

Ruido Magnético Barkhausen y Emisión Magneto Acústica en probetas de aleación Fe-1 wt % Cu

M. Isabel López Pumarega^(1,2), Martín P. Gómez^(1,3), Darío N. Torres⁽¹⁾, Nicolás M. Núñez⁽¹⁾, María Armeite⁽¹⁾, José E. Ruzzante^(1,2,3)

(1) Proyecto ICES y Grupo Ondas Elásticas, GAIANN, Comisión Nacional de Energía Atómica, Av. General Paz 1499, 1650 San Martín, Buenos Aires, ARGENTINA.

TE: (54) 11-6772-7498

lopezpum@cnea.gov.ar

(2) Universidad Nacional de San Martín, Buenos Aires, ARGENTINA

(3) Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Delta, Campana, Buenos Aires, ARGENTINA

Resumen

Tanto el Ruido Barkhausen (RB) como la Emisión Magneto Acústica (EMA), en materiales ferromagnéticos, dependen de las características microestructurales de los mismos y forman parte de las técnicas de caracterización no destructivas.

El aumento de la vida útil de los reactores nucleares en servicio es de interés mundial, siendo la integridad de los recipientes de presión un aspecto fundamental a resolver. Estos recipientes de presión están contruidos en aceros ferríticos de baja aleación con presencia crítica de impurezas tales como el Cu. Por otro lado, son bien conocidos los efectos perjudiciales de la presencia de Cu en aleaciones base Fe debido a que su segregación en borde de grano fragiliza su microestructura.

En este trabajo se utilizaron probetas de Fe-1wt % Cu realizadas en Japón y que son parte de un “Segundo Ensayo Inter-Laboratorios”. Para simular la degradación y el proceso de envejecimiento producido en aceros de recipientes de presión de reactores nucleares, sin necesidad de irradiación, se realizaron sobre las probetas distintos tratamientos tanto térmicos como mecánicos. Cabe destacar que las muestras fueron tratadas en el país de origen.

En este trabajo se presentan los primeros resultados de las mediciones de RB, EMA, rugosidad y conductividad. Se comparan el RMS (Root Mean Square) de las diversas señales y se las asocia con los cambios microestructurales que surgen de los distintos tratamientos termomecánicos.

1. Introducción

En los materiales ferromagnéticos, las mediciones de alta resolución de las curvas del lazo de histéresis, muestran ciertas discontinuidades. Estos cambios discontinuos son debidos al movimiento de las paredes de los dominios magnéticos dentro del material y puede ser “escuchado” mediante el empleo de un parlante. Este último fenómeno es conocido como Ruido Barkhausen (RB).

Otro efecto que ocurre como resultado del movimiento de las paredes de los dominios magnéticos, es la Emisión Magneto Acústica (EMA). Esta última también es conocida como efecto acústico Barkhausen. Consiste en señales acústicas de baja intensidad y muy alta frecuencia (50 Khz a 1 Mhz) generadas por los discontinuos y repentinos cambios en la magnetización que involucran deformaciones localizadas (magnetostricción, cambio de volumen debido a causas magnéticas)⁽¹⁾. Estas ondas elásticas son causadas por pulsos magnetostrictivos cuando se mueven las paredes de

los dominios magnéticos. Por lo tanto, la EMA depende de ambos, los procesos discontinuos de los dominios y de la magnetostricción. La EMA fue primero observada por Lord en 1975⁽²⁾ y luego fue estudiada por Ono⁽³⁾ y otros autores⁽⁴⁾. Debido a que el efecto depende de la magnetostricción, no puede ser generado por el movimiento o rotación de las paredes de los dominios de 180°, ya que estos no involucran cambios en dicha propiedad. Los contornos de los dominios de 180° existen entre dominios vecinos en los cuales los vectores de magnetización apuntan exactamente en direcciones opuestas.

La producción del RB está fuertemente afectada por los cambios en la microestructura de un material y también por las tensiones presentes en el mismo. Por estas razones tanto el estudio del RB y más recientemente de la EMA se han convertido en técnicas de aplicación en el área de la evaluación de los materiales y los ensayos no destructivos.

Ya que la evaluación de la degradación de los materiales es esencial para las políticas de seguridad, una de las principales tareas es investigar en la detección no destructiva de la degradación de los materiales estructurales (aceros) en la industria nuclear, plantas eléctricas, térmicas, plantas químicas, de puentes, de gasoductos, etc. Desde el año 2004 el Grupo Ondas Elásticas (GOE) de la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) comenzó a trabajar en el tema del RB y la EMA⁽⁵⁻⁸⁾.

