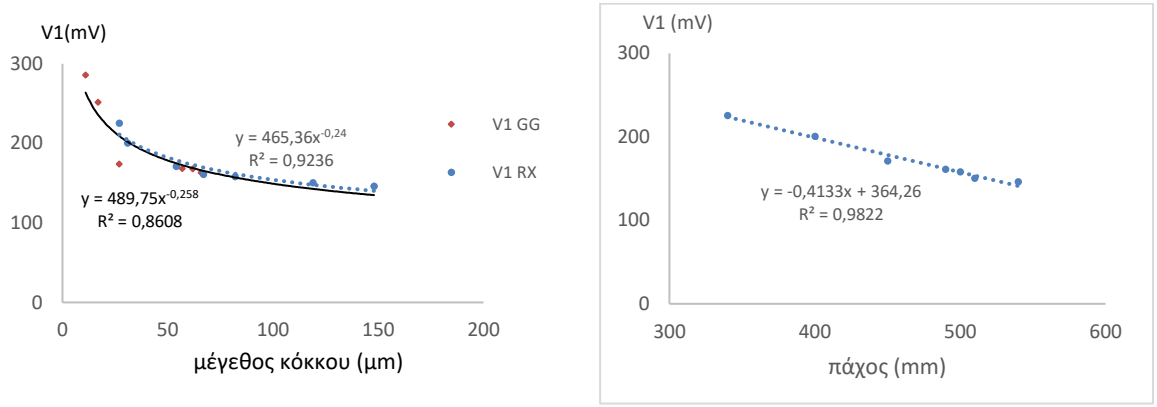
Τέλος, εξετάζουμε την εξάρτηση της μ_{diff} από το μέγεθος του κόκκου του χάλυβα (σχήμα 8) μελετώντας τη μαγνητική συμπεριφορά των δοκιμίων των σειρών RX και GG. Τα ανακρυσταλλωμένα δοκίμια της RX (αριστερά) έχουν διαφορετικά πάχη κι έχουν υποβληθεί στην ίδια θερμική κατεργασία ενώ τα δοκίμια της GG (δεξιά) είναι ίδιου πάχους

κι έχουν υποβληθεί σε διαφορετικές το καθένα θερμικές κατεργασίες προκειμένου να επιτευχθούν τα επιθυμητά μεγέθη κόκκων.



Σχήμα 8: Η V_{out} για ανιούσα ακολουθία πεδίου για τις σειρές RX (αριστερά) και GG (δεξιά)

Παρατηρείται γενικά μια βελτίωση των μαγνητικών χαρακτηριστικών και αυξητική τάση της μ_{diff} με το μέγεθος του κόκκου που είναι συμβατή με τις παραπάνω εκτιμήσεις για μικρότερη διασπορά της ανισοτροπίας με τη μείωση του πλήθους των κόκκων. Ωστόσο η συσχέτιση δεν είναι μονοτονική γεγονός που σημαίνει ότι η μ_{diff} δεν είναι η κατάλληλη παράμετρος για την αξιολόγηση του υλικού σε αυτήν την περίπτωση. Αντίθετα η παράμετρος V1 του θορύβου Barkhausen μειώνεται εκθετικά με την αύξηση του μεγέθους του κόκκου και για τις δυο σειρές δειγμάτων με εκθέτη γύρω στο $-(½)^2$ ενώ μειώνεται γραμμικά με το πάχος των δοκιμίων της σειράς RX.



Σχήμα 9: Η τάση V1 του θορύβου Barkhausen ως προς το μέγεθος του κόκκου για τις δυο σειρές δειγμάτων RX και GG (αριστερά) και ως προς το πάχος των δειγμάτων της σειράς RX (δεξιά)

4. Συμπεράσματα

Διερευνήθηκε η συμπεριφορά της διαφορικής μαγνητικής διαπερατότητας όπως αυτή προκύπτει απευθείας από την ac μαγνητομετρία σε δείγματα μη προσανατολισμένου ηλεκτρικού χάλυβα. Εξετάστηκαν δείγματα που είχαν προηγουμένως υποβληθεί σε μηχανική καταπόνηση στην ελαστική και πλαστική περιοχή, δείγματα κατά και μετά τη μηχανική φόρτιση και δείγματα που είχαν υποστεί θερμική κατεργασία με αποτέλεσμα διαφορετικά μεγέθη κόκκων. Η διαφορική μαγνητική διαπερατότητα είναι μια αξιόπιστη παράμετρος για την αξιολόγηση του επιπέδου των μηχανικών τάσεων ενός υλικού. Στην περιοχή της πλαστικής παραμόρφωσης κρίνεται απαραίτητος ο συνδυασμός της με την πρώτη της παράγωγο. Αντίθετα, στην περίπτωση της μελέτης μικροδομικών χαρακτηριστικών, όπως το μέγεθος κόκκου του υλικού, η χρήση της διαφορικής μαγνητικής

διαπερατότητας δεν είναι ασφαλής σε αντίθεση με το θόρυβο Barkhausen που μειώνεται εκθετικά με το μέγεθος των κόκκων και γραμμικά με το πάχος του υλικού.

