ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDA	ÇÃO FINAL DA
TESE DEFENDIDA POR ALEXANDR	E
FONSECA JORGE	E APROVADA
PELA COMISSÃO JULGADORA EM 29	7 2011
Afile Most	
ORIENTADOR	

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

Autor: Alexandre Fonseca Jorge

Fabricação, por tixo-infiltração, de materiais de baixa densidade a partir da liga AA7075 e caracterização de suas propriedades físicas e mecânicas

Campinas, 2011.

125/2011

Fabricação, por tixo-infiltração, de materiais de baixa densidade a partir da liga AA7075 e caracterização de suas propriedades físicas e mecânicas

Tese apresentada ao Curso de Doutorado da Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas, como requisito para a obtenção do título de doutor em Engenharia Mecânica

Área de concentração: Materiais e processos de Fabricação

Orientador: Maria Helena Robert Co-orientador: Antonio Celso Fonseca de Arruda

Campinas 2011

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA ÁREA DE ENGENHARIA E ARQUITETURA - BAE - UNICAMP

J768f	Jorge, Alexandre Fonseca Fabricação, por tixo-infiltração, de materiais de baixa densidade a partir da liga AA7075 e caracterização de suas propriedades físicas e mecânicas / Alexandre Fonseca JorgeCampinas, SP: [s.n.], 2011.
	Orientadores: Maria Helena Robert, Antonio Celso Fonseca de Arruda. Tese de Doutorado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.
	 Processos de fabricação. 2. Materiais compostos. Materiais porosos. 4. Propriedades mecânicas. 5. Propriedades térmicas. I. Robert, Maria Helena. II. Arruda, Antonio Celso Fonseca de. III. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. IV. Título.

 Título em Inglês: Production, by thixoinfiltration, of low-density materials using AA7075 alloy, and characterization of their physical and mechanical properties
 Palavras-chave em Inglês: Manufacturing processes, Composite materials, Porous materials, Mechanical properties, Thermal properties
 Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação
 Titulação: Doutor em Engenharia Mecânica
 Banca examinadora: Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia, Rubens Caram Junior, Claudemiro Bolfarini, José Deodoro Trani Capocchi
 Data da defesa: 29/07/2011
 Programa de Pós Graduação: Engenharia Mecânica

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ENGENHARIA MECÂNICA COMISSÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO

TESE DE DOUTORADO

Fabricação, por tixo-infiltração, de materiais de baixa densidade a partir da liga AA7075 e caracterização de suas propriedades físicas e mecânicas

Autor: Alexandre Fonseca Jorge Orientadora: Maria Helena Robert Co-orientador: Antonio Celso Fonseca de Arruda

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Tese:

un

Alle Moht

Profa. Dra. Maria Helena Robert, Presidente UNICAMP / Universidade Estadual de Campinas

Profa. Dra. Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia UNICAMP/ Universidade Estadual de Campinas

Prof. Dr. Rubens Caram Junior UNICAMP / Universidade Estadual de Campinas

Prof. Dr. Claudemiro Bolfarini UFSCar / Universidade Federal de São Carlos

Prof. Dr. José Deodoro Trani Capocchi Escola Politécnica - Universidade de São Paulo

Campinas, 29 de julho de 2011

Dedicatória

Dedico este trabalho a meu pai João, minha mãe Maria Inês, e minha irmã Ângela, que sempre me proporcionaram apoio e incentivo para a realização e conclusão deste.

Agradecimentos

Este trabalho não poderia ser terminado sem a ajuda de diversas pessoas às quais presto minha homenagem:

À minha orientadora Profa. Dra. Maria Helena Robert, e ao meu co-orientador Prof. Dr. Antonio Celso Fonseca de Arruda, pela oportunidade de realizar este trabalho, e também pela orientação, dedicação e amizade.

Aos colegas Renato, Robin, Daniel, Fábio, Vanderlei, pelo companheirismo, amizade, e pela construtiva troca de idéias e conhecimentos. Também ao estagiário Lucas que sempre esteve disposto a ajudar.

Aos professores e alunos que em diferentes momentos permitiram o uso de equipamentos de seus laboratórios, em especial Profa. Dra. Cecília Zavaglia (DEMA/FEM), Prof. Dr. Rubens Caram (DEMA/FEM), e Prof. Dr. Eugênio Zoqui (DEF/FEM).

A todos os funcionários técnicos e administrativos da FEM/UNICAMP que ajudaram em alguma etapa deste trabalho.

À Divisão de Imaginologia do HC / UNICAMP, em especial ao Dr. Sérgio Luis Marques dos Santos, pela realização dos testes de Tomografia Computadorizada.

Ao DEMa / UFSCar, em especial aos Profs. Drs. Vitor Sordi e Levi Bueno, pela realização dos ensaios de compressão.

À Profa. Dra. Verônica Calado da EQ/UFRJ, e à mestranda Milena França, do LTTC/UFRJ, pela realização dos ensaios de difusividade térmica.

À CAPES, pelo indispensável apoio financeiro.

Resumo

Jorge, Alexandre Fonseca. Fabricação, por tixo-infiltração, de espumas e compósitos de baixa densidade de liga AA7075, e caracterização de propriedades físicas e mecânicas dos produtos. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2011. Tese (Doutorado).

