

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E  
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

ATOMIZAÇÃO E CONSOLIDAÇÃO POR FUSÃO SELETIVA A LASER DA  
LIGA Cu-11,3Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA

Jonadabe Martins dos Santos

São Carlos  
2015



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E**  
**ENGENHARIA DE MATERIAIS**

**ATOMIZAÇÃO E CONSOLIDAÇÃO POR FUSÃO SELETIVA A LASER DA**  
**LIGA Cu-11,3Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr COM EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA**

Jonadabe Martins dos Santos

Dissertação apresentada ao  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e  
Engenharia de Materiais como requisito  
parcial à obtenção do título de MESTRE EM  
CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Dr. Claudio Shyinti Kiminami

Co-orientador: Dr. Régis Daniel Cava

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos  
2015

Ficha catalográfica elaborada pelo DePT da Biblioteca Comunitária UFSCar  
Processamento Técnico  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

S237a Santos, Jonadabe Martins dos  
Atomização e consolidação por fusão seletiva a laser da liga Cu-11,3Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr com efeito de memória de forma / Jonadabe Martins dos Santos. -- São Carlos : UFSCar, 2016.  
63 p.

Dissertação (Mestrado) -- Universidade Federal de São Carlos, 2015.

1. Ligas cualni . 2. Efeito de memória de forma.  
3. Fusão seletiva por laser. I. Título.



## **DEDICATÓRIA**

*À minha família.*

## **VITAE DO CANDIDATO**

Engenheiro de Materiais pela UFSCar (2013)





UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS

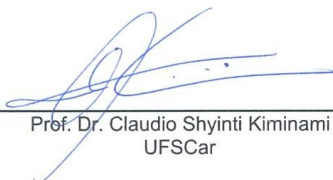
Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia  
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

---

**Folha de Aprovação**

---

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Dissertação de Mestrado do candidato Jonadabe Martins dos Santos, realizada em 16/12/2015:



---

Prof. Dr. Claudio Shyinti Kiminami  
UFSCar



---

Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini  
UFSCar



---

Prof. Dr. Marcelo Falcão de Oliveira  
USP





## AGRADECIMENTOS

Ao Eterno pelas bênçãos, oportunidades e desafios concedidos;

Agradeço ao professor Claudio Shyinti Kiminami pela orientação e pela paciência em me ensinar. Gostaria de agradecer ao Régis Cava pela orientação e pelos conselhos;

Agradeço também aos professores Claudemiro Bolfarini, Conrado Moreira, Walter Botta, Tomaz Ishikawa e Piter Gargarella pelas contribuições nesse trabalho e na minha formação acadêmica;

Agradeço a todos os técnicos do DEMa, em especial ao Edson Roberto D’Almeida da fundição, ao Leomar da oficina mecânica e ao Vitor do LCE;

Aos meus amigos do grupo de pesquisa Guilherme Koga, Alexandre Romão, Witor Wolf, Guilherme Zepon, Erich Sigolo, Eric Mazzer, Gabriel Asato, Telma e César Aliaga;

Ao PPG-CEM/DEMa/UFSCar pela estrutura e apoio;

À CAPES pelo apoio financeiro no mestrado e pelo suporte financeiro do estágio na Alemanha;

Aos meus orientadores alemães Tobias Gustmann, Dr. Simon Pauly e Dr. Prof. Jürgen Eckert;

Ao instituto de pesquisa IFW Dresden pela oportunidade de estágio;

Agradeço muito ao Bruno Paulluci Munhoz pela amizade e pela ajuda com a arte das figuras;

À minha família, especialmente aos meus pais, Roque e Luiza, e minhas irmãs, Maressa e Claudia, pelo suporte que proporcionaram durante toda minha vida;

Agradeço também a toda família e comunidade do Saber Amar, lugar que vivi e fui criado por toda minha vida. Agradeço ao pastor Marçal, e a sua mulher a irmã Luzia. Agradeço também a Sara Mendonça pela amizade, pelo suporte e pelos conselhos.



## RESUMO

O objetivo da dissertação foi o estudo da viabilidade de uma rota de fabricação de peças com liga Cu-11,3Al-3,2Ni-3Mn-0,5Zr a base de cobre com Efeito de Memória de Forma (EMF) por atomização a gás da liga, seguida pela consolidação por Fusão Seletiva por Laser (FSL). A liga foi elaborada a partir de elementos de alta pureza em forno de indução com proteção de fluxo de argônio concentrado acima do banho. As atomizações foram realizadas com fusão por indução e utilizando argônio como gás de atomização. Os pós, separados na faixa granulométrica 32-106  $\mu\text{m}$  foram consolidados por FSL utilizando o equipamento SLM 250 HL do Leibniz Institute for Solid State and Materials Research, Dresden, Alemanha. Para consolidação foram selecionadas as melhores combinações de potência (P em W) e velocidade (V em mm/s) do feixe de laser pelo critério de aspecto visual das trilhas simples. Na etapa seguinte foi considerada a porcentagem de sobreposição de pistas (S) avaliada pelo critério de densidade relativa. O pó atomizado e os corpos consolidados por FSL foram caracterizados por microscopia ótica e eletrônica de varredura, difração de raios-X e por calorimetria diferencial de varredura. A composição e a morfologia do pó atomizado foram adequadas para o processo de FSL. A otimização dos parâmetros de processamento indicaram que as melhores combinações foram de P310v740S40 e P310v740S50, com densidade relativa alcançada em torno de 97%. A fase martensítica  $\beta'$  “zig-zag”, responsável pelo EMF, foi predominante nos corpos consolidados por FSL sendo que a microestrutura, embora não uniforme, foi relativamente refinada, indicando o efeito da adição de Zr na composição da liga. As temperaturas de transformação dos corpos consolidados foram de  $A_s=172-174^\circ\text{C}$ ,  $A_f=194-197^\circ\text{C}$ ,  $M_s=156-160^\circ\text{C}$ ,  $M_f=132-138^\circ\text{C}$ . Os resultados indicam a viabilidade da rota de fabricação de peças em ligas a base de cobre com EMF por atomização a gás da liga, seguida pela consolidação por FSL.

Palavras-chave: Ligas CuAlNi, Efeito de Memória de Forma e Fusão Seletiva por Laser.



## ATOMIZATION AND CONSOLIDATION BY SELECTIVE LASER MELTING OF THE SHAPE MEMORY ALLOY Cu-11,3Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr.

### ABSTRACT

The aim of the present work was the study of the viability of a manufacturing route of parts with the Cu-based Shape Memory Alloy (SMA) Cu-11,3Al-3,2Ni-3Mn-0,5Zr through gas atomization followed by Selective Laser Melting (SLM) consolidation. The alloy was prepared from high purity elements in an induction furnace with a concentrate argon flow shield above the molten metal. The atomization was carried out using an induction furnace for melting and argon as atomizer gas. The atomized powder was sieved in 32-106  $\mu\text{m}$  range particles sizes and consolidated by SLM 250 HL device settled at the Leibniz Institute for Solid State and Materials Research, Dresden, Germany. In the consolidation step the best combination of power (P in Watts) and velocity (V in mm/s) were selected through the visual aspect criteria. In the following step the hatching track percentage (S) guided by relative density criteria was included. The atomized powder and the consolidated samples were characterized by optical and electron microscopy, X-ray diffraction and differential scanning calorimetry. The composition and the powder morphology were suitable for the SLM processing. The parameters optimization point out that the best combinations were P310v740S40 and P310v740S50, their relative density were around 97 %. The  $\beta'$  "zig-zag" martensite phase, the SMA effect cause, was prevailing in the consolidated samples microstructure, still, the microstructure although was not-uniform it was relatively grain refined, pointing out the effect of Zr addition. The consolidated samples transformation temperatures were  $A_s=172-174^\circ\text{C}$ ,  $A_f=194-197^\circ\text{C}$ ,  $M_s=156-160^\circ\text{C}$ ,  $M_f=132-138^\circ\text{C}$ . The results point to a strong indicative of the viability of a manufacturing route of parts with Cu-based SMA through gas atomization followed by SLM consolidation.

Key-Words: CuAlNi alloys, Shape Memory Effect and Selective Laser Melting



## TRABALHOS APRESENTADOS EM CONGRESSOS:

- 1. APRESENTAÇÃO ORAL**, C.S. Kiminami, E.M.Mazzer, P. Gargarella, R.D.Cava, J. M. dos Santos, C. Bolfarini, W.J. Botta, T. Gustmann, J. Eckert and S. Pauly. *Atomization and Selective Laser Melting of a Cu-Al-Ni-Mn and Cu-Al-Ni-Mn-Zr Shape Memory Alloys* In: ISMANAM (International Symposium on Metastable, Amorphous and Nanostructured Materials), 13-17 de Julho de 2015, Paris, França.
- 2. APRESENTAÇÃO EM PÔSTER**, J. M. dos Santos, C.S. Kiminami, R.D.Cava, P. Gargarella, C. Bolfarini, W.J. Botta, T. Gustmann, J. Eckert and S. Pauly. *Atomization and Selective Laser Melting of a Cu-Al-Ni-Mn-Zr Shape Memory Alloy* In: PTECH (Tenth International Latin American Conference on Powder Technology) 2015, Mangaratiba, 8-11 de Novembro de 2015, Rio de Janeiro, Brasil.





## ÍNDICE DE ASSUNTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO.....	i
AGRADECIMENTOS.....	iii
RESUMO.....	v
ABSTRACT.....	vii
TRABALHOS APRESENTADOS EM CONGRESSOS.....	ix
ÍNDICE DE ASSUNTOS.....	xi
ÍNDICE DE TABELAS.....	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xv
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES.....	xix
1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS.....	1
1.1 INTRODUÇÃO.....	1
1.2 OBJETIVO.....	3
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	5
2.1 EFEITO DE MEMÓRIA DE FORMA.....	5
2.2 Ligas a Base de Cobre com Efeito de Memória de Forma.....	11
2.3 Atomização a Gás.....	15
2.4 Fusão Seletiva a Laser.....	17
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	19
3.1 Materiais.....	19
3.2 Preparação dos Lingotes.....	19
3.3 Produção do Pó por Atomização a gás e Caracterização.....	20
3.3.1 Produção do Pó por Atomização a gás.....	20
3.3.2 Caracterização do Pó Atomizado.....	22
3.3.2.1 Análise Química.....	22
3.3.2.2 Separação Granulométrica.....	22
3.3.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	22
3.3.2.4 Difração de Raios – X.....	22
3.3.2.5 Análise Térmica.....	23
3.4 Processo de Fusão Seletiva por Laser.....	23
3.4.1 Seleção de Potência e Velocidade.....	23

3.4.2	Seleção de Porcentagem de Superposição, Etapa 1 .....	26
3.4.3	Seleção de Porcentagem de Superposição, Etapa 2 .....	28
3.4.4	Caracterizações das amostras processadas por FSL .....	30
3.4.4.1	Microscopia Óptica – Keyence .....	30
3.4.4.2	Densidade Relativa .....	30
3.4.4.3	Microscopia Óptica – Epiphot 300 .....	30
3.4.4.4	Microscopia Eletrônica de Varredura .....	31
3.4.4.5	Difração de Raios – X .....	31
3.4.4.6	Análise Térmica .....	32
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES .....	33
4.1	Caracterização do Pó .....	33
4.1.1	Análise Química .....	33
4.1.2	Separação Granulométrica .....	33
4.1.3	Microscopia Eletrônica de Varredura .....	35
4.1.4	Difração de Raios – X .....	37
4.1.5	Análise Térmica .....	38
4.2	Caracterizações no Processo de Fusão Seletiva por Laser .....	40
4.2.1	Microscopia Óptica – Keyence .....	40
4.2.2	Densidade Relativa .....	42
4.2.3	Microscopia Óptica – Epiphot 300 .....	44
4.2.4	Microscopia Eletrônica de Varredura .....	45
4.2.5	Difração de Raios – X .....	47
4.2.6	Análise Térmica .....	47
5	CONCLUSÃO .....	51
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....	53
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	55
	APÊNDICE A: FLUXOGRAMAS DO PROCESSO EXPERIMENTAL .....	59

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 3.1.1 Elementos Utilizados para preparação do lingote .....	19
Tabela 3.4.1.1 Condições da Câmara e do Feixe de laser no processo de fusão seletiva. ....	24
Tabela 3.4.2.1 Variações de parâmetros de FSL, Etapa 1. ....	28
Tabela 3.4.3.1 Comparação de Composição das Ligas.....	28
Tabela 3.4.3.2 Nessa tabela tem-se 98,9 % de densidade relativa para P=330 W, v=740 mm/s e S=30%, adaptado de [28].....	29
Tabela 3.4.3.3 Variações dos parâmetros, Etapa 2. ....	29
Tabela 4.1.1.1 Resultado da Análise Química .....	33
Tabela 4.1.5.1 Temperaturas de Transformação, 2º ciclo de aquecimento. ....	39
Tabela 4.2.2.1 Densidade Relativa na Etapa 1 .....	42
Tabela 4.2.2.2 Densidade Relativa na Etapa 2 .....	42
Tabela 4.2.6.1 Temperaturas de transformação .....	48



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1.1 Transformação de fase induzida por temperatura em uma LMF sem carregamento mecânico [8].	6
Figura 2.1.2 Espaço tensão-deformação-temperatura exibindo o efeito de memória de forma em uma LMF a base de Ni-Ti [8].	7
Figura 2.1.3 Válvulas de acionamento automático com LMF [9].	8
Figura 2.1.4 Movimento de flexão da asa com sistema de LMF [9].	8
Figura 2.1.5 Movimento de torção [9].	9
Figura 2.1.6 Esquema mostrando a transformação de fase envolvida no uso do <i>stent</i> [9].	9
Figura 2.1.7 Ilustração da curva de DSC para uma LMF com as temperaturas de transformação e o calor de transformação durante o resfriamento e aquecimento [8].	11
Figura 2.2.1 Diagrama de fase de um corte do ternário CuAlNi com 3 wt% de Ni [10].	12
Figura 2.2.2 Fase $\gamma'$ (branca na transversal com maclas internas) rodeada por $\beta'$ em zig-zag [16].	14
Figura 2.3.1 Esquema de funcionamento da atomização a gás.	16
Figura 2.4.1 Representação esquemática do processo de FSL, a figura ilustra o processo de fusão seletiva por laser em camadas. A camada de pó é depositada (a), o processo de fusão a laser é executado (b), a plataforma com o material em pó é movimentada para baixo (c) e a deposição de pó é realizada novamente (a) dando sequência ao ciclo do processo (b) e (c) novamente [5].	17
Figura 2.4.2 Exemplo de uma peça produzida por FSL, componente de turbina. Na parte esquerda da figura tem-se o desenho CAD e na parte direita a peça após a FSL. Esse processo é capaz de reduzir peso através da subtração de material da estrutura interna da peça [22].	18
Figura 3.2.1 Lingotes cortados, limpos e prontos para a atomização.	20
Figura 3.3.1.1 Câmara de Atomização.	21
Figura 3.3.1.2 Compartimento para acomodação e fusão dos lingotes	21

Figura 3.3.1.3 Bocal instalado no equipamento.....	21
Figura 3.3.1.4 Bocal de 3 mm.....	21
Figura 3.4.1.1 Equipamento de Fusão Seletiva por Laser [25].....	24
Figura 3.4.1.2 Desenho esquemático do substrato utilizado no processo de fusão seletiva por laser [24].....	24
Figura 3.4.1.3 Detalhes dos parâmetros do processo de FSL, porcentagem de superposição de trilhas (S), potência do laser (P) e velocidade de varredura (V) [26]. .....	25
Figura 3.4.1.4 Foto das trilhas simples do intervalo de 300-1400 mm/s e de 260-290 W. O “X” indica a combinação escolhida para a etapa de seleção de superposição de trilhas.....	26
Figura 3.4.1.5 Foto das trilhas simples do intervalo de 300-1400 mm/s e de 300-330 W. As combinações escolhidas para a etapa de seleção de superposição de trilhas estão indicadas por um X na figura.....	26
Figura 3.4.2.1 Ilustração do modo de varredura do Laser [27].....	27
Figura 3.4.2.2 Fotografia dos cilindros após processamento dos pós atomizados por FSL e o sistema de orientação x,y e z. Dimensões do cilindro: 3 mm de diâmetro x 8 mm de altura. ....	27
Figura 4.1.2.1 Distribuição granulométrica representada em fração cumulativa. Pode-se observar que cerca de 90% do pó, abaixo de 106 $\mu\text{m}$ e acima de 32 $\mu\text{m}$ , foi utilizado no processo de FSL.....	34
Figura 4.1.2.2 Distribuição granulométrica em representação gráfica da fração mássica em função da faixa granulométrica, pode-se observar a freqüência de distribuição mássica através das faixas granulométricas. ....	34
Figura 4.1.3.1 Micrografias obtidas por MEV da superfície dos pós atomizados. Observa-se que todas as faixas granulométricas analisadas apresentam morfologia esférica com presença de pequenos satélites aderidos a superfície das partículas. ....	36
Figura 4.1.3.2 Presença de fase martensítica “zig-zag”, fase responsável pelo efeito de memória de forma, tem a presença confirmada pela técnica de MEV. ....	37

Figura 4.1.4.1 Os difratogramas de Raios – X obtidos para todas as faixas granulométricas dos pós atomizados da liga Cu-11,35Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr. A fase martensítica “zig-zag” foi confirmada em todas as faixas.....	38
Figura 4.1.5.1 Análise térmica realizada por faixas de tamanho de pós: é possível observar o aumento das temperaturas de transformação da transformação martensítica.....	40
Figura 4.2.1.1 Trilha simples com 270 W de potência, 500 mm/s de velocidade e espessura média de 253 $\mu\text{m}$ , a potência do laser foi insuficiente para um fundir o pó, logo, observa-se grande quantidade de regiões com escassez de fusão (regiões escuras).....	41
Figura 4.2.1.2 Trilha simples com 310 W de potência, com 500 mm/s de velocidade e espessura média de 261 $\mu\text{m}$ , nessa trilha a potência do laser fusão é um pouco maior que o exemplo anterior (de 270 W para 310 W), pode-se observar menor quantidade de regiões escuras e uma quantidade maior de regiões de fusão uniforme.....	41
Figura 4.2.1.3 Trilha simples com 310 W de potência, 800 mm/s de velocidade e espessura média de 173 $\mu\text{m}$ , nesse caso a velocidade aumentou em relação ao exemplo anterior ( de 500 mm/s para 800 mm/s), a proporção de regiões escuras e regiões uniformes é similar ao exemplo anterior, no entanto a espessura da trilha é menor, pois isso é proveniente da velocidade maior . ...	41
Figura 4.2.3.1 P330V740S40 transversal, grãos irregulares e tamanho de grão 35 $\mu\text{m}$ .....	44
Figura 4.2.3.2 P330V740S50 transversal, grãos irregulares e tamanho de grão 35 $\mu\text{m}$ .....	44
Figura 4.2.3.3 P330V740S40 longitudinal, grãos alongados na direção de extração de calor e tamanho de grão 41 $\mu\text{m}$ .....	44
Figura 4.2.3.4 P330V740S50 longitudinal, grãos alongados na direção de extração de calor e tamanho de grão 57 $\mu\text{m}$ .....	44
Figura 4.2.4.1 Panorâmica longitudinal, a figura mostra a presença da martensita “zig-zag”, fase responsável pela transformação termoelástica, em várias orientações cristalográficas. ....	46



Figura 4.2.4.2 Micrografia obtida por MEV apresentando grãos alongados (indicados pelas letras A, B e C) e microestrutura exclusivamente martensítica. Observa-se que essa fase apresenta-se com diferentes refinamentos nos grãos em destaque, efeito do processo de fusão seletiva a laser. ....	46
Figura 4.2.5.1 Difração de raios-x da amostra P330V740S40 apresenta fase martensítica $\beta'$ “zig-zag”, fase responsável pelo efeito de memória de forma..	47
Figura 4.2.6.1 Nessa ilustração pode-se observar como a curva média (em vermelho) é posicionada em relação em relação a curva real (em azul).....	49
Figura 4.2.6.2 Análise térmica dos cilindros processados por FSL com os parâmetros otimizados. ....	49

## SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

- $\beta$  – Fase mãe, fase de alta temperatura ou austenita  
 $\beta'$  – Fase martensítica “zig-zag” (monoclínica)  
 $\gamma'_1$  – Fase martensítica (ortorrômbica)  
 $\gamma$  – Tensão superficial da esfera líquida  
 $\Delta P = P_1 - P_2$  – Diferença de pressão entre a parte interior ( $P_1$ ) e o exterior ( $P_2$ ) da esfera líquida  
 $R$  – Raio da esfera líquida  
 LMF – Liga com Memória de Forma  
 EMF – Efeito de Memória de Forma  
 $M_s$  – Temperatura de Início de Transformação Martensítica  
 $M_{\text{pico}}$  – Temperatura do Pico da Transformação Martensítica  
 $M_f$  – Temperatura de Término de Transformação Martensítica  
 $A_s$  – Temperatura de Início de Transformação Austenítica  
 $A_{\text{pico}}$  – Temperatura de Pico de Transformação Austenítica  
 $A_s$  – Temperatura de Término de Transformação Austenítica  
 EDS – *Energy Dispersive X-ray Spectroscopy*  
 FSL – Fusão Seletiva por Laser  
 MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura  
 MO – Microscopia Óptica  
 DSC – *Differential Scanning Calorimetry*  
 DRX – Difração de Raios – X  
 CAD – *Computer-aid design*  
 ICP – OES – *Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy*, Espectrômetro de Emissão Óptica com Plasma Acoplado Indutivamente.  
 CAPES – Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior  
 BRAGECRIM - *Brazilian-German Collaborative Research Initiative on Manufacturing Technology*.  
 $P$  – Potência do Feixe de Laser  
 $V$  – Velocidade do Feixe de Laser  
 $S$  – Superposição de Trilhas  
 IFW – *Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung* (Instituto para Pesquisa do Estado Sólido e Materiais)  
 mm – milímetros  
 $^{\circ}\text{C}$  – Graus Celsius  
 FEG – Field Emission Gun  
 kg – Kilograma  
 SE – Elétrons Secundários  
 $\mu\text{m}$  – Micrometro  
 mg – miligrama

ZTA – Zona Termicamente Afetada

# 1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

## 1.1 Introdução

O primeiro registro do efeito de memória de forma em ligas metálicas foi em 1932, quando A. Orlander et al. [1] constataram esse efeito em uma liga de Au-Cd. Apesar da grande descoberta, o grande custo comercial do ouro e os perigos à saúde associados ao Cd tornaram inviável qualquer aplicação comercial dessas ligas. Em 1962 Willian F. Buehler [2], trabalhando para o programa espacial do “Naval Ordenance Laboratory – NOL” em Silver Springs, Maryland – EUA, descobriu Ligas com Memória de Forma (LMF) a base de Ni-Ti, dois elementos economicamente viáveis e com metalurgia conhecida. O primeiro registro de utilização dessas ligas em larga escala foi em 1971 no avião de combate norte-americano Grumman F-14 que teve suas tubulações de titânio conectadas por uma peça feita em liga com memória de forma a base de Ni-Ti [3]. Atualmente existem diversas aplicações, entre elas, conectores elétricos, antenas de aparelhos eletrônicos, armações de óculos e muitas aplicações biomédicas com formas complexas [3]. As LMF a base de titânio e níquel apresentam excelentes propriedades mecânicas e de resistência à corrosão. Seriam as ligas ideais para aplicações com efeito de memória forma, se não fosse pelo alto custo e dificuldade de processamento que o níquel e o titânio apresentam. Existem estudos em LMF a base de cobre para a substituição das LMF a base de titânio e níquel. O processamento é mais simples devido à baixa reação com o oxigênio de seus constituintes e seu custo é menor quando comparadas às ligas de NiTi. No entanto, as principais desvantagens dessas ligas estão na fragilidade mecânica e fratura intergranular. Existem perspectivas que essas desvantagens sejam resolvidas ou amenizadas através do refino de grão no material e pelo processamento por solidificação rápida [4].

Dentre as ligas a base de cobre reportadas na literatura destaca-se a liga Cu-(11.8-13.5)Al-(3.2-4)Ni-(2-3)Mn (% peso) que tendo sido fabricada pela técnica de solidificação rápida de melt-spinning apresentou propriedades de

memória de forma [5] e em estudos que indicam que adições de elementos como Zr e Si também tem o efeito de reduzir o tamanho de grão [6].

Diversas aplicações que envolvem ligas com EMF demandam peças com formato complexo, as quais podem apresentar diversos problemas quando manufaturadas por processos de conformação como fundição de precisão ou sinterização de pó. Os problemas mais comuns apresentados por esses processos seriam microestrutura não-uniforme, baixa tenacidade, limitação dimensional e limitação de complexidade na peça. Para superar as limitações dos processos convencionais o uso de Fusão Seletiva por Laser se apresenta como perspectiva de impor uma solidificação rápida e uniforme em toda a extensão de uma peça; portanto com perspectivas de uma nova rota de produção de peças com geometria complexa com microestrutura uniforme, refinada e martensítica em toda a peça.

## 1.2 Objetivo

O objetivo do presente trabalho foi o estudo da viabilidade de uma rota de fabricação de peças com Efeito de Memória de Forma (EMF) utilizando a liga à base de cobre Cu-11,3Al-3,2Ni-3Mn-0,5Zr. A rota proposta é a atomização a gás da liga, seguida da consolidação dos pós por Fusão Seletiva a Laser (FSL) para obtenção de peças maciças.



## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 Efeito de memória de forma

Ligas com Efeito de Memória de Forma (LMF) possuem a capacidade da recuperação da forma inicial após o aquecimento até uma determinada temperatura, identificada como temperatura de transformação austenítica. LMF possuem duas fases dentro de uma faixa de temperatura de operação, cada qual com sua estrutura cristalina e, portanto, com propriedades diferentes. A fase de alta temperatura é chamada de austenita ( $A$ ) e a outra de baixa temperatura é identificada como martensita ( $M$ ). A austenita, geralmente cúbica, tem estrutura cristalina diferente da martensita (tetragonal, ortorrômbica ou monoclinica). A transformação reversível da austenita para a martensita e vice-versa é a base para o comportamento único das LMF e está ilustrado esquematicamente na Figura 2.1.1. A transformação da austenita para martensita não ocorre através da difusão atômica, mas por distorção cisalhante da rede cristalina [7]. Cada cristal de martensita formada pode ter uma orientação diferente, chamada de variante. O conjunto de variantes pode se organizar de duas maneiras: *martensita maclada* ( $M^m$ ), formada por um conjunto de martensitas auto-acomodadas, ou *martensita demaclada* ( $M^d$ ), a qual é formada pelo crescimento preferencial de uma variante ao custo das outras variantes através da imposição de uma deformação ao material. Um desenho esquemático das estruturas cristalinas da martensita maclada e da austenita para uma LMF e a transformação entre elas induzida por temperatura estão ilustrados na Figura 2.1.1, que também mostra as quatro temperaturas associadas a essas transformações de fase. Durante a transformação da austenita para a martensita (no resfriamento), a austenita começa se transformar em martensita maclada na *temperatura de início da transformação martensítica* ( $M_s$ ) e a reação é completa na *temperatura de término da transformação martensítica* ( $M_f$ ). Nesse estágio, a transformação está completa e o material está inteiramente no estado martensítico. Similarmente, durante o aquecimento a transformação da martensita para austenita se inicia



na temperatura de início da transformação austenítica ( $A_s$ ) e a transformação se completa na temperatura de término da transformação austenítica ( $A_f$ ) [8].

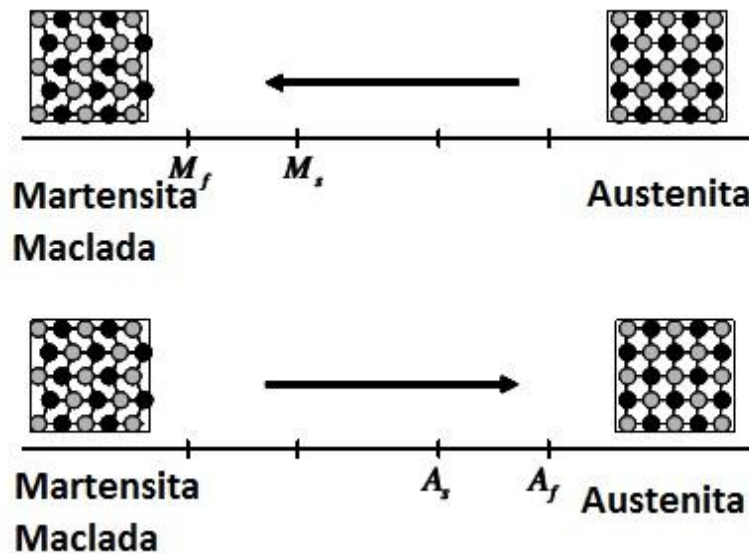


Figura 2.1.1 Transformação de fase induzida por temperatura em uma LMF sem carregamento mecânico [8].

Na Figura 2.1.2 pode-se visualizar o efeito de memória de forma por completo. Inicialmente, na ausência de carregamento e em temperatura mais baixa o material apresenta-se no estado de martensita maclada.

Quando uma determinada tensão é aplicada, o material deforma-se elasticamente até o início do processo de demaclação no valor de tensão  $\sigma_s$ . Esse processo segue com um aumento relativamente pequeno da carga aplicada e grande aumento da deformação até atingir que o processo de demaclação se complete na tensão de valor  $\sigma_f$ . O aquecimento do material por uma fonte externa provoca a transformação austenítica que tem início na temperatura  $A_s$  e término na temperatura  $A_f$ . Essa transformação provoca o retorno do material (a maior parte) ao formato inicial. O resfriamento provoca a transformação martensítica no material, transformação que acontece entre as temperaturas  $M_s$  e  $M_f$ , as quais denotam temperaturas de início e fim de transformação martensítica, respectivamente[8]. A aplicação do efeito de memória de forma está em diversas áreas, como aeroespacial, automobilística, segurança patrimonial e medicina. As LMF a base de Ni-Ti são usadas em válvulas para diversas aplicações, como está indicado na Figura 2.1.3.

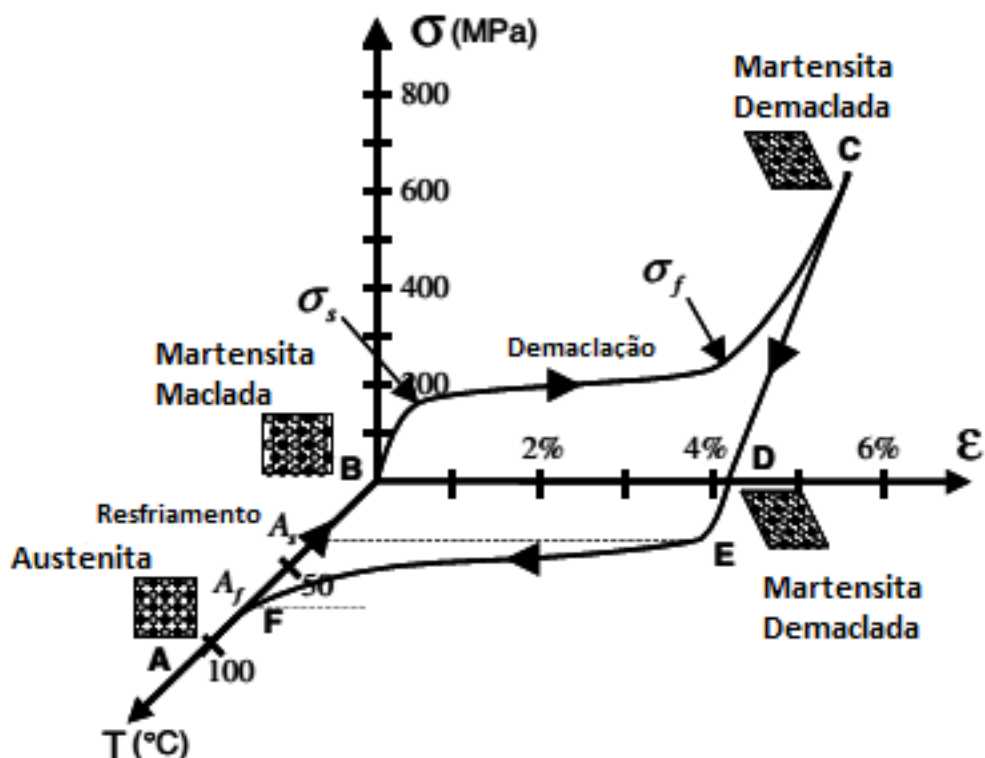


Figura 2.1.2 Espaço tensão-deformação-temperatura exibindo o efeito de memória de forma em uma LMF a base de Ni-Ti [8].

O efeito de memória de forma reduz o peso e o número de componentes envolvidos na montagem dessas válvulas. A Figura 2.1.3 mostra quatro tipos de válvulas: (a) válvula anti-sobreaquecimento de sistemas de circulação de água, (b) válvula de segurança industrial, (c) válvula para transmissão automática de um Mercedes-Benz e (d) esquema da válvula anti-sobreaquecimento. Na válvula (c) pode-se visualizar de maneira bem prática o funcionamento desse tipo de equipamento, a mola da esquerda é feita em LMF e está sujeita à variação de temperatura do meio responsável pelo acionamento. Pelo aquecimento a mola retorna à sua forma inicial e permite a passagem do fluxo pela válvula [9].



Figura 2.1.3 Válvulas de acionamento automático com LMF [9].

As ligas com efeito de memória de forma também proporcionam muitos benefícios ao setor da aviação. Asas com capacidade de mudança morfológica do perfil estão em desenvolvimento para aeronaves não-tripuladas de pequeno porte. Através de sistemas antagônicos de atuação para flexão com LMF a asa é capaz de executar tanto movimento de flexão quanto de torção, como ilustrado na Figura 2.1.4 e na Figura 2.1.5, respectivamente [9].

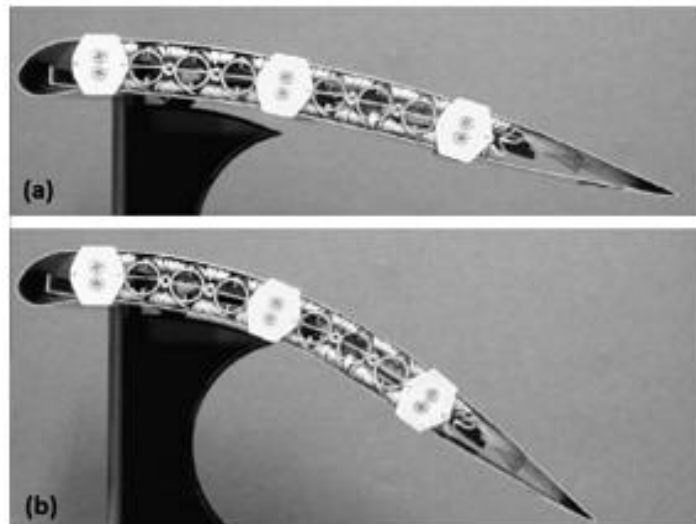


Figura 2.1.4 Movimento de flexão da asa com sistema de LMF [9].

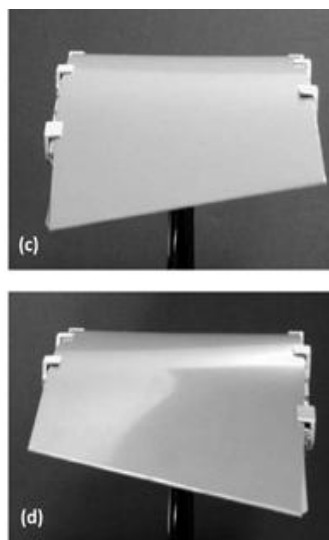


Figura 2.1.5 Movimento de torção [9].

Existem também aplicações na área da saúde, como por exemplo, o *stent*. O *stent* é utilizado para expandir vasos sanguíneos que estão obstruídos por camadas de gordura. Na Figura 2.1.6 tem-se um esquema que explica as transformações de fase envolvidas na aplicação do *stent* com memória de forma. O *stent* é deformado na fase martensítica de maneira que pode ser colocado dentro do vaso sanguíneo obstruído, após entrar em contato com calor do corpo o *stent* recupera sua forma inicial através da transformação austenítica e dilata o vaso sanguíneo obstruído permitindo assim a passagem do fluxo d sangue.

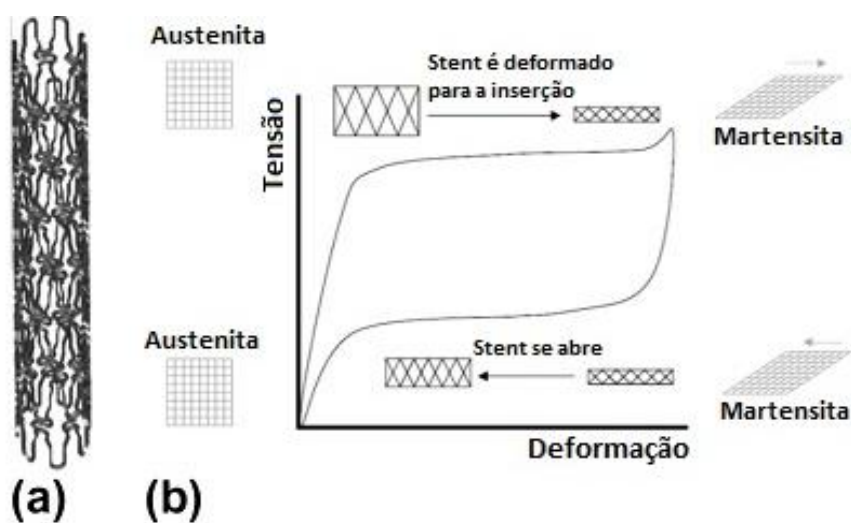


Figura 2.1.6 Esquema mostrando a transformação de fase envolvida no uso do *stent* [9].

O comportamento térmico das LMF é de grande importância para o estudo e entendimento de seu comportamento de efeito de memória de forma. Esse comportamento pode ser estudado através da análise térmica realizada pelo DSC (*Differential Scanning Calorimetric*). O equipamento de DSC possui um controle de potência para manter a taxa de aquecimento e de resfriamento constante. Se durante o resfriamento a amostra sofre uma reação exotérmica (liberação de energia) o equipamento diminui o fornecimento de potência para manter a taxa de resfriamento. No entanto, se durante o aquecimento a amostra sofre uma reação endotérmica (absorção de energia), o equipamento fornece energia para manter a taxa de aquecimento da amostra. Através dessa análise térmica é possível obter as temperaturas de transformação e a energia associada ao fenômeno de efeito de memória de forma [8].

Quando uma amostra de LMF é aquecida a partir da martensita maclada a transformação para a austenita se inicia na temperatura  $A_s$  e termina na temperatura  $A_f$ . O pico dessa transformação está indicado no percurso de aquecimento na Figura 2.1.7. Durante o resfriamento a transformação martensítica se inicia na temperatura  $M_s$  e termina na temperatura  $M_f$  onde a amostra se encontra no estado martensítico. As temperaturas de transformação são adquiridas, geralmente, através de linhas tangentes a partir do começo para o final da região do pico de transformação e a linha base (aquecimento do cadinho sem amostra) de aquecimento e resfriamento. O calor associado à transformação pode ser calculado pela integração do calor específico na faixa de temperatura de transformação. As temperaturas de transformação podem ser afetadas de maneira significativa pela energia mecânica armazenada (precipitados, discordâncias introduzidas por processos de cortes e demaclagem), o que torna o estado de tensão inicial do material muito importante. Essa energia armazenada pode causar um deslocamento ou alargamento dos picos de transformação martensítica ou austenítica. Essas alterações no pico de transformação causam alterações nas temperaturas de transformação [8].

