

MODIFICAÇÕES MICROESTRUTURAIS EM UMA LIGA Cu-Al-Ni-Mn SUBMETIDA AO ENVELHECIMENTO

J. L. L. Gama¹, R. A. S. Ferreira².

⁽¹⁾ IFAL, Campus Maceió, Rua Mizael Domingues (esquina com a rua Barão de Atalaia), 75, CEP 57020-600, Poço, Maceió-AL, Brasil, jorgelauriano@gmail.com;

⁽²⁾ UFPE, Departamento de Engenharia Mecânica, Recife-PE, Brasil.

RESUMO

Uma liga Cu-12Al-4Ni-3Mn com memória de forma foi fabricada em forno de indução de 24 KVA. Análise química da liga fundida foi realizada por fluorescência de raios-X. As transformações de fases foram estudadas ao longo de diferentes seqüências de tratamentos termomecânicos. O lingote depois de homogeneizado foi solubilizado a 850°C. Na temperatura de 750°C, amostras foram submetidas a uma redução de 30% da espessura por laminação e, em seguida, resfriadas bruscamente em água. Estas amostras foram novamente laminadas a frio com diferentes reduções na espessura. No estado encruado, amostra do material foi submetida a análise térmica-DTA para identificação dos domínios de transformação de fase. Amostras foram caracterizadas por difração de raios-X. Os resultados mostraram que as transformações microestruturais são complexas. Na temperatura de 425°C foram observadas simultaneamente a recristalização e a precipitação de diferentes fases.

Palavras chave: Ligas Cu-Al-Ni; memória de forma; ligas de cobre.

INTRODUÇÃO

As Transformações de fase em ligas de cobre do sistema Cu-Al-Ni com Efeito Memória de Forma, por sua conhecida instabilidade térmica e grande possibilidade de aplicação industrial, estimulam estudos com a finalidade de viabilizar otimização com vistas a obtenção de melhores propriedades iniciais, melhores aplicações possam ser dadas e maior tempo em serviço possa ser desfrutado. A Instabilidade microestrutural, decorrente de envelhecimento natural ou por ciclagem térmica

imposta pelas condições de serviço, acarreta, ao longo do tempo, grande fragilidade com a conseqüente perda na capacidade de transformação termoelástica de que dependem. A fragilidade tem sua origem na transformação da fase martensítica metaestável em fases mais estáveis como γ_2 (Cu_9Al_4) ou NiAl. A fragilidade destes materiais durante processamento termomecânico é também motivo de estudo a fim de avaliar parâmetros que melhorem a trabalhabilidade, entretanto, a introdução de deformação plástica faz acelerar processos difusivos, intensificando as transformações de fases. Efeito simultâneo de recristalização e precipitação tem sido relatado. No presente trabalho busca-se estudar o efeito da deformação sobre o processo de transformação de fases na liga Cu-12Al-4Ni-3Mn (% peso) policristalina laminada 15% a frio, com o objetivo de melhor se conhecer os parâmetros que possibilitem melhorar a trabalhabilidade e controlar a cinética das transformações observadas durante envelhecimento.

MATERIAIS E MÉTODOS

A liga após fundida num forno a indução de 24 KVA foi vazada em lingoteira metálica. O lingote com dimensões aproximadas de 3 x 15 x 20 cm foi resfriado ao ar seguido de homogeneização num forno tipo mufla na temperatura de 920⁰C por 44 horas com resfriamento ao ar. Após homogeneizado, amostras do lingote foram solubilizadas na fase β (betatizadas) na temperatura de 850⁰C durante 30 min. seguido de resfriamento em água em temperatura ambiente (25⁰C). Análise química de amostra homogeneizada foi realizada por fluorescência de raios-X num equipamento Rigaku Rix-3000. Na temperatura de 750⁰C, amostras foram laminadas com redução de 30% da espessura por laminação e, em seguida, resfriadas bruscamente em água. Estas amostras foram novamente laminadas a frio com diferentes reduções na espessura. No estado encruado, amostra do material foi submetida a DTA para identificação dos domínios de transformação de fase. Baseadas nas observações em ensaio de DTA, os tratamentos de envelhecimento das amostras laminadas a quente e a frio, foram realizados na temperatura de 425⁰C. Os tempos de envelhecimento variaram entre 1 e 180 min. As modificações microestruturais foram caracterizadas por difração de raios-X.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Processo de Obtenção

Durante as etapas de laminação a frio, mesmo com redução de 5% da espessura por passe, numerosas microfissuras superficiais apareceram, após alguns passes, iniciando-se com grau de deformação a partir de 25%. Em função destes resultados optou-se por limitar a deformação a frio em 15% da espessura.

Composição Química

Resultados das análises químicas semi-quantitativas, no estado homogeneizado, estão indicadas na Tabela 1. Nela pode-se ver pequenas variações nas composições obtidas em relação as composições nominais.