2. Realización y discusión de los ensayos

En este trabajo se presentan los resultados de las mediciones de rugosidad, conductividad, RB y EMA efectuadas sobre 12 probetas de Fe-1wt % Cu. Las mismas fueron tratadas para simular las condiciones de deterioro del recipiente de un reactor nuclear en servicio. En general los recipientes de presión de los reactores suelen ser fabricados en aceros ferríticos de baja aleación (típicamente aceros A508-M) y dentro de las impurezas críticas presentes en dichos aceros el Cu juega un papel preponderante. Esto justifica la aleación elegida en este “2nd. Round Robin Test” de la “Universal Network for Magnetic NDE, UNMNDE”⁽⁹⁾, considerándola como una aproximación a la matriz original (acero), para poder determinar los efectos de la segregación del Cu en borde de grano ferrítico.

2.1 Descripción de las probetas

En la Tabla 1 se muestran las principales características de las probetas ensayadas.

Tabla 1. Identificación de las probetas, deformación, envejecimiento y dureza.

Probeta	Reducción antes del envejecimiento (%)	T = 480°C Envejecimiento (min)	Reducción después del envejecimiento (%)	Dureza Vickers
D1	0	0	0	146.0
D2	10	0	0	196.2
C1	10	20	0	167.6
C2	10	20	5	209.9
C3	10	20	10	228.3
C4	10	20	20	229.5
C5	10	200	0	197.8
C6	10	200	5	225.1
C7	10	200	10	219.3
C8	10	1800	0	211.6
C9	10	1800	5	232.9
C10	10	1800	10	262.0

La aleación Fe-1 wt % Cu fue formada a partir de un tratamiento térmico de 5 h a 850° C y luego templada en agua. En el diagrama de equilibrio Fe-Cu de la Figura 1, se observa la baja solubilidad del Cu y el estrecho campo de la fase α del Fe, esto justifica el procedimiento de la formación de la aleación a 850° C donde el campo de la fase α es mayor.

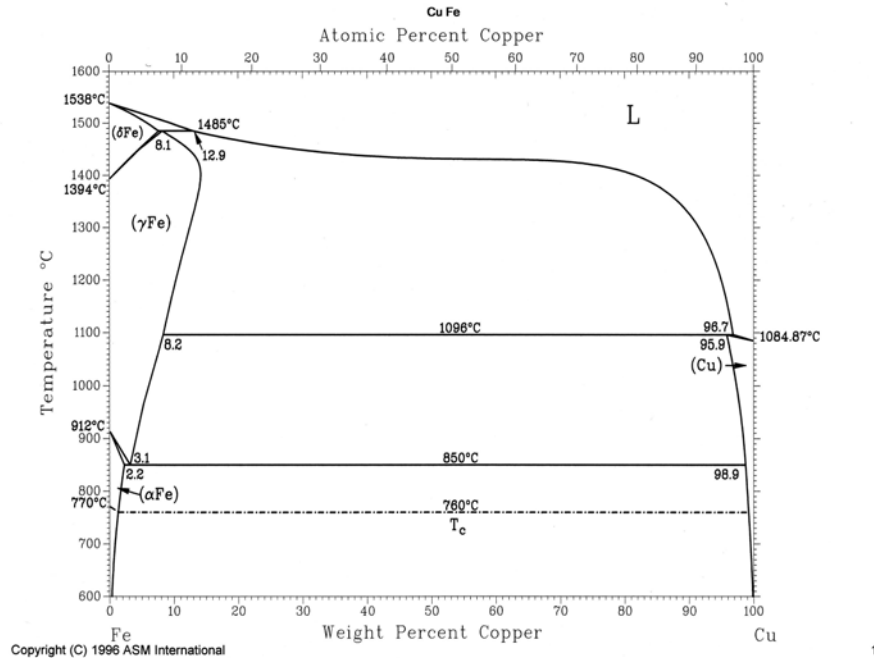


Figura 1. Diagrama de equilibrio Fe-Cu.

Las probetas empleadas son de geometría cilíndricas (discos), con un diámetro de 10 cm, y espesor de 1 cm. La Probeta D1 se emplea como “testigo”; el resto de las probetas fueron deformadas un 10 % y luego envejecidas por recocido a 480° C con distintas duraciones en sus tratamientos térmicos. Las probetas C1, C2, C3 y C4 fueron envejecidas durante 20 minutos y luego deformadas al 0 %, 5 %, 10 % y 20 % respectivamente. Las probetas C5, C6 y C7 fueron envejecidas durante 200 minutos y luego deformadas al 0 %, 5 % y 10 % respectivamente. Las probetas C8, C9 y C10, fueron envejecidas durante 1800 minutos y luego deformadas al 0 %, 5 % y 10 % respectivamente. Como la Temperatura de Curie es de 759° C, todos los tratamientos térmicos de envejecimiento (480° C) fueron realizados dentro de la región ferromagnética.

En la Figura 2 se puede apreciar una probeta donde se indica la dirección de laminación (dirección radial, desde el centro del círculo hacia la muesca con la identificación grabada sobre la superficie cilíndrica), que es la dirección de deformación durante los tratamientos mecánicos.