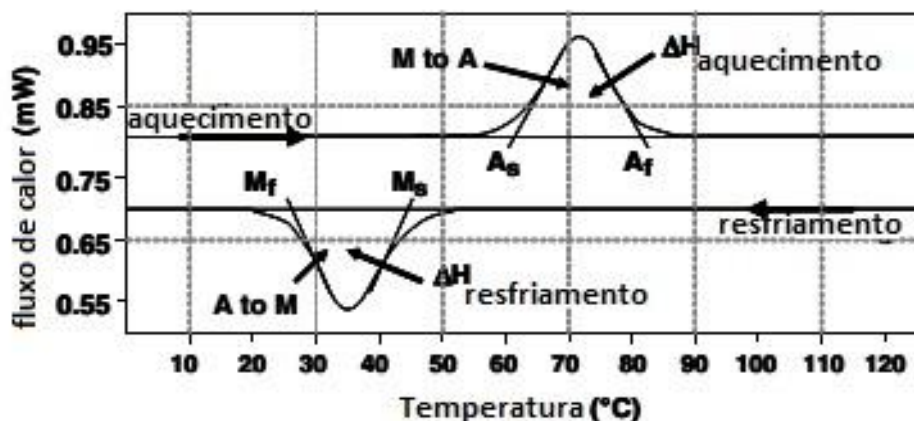


Figura 2.1.7 Ilustração da curva de DSC para uma LMF com as temperaturas de transformação e o calor de transformação durante o resfriamento e aquecimento [8].

## 2.2 Ligas a Base de Cobre com Efeito de Memória de Forma

Ligas com Memória de Forma a base de Ni-Ti são bem conhecidas por suas excelentes propriedades de efeito de memória de forma. No entanto, elas apresentam alto custo de produção e problemas durante o processamento. Titânio e níquel são dois elementos caros em relação ao alumínio e o cobre e o titânio é muito reativo no estado líquido, tende a absorver oxigênio e formar óxidos de maneira a comprometer as propriedades de EMF e mecânicas [4]. Logo, a pesquisa por LMF a base de Cu-Zn ou Cu-Al para substituição no uso de LMF a base de Ni-Ti está em forte desenvolvimento. Dentro das LMF da base de cobre as ligas CuZnAl exibem as melhores propriedades de EMF e mecânicas, no entanto possuem estabilidade térmica limitada, não podendo ser utilizadas acima de 100 °C [10]. Enquanto as ligas CuAlNi possuem melhor estabilidade térmica em altas temperaturas, suas aplicações ainda estão limitadas devido à baixa capacidade de processamento mecânico provocada pela tendência de precipitação da fase  $\gamma_2$ , fase responsável por fragilização do material, e pelas propriedades mecânicas limitadas devido ao grande tamanho de grão [10]. A adição de elementos de liga, tanto para refino de grão quanto para supressão de precipitação de  $\gamma_2$  tem gerado resultados promissores para LMF no sistema CuAlNi [4]. O desenvolvimento nos anos recentes de ligas

CuAlNiMnTi promete bons resultados para aplicações práticas em alta temperatura [10].

Através do diagrama de fases ternário do CuAlNi Figura 2.2.1 com corte em 3% em peso de níquel pode-se observar algumas características do sistema CuAlNi.

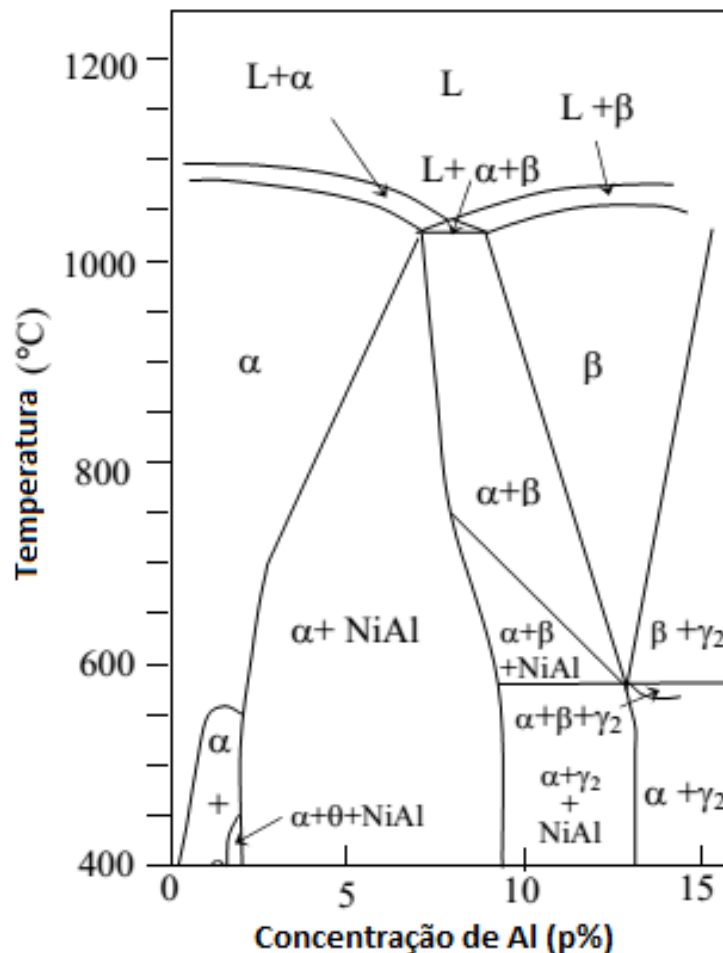


Figura 2.2.1 Diagrama de fase de um corte do ternário CuAlNi com 3 wt% de Ni [10].

De todas as fases presentes no digrama nenhuma é martensítica, pois a fase martensítica é metaestável. Para o sistema binário CuAl a transformação martensítica é impossível, pois a alta concentração de alumínio mantém estável a fase  $\gamma_2$  mesmo para altas taxas de resfriamento. Já para o sistema CuAlNi a transformação é possível desde que a fase  $\beta_1$  (também identificada como  $\beta$ ) seja estável em alta temperatura. A adição de níquel estabiliza  $\beta_1$  e retarda o processo de difusão do cobre e do níquel viabilizando dessa forma a

transformação martensítica durante o resfriamento e evitando que a fase  $\beta_1$  se decomponha entre outras fases.

O aumento do alumínio diminui as temperaturas de transformação de maneira expressiva, por exemplo, para apenas 1% em peso a temperatura pode diminuir cerca de 100° C. O níquel também provoca a diminuição das temperaturas de transformação, mas é bem menor quando comparado com o alumínio. Dito que a transformação martensítica só pode ocorrer a partir na fase  $\beta_1$  existe uma faixa de composição aproximada onde o sistema CuAlNi pode ser utilizado para LMF, essa faixa é Cu-(12-14)wt%Al-(3-4)wt%Ni, como pode-se observar na Figura 2.2.1 [10].

Para ligas do tipo CuAlNi existem quatro tipos de fases martensíticas conhecidas:  $\alpha'$ ,  $\beta'_1$ ,  $\beta''_1$  e  $\gamma'_1$ . A formação de cada uma delas depende da composição química, temperatura, tensão que o material está submetido e ordenamento da fase austenítica de origem [11]. As martensitas  $\alpha'$ ,  $\beta'_1$  e  $\gamma'_1$  apresentam estruturas e grupos espaciais conforme a respectiva sequencia: I4/mmm (tetragonal), C2/m (monoclinico), e Pmmn (ortorrombico) [12] Enquanto a martensita  $\beta''_1$  apresenta estrutura monoclinica e grupo espacial P2<sub>1</sub>/m [13]. A fase  $\beta''_1$  é formada a partir de um processo de reordenação da fase martensítica  $\beta'_1$ . Esse fenômeno é observado apenas em algumas ligas, por exemplo, Cu-14,0Al-14,2Ni (% em peso) [7].

Será dada maior ênfase às fases  $\beta'_1$  e  $\gamma'_1$ , pois essas fases são de grande importância para o presente trabalho. A  $\beta'_1$  martensítica que apresenta as melhores propriedades de memória de forma e a  $\gamma'_1$  que deve ser evitada por ser proveniente da fase  $\beta'_1$  (ou seja, diminui a presença dessa fase) e também porque é fragilizante e não apresenta *EMF*. A fase martensítica é formada em concentrações de Al menores que 13% em peso (aproximadamente) e possui célula unitária monoclinica (grupo espacial P2<sub>1</sub>/m). No entanto para concentrações de alumínio maiores que essa, a fase martensítica  $\gamma'_1$ , de estrutura ortorrômbica (grupo espacial P2mm), é estabilizada e passa a coexistir com a fase  $\beta'_1$  sendo que maiores concentrações de alumínio conduzem ao crescimento da fase  $\gamma'_1$  [10]. Essas duas fases podem ser diferenciadas pela morfologia característica de cada uma delas. Isso pode ser



realizado por microscopia óptica ou eletrônica. A fase martensítica  $\beta'_1$  possui morfologia de agulhas finas acomodadas em zig-zag, já a fase martensítica  $\gamma'_1$  apresenta-se na forma de agulhas grosseiras com maclas internas [14] [15]. Na Figura 2.2.2 pode-se observar a diferença entre as fases  $\beta'_1$  e  $\gamma'_1$ .

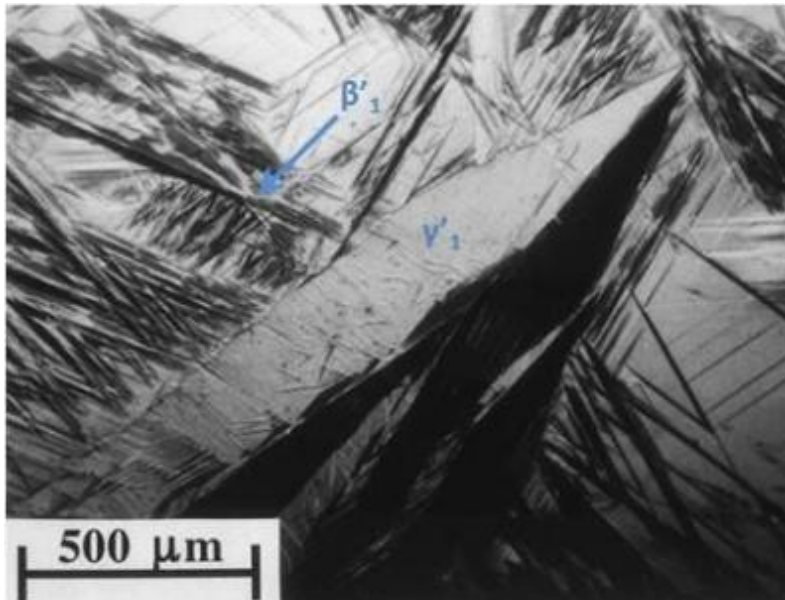


Figura 2.2.2 Fase  $\gamma'_1$  (branca na transversal com maclas internas) rodeada por  $\beta'_1$  em zig-zag [16].

As LMF no sistema CuAlNi apresentam alguns problemas de desempenho mecânico. Altas concentrações de alumínio podem provocar a precipitação da fase  $\gamma_2$  de equilíbrio, fase essa pode bloquear que a transformação martensítica caso se apresente em grande quantidade. Para contornar esse problema o níquel é adicionado para diminuir a difusão de cobre e alumínio e viabilizar a transformação martensítica [5].

Outro problema é a fragilidade causada pela precipitação de fases frágeis e pela anisotropia dos grãos. A natureza metaestável da martensita pode conduzir à sua decomposição em fases mais estáveis e frágeis do tipo NiTi em função das condições de composição e temperatura. Além da presença de fases frágeis a elevada anisotropia promove o surgimento de tensões internas que favorecem fratura intergranular súbita [4]. Para solucionar esse problema a adição de elementos de liga com efeito refinador tem gerado bons resultados. De acordo com U. Sari a adição de 2,5wt% de Mn em uma liga de CuAlNi melhoram suas propriedades mecânicas, de efeito de memória de forma e

conduz ao refino de grão. A fase martensítica  $\beta'_1$  zig-zag possui melhores propriedades mecânicas que a fase martensítica  $\gamma'_1$  e é estabilizada pela presença de Mn, a ductilidade aumenta de 8% para 15%, e o tamanho de grão diminuiu de 1400  $\mu\text{m}$  para 350  $\mu\text{m}$  [4]. Ainda, estudos mostram que a adição de elementos como Ti e Zr pode promover refinamento de grãos e melhorar as propriedades mecânicas [17].

### 2.3 Atomização a Gás

A atomização a gás é um processo de solidificação rápida que consiste no resfriamento de um fluxo de metal líquido através de jatos de alta pressão de gás inerte (argônio). Esse bocal é composto por vários furos concêntricos cujo direcionamento dos jatos coincide com o centro do tubo pelo qual o metal líquido flui. Quando o fluxo de metal líquido entra em contato com o gás inerte, em alta velocidade, ocorre a formação de um *spray* (jato) cônico em uma variada gama de tamanhos de gotas, as quais são impulsionadas para baixo da região de atomização em alta velocidade. As gotas de metal líquido em pleno voo podem, ainda, ser dissociadas em gotas de tamanhos menores até alcançar um tamanho mínimo de equilíbrio. As gotas líquidas são submetidas, durante essa etapa, a uma alta taxa de resfriamento ( $10^3$ - $10^4$  K/s) [18]. Desta forma, passam a coexistir no *spray* gotas líquidas parcialmente solidificadas e completamente sólidas, o que gera um *spray* de gotas com dimensões micrométricas, as quais são impelidas velozmente para baixo da região de atomização [19]. Na Figura 2.3.1 está uma ilustração do processo de atomização a gás.

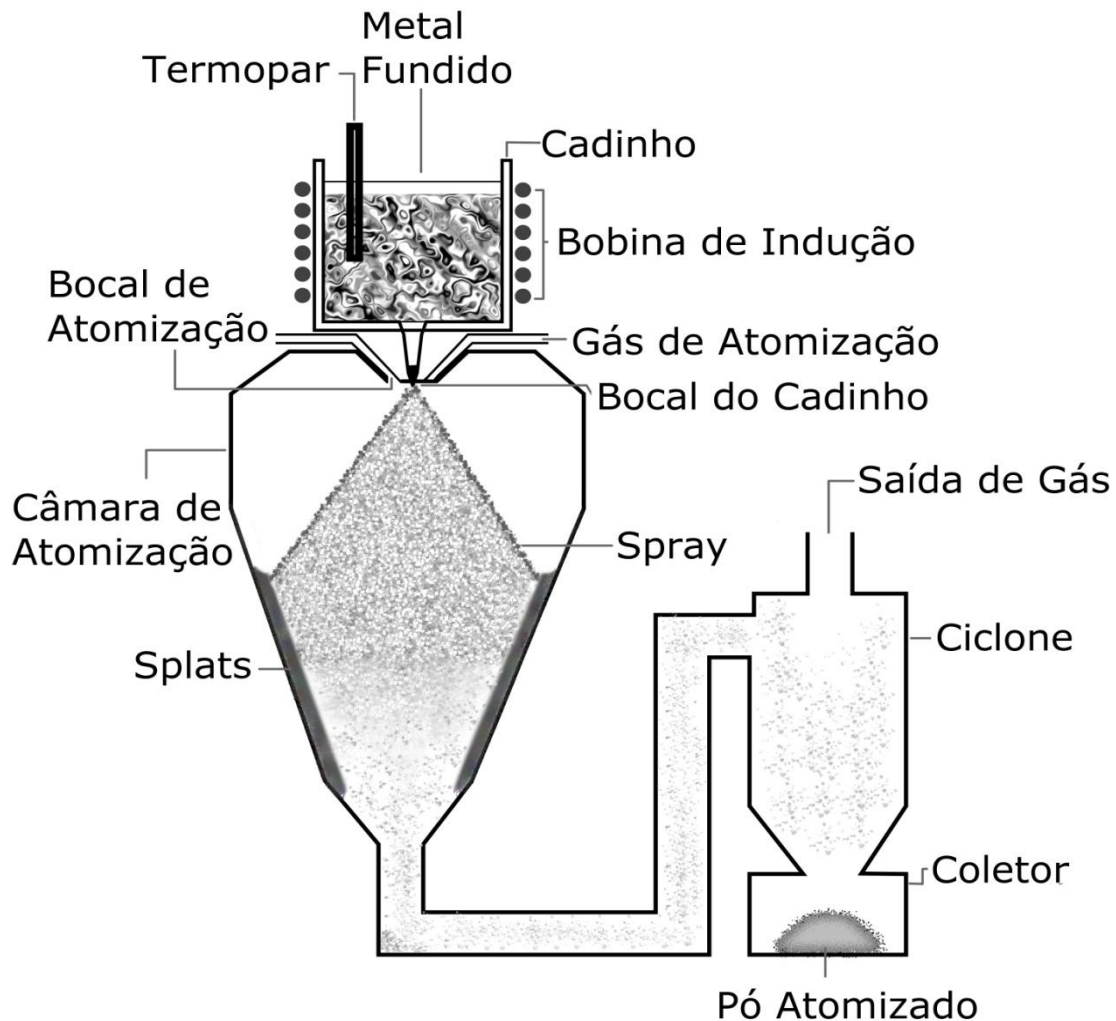


Figura 2.3.1 Esquema de funcionamento da atomização a gás.

As principais vantagens desse processo são a produção de microestrutura refinada, fases metaestáveis e pequena segregação. No entanto, a dificuldade de controle do processo revela-se como uma desvantagem desse processo. O parâmetro mais importante desse processo é a razão mássica gás-metal, chamada de razão gás-metal (RGM). O aumento dessa relação leva ao aumento da velocidade das gotículas atomizadas, que por sua vez, leva a perdas elevadas de calor por convecção para o gás de atomização e, portanto, elevadas taxas de resfriamento ( $10^3 - 10^4$  K/s) [19].

A literatura mostra que a conformação por *spray*, técnica de solidificação rápida similar à atomização a gás na qual um substrato é posicionado abaixo do *spray*, promete bons resultados se aplicada à LMF a base de cobre [19].

Cava et. al [19] trabalhando com o processo de conformação por spray (RGM=1,98 e 3,8 kg de carga) obteve um depósito (material obtido a partir da deposição do *spray* no substrato) da liga Cu-11.85Al-3.2Ni-3Mn com microestrutura exclusivamente martensítica  $\beta'$  em toda região do depósito e no pó do *overspray*, material atomizado não incorporado ao depósito [19].

## 2.4 Fusão Seletiva a Laser

O processo de Fusão Seletiva a Laser (FSL) possui uma enorme versatilidade na fabricação de peças com geometria complexa e com diferentes tipos de materiais. Esse processo pode fabricar peças que seriam impossíveis ou inviáveis economicamente por processos convencionais como fundição de precisão, conformação mecânica ou usinagem. A Figura 2.4.1 mostra uma representação esquemática do processo.

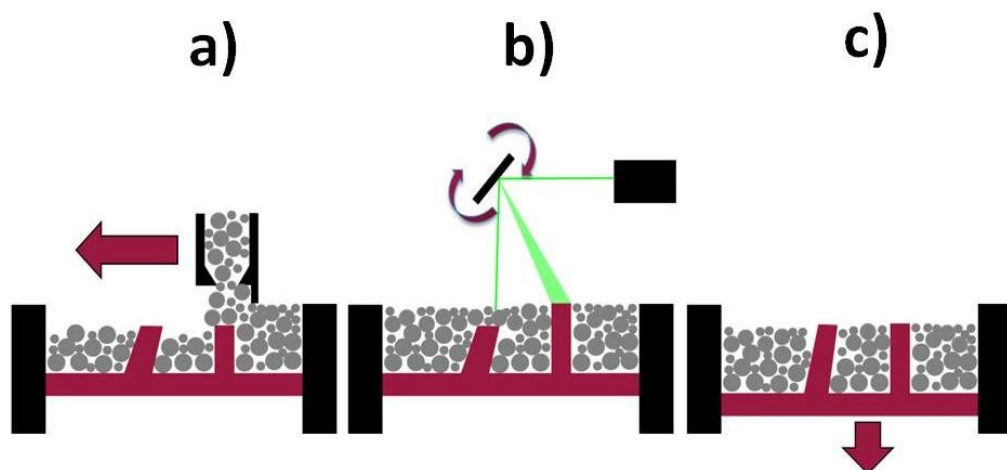


Figura 2.4.1 Representação esquemática do processo de FSL, a figura ilustra o processo de fusão seletiva por laser em camadas. A camada de pó é depositada (a), o processo de fusão a laser é executado (b), a plataforma com o material em pó é movimentada para baixo (c) e a deposição de pó é realizada novamente (a) dando sequência ao ciclo do processo (b) e (c) novamente [5].

No processo FSL, um desenho CAD (*Computer-aided design*) 3D é reproduzido em forma de metal através de fusões consecutivas de finas camadas do material em pó. Quanto mais finas as camadas mais próximo do modelo CAD 3D será a peça. Pela característica de construção de camadas o processo é chamado de manufatura aditiva [20].

