

## OBTENÇÃO DA LIGA Cu<sub>13</sub>Al<sub>4</sub>Ni VIA METALURGIA DO PÓ

L.J. Grossi<sup>(1)</sup>, N. Damasceno<sup>(1)</sup>, P.V. Muterlle<sup>(1)</sup>

(1) Universidade de Brasília- Departamento de Engenharia Mecânica  
Campus Universitário Darcy Ribeiro-Faculdade de Tecnologia  
CEP - 70910-900 - Asa Norte-Brasília-DF  
[laraigrossi@yahoo.com.br](mailto:laraigrossi@yahoo.com.br)

### RESUMO

*A metalurgia do pó é uma técnica ambientalmente vantajosa e que permite a confecção de grandes quantidades de peças, com ótimo acabamento superficial e tolerâncias dimensionais. Para a confecção de peças utilizando esta técnica, realiza-se etapas básicas como a caracterização dos pós, mistura e homogeneização, compactação e por fim, a sinterização. Neste contexto, este trabalho tem como objetivo a obtenção da liga Cu<sub>13</sub>Al<sub>4</sub>Ni via metalurgia do pó. Para isto, realizou-se a moagem de alta energia durante 2, 4 e 8 horas. Em seguida, o pó moído foi compactado e posteriormente, sinterizado em forno com atmosfera controlada. Em todas as amostras calcularam-se as porosidades, densidades aparente, a verde e das peças sinterizadas. Observou-se que o tempo de moagem afeta de forma direta na sinterização da peça. Os melhores resultados foram obtidos para as amostras moídas por 4 horas. Estas apresentaram porosidade de 21,52% e densidade do sinterizado de 6,380 g/cm<sup>3</sup>.*

*Palavras-chave: Metalurgia do pó, liga Cu<sub>13</sub>Al<sub>4</sub>Ni, moagem de alta energia.*

### INTRODUÇÃO

Quando se deseja confeccionar um produto a escolha da técnica de fabricação é de grande importância para se obter produtos de qualidades, e com as características desejadas. A metalurgia do pó é uma técnica recente, sob o ponto de vista da indústria, seu crescimento, de fato, se deu após 1960. Porém, existem relatos da existência de peças confeccionadas através desta técnica com

aproximadamente 6000 anos, como por exemplo, peças fabricadas a partir de pó de ferro <sup>(1,2)</sup>.

O crescimento da utilização da metalurgia do pó está relacionado com sua característica de ser ambientalmente vantajosa, por demandar baixo consumo de energia, ter um aproveitamento acima de 95% da matéria prima e ser um processo não poluente. Além disso, esta técnica permite a fabricação de grande quantidade de peças possuindo ótima tolerância dimensional e acabamento superficial. Porém, peças que possuem cantos “vivos”, determinadas geometrias e grandes tamanhos, são inviáveis de serem fabricadas através desta técnica <sup>(1)</sup>.

A técnica de metalurgia do pó vem sendo amplamente estudada como via de fabricação de ligas com efeito memória de forma, como por exemplo as ligas de NiTi muito utilizada na área médica. Porém, por possuírem alto custo, há o interesse em ligas que possam substituí-las, como por exemplo, as liga CuAlNi. Estas, apesar de não possuírem propriedades ao nível da NiTi, apresentam baixo custo com facilidade de obtenção e altas temperaturas de transformações, podendo ser utilizadas em temperaturas superiores a 100°C <sup>(2)</sup>.

Neste contexto, diferentes metodologias na técnica de metalurgia do pó para a fabricação da liga CuAlNi vem sendo pesquisadas, como a aplicação da compactação isostática a quente, a utilização de pós pré-ligados através da atomização, a ligação mecânica dos pós através de moagem de alta energia, dentre outras técnicas <sup>(3)</sup>

O estudo da liga CuAlNi, bem como seu processo de fabricação é de grande importância por esta possuir alta aplicabilidade na indústria e apresentar o efeito memória de forma O presente trabalho tem como objetivo obter a liga Cu<sub>13</sub>Al<sub>4</sub>Ni via metalurgia do pó utilizando a moagem de alta energia como técnica de mistura e homogeneização dos pós elementares.

