

INFLUÊNCIA DO TEMPO DE TRATAMENTO TÉRMICO SOBRE AS PROPRIEDADES DE UMA LIGA Cu-Al-Ni COM MEMÓRIA DE FORMA¹

Niédsen José da Silva²
Marcos Mesquita da Silva³
Carlos José de Araújo⁴

Resumo

Este trabalho tem como objetivo geral analisar o efeito da variação do tempo de tratamento térmico nas propriedades físicas e mecânicas de uma liga Cu-Al-Ni com efeito memória de forma (EMF). Os lingotes obtidos inicialmente por fusão ao ar em forno de indução foram seccionados para refusão por plasma e posterior realização dos tratamentos de betatização a 900 °C com variação do tempo de permanência da amostra antes de ser resfriada bruscamente em água. As amostras obtidas por esses processos foram analisadas utilizando técnicas de microscopia ótica, microdureza e variação de resistência elétrica em função da temperatura. Os resultados obtidos mostram que os tratamentos térmicos de betatização a tempo variável seguido de têmpera promovem um aumento gradativo do tamanho de grão assim como afetam a transformação martensítica originária do EMF, levando principalmente ao aumento das temperaturas de transformação.

Palavras-chave: Ligas Cu-Al-Ni; Ligas com memória de forma; Tratamento térmico; Materiais inteligentes.

INFLUENCE OF THE TIME OF THERMAL TREATMENT ON THE PROPERTIES OF A Cu-Al-Ni SHAPE MEMORY ALLOY

Abstract

This work aim to analyze the effect of the time of heat treatment on the physical and mechanical properties of a Cu-Al-Ni shape memory alloy (SMA). The ingots obtained initially by air induction melting were split up for melting by plasma and subsequent realization of the betatization treatments at 900°C with variation of the time of permanence of the samples before water quench. The samples obtained by those processes were analyzed using optical microscopy, micro-hardness and variation of electrical resistance as a function of temperature. The obtained results show that the betatization at variable times followed by water quench promotes a gradual increase of the grain size as well as affect the martensitic transformation at the origin of the shape memory effect (SME) phenomenon.

Key words: Cu-Al-Ni alloys; Shape memory alloy; Heat treatment; Smart materials.

¹ Contribuição técnica ao 63º Congresso Anual da ABM, 28 de julho a 1º de agosto de 2008, Santos, SP, Brasil

² Aluno do Curso de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, UFCG, Campina Grande, PB, e-mail: niedsonjs@yahoo.com.br

³ Aluno do Curso de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais, UFCG, Campina Grande, PB, e-mail: marcos_m_silva@yahoo.com.br

⁴ Engenheiro Mecânico, Prof. Doutor, Depto. de Engenharia Mecânica, UFCG, Campina Grande, PB, Email: carlos@dem.ufcg.edu.br

1 INTRODUÇÃO

Ligas com memória de forma (LMF) são materiais metálicos especiais que possuem a surpreendente capacidade de recuperar uma deformação plástica por intermédio de um aquecimento subsequente acima de uma temperatura crítica. Este fenômeno está intimamente associado a uma transformação de fase no estado sólido, do tipo martensítica, cristalograficamente reversível.⁽¹⁾ A deformação é introduzida na fase de baixa temperatura (martensita) e um simples aquecimento transforma o material para a fase de alta temperatura (austenita) resultando na recuperação da forma. Quando uma força externa é aplicada e mantida constante, como por exemplo, através de um peso, um efeito memória de forma de duplo sentido (*two-way memory effect*) pode ser obtido. Assim, uma LMF pode ser considerada intrinsecamente como um atuador termomecânico que converte energia térmica em deslocamento acompanhado ou não da produção de um trabalho mecânico.