Como já tratado anteriormente, esse processo possui grande versatilidade, além disso, ele é capaz de produzir formas intrincadas ou impossíveis por outros processos e dimensões variáveis com elevada precisão, como mostrado na Figura 2.4.2 [21]. Por esse processo é possível obter redução de tempo de fabricação de meses para semanas, outro ponto forte é a eliminação de pontos de soldagem, pontos que tendem a limitar o desempenho da zona termicamente afetada (ZTA) [22].

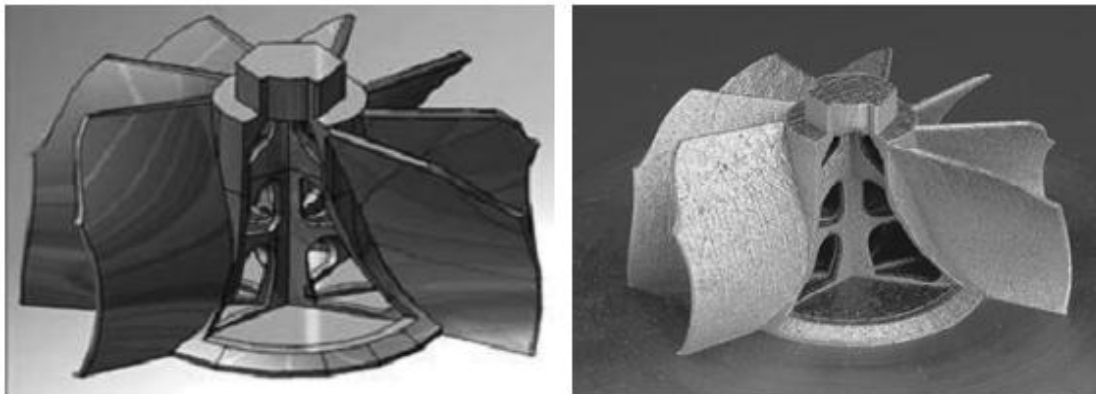


Figura 2.4.2 Exemplo de uma peça produzida por FSL, componente de turbina. Na parte esquerda da figura tem-se o desenho CAD e na parte direita a peça após a FSL. Esse processo é capaz de reduzir peso através da subtração de material da estrutura interna da peça [22].

As LMF necessitam de microestrutura controlada para um bom desempenho nas aplicações. Através da FSL isso pode ser alcançado com facilidade, pois a FSL pode prover a taxa de aquecimento e resfriamento controlado e em regiões diferentes na mesma peça. Logo, as propriedades mecânicas podem ser otimizadas para cada liga e alcançadas de maneira prática e rápida com grande taxa de repetição. A solidificação ocorre relativamente rápida nesse processo de FSL, especialmente quando o material fundido possui alta condutividade, a taxa de resfriamento está na ordem de  $10^3 - 10^4$  K/s [27].

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 Materiais

A composição selecionada foi a liga Cu-11,8Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr, a seleção dessa liga foi fundamentada no intervalo de composição da liga Cu-(11.8-13.5)Al-(3.2-4)Ni-(2-3)Mn (% peso), o qual tendo sido fabricado em técnicas de solidificação rápida de melt-spinning apresentou propriedades de memória de forma [5] e fenômeno de refinamento de grão através de adição de elementos como Zr e Si [6]. Para a elaboração da liga foram usados elementos de alta pureza, junto com o formato dos elementos, na Tabela 3.1.1.

Tabela 3.1.1 Elementos Utilizados para preparação do lingote

	Cobre	Alumínio	Níquel	Manganês	Zircônio
Fração	81,95 %	11,35 %	3,2 %	3,0 %	0,5 %
Pureza	99,95 %	99,95 %	99,99%	99,95%	99,99%
Descrição	Lingote	Lingote	Lingote	Lascas	Esponja

#### 3.2 Preparação dos Lingotes

Foram produzidos aproximadamente 12 kg de lingotes da liga Cu-11,35Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr utilizando as facilidades do Laboratório de Fundição do DEMa/UFSCar. Foi utilizado o forno de indução fabricado pela Inductotherm, modelo Power-Trak 50-30 R. Os elementos Cu, Al e Ni da liga tiveram a superfície limpa em jato de areia, em seguida foram limpos com álcool para retirada das partículas de areia. Para o zircônio, em forma de esponja, não foi realizado nenhum tipo de limpeza. Devido à sua baixa densidade as esponjas de Zr tiveram de ser "encravados" dentro do lingote de cobre (colocado em furo de 10 mm de diâmetro feito no cobre) para que não ocorresse sua a flotação no banho metálico durante a fusão. O manganês foi decapado em solução de ácido nítrico (67%), limpo em água e seco com acetona e soprador térmico. Os elementos foram pesados em uma balança (Marte Balanças e Aparelho de Precisão, modelo AC10K) com um erro de 0,1 g.

Na fusão o banho metálico foi coberto com uma manta térmica com o objetivo de diminuir as perdas térmicas e manter o fluxo de argônio

concentrado acima do banho. Esse fluxo de argônio foi utilizado para diminuir a oxidação do material metálico em estado fundido. Após a fusão e completa homogeneização da liga no estado fundido, o material foi vertido em um molde de grafite, sendo a temperatura de vazamento em torno de 1400°C. As dimensões do volume interno do molde de grafite são: 60 mm de largura x 60 mm de profundidade x 600 mm de comprimento.



Figura 3.2.1 Lingotes cortados, limpos e prontos para a atomização.

Os lingotes foram cortados utilizando uma serra-fita para cortes em metais (marca Franho e modelo FM 500). Ao final dos cortes, as dimensões eram cerca de 20 mm x 20 mm x 160 mm, para que fossem adequados para colocação no cadinho do atomizador. Os pedaços cortados foram limpos com álcool, algodão e papel-toalha.

### **3.3 Produção do Pó por Atomização a gás e Caracterização**

#### **3.3.1 Produção do Pó por Atomização a gás**

As barras da liga Cu-11,35Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr obtidas na fusão em forno de indução em atmosfera de argônio foram refundidas em atmosfera de argônio e atomizadas com gás argônio sob pressão de 8 MPa utilizando-se o

atomizador fabricado pela PSI - *Phoenix Scientific Industries Ltd*, modelo HERMIGA, com bocal de 3 mm, com capacidade de produção de 2 a 5 kg de pó metálico, pertencente ao Laboratório de Metalurgia e Materiais Cerâmicos do Instituto de Pesquisas Tecnológicas de São Paulo (IPT). A carga para cada atomização foi de 3 kg, sendo produzido cerca de 2 kg de pó. Foram feitas três corridas de atomização. Nas figuras seguintes são apresentados alguns detalhes do equipamento de atomização. Na Figura 3.3.1.1 tem-se a câmara de atomização, na Figura 3.3.1.3 tem-se o bocal de atomização instalado no equipamento, na Figura 3.3.1.4 tem-se o bocal de 3 mm e na Figura 3.3.1.2 tem-se o compartimento responsável pela acomodação e fusão dos lingotes (bobina de indução) para a realização da atomização a gás.



Figura 3.3.1.1 Câmara de Atomização



Figura 3.3.1.2 Compartimento para acomodação e fusão dos lingotes



Figura 3.3.1.3 Bocal instalado no equipamento.



Figura 3.3.1.4 Bocal de 3 mm.



### **3.3.2 Caracterização do Pó Atomizado**

#### **3.3.2.1 Análise Química**

A composição química do pó foi investigada por meio do ICP-OES (*Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectroscopy*, Espectrômetro de emissão ótica com plasma acoplado indutivamente, *IRIS Intrepid II XUV* fabricado pela *Thermo Fischer Scientific GmbH*).

#### **3.3.2.2 Separação Granulométrica**

O pó foi peneirado no equipamento da Produtest (reostato no nível 6 por 60 min) nas seguintes granulometria:  $\emptyset < 32 \mu\text{m}$ , 32-45  $\mu\text{m}$ , 45-52  $\mu\text{m}$ , 52-75  $\mu\text{m}$ , 75-106  $\mu\text{m}$ , 106-180  $\mu\text{m}$ , 180-206  $\mu\text{m}$ ,  $\emptyset > 206 \mu\text{m}$ . Após a separação granulométrica o material foi caracterizado de acordo com cada faixa. As caracterizações realizadas foram: análise térmica (DSC), difração de raios-x (DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

#### **3.3.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura**

A Microscopia Eletrônica de Varredura foi realizada no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE). O microscópio utilizado foi Philips XL30 FEG. O microscópio foi utilizado com o objetivo de observar a variação da morfologia do pó em cada faixa e inferir a partir de que faixa a falta de uniformidade se torna significativa. Além disso, o microscópio foi utilizado para a confirmação visual da fase martensítica  $\beta'$  “zig-zag” e iniciar uma investigação sobre qualquer morfologia diferente dessa fase.

#### **3.3.2.4 Difração de Raios – X**

A difração de raios-X (DRX) foi efetuada no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-UFSCar) no aparelho Rigaku Geigerflex com radiação Cobre  $K_{\alpha}$  (1,54 Å). O intervalo de varredura foi de  $5^{\circ}$  até  $90^{\circ}$ , com taxa de leitura de  $2^{\circ}/\text{min}$ .

### **3.3.2.5 Análise Térmica**

A análise térmica por DSC do pó foi realizada no laboratório de solidificação do DEMa/UFSCar no equipamento Maia NETZSCH 200 F3. O material tinha morfologia de pó, a quantidade de massa era em torno de 15 mg. O material foi submetido a três ciclos de aquecimento e resfriamento numa atmosfera inerte de argônio. No primeiro ciclo o aquecimento se iniciou em 20 °C e prosseguiu até 230 °C, depois resfriado até 40 °C. No segundo e terceiro ciclo o aquecimento se iniciou em 40 °C seguindo até 230 °C eo resfriamento de 230 °C até 40 °C. A taxa de resfriamento utilizada foi 40 K/min. As análises térmicas tiveram por objetivo avaliar o comportamento de memória de forma na liga e determinar as temperaturas de transformação.

## **3.4 Processo de Fusão Seletiva por Laser**

### **3.4.1 Seleção de Potência e Velocidade**

Os trabalhos relativos à consolidação dos pós pelo processo de FSL foram realizados no Leibniz Institute for Solid State and Materials Research (Instituto de Pesquisa de Estado Sólido e Materiais), Dresden, Alemanha durante estágio realizado pelo mestrando no período de 01 de setembro de 2014 até 30 de abril de 2015. O equipamento utilizado foi o SLM 250 HL, produzido pela SLM Solutions GmbH cuja foto foi apresentada na Figura 3.4.1.1. Esse equipamento utiliza feixe de laser do tipo contínuo produzido através de cristal Nd-YAG com potência máxima de 400 W. Dado que a oxidação promovida pelo ar pode influenciar a integridade estrutural da peça, a fusão deve ser realizada em atmosfera de argônio ou nitrogênio [24]. O objeto de estudo foram as variáveis de processo: potência (P em W), velocidade (V em mm/s) do feixe de laser e a proporção de sobreposição de pistas (S em %) que são as principais variáveis, a Figura 3.4.1.3 ilustra de maneira visual onde os parâmetros se localizam no processo. As demais variáveis foram mantidas fixas, conforme apresentadas na Tabela 3.4.1.1. A faixa de pó atomizado utilizada foi de 32-106 µm. Todas as amostras de FSL foram produzidas sobre

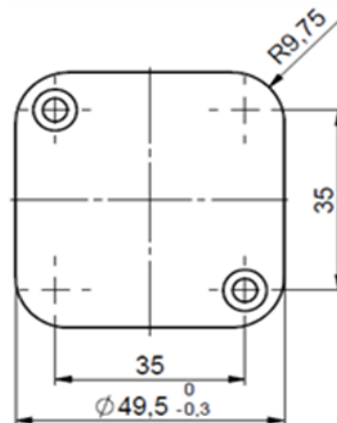
substratos de bronze (Cu- 10%Sn), Figura 3.4.1.2. Optou-se por um material a base de cobre para se maximizar a compatibilidade com a liga estudada, além de se obter elevada condutividade térmica.

Tabela 3.4.1.1 Condições da Câmara e do Feixe de laser no processo de fusão seletiva.

Feixe	Câmara
Diâmetro (D): 80 $\mu\text{m}$	Atmosfera: Argônio
Tempo de Exposição: 400 $\mu\text{s}$	Pressão: $1,2 \times 10^{-3}$ MPa
Distância entre pontos de exposição: 200 $\mu\text{m}$	O <sub>2</sub> : 0,2 % (peso)



Figura 3.4.1.1 Equipamento de Fusão Seletiva por Laser [25].



**Cu-10Sn**

Figura 3.4.1.2 Desenho esquemático do substrato utilizado no processo de fusão seletiva por laser [24].

### Parâmetros de Processo

- Potência do Feixe (P)
- Velocidade de Varredura (V)
- Superposição de Trilhas (S)

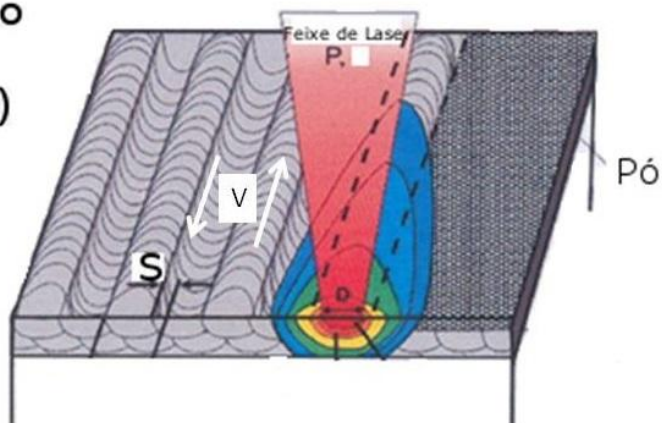


Figura 3.4.1.3 Detalhes dos parâmetros do processo de FSL, porcentagem de superposição de trilhas (S), potência do laser (P) e velocidade de varredura (V) [26].

Uma pré-seleção de parâmetros de potência (P) e velocidade (v) foi realizada através da fusão de trilhas simples. A velocidade do feixe foi variada de 300 mm/s até 1400 mm/s em intervalos de 100 mm/s. A potência do feixe foi variada de 270 W até 330 W em intervalos de 10 W. Cada contorno, ilustrado nas Figura 3.4.1.4 e Figura 3.4.1.5 exibe uma combinação de potência e velocidade, conforme os valores indicados. Os contornos foram avaliados a partir do aspecto visual no microscópio Keyence VHX2000. A partir da avaliação visual foi possível selecionar três combinações P270V500, P310V800 e P310V500, sendo P a potência do laser e v a velocidade de varredura do laser, indicadas na Figura 3.4.1.4 e na Figura 3.4.1.5 marcados com um “X”. Após a seleção das três combinações com os melhores aspectos visuais o trabalho seguiu para a consolidação de corpos sólidos no formato cilíndrico. Para os procedimentos acima descritos e aos que ainda serão descritos existe uma sequência de ilustrações em fluxogramas que os descrevem de maneira esquemática, essas figuras podem ser observadas no apêndice A.

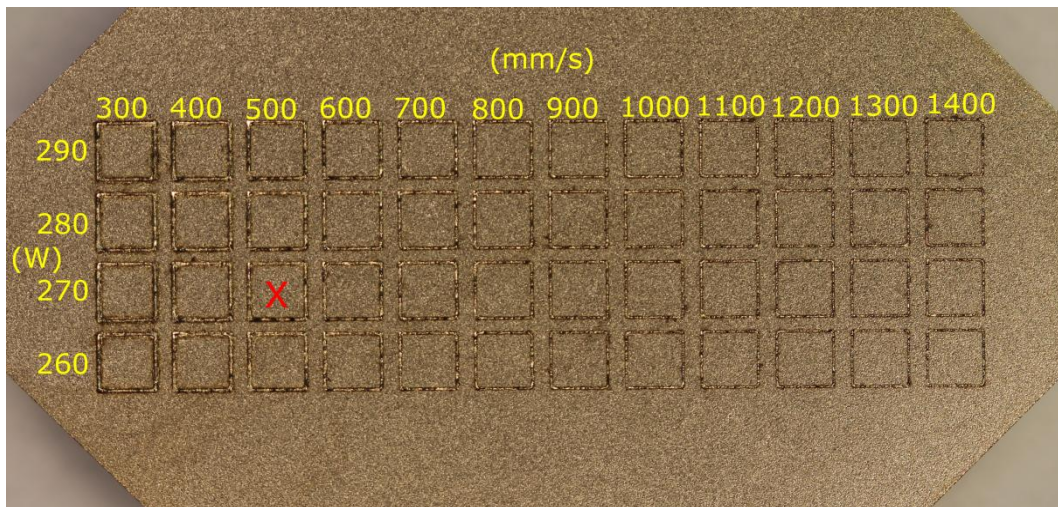


Figura 3.4.1.4 Foto das trilhas simples do intervalo de 300-1400 mm/s e de 260-290 W. O "X" indica a combinação escolhida para a etapa de seleção de superposição de trilhas.

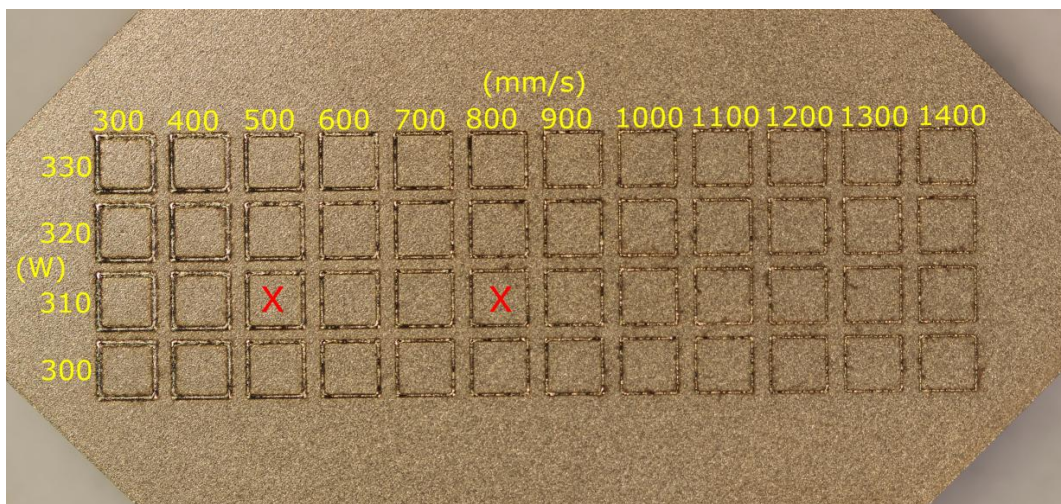


Figura 3.4.1.5 Foto das trilhas simples do intervalo de 300-1400 mm/s e de 300-330 W. As combinações escolhidas para a etapa de seleção de superposição de trilhas estão indicadas por um X na figura.

### 3.4.2 Seleção de Porcentagem de Superposição, Etapa 1

Para a consolidação dos corpos sólidos se faz necessário a introdução do parâmetro de porcentagem de superposição (S) de trilhas. A porcentagem de superposição de trilhas, já explicada na seção 2.3, se refere à proporção de superposição de uma trilha para a seguinte trilha na consolidação de um corpo sólido. O modo de varredura está indicado na Figura 3.4.2.1, a cada camada de pó fundida a direção de varredura do laser gira em 90°. Os valores de

superposição utilizados foram 15 % e 30 %. Esses valores foram incorporados nas melhores combinações de potência e velocidade selecionadas na consolidação de trilhas simples na seção anterior, P270v500, P310v500, P310v800, sendo P a potência e V a velocidade de varredura do laser. Os cilindros consolidados tinham dimensões de 8,00 mm de altura e 3,00 mm de diâmetro (Figura 3.4.2.2).

