

RELATÓRIO TÉCNICO-CIENTÍFICO

Projeto: DESENVOLVIMENTO DE MICRO E NANOESTRUTURAS EM LIGAS METÁLICAS A BASE DE COBRE VISANDO ALTA CONDUTIVIDADE ELÉTRICA.

Professor Pesquisador Líder: Waldemar Alfredo Monteiro

Professores participantes do projeto: Juan Alfredo G. Carrió; Terezinha Jocelen Masson.

Alunos participantes do projeto: Anderson Kenji Okazaki (aluno bolsista, graduação); Lara Merschmann Marques (aluna bolsista, graduação); Marcelo Almeida Carvalhal (aluno bolsista, pós-graduação: fevereiro a junho de 2011); Samantha Mainine Ferreira (aluna bolsista, pós-graduação: julho de 2011 a janeiro de 2012); Claudia Rodrigues da Silveira (aluna voluntária, graduação); Guilherme Felix e Silva (aluno voluntário, graduação: fevereiro a junho 2011).

Introdução

A procura por materiais metálicos e seus compósitos que apresentem melhor desempenho é um importante campo de pesquisa e desenvolvimento. Certamente a demanda para melhor uso de reservas naturais, visando menor consumo de energia e produção mais eficiente de materiais somente pode ser alcançada quando menos material for usado em aplicações especiais.

O trabalho abrangeu a obtenção e o estudo de ligas ternárias $Cu_{y\%}Ni_{x\%}Me$ onde x e y são valores variáveis e Me correspondem ao terceiro elemento de liga (Cr, Al) por metalurgia do pó. Procurou-se estudar a adequação micro/nanoestrutural, alta resistência mecânica e elevada condutividade elétrica de algumas das ligas obtidas. Estudou-se também possível supercondutividade em tais materiais realizando-se medidas de condutividade elétrica em baixas temperaturas (293K, 273K, 195K e 77K).

O material de partida (pós metálicos de alta pureza) já tinha sido adquirido em projeto anterior não havendo necessidade de novas aquisições no período de estudo realizado. Após adequação do processo de compactação, sinterização e homogeneização foi realizada a caracterização microestrutural, estrutural e elétrica.

O forno elétrico dedicado a tratamentos térmicos com atmosfera controlada foi adquirido, embora só tenha sido entregue em novembro de 2011 e com problemas constatados durante a sua instalação em nosso laboratório motivado pela impossibilidade de instalação em tempo hábil do forno adquirido por uma inadequação do sistema que apóia o tubo de quartzo/alumina e que por esta razão foi devolvido e estará sendo totalmente refeito pela firma que o construiu.

Assim foram utilizados fornos alternativos nos tratamentos térmicos de sinterização, de homogeneização ou especiais, sob atmosfera controlada. Em razão de análise criteriosa de dados obtidos tem-se verificado a necessidade de um complemento com relação a tratamentos térmicos especiais visando atingir condição ideal de aplicabilidade tecnológica das ligas ternárias a base de cobre. Este forno opera em melhor desempenho quando controlado por um microcomputador acoplado, pois com o mesmo poder-se-á realizar convenientemente rampa de aquecimento e de resfriamento podendo armazenar esta informação em posteriores tratamentos térmicos.

Os resultados mais significativos deste projeto estão sendo apresentados em trabalhos científicos em iniciação científica, trabalhos de graduação interdisciplinar (TGI), mestrados e congressos científicos nacionais.

Iniciou-se, por outro lado, preliminarmente pesquisas envolvendo a colocação a colocação de material cerâmico (ítria ou alumina) juntamente com os pós metálicos visando possível melhoria das propriedades elétricas do compósito, na obtenção do material final utilizou-se o mesmo procedimento experimental das ligas ternárias. Os dados não serão aqui discutidos, mas os resultados obtidos geraram um trabalho apresentado no PTECH 2011 (OKAZAKI 2011)

A formação de recursos humanos (graduação e pós-graduação), a aquisição de equipamentos de caracterização estrutural e de condutividade elétrica aumentando substancialmente o numero de técnicas de medidas experimentais de nossa pesquisa (UPM), além da utilização de tecnologia que está em crescente demanda no mundo e que está sendo cada vez mais empregada no Brasil (Metalurgia do pó / Física de Estado Sólido) tem motivado a continuidade em pesquisas micro e nanoestruturais em materiais (micro e nanotecnologia).

A maioria dos materiais metálicos passa, em alguma etapa de sua fabricação, por processos de deformação a frio e/ou a quente para que sejam obtidos produtos como chapas, arames, tubos, etc. Em alguns destes processos podem ocorrer, ao mesmo tempo, alterações microestruturais (ou nanoestruturais) relacionadas com encruamento, recuperação e recristalização. Materiais finamente estruturados são policristais com tamanho de grão abaixo de um micron. O termo “material nanoestruturado” é usado para materiais de estrutura ultrafina com um tamanho de grão entre 10 e 100nm e o termo “material submicroestruturado” para tamanhos de grão entre 100nm e 1µm.

Juntamente com boa propriedade elétrica é importante que o material metálico tenha aumento significativo em resistência mecânica e tenacidade; mudanças importantes em propriedades físicas têm sido observadas em materiais ultrafinamente estruturados (UFE) quando comparados com os equivalentes materiais de grãos grosseiros.

Este projeto estudou materiais metálicos visando contatos e dispositivos elétricos que podem ser obtidos ou por fundição convencional ou por metalurgia do pó, processo este que tem sido utilizado em escala de laboratório por este grupo de pesquisa juntamente com alunos de graduação e pós-graduação de nossa instituição.

Na rota da metalurgia do pó pode ser iniciado com particulado de tamanho nanométrico e tentar consolidar seguindo técnicas convencionais por metalurgia do pó, evitando crescimento excessivo do tamanho de grão do material de partida (pó metálico). Isto implica em processamentos utilizando temperaturas relativamente baixas, sem esquecer-se da manipulação cuidadosa e complexa dos pós de tamanho de grão extremamente finos (podem ser pirofóricos, por exemplo).

A Metalurgia do Pó pode gerar estruturas de grande homogeneidade e altamente reprodutíveis, principalmente em se tratando de ligas metálicas. Esta é uma enorme vantagem sobre a técnica de fusão, em especial quando se trabalha com ligas de elementos com grande diferença de ponto de fusão, pressão de vapor e densidade (GHADIRI 1991, STADLER 1989, ISMSPM 1991, KAYSSER 1991).

Uma das vantagens competitivas que tem a metalurgia do pó é sua capacidade de produzir peças em seu formato final ou próximo a este, dispensando assim onerosas etapas de acabamento, ou exigindo um trabalho de acabamento muitíssimo mais reduzido que outras técnicas. Isto é possível porque a peça é tornada rígida já em sua forma final. Isto significa que se deve dar à massa de pó uma forma geométrica. A esta tarefa, dá-se o nome de conformação ou compactação (via prensagem uniaxial, por exemplo). O agregado de pós é mecanicamente consolidado para formar um sólido relativamente denso, porém fracamente ligado, mas que pode ser convenientemente manuseado para o processamento posterior (ISMSPM 1991, KAYSSER 1991).

Após a conformação, as peças são levadas a um forno adequado para sinterização, sendo mais adequado se estiver sob atmosfera controlada. O produto compactado (“verde”) é então aquecido a uma temperatura homóloga relativamente alta (em relação à temperatura de fusão, à qual é inferior), resultando no crescimento e fortalecimento das ligações entre as partículas do pó, de modo a formar um produto final denso e com boa resistência mecânica.

A sinterização pode ser brevemente definida como um processo termicamente ativado através do qual um conjunto de partículas apenas em contato mútuo liga-se umas às outras, formando uma superestrutura rígida, total ou parcialmente densa (STADLER 1989, ISMSPM 1991, KAYSSER 1991). Diferentes materiais e pós com diferentes características sinterizam diferentemente, porém podem-se agrupar todos estes tipos em duas classes: a sinterização por fase sólida e a sinterização por fase líquida. Durante a sinterização, as partículas ligam-se umas às outras por contatos. Na sinterização por fase líquida, este

contato é feito por uma fase líquida. Na sinterização por fase sólida, a união das partículas cresce (aumenta) por difusão. A força motora para a sinterização é o ganho energético, ou seja, a diminuição da energia total do sistema de partículas com a diminuição da área superficial total do sistema. Juntamente com a sinterização também pode ocorrer o crescimento de grão (THÜMMLER 1993, KAYSSER 1991).

Diversos tipos de produtos à base de ligas de cobre podem ser fabricados por metalurgia do pó (MP): filtros, mancais porosos, materiais para fricção, contatos elétricos e peças estruturais. Essas características podem permitir o seu uso como elementos de contatos elétricos de chaves, interruptores, comutadores de transformadores, motores e outros equipamentos elétricos. Sendo um processo alternativo aos chamados processos convencionais, esta técnica também permite, em muitos casos, a fabricação de peças e componentes estruturais em condições economicamente mais vantajosas (GOMES 1987).