Tabela 1 – Composição química.

Elementos químicos (% em peso)			
Cu	Al	Ni	Mn
balanço	12,00	4,03	2,74

Condição Inicial da Microestrutura

A microestrutura inicial, como mostra a Figura 1 após homogeneização e solubilização (betatização), apresenta fase martensita, condição necessária para apresentarem o efeito MF. Uma avaliação dos tamanhos de grão indicou tamanho médio de 2,04 μm . Dimensões médias para os diferentes materiais estudados encontram correspondência com as pesquisas relatadas por LI e ZHOU ⁽¹⁾. Estes pesquisadores observaram em ligas do sistema Cu-Al-Ni grãos variando entre 1 a 3 μm para liga no estado betatizado obtida por processo de fusão por indução em condições semelhantes as nossas.

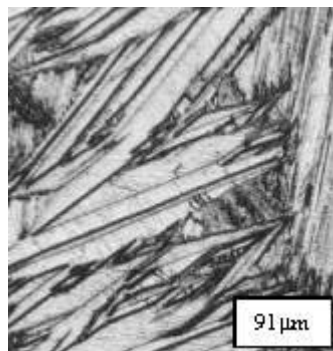


Figura 1 – Microestruturas das amostras no estado betatizado.

Análise Térmica

As análises térmicas realizadas em DTA com a liga estudada apresentou, conforme um outro estudo nosso^(2,3), valores do pico endotérmico associado a precipitação a 425^oC. A 600^oC se dá o início do processo de betatização.

Difração de Raios-X

A Figura 2 mostra em (A) difratogramas para as condições de amostra solubilizada seguido de laminação de 15% a frio; solubilizada (betatizada); e solubilizada seguida de tratamento termomecânico para envelhecimento a 600^oC por 120 min. As Figuras 2 de B a F mostram os difratogramas de amostras envelhecidas a 380, 425, 585, 600 700^oC durante tempos variando entre 1 e 180 min.

Nas condições de solubilizada, Figura 2(A), apresentam a fase martensita β_1' de estrutura ortorrômbica e falha de empilhamento 18R também nas condições solubilizada e deformada a frio e solubilizada e envelhecida a 600^oC. A fase β_1' formada aparece segundo os planos (202), (0018), (128), (208) e (1210) para a amostra na condição de laminada a frio. Os picos da fase β_1' aqui observados são os mesmos constatados por KAINUMA⁽⁴⁾ ao estudar as transformações martensíticas em ligas Cu-Al-Mn. Nesta condição de tratamento térmico a fase α foi observada através do plano (220) sugerindo que os precipitados tenham ocorrido durante a deformação após solubilização.

Difratogramas das amostras tratadas termicamente a 380^oC estão mostrados na Figura 2(B). A fase β_1' foi identificada na amostra com 1 min. de envelhecimento segundo os planos (202), (128), (0018), (208), (1210) e (2010) com base de picos mais largos que nos picos difratados nas amostras anteriormente mencionadas, indicando intenso processo difusivo. A fase β não transformada foi identificada através do plano (0111) para amostras em todos os tempos de tratamento. A fase γ_2 (Cu₉Al₄) começou a precipitar com 1 min. de envelhecimento a 380^oC segundo os planos (332) e (520). A fase α está presente através do plano (220). Para ambas as fases observam-se um aumento da fração transformada indicada pela elevação dos picos difratados. Com a evolução do tempo de envelhecimento, observa-se que o pico da fase β não transformada (0111) vai discretamente sendo deslocado para esquerda (indicando aumento de “d”) enquanto o pico da fase γ_2 (520) e α (220) deslocam-se para direita. O deslocamento dos picos difratados sugere para fase β

não transformada um menor ordenamento, enquanto observa-se uma cinética mais acelerada de precipitação da fase α .

Os difratogramas das amostras tratadas a 425⁰C são mostrados na Figura 2(C), onde se observa a presença das fases β_1' , α e γ_2 . A intensidade dos picos de β_1' relativo aos planos (202), (0018), (128), (208) e (1210) e da fase γ_2 relativo aos planos (300), (600) e (721) vai aumentando com o tempo de envelhecimento até 80 min. A fase γ_2 (plano 721), aumenta até os 30 min., e diminui aos 80 min. de exposição devido ao aumento na intensidade de pico de α . Este resultado parece indicar que existe um processo de crescimento competitivo entre as fases α e γ_2 a esta temperatura^(5,6). Observa-se que apesar da cinética de precipitação da fase γ_2 ser mais rápida que a precipitação da fase α , esta última é mais estável a esta temperatura. Observa-se aos 30 min. de envelhecimento uma maior quantidade de precipitados de α e γ_2 torna evidente o intenso processo difusivo.