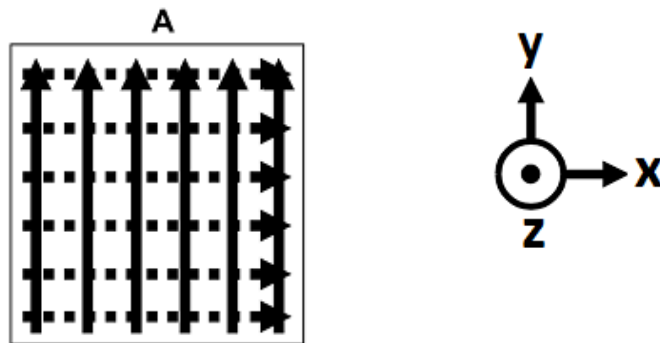


Figura 3.4.2.1 Ilustração do modo de varredura do Laser [27].

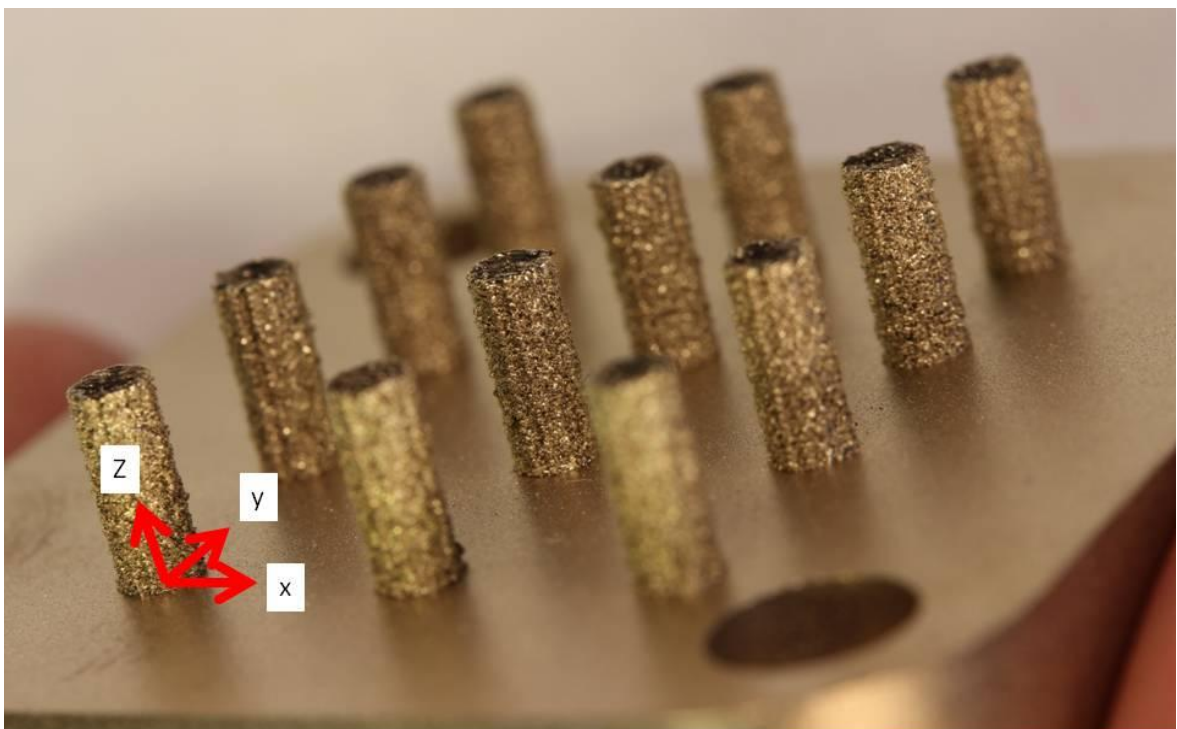


Figura 3.4.2.2 Fotografia dos cilindros após processamento dos pós atomizados por FSL e o sistema de orientação x,y e z. Dimensões do cilindro: 3 mm de diâmetro x 8 mm de altura.

Os cilindros fabricados por FSL nos parâmetros indicados na Tabela 3.4.2.1 foram submetidos a medidas de densidade relativa pelo método de Arquimedes para a avaliação da eficiência dos parâmetros na densificação. A partir da avaliação da densidade relativa foi possível retirar dois parâmetros com os maiores valores de densidade relativa. Esses foram P310v500S30 e P310v500S15, sendo P a potência do laser, v a velocidade de varredura do laser e S a proporção de superposição de trilhas, ambos produziram densidade relativa de 95,8%.

Tabela 3.4.2.1 Variações de parâmetros de FSL, Etapa 1.

Potência e Velocidade	Superposição de Trilhas	
	15 %	30 %
P270v500	P270v500S15	P270v500S30
P310v500	P310v500S15	P310v500S30
P310v800	P310v800S15	P310v800S30

### 3.4.3 Seleção de Porcentagem de Superposição, Etapa 2

Considerando que o presente trabalho fez parte de um programa de colaboração em tecnologia de manufatura pelo projeto BRAGEGRIM (*Brazilian-German Collaborative Research Initiative on Manufacturing Technology*) CAPES com o instituto IFW Dresden-Alemanha decidiu-se também considerar os resultados de otimização de parâmetros P, V e S obtidos pelo grupo alemão para uma liga similar [28], como apresentada na Tabela 3.4.3.1.

Tabela 3.4.3.1 Comparação de Composição das Ligas

	Cobre	Alumínio	Níquel	Manganês	Zircônio
Colaboração Alemanha [28]	82	11,8	3,2	3,0	---
Presente trabalho	81,95	11,35	3,2	3,0	0,5

Na Tabela 3.4.3.2 pode-se observar a variação de parâmetros utilizados no trabalho do grupo alemão em Dresden. A combinação de parâmetros (P,V e

S) tomada como referência foi P=330 W, v=740 mm/s e S= 30% (sublinhada na tabela). A partir dessa nova referência iniciou-se uma nova investigação sistemática sobre a influência de cada parâmetro na densidade relativa dos corpos cilíndricos.

Tabela 3.4.3.2 Nessa tabela tem-se 98,9 % de densidade relativa para P=330 W, v=740 mm/s e S=30%, adaptado de [28].

Superposição de Trilha (%)	Densidade Relativa (%)	Erro (%)
5	97,8	± 0,20
10	98,1	± 0,20
15	98,8	± 0,10
20	98,9	± 0,10
25	98,9	± 0,10
<u>30</u>	<u>98,9</u>	<u>± 0,10</u>
35	98,9	± 0,20
50	98,0	± 0,10

Como se observa na Tabela 3.4.3.3 todos os parâmetros envolvidos (P, V e S) foram variados ao redor dos parâmetros de referência (P330v740S30).

Tabela 3.4.3.3 Variações dos parâmetros, Etapa 2.		
Potência do Laser	Velocidade Varredura	Superposição de Trilhas
<u>P300v740S30</u>	P330v <u>800S30</u>	P330v740 <u>S35</u>
<u>P310v740S30</u>	P330v <u>850S30</u>	P330v740 <u>S40</u>
<u>P320v740S30</u>	P330v <u>900S30</u>	P330v740 <u>S45</u>
P330v740S30(referência)	-	P330v740 <u>S50</u>
<u>P340v740S30</u>	-	-
<u>P350v740S30</u>	-	-

No primeiro bloco tem-se a variação apenas da potência (sublinhada), em seguida apenas da velocidade de varredura (sublinhada) e por fim apenas da superposição de trilhas (sublinhada). Essa avaliação foi feita para se investigar de maneira bem abrangente seria o conjunto de parâmetro teria a maior densidade relativa possível. Após a medida da densidade relativa de cada



conjunto de parâmetro retirou-se a densidade dos dois melhores conjuntos de parâmetros. Os conjuntos escolhidos foram P330v740S40 e P330v740S50 com densidades relativas de 97,0% e 96,8%, respectivamente.

#### **3.4.4 Caracterizações das amostras processadas por FSL**

##### **3.4.4.1 Microscopia Óptica – Keyence**

Esse microscópio especial foi utilizado para medir a espessura e avaliar o aspecto das trilhas. A utilização desse microscópio se faz necessária, pois a objetiva é mantida em distância da amostra mesmo em grandes aumentos o que evita qualquer contato da objetiva com a trilha em alto relevo. No programa de operação desse microscópio existe uma função especial que permite retirar fotos em foco e diversas alturas (na ordem de microns). Isso permite a construção (através do programa) de uma imagem em foco de todo o relevo da trilha.

##### **3.4.4.2 Densidade Relativa**

As medidas de densidade foram realizadas com base no princípio de Arquimedes. Para tal, foi utilizada uma balança Sartorius MC 210 P. As amostras cilíndricas produzidas por FSL apresentam certa rugosidade. Para se evitar a presença de bolhas na superfície, as quais podem causar erros nas medidas, foram adicionadas cerca de duas gotas de detergente para diminuir a tensão superficial. Cada amostra foi medida por três vezes para a retirada da média do valor.

##### **3.4.4.3 Microscopia Óptica – Epiphot 300**

As amostras foram embutidas a frio em resina polimérica (embutimento a quente poderia causar alterações microestruturais) e preparadas de maneira automática no Laboratório de Metalografia do IFW. Tanto a secção longitudinal assim como a secção transversal foi preparada para a observação ao microscópio. No lixamento foram usadas lixas P240, P600, P1200, P2500 e

P4000, todas com a presença de água para lubrificação. As amostras passaram por duas etapas de polimento mecânico, na primeira etapa foi usada uma suspensão de pasta de diamante de 3  $\mu\text{m}$  e na seguinte etapa foi utilizada uma suspensão de 1  $\mu\text{m}$  de pasta de diamante. Após o polimento mecânico foi utilizada suspensão de sílica (MasterMet2) para o polimento químico. Após o processo de preparação metalográfica, foi realizado o ataque químico com uma solução de ácido nítrico (60%  $\text{H}_2\text{O}$  e 40%  $\text{HNO}_3$ ) por 13 segundos. As amostras foram então limpas e secas em ar frio. A microscopia óptica foi realizada no microscópio Epiphot 300. O programa Image Access (Imagic AG) foi utilizado para a determinação do tamanho de grão médio das amostras. O método consiste em marcar manualmente os pontos onde as linhas verticais e horizontais cruzam os contornos de grãos (grade de linhas em 10x10), e a partir desses dados o programa calcula (baseado nas normas ASTM E112 e EN ISO 643) o tamanho de grão médio da imagem [28]. A magnificação utilizada para a medida do tamanho de grão foi de 200X.

#### **3.4.4.4 Microscopia Eletrônica de Varredura**

O MEV foi realizado no Laboratório de Caracterização Estrutural da UFSCar e o microscópio utilizado foi XL 30 Philips FEG. Os detalhes da preparação das amostras já foram descritos no subcapítulo anterior (3.4.4.3 Microscopia Óptica – Epiphot 300). No caso especial do MEV, a amostra necessitou ainda de uma camada de ouro depositada sobre a amostra embutida em resina para maior condutividade do feixe de elétrons. Após a deposição, a amostra foi fixada por fita carbono no porta-amostra de alumínio e aterrada por tinta prata para garantir a passagem do fluxo de elétrons.

#### **3.4.4.5 Difração de Raios – X**

A difração de raios-X (DRX) foi efetuada no Laboratório de Caracterização Estrutural (LCE-UFSCar) tanto nos pós atomizados como nos corpos obtidos por SLM utilizando difratômetro Rigaku Geigerflex com

radiação Cobre  $K_{\alpha}$  (1,54 Å). O intervalo de varredura foi de 5° até 90° e com taxa de leitura de 2°/min.

#### **3.4.4.6 Análise Térmica**

O DSC foi realizado no IFW Dresden, Alemanha com o objetivo era de obter as temperaturas de transformação da fase martensítica. O mestrando recebeu treinamento ministrado pela técnica Birgit Bartusch. A análise por DSC foi realizado no equipamento Perkin Elmer DSC-7. A amostra foi cortada dos cilindros fabricados por FSL, com formato de disco com 3 mm de diâmetro e cerca de 200  $\mu\text{m}$  de espessura apresentando massa de ~20-30 mg. A base da amostra que estava em contato o cadinho de alumínio foi lixada com lixa 1200 para garantir limpeza, contato e uniformidade superficial. A amostra foi submetida a dois ciclos térmicos. A taxa de aquecimento e resfriamento foi de 10 K/min, a temperatura inicial de cada ciclo era 40°C e a final de 250°C, no espaço entre os ciclos um patamar de 2 min na temperatura de 40 °C.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 4.1 Caracterização do Pó

#### 4.1.1 Análise Química

As corridas (1, 2 e 3) foram misturas para que obtivesse maior quantidade de material com homogeneidade. Ao se notar a relativa similaridade de composição entre as corridas, vemos que essa mistura não altera a composição geral do material em pó. No resultado de análise química pode-se notar que a média composição das três corridas está bem próxima do valor nominal.

Tabela 4.1.1.1 Resultado da Análise Química

	Cobre(%)	Alumínio(%)	Níquel(%)	Manganês(%)	Zircônio(%)
Corrida 1	81,43	11,16	3,15	2,91	0,45
Corrida 2	82,13	11,27	3,20	2,75	0,44
Corrida 3	81,63	11,18	3,18	2,71	0,46
Média	81,73 %	11,20 %	3,17 %	2,79 %	0,45 %
Comp. Nominal	81,95 %	11,35 %	3,2 %	3,0 %	0,5 %

#### 4.1.2 Separação Granulométrica

Na distribuição granulométrica pode-se notar que existe uma concentração de tamanho de partículas na faixa de 53-75  $\mu\text{m}$  que envolve quase 50 % do total em massa do pó nessa faixa. As barras marcadas com um "X" remetem às faixas utilizadas para a consolidação dos corpos por FSL. Essa faixa está entre 32-106  $\mu\text{m}$  e corresponde a 92,0 % em massa do total processado por atomização a gás. É importante notar que quase 100 % do produto de atomização teve condição de ser utilizado no processo de FSL.

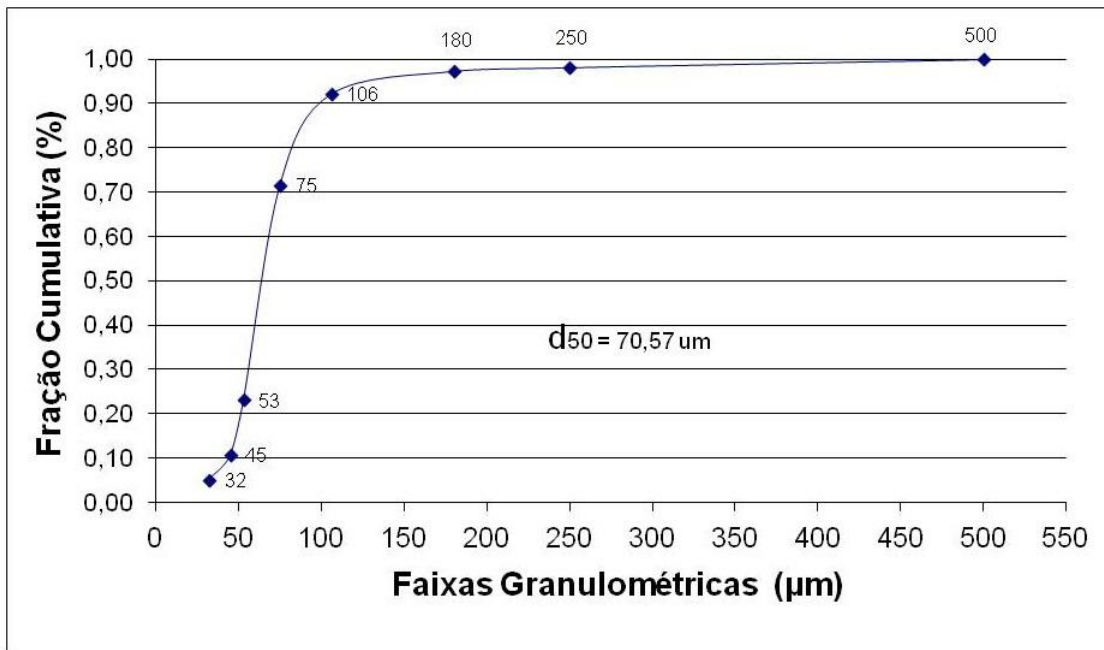


Figura 4.1.2.1 Distribuição granulométrica representada em fração cumulativa. Pode-se observar que cerca de 90% do pó, abaixo de 106 µm e acima de 32 µm, foi utilizado no processo de FSL.

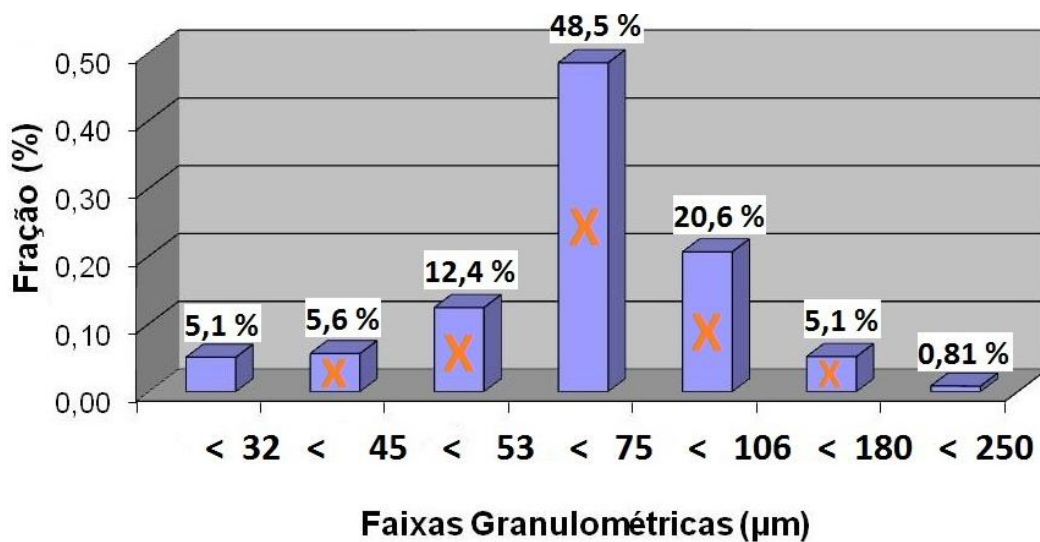


Figura 4.1.2.2 Distribuição granulométrica em representação gráfica da fração mássica em função da faixa granulométrica, pode-se observar a frequência de distribuição mássica através das faixas granulométricas.

### 4.1.3 Microscopia Eletrônica de Varredura

Através da MEV os pós apresentaram morfologia esférica em todas as faixas granulométricas analisadas. No entanto é importante apontar algumas particularidades. A faixa 32-45  $\mu\text{m}$  e 45-53  $\mu\text{m}$  apresentam uma uniformidade bem maior em relação a todas as outras. É válido ainda notar que nessas duas faixas existem pequenas partículas anexadas às partículas maiores. Essas partículas são identificadas na literatura como satélites e são provenientes da circulação de gás dentro da câmara de atomização e do choque (colisão) entre partículas durante o vôo e solidificação das mesmas. Essa circulação eleva as partículas mais finas de volta para o jato de atomização, onde elas colidem com as partículas maiores parcialmente fundidas [29]. A faixa 52-75  $\mu\text{m}$  e a faixa 75-106  $\mu\text{m}$  apresentam algumas partículas não-uniformes. No entanto, a fração de partículas esféricas e uniformes ainda é bem maior, logo, não deve apresentar problemas no processamento de FSL. A faixa 106-180 apresenta maior quantidade de partículas não-uniformes e algumas partículas no formato achatado (*splats*). Essas partículas achatadas podem agravar os problemas de porosidade que já é inerente do processamento de FSL. Logo, a faixa de partículas utilizadas para o processamento por FSL foi 32-106  $\mu\text{m}$ .