Como é notório o cobre e suas ligas são considerados como o terceiro material metálico mais utilizado no mundo, depois dos aços e do alumínio e suas ligas. Suas principais características são a elevada condutividade elétrica e térmica, boa resistência à corrosão e facilidade de fabricação, aliadas à elevada resistência mecânica (BROOKS 1988, BUTTS 1960, PHILLIPS 1971). Os elementos de liga são adicionados ao cobre com o intuito de melhorar a resistência, a ductilidade e a estabilidade térmica, sem causar prejuízos a sua forma, condutividade elétrica e térmica e resistência à corrosão característicos do cobre. As ligas de cobre apresentam excelente ductilidade, um pouco inferior à do metal puro. Suas principais características são as elevadas condutividades elétricas e térmicas, boa resistência à corrosão e facilidade de fabricação, aliadas a uma elevada resistência mecânica (CRANE 1986, PHILLIPS 1971).

A precisão no desenho das peças metálicas também é outro fator que vem agregar valor ao processo de sinterização. Processos como fundição, usinagem, extrusão e forjamento produzem muitas aparas e rebarbas; já o pó com a compactação e a posterior sinterização praticamente elimina a etapa de acabamento e ajuste nas peças produzidas que ocorre no processamento convencional (fusão). A resistência dos componentes metálicos, segundo especialistas, também pode ser calculada na medida de cada necessidade preservando todas as características e qualidades necessárias à aplicação em foco.

Um detalhe não menos importante do uso de metais em pó usado em componentes automotivos, eletrodomésticos (como mancais autolubrificantes) e peças estruturais é sua origem, em parte, na sucata. Os pós são produzidos utilizando os resíduos nobres derivados de indústrias de metalurgia, podendo chegar a ter um produto que vem 100% de um processo de reciclagem. Além disso o processo de sinterização também faz uso de elementos de liga menos agressivos, apresentando baixos índices de poluição.

A obtenção, estudo e caracterização de ligas metálicas a base de cobre por metalurgia de pó vem sendo desenvolvido na Universidade Presbiteriana Mackenzie desde 2007, sendo um dos temas de pesquisa em Ciência e Engenharia dos Materiais tendo como apoio principal em termos de pesquisa o Laboratório de Caracterização de Materiais do curso de Engenharia de Materiais da Escola de Engenharia e financeiro do Mackpesquisa (UPM).

Excetuando-se o elemento químico prata (Ag), o cobre de altíssima pureza tem condutividade elétrica mais alta do que qualquer outro metal. A condutividade relativa à temperatura ambiente de outros metais comparada com a do cobre (igual a 100) é: prata, 106; alumínio, 61; níquel, 25; ferro, 17; platina, 16; estanho, 15; chumbo, 8 (CRANE 1986, TAUBENBLAT 1986, ASM SPECIALTY HANDBOOK 2001, GOMES 1987, BROOKS 1988). A resistividade elétrica de um cobre de pureza padrão IACS (Padrão Internacional de Cobre Recozido, siglas em Inglês) foi estabelecida em 1913 pela Comissão Internacional de Eletrotécnica em “1/58 Ω ” por metro de comprimento e seção transversal de um milímetro quadrado a 20°C (293K). Este valor corresponde a 0,017241 Ω .

Os recentes resultados de condutividade elétrica (σ) situados entre 50% e 70% de IACS para amostras de Cu-Ni-Cr após algumas etapas de tratamentos térmicos já apresentados em 2011 em congresso nacional. Convém lembrar que diversos trabalhos deste grupo já foram apresentados em congressos nacionais e internacionais com referee, garantindo a legitimidade dos resultados obtidos (EPIDIC 2009, PTECH 2009, CBECIMAT 2010, SBPMAT 2010, PTECH 2011). Várias etapas deste trabalho foram desenvolvidas por alunos de iniciação científica, trabalhos de encerramento de curso, incluindo-se aqui também a defesa da dissertação de Mestrado profissional em Engenharia de Materiais de um dos integrantes do projeto (Marcelo Almeida Carvalho) utilizando os dados obtidos com as ligas ternárias Cu-Ni-Cr.

As ligas metálicas a base de cobre que apresentam endurecimento por precipitação ou por solução sólida poderão melhorar a sua resistência mecânica final e são conhecidas por sua excelente combinação de resistência mecânica e condutividade elétrica (CRANE 1986, TAUBENBLAT 1986, ASM SPECIALTY HANDBOOK 2001, GOMES 1987, BROOKS 1988, BUTTS 1960, PHILLIPS 1971, GOSH 1997, ROTEM 1985, ROTEM 1988).

Desde que solutos dissolvidos em outro metal puro rapidamente reduzem a condutividade elétrica (assim como a condutividade térmica), endurecimento por solução sólida não é desejável para projetar esta classe de ligas, que podem ser formuladas em termos de endurecimento por precipitação, discordâncias ou dispersão (GOSH 1997). O endurecimento por precipitação requer um decréscimo na solubilidade e do abaixamento da temperatura. Os tratamentos térmicos desenvolvidos consistem em aquecer a altas temperaturas onde todo o soluto está em solução e então o abaixamento da temperatura

onde a reação por precipitação pode ocorrer. A teoria de campos de tensão de ligas com precipitados ou fases dispersas está bem formulada e pode ser utilizada para projetar uma liga (BROWN 1979).

A solubilidade da fase responsável pelo endurecimento deve ser muito pequena, caso contrário, a condutividade cairá muito. Há duas formas pelas quais as reações por precipitação podem ocorrer: Mudando a temperatura ou mudando a pressão. Ambas têm sido usadas para produzir ligas de alta resistência e alta condutividade. A regra de Nordheim relaciona condutividade para dissolver um soluto na liga e, portanto, presta-se a este tipo de modelagem. Diminuindo o soluto dissolvido aumenta a condutividade e resistência devido a um aumento na fração volumétrica do precipitado (NORDHEIM 1931, STEINER 1983, GUHA 1984).

Além do endurecimento por precipitação, um maior endurecimento tem sido conseguido pela introdução de subestruturas de discordância para obtenção de ligas com alta resistência e condutividade. Como exemplo, um novo processamento termomecânico tem sido desenvolvido para produzir chapas finas de cobre-prata que têm limite de resistência de 1.025MPa e condutividade elétrica de 78%IACS. Estes resultados mostram que subestruturas de discordância têm muito menos efeito na condutividade comparado aos átomos do soluto (GEROLD 1982).

É bem conhecido que a resistência da liga metálica depende do tamanho, tipo, forma e distribuição das precipitações (dispersões) sendo a condutividade elétrica uma função da pureza da matriz. Tratamentos térmicos e mecânicos bem como variações na composição química têm sido utilizados visando aumento da resistência, da ductilidade e conformabilidade, mantendo uma boa condutividade elétrica das ligas binárias e ternárias a base de cobre. Em trabalhos anteriores, adequados desenvolvimentos foram realizados para obtenção de ligas metálicas por processo de fusão por arco voltaico (MONTEIRO 1990, MONTEIRO 1992, MONTEIRO 1994, MONTEIRO 1995 MONTEIRO 1997, JESUS 2000, SOUSA JR 2006, SILVA 2006) e por metalurgia do pó (CARRIÓ 2008).

Lâminas de cobre com alta resistência mecânica mantem a ductilidade devido à formação de nanocristalitos (diâmetro < 100 nm) em consequência de um extremo superresfriamento (nitrogênio líquido), seguido de tratamentos mecânicos. Outros trabalhos que estudam grãos ultrafinos em cobre descrevem um efeito oposto nas propriedades (WANG 2002). Assim isto motiva uma criteriosa análise estrutural e microestrutural por difração de raios X dos compostos obtidos por MP deste trabalho.

Por ser um trabalho exaustivamente elaborado e também demorado, algumas etapas propostas neste projeto estão sendo necessariamente continuadas em um novo projeto já aprovado por um dos membros da equipe.

A Tabela 1 apresenta alguns dados importantes da literatura relacionados à resistência mecânica e condutividade elétrica de algumas ligas comerciais e experimentais (escala de laboratório) à base de cobre.

Tabela 1 - Resistência mecânica e condutividade elétrica de ligas a base de cobre

| Materiais Metálicos | Resistência Mecânica (MPa) | Condutividade Elétrica (%IACS) |
|---------------------|----------------------------|--------------------------------|
| Cobre puro | 240 | 100 |
| Cu-25%Zn-10%Ni | 680 | 10 |
| Cu-3%Ti | 960 | 12 |
| Cu-2%Be | 1100 | 28 |
| Cu-2,2%Ni-0,6%Be ** | 760 | (60 ± 7) |
| Cu-1,0%Ni-0,5%Sn * | 520 | (35 ± 6) |
| Cu-1%Ni-1%Sn * | 540 | (37 ± 6) |
| Cu-5%Ni-5%Sn * | 620 | (34 ± 5) |
| Cu-1,0%Ni-0,5%Al * | 420 | (30 ± 5) |
| Cu-1%Ni-1%Al * | 370 | (30 ± 5) |
| Cu-5%Ni-5%Al * | 400 | (28 ± 5) |
| Cu-1,0%Ni-1,0%Cr * | 400 | (44 ± 5) |
| Cu-1,0%Ni-0,5%Cr * | 460 | (78 ± 5) |

Obs.:* Dados experimentais obtidos em pesquisas deste grupo (amostras compactadas, sinterizadas e homogeneizadas).