## **MATERIAIS E MÉTODOS**

O presente trabalho apresenta o processamento da liga Cu<sub>13</sub>Al<sub>4</sub>Ni através da técnica de metalurgia do pó. Inicialmente realizou-se a caracterização individual de cada pó (cobre, alumínio e níquel) quanto à morfologia através do Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV)/Espectroscopia por Energia de Raio-X (EDS) da

marca *Jeol*. A pureza dos pós metálicos envolvidos foi determinada através da técnica EDS.

Os pós de Cu, Al e Ni foram pesados obedecendo as suas respectivas proporções na liga, ou seja, 83%, 13% e 4%. Acrescentou-se 1% da massa total os pós de estearato de zinco, o qual atuou como agente lubrificante. A moagem de alta energia foi realizada em um moinho de bolas planetários, da marca *Retsch*. O procedimento baseou-se na variação do tempo de moagem sendo esta realizada, em diferentes amostras por 2, 4 e 8 horas, com intervalos consecutivos de 4/10, ou seja, 4 min de desbanco a cada 10 min de rotação com velocidade de 250 rpm em vácuo, com razão bola-pó de 10:1.

Após a moagem as misturas de pós foram analisadas no MEV, utilizando a técnica de electrón-retroespelhado, para a confirmação da formação de ligação mecânica entre os pós elementares. Além disso, foi determinado o valor da densidade aparente da mistura para os diferentes tempos de moagem. Este valor foi obtido segundo Chaverini (2001) <sup>(1)</sup> calculando o resultado entre a massa do pó solto e seu respectivo volume.

A compactação da mistura dos pós foi realizada uniaxialmente a frio em uma matriz cilíndrica de 30 mm de altura, diâmetro externo de: 25 mm e diâmetro interno de 13 mm. Utilizou-se uma prensa hidráulica, realizando três ciclos de prensagem de 60 segundos cada, até a pressão final de 29,95 MPa. Com um paquímetro digital, obtiveram-se as dimensões de cada amostra para o posterior cálculo do volume, e pesaram-se as amostras em uma balança analítica para o posterior cálculo das densidades a verde.

Posteriormente, realizou-se a sinterização das peças compactadas. Foi utilizado um forno tubular com atmosfera controlada de argônio. A sinterização foi feita em duas etapas. A primeira etapa consistiu no aquecimento de 25°C até 450°C seguido de uma isoterma de 30 minutos, para a eliminação do estearato de zinco. A segunda etapa continuou-se o aquecimento de 450°C até 1000°C seguido de uma isoterma de uma hora e meia e resfriamento no forno. Por fim, foram calculadas as densidades do sinterizado de acordo com o método de Arquimedes segundo a norma ASTM-C744-74.

Com o intuito de comparação entre os valores encontrados para a liga fabricada via metalurgia do pó e o valor teórico, e o posterior cálculo da porosidade, determinou-se o valor da densidade teórica de acordo com a Equação (A) <sup>(4)</sup>.

$$\rho_t = \frac{[(\rho_{Cu} \times \%_{Cu}) + (\rho_{Al} \times \%_{Al}) + (\rho_{Ni} \times \%_{Ni})]}{100} \quad (A)$$

Para este cálculo considerou-se  $\rho_{Cu}=8,93 \text{ g/cm}^3$ ,  $\rho_{Al}=2,70 \text{ g/cm}^3$  e  $\rho_{Ni}=8,91 \text{ g/cm}^3$ ,  $\rho_{est}=1,05 \text{ g/cm}^3$ . Assim, para avaliar a qualidade final das ligas obtidas, também foram calculados os valores das porosidades ( $\varphi$ ) dos sinterizados. Utilizou-se a Equação (B) para a realização desses cálculos <sup>(4)</sup>.

$$\varphi = \left[ 1 - \left( \frac{\rho_t}{\rho_{sint}} \right) \right] \times 100 \quad (B)$$

Em que,  $\rho_t$  representa a densidade teórica da liga, calculada através da Equação (A), e  $\rho_{sint}$  a densidade do sinterizado obtida pelo método de Arquimedes.