Este trabalho teve como objetivo estudar o processo de produção de esponjas metálicas e compósitos de baixa densidade por tixoinfiltração. A liga metálica AA7075 foi submetida a uma análise de tixohabilidade, na qual foi observada sua adequação ao processo e foi definida a temperatura de trabalho para a infiltração. A produção das amostras consistiu em infiltrar a pasta tixotrópica da liga AA7075 sobre bloqueadores removíveis (partículas de NaCl), para a produção das esponjas, e sobre bloqueadores não-removíveis de materiais cerâmicos porosos (vermiculita e cinasita), para a produção dos compósitos. Todas as esponjas metálicas e compósitos produzidos foram caracterizados quanto à sua arquitetura interna, propriedades físicas, térmicas e mecânicas. Os resultados mostraram em todos os casos uma boa qualidade geral dos produtos e uma boa repetibilidade do processo. O comportamento de todos os materiais produzidos em compressão estática ou dinâmica se mostrou próximo do comportamento típico de materiais celulares, com grande platô de deformação plástica ocorrendo com valores relativamente baixos de tensão. A análise das curvas obtidas nos ensaios de compressão semi-estática e compressão dinâmica, em conjunto com imagens de amostras parcialmente comprimidas, forneceu informações sobre os prováveis mecanismos de deformação envolvidos, incluindo o papel dos materiais de reforço. Adicionalmente, foi proposto um equacionamento para a condutividade térmica, dos compósitos, cujos resultados se mostraram satisfatoriamente correlacionados com os experimentais.

Palavras-Chave: Esponjas Metálicas, Compósitos, Tixoinfiltração, Liga AA7075

Abstract

Jorge, Alexandre Fonseca. Production, by thixoinfiltration, of low-density materials using AA7075 alloy, and characterization of their physical and mechanical properties. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2011. Thesis.

This work had the objective to study the process of production of open-cell metallic foams and low-density composites by thixoinfiltration. The AA7075 alloy underwent a thixoability analysis, in which it was observed its adequation to the process, and the working temperature for the infiltration was defined. The samples production consisted in infiltrating the thixotropic slurry of AA7075 alloy into removable space-holders (NaCl particles) for the production of the foams, and into non-removable space-holders of porous ceramic materials (vermiculite and expanded clay) for the production of the composites. All the foams and composites produced were characterized according to their internal architecture, physical, thermal, and mechanical properties. The results in all cases showed a good quality of the products in general, and a good repeatability of the process. The behavior of all the produced materials under semi-static and dynamic compression remained similar to the typical behavior of cellular materials, with a large plastic deformation plateau occurring with relatively low stress levels. The analysis of the obtained curves from the semi-static and dynamic tests, together with images from partially compressed samples, gave information about the possible deformation mechanisms involved, including the role of the reinforcement materials. Furthermore, a calculation for the thermal conductivity of the composites was proposed, with their results satisfactorily correlated to experimental data.

Keywords: Metallic Open-Cell Foams, Composites, Thixoinfiltration, AA7075 alloy

Lista de Figuras

Figura 2.1: Forma típica da curva de tensão x deformação, para a compressão de um material
metálico celular, apresentando sua fase elástica, plástica e de densificação (adaptado de
KAMMER, 1999)
Figura 2.2: Modelo de célula unitária (a)aberta e (b) fechada, segundo o modelo de Gibson- Ashby (Adaptado de GIBSON e ASHBY, 1997)
Figura 2.3: Exemplo de modelo de estrutura hexagonal com perturbações (Adaptado de
TEKOGLU e ONCK. 2005)
Figura 2.4: Célula unitária do modelo tetraédrico, com empilhamento hexagonal. (adaptado de
SAN MARCHI e MORTENSEN. 2001)
Figura 2.5: Célula unitária tetradecaédrica (adaptado de KWON et al. 2003)
Figura 2.6: Curva típica de tensão versus deformação de uma espuma sintática, e classificação em
diferentes regiões: (I) regime linear elástico; (II) regime plástico (II ₁ colapso disperso de
partículas; II ₂ bandas de densificação); (III) regime final de densificação. (adaptado de ZHANG
et al. 2009)
Figura 3.1: (a) Diagrama de fases do sistema binário Al-Zn; (b) Ampliação do mesmo diagrama,
na região correspondente à concentração de Zn utilizada (ASM, 1992)
Figura 3.2: (a) Diagrama de fases do sistema binário Al-Mg; (b) Ampliação do mesmo diagrama,
na região correspondente à concentração de Mg utilizada (ASM, 1992)
Figura 3.3: Diagramas de fases do sistema ternário Al-Mg-Zn: (a)Projeção de <i>liquidus</i> ;
(b)Projeção de <i>solidus</i> ; (c) Projeção de <i>solvus</i> . OBS: (b) e (c) são diagramas ampliados na região
de maiores concentrações de Al (adaptado de ASM, 1992) 37
Figura 3.4: Diagramas de fases do sistema ternário Al-Mg-Zn. Projeções Isotérmicas a: (a)335°C;
(b)20°C (adaptado de ASM, 1992) 38
Figura 3.5 (a) e (b): Imagens de microscopia óptica, mostrando o aspecto da microestrutura da
liga AA7075-T6, como fornecida, em dois diferentes graus de aumento 40
Figura 3.6: Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura, mostrando o aspecto geral
das partículas de NaCl utilizadas como bloqueadores pós-removíveis para a fabricação de
esponjas da liga AA7075
Figura 3.7: (a) Aspecto visual dos grãos de cinasita (MO); (b) detalhe de uma área fraturada da
partícula, mostrando as porosidades internas (MEV)45
Figura 3.8: (a) Aspecto visual dos grãos de vermiculita (MO); (b-e) detalhes de sua estrutura
lamelar (MEV)
Figura 3.10: (a) Dimensões do corpo principal da matriz metálica confeccionada para a produção
das amostras (3 vistas); (b) Aspecto tridimensional da peça; (c) Dimensões das duas tampas
laterais da matriz, com fechamento por encaixe (2 vistas); (d) Dimensões da tampa móvel
superior da matriz (2 vistas)