En la Tabla 1 se muestran también los datos de dureza. Esta fue medida por el método Vickers, con una carga de 300 grf y 10 indentaciones para cada probeta.

Su microestructura fue examinada en 4 probetas (D1, C5, C7 y C8) con microscopía electrónica de transmisión (TEM) y espectroscopía de rayos X por dispersión electrónica (EDX). Tanto los datos de dureza como las micrografías fueron aportados por los investigadores japoneses ⁽¹⁰⁾.



Figura 2. Fotografía de una probeta con la dirección de laminación y su identificación grabada en el canto.

En la Figura 3 se pueden ver las micrografías correspondientes. La formación de precipitados de Cu coherentes con la matriz de Fe fue confirmada en las probetas envejecidas C5, C7 y C8. Es sabido que el Cu segrega en borde de grano por difusión. A una temperatura típica del reactor, del orden de 480°C , el proceso difusivo es lento por eso se realizaron los envejecimientos y trabajos mecánicos en los laboratorios japoneses a efectos de simular situaciones equivalentes. El tamaño de los precipitados es de unos pocos nanómetros en C5 y C7, mientras que en C8 con mayor tiempo de

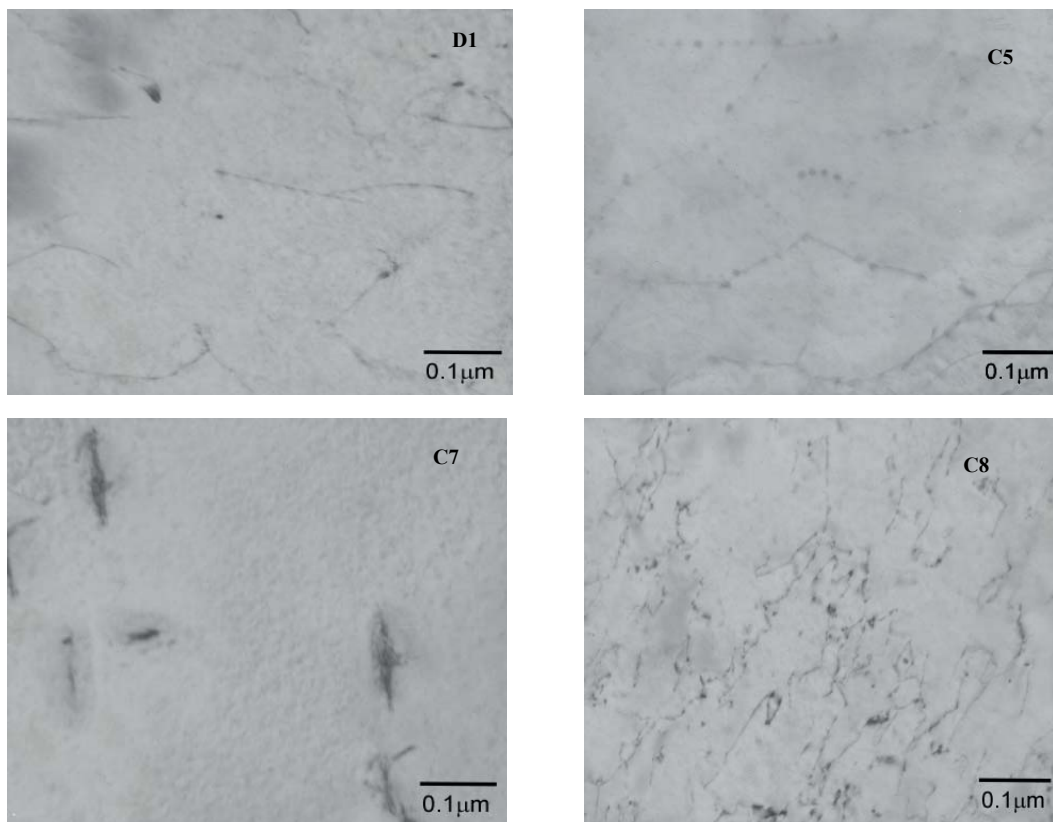


Figura 3. Micrografías de las probetas D1, C5, C7 y C8.

envejecimiento (1800 min) el máximo es de 15 nanómetros; esto es claro para un proceso térmicamente activado, dado que al ser mayor la duración del tratamiento térmico aumenta la segregación, aumentando el tamaño de los precipitados. Las probetas C5 y C7 tienen el mismo tiempo de envejecimiento pero la segunda es deformada posteriormente al 10 %. En C5 y C8 hay distinto tiempo de envejecimiento pero en ambas no hay deformación posterior. En las micrografías se puede apreciar que hay una mayor segregación de Cu al borde de grano. Todos estos datos fueron aportados por el Dr. Seiki Takahashi⁽¹⁰⁾.