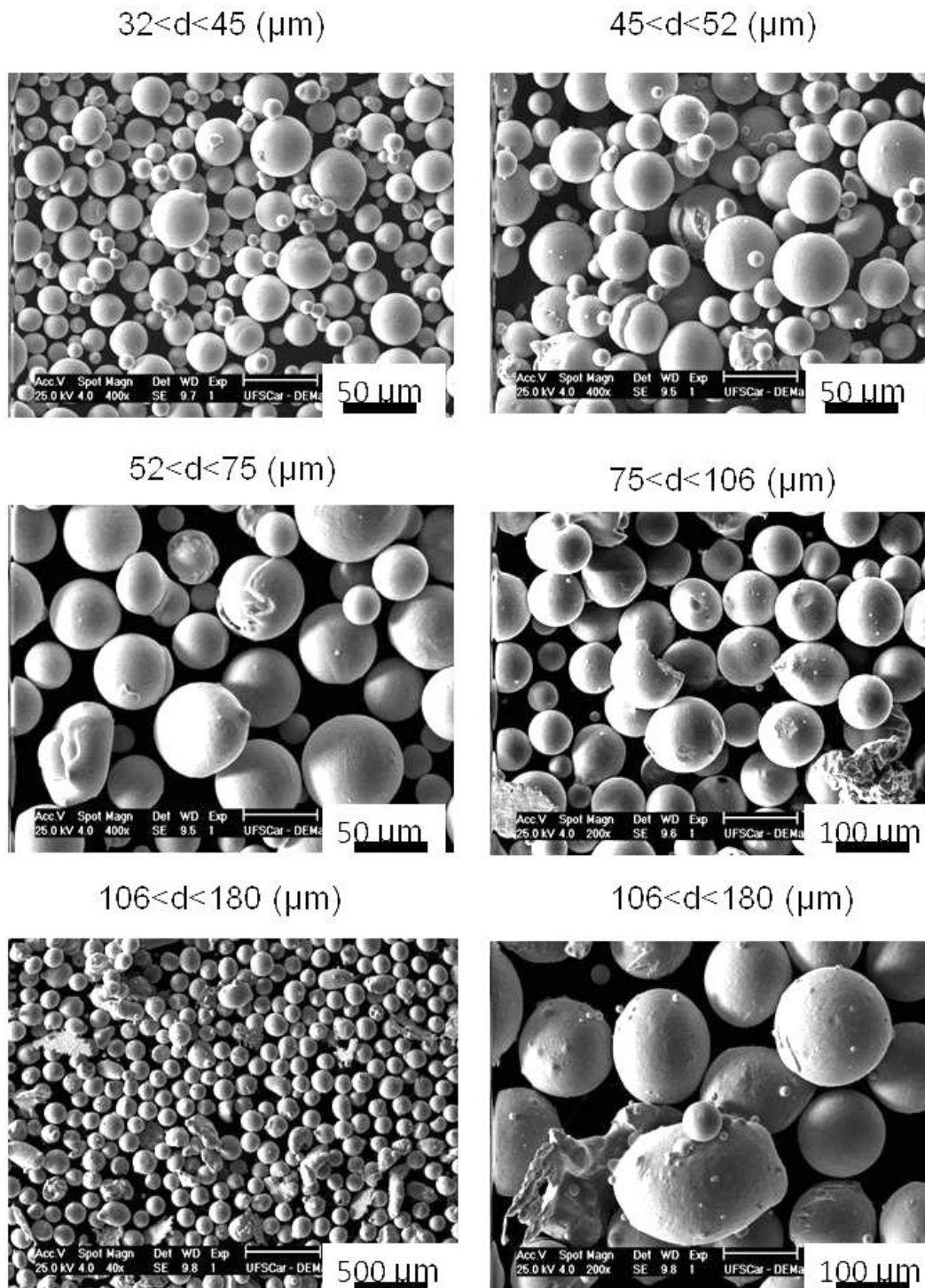


Figura 4.1.3.1 Micrografias obtidas por MEV da superfície dos pós atomizados. Observa-se que todas as faixas granulométricas analisadas apresentam morfologia esférica com presença de pequenos satélites aderidos a superfície das partículas.

A Figura 4.1.3.2 apresenta uma micrografia obtida por mev para pós na faixa de 32-106  $\mu\text{m}$  na qual claramente se observa a formação exclusiva de fase martensítica  $\beta'$  com morfologia em “zig-zag”, fase responsável pelo efeito de memória de forma através comportamento termoelástico.

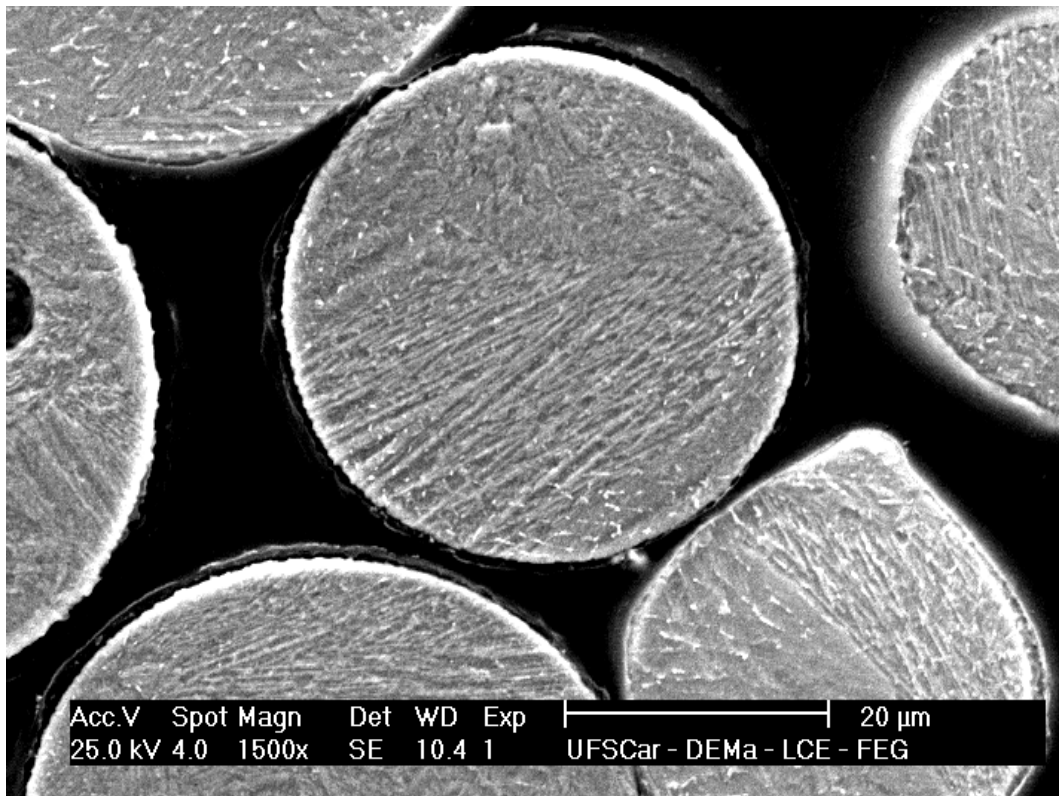


Figura 4.1.3.2 Presença de fase martensítica “zig-zag”, fase responsável pelo efeito de memória de forma, tem a presença confirmada pela técnica de MEV.

#### 4.1.4 Difração de Raios – X

Os picos indexados na Figura 4.1.4.1 apresentam os difratogramas de raios-x dos pós nas faixas 32-45  $\mu\text{m}$ , 45-52  $\mu\text{m}$ , 52-75  $\mu\text{m}$  e 75-106  $\mu\text{m}$  e indicam a formação exclusiva da fase martensítica monoclinica  $\beta'$ : grupo espacial 11: P21/m, parâmetros de rede (em  $\text{\AA}$ ): a: 4,4370; b: 5,3010; c: 12,7830; ângulos  $\alpha$ ,  $\beta$  e  $\gamma$  (em  $^\circ$ ):  $\alpha$ : 90,00;  $\beta$ : 95,88;  $\gamma$ : 90,00 [31].



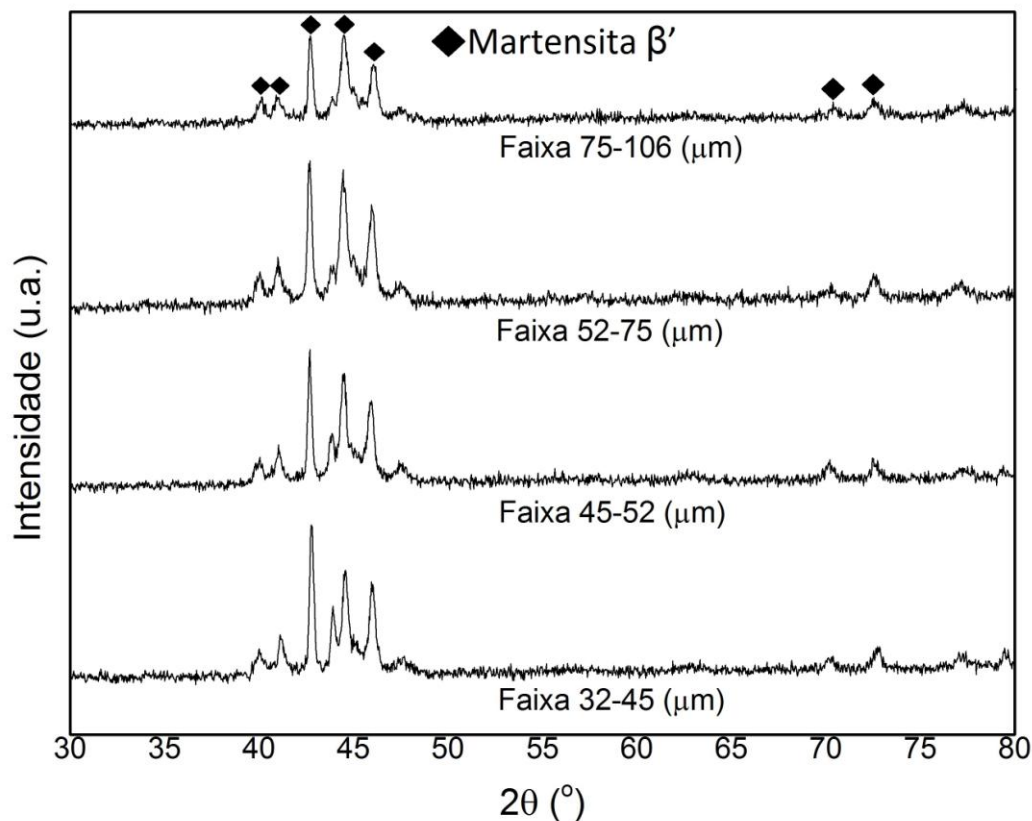


Figura 4.1.4.1 Os difratogramas de Raios – X obtidos para todas as faixas granulométricas dos pós atomizados da liga Cu-11,35Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr. A fase martensítica “zig-zag” foi confirmada em todas as faixas.

#### 4.1.5 Análise Térmica

Nos termogramas Figura 4.1.5.1 referentes às faixas granulométricas dos pós-atomizados 32-45  $\mu\text{m}$ , 45-52  $\mu\text{m}$ , 52-75  $\mu\text{m}$  e 75-106  $\mu\text{m}$  assim com na Tabela 4.1.5.1, pode-se notar que existe um aumento considerável nas temperaturas de transformação ( $A_s$ ,  $A_f$ ,  $M_f$  e  $M_s$ ) em relação ao aumento do tamanho de partículas. Isso ocorre tanto no aquecimento (sentido Martensita-Austenita) quanto no resfriamento (sentido Austenita-Martensita). O aumento das temperaturas de transformação possivelmente está relacionado com o aumento tamanho de partículas e a taxa de resfriamento imposta a cada faixa granulométrica durante a atomização e solidificação das partículas. As partículas menores são resfriadas mais rapidamente em relação às partículas maiores. Além disso, a diminuição das temperaturas de transformação em relação ao tamanho de partículas pode estar relacionada com o aumento das

tensões internas em relação ao tamanho do raio do pó. No momento em que gás pressurizado atinge o metal fundido, metal é desintegrado em pequenas esferas líquidas devido à imposição termodinâmica energia superficial mínima. O tamanho da esfera é determinado pela diferença entre pressão interna e a externa da esfera. A relação entre a diferença de pressão ( $\Delta P$ ), a tensão superficial ( $\gamma$ ) e o raio (R) da esfera líquida está descrita pela fórmula:

$$\Delta P = \frac{2\gamma}{R} \quad (4.1.5.1)$$

Após a formação das esferas líquidas elas são resfriadas até o estado sólido. A variação volumétrica de resfriamento dessa liga é negativa, ou seja, o volume do metal fundido é menor que o volume do metal solidificado. A contração volumétrica imposta pelo resfriamento provoca o aumento das tensões internas da esfera, podendo, por sua vez, provocar até a ruptura da esfera. A fórmula (4.1.5.1) mostra que quanto menor o raio (R) maior a diferença de pressão entre a parte interna e a parte externa, ou seja, maior a tensão interna no estado líquido, e conseqüentemente no estado sólido quando a esfera se solidifica. Logo, o surgimento das mencionadas tensões internas pode ser o fenômeno responsável pela variação das temperaturas de transformação conforme o tamanho de partícula. As tensões internas de maiores intensidades que das partículas menores produzem regiões tensionadas que provocam o abaixamento das temperaturas de transformação.

Tabela 4.1.5.1 Temperaturas de Transformação, 2º ciclo de aquecimento.

2º Ciclo	A <sub>s</sub> (°C)	T <sub>pico</sub> (°C)	A <sub>f</sub> (°C)	M <sub>s</sub> (°C)	T <sub>pico</sub> (°C)	M <sub>f</sub> (°C)	Erro(°C)
32-45	112	133	151	107	86	63	± 1,0
45-52	116	137	154	111	92	65	± 1,0
52-75	124	143	160	120	101	75	± 1,0
75-106	136	152	167	129	110	87	± 1,0
106-180	148	162	175	139	121	100	± 1,0

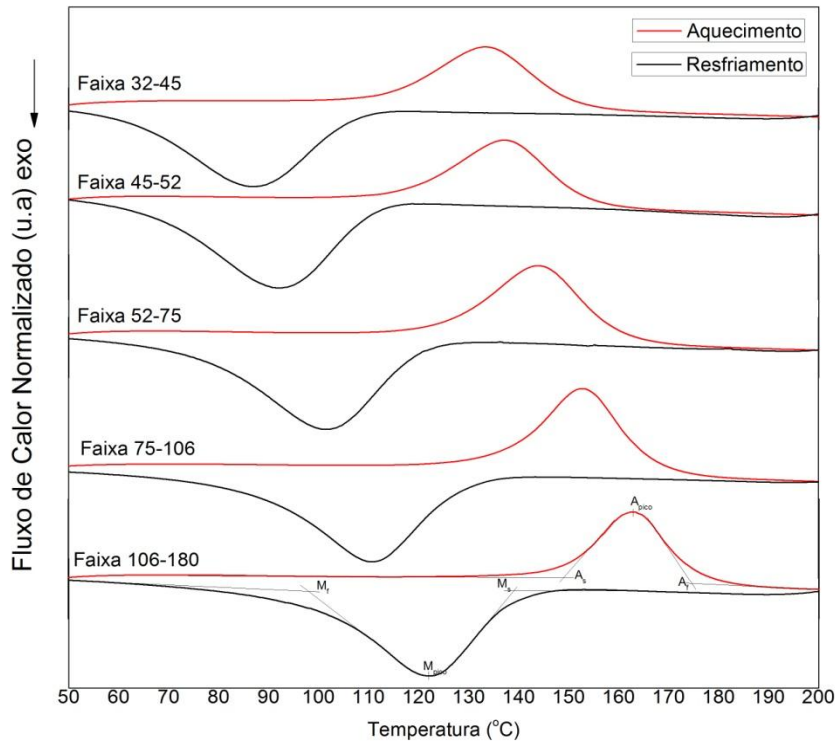


Figura 4.1.5.1 Análise térmica realizada por faixas de tamanho de pós: é possível observar o aumento das temperaturas de transformação da transformação martensítica.

## 4.2 Caracterizações no Processo de Fusão Seletiva por Laser

### 4.2.1 Microscopia Óptica – Keyence

A fusão das trilhas simples foi feita com o objetivo de realizar uma primeira avaliação do comportamento do pó no aparelho de FSL. A avaliação do aspecto visual das trilhas pode fornecer uma idéia do comportamento do pó no equipamento de FSL, apresentados nas figuras Figura 4.2.1.1 a 4.2.1.3.

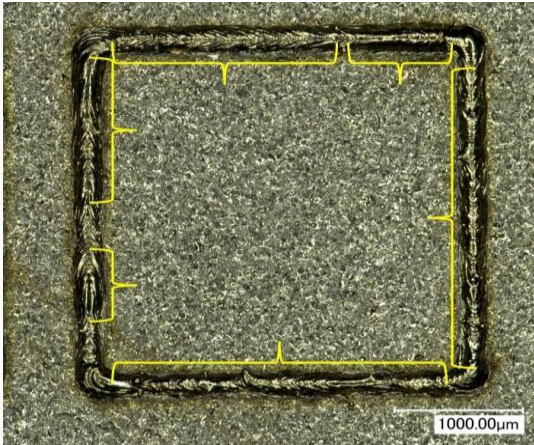


Figura 4.2.1.1 Trilha simples com 270 W de potência, 500 mm/s de velocidade e espessura média de 253  $\mu\text{m}$ , a potência do laser foi insuficiente para um fundir o pó, logo, observa-se grande quantidade de regiões com escassez de fusão (regiões escuras).

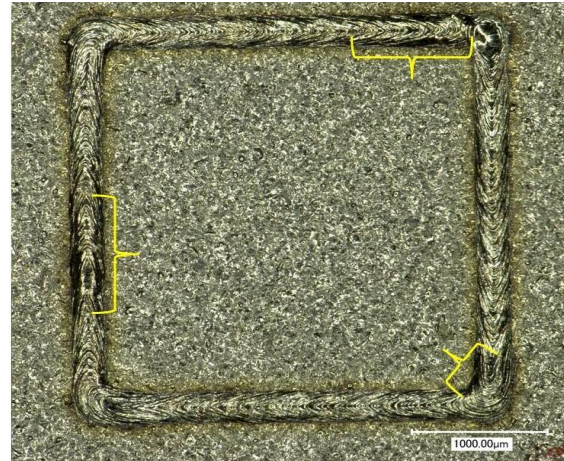


Figura 4.2.1.2 Trilha simples com 310 W de potência, com 500 mm/s de velocidade e espessura média de 261  $\mu\text{m}$ , nessa trilha a potência do laser fusão é um pouco maior que o exemplo anterior (de 270 W para 310 W), pode-se observar menor quantidade de regiões escuras e uma quantidade maior de regiões de fusão uniforme.

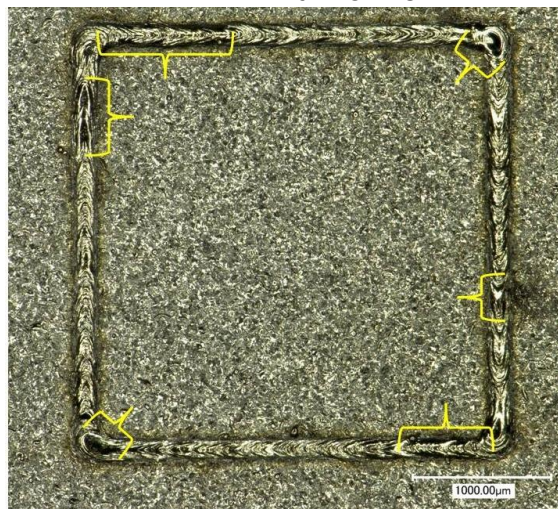


Figura 4.2.1.3 Trilha simples com 310 W de potência, 800 mm/s de velocidade e espessura média de 173  $\mu\text{m}$ , nesse caso a velocidade aumentou em relação ao exemplo anterior ( de 500 mm/s para 800 mm/s), a proporção de regiões escuras e regiões uniformes é similar ao exemplo anterior, no entanto a espessura da trilha é menor, pois isso é proveniente da velocidade maior .

Pode-se notar que as trilhas, em geral, tem aspecto visual bem similar. No entanto, a trilha com potência de 270 W e velocidade de 500 mm/s (Figura 4.2.1.1) apresenta alguns sinais de fusão insuficiente (machas pretas ao longo do contorno) e algumas irregularidades ao longo da trilha (indicadas pelas

chaves em amarelo), a potência inserida se mostra insuficiente para a fusão do pó. A trilha com potência de 310 W e velocidade de 500 mm/s (Figura 4.2.1.2) apresenta um aspecto visual bem uniforme e contínuo, pois a potência inserida na consolidação dessa trilha é maior que na trilha anterior.