As principais LMF a base de cobre são da família Cu-Zn-Al e Cu-Al-Ni, que competem principalmente em termos de custo e facilidade de fabricação com aquelas da família Ni-Ti. Dentre estas LMF a base de cobre, as ligas Cu-Al-Ni são particularmente interessantes pois possuem melhor estabilidade térmica e um leque maior de possibilidades de temperaturas de transformação. Por outro lado, as ligas Cu-Al-Ni são bastante susceptíveis a formação de trincas intergranulares devido a formação de variantes de martensita induzidas por tensão ao longo dos contornos de grão durante a têmpera realizada para obtenção do fenômeno de memória de forma. Portanto, amostras com grãos menores apresentam melhoria da resistência à ruptura, da deformação até a ruptura e da vida em fadiga das ligas Cu-Al-Ni.⁽¹⁾

Este trabalho objetiva a fabricação da LMF Cu-13,5Al-4,0Ni (% peso) assim como a análise da influência do tempo de tratamento térmico a 900 °C (conhecido por betatização), seguido de têmpera em água à temperatura ambiente, sobre as propriedades físicas e mecânicas do material (tamanho de grão, temperaturas de transformação e microdureza).

2 MATERIAL E MÉTODOS

Elementos metálicos comercialmente puros foram utilizados para a fabricação da liga Cu-13,5Al-4,0Ni (% peso) em um forno de indução de 20 kW da Inductotherm, resultando na obtenção de lingotes de aproximadamente 200 mm de comprimento. Amostras do lingote obtido por fusão ao ar em forno de indução, mostradas na Figura 1, foram pesadas (total de 30g) e colocadas em um cadinho de cobre para sua fusão pela técnica *Plasma Skull Push-Pull* (PSPP) usando o equipamento Discovery All Metal, da EDG Equipamentos e Controles.



Figura 1 – Amostras da liga Cu-Al-Ni para serem refundidas em forno a plasma.

A Figura 2 mostra a seqüência de obtenção de LMF pela técnica PSPP na máquina de fusão a plasma. Inicialmente os elementos puros são colocados em um cadinho de cobre em ordem decrescente de ponto de fusão, como mostra a Figura 2(a). Um eletrodo rotativo de tungstênio origina uma tocha de plasma em atmosfera de argônio, conforme mostra a Figura 2(b), provocando a fusão dos elementos puros e formando o botão de LMF mostrado na Figura 2(c). Uma vez o metal completamente fundido, realiza-se automaticamente a sua injeção em uma coquilha cilíndrica de alumínio (Figura 2e) para se obter um produto conformado sob a forma de um disco fino, conforme mostra a Figura 2(f). No entanto, antes da injeção para formação da pastilha, a LMF é fundida e refundida 5 vezes para efeito de homogeneização do produto final.

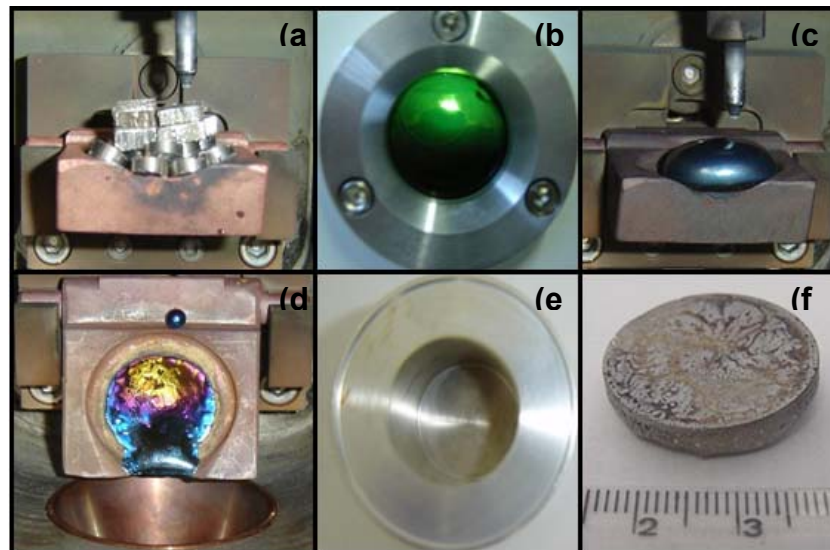


Figura 2 – Processo de fusão a plasma pelo método *Skull Push-Pull*. (a) Elementos no cadinho de cobre; (b) Tocha de plasma; (c) Botão de LMF após fusão; (d) Cadinho após a injeção; (e) Coquilha de alumínio; (f) Pastilha obtida pela injeção do botão fundido em molde metálico.