Para a análise de microscopia nas peças sinterizadas realizou-se o procedimento metalográfico de acordo com a norma ASTM E3-11, as quais foram cortadas, embutidas, lixadas na sequência de lixas de granulometria de #220, #400, #800, #1200 e #2500 e polidas em alumina de 1 e 0,03  $\mu\text{m}$ . Posteriormente, estas foram analisadas no MEV.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

### Caracterização dos pós elementares

Na análise dos pós de Cu,Al e Ni realizada através do MEV e da técnica EDS, observou-se que cada pó elementar possui formato e purezas diferentes, como é apresentado na Figura 1. O pó de Cu apresenta pureza de 99,62% e formato poroso caracterização a fabricação por deposição eletroquímica (fig.1a).

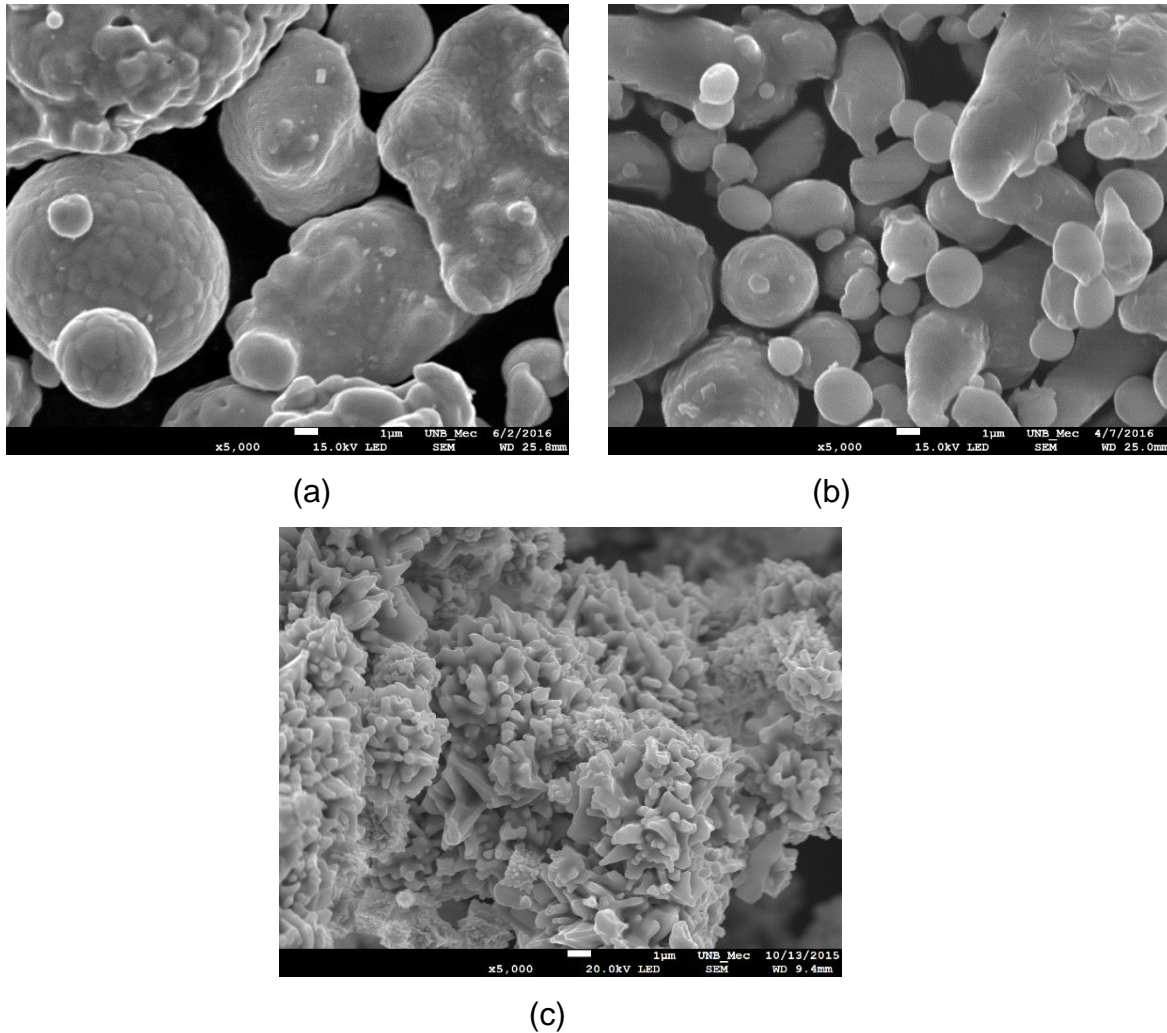


Figura 1: Morfologia dos pós metálicos. Aumento de 5000x (a) pó de Cu (b) pó de Al (c) pó de Ni.

As análises dos pós de Al mostraram que este possui pureza de 99,96% e a morfologia com formato irregular, demonstrando que foi fabricado pelo processo de atomização a água (fig. 1b). Para os pós de Níquel as análises apresentaram pureza de 99,67% e formato esponjoso, caracterizando a fabricação pelo processo de Carbonila (fig. 1c).

Como no processo de metalurgia do pó, os pós elementares envolvidos precisam apresentar pureza acima de 99,5%<sup>(1)</sup>, pode-se dizer que todos os pós metálicos utilizados na fabricação da liga Cu13Al4Ni estão de acordo com o esperado.

### **Moagem**

Com as imagens obtidas através da técnica de electrón-retroespalhado observa-se que houve ligação mecânica entre os pós elementares envolvidos no

processo de moagem de alta energia. É possível identificar diferença de tonalidades na mistura, caracterizando, diferentes elementos. Assim, as partículas mais escuras são as de cobre, as mais claras de alumínio e o níquel tem difícil identificação por estar presente em pequenas proporções <sup>(5)</sup>. A Figura 2 apresenta as imagens dos pós moídos durante 2 horas, 4 horas e 8 horas respectivamente.