2.2 *Medición de Rugosidad*

Como las mediciones de RB y EMA se realizaron con sensores colocados sobre la superficie de las probetas, y el contacto de los sensores en ambas técnicas es sensible al acabado mecánico, se propuso la medición la rugosidad. Esta fue medida con un equipo Surtronic 3+, tomándose el valor del parámetro de rugosidad, R_a , en dos muestras sobre cada una de las dos superficies circulares de la probeta, una en la dirección de laminación (0°) y otra en dirección perpendicular (90°), ver Figura 2. La longitud de evaluación fue de 8 mm. Debido a la escasa dispersión de los datos medidos en cada probeta, en la Tabla 2 se indica el valor promedio de los cuatro valores medidos. En la Figura 4 se muestra una fotografía del sistema de medición empleado.

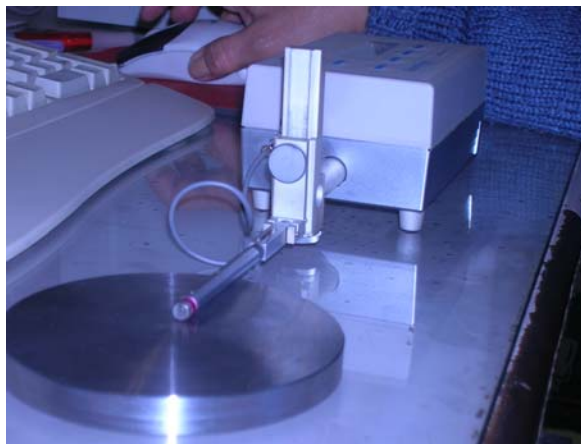


Figura 4. Medición de la rugosidad.

En la Figura 5 se muestra un gráfico de la rugosidad. Si bien en el gráfico se observan variaciones de una a otra probeta, debe tenerse en cuenta que el rango está entre $0,7 \mu\text{m}$ y $3,5 \mu\text{m}$. La dispersión que muestran las mediciones es tan pequeña que se la puede adjudicar al maquinado de las mismas.

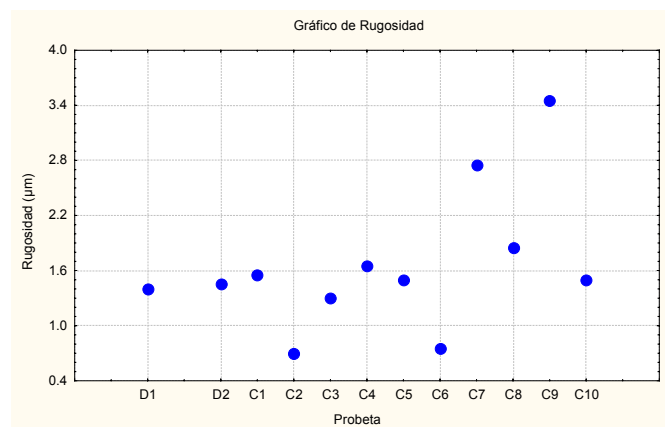


Figura 5. Gráfico de la rugosidad.

Tabla 2. Valores de conductividad, rugosidad, RB y EMA medidos.

Probeta	Conductividad (MS/m)	Rugosidad (µm)	RMS RB_0° (mV)	RMS RB_90° (mV)	RMS EA_0° (mV, sensor resonante)	RMS EA_0° (mV, sensor ban. ancha)	RMS EA_90° (mV, sensor resonante)	RMS EA_90° (mV, sensor ban. ancha)
1 (D1)	7.39	1.40	27.8	27.8	158	101	158	100
2 (D2)	8.64	1.45	24.1	23.9	105	128	108	124
3 (C1)	9.08	1.55	25.0	24.4	157	108	174	103
4 (C2)	7.97	0.70	22.6	22.9	179	111	157	91
5 (C3)	9.19	1.30	22.2	23.3	185	116	184	102
6 (C4)	8.97	1.65	24.6	24.6	151	86	161	111
7 (C5)	8.53	1.50	20.4	20.5	140	101	145	106
8 (C6)	8.51	0.75	21.4	20.6	160	116	154	95
9 (C7)	9.45	2.75	20.6	20.1	110	117	112	117
10 (C8)	9.72	1.85	19.7	18.6	161	104	160	108
11 (C9)	9.20	3.45	19.5	20.4	141	111	144	101
12(C10)	10.00	1.50	22.2	21.3	144	110	139	98

2.3 Medición de conductividad

A fin de poder estimar la profundidad de penetración (δ) del RB⁽¹¹⁾, se decidió medir la conductividad de cada probeta. Para ello se usó el método de Van Der Paw⁽¹²⁾, con una fuente de corriente marca Agilent E3632A DC Power Suply, midiéndose la diferencia de potencial obtenida con un nanovoltímetro marca KEYTHLEY 2182. En todas los casos se empleó una corriente de 5 A. Las probetas fueron marcadas en cuatro puntos sobre su mayor circunferencia con una distancia angular de 90°, aplicándose los bornes de la fuente de corriente en dos de ellos y midiendo la diferencia de potencial en los otros dos. Para disminuir el error de la medición, se realizó una segunda medición invirtiendo el sentido de circulación de la corriente. El valor final fue el promedio de ambas mediciones (con los dos sentidos de circulación de la corriente). En la Tabla 2 se pueden ver los valores, que fueron representados en la Figura 6. Se concluye que a medida que aumenta el envejecimiento y la deformación, aumenta también la conductividad. Todos los valores medidos son coherentes con los que aparecen en la literatura⁽¹³⁾.