Para a obtenção de lâminas visando à caracterização da LMF com base na variação de resistência elétrica em função da temperatura, bem como de amostras para a realização de exames metalográficos, foi utilizada uma cortadeira de precisão da marca BUEHLER, modelo Isomet Low Speed. Os tratamentos térmicos da liga em estudo foram realizados em um forno TITAN Platiniun Quartz da EDG Equipamentos e Controles.

Com o intuito de verificar o efeito do tempo de betatização nas propriedades da liga estudada, as amostras foram tratadas termicamente a 900°C com tempos de permanência variados (120 segundos, 300 segundos, 600 segundos, 900 segundos e 1.200 segundos) e posterior têmpera em água à temperatura ambiente. Para as análises metalográficas foram realizados embutimentos de amostras independentes, com seus respectivos tempos de permanência no forno, para efeito comparativo. Realizou-se a operação de lixamento seguida de polimento com alumina antes do ataque com uma solução aquosa de percloroato de ferro. Visando identificar as microestruturas formadas na liga 82,5Cu-13,5Al-4,0Ni (% peso) obtida de acordo com os procedimentos descritos anteriormente, foram realizados exames micrográficos utilizando um analisador de imagens da marca Olympus, modelo BX51M. Os tamanhos de grão foram determinados usando o programa de análise de imagens MSQ versão 6.51 que aplica as normas ASTM E112-88 e E1382. Os

ensaios de microdureza foram realizados com a utilização do microdurômetro Future-Tech, modelo FM-700.

A Tabela 1 resume os tratamentos aplicados a cada amostra independente, caracterizadas por microscopia ótica e microdureza.

Tabela 1 - Nomenclatura das amostras segundo o tempo de permanência no forno.

Amostra	Tempo de Permanência a 1173K (900°C)
CANR-1	Bruta (0)
CANR-2	120 s (2 minutos)
CANR-5	300 s (5 minutos)
CANR-10	600 s (10 minutos)
CANR-15	900 s (15 minutos)
CANR-20	1.200 s (20 minutos)

Para realizar a caracterização da transformação de fase das amostras com base na variação de sua resistência elétrica, foi utilizado um equipamento especialmente desenvolvido no Laboratório Multidisciplinar de Materiais e Estruturas Ativas (LaMMEA) da UFCG,^(3,4) o qual permite aquecer e resfriar gradativamente uma amostra de lâmina LMF, imersa em um banho termo-regulável e interligada a um sistema de aquisição de dados que capta as variações de resistência elétrica do material à medida que a temperatura varia. A lâmina retirada da amostra para a caracterização foi submetida a tratamentos cumulativos com os mesmos tempos de permanência citados anteriormente. Esse equipamento pode ser visualizado na Figura 3 e é composto de: banho termoregulável (1), fonte de alimentação de corrente contínua (2), sistema de aquisição de dados com placa de interface GPIB (3) e computador com programa de visualização dos dados coletados (4).

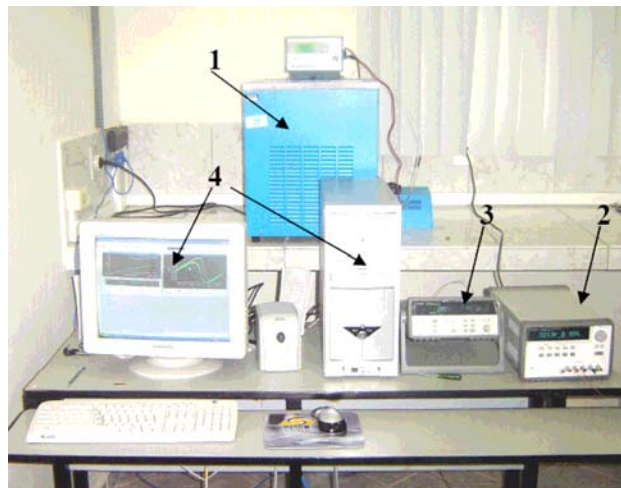


Figura 3 – Plataforma de teste para medição da variação de resistência elétrica em função da temperatura em ligas com EMF.