** Fonte: Monteiro 1997

Demais dados retirados da literatura

Materiais e Métodos

Em projetos anteriores o grupo de pesquisa foi agraciado com equipamento para caracterização elétrica (Milihomímetro - medidas de condutividade elétrica) e estrutural (Difratômetro de raios-X) para análise de amostras policristalinas que contribuirão para que as pesquisas desenvolvidas atualmente pelos grupos de pesquisa avancem mais rapidamente via aprofundamento das pesquisas que estão sendo realizadas atualmente. Outra grande contribuição foi a aquisição de um microscópio eletrônico de varredura pela UPM (Engenharia de Materiais) que virá completar os estudos microestruturais básicos.

Para que a atividade teórica - experimental deste projeto tivesse participação ativa de alunos de graduação e pós-graduação da UPM foi necessário todo um processo de aprendizagem:

- (a) Estudo em tópicos necessários ao entendimento de Ciência e Engenharia de Materiais (imprescindíveis ao bom desenvolvimento das atividades previstas). Participação no grupo de discussão em Ciência e Engenharia de Materiais (teórico e prático);
- (b) Discussão em reuniões do grupo (presentes os professores envolvidos no projeto e outros convidados juntamente com alunos bolsistas e alunos bolsistas voluntários);
- (c) Iniciação dos procedimentos de metalografia óptica para maior interatividade de todo o grupo;
- (d) Estudos de bibliografia específicos em tópicos necessários ao entendimento de Ciência dos Materiais;
- (e) Aprendizagem e utilização dos procedimentos de metalografia óptica;
- (f) Desenvolvimento das atividades previstas que estão sendo discutidas em reuniões do grupo (microscopia óptica, ensaios de dureza, condutividade elétrica). Início das medidas de microscopia óptica;
- (g) Aquisição de referenciamento bibliográfico por parte dos alunos sobre o tema desenvolvido;
- (h) Discussão de tópicos teóricos em reuniões do grupo necessários à interpretação das informações obtidas por microscopia óptica, da condutividade elétrica, ensaios de dureza;
- (i) Desenvolvimento dos trabalhos metalográficos com as amostras obtidas no projeto (microscopia óptica);
- (j) Confecção de diversas composições das ligas de cobre: preparação dos pós metálicos (particulados), mistura dos mesmos e compactação;
- (k) Escolha, adequação e aplicação dos ataques químicos (convencionais e coloridos) adequados nos estudos desenvolvidos com a caracterização por metalografia óptica bem como eletrônica em amostras das ligas ternárias a base de cobre – níquel;
- (l) Aprendizagem sobre ataques químicos adequados aos estudos desenvolvidos para a caracterização metalográfica óptica bem como eletrônica em amostras das ligas ternárias a base de cobre – níquel;
- (m) Realização de estudos das teorias correlatas em Ciência dos Materiais com desenvolvimento das atividades previstas e discutidas em reuniões do grupo (microscopia óptica, condutividade elétrica, ensaios de dureza);
- (n) Formação de um grupo de discussão em Ciência dos Materiais (estudos teóricos e práticos);
- (o) Participação da parte experimental do trabalho (preparação e mistura homogênea dos pós metálicos (particulados) empregados na confecção das diversas composições das ligas ternárias de cobre: compactação, sinterização e tratamentos de homogeneização). Estudos metalográficos das amostras obtidas no projeto por microscopia óptica. Ensaio de dureza Vickers após observações metalográficas;

(p) Início da aprendizagem da técnica de medidas em condutividade elétrica.

As amostras necessárias à observação microestrutural (MO) passam por diversas etapas: Corte do material metálico inicial utilizando cortadora a disco adiamantado ou com carbetto de silício seguido de embutimento metalográfico a frio, lixamentos (lixas de SiC ou de alumina com granulometria 400, 600, 800, 1000 e 1200) e polimentos com panos especiais (empregando pastas adequadas a base de diamante, ou a base de alumina, para posterior observação em microscopia óptica e medidas de microdureza Vickers em amostras das ligas preparadas por metalurgia do pó (para completar-se todo este processo necessita-se em média de quatro horas por amostra).

Os trabalhos, em andamento, que utilizam a metodologia moderna de análise estrutural (difração de raios-X e Microscopia Eletrônica de Varredura) em materiais policristalinos já tiveram um bom apoio do Mackpesquisa e que, por enquanto, em razão da instalação dos equipamentos adquiridos têm sido realizados e publicados em colaborações científicas com grupos de pesquisa de outras instituições como o Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares (IPEN) (São Paulo - SP), o Instituto de Física da USP (São Paulo - SP), o Instituto de Química da UNESP (Araraquara - SP) e a Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (Campos - RJ).

O fluxograma para todo o processamento por MP para aquisição de amostras cilíndricas das ligas metálicas a base de cobre-níquel (figura 1).

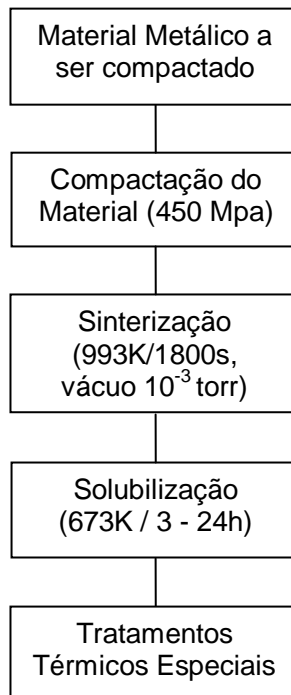


Figura 1. Fluxograma para obtenção das ligas ternárias a base de cobre-níquel.

Este projeto obteve sistematicamente, em escala de laboratório, ligas metálicas ternárias a base cobre-níquel por MP visando à manutenção das propriedades elétricas e mecânicas através de processamentos térmicos obtendo-se material para futura produção de conectores elétricos de alto desempenho ou de alto amortecimento mecânico.

As ligas ternárias de cobre devem atingir uma boa combinação de propriedades após passar por uma série de tratamentos térmicos, podendo ter, no produto final, fases intermetálicas em uma solução sólida supersaturada. As técnicas utilizadas para as identificações necessárias envolvem microscopia óptica, eletrônica, microanálise eletrônica, difração de raios X e ensaios de microdureza.

A caracterização das propriedades elétricas é realizada com controle direto de temperatura da amostra. Foram realizados estudos do comportamento da condutividade em dependência com a temperatura, especialmente em baixas temperaturas, utilizando-se ou gelo seco ou nitrogênio líquido além de água e gelo (temperaturas empregadas: 293K, 273K, 195K e 77K).

A partir dos materiais de insumo necessários (cobre, níquel, estanho, alumínio, cromo) para a confecção das ligas ternárias a base de cobre níquel foi iniciada a etapa de preparação das ligas ternárias utilizando processamento por metalurgia do pó. Foram produzidas ligas metálicas (amostras cilíndricas com diâmetro de 10,2 mm, altura 14,8 mm e massa de 6,5 g), com diversas composições químicas.

Como já mencionado anteriormente a escolha destas composições deveu-se ao fato de se procurar propriedades elétricas e mecânicas adequadas à aplicação como conectores elétricos de contato. Foram produzidas diversas composições das ligas metálicas ternárias; cada lote com quatro amostras de cada composição química: (a) Cu-0,5%Ni-0,5%Cr; (b) Cu-0,5%Ni-0,5%Al; (c) Cu-1%Ni-0,5%Al; (d) Cu-1%Ni-0,5%Cr; (f) Cu-1%Ni-1%Al; (g) Cu-1%Ni-1%Cr; (h) Cu-2%Ni-1%Al; (i) Cu-2%Ni-1%Cr; (j) Cu-3%Ni-3%Al; (k) Cu-3%Ni-3%Cr; (l) Cu-4%Ni-4%Al; (m) Cu- 4%Ni- 4%Cr.

A primeira etapa para a confecção das ligas ternárias a base de cobre-níquel refere-se à pesagem adequada de cada um dos componentes participantes da liga metálica para a sua produção; após mistura adequada dos três componentes metálicos para cada especificação das ligas ternárias escolhidas (Cu-Ni-Al, Cu-Ni-Cr) seguiu-se o processo de compactação (prensa hidráulica) do material a 50 MPa de cada conjunto de componentes necessários; em seguida realizou-se a sinterização do mesmo na temperatura de 993K, sob vácuo mecânico de 10^{-3} torr, com tempo de tratamento térmico compreendido entre 1800 e 5400s para que as partículas integrantes do compactado sejam aderidas umas as outras com um mínimo de porosidade entre elas.

As amostras foram homogeneizadas, sob vácuo de 10^{-3} torr, a 823K, em diferentes tempos, com o objetivo de se obter solução sólida em toda a amostra, isto é, os átomos de soluto são dissolvidos formando uma completa solução sólida. Nos tratamentos térmicos, parte das amostras foi encapsulada em tubo pirex sob vácuo de 10^{-3} torr, o resfriamento foi feito quebrando-se a cápsula de maneira que a amostra do seu interior resfriasse rapidamente em água e gelo (277K). Como sabemos que as taxas de difusão são extremamente baixas, procura-se utilizar tempo elevado na temperatura proposta.

Todos os tratamentos térmicos foram realizados em forno Carbolite ou EDG pertencente ao laboratório da CCTM/IPEN/USP, com elemento aquecedor de carvão de silício e tubo de alumina. Diversas técnicas de caracterização são utilizadas para as identificações necessárias envolvendo microscopia óptica, ensaios de microdureza e principalmente, neste trabalho, condutividade elétrica.