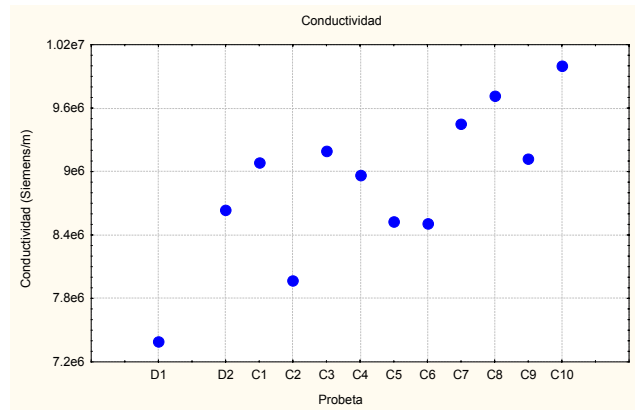


Figura 6. Gráfico de la conductividad.

2.4 Medición del Ruido Barkhausen y de la Magneto Emisión Acústica

Para producir la excitación magnética, se aplicó sobre el yugo excitador una tensión sinusoidal de 5 Hz y 10 V_{pp}. Las señales producidas por el RB en las probetas fueron recogidas en una bobina colectora colocada en el hueco del yugo, ambos sobre la cara superior de la probeta. La señal de la bobina colectora fue conducida a un amplificador en la banda de 1 kHz a 200 kHz.

La expresión que permite calcular la profundidad de penetración del RB, δ , es⁽¹¹⁾:

$$\delta = \sqrt{\frac{2}{f\sigma\mu_0\mu_r}} \quad (1)$$

con $\mu_0 = 4 \pi 10^{-7}$ H/m, siendo f la frecuencia analizada en la bobina colectora, μ_r la permeabilidad relativa y σ la conductividad.

Aunque aún no se ha medido la μ_r de esta aleación especial, para estimar el rango de penetración del RB, se puede asumir un μ_r de 5000, que es el valor máximo encontrado en la literatura para el Fe 99,8 %⁽¹⁴⁾. Considerando los valores extremos del rango de frecuencia y el valor máximo (10.00 MS/m) y mínimo (7.39 MS/m) de las conductividades medidas, se obtiene:

- para $f = 1$ kHz $\delta = 0,20$ mm
- para $f = 200$ kHz $\delta = 0,02$ mm

Estos valores calculados dan idea de la profundidad de emisión de las señales del RB, que en el peor de los casos, es un orden de magnitud mayor que la rugosidad medida.

Para detectar la EA se emplearon dos sensores piezoeléctricos, marca PAC, uno resonante (R15I, 150 kHz) con preamplificador incorporado (40 dB) y otro de banda ancha (WD 942) con preamplificador externo de 40 dB y un sistema de EA construido en la CNEA. Ambos transductores fueron colocados en la cara inferior de la probeta, cara opuesta al yugo. Todo el sistema fue aislado acústicamente de la mesada de trabajo. En la Figura 7 se muestra una fotografía del sistema de medición empleado.

Todas las señales fueron medidas y almacenadas en un osciloscopio digital de 4 canales, marca LeCroy Wave Runner, con una frecuencia de digitalización de 2 MhZ (2

Megasamples/segundo). En el canal 1 se recogió la señal sinusoidal de excitación sobre el yugo; en el canal 2: la señal de la bobina colectora que recibía el RB; en el canal 3: la señal de EMA del sensor resonante y en el canal 4: la señal de EMA del sensor de banda ancha. De este modo se pudieron ver en la pantalla las cuatro señales simultáneamente. Las mediciones se realizaron con el yugo apoyado sobre la probeta en la dirección de laminación (0°) y luego en la dirección perpendicular (90°) con el fin de determinar la influencia de la dirección de laminación. En cada probeta se efectuaron dos conjuntos de mediciones de RB y EMA.