3 RESULTADOS

A Figura 4 mostra o aspecto microestrutural de cada amostra definida na Tabela 1, após a têmpera em água. A amostra CANR-1 encontra-se no estado bruto de fabricação pela técnica PSPP e, portanto, não foi temperada em água como as demais.

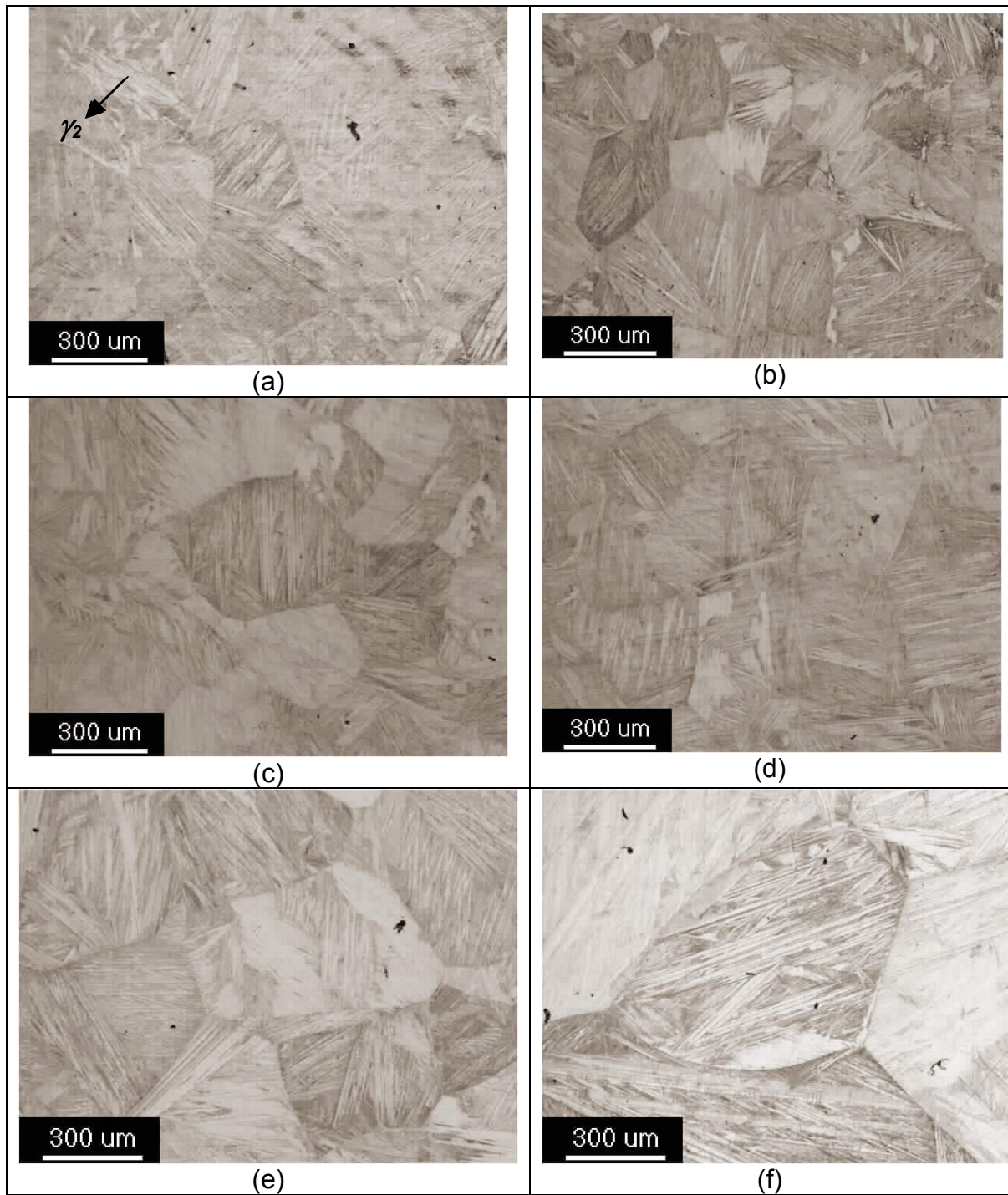


Figura 4 – Microestrutura das amostras após reprocessamento pela técnica PSPP seguida de betatização a 