Um atraso significativo ocorreu em relação aos tratamentos térmicos finais visando à adequação da subestrutura final (caracterização microestrutural) das ligas ternárias obtidas após realização da compactação, sinterização e homogeneização. A razão deste atraso foi motivada pela impossibilidade de instalação em tempo hábil do forno adquirido por inadequação do sistema que apóia o tubo de quartzo/alumina conforme já detalhado no início deste relatório.

Tabela 2- Parâmetros de Sinterização em ligas ternárias a base de cobre níquel

| Condição Inicial | Pós metálicos pré-misturados | | |
|--|--|---|---|
| Pressão de Compactação | 50 MPa | | |
| Porcentagem em peso das ligas metálicas | Cu0,5%Ni0,5%Al; Cu3,0%Ni3,0%Al; Cu1,0%Ni0,5%Cr; Cu4,0%Ni 4,0%Cr | Cu1,0%Ni0,5%Al; Cu4,0%Ni4,0%Al; Cu1,0%Ni1,0%Cr; | Cu1,0%Ni1,0%Al; Cu0,5%Ni0,5%Cr; Cu3,0%Ni3,0%Cr; |
| Dimensões totais da amostra cilíndrica | $\phi = 10,2 \times 10^{-3}$ m; $h = 14,8 \times 10^{-3}$ m | | |
| Massa da amostra | $M = 6,5 \times 10^{-3}$ kg | | |
| Temperatura de Sinterização e demais condições | T (K) | Condição do pré-misturado | Vácuo empregado |
| | 923 - 1073 | Sinterização por estado sólido | $1,3 \times 10^{-3}$ milibar |
| Tempo de Sinterização | $t_s = 1,8 \times 10^3$ a $5,4 \times 10^3$ s | | |
| Tempo de Homogeneização | $t_H = 3,6 \times 10^2$ a $28,8 \times 10^2$ | | |

Para os testes de dureza empregou-se microdureza Vickers (carga de 100g) nas amostras em razão de suas dimensões. Com relação à análise microestrutural das amostras

por microscopia óptica utilizou-se preferencialmente dois ataques químicos, dependente da composição das amostras das ligas de cobre-níquel-alumínio:

(1) 5g FeCl₃ + 50ml HCl + 100mlH₂O, por 10 a 20 s;

(2) 2g FeCl₃ + 25ml HCl + 100mlH₂O, por 10 a 20 s.

Nos estudos de condutividade elétrica utilizou-se o miliohmímetro 4338B (Agilent) e para obtenção dos parâmetros cristalográficos um difratômetro de raios X (CARRIÓ 2008). Os testes de condutividade elétrica são obtidos com medidas de resistência elétrica onde as áreas das amostras utilizadas para o estudo de condutividade dividem-se em área de contato aparente e área de contato efetiva. O teste é feito em temperatura ambiente e mergulhado no nitrogênio líquido, para se obter resultados da comparação da amostra em baixas temperaturas.

O procedimento experimental para as medidas de resistência elétrica (R) realizadas em amostras das ligas Cu-Ni-Al com diversas composições é descrito a seguir: (a) Foi cortada uma amostra em forma de placa com as seguintes dimensões: espessura em média de 1,03(mm); comprimento de 12,80(mm) e largura de 8,29(mm). (b) Fios de Cu de comprimento aproximadamente 165,91 mm e 0,18 mm de diâmetro foram colados com cola de prata nos extremos da amostra. (c) Para secagem dos contatos de prata a amostra foi colocada na estufa com 50°C por 45 minutos. (d) Foi medida a resistência elétrica do sistema amostra-fio com um miliohmímetro Agilent 4338B a temperatura ambiente. (e) A amostra foi fixada em uma haste de madeira e mergulhada em nitrogênio líquido. (f) Observa-se o comportamento da resistência elétrica do sistema amostra-fio dentro do nitrogênio líquido. (g) A condutividade da amostra é então obtida com o inverso do valor da resistência elétrica do sistema amostra-fio.

Com a obtenção dos valores experimentais da resistência elétrica das amostras de Cu-Ni-Al foram feitos cálculos para a obtenção dos valores de resistividade elétrica (ρ) utilizando a fórmula $\rho = R.L/S$, onde L é o comprimento da amostra e S a área da amostra e finalmente é encontrado os valores de condutividade elétrica (σ) das respectivas ligas ternárias com a expressão $\sigma = 1 / \rho$.

Resultados e Discussão

As informações para a elaboração dos modelos estruturais são extraídas de bases de dados da União Internacional de Cristalografia, como a “Crystallography Open Database”. Em trabalhos anteriores relacionados com este projeto foi realizado o refinamento da estrutura de algumas amostras, o qual serviu de base para este trabalho (CARRIÓ 2008; YOUNG 1993).

O método permite fornecer informação sobre microestrutura dos compostos a partir do refinamento parâmetros de perfil e a comparação com o perfil instrumental, obtido dos dados de difração de uma amostra padrão de silício. Os resultados deste estudo estão sendo usados para obter-se informação sobre a influência dos processos de preparação nas propriedades físicas destas ligas metálicas.

Em complemento, amostra da mesma composição da liga Cu-Ni-Al foi utilizada para coletar dados de difração de raios-x na linha de luz XRD2 do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) (Proposta de Pesquisa D10A - XRD2-9781 - Caracterização estrutural e microestrutural de ligas metálicas de Cu-Ni-Ag, Cu-Ni-Cr, Cu-Ni-Al, Cu-Ni-Pt e Cu-Be-Co). A linha possui um difratômetro Huber de 4+2 círculos equipado com uma plataforma euleriana (modelo 513). As condições experimentais foram: geometria de Bragg-Brentano, $\Delta\theta = 0,01^\circ$, energias de 10 keV e 11 keV. O difratograma de R-X (figura 2) mostra a presença de óxido na amostra e está sendo utilizado para o refinamento da estrutura pelo Método de Rietveld.

Análise estrutural de Ligas Ternárias de Cu-Ni-Al

É apresentada a seguir uma análise completa de uma das ligas estudadas por difração de raios-X: Os resultados de refinamento de Rietveld para Cu1%Ni1%Al foi detectado um ligeiro alargamento de pico bem como orientação preferencial com um índice de textura de 1,0062. A assimetria da função de perfil em ângulos baixos esta condicionada por instrumento. Nas Tabelas 3 e 4 são apresentados os resultados de refinamento e parâmetros de perfil obtidos usando a função 4 de GSAS.

Tabela 3: Resultados de refinamento Rietveld para Cu1%Ni1%Al.

| Cu1%Ni1%Al | | |
|--|-----|---------|
| Cu posições atômicas (x, y, z): | 0.0 | 0.0 0.0 |
| $U_{\text{iso Térmico}} = 0.00348(32) (\text{Å}^2)$ | | |
| Parâmetro da célula: a = 3.6174 (7) Å | | |
| $R_{wp} = 11.01\% \text{ -- } R_p = 8.23\%$ $\chi^2 = 2.532\% \text{ -- } R_{Bragg} = 5.37\%$ | | |

Tabela 4: Parâmetros de perfil refinado para Cu1%Ni1%Al usando função 4 de GSAS.

| Par. | Cu1%Ni1%Al | Par. | Cu1%Ni1%Al |
|-------------|------------|-------------|------------|
| GU | 1.181E+03 | Sfec | 0 |
| GV | -7.967E+02 | S/L | 4.257E-02 |
| GW | 1.879E+02 | H/L | 1.727E-02 |
| GP | 1.769E+02 | ETA | 0 |
| LX | 0 | S400 | 0 |
| ptec | 0 | S220 | -1.591 |
| trns | 9.658E-02 | | |
| shft | 3.336E-01 | | |

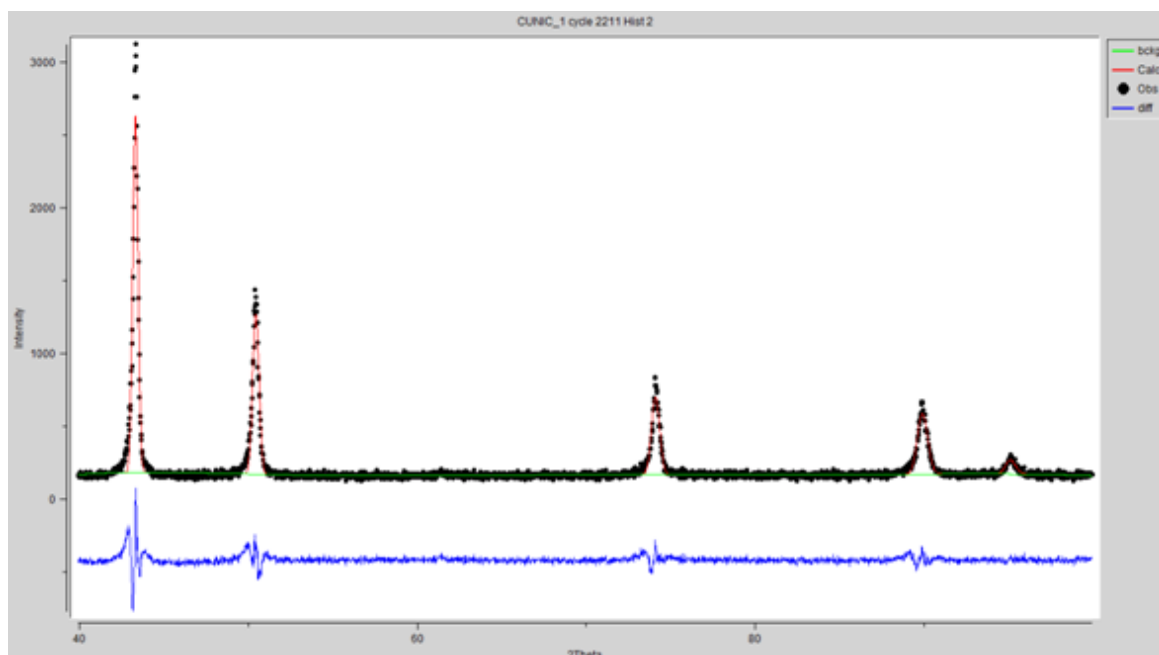


Figura 2: Difratoograma de R-X da liga Cu_{98%}Ni_{1%}Al_{1%}

A Tabela 5 resume as principais medidas de propriedades mecânicas realizadas a temperatura ambiente (300K) obtidas em amostras de Cu-Ni-Al com relação à mistura, compactação, sinterização, tratamentos de homogeneização. Além disso, foram realizados os ensaios de condutividade elétrica em diversas baixas temperaturas além da temperatura ambiente (Tabela 6).