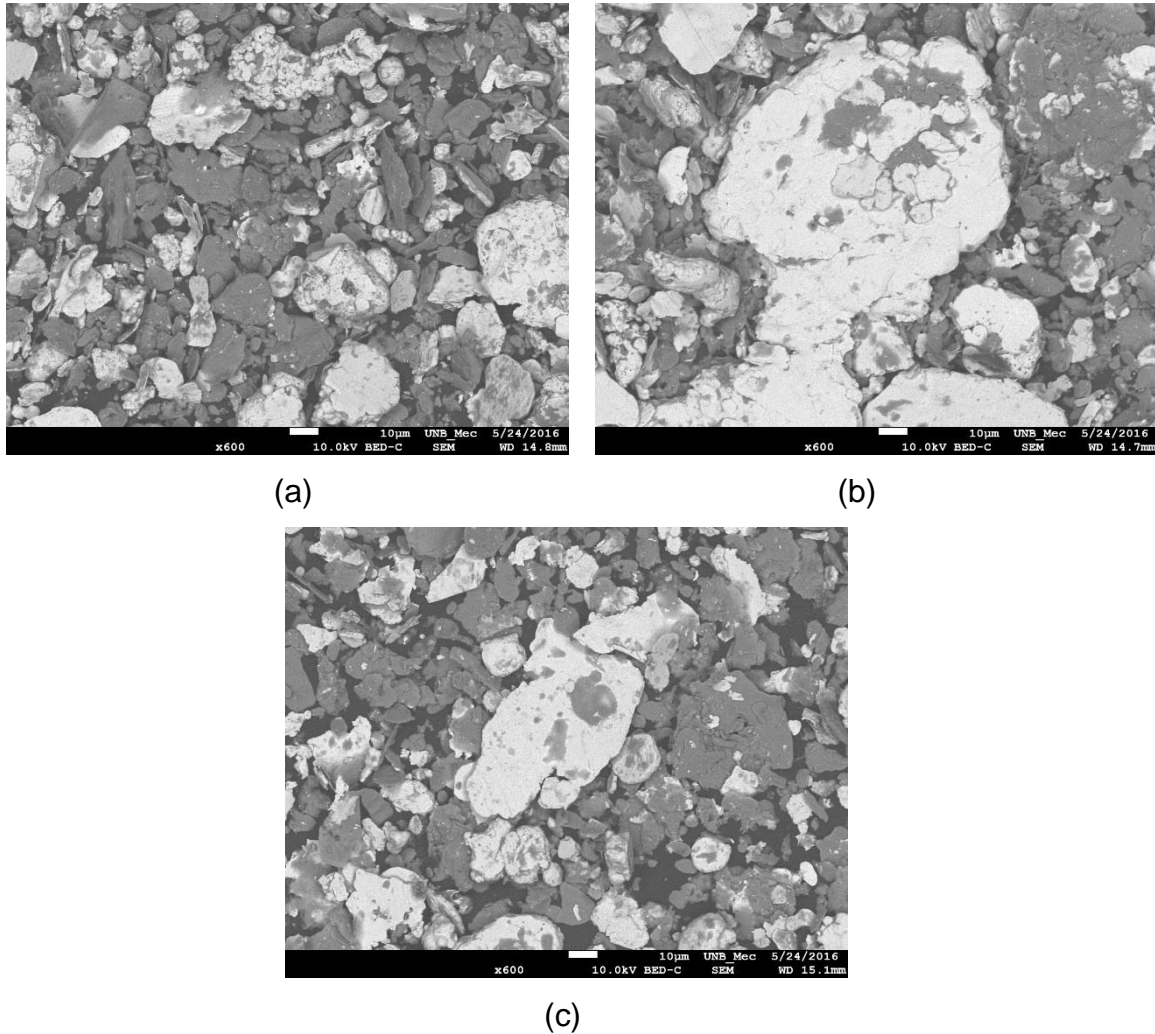


Figura 2: Pós metálicos após moagem com aumento de 600x. (a) 2h de moagem (b) 4 h de moagem (c) 8h de moagem

Observa-se que com o aumento do tempo de moagem há uma maior homogeneização entre os componentes e, aparente aumento das placas de soldagem entre os elementos. Para os três tempos de moagem, não é possível identificar os pós elementares individualmente pelos seus formatos.

Na Tabela 1 está disponível o cálculo da densidade aparente para cada mistura nos diferentes tempos de moagem.

Tabela 1: Valores para as densidades aparentes das misturas

	Moagem de 2 h	Moagem de 4 h	Moagem de 8 h
Massa (g)	5,590	4,872	4,279
Volume (cm <sup>3</sup> )	2,000	2,000	2,000
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	2,795	2,436	2,140

Observa-se que elevando o tempo de moagem a mistura torna-se menos densa. Este fato está relacionado com a maior ligação entre as partículas em moagens com maiores durações. Ou seja, quanto mais as partículas se diferem do formato esférico, menor será sua densidade aparente <sup>(1)</sup>.

### **Compactação**

Os valores obtidos para as densidades a verde, ou seja, após o processo de compactação, estão dispostos na Tabela 2.

Tabela 2: Valores das densidades a verde nos diferentes tempos de moagem.

	Moagem de 2 h	Moagem de 4 h	Moagem de 8 h
Massa (g)	5,800	4,272	4,017
Volume (cm <sup>3</sup> )	0,980	0,832	0,783
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	5,918	5,135	5,130

Com os valores encontrados para as densidades a verde dos pós compactados, observa-se que com o aumento do tempo de moagem, os valores das densidades diminuem. Este fato pode ser explicado, da mesma maneira como foi apresentado para a densidade aparente. Ou seja, aumentando o tempo de moagem, as partículas há maior ligação entre as partículas, e estas por se diferirem do formato esférico a compactação se torna mais difícil, havendo o aumento da densidade a verde com o aumento do tempo de moagem <sup>(6)</sup>.