1173K (900°C) a tempos variados e têmpera em água. (a) CANR-1. (b) CANR-2. (c) CANR-5. (d) CANR-10. (e) CANR-15. (f) CANR-20.

A Figura 5 mostra a evolução do tamanho de grão e da dureza em função do tempo de permanência a 900°C.

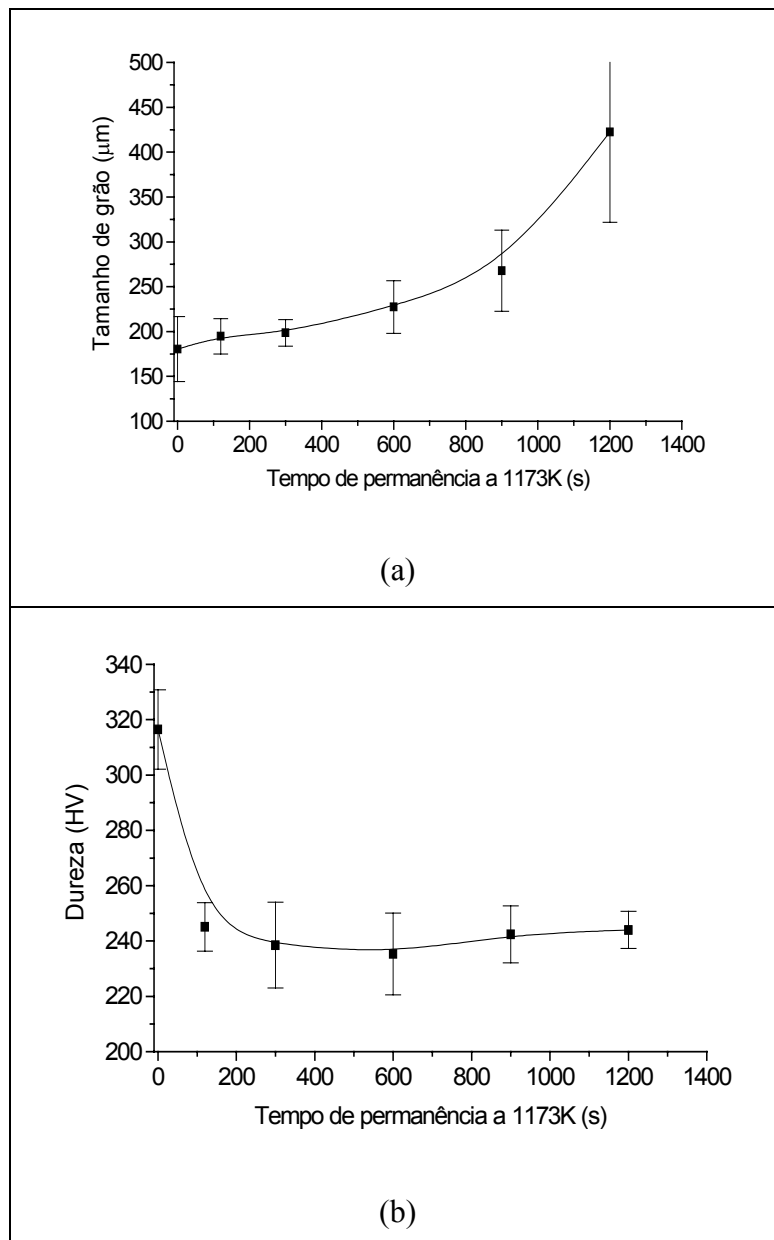


Figura 5 – Propriedades das amostras CANR em função do tempo de permanência a 1173K (900°C). (a) Tamanho de grão. (b) Dureza.