Figura 3.11: Aspecto da matriz metálica, confeccionada em aco-ferramenta, utilizada para o processo de produção das amostras de materiais celulares por tixoinfiltração, montada com um Figura 3.12: Fluxograma com a seqüência geral de etapas envolvidas no processo de produção de Figura 3.13: Següência simplificada e esquemática mostrando o processo de tixoinfiltração: aquecimento controlado, seguido de infiltração mediante aplicação de força, e produto infiltrado resultante antes da desmoldagem. 54 Figura 3.14: Croqui com a vista de topo de uma amostra, ilustrando a sua subdivisão em três partes, para utilização nas diferentes análises macro e microestruturais dos produtos obtidos. ... 59 Figura 3.15 (a): Aspecto do equipamento utilizado para os ensaios de compressão semi-estática; (b) Detalhe do posicionamento da amostra, entre superfícies paralelas para o ensaio, em série Figura 3.16: Aspecto do equipamento tipo torre de *drop-test*, utilizado para os ensaios de Figura 4.1: Curva (T x t) obtida em resfriamento da liga AA7075 utilizada, em molde cerâmico Figura 4.2: Curva da variação da relação potência / massa, em relação ao tempo, para um ciclo de aquecimento seguido de resfriamento da liga AA7075 utilizada, obtida no ensaio de Calorimetria Figura 4.3: Curvas de variação da potência / massa em relação à temperatura, obtidas no ensaio de DSC da liga AA7075, indicando os valores iniciais e finais dos picos de transformação detectados nos ciclos de (a) aquecimento e (b) resfriamento. Taxa de troca de calor: 5°C/min... 70 Figura 4.4: Detalhe de diagrama de fases para a liga utilizada, obtido por simulação via Figura 4.5: Gráfico ilustrando a integração da curva potência / massa x temperatura em um Figura 4.6: (a) Variação de (fl x T); (b) Sensibilidade de (fl x T), na parte final do intervalo de solidificação da liga AA7075, obtidos a partir de ensaios de DSC. Indicados: sugestões de janela Figura 4.7: (a) Variação de (fl x T); (b) detalhe; para a liga AA7075, obtidos por simulação termodinâmica pelo *software* THERMOCALC[®], utilizando condições de Scheil. Indicados: Figura 4.8: Curvas típicas de aquecimento da liga metálica e do forno para o processo de Figura 4.9: Microestrutura típica da pasta tixotrópica obtida pelo aquecimento da liga AA7075 até a temperatura de 625°C. (a) aspecto geral; (b) e (c) detalhes. Setas indicam possibilidade de Figura 4.10: Variação (P x t) típica no processo de tixoinfiltração para a produção de: (a) esponjas, tendo NaCl como agente bloqueador; (b) compósitos com vermiculita; (c) compósitos com cinasita. Granulometrias dos agentes bloquedores: (1) fina; (2) grosseira. Exemplo de três Figura 4.11: Pressões de tixoinfiltração para a produção de esponjas e compósitos da liga AA7075, com diferentes tipos de bloqueadores. (a) Pressão máxima; (b) Pressão de patamar.... 88