Tabela 5 - Propriedades mecânicas a temperatura ambiente das ligas Cu-Ni-Al obtidas por metalurgia do pó.

| Ligas Metálicas (% em peso) | Sinterização | | Homogeneização | | Resistência Mecânica (MPa) |
|--------------------------------|--------------|------------------------------|----------------|------------------------------|-------------------------------|
| | T (K) | Tempo (10 ³ s) | T(K) | Tempo (10 ³ s) | |
| Cu-1,0Ni-0,5Al | 1053 | 5,4 | -- | -- | (420 ± 20) |
| Cu-1,0Ni-0,5Al | | | 773 | 21,6 | (280 ± 10) |
| Cu-1,0Ni-1,0Al | | | -- | -- | (240 ± 20) |
| Cu-1,0Ni-1,0Al | | | 773 | 32,4 | (370 ± 20) |
| Cu-5,0Ni-5,0Al | | | 773 | 21,6 | (400 ± 20) |

Está em andamento o estudo destas ligas para se obter a condição ideal em termos de custo – benefício tecnológico para a aplicação elétrica e mecânica com o processamento de metal em pó (metalurgia do pó) incluindo ensaios de impacto a baixas temperaturas para completar as informações com as propriedades elétricas.

A resistência mecânica em ligas metálicas depende da distribuição da precipitação (segunda fase presente na matriz metálica) para a obtenção de condutividade elétrica similar do cobre. Para aumentar a resistência mecânica, a ductilidade e a conformação (dimensões físicas) mantendo boa condutividade elétrica destas ligas, foram utilizados tratamentos térmicos especiais, bem como variações na composição química. Este estudo vai demandar mais etapas deste projeto que terá continuidade em razão da aprovação de um novo projeto Mackpesquisa agora em janeiro de 2012.

Foram confirmados os valores obtidos relativos à resistência mecânica (400 MPa) e condutividade elétrica a 300K (35% IACS) a temperatura ambiente (300K) indicando boa aplicação para contactos elétricos utilizando-se estas ligas em processamento por metalurgia do pó. Dificuldades experimentais impediram a complementação de algumas medidas a baixas temperaturas; os resultados obtidos à temperatura do nitrogênio líquido (77K) mostram uma elevação do valor da condutividade para $0,650(\mu\Omega\text{cm})^{-1}$ ou seja de 109% IACS.

Tabela 6 - Propriedades elétricas em temperatura ambiente e em baixas temperaturas das ligas Cu-Ni-Al obtidas por metalurgia do pó.

| Ligas Metálicas (%peso) | Sinterização | | Homogeneização | | Condutividade Elétrica (% IACS) | | |
|----------------------------|--------------|-------------------------|----------------|-------------------------|------------------------------------|----------|-----------|
| | T(K) | T (10^3s) | T(K) | t (10^3s) | T = 300K | T = 195K | T = 77K |
| Cu-1,0Ni-0,5Al | 1053 | 5,4 | -- | -- | (30 ± 5) | (53 ± 6) | (109 ± 8) |
| Cu-1,0Ni-0,5Al | | | 773 | 21,6 | (35 ± 8) | (55 ± 5) | (97 ± 6) |
| Cu-1,0Ni-1,0Al | | | -- | -- | (29 ± 7) | (44 ± 5) | (85 ± 7) |
| Cu-1,0Ni-1,0Al | | | 773 | 32,4 | (30 ± 5) | (52 ± 5) | --- |
| Cu-5,0Ni-5,0Al | | | 773 | 21,6 | (28 ± 7) | (38 ± 6) | --- |

(Observação: valores de condutividade obtidos a partir da resistividade elétrica)

Os valores obtidos de condutividade elétrica das ligas Cu-Ni-Al em baixas temperaturas evidenciaram boas perspectivas de aplicações tecnológicas onde há necessidade de condições especiais operando contactos em baixas temperaturas.

Análise Estrutural de Ligas Ternárias Cu-Ni-Cr

Grande parte das ligas ternárias Cu-Ni-Cr já teve seus resultados de propriedades mecânicas e elétricas sido apresentados em relatórios anteriores a este (vide Tabela 7).

Para complementar os estudos destas ligas foram realizadas análises estruturais via difração de R-X tanto convencional quanto por luz Synchrotron.

Amostras com a composição Cu-1%Ni-0,5%Cr apresentaram um aumento em sua densidade aparente de aproximadamente 5% após tratamentos térmicos convencionais. A determinação de sua condutividade elétrica resultou em um valor de 78 %IACS. Uma análise metalográfica indicou que essa amostra mostrou a melhor homogeneização após tratamento térmico além da menor porosidade em ambas as ligas (CARRIÓ 2010).

Tabela 7 – Valores de dureza Vickers e de condutividade elétrica de ligas ternárias de Cu-Ni-Cr medidos a temperatura ambiente

| Ligas ternárias | Dureza Vickers (MPa) | Condutividade elétrica (%IACS) |
|--|----------------------|--------------------------------|
| Cu-0,5%Ni-0,5%Cr sinterizada | 275 | (37 ± 5) |
| Cu-1,0%Ni-1,0%Cr sinterizada | 290 | (27 ± 5) |
| Cu-1,5%Ni-0,5%Cr sinterizada | 425 | (35 ± 6) |
| Cu-1,5%Ni-3,0%Cr sinterizada | 450 | (34 ± 5) |
| Cu-1,0%Ni-1,0%Cr sinterizada e homogeneizada | 400 | (44 ± 5) |
| Cu-1,0%Ni-0,5%Cr sinterizada e homogeneizada | 460 | (78 ± 5) |

Os refinamentos foram realizados para ambos os dados com energias de 8keV e 10keV. Devido a maior intensidade, os mais baixos fatores de discordâncias do refinamento foram obtidos usando somente o difratograma de 8keV. Desse refinamento foram extraídos os resultados resumidos nas Tabelas 8 e 9, onde parâmetro $\eta = 0$ indica um perfil gaussiano. Usando a fórmula da largura gaussiana de GSAS (LARSON 2004), foi calculado o tamanho do cristalito é de aproximadamente 100nm para esta amostra. O refinamento foi realizado para o cobre com grupo espacial Fm-3m, e as quantidades de Ni, Cr e óxido de cobre não foram suficientes para um refinamento mais preciso nessa amostra

Tabela 8: Parâmetros da célula e fatores de discordâncias para Cu 1,0%Ni 0,5%Cr.

| | |
|-------------------------------|---------------------|
| $a = 3,6322(2) \text{ \AA}$ | $R_{wp} = 13,96\%$ |
| $V = 47,922 \text{ \AA}^3$ | $R_p = 7,47\%$ |
| $U = 0,0066(2) \text{ \AA}^2$ | $R_{Bragg} = 0,4\%$ |
| | $\chi^2 = 25,12\%$ |

Tabela 9: Coeficientes de perfil para Cu-1%Ni-0,5%Cr

| | | | |
|----------------------|-----------------------|------------------------|-------------------|
| $GU = 1,182.10^3$ | $GV = -9,482.10^2$ | $GW = 1,013.10^2$ | $GP = 8,060.10^1$ |
| $LX = 1,148.10^1$ | $ptec = -8,486$ | $trns = 5,574.10^{-5}$ | $shft = 4,159$ |
| $sfec = 0$ | $S/L = 5,166.10^{-4}$ | $H/L = 5,166.10^{-4}$ | $eta = 0$ |
| $S1 = 1,103.10^{-3}$ | $S2 = 9,884.10^{-2}$ | | |

Para a amostra com composição Cu-1%Ni-1%Cr o aumento na densidade aparente foi menor que 2% após os tratamentos térmicos. Uma maior porosidade nesta amostra, como comentado por MARQUES (2010), pode ser o responsável por valores mais baixos da respectiva condutividade elétrica (44 %IACS). A presença de uma pequena quantidade de óxido de cobre também foi detectada. Os resultados do refinamento estão apresentados nas Tabelas 10 e 11 e as variações (LARSON 2004) das duas reflexões mais intensas do cobre são apresentadas na Tabela 12 onde também está apresentada uma comparação com variações mais altas obtidas com radiação convencional (MARQUES 2010). Não foi possível a detecção das quantidades de Ni e de Cr. Usando a fórmula da largura gaussiana ($\eta = 0$) de GSAS (LARSON 2004), foi calculado um tamanho do cristalito de 124 nm para esta amostra.