A Figura 6 mostra o comportamento das curvas de transformação de fase resistência elétrica (R) versus temperatura (T) para uma única amostra submetida aos tratamentos de betatização com tempos acumulados (superposição de tratamentos).

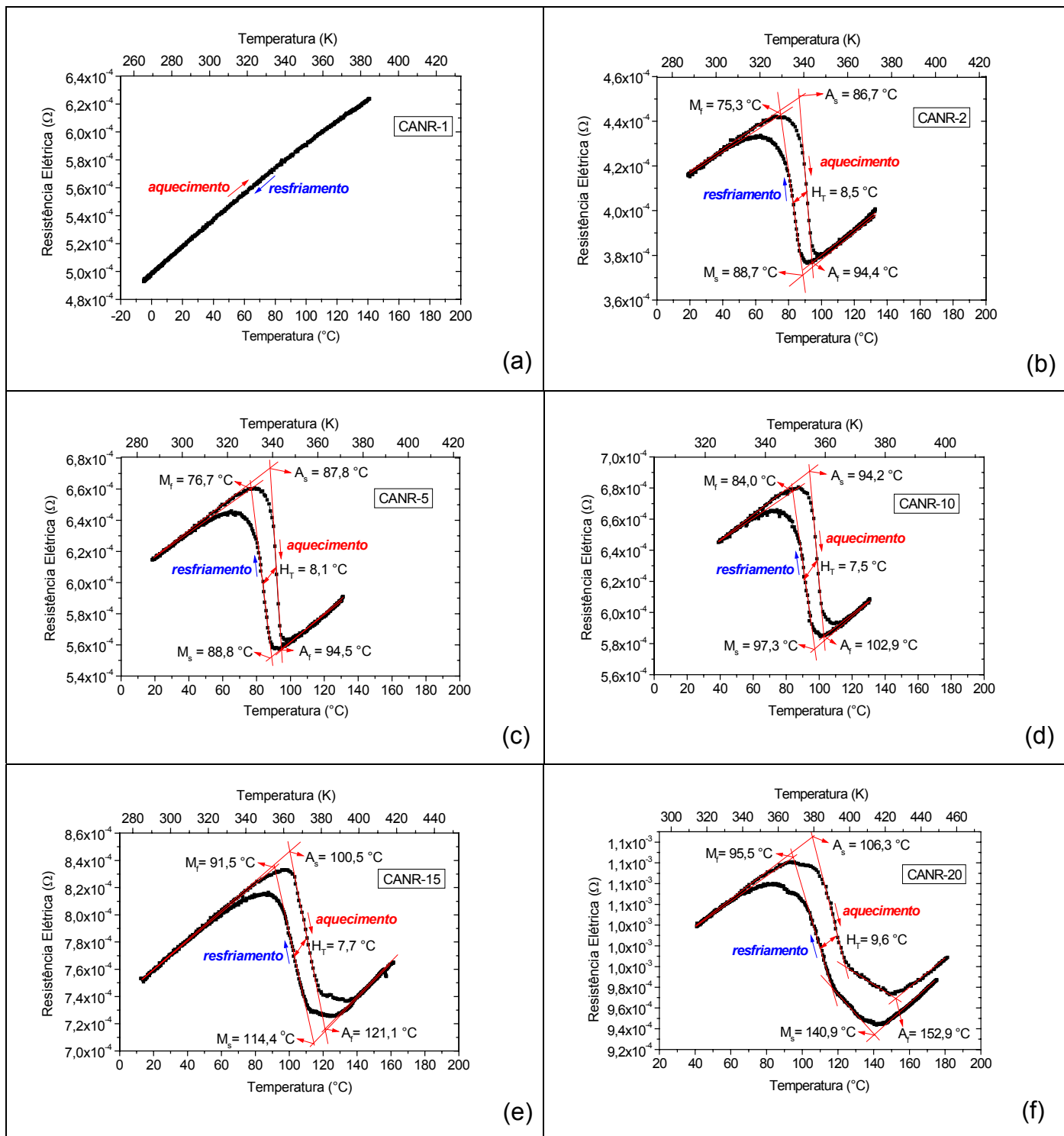


Figura 6 – Evolução da transformação reversível das amostras CANR em função do tempo de permanência acumulada a 900°C . (a) Bruta de PSPP; (b) $t = 120$ segundos; (c) $t = 300$ segundos; (d) $t = 600$ segundos; (e) $t = 900$ segundos; (f) $t = 1.200$ segundos.

4 DISCUSSÃO

Verifica-se na Figura 4(a) a presença discreta de plaquetas de martensita em conjunto com uma estrutura lamelar da fase γ_2 , indicando que o processo PSPP proporciona uma têmpera moderada no disco obtido devido à injeção da pequena massa de metal líquido em coquilha de alumínio. Após o tratamento de betatização a 900°C seguido de têmpera em água, a liga estudada apresenta uma estrutura completamente martensítica, independentemente do tempo de betatização, conforme indicam as Figuras 4(b-f).

A Figura 5 mostra a evolução do tamanho de grão e da dureza em função do tempo de permanência a 900°C. Verifica-se na Figura 5(a) que para tempos curtos, de até 300 segundos, obtém-se uma estrutura martensítica com tamanho de grão médio limitado a 200 μm . No entanto, tempos superiores levam a um crescimento de grão rápido, originando grãos de até 500 μm . A Figura 5(b) mostra que a amostra bruta do processo PSPP (CANR-1, Figura 4a) apresenta um nível de dureza da ordem de 320 HV que é superior ao valor de 240 HV apresentado pelas amostras betatizadas e temperadas (Figuras 4b-f). Esse nível de dureza da estrutura martensítica está em acordo com valores encontrados anteriormente para essa mesma LMF Cu-Al-Ni.^(5,6)