É importante notar que a espessura da trilha na Figura 4.2.1.1, onde a potência é menor, é menor que na trilha da Figura 4.2.1.2, ou seja, para a mesma velocidade, a potência menor proporciona uma espessura média menor, pois a capacidade de fusão do material diminui. O aspecto visual da trilha com potência de 310 W e velocidade de 800 mm/s (Figura 4.2.1.3) é bem similar da trilha com potência de 310 W e velocidade de 500 mm/s (Figura 4.2.1.2), exceto pela espessura média menor e pelo aspecto visual com menor uniformidade. A maior velocidade do laser na fusão da trilha da Figura 4.2.1.3 proporciona a menor espessura média.

#### 4.2.2 Densidade Relativa

As medidas de densidade relativa na etapa 1, Tabela 4.2.2.1, indicam que a superposição de trilha de 30% consolidou cilindros de densidade relativa um pouco maior. No entanto, a conclusão mais plausível seria que a superposição de trilhas nessa faixa (15-30%) pouco interfere na densidade relativa do consolidado.

Tabela 4.2.2.1 Densidade Relativa na Etapa 1

Parâmetros	Densidade Relativa Média (%)	Erro (%)
P270V500H15	95,4	± 0,10
P310V500H15	95,8	± 0,10
P310V800H15	94,6	± 0,10
P270V500H30	95,4	± 0,10
P310V500H30	95,8	± 0,10
P310V800H30	95,3	± 0,10

Na Etapa 2 pode-se observar na

Tabela 4.2.2.2 que primeiro conjunto de parâmetros (I) temos a variação de potência de 300-350 W.

Tabela 4.2.2.2 Densidade Relativa na Etapa 2

Parâmetros	Densidade Relativa Média(%)	Erro (%)
Variação de Potência (I)		
P300V740S30	95,1	± 0,10
P310V740S30	95,5	± 0,10
P320V740S30	96,2	± 0,10
P330V740S30 (Referência)	95,8	± 0,10
P340V740S30	96,7	± 0,10
P350V740S30	96,4	± 0,10
Variação de Velocidade (II)		
P330V800S30	96,6	± 0,10
P330V850S30	96,2	± 0,10
P330V900S30	95,8	± 0,10
Variação de Superposição (III)		
P330V740S35	96,9	± 0,10
P330V740S40	97,0	± 0,10
P330V740S45	97,0	± 0,10
P330V740S50	96,8	± 0,10

Pode-se inferir que até um limite empírico (depende de cada material e da combinação) o aumento de potência tende a aumentar a densidade relativa. Isso se deve ao fato de a potência estar diretamente relacionada com a capacidade de fusão do pó e o tamanho da poça de fusão. Quanto maior a potência, maior a quantidade pó fundido e maior o tamanho de poça fundida. O aumento da potência de fusão pode aumentar a densidade relativa, mas após um determinado valor de potência, os elementos de baixa pressão de vapor (na liga desse trabalho apenas o manganês) podem começar a se vaporizar e causar porosidade no corpo consolidado[29].

No segundo conjunto de parâmetros (II) temos a variação de velocidade entre 800-900 mm/s em relação ao parâmetro de referência (P330V740S30). Pode-se deduzir que o aumento da velocidade de varredura, nessa situação, tende a diminuir a densidade relativa do corpo consolidado. Ao aumentar-se a velocidade, a quantidade de material fundido diminui, pois a concentração de energia inserida (com P e S constantes) é menor para velocidades maiores. No terceiro conjunto de parâmetros temos a variação da superposição entre 35-50 %. Nesse conjunto de parâmetros as amostras possuem densidade relativa em torno de 97 % ± 0,10%, pode-se dizer que a variação de superposição pouco interfere nesse conjunto de parâmetro. No entanto, pode-se observar que a

densidade relativa nesse terceiro conjunto de parâmetros é significativamente maior que nos demais conjuntos (I e II) e nos conjuntos da etapa 1.

### 4.2.3 Microscopia Óptica – Epiphot 300

A microestrutura proveniente do processo de FLS se apresenta singularmente complexa de maneira que se torna difícil identificar e diferenciar contornos de grãos ou contornos de fase. Pode-se observar na seção transversal (Figura 4.2.3.1 e Figura 4.2.3.2) das duas amostras o prevaletimento de grãos em tamanhos irregulares e equiaxiais.

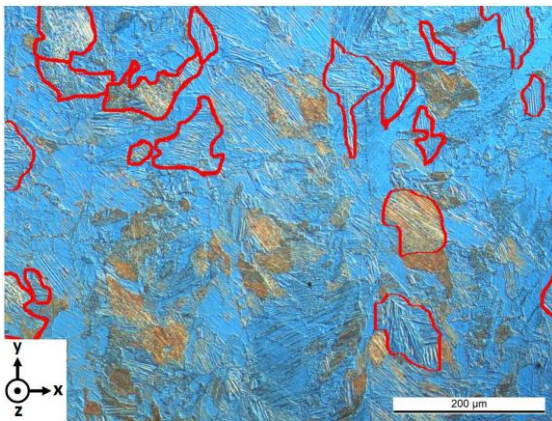


Figura 4.2.3.1 P330V740S40 transversal, grãos irregulares e tamanho de grão 35 µm.

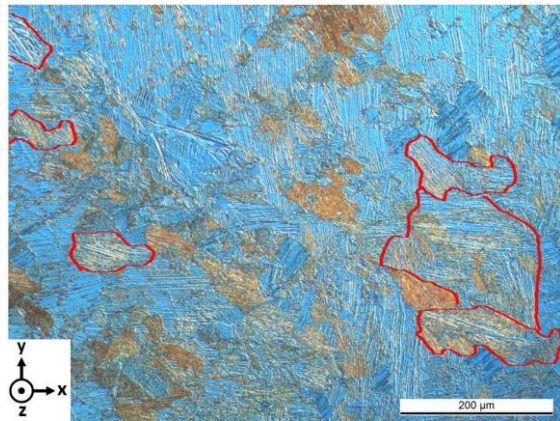


Figura 4.2.3.2 P330V740S50 transversal, grãos irregulares e tamanho de grão 35 µm.

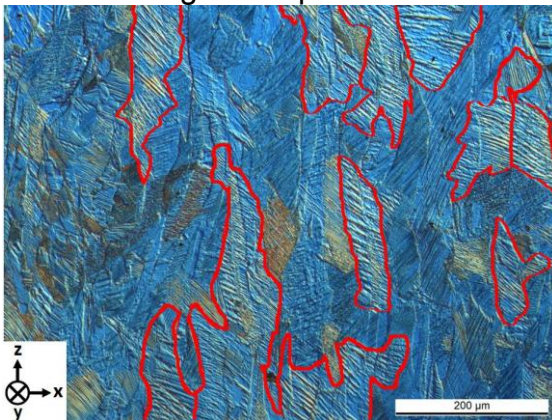


Figura 4.2.3.3 P330V740S40 longitudinal, grãos alongados na direção de extração de calor e tamanho de grão 41 µm.

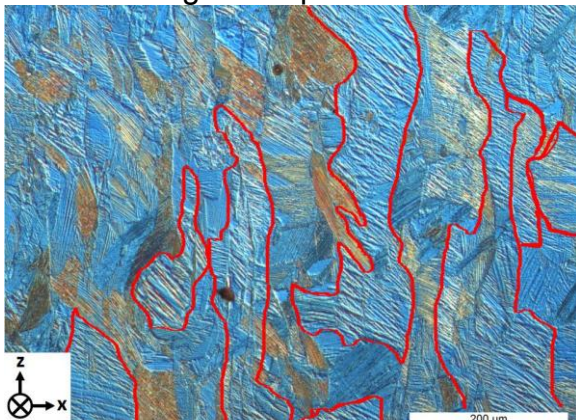


Figura 4.2.3.4 P330V740S50 longitudinal, grãos alongados na direção de extração de calor e tamanho de grão 57 µm.

A fase martensítica  $\beta'$  “zig-zag” está identificada em contornos vermelhos. É importante citar que o refinamento de grão foi realizado tanto pelo resfriamento rápido quanto pela adição de elementos refinadores, como Mn e Zr. O tamanho de grão médio na seção transversal é de 35  $\mu\text{m}$  para as duas combinações de parâmetros (P330V740S40 e P330V740S50).

Na seção longitudinal se observa um alongamento dos grãos na direção de extração de calor (direção de construção pelo Laser indicada nas figuras a seguir), os grãos também apresentam formatos irregulares indicados pelos contornos sobre as micrografias. O tamanho de grão médio para a combinação de parâmetro P330V740S40 é de 41  $\mu\text{m}$  e para a combinação de parâmetro P330V740S50 é de 57  $\mu\text{m}$ . O tamanho de grão médio se apresenta bem refinado Dutkiewicz et. al [5] reportou um tamanho de grão médio de 100  $\mu\text{m}$  em uma liga com efeito de memória de forma produzida por solidificação rápida (melt-spinning) com composição de Cu-11,9Al-5,0Ni-2,0Mn-1,0Ti (%peso) [5].

#### **4.2.4 Microscopia Eletrônica de Varredura**

Na fotografia mais ampla (Figura 4.2.4.1) produzida por MEV podemos observar com maior clareza a existência da martensita “zig-zag”, responsável pelo efeito de memória de forma.

Observa-se na figura 4.2.4.1 que os grãos apresentam-se alongados e não se observa a formação de precipitados. Vê-se ainda que o resfriamento rápido imposto ao material pelo processo FSL foi suficiente para inibir a decomposição da fase de alta temperatura (austenita) em outras fases deletérias ao efeito de memória de forma, permitindo obter um material com estrutura exclusivamente martensítica, como já evidenciado pelas análises por difração de raios-X a formação de precipitados.



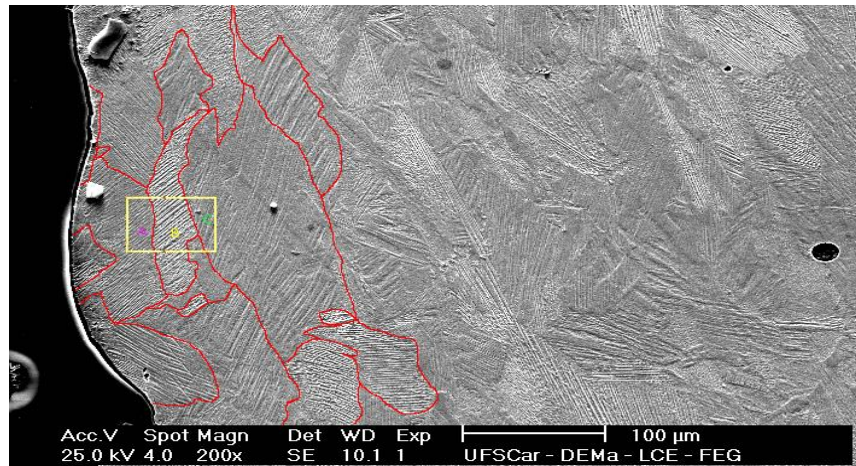


Figura 4.2.4.1 Panorâmica longitudinal, a figura mostra a presença da martensita “zig-zag”, fase responsável pela transformação termoelástica, em várias orientações cristalográficas.

A Figura 4.2.4.2 apresenta um detalhamento microestrutural da Figura 4.2.4.1 onde se observa claramente grãos compostos de fase martensítica com diferentes refinamentos.

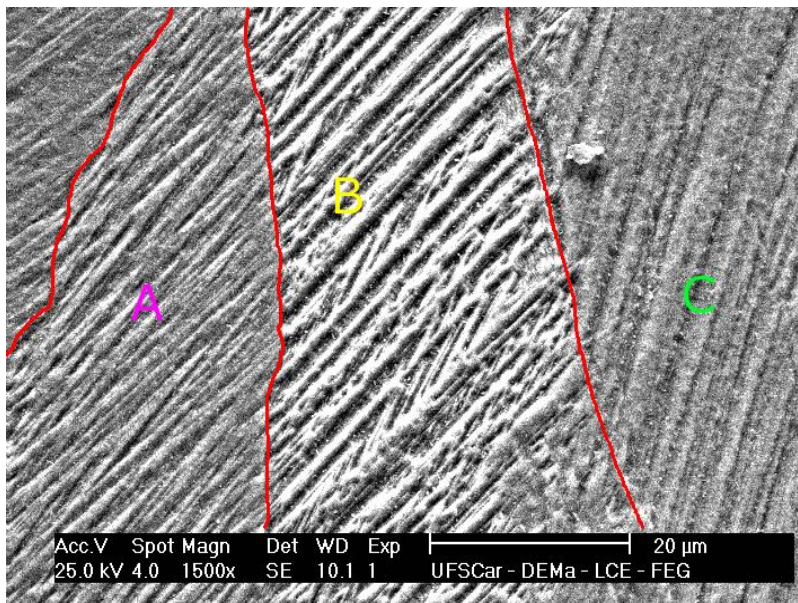


Figura 4.2.4.2 Micrografia obtida por MEV apresentando grãos alongados (indicados pelas letras A, B e C) e microestrutura exclusivamente martensítica. Observa-se que essa fase apresenta-se com diferentes refinamentos nos grãos em destaque, efeito do processo de fusão seletiva a laser.

#### 4.2.5 Difração de Raios – X

Após o processamento por FSL pôde-se observar que a presença de martensita  $\beta'$  “zig-zag” identificada por difração de raios-x.

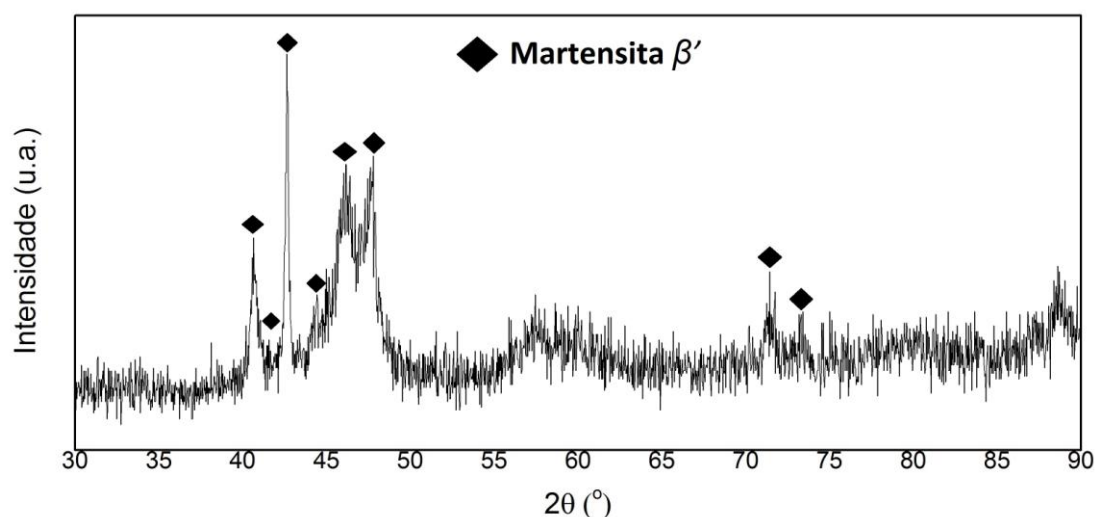


Figura 4.2.5.1 Difração de raios-x da amostra P330V740S40 apresenta fase martensítica  $\beta'$  “zig-zag”, fase responsável pelo efeito de memória de forma.

#### 4.2.6 Análise Térmica

Pode-se observar claramente a transformação martensítica nos termogramas da Figura 4.2.6.2. No aquecimento tem-se a transformação da martensita para a austenita e no resfriamento tem-se a transformação da austenita para a martensita. Os termogramas obtidos para os pós em todas as faixas (Figura 4.1.5.1) e na mistura de faixas (Figura 4.2.6.2) de 32-106  $\mu\text{m}$  apresentam-se como curvas contínuas e uniformes, no entanto, os termogramas dos corpos de prova preparados por FSL apresentam um comportamento de multi-picos no aquecimento. A partir de uma breve comparação entre a microestrutura do pó (Figura 4.1.3.2) com o do corpo feito por FSL (Figura 4.2.4.1) pode-se observar algumas diferenças nas microestruturas. A microestrutura do corpo de FSL é de maneira bem clara mais irregular que o pó. As causas para esse comportamento de multi-pico não são claras. Apesar dos esforços de pesquisa para uma explicação na literatura,

presente trabalho não se propõe a esclarecer isso. No entanto, serão feitas algumas observações sobre esse comportamento, até onde se conhece inusitado. A partir da diferença de organização da microestrutura pôde-se intuir que a microestrutura irregular observada nos corpos feitos por FSL pode influenciar no comportamento de memória de forma. Possivelmente, essa configuração de grãos de maneira irregular pode provocar a inibição de transformação da austenita para a martensita de maneira imprevisível, permitindo e logo, em seguida, impedindo a transformação, dessa maneira causando o efeito de multi-pico. Efeito similar a esse não parece ser encontrado na literatura de ligas com efeito de memória de forma a base de cobre. Nota-se através do gráfico (Figura 4.2.6.2) e através da Tabela 4.2.6.1 que existe um aumento nas temperaturas de transformação. Esse aumento da temperatura de transformação pode estar associado com a microestrutura irregular nos corpos preparados por FSL assim como os defeitos e tensões entre e através dos grãos, causados pelo resfriamento rápido do processo de FSL. Além da contribuição do processamento na auto-acomodação da microestrutura, existe uma anisotropia inerente entre os grãos nas ligas com EMF a base de cobre que provoca tensões e fratura intergranular nessas ligas [10].

Tabela 4.2.6.1 Temperaturas de transformação

2º Ciclo	A <sub>s</sub> (°C)	T <sub>pico</sub> (°C)	A <sub>f</sub> (°C)	M <sub>s</sub> (°C)	T <sub>pico</sub> (°C)	M <sub>f</sub> (°C)	Erro(°C)
Pó (32-106)	158	147	171	134	124	111	± 1,0
P330V740S40	172	184	194	156	147	132	± 1,0
P330V740S50	174	190	197	160	152	138	± 1,0

É importante citar o método utilizado para medir as temperaturas de transformação no aquecimento. No aquecimento, devido ao efeito de multi-pico, torna-se confuso encontrar algum critério para tomar algum dos picos para medir a temperatura de transformação. Para tal questão resolveu-se tomar uma curva média calculada (Figura 4.2.6.1) pelo programa Pyris, programa responsável tanto pela extração como também pela análise de dados no DSC 7 Perkin Elmer.

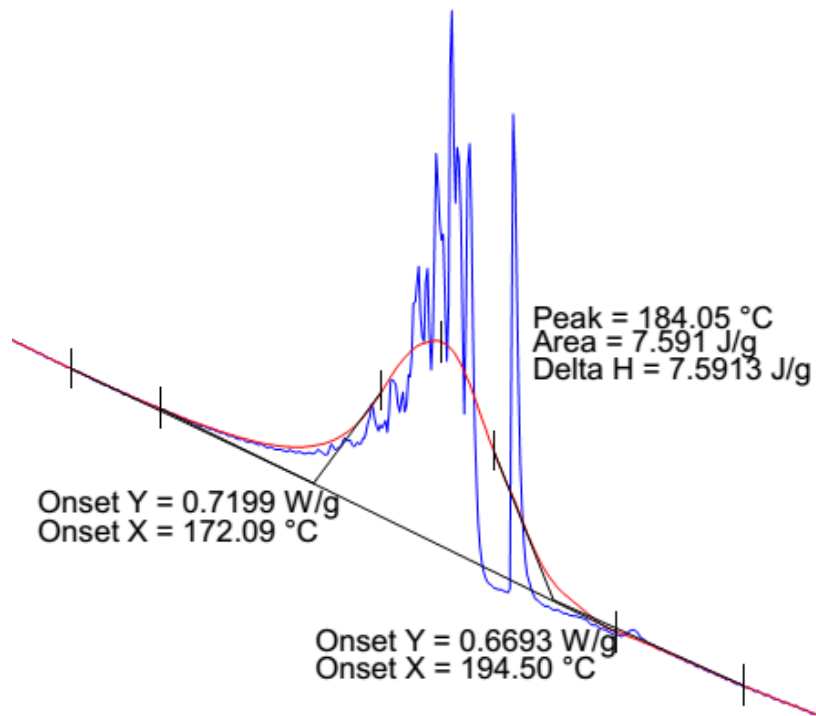


Figura 4.2.6.1 Nessa ilustração pode-se observar como a curva média (em vermelho) é posicionada em relação a curva real (em azul).