As amostras tratadas a 585⁰C, cujos difratogramas estão mostrados na Figura 2(D), apresentam maior ordenamento estrutural em relação a amostra tratada em temperaturas inferiores. O maior ordenamento se faz notar pela menor largura dos picos das fases presentes, sendo mais notável para a fase martensítica β_1' . A fase martensita β_1' aparece segundo os planos (0018) e (128); a fase α através do plano (200) e (220); a fase γ_2 através dos planos (300) e (600); e a fase NiAl segundo o plano (100). Nesta temperatura ainda se observa um processo de precipitação competitiva notável entre as fases α (200) e γ_2 (600). Entretanto, a uniformidade e a menor largura dos picos difratados das fases observadas sugerem menor efeito difusional das transformações de fases nesta temperatura de tratamento.

Os difratogramas das amostras tratadas a 600⁰C mostrados na Figura 2(E), indicam uma diminuição das intensidades dos picos de β_1' nos planos (0018) e (128). A fase γ_2 é identificada através dos picos dos planos (211), (300), (511), (600), (651), (820) e (660); a fase α aparece através do plano (200) e (220) e a fase NiAl através dos planos (100) e (211). A presença da fase α aos 120 min. de envelhecimento a 600⁰C indica que a temperatura de dissolução da fase α não foi iniciada. Para as amostras tratadas a 700⁰C, os difratogramas da Figura 2(F), apresentam a fase martensita β_1' através dos picos (122), (202), (0018), (128), (1210)

e (210); a fase γ_2 através dos planos (631), (440), (550) e (320); e a fase α segundo os planos (220) e (331). Na Figura 2(F) pode-se observar um aumento da fração volumétrica das fases α e γ_2 até os 30 min. de envelhecimento. Para tempos superiores estas fases começaram a serem dissolvidas, porém ainda são observados alguns traços delas após 180 min. de envelhecimento. A cinética de reação da fase α é mais rápida que a da fase γ_2 . Para esta temperatura de tratamento, nota-se um intenso processo difusivo caracterizado pela grande alternância nas intensidades dos picos difratados das fases α e γ_2 que vão desaparecendo gradualmente com o tempo de tratamento de dissolução.