Tabela 10. Parâmetros da célula e fatores de discordâncias para a liga Cu-1%Ni-1%Cr.

| | |
|------------------------------|-----------------------|
| $a = 3.6081(1) \text{ \AA}$ | $R_{wp} = 2.95\%$ |
| $V = 46.97(4) \text{ \AA}^3$ | $R_p = 2.18\%$ |
| $U = 0.00573 \text{ \AA}^2$ | $R_{Bragg} = 10.48\%$ |
| | $\chi^2 = 2.89\%$ |

Tabela 11. Coeficientes de perfil para a liga ternária Cu-1%Ni-1%Cr.

| | | | |
|-------------------|-----------------------|-----------------------|-------------------|
| $GU = 2.435.10^2$ | $GV = -2.091.10^2$ | $GW = 2.589.10^1$ | $GP = 3.257.10^1$ |
| $LX = 1.084.10^1$ | $ptec = 2.194$ | $trns = 3.396.10^1$ | $shft = -9.585$ |
| $sfec = 0$ | $S/L = 5.000.10^{-4}$ | $H/L = 5.000.10^{-4}$ | $eta = 0$ |
| $S1 = 0$ | $S2 = -3.075.10^1$ | | |

Tabela 12. Comparação das variâncias H^2 das reflexões (111) e (200) do cobre para a radiação Synchrotron e radiação Convencional.

| $(h\ k\ l)$ | Radiação Convencional | Radiação Synchrotron |
|-------------|-----------------------|-----------------------|
| (1 1 1) | $H_1^2 = 23,13238123$ | $H_1^2 = 18,54386793$ |
| (2 0 0) | $H_2^2 = 22,73655032$ | $H_2^2 = 16,70159377$ |

Metalografia Óptica

Observações microestruturais realizadas sugerem a necessidade de aumento no tempo dos tratamentos de homogeneização (figuras 3 a 9). Estas observações indicam a presença de certa porosidade no interior da estrutura, não homogeneidade devido à dissolução inadequada do terceiro elemento de liga. Há necessidade de se prosseguir na obtenção das ligas ternárias a base de cobre níquel, fazendo-se os tratamentos térmicos de homogeneização; processo se encontra em continuidade dependente ainda de disponibilidade de fornos adequados conforme mencionado na parte inicial deste relatório.

Quanto aos aspectos microestruturais, tanto nas ligas ternárias Cu-Ni-Al como nas ligas ternárias Cu-Ni-Cr, observou-se a presença de grãos uniformes, apresentando porosidade ainda inadequada bem como segundas fases que necessitam de melhorias de solubilização (Silveira 2010). Novos tratamentos térmicos estão em andamento para superar estes aspectos observados por microscopia óptica. Neste trabalho foi dada continuidade aos estudos relativos às medidas de condutividade elétrica em baixas temperaturas e que terá continuidade em novo projeto já aprovado.

Assim, tudo isto leva a necessidade de se prosseguir com novos experimentos para a obtenção das ligas ternárias a base de cobre níquel obtidas por metalurgia do pó, fazendo-se adequados tratamentos térmicos de homogeneização. Este processo ainda se encontra em andamento e que se baseia nas vantagens do processo de endurecimento por precipitação, a liga Cu-Ni-Al recebe tratamentos térmicos especiais visando aumentar a resistência mecânica e manter boa condutividade elétrica.

O trabalho realizado até o momento evidenciou que novos tratamentos de homogeneização serão necessários para eliminar porosidades e distribuir adequadamente as segundas fases presentes que são necessárias, pois melhora a propriedade mecânica resultante nas ligas ternárias de Cu-Ni-Al em estudo.

Tais tratamentos termomecânicos criarão refinamento dos precipitados (segunda fase), estrutura de grão mais fina, formação subestrutura de discordâncias (defeitos cristalinos) mais adequada e redistribuição homogênea do níquel e do alumínio na matriz de cobre.

Microestrutura (MO) de Ligas Ternarias Cu-Ni-Al

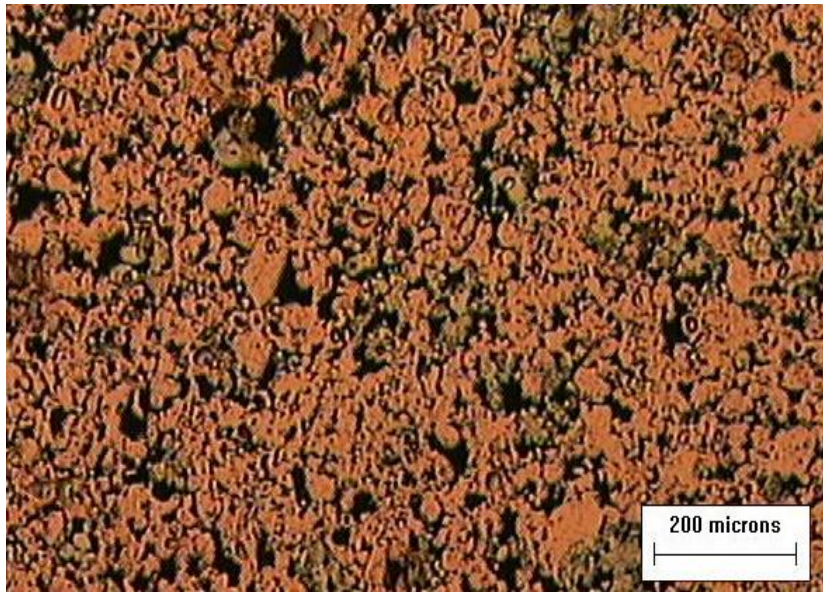


Fig.3 - Micrografia óptica de amostra da liga Cu-1,0%Ni-1,0%Al compactada a frio e sinterizada a 923K por 1200s.

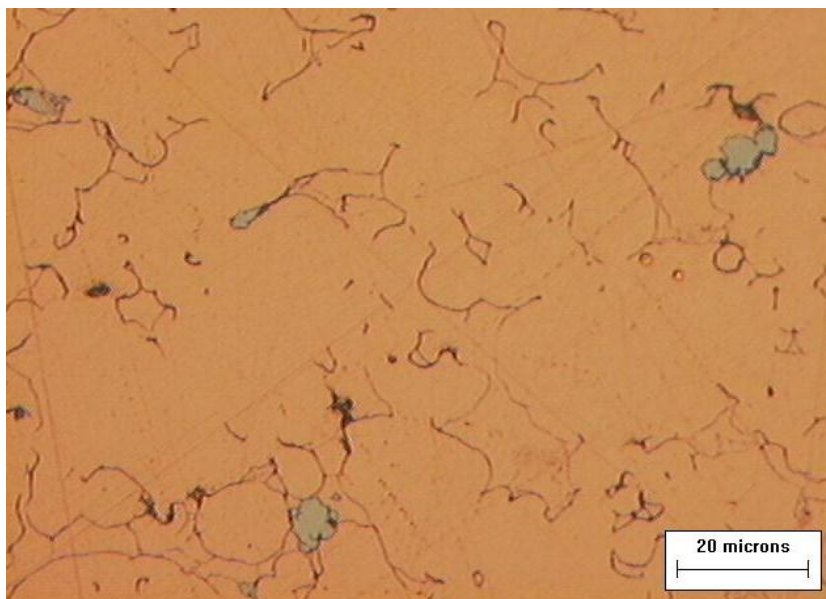


Fig.4- Micrografia óptica de amostra da liga Cu-1,0%Ni-1,0%Al compactada a frio e sinterizada a 923K por 1200s.

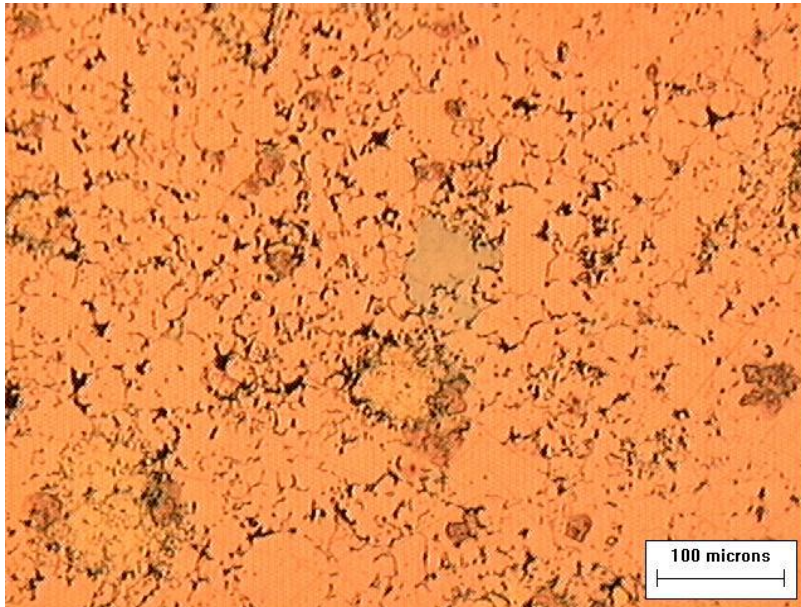


Fig.5- Micrografia óptica de amostra da liga Cu-1,0%Ni-1,0%Al compactada a frio, sinterizada a 923K por 1200s e homogeneizada a 773K por 21600s.