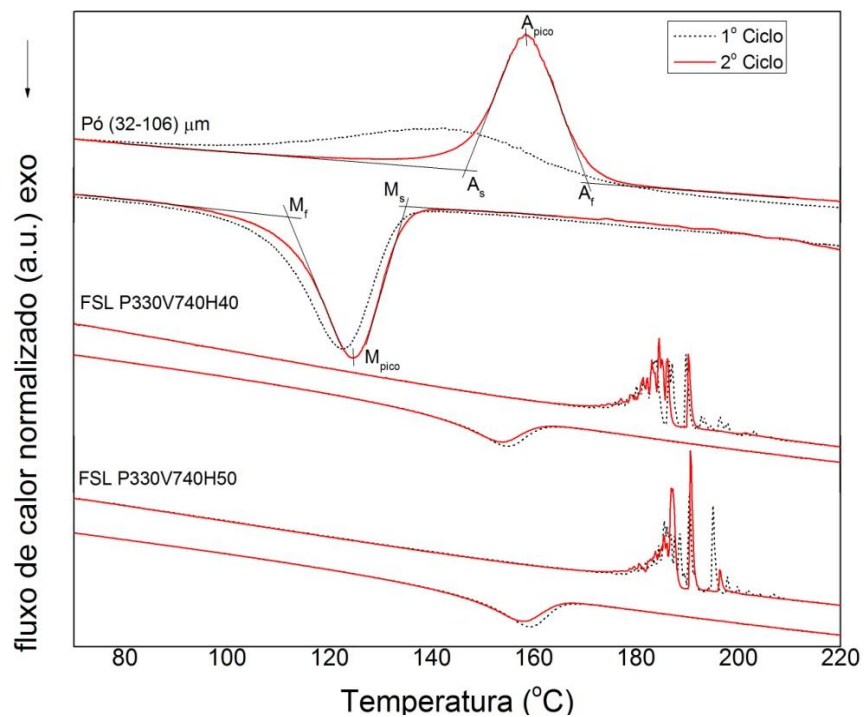


Figura 4.2.6.2 Análise térmica dos cilindros processados por FSL com os parâmetros otimizados.



## 5 CONCLUSÕES

- O estudo da viabilidade da rota de processamento envolvendo atomização a gás seguida de Fusão Seletiva por Laser indica:
- A elaboração da liga na composição desejada e a sua atomização foram realizadas com sucesso produzindo uma morfologia de pós na faixa de 32 a 106 microns esférica e adequada para o processo de FSL.
- Os estudos na otimização dos parâmetros de processamento no FSL, que foram potência (P em Watts), velocidade (V em mm/s) do feixe de laser e a porcentagem de sobreposição de pistas (S em %) indicaram que as melhores combinações foram de P310v740S40 e P310v740S50, sendo P a potência do laser, v a velocidade de varredura e S a proporção (em %) da superposição, alcançando uma densidade relativa em torno de  $97\% \pm 0,10\%$ .
- A fase martensítica  $\beta'$ , responsável pelo efeito de memória de forma da liga estudada está presente nos pós atomizados e nos corpos de prova consolidados por FSL;
- A microestrutura, embora não uniforme, foi relativamente refinada, indicando o efeito da adição de Zr na composição da liga. No presente trabalho pode-se observar tamanhos de grão do da liga Cu-11,8Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr está em torno de 50  $\mu\text{m}$ , enquanto na literatura [4], ligas com EMF a base CuNiAl e resfriada rapidamente o tamanho está em torno de 1400  $\mu\text{m}$ .
- As temperaturas de transformação dos corpos de prova consolidados foram de  $A_s=172-174^\circ\text{C}$ ,  $A_f=194-197^\circ\text{C}$ ,  $M_s=156-160^\circ\text{C}$ ,  $M_f=132-138^\circ\text{C}$ . Um comportamento "multi-picos" nas transformações austeníticas foram observados no termogramas, cuja explicação necessita de maiores estudos.
- Os resultados obtidos permitem concluir que há grande viabilidade do uso da rota proposta no trabalho para fabricação de peças da liga Cu-11,8Al-3,2Ni-3,0Mn-0,5Zr com Efeito de Memória de Forma (EMF), rota que envolve atomização a gás da liga, seguida pela consolidação por Fusão Seletiva por Laser (FSL).



## 6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Estudar a influência dos parâmetros otimizados no comportamento mecânico dos corpos consolidados;
- Investigar o efeito de multi-picos na curva de aquecimento de DSC, talvez através de tratamentos térmicos de estabilização da martensita ou através de solubilização isso seja possível;
- Estudar o efeito de multi-picos nas propriedades mecânicas;
- Explorar com maior detalhamento o efeito dos parâmetros na densidade relativa do corpo consolidado. A maior densidade relativa alcançada foi de 97%, mas pode-se alcançar até 99% de densidade relativa.





## 7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] ÖLANDER, A. An electrochemical investigation of solid cadmium-gold alloys. American Chemical Society, 1932.
- [2] W. J. BUEHLER, J. V. GILFRICH. R. C. WILEY. Effect of low-temperature phase changes on the mechanical properties of alloys near composition TiNi. *Journal of Applied Physics*, p. 34: 1475-7, 1963.
- [3] DIAS, R. F. Efeito da Deformação Cíclica nas Propriedades Mecânicas de uma Liga Níquel-Titânio Superelástica, Tese de Doutorado. Belo Horizonte: UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS, 2005.
- [4] SARI, U. Influences of 2,5wt% Mn addition on the microstructure and mechanical properties of Cu-Al-Ni shape memory alloys. *International Journal of Minerals, Materials and Metallurgy*, 17, n. 2, 2010.
- [5] J. DUTKIEWICZ, T. CZEPPE. J. MORGIEL. Effect of titanium on structure and martensitic transformation in rapidly solidified Cu-Al-Ni-Mn-Ti alloys. *Materials Science and Engineering A* 273-275, n. 703-707, 1999.
- [6] Y.G. KIM, J. W. KIM, D. W. NHO. High strengths copper base shape memory alloy and its manufacturing process. US Patent 5026441, 25 Junho 1991.
- [7] K. OTSUKA, C. M. WAYMAN. *Shape Memory Materials*. Cambridge: Cambridge University Press, 1999.
- [8] D. C. LAGOUDAS. *Shape Memory Alloys, modeling and engineering applications*. New York: Springer, 2008.
- [9] J. M. JANIA, M. LEARY, A. SUBIC, M. A. GIBSON. A review of shape memory alloy research, applications and opportunities. *Materials and Design*, 1078–1113, 2013.
- [10] E. TARHAN. Ageing characteristics of copper based shape memory alloys, Tese de Doutorado. Ankara: METU, 2004.
- [11] H.-S. ZHANG, K. KOMVOPOULOS. In situ synchrotron X-ray microdiffraction analysis of thermomechanically induced phase transformations in Cu–Al–Ni shape-memory alloy. *Philosophical Magazine*, 90, n. 16: 2235–2248, 2010.
- [12] Z. WANG, X. F. LIU, J. X. XIE. Effect of  $\gamma_2$  phase evolution on mechanical properties of continuous columnar-grained Cu–Al–Ni alloy. *Materials Science and Engineering*, 532, n. p. 536–542, 2012..
- [13] K. OTSUKA. Structure analysis of stress-induced  $\beta_1$  martensite in a Cu-Al-Ni alloy by neutron diffraction. *Acta Metallurgica*, 27, n. 6 p. 965–972, 1979.
- [14] V. RECARTE, R. B. PÉREZ, E. H. BOCANEGRA, M. L. NÓ, J. S. JUAN. Influence of Al and Ni Concentration on the Martensitic Transformation in Cu-Al-Ni Shape Memory Alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33A, n. 2581-2591, 2002.

- [15] H. SAKAMOTO, K. SCHIMIZU. Effect of Heat Treatments on Thermally Formed Martensite Phases in Monocrystalline Cu-Al-Ni Shape Memory Alloy. *ISIJ International* 29, n. 395-404, 1989.
- [16] W. WOLF. Estabilidade térmica e capacidade de amortecimento de uma liga com memória de forma a base de cobre. São Carlos. 2013.
- [17] D. W. ROH, J. W. KIM, T. J. CHO, Y. G. KIM. Tensile properties and microstructure of microalloyed Cu-Al-Ni-X shape memory alloys. *Materials Science and Engineering*, A136, n. 17-23, 1991.
- [18] C. SURYANARAYANA. *Non-Equilibrium Processing Materials*. Cambridge: Pergamon, University of Cambridge p. 153-166, 1999.
- [19] R.D. CAVA, C. BOLFARINI, C. S. KIMINAMI, E. M. MAZZER, W. J. BOTTA, P. GARGARELLA, J. ECKERT. Spray Forming of Cu-11.85Al-3.2Ni-3Mn (wt%) shape memory alloy. *Journal of Alloys and Compounds*.
- [20] I. GIBSON, D. W. ROSEN, B. STUCKER. *Additive Manufacturing Technologies: Rapid Prototyping to Direct Digital Manufacturing*. New York: Springer, 2010.
- [21] I. YADROITSEV, P. BERTRAND, I. SMUROV. Parametric analysis of the selective laser melting process. *Applied Surface Science*, 253, n. 19 p. 8064–8069, 2007
- [22] D. BUCHBINDER. High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminum Parts. *Physics Procedia*, 12, n. p. 271–278, 2011.
- [23] S. PAULY, L. LÖBER, R. PETTERS, M. STOICA, S. SCUDINO, U. KÜHN, J. ECKERT. Processing metallic glasses by selective. *Materials Today*, Volume 16, January/February
- [24] M. VAN ELSSEN. Complexity of Selective Laser Melting: a new optimization approach. <<https://lirias.kuleuven.be/handle/1979/497>>. Acesso em: 9 Julho 2013.
- [25] A. L. BASILIO. Formação de Fases, Microestrutura e Propriedades Mecânicas da Liga Cu-11,85Al-3,2Ni-3Mn (% Peso) Processada por Fusão Seletiva a Laser e Fundição por Sucção. São Carlos. 2013.
- [26] C.S. KIMINAMI, E. M. MAZZER, R. D. CAVA, L. A. BASILIO, W. J. BOTTA, C. BOLFARINI, P. GARGARELLA, S. PAULY, J. ECKERT. PTECH-Ninth International Latin American Conference on Powder Technology. *Materials Forum*, 2013.
- [27] T. GUSTMANN, A. NEVES, U. KÜHN, P. GARGARELLA, C. S. KIMINAMI, C. BOLFARINI, J. ECKERT, S. PAULY. Influence of Processing Parameters on the Fabrication of a Cu-Al-Ni-Mn Shape-Memory. *Additive Manufacturing* 11 (2016) 23–31.
- [28] A. M. NEVES. Selective laser melting of Cu-Al-Ni-Mn: The role of scanning strategy on the quality, microstructure and mechanical properties of additive manufactured parts. IFW Dresden. Dresden, p. 20. 2014.

- [29] Y.-W. KIM, Y.-S. CHUNG, E. CHOI, T.-H. NAM. Microstructure and Shape Memory Characteristics of Powders-Metallurgical-Processed Ti-Ni-Cu Alloys. METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A, 2932-2938 43 A, Agosto 2012.
- [30] E. YASA, J.-P. KRUTH, J. DECKERS. Manufacturing by combining Selective Laser Melting and Selective Laser Erosion/laser re-melting. CIRP Annals Manufacturing Technology 60 , 2011. 263–266.
- [31] K. OTSUKA, H. SAKAMOTO, K. SHIMIZU. Successive stress-induced martensitic transformations and associated transformation pseudoelasticity in Cu-Al-Ni alloys. Acta Metallurgica, 27 (1979) 585-601.



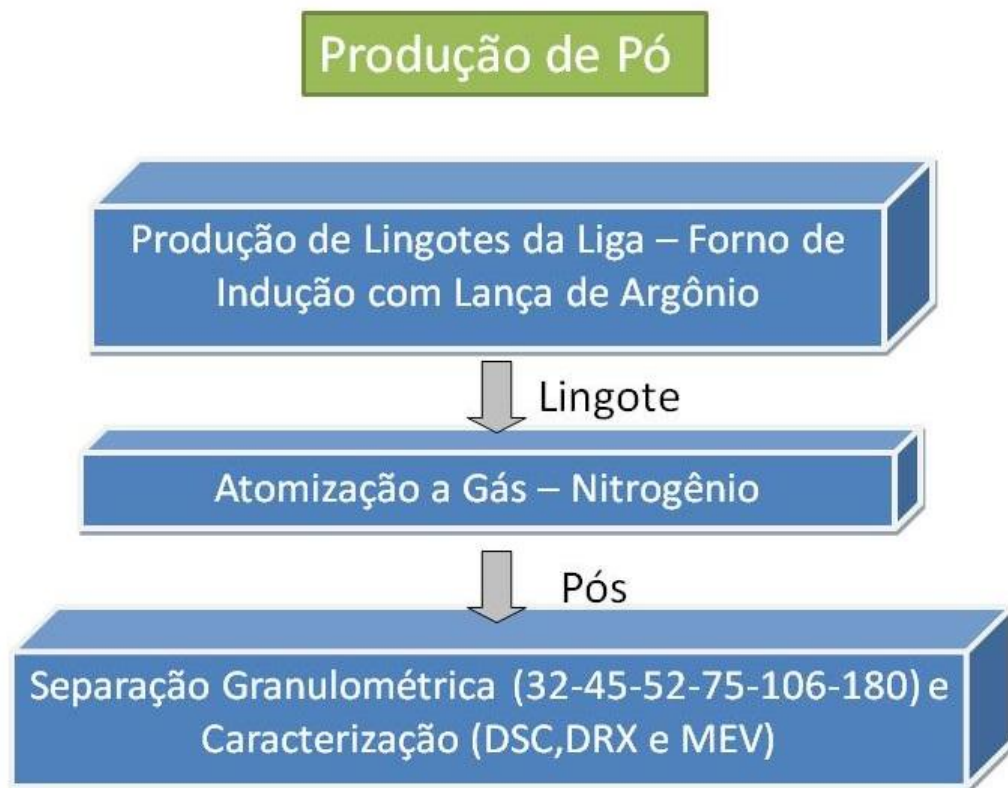
**APÊNDICE A: FLUXOGRAMAS DO PROCESSO EXPERIMENTAL**

Figura 1 detalhamento esquemático da produção de pó.

## Determinação Melhor Combinação P x V



Figura 2 pré-seleção de parâmetros: potência e velocidade.

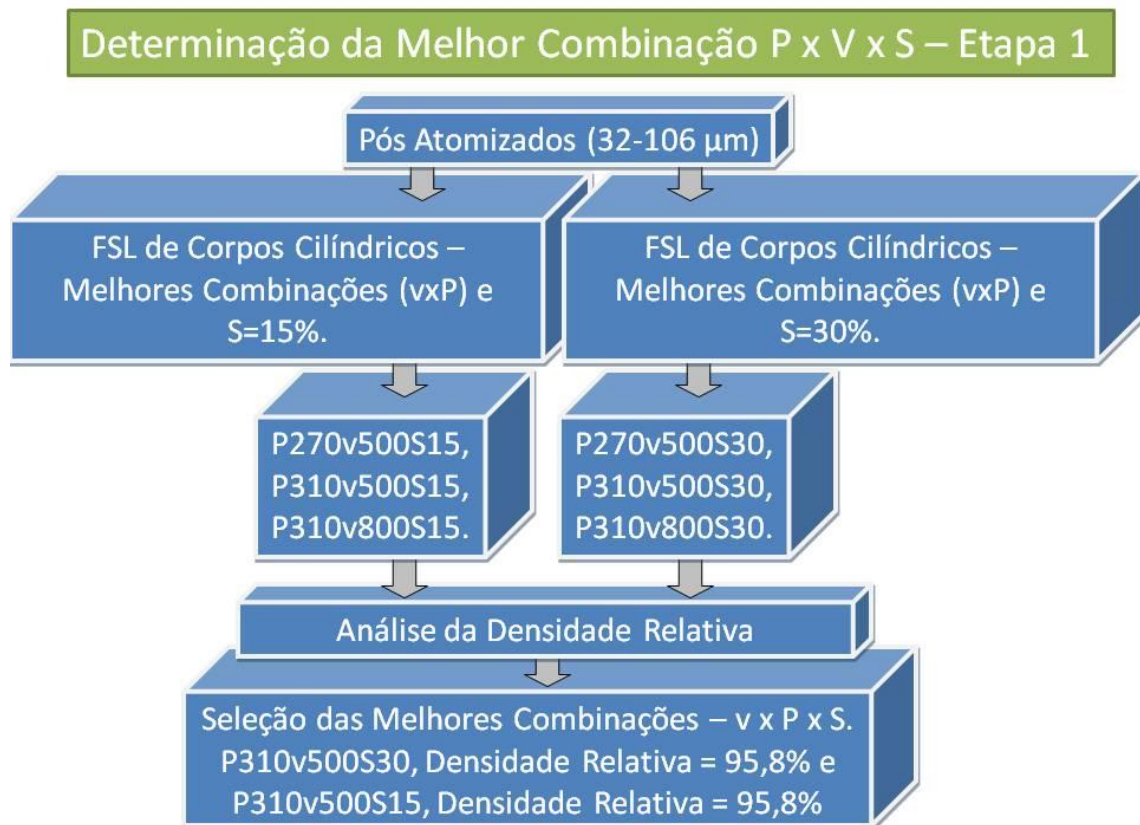


Figura 3 Seleção de parâmetros, Etapa 1.



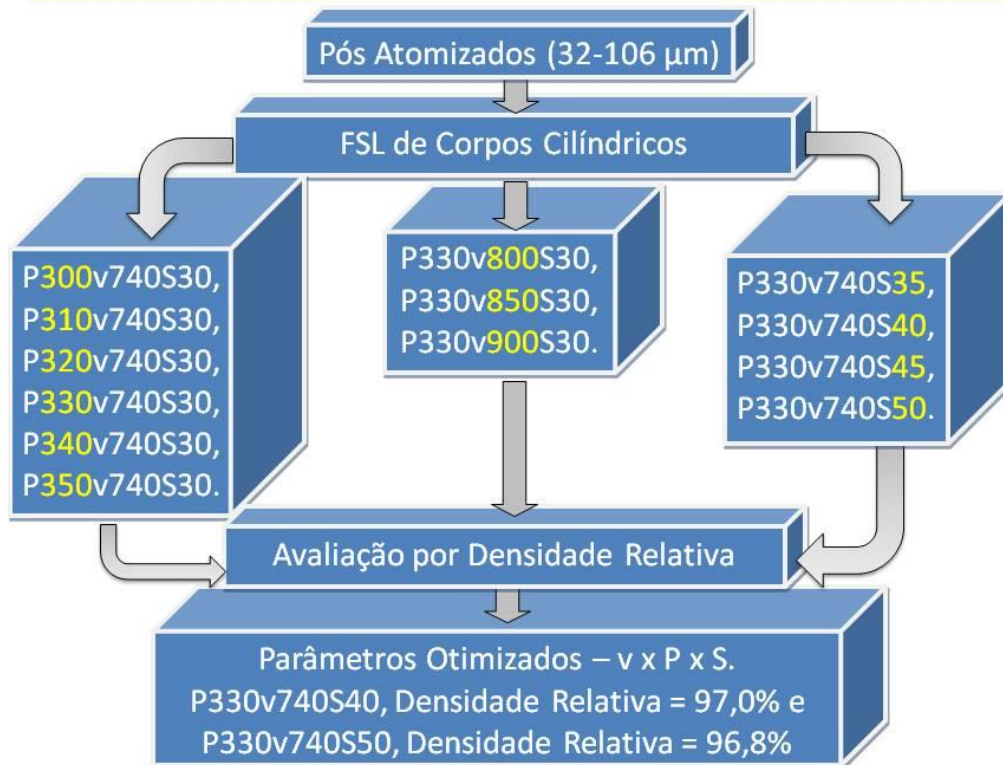
**Determinação da Melhor Combinação P x V x S – Etapa 2**

Figura 4 seleção de parâmetros, Etapa 2.

## Caracterizações dos Corpos Cilíndricos



Figura 5 Caracterizações realizadas nos corpos consolidados.