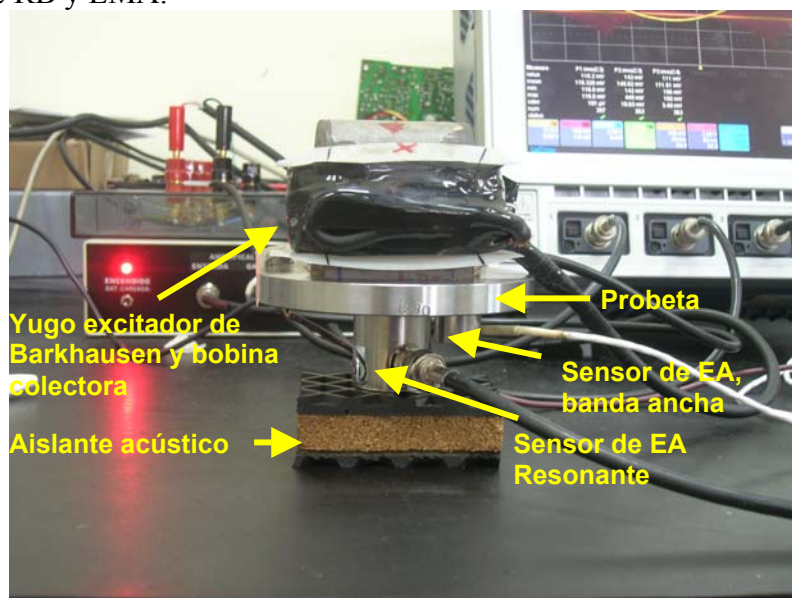


Figura 7. Sistema completo de medición de RB y EMA.

En los primeros resultados mostrados en este trabajo, se presentan los valores RMS del RB y la EMA calculados automáticamente por el osciloscopio, sobre 50 muestras de cada una de las señales de los canales 2, 3 y 4 del osciloscopio. En la Tabla 2 se indican los valores obtenidos.

En la Figura 8 se graficó el valor RMS del RB, para el caso del yugo colocado en forma paralela a la dirección de laminación (0°) y perpendicular a ella (90°). Allí se pueden apreciar tres grupos de probetas A, B y C, donde en cada uno de ellos la posición del yugo respecto de la dirección de laminación no influye considerablemente en los valores de RMS medidos, al menos para estos niveles de deformación. Por otro lado, se puede observar que con el aumento de la duración de los tratamientos térmicos de envejecimiento y del grado de deformación del material, cada uno de dichos grupos, excepto el C, exhibe una tendencia a la disminución del RMS del RB. Esto se podría adjudicar a la presencia de precipitados de Cu en borde de grano, al aumento de su tamaño con los tratamientos térmicos y a las dislocaciones que traban el movimiento de las paredes de los dominios magnéticos. En el caso particular de las probetas que tienen 0 % de deformación (C1, C5 y C8) se ve un decrecimiento del RB, a medida que se extiende el tratamiento térmico, esto se podría atribuir a que el crecimiento del tamaño de los precipitados de Cu en borde de grano ferrítico produce un cambio en la microestructura de la aleación, transformación a la cual es sensible la técnica de RB.

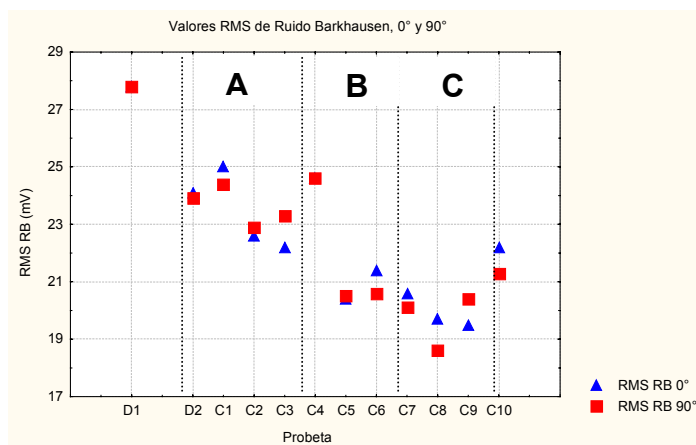


Figura 8 . Gráfico del valor RMS del RB con el yugo excitador apoyado en la dirección de laminación (0°) y en la dirección perpendicular (90°).

Para los grupos de probetas con igual tratamiento térmico (A, B y C 1800): se observa en general un aumento relativo del RB debido a la mayor deformación relativa dentro de cada grupo, esto fundamentalmente se puede apreciar con la probeta C4 del grupo A y C10 del grupo C.

Del gráfico de la Figura 9, para los valores RMS de EMA, con el sensor resonante, en ambas posiciones del yugo excitador respecto de la dirección de laminación, no se pueden apreciar marcadas diferencias entre una y otra posición del yugo. El mismo comportamiento se observa en el gráfico de la Figura 10, para los valores RMS de EMA con el sensor de banda ancha.

En la Figuras 11 y 12, se representaron: los valores RMS de la EMA con el yugo en la dirección de laminación (0°), y en la dirección perpendicular (90°) para ambos sensores. En ambas figuras la diferencia en los valores del RMS de la EMA entre los dos sensores, se puede atribuir al tipo de respuesta y sensibilidad de cada uno de ellos en el rango de frecuencias de trabajo.