Figura 4.12: Pressões máximas e de patamar médias na tixoinfiltração para a produção de Figura 4.13: Exemplo típico de amostras de esponjas da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração sobre partículas de NaCl de distintas granulometrias; aspecto externo geral. (a) Figura 4.14: Exemplo típico de amostras de compósitos da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração sobre partículas de cinasita de distintas granulometrias; aspecto externo geral. (a) Figura 4.15: Exemplo típico de amostras de compósitos da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração sobre partículas de vermiculita de distintas granulometrias; aspecto externo geral. Figura 4.16: Imagens de planos sucessivos tomados por tomografia de Raios X de duas diferentes amostras de esponjs da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração em partículas bloqueadoras de NaCl de (a) granulometria fina; (b) granulometria grosseira. (i) exemplo típico de amostra de qualidade interna não aceitável; (ii) exemplo típico de amostra com boa qualidade interna...... 96 Figura 4.17: Imagens de planos sucessivos tomados por tomografia de Raios X de duas diferentes amostras decompósitos da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração em partículas bloqueadoras de vermiculita de (a) granulometria fina; (b) granulometria grosseira. (i) exemplo típico de amostra de qualidade interna não aceitável; (ii) exemplo típico de amostra com boa Figura 4.18: Imagens de planos sucessivos tomados por tomografia de Raios X de duas diferentes amostras de compósitos da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração em partículas bloqueadoras de cinasita de (a) granulometria fina; (b) granulometria grosseira. (i) exemplo típico de amostra de qualidade interna não aceitável; (ii) exemplo típico de amostra com boa qualidade Figura 4.19: Representação gráfica dos valores médios de densidade relativa dos diferentes tipos de materiais produzidos com base liga AA7075: (1) Esponja metálica; (2) Compósito com vermiculita; (3) Compósito com cinasita. Indicadas as diferentes granulometrias dos agentes Figura 4.20: Fotos de secões transversais dos materiais à base da liga AA7075 produzidos e respectivas imagens binarizadas: (a) esponja com poros finos e (b) grosseiros; (c) compósito com vermiculita fina e (d) grosseira; (d) compósito com cinasita fina e (f) grosseira......103 Figura 4.21: Representação gráfica dos valores médios de fração de vazios ou reforços nos diferentes tipos de materiais produzidos com base liga AA7075: esponja metálica; compósito com vermiculita; compósito com cinasita. Indicadas as diferentes granulometrias dos agentes Figura 4.22: Espessura média de paredes metálicas, obtida na análise macro da seção dos Figura 4.23: Microestrutura típica das paredes metálicas de liga AA7075 das esponjas metálicas Figura 4.24: Microestrutura típica das paredes metálicas dos compósitos da liga AA7075 reforçada com partículas de vermiculita, produzidas por tixoinfiltração. MO...... 110 Figura 4.25: Microestrutura típica das paredes metálicas dos compósitos da liga AA7075 reforçada com partículas de cinasita, produzidas por tixoinfiltração. MO...... 111

Figura 4.26: Análise de EDS de parede metálica típica de esponjas e compósitos da liga AA7075 produzidos por tixoinfiltração. (a) microestrutura com indicação dos pontos de análise; (b) teores em peso dos elementos encontrados nos pontos analisados
Figura 4.28: Imagens típicas de interfaces metal/reforço em compósitos da liga AA7075 reforçada com partículas de vermiculita (MEV, MO)116
Figura 4.29: Imagens típicas de interfaces metal/reforço em compósitos da liga AA7075 reforçada com partículas de cinasita (MEV, MO)
Figura 4.30: Microestrutura com indicação de pontos de análise por EDS de interface metal/reforço em compósitos da liga AA7075 contendo cinasita, produzidos por tixoinfiltração.
Figura 4.31: Curva tensão x deformação típica obtida em ensaio completo de compressão semi- estática de amostra de esponja metálica de poros finos da liga AA7075
Figura 4.32 Curvas tensão x deformação obtidas nos ensaios de compressão interrompida de amostras de esponjas da liga AA7075 com poros finos, para quatro diferentes pontos de parada, e o aspecto visual das respectivas amostras após o ensaio
Figura 4.33: Curva tensão x deformação típica obtida no ensaio completo de compressão semi- estático de uma amostra de esponja metálica da liga AA7075 de poros grosseiros
interrompida em distintos estágios: (1) ponto 1; (2) ponto 2; (3) ponto 3 e (4) ponto 4
Figura 4.36: Imagens de compósitos de liga AA7075 com reforço de cinasita submetidos a ensaio de compressão interrompida em distintos estágios: (1) ponto 1; (2) ponto 2; (3) ponto 3 e (4) ponto 4
Figura 4.37: Imagem de M.O. de uma amostra de compósito de liga AA7075 com reforço de cinasita submetida ao ensaio de compressão interrompida, mostrando continuidade de trinca entre matriz e reforço
Figura 4.38: Curvas de força versus deslocamento obtidas no ensaio de impacto das amostras dos diferentes materiais produzidos, com sucessivas repetições por condição: Esponjas metálicas com poros (a) finos e (b) grosseiros; compósitos com vermiculita de granulometria (c) fina e (d)
Figura 4.39: Valores médios de tensão máxima de compressão, obtidos nos ensaios de impacto dos materiais produzidos: (a) valores agrupados por densidade (A: menor, B: maior); (b) médias gerais por tipo de material e granulometria
Figura 4.40: Resultados médios dos valores de: (a) Módulo de elasticidade; (b) Tensão de limite elástico; (c) Tensão de platô; (d) Deformação de densificação. Obtidos nos ensaios de compressão contínua e interrompida
Figura 4.41: Médias dos valores máximos de tensão registrados ao final da fase elástica (σ c), nos ensaios de compressão semi-estáticos (em azul) e dinâmicos (em roxo)

igura 4.43: Valores de difusividade térmica, obtidos a partir da condutividade térmica estimada
egundo os modelos de Maxwell, Russell, e Gibson-Ashby (modificado), para as esponjas
netálicas e os compósitos produzidos172
igura 4.44: Valores de difusividade térmica obtidos no ensaio dos materiais compósitos pelo
nétodo flash
igura 4.45: Gráfico comparativo entre os valores de difusividade térmica obtidos
xperimentalmente a 25°C e os valores calculados segundo o modelo proposto de Gibson-Ashby
nodificado, com o coeficiente empírico que proporcionou os resultados mais próximos 175