A Figura 6(a) revela que a liga bruta do processo PSPP não apresenta transformação de fase entre 0 e 140°C, contrariamente ao caso das amostras betatizadas a 900°C seguidas de têmpera em água. Na realidade, a amostra bruta de PSPP apresenta a transformação a partir de 175°C durante o aquecimento (temperatura A_S),⁽⁶⁾ indicando que as variantes de martensita existentes em conjunto com uma segunda fase (γ_2) (Figura 4a) são revertidas a temperaturas mais altas. As Figuras 6(b) e 6(c) mostram que os tratamentos acumulados durante 120 e 300 segundos resultam praticamente nas mesmas curvas R – T de transformação. A partir do tempo de betatização de 600 segundos (1.020 segundos acumulados), conforme mostram as Figuras 6(d) e 6(e), constata-se um aumento importante das temperaturas de transformação. Para o tempo mais longo de 1.200 segundos (3.120 segundos acumulados), conforme mostra a Figura 6(f), verificou-se, além de um grande aumento das temperaturas de transformação, uma modificação da transformação que passou a ocorrer praticamente em duas etapas com diferentes histereses em temperatura (H_T). Toda a evolução mostrada nas Figuras 6(b-f) pode ser atribuída a uma provável oxidação da liga durante o tratamento de betatização a 900°C ao ar ambiente. A oxidação da liga Cu-13,5Al-4,0Ni (% peso) ocorre principalmente pela formação de AlO nas camadas mais externas, em detrimento da formação de Cu₂O e NiO nas camadas mais internas do material (7). A formação de AlO reduz gradativamente a quantidade de Al na liga durante os tratamentos sucessivos a 900°C em uma única amostra. Uma redução de 0,5% de Al na liga Cu-13,5Al-4,0Ni (% peso) pode causar um aumento na temperatura M_S da ordem de 80°C a 90°C,⁽⁸⁾ que provavelmente explica o comportamento da evolução da transformação de fase revelado pela Figura 6.