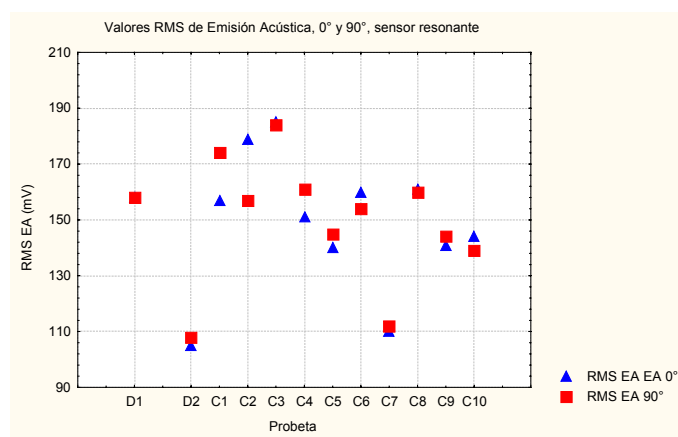


Figura 9. Gráfico del valor RMS de la EMA, con el yugo excitador apoyado en la dirección de laminación (0°) y en la dirección perpendicular (90°), con sensor resonante.

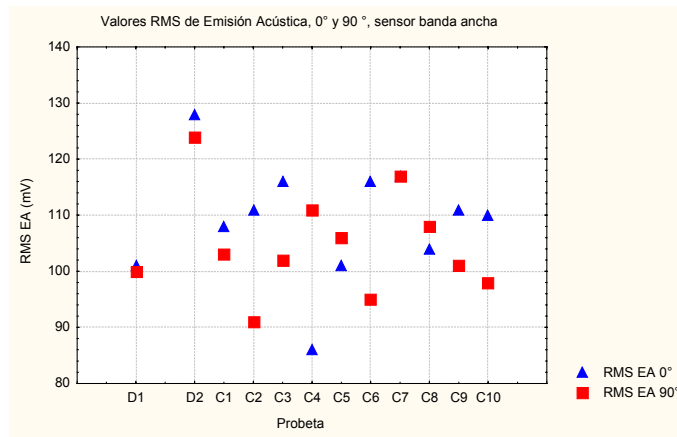


Figura 10. Gráfico del valor RMS de la EMA, con el yugo excitador apoyado en la dirección de laminación (0°) y en la dirección perpendicular (90°), con sensor de banda ancha.

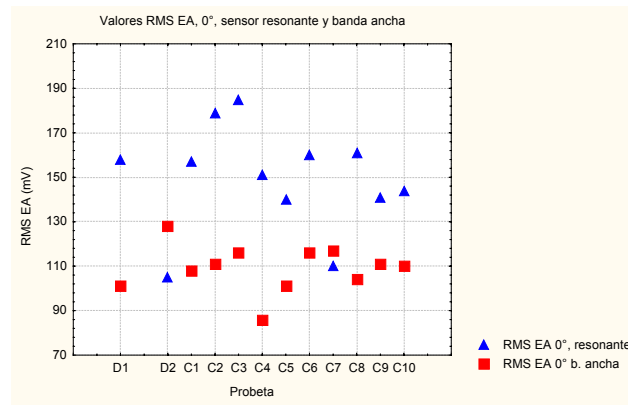


Figura 11. Gráfico del valor RMS de la EMA, con el yugo excitador apoyado en la dirección de laminación (0°), con sensor resonante y de banda ancha.

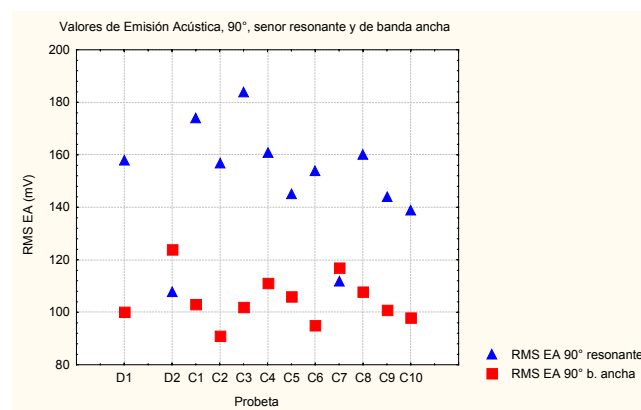


Figura 12. Gráfico del valor RMS de la EMA, con el yugo excitador apoyado en la dirección perpendicular a la de laminación (90°), con sensor resonante y de banda ancha.

3. Conclusiones

De las estimaciones realizadas en la profundidad de penetración de las ondas electromagnéticas en el material para la aplicación de la técnica de RB, se observa que esta es mayor que la rugosidad de la superficie medida, asegurando una correcta evaluación de la región superficial estudiada.