Lista de Tabelas

Tabela 3.1: Características físicas da liga de Al AA7075-T6	. 31
Tabela 3.2: Composição da liga AA7075 utilizada, obtida por análise de fluorescência de raios	sХ
(análise semi-quantitativa) e por espectrometria (valores médios).	. 32
Tabela 3.3: Composição química típica da cinasita, fornecida pelo fabricante.	. 44
Tabela 3.4: Características físicas da cinasita, dados dos fabricantes	. 44
Tabela 3.5: Composição típica da vermiculita.	. 46
Tabela 3.6: Características físicas da vermiculita expandida.	. 48
Tabela 4.1: T _{solidus} , T _{liquidus} e intervalos de solidificação obtidos por análises térmicas via DSC	۱ ⁄
para a liga AA7075 utilizada (taxa de troca de calor de 5°C/min)	. 71
Tabela 4.2: T _{solidus} , T _{liquidus} e intervalos de solidificação obtidos por diferentes técnicas de	
análise, para a liga AA7075 utilizada.	. 73
Tabela 4.3: Áreas parciais (fl), sob a curva potência / massa x temperatura, no intervalo estima	ado
para o início e fim do pico de transformação detectado no ensaio de DSC.	. 75
Tabela 4.4: Valores de fração líquida a determinadas temperaturas, extraídos da curva obtida	por
simulação termodinâmica pelo software THERMOCALC [®] , para a liga AA7075 utilizada	. 78
Tabela 4.5: Valores médios de densidade de esponjas e compósitos da liga AA7075 fabricados	5
por tixoinfiltração em diferentes condições	100
Tabela 4.6: Teores de vazios ou de reforços e de paredes metálicas das esponjas e compósitos	da
liga AA7075 fabricados por tixoinfiltração em diferentes condições	104
Tabela 4.7: Espessuras médias de paredes metálicas das esponjas e compósitos da liga AA707	5
fabricados por tixoinfiltração em diferentes condições.	106
Tabela 4.8: Teores em peso dos elementos encontrados nos pontos analisados por EDS em	
interface típica metal/reforço em compósitos da liga AA7075 com partículas de cinasita	118
Tabela 4.9: Propriedades mecânicas das esponjas metálicas, estimadas segundo o modelo de	
Gibson e Ashby (1997)	119
Tabela 4.10: Valores de propriedades obtidas em ensaios de compressão semi-estática de	
amostras de esponjas da liga AA7075 com poros finos, fabricadas por tixoinfiltração	121
Tabela 4.11: Valores de propriedades obtidas em ensaios de compressão semi-estática	
interrompidos, de amostras de esponjas da liga AA7075 com poros finos, fabricads por	
tixoinfiltração	124
Tabela 4.12: Valores de propriedades obtidas em ensaios de compressão semi-estática de	
amostras de esponjas da liga AA7075 com poros grosseiros, fabricadas por tixoinfiltração	125
Tabela 4.13: Valores de propriedades obtidas em ensaios de compressão semi-estática	
interrompidos, de amostras de esponjas da liga AA7075 com poros grosseiros, fabricadas por	
tixoinfiltração.	127
Tabela 4.14: Valores de propriedades obtidas em ensaios completos de compressão semi-estát	ica
de amostras de compósitos da liga AA7075 contendo partículas finas de vermiculita	129

Tabela 4.18: Valores de propriedades obtidas em ensaios completos de compressão semi-estática Tabela 4.19: Valores de tensão obtidos nos ensaios de compressão semi-estática de amostras de Tabela 4.20: Valores de propriedades obtidas em ensaios completos de compressão semi-estática Tabela 4.21: Valores de tensão, obtidos nos ensaios de compressão semi-estáticos de uma Tabela 4.22: (a) Valores máximos de força e tensão no limite da região elástica, obtidos no ensaio de impacto das esponjas metálicas e compósitos produzidos; (b) Valores de tensão agrupados por Tabela 4.23: Comparação entre as propriedades mecânicas em compressão das esponjas metálicas, obtidas experimentalmente em compressão semi-estática e por modelamento teórico Tabela 4.24: Fração volumétrica de vazios ou de material de reforço para as esponjas metálicas e para os compósitos produzidos. Valores obtidos a partir do processamento das densidades. 170 Tabela 4.25: Valores de condutividade térmica, estimados segundo os modelos de Maxwell, Russell, e Gibson-Ashby, para as esponjas metálicas e os compósitos produzidos...... 171 Tabela 4.26: Valores de densidade e calor específico dos materiais componentes das esponjas Tabela 4.27: Valores de difusividade térmica obtidos no ensaio dos materiais compósitos pelo

Lista de Equações

Equação 2.1	
Equação 2.2	
Equação 2.3	
Equação 2.4	
Equação 2.5	
Equação 2.6	
Equação 2.7	
Equação 2.8	
Equação 2.9	
Equação 3.1	
Equação 4.1	
Equação 4.2	
Equação 4.3	
Equação 4.4	
1 /	