Microestrutura (MO) de Ligas Ternárias Cu-Ni-Cr

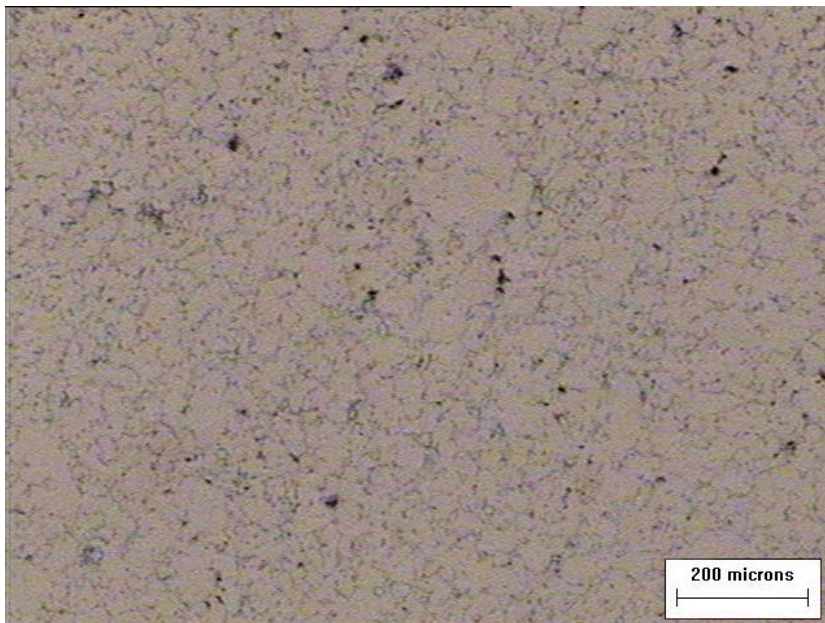


Fig.6 - Micrografia óptica: liga Cu-1%Ni-0,5%Cr compactada a frio, sinterizada (1053K por 5400s) e homogeneizada (773K por 21600s).

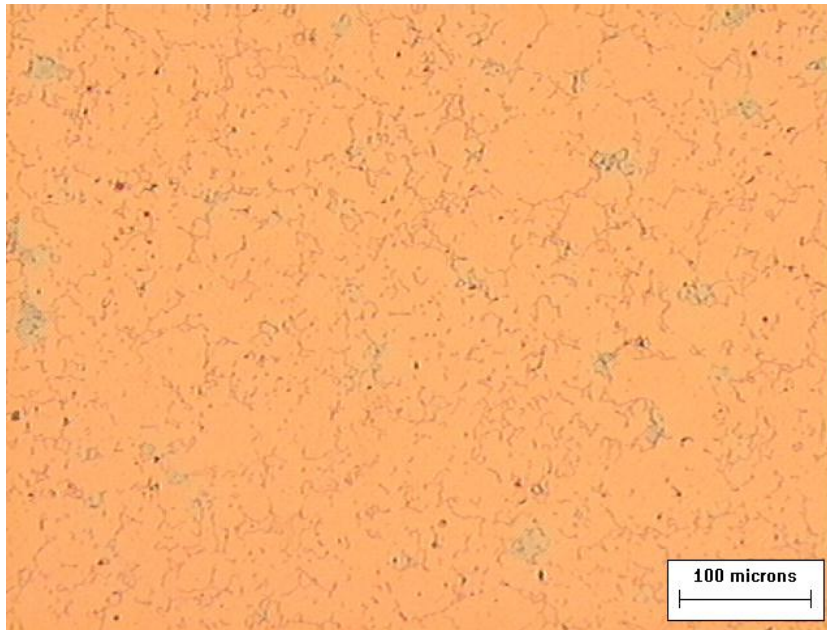


Fig.7- Micrografia óptica: liga Cu-1%Ni-0,5%Cr compactada a frio e sinterizada (1053K por 1200s).

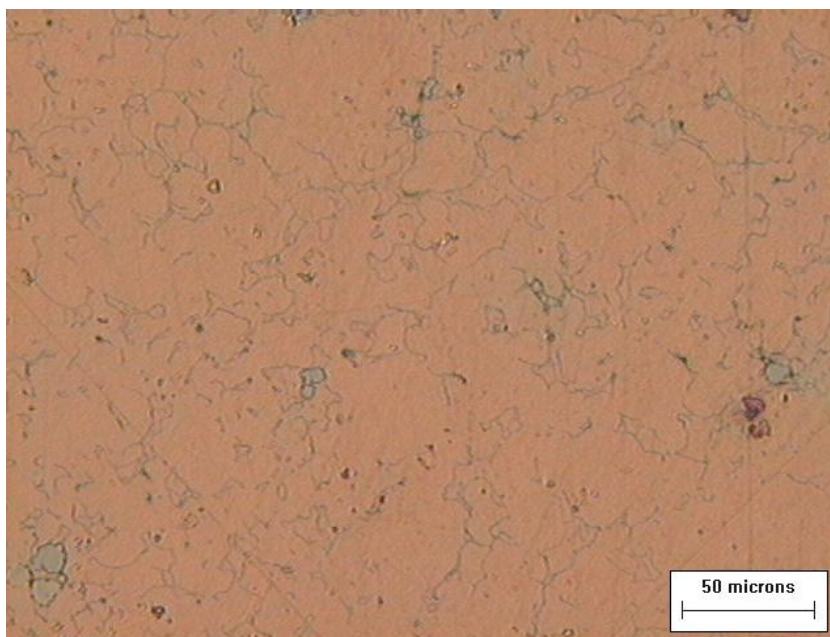


Fig.8- Micrografia óptica: liga Cu-1%Ni-0,5%Cr compactada a frio, sinterizada (1053K por 5400s) e homogeneizada (773K por 21600s).

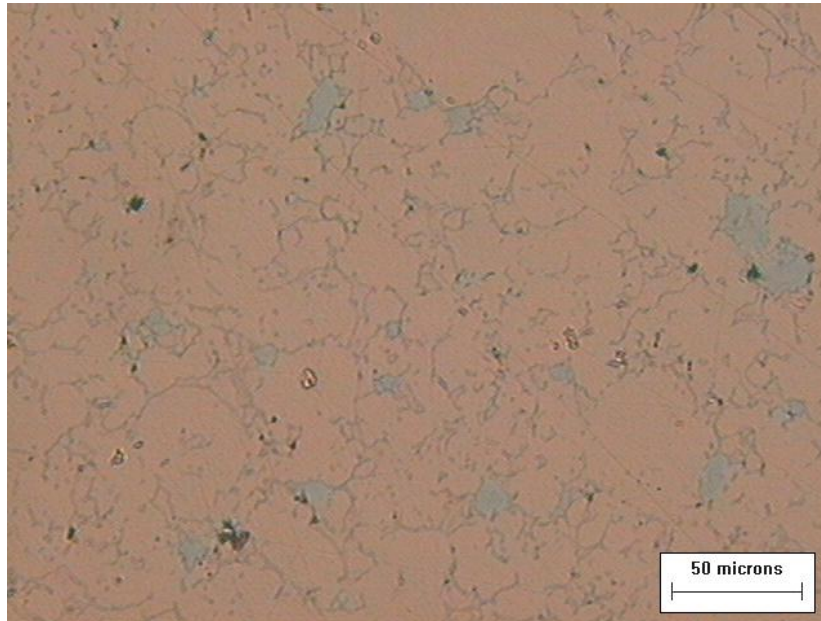


Fig.9- Micrografia óptica: liga Cu-1%Ni-1,0%Cr compactada a frio e sinterizada (923K por 1200s).

A complementação de investigações nos processos de mistura, compactação, sinterização e homogeneização com conseqüentes análises por técnicas de microscopia eletrônica de varredura e microanálise elementar (EDS) poderão auxiliar na identificação das segundas fases destas ligas encontradas por microscopia óptica e obter mecanismos envolvidos nos processos utilizados.

Conclusões

As ligas produzidas por metalurgia do pó (MP) ficaram com composição química próxima da desejada, ideais para os diversos tratamentos térmicos necessários. Parâmetros estáveis e facilidade de operação foram os fatores fundamentais para estes bons resultados.

O processo de fabricação influencia o valor de microdureza das fases presentes, devido à mudança dos parâmetros do processo, representado pela variação da composição química das fases resultando em aumento da dureza média para as amostras fabricadas via processo modificado. Existem três fases sendo duas na matriz e uma terceira isolada; o processo de fabricação muda a composição química das fases, mas a metalografia e os valores da diagonal média mostram que se trata das mesmas fases para os dois processos o convencional e o modificado (MP). O que varia é a dureza média das fases resultado esse advindo dos diferentes valores de parâmetros de sinterização e o tipo de pó que modifica os micromecanismos de sinterização para cada processo.

Com relação às propriedades mecânicas das ligas ternárias de Cu-Ni-Al elas estão condizentes com a sua utilização como materiais para contacto elétrico. As medidas de

condutividade elétrica e observações microestruturais realizadas por microscopia óptica sugerem a necessidade da realização de posteriores tratamentos térmicos especiais visando melhoria das propriedades elétricas. As observações microestruturais indicam presença de porosidade no interior da estrutura e não homogeneidade devido à dissolução ainda inadequada do terceiro elemento de liga (alumínio).