Las mediciones de RB mostraron cambios en sus valores de RMS que pueden ser asociados a las alteraciones presentadas en la microestructura de las probetas observadas por microscopía electrónica de transmisión.

En particular, es de notar la sensibilidad de la técnica RB especialmente en los efectos que producen la mayor duración de los tratamientos térmicos de envejecimiento, observándose un decrecimiento en el valor RMS de las señales medidas. Esto podría deberse a que a mayor duración del tratamiento térmico, hay una mayor segregación de Cu al borde de grano, aumentando el tamaño de los precipitados y actuando estos como anclajes de los dominios magnéticos.

Para los grupos de probetas con igual tratamiento térmico (grupos A, B y C), se observó en general un aumento relativo del RMS del RB debido a la mayor deformación relativa dentro de cada grupo.

Para los valores RMS de EMA, en ambas posiciones del yugo excitador, no se pudieron apreciar marcadas diferencias respecto a la dirección de laminación. Los valores correspondientes al sensor resonante fueron mayores que los del sensor de banda ancha mostrando su mayor sensibilidad.

Como prospección a futuro se analizarán las señales de RB y EMA digitalizadas.

Agradecimientos

A la “Universal Network for Magnetic Non Destructive Evaluation, UNMNDE”, por haber aceptado la participación del Grupo Ondas Elásticas en este Ensayo Interlaboratorios (“2nd. Round Robin Test”), haber suministrado las probetas para la realización de los ensayos y facilitado la información por ellos producida.

Al Laboratorio “Óptica y Laser” de la Gerencia de Área de Energía Nuclear, Comisión Nacional de Energía Atómica, por haber facilitado la medición de la Rugosidad de las probetas.

Al “Grupo Dispositivos Micro Electromecánicos, MEMs” de la Gerencia de Área Investigaciones y Aplicaciones No Nucleares, Comisión Nacional de Energía Atómica, por facilitar sus equipos para realizar las mediciones de conductividad.

Referencias

1. D. Jiles, “Introduction to Magnetism and Magnetic Materials”, Chapman and Hall, 1995.
2. A. E. Lord, “Acoustic Emission”, Physical Acoustics, Vol. XI, Academic Press, New York, 1975.
3. K. Ono, M. Shibata, Materials Evaluation, Vol. 38,55, 1980.
4. H. Kusanagi, H. Kimura, H. Sasaki, J. Appl. Phys., Vol. 50, 1989.
5. R. López Sánchez, M. I. López Pumarega, M. Armeite, R. Piotrkowski, J. E. Ruzzante, “Barkhausen Effect and Acoustic Emission in a Metallic Glass, Preliminary Results”, “30th Review of Progress in Quantitative Nondestructive

- Evaluation (30th QNDE)”, 27 de Julio-1 de agosto, 2003, Green Bay, Wisconsin, EEUU, AIP Conference Proceedings, Vol. 23B, pp. 1328-1335, 2004.
6. A. Ruiz, J. Marengo, I. López Pumarega, R Piotrkowski, J. Ruzzante, “Construcción de un equipo para medición de Ruido Barkhausen y Emisión Magneto Acústica”, “XXXI Reunión Anual, Asociación Argentina de Tecnología Nuclear, AATN, 23-25 de noviembre, Buenos Aires, Argentina, 2004.
 7. S. Isaacson, R. Piotrkowski, M. P. Gómez, M. I. López Pumarega, Ruzzante J. E. “Análisis Frecuencial, Mediante Multi-resolución de Señales de Ruido Barkhausen”, Actas “Quinto Encuentro del Grupo Latinoamericano de Emisión Acústica, E-GLEA 5”, Oberá, Misiones, Argentina, 29 de agosto-1 de septiembre de 2007.
 8. A. Ruiz, R. Piotrkowski, M. I. López Pumarega, J. Ruzzante, "Ruido Barkhausen y Emisión Magneto Acústica para la caracterización de materiales ferromagnéticos", *Materia*, vol. 13, pp.12-22, abril, 2008.
 9. <http://www.ndsrc.eng.iwate-u.ac.jp/UniversalNetwork/>
 10. S. Takahasi, comunicación personal.
 11. C. P. Serna-Giraldo, L. Rodríguez Padovese, “Monitoreo de uniones soldadas de acero estructural utilizando ruido magnético de Barkhausen”, Actas, “IV Conferencia Panamericana de END”, Buenos Aires, pág. 1-12, octubre 2007.
 12. I. J. Van der Paw, “A method of measuring the resistivity and Hall coefficient on lamellae of arbitrary shape”, *Philips Technical Review*, Vol. 20, No 8, 220-224, 1958/59.
 13. http://www.ndt-ed.org/GeneralResources/MaterialProperties/ET/Conductivity_Iron.pdf
 14. <http://info.ee.surrey.ac.uk/Workshop/advice/coils/mu/#mu>