Lista de Abreviaturas e Siglas

AA:	Aluminum Association		
ASM:	ASM International, anteriormente chamada American Society for		
	Metals		
DEF/FEM/UNICAMP:	Departamento de Engenharia de Fabricação da Faculdade de		
	Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas		
DEMA/FEM/UNICAMP:	Departamento de Engenharia de Materiais da Faculdade de		
	Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas		
DEMa/UFSCar:	Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal		
	de São Carlos		
DSC:	Differential Scanning Calorimetry: Calorimetria Exploratória		
	Diferencial		
EDS:	Energy Dispersive Spectroscopy: Espectroscopia de Energia		
	Dispersiva		
EQ/UFRJ:	Escola de Química da Universidade Federal do Rio de Janeiro		
F:	Fina (Granulometria)		
FPC:	Fusão Parcial Controlada		
G:	Grosseira (Granulometria)		
LFA:	Laser Flash Analysis		
LTTC/COPPE/UFRJ:	Laboratório de Transmissão e Tecnologia do Calor / Instituto		
	Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa em Engenharia		
	/ Universidade Federal do Rio de Janeiro		
MEV:	Microscopia Eletrônica de Varredura		
MMC:	Metal-Matrix Composite: Compósito de Matriz Metálica		
MO:	Microscopia Optica		
SHPB:	Split-Hopkinson Pressure Bar		
SSM:	Semi-Solid Metallurgy: Metalurgia do Semi-Sólido		

Sumário

1
2
5
6
7
22
25
30
42
48
50
67
rocesso 80
90
119
167
176
178
180

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

1.1. Introdução

Dentre os materiais considerados inovadores no setor metal/mecânico para emprego em diferentes aplicações de engenharia, têm se destacado nas últimas décadas os compósitos de matriz metálica (MMC), usualmente com reforços cerâmicos, e, mais recentemente, têm chamado a atenção os metais celulares ou porosos.

A produção e a utilização de ligas metálicas porosas nas forma de esponjas e espumas, têm despertado crescente interesse no meio acadêmico e no meio industrial, sobretudo nos últimos 15 anos. Embora alguns conhecimentos nessa área já estejam consolidados, há uma constante pesquisa em busca de novos materiais e o desenvolvimento de novos processos, visando melhorias como a redução de custos de produção, melhor repetibilidade e homogeneidade do material produzido, e a obtenção de propriedades mais adequadas a diferentes aplicações.

Os materiais celulares de matriz metálica são materiais de engenharia capazes de reunir um conjunto muito interessante de propriedades, sobretudo físicas e mecânicas, difícil de ser obtido com materiais maciços. Dentre estas propriedades podem ser mencionadas: reduzido peso específico, elevada rigidez, grande capacidade de absorção de energia em deformação por compressão, atenuação de vibrações, além de capacidade de isolamento térmico e acústico, entre outras. Neste conjunto, tem se destacado a reduzida densidade (da ordem de 30 a 50% da densidade do metal maciço) e o comportamento de materiais celulares sob tensões de compressão (semi-estática ou de impacto) uma vez que são capazes de sustentar grandes quantidades de deformação com níveis de tensão reduzidos e praticamente constantes (MOTZ, 2002). A absorção de energia ocorre na forma de deformação permanente progressiva das paredes metálicas de suas células.

Por seu lado, os materiais compósitos de matriz metálica, no cenário industrial há mais tempo, são materiais de engenharia de grande importância e já com ampla utilização comercial em vários setores. Um dos principais atrativos desses materiais é que, pela combinação das propriedades da matriz metálica e do material de reforço cerâmico em diferentes configurações

como particulados, reticulados, fibras, nanotubos, etc., podem oferecer um conjunto de propriedades e características superiores às que poderiam ser obtidas com os componentes separadamente. São de importância no estudo dos materiais compósitos não apenas as propriedades dos materiais de matriz e de reforço, mas também a sua organização (e possível orientação), homogeneidade e a qualidade da interface entre eles (por meio da qual ocorre a transferência de esforços mecânicos, por exemplo).

Embora compósitos de matriz metálica (MMC) já estejam presentes no mundo cotidiano, uma nova classe de materiais compósitos de matriz metálica pode se tornar viável, abrindo perspectivas de novos produtos: são os compósitos de baixa densidade, nos quais os reforços são constituídos de materiais cerâmicos porosos. O produto constituído por um arranjo estrutural interno semelhante às espumas sintáticas, deve apresentar um conjunto interessante e único de propriedades, combinando propriedades e características de materiais compósitos e outras de materiais celulares, fornecendo a combinação de propriedades da matriz e do reforço aliada a um baixo peso.

Embora os materiais metálicos celulares, bem como os compósitos de matriz metálica, sejam interessantes alternativas aos metais maciços para muitas aplicações e, muitas vezes, a única opção para determinada demanda de propriedades, a sua aplicação não contempla ainda a total potencialidade que apresentam. Os principais fatores limitantes de sua aplicação são em geral os elevados custos de produção, dificuldades de fabricação relacionadas a complexidade de processo e dependendo do processo, baixa homogeneidade do produto e restrições de geometria.