Orientação preferencial pode ser um dos fatores a ser levado em conta em processamento mecânico das amostras obtidas com pó metálico. As pequenas quantidades dos segundos elementos de ligas não causam distorções estruturais que pode ser detectado por difração de raios-X. O refinamento indica um leve efeito na microestrutura das amostras obtidas por metalurgia do pó, possivelmente devido a processamento termomecânicos.

As etapas do processamento por metalurgia do pó aplicadas em ligas ternárias Cu-Ni-Al confirmaram valores adequados de resistência mecânica (400 MPa) e condutividade elétrica de $0,208 (\mu\Omega\text{cm})^{-1}$ (35% IACS) com boa aplicação deste método em substituição dos processamentos da metalurgia convencional nas condições de $T = 300\text{K}$.

De modo inclusivo em situações que operam os sistemas elétricos em baixas temperaturas, em função dos resultados aqui encontrados apesar de ainda não conclusivos, pois se necessita ensaios mecânicos específicos (em baixas temperaturas), motivo da continuidade deste projeto. Os resultados preliminares encontrados até agora elevam o valor da condutividade para $0,650 (\mu\Omega\text{cm})^{-1}$. Estes resultados devem ser reconfirmados nas próximas medidas em novo projeto.

A possibilidade de pesquisar e produzir estruturas finas e homogêneas, a habilidade para obter produtos com formatos de dimensões complicadas e especiais com estreita tolerância dimensional e a capacidade de produzir peças com um acabamento superior, com índices de tolerância dimensional incentiva esta aplicação tecnológica.

Devido ao estudo já adiantado das ligas ternárias Cu-Ni-Cr com relação a propriedades mecânicas e elétricas, deu-se maior atenção a caracterização de sua estrutura utilizando difração de radiação convencional e de Sincrotron. A alta intensidade da radiação Sincrotron e o perfil gaussiano permitiram uma determinação razoável do tamanho do cristalito em ligas Cu-Ni-Cr. Embora os valores encontrados estejam na ordem de 100 nm, o de menor tamanho está relacionado com o processo de homogeneização mais efetivo na primeira composição estudada (Cu-1,0%Ni-0,5%Cr) que também exibiu maior condutividade elétrica. Os resultados são coerentes com análises metalográficas previamente realizadas para essas ligas (CARRIÓ 2010). Neste caso, a microestrutura bem como a condutividade elétrica das ligas Cu-Ni-Cr foi fortemente influenciada pelos tratamentos térmicos e mecânicos do que pela variação da composição química das ligas.

Referenciamento bibliográfico

- ASM SPECIALTY HANDBOOK: Copper and Copper Alloys, Metal, chapter 1, section 1, ASM International, 2001.
- BROOKS, C. R. - "Heat Treatment, Structure and Properties of Nonferrous Alloys", ed. ASM, Metals Park, 1988, capítulo 8.
- BROWN L.M., "Precipitation and Dispersion Hardening" Proc. of the 5th Int. Conf on the Strength of Metals and Alloys, Aachen, W. Germany, Aug. 1979.
- BUTTS, A. - "Copper, the Science and Technology of the Metal, its Alloys and Compounds", ed. Reinhold Publishing Corporation, New York, 1954, 3th printing 1960.
- CARRIÓ J. A. G., MONTEIRO W. A., RODRIGUES V. A., TERENCE M. C., MASSON T. J., DE MIRANDA L. F., Structural analysis of influence of dopants in the electrical conductivity of CuNi alloys, European Powder Diffraction Conference – EPDIC 11, 19-22 September 2008, Warsaw, Poland.
- CARRIÓ, J. A. G., CARVALHAL, M. A., AYABE, L. M., SILVA, L. C. E., SILVA JUNIOR, R. V., MONTEIRO, W. A., Microstructural and electrical investigation of Cu-Ni-Cr alloys obtained by powder metallurgy method, Materials Science Forum Vols. 660-661 (2010) pp 35-40.
- CRANE, J. and WINTER, J. Copper: Properties and alloying, Encyclopedia of Materials Science and Engineering, vol. 2, Ed. M. B. Bever, Pergamon Press and the MIT Press 1986, p 848 – 855.
- GEROLD V. AND STEINER, Scripta Metall., 1982, vol. 16, pp 405-08
- GHADIRI M., FARHADPOUR, F.A., CLIFT R., SEVILLE, J. P. K. Particle characterization size and morphology, The Institute of Metals Series on Powder Metallurgy - An Overview. London, p.56-75, 1991.
- GOMES, M. R. & BRESCIANI FILHO, E. - "Propriedades e Usos de Metais Não-Ferrosos", ed. ABM, São Paulo, 1987, capítulo 3.
- GOSH G., KIYAKE J., and FINE M. E., JOM, March (1997), pp. 56-60
- GUHA, A .," Development of a high-strength, high-conductivity Cu-Ni-Be Alloy, high conductivity Copper and Aluminum Alloys, eds. E. Ling and P. Taubenblat W., TMS – AIME Publ. 1984, pp 133-145.
- JESUS S. L., "Desenvolvimento e caracterização da Liga Cu-Ni-Be para fins eletroeletrônicos", dissertação de mestrado, IPEN-USP, junho de 2000.
- KAYSSER W. A. Solid State Sintering. The Institute of Metals Series on Powder Metallurgy - an overview. London, p 45-53, 1991.
- LARSON, A. C.; Von DREELE, R. B. GSAS. General Structure Analysis System (GSAS), Los Alamos National Laboratory Report LAUR 86-748, 2004 (software).

MARQUES, I M, SILVEIRA, C R, CARVALHAL, M A, OKAZAKI, A K, MONTEIRO WA, CARRIÓ J A G, Structural and microstructural comparative analysis on metallic alloys of composition Cu y% Ni x%Me (Me = Sn, Cr, Al, Pt), Anais do 19º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – CBECIMat 2010, Campos do Jordão, SP, Brasil, nov 2010.

MONTEIRO W. A., Anais do IX CBECIMAT, Águas de São Pedro /SP, dez.90, pg. 546-549.

MONTEIRO, W. A., SILVEIRA, M. A. G. e JÚLIO JR., O., Anais do MICROMAT 92, 28 a 30 out. 92, Rio de Janeiro, RJ, pg. 161 - 164.

MONTEIRO, W. A., SILVEIRA, M. A. G. e JÚLIO JR. O. Anais do IV Seminário Sobre Materiais Magnéticos e Elétricos (ABM), Rio de Janeiro, RJ, 27 a 29 de abril de 1994.

MONTEIRO W. A., SILVEIRA M. A. G. e JÚLIO JR, O. Metalurgia & Materiais, v. 51, maio 95, pg. 440-444.

MONTEIRO W. A., COSANDEY F. and BANDARU P., The effect of thermomechanical treatment on the microstructure of a Cu-Ni-Be alloy, Proceedings of THERMEC'97, Wollongong, Australia, julho/1997.

NORDHEIM V. L., Ann. Phys., 5 (1931), p. 642.

OKAZAKI A, MARTINS M V S, B N RAMIREZ, MONTEIRO W A, CARRIÓ J A G, "Mechanical And Structural Characterization Of Cu-Ni-Ag/Y₂O₃ Composites Obtained By Powder Metallurgy", Anais do PTECH 2011 Eighth International Latin American Conference On Powder Technology, November 06 to 09, Florianopolis, SC (abstract).

PHILIPS, A. - "Metais e Ligas Não Ferrosas", Instituto Militar de Engenharia (IME), Rio de Janeiro, 1971.

REED R. P. AND MIKESELL R. P. "Low Temperature Mechanical Properties of Copper and Selected Copper Alloys," NBS Monograph 101, Institute for Materials Research, National Bureau of Standards, Boulder, Colorado 80302.

ROTEM A. AND ROSEN A., Metall. Tran. A 1985, vol 16 A, pp. 2073-77

ROTEM A., SHECHTMAN D., and ROSEN A., Metall. Trans. A .1988, vol. 19A, pp.2279-2285.

SILVA L. V., "Estudos da condutividade elétrica em ligas ternárias a base de cobre-níquel", TGI (bacharelado), CCH - UPM, (orientador: Waldemar A. Monteiro), 2006.

SOUSA JR J., "Caracterização de ligas ternárias de cobre para contatos elétricos", PIBIC-Mackenzie, 2006, (orientador: Waldemar Alfredo Monteiro).

STADTLER W. A. Production of Metallurgy Parts. ASTM, Powder Metallurgy, Ohio, p.449-463, 1989.

STEINER D, BEDDOE R., GEROLD V., KOSTORZ G. and SCHMELCZER R., Scripta Metall., 1983, vol. 17, pp. 733-36.

TAUBENBLAT, P. W., Copper Selection of high conductivity alloys, Encyclopedia of Materials Science and Engineering, vol. 2, Ed. MB Bower, Pergamon Press and the MIT Press 1986, p 863-866.

THE INSTITUTE OF METALS SERIES ON POWDER METALLURGY, Powder Metallurgy - An overview. 1. ed. London, Great Britain, 1991.

THÜMMLER F. & R. OBERACKER, Introduction to Powder Metallurgy, The Institute of Materials, 1993, ISBN 0-901716-26-X).

WANG, Y. M. CHEN, F. ZHOU and EN MA, "High tensile ductility in a nanostructured metal," Nature 419 (6910), October 31, 2002, pp 912-915.