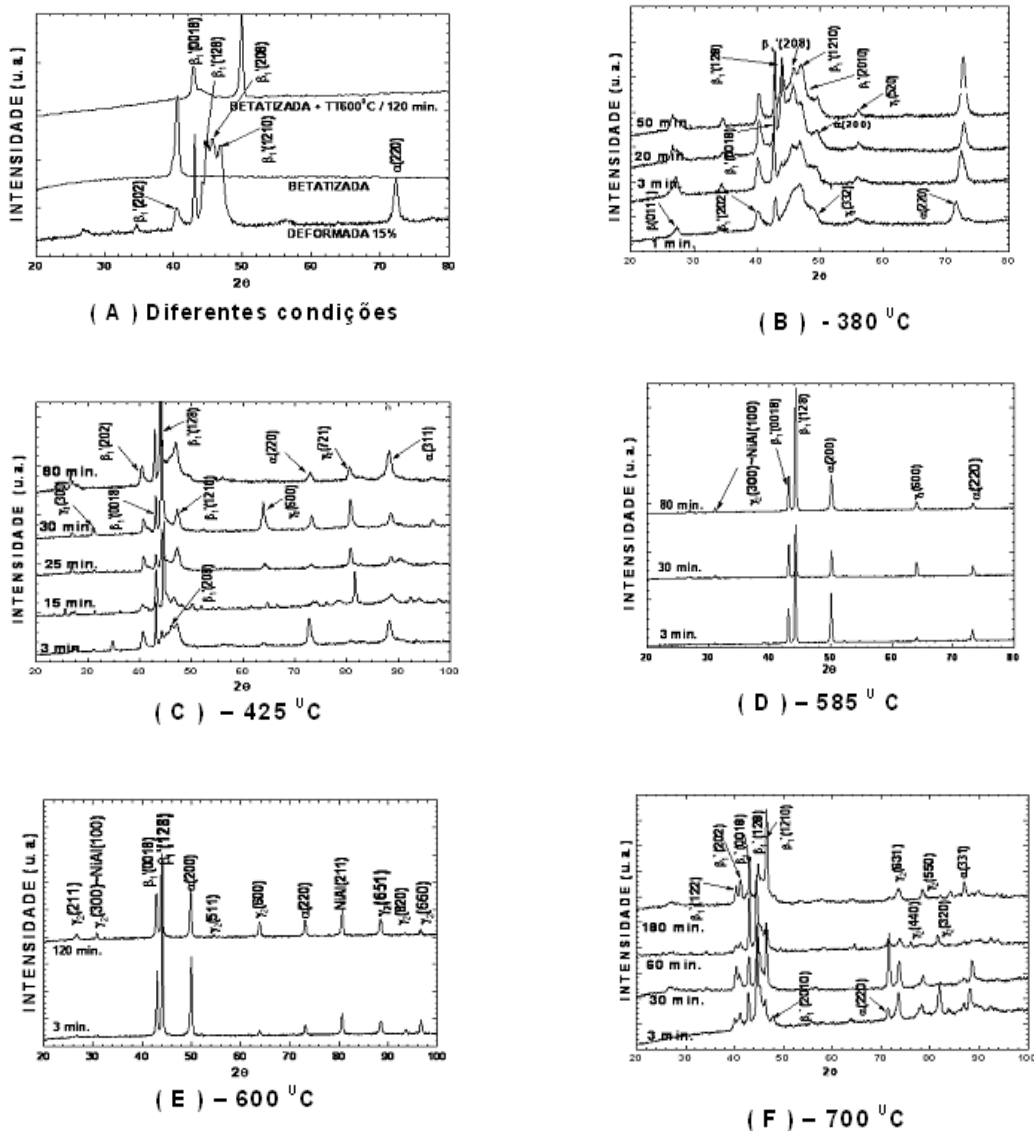


Figura 2 – Difratogramas de raios-X. (A) Amostras em diferentes condições de tratamentos termomecânicos. (B) a 380; (C) a 425; (D) a 585; (E) a 600 e (F) a 700°C.

CONCLUSÕES

Durante a fabricação, a trabalhabilidade a frio foi favorecida: pela laminação prévia a 750⁰C; redução por passes não superando os 5% da espessura; deformação máxima de 15% da espessura.

Foram observadas as precipitações das fases α , γ_2 e NiAl simultaneamente à recristalização em temperaturas próximas a 425⁰C. Em temperaturas próximas a 600⁰C observou-se a dissolução parcial destes precipitados. A fração volumétrica de α diminui com o aumento da temperatura a partir de 585⁰C, temperatura onde parece iniciar o processo de betatização, cujo pico é observado a 600⁰C, temperatura acima da qual se recomenda o trabalho a quente.

REFERÊNCIAS

- (1) LI W. Z. e ZHOU, J.P. in: Tang, S.M., Chung, C.Y. e Liu, W.G. **Preparation of Cu-Al-Ni based shape memory alloys by mechanical alloying and powder metallurgy method.** Journal of Materials Processing Technology, v.63, p.307-312, 1997.
- (2) GAMA, J.L.L.; DANTAS, C.C., QUADROS, N.F., FERREIRA, R.A.S. e YADAVA, Y.P. Microstructure-Mechanical property relationship to copper alloy with shape memory during thermomechanical treatments. **Metallurgical and Materials Transactions A**, V.37A, p.77-86, jan-2006.
- (3) Gama, J. L. L. e Ferreira, R.A.S. **Caracterização microestrutural dos fenômenos precipitação / recristalização em uma liga Cu-Al-Ni-Ti-B.** 63^o Congresso anual da Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, agosto 2008, Santos-SP, Brasil.
- (4) KAINUMA, R, TAKAHASHI, S. ISHIDA, K. **Thermoelastic martensite and shape memory effect in ductile Cu-Al-Mn alloys.** Metallurgical and Materials Transactions A, v.274A, p.2187-2195, 1996.

(5) KÖSTER, U. Recrystallization involving a second phase. **Metal Science**, v.8, p.151-160, 1974.

(6) SINGH, J. CHEN, H. Decomposition of the γ_2 phase in a Cu-Al-Ni shape memory alloy at elevated temperatures. **Scripta Metallurgica**, v.19, p.887-890, 1985.

MICROSCOPY MODIFICATIONS IN AN AGEDED Cu-Al-Ni-Mn ALLOY.

J.L.L.Gama
R.A.S. Ferreira

ABSTRACT

An Cu-12Al-4Ni-3Mn shape memory alloy have been manufactured using an induction furnace of 24 KVA. After melting, chemical analyse was performed by X-ray fluorescence (XRF). The phase transformation of this alloy was studied in the different sequences produced during thermomechanic treatments. After homogenization, the ingot was solution treated at 850°C. At 750°C samples were submitted to a reduction by rolling to about 30% in thickness, followed by water-quenching. In sequence, the ingot was cold-rolled at different thicknesses. In deformed state, sample of this alloy was submitted to the thermal analyse-DTA for identification of the phase transformation domains. For each identified domain, ageing was carried out, at different times, to evaluate the presence of the different phases. Samples were characterized ray-X diffraction. The results showed that the microstructural evolutions are of a complex nature. At 425°C temperature both recrystallization and precipitation of different phases were simultaneously observed.

Key Words: Cu-Al-Ni alloys; shape memory; copper alloys.