O desenvolvimento de novos materiais que atendam demandas cada vez mais específicas de propriedades exigidas nos diferentes ramos da engenharia e técnicas que possibilitem sua fabricação a custos adequados e com confiabilidade de qualidade é de fundamental importância para um desenvolvimento sustentável da sociedade. Em particular os metais celulares e compósitos de baixa densidade se constituem em materiais que visam atender à demanda atual de redução de peso em diferentes tipos de componentes, principalmente para a indústria automobilística e aeronáutica, com diretas consequências na redução de emissões para o meio ambiente, além de significar maior segurança para usuários, por exemplo na fabricação de componentes de proteção em veículos para a absorção de energia em impactos.

1.2. Objetivos

Este trabalho busca, de modo geral, contribuir para o desenvolvimento de novos materiais de engenharia, ao propor novos produtos e novas tecnologias para a sua fabricação.

Para tanto, este trabalho tem por objetivo geral a análise da possibilidade de fabricação de materiais de baixa densidade (materiais celulares e compósitos de matriz metálica), por uma nova técnica envolvendo a infiltração de ligas metálicas no estado semi-sólido tixotrópico (tixoinfiltração) por entre partículas de agentes bloqueadores removíveis e não-removíveis, além de estudar a influência de parâmetros de processo nas características estruturais do produto e a influência destas características em suas propriedades mecânico-metalúrgicas. Pretende-se o domínio de um processo operacionalmente simples e de fácil controle.

Como novos materiais, é proposta a investigação da eficiência do processo de tixoinfiltação para a fabricação de esponjas metálicas e compósitos de baixa densidade constituídos de matriz metálica reforçada com partículas cerâmicas porosas.

Além do processo de fabricação, diferentes aspectos dos materiais a serem desenvolvidos constituem ineditismo: o emprego de bloqueadores não-convencionais, como partículas soltas de NaCl para o caso da produção de esponjas, e o emprego de cerâmicas porosas para a produção de compósitos de baixa densidade, este um produto inédito, idealizado como proposta deste tabalho.

Estes objetivos gerais compreendem os seguintes objetivos específicos:

- Estudar o processo de tixoinfiltração da liga de Al (AA7075) em uma camada de partículas removíveis (NaCl) para a fabricação de produtos celulares de células abertas (esponjas).
- Estudar o processo de tixoinfiltração da liga de Al (AA7075) em uma camada de partículas não-removíveis (particulados cerâmicos porosos - cinasita e vermiculita) para a fabricação de compósitos de baixa densidade.
- Estudar a influência de parâmetros de processo nas características estruturais, metalúrgicas e físicas (densidade, arquitetura e microestrutura de paredes metálicas) dos produtos porosos e compósitos obtidos.
- Estudar a influência das características estruturais, metalúrgicas e físicas dos produtos obtidos no seu comportamento mecânico em compressão semi-estática e dinâmica.

- Estudar a influência das características estruturais, metalúrgicas e físicas dos produtos obtidos no seu comportamento térmico.
- Avaliar comparativamente resultados de propriedades mecânicas e térmicas estimadas teoricamente utilizando modelos da literatura, e resultados experimentais.

2 FUNDAMENTOS TEÓRICOS

2.1 Materiais metálicos celulares: conceitos gerais

Na literatura e no uso prático, nem sempre é muito clara a distinção entre o significado dos termos: "metais celulares", "espumas metálicas" e "esponjas metálicas". "Espumas metálicas", por exemplo, é um termo freqüentemente usado para qualquer classe de material metálico de baixa densidade, na realidade seria corretamente aplicado para dispersão de bolhas de gás em líquidos (BANHART, 2000).

Degischer (2002) define os metais celulares como materiais heterogêneos, formados por uma matriz metálica e por poros contendo gás, podendo ser classificados segundo os seguintes critérios:

- A condição do metal durante a produção da porosidade (líquido, sólido);
- O processo de fabricação envolvido (fundição, espumagem, deposição, sinterização);
- O método de formação dos poros (incorporação de substratos ocos, substratos removíveis ou gás).

Os materiais metálicos celulares têm encontrado uma crescente gama de aplicações ao longo dos anos. Se um metal poroso ou uma espuma metálica for produzido de forma adequada, pode-se encontrar uma solução para um dado problema, logicamente dependendo de alguns fatores que podem ser resumidos da seguinte forma (BANHART, 2002):

- Morfologia: tipo de porosidade (aberta ou fechada), quantidade e tamanho dos poros necessários e área total da superfície interna do material celular requerida;
- Metalurgia: metal, liga e estado microestrutural requeridos;
- Processamento: possibilidades para realização de operações secundárias nos metais celulares, tais como: operação de conformação, usinagem, soldagem e revestimento;
- Economia: questões de custo e adequação a um grande volume de produção.

Há muitas possíveis aplicações em engenharia para as espumas metálicas; elas podem ser usadas em construções mecânicas que necessitem de peso reduzido, isolamentos sonoro e térmico, e aplicações para absorção de energia de impacto. Comparadas aos materiais poliméricos, que também são leves, as espumas metálicas, principalmente de alumínio, apresentam as seguintes vantagens: boa resistência ao calor, alta deformação, incombustibilidade e a possibilidade de serem facilmente recicladas (KAMMER, 1999).