### **Sinterização**

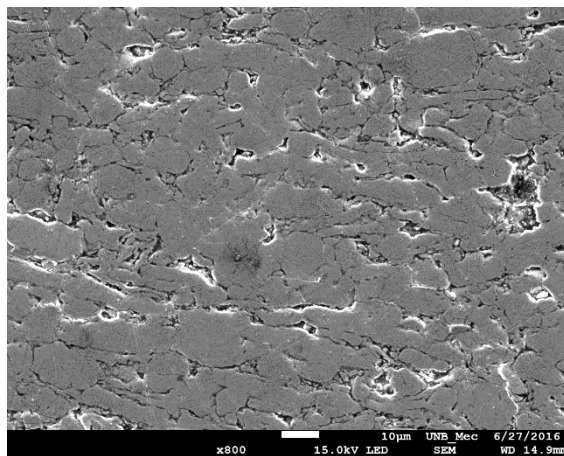
O valor da densidade teórica encontrada para a liga Cu13Al4Ni em estudo foi de  $\rho_t = 8,130$  g/cm<sup>3</sup>. Assim, calculou-se a porosidade das peças sinterizadas calculadas através da Equação (B), e a densidade dos sinterizados como é apresentado na Tabela 3.

Tabela 3: Densidades e porosidade dos sinterizados

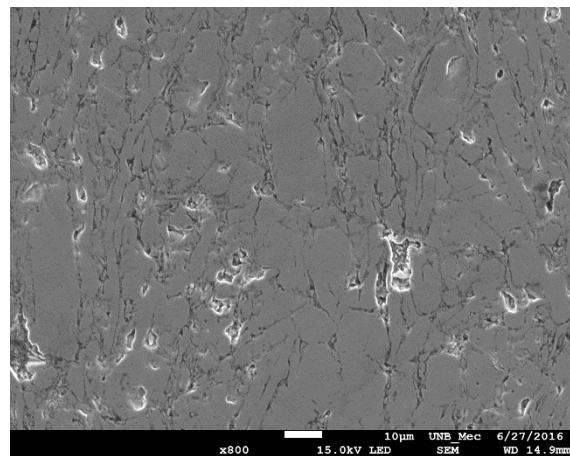
	$P_{sint}$ (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidade ( $\varphi$ )
Moagem de 2 h	5,679	30,15%
Moagem de 4 h	6,380	21,52%
Moagem de 8 h	6,363	21,73%

Os resultados obtidos mostram que as maiores densidades foram para os tempos de moagem mais altos. Ou seja, o tempo de moagem afeta de forma direta a sinterização<sup>(5)</sup>. Também pode ser observado, que a maior densidade foi obtida para a moagem de 4 horas. Este fato está incoerente com o que foi apresentado por Tang et al. (1997) <sup>(5)</sup>, o qual afirmou que, em moagens com tempos muito pequenos a densidade do sinterizado é baixa e esta vai aumentando com o aumento do tempo de moagem. Sendo que, este aumento ocorre até um certo limite, e tempos de moagens altos (acima de 20 horas de moagem) podem diminuir a densidade do sinterizado. Essa incoerência pode estar associada a erros experimentais, uma vez que, a diferença entre as densidade da moagem de 4 horas e da moagem de 8 horas é pequena.

Baixos valores de densidade e, conseqüentemente elevados valores de porosidade podem estar relacionados com a pressão e método de compactação, e ainda com a quantidade de lubrificante estearato de zinco adicionada na mistura dos pós<sup>(5)</sup>. A microscopia dos sinterizados realizada no MEV é apresentada na Figura 3.

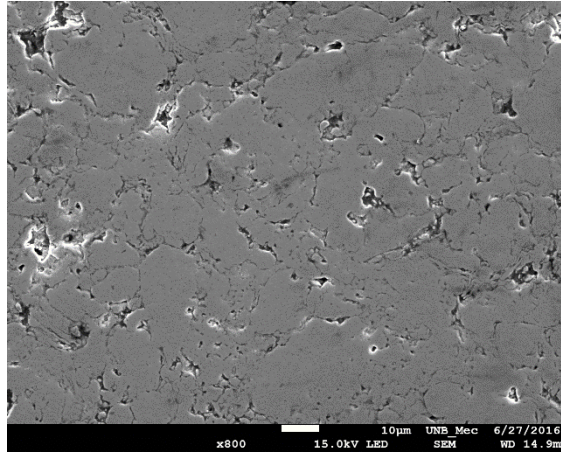


(a)



(b)





(c)

Figura 3: Imagens dos sinterizados obtidas no MEV. Aumento de 800x. (a) Moagem de 2h (b) Moagem de 4h (c) Moagem de 8h.