Ευχαριστίες*: Οι συγγραφείς επιθυμούν να ευχαριστήσουν τον καθηγητή Fernando J.G. Landgraf από το Πανεπιστήμιο του Σάο Πάολο της Βραζιλίας για τα δείγματα των σειρών TS, RX, GG.*

5.Βιβλιογραφία

Marek Chmielewski, Leszek Piotrowski, Boleslaw Augustyniak*, "A fast procedure of stress state evaluation in magnetically anisotropic steels with the help of a probe with adjustable magnetizing field direction",* Measurement Science and Technology, 28(4), 045903 (2017)

Anatoly Dubov, Sergey Kolokolnikov, *"Assessment of the Material State of Oil and Gas Pipelines Based on the Metal Magnetic Memory Method"*, Welding in the World, 56 (3–4), 11–19 (2012)

M. Emura, M.F. de Campos, F.J.G. Landgraf, J.C. Teixeira, *"Angular dependence of magnetic properties of 2% silicon electrical steel"*, J. of Magn. and Magn. Mat., 226-230, 1524-1526 (2001)

V.E. Iordache, E. Hug, N. Buiron, *"Magnetic behaviour versus tensile deformation mechanisms in a nonoriented Fe-(3 wt.%)Si steel"*, Mat. Sci. and Engin. A359, 62-74 (2003)

Hristoforou E, Ktena A., *"Magnetostriction and magnetostrictive materials for sensing applications"*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 316 (2): 372-378 (2007)

Evangelos Hristoforou, Polyxeni Vourna, Aphrodite Ktena, and Peter Svec, *"On the Universality of the Dependence of Magnetic Parameters on Residual Stresses in Steels"*, IEEE Transactions on Magnetics, 52 (5) 6201106 (2016)

Ktena A., Hristoforou E., *"Stress dependent magnetization and vector Preisach modeling in low carbon steels"*, IEEE Transactions of Magnetics, 48 (4), 1433 – 1436 (2012)

Aphrodite Ktena, Evangelos Hristoforou, Gunther J.L. Gerhardt, FrankP. Missell, Fernando J.G. Landgraf, Daniel L. Rodrigues Jr., M. Alberteris-Campos, *"Barkhausen noise as a microstructure characterization tool",* Physica B, 435, 109-112 (2014)

Aphrodite Ktena, Daniele Davino, Ciro Visone, Evangelos Hristoforou, *"Stress dependent vector magnetic properties in electrical steel"*, Physica B, 435, 25-27 (2014)

Aphrodite Ktena, Christos Manasis, Evangelos Hristoforou, *"On the measurement of permeability and magnetostriction in ribbons and wires"*, IEEE Transactions on Magnetics 50 (4), 1-4 (2014)

Jun Liu, John Wilson, Martin Strangwood, Claire L. Davis, Anthony Peyton, *"Magnetic characterisation of microstructural feature distribution in P9 and T22 steels by major and minor BH loop measurements"*, J. of Magn. and Magn. Mat., 401 579–592 (2016)

O Stupakov, T Uchimoto and T Takagi*, "Magnetic anisotropy of plastically deformed low-carbon steel"*, J. Phys. D: Appl. Phys. 43, 195003 (2010)

D. O'Sullivan, M. Cotterell, D.A. Tanner, I. Meszaros, *"Characterisation of ferritic stainless steel by Barkhausen techniques"*, NDT&E International 37, 489–496 (2004)

Vourna, P., Hervoches, C., Vrana, M., Ktena, A., Hristoforou, E., *"Correlation of Magnetic Properties and Residual Stress Distribution Monitored by X-Ray and Neutron Diffraction in Welded AISI 1008 Steel Sheets",* IEEE Transactions on Magnetics, 51 (1) (2015)

Polyxeni Vourna, Evangelos Hristoforou, Aphrodite Ktena, Peter Svec, Eleni Mangiorou, *"Dependence of magnetic permeability on residual stresses in welded steels"*, IEEE Transactions on Magnetics, 53 (4) (2016)