5 CONCLUSÕES

Neste trabalho verificou-se a influência do reprocessamento por plasma e do tempo de betatização a 900°C sobre as propriedades de uma LMF Cu-13,5Al-4,0Ni (% peso) obtida inicialmente por fusão ao ar em forno de indução. Constatou-se que o reprocessamento por plasma pela técnica PSPP leva à formação de uma microestrutura mista de martensita e fase γ_2 com tamanho de grão ligeiramente

inferior a 200 μm . Essa martensita inicialmente formada apenas é revertida a uma temperatura da ordem de 170°C. Constatou-se que as amostras betatizadas a 900°C por tempos crescentes com posterior têmpera em água apresentam um crescimento de grão de 200 para 420 μm para tempos de betatização não cumulativos situados entre 120 e 1.200 segundos. Esse crescimento de grão não influenciou no valor da microdureza da estrutura martensítica da liga temperada em água, que ficou limitado a aproximadamente 240 HV. Ficou demonstrado que o aumento do tempo de betatização a 900°C é responsável pelo aumento gradativo das temperaturas de transformação do material devido, provavelmente, à oxidação principalmente do alumínio presente na liga estudada.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pelo financiamento dos projetos 550325/2005-0 (CT-Energ) e 504365/2004-5 (CT-Petro) durante o tempo de realização das pesquisas.

REFERÊNCIAS

- 1 OTSUKA, K.; WAYMAN, C.M. **Shape Memory Materials**. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 1998. 284p.
- 2 DISCOVERY Plasma: **Manual de Instalação, Operação e Manutenção**. EDG Equipamentos e Controles Ltda, 2005, 14 p.
- 3 SILVA, L.A.R. **Desenvolvimento de um Sistema de Medição da Variação de Resistência Elétrica em Função da Temperatura: Aplicação à Caracterização de Ligas com Memória de Forma**. 2005. 75p. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Mecânica), Centro de Ciências e Tecnologia. Universidade Federal de Campina Grande, Campina Grande – PB.
- 4 REIS, R.P.B., DE ARAÚJO, C.J., SILVA, L.A.R., QUEIROGA, S.L.M. **Desenvolvimento de um sistema de medição da variação de resistência elétrica em função da temperatura: aplicação à caracterização de ligas com memória de forma**. Congresso Nacional de Engenharia Mecânica (CONEM), Recife-PE, 10p., 2006.
- 5 SILVA, N. J., SILVA, M. M., SANTOS, M. A., GONZALEZ, C. H., DE ARAUJO, C. J. **Influência do uso de refinadores de grão industriais nas propriedades de ligas de cobre com memória de forma**. 61° Congresso Anual da ABM, Rio de Janeiro – RJ, 2006a. Anais do Congresso Anual da ABM, 2006. p. 2951-2959.
- 6 SILVA, M. M.; SILVA, N. J.; SANTOS, M. A.; DE ARAUJO, C. J. **Efeito do reprocessamento por plasma nas propriedades físicas e mecânicas de uma liga Cu-Al-Ni com memória de forma**. In: 61° Congresso Anual da ABM, Rio de Janeiro – RJ, 2006b. Anais do Congresso Anual da ABM, 2006. p. 2942-2950.
- 7 ZENGIN, R.; OZGEN, S.; CEYLAN, M. **Oxidation behavior and kinetic properties of shape memory CuAl_xNi₄ (x = 13.0 and 13.5) alloys**. Thermochemica Acta, v. 414, p. 79–84, 2004.
- 8 RECARTE, V.; PÉREZ-SÁEZ, R.B.; BOCANEGRA, E.H.; NÓ, M.L.; SAN JUAN, J. **Dependence of the martensitic transformation characteristics on concentration in Cu–Al–Ni shape memory alloys**. Materials Science and Engineering, v. A273–275, p. 380–384, 1999.