Nas imagens da Figura 3 pode-se observar alguns poros, porém, é visível que em todos os casos houve sinterização e difusão entre os elementos, obtendo melhores resultados para as moagens de 4h e 8 h.

## CONCLUSÕES

A técnica de metalurgia do pó se mostrou viável na obtenção da liga Cu13Al4Ni em estudo. Entretanto, alterações como o ferramental de compactação, quantidade de lubrificante adicionada e condições de sinterização devem ser aprimoradas para melhores resultados, como por exemplo, a diminuição da porosidade.

Foi observado que o tempo de moagem afeta de forma direta os valores das densidades aparentes, a verde e do sinterizado. Este fator está relacionado, principalmente, pela modificação das morfologias dos pós metálicos e pela ligação mecânica que ocorre entre eles. A densidade do sinterizado da moagem de 8 horas foi 12% maior que a de 2 horas, entretanto, a densidade do sinterizado da moagem de 4 horas foi 0,2% maior que a de 8 horas.

Assim, maiores tempos de moagem, no caso 4 e 8 horas, favorece a obtenção de produtos com mais qualidade. Desta forma, o tempo de moagem é um fator fundamental na obtenção da liga, devendo ser criteriosamente definido.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem à Capes pelo suporte financeiro, às empresas Alcoa, Imbra e Altom Metalurgia pelo fornecimento de matérias primas para a elaboração deste trabalho.

## REFERÊNCIAS

1. CHIAVERINI, Vicente. **Metalurgia do pó**. 4. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Metálicos, 2001. 313 p.
2. SCHWARTZ, M., 2009, *Smart Materials*, 1<sup>o</sup> Boca Raton, CRC Press.
3. IBARRA, A.; SAN JUAN, J.; BOCANEGRA, E.H. NÓ, M. L. Thermo-Mechanical characterization of Cu-Al-Ni shape memory alloys elaborated by powder metallurgy. **Materials Science And Engineering**. Bilbao, p. 782-786. dez. 2005.
4. JABUR, Adnan S.; AL-HAIDARY, Jafar T.; AL-HASANI, Emad S.. Characterization of Ni-Ti shape memory alloys prepared by powder metallurgy. **Journal Of Alloys And Compounds**. Amsterda, p. 136-142. jan. 2013.
5. S.M.TANG et al. Preparation of Cu-Al-Ni-based Shape Memory Alloys by Mechanical Alloying and Powder Metallurgy Method. **Journal Of Materials Processing Technology**. Amsterda, p. 307-308. jan. 1997.
6. KNEWITZ, Fabio Luiz. Estudo comparativo de amostras de NiTi produzidas por metalurgia do pó. 2009. 56 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Engenharia Metalúrgica, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009.

## TITLE

### OBTAINMENT OF THE ALLOY Cu<sub>13</sub>Al<sub>4</sub>Ni USING PROCESSED BY POWDER METALLURGY

## ABSTRACT

*The powder metallurgy is a technique environmentally advantageous that allows the production of many pieces, with a good superficial finishing and dimensional tolerance. For the production of pieces using technique, basics steps are carried out, as the characterization of powders, the mixing and homogenization, compacting and sintering. In this context, this work has as objective the obtainment of the Cu<sub>13</sub>Al<sub>4</sub>Ni alloy via powder metallurgy. For this, was made a high energy*

*milling for 2, 4 and 8 hours. Then, the milled powder was compacted and posteriorly, sintered in an oven with controlled atmosphere. It was observed that the milling time affects directly in sintering of the pieces. The best results obtained were for the samples that were milled for 4 hours. This samples have showed 21, 52% of porosity and 6,382 g/cm<sup>3</sup> of the density of sintered.*

*Key words: Powder metallurgy, Cu13Al4Ni alloy, high energy milling.*