2.2 Materiais compósitos de matriz metálica: conceitos gerais

Os materiais compósitos são materiais heterogêneos formados pela combinação de duas ou mais fases, compostas por materiais distintos. Os compósitos podem ter seus componentes classificados separadamente conforme seu papel dentro do material: A matriz, que é contínua e envolve uma ou mais fases, chamadas de fases dispersas, ou reforços. As propriedades dos compósitos são uma função das propriedades das fases constituintes, suas quantidades relativas (frações volumétricas), da geometria da fase dispersa, e da qualidade do acoplamento entre esses componentes. Dessa forma, pelo princípio da ação combinada (CALLISTER, 2002) são obtidos conjuntos de propriedades distintas daquelas que seriam obtidos no emprego dos materiais convencionais, geralmente de maneira a se apresentarem superiores para uma determinada aplicação.

A classificação mais usual dos materiais compósitos é feita com base no tipo de material empregado como matriz, ou seja:

- Materiais compósitos de matriz polimérica;
- Materiais compósitos de matriz cerâmica;
- Materiais compósitos de matriz metálica.

Outra maneira de se classificar os materiais compósitos é quanto à geometria e organização do material de reforço, podendo este estar em diferentes formas tais como partículas, fibras ou *whiskers*, e estes por sua vez podem estar soltos, distribuídos ao longo da matriz de forma aleatória ou ordenada, ou ainda podem estar na forma coesa, como por exemplo no caso de fibras entrelaçadas (mantas) e partículas sinterizadas.

Os materiais compósitos com matriz metálica (ou MMC: *Metal-Matrix Composite*), como o próprio nome indica, possuem matriz composta por material metálico. Geralmente o reforço é formado por materiais cerâmicos, por possuírem ponto de fusão muito superior ao do metal matriz. Esses materiais são adicionados com o objetivo de se obter melhorias tais como:

temperaturas de trabalho mais elevadas, maior resistência à abrasão, maior rigidez ou resistência específica, maior condutividade térmica, etc.

A forma mais usual desse tipo de compósito apresenta reforços de materiais tais como Carbeto de Silício, Alumina, Carbono, entre outros, podendo estar na forma de particulados, fibras ou *whiskers*, geralmente com espessuras microscópicas (da ordem de 10^{-3} mm). Compósitos de matriz metálica, com partículas de grandes dimensões (da ordem de 10^{0} mm), não são usuais na literatura.

Existem alguns desenvolvimentos de compósitos na forma de materiais celulares metálicos de células abertas posteriormente preenchidos por algum material, como por exemplo o preenchimento de esponjas metálicas com materiais poliméricos como resina Epóxi ou borracha de Silicone, a fim de se obter diferentes propriedades mecânicas em relação à esponja metálica sem o preenchimento (GARSOT et al., 2008) (VESENJAK, 2009).

Outra abordagem recente é a criação de espumas sintáticas com a utilização de partículas ocas de reforço em uma matriz metálica, como por exemplo *fly ash* (ZHANG, 2009). De fato, em muitos casos as espumas sintáticas se enquadram num campo intermediário entre os materiais celulares (devido ao material secundário ser oco ou poroso) e os materiais compósitos (por haver um material diferente que permanece dentro da matriz metálica, constituindo um material de reforço). No sentido estrito da palavra, os materiais celulares também podem ser considerados como uma espécie de compósitos, se os vazios forem considerados como a fase dispersa (GARSOT et al., 2008).

2.3 Características e propriedades mecânicas dos materiais celulares

2.3.1 Arquitetura interna

Os materiais celulares são caracterizados estruturalmente pelo seu tipo de célula, fechada (espuma) ou aberta (esponja), densidade relativa, tamanho da célula/poro, formato da célula/poro e anisotropia (ASHBY et al., 2000). Esses parâmetros, fortemente vinculados à classificação de um material celular, e consequência de seu processo de fabricação, descrevem a sua arquitetura interna, um fator chave que determina as suas propriedades, principalmente mecânicas.

Uma alta fração volumétrica de poros conduz a uma menor densidade do metal celular. Contudo, a fração volumétrica de poros é um parâmetro importante, mas não fornece informações sobre o arranjo, tamanho e formato dos poros. Para análise de fração de volumes de poros, devese levar em conta que dois materiais celulares podem ter a mesma densidade, porém, uma amostra pode ter um ou dois grandes poros que representam a maior fração de volume da fase gasosa, enquanto outra pode consistir de poros menores uniformemente distribuídos (KRISZT, 2002).

Mesmo uma estrutura celular com poros dos mesmos tamanhos e arranjados regularmente pode não ser suficiente para descrever o metal celular, além disso, os poros ainda podem ter orientações preferenciais e variações de tamanhos e formas (elípticas, circulares) devido ao processo de fabricação. Dois conjuntos de parâmetros quantitativos podem ser usados para definir as características estruturais: um para descrever as propriedades de cada poro (tamanho, forma e orientação), e outro para caracterizar as propriedades topológicas do metal celular, como o arranjo das células e o número de células vizinhas. Assim, por exemplo, o tamanho do poro poderia ser descrito (KRISZT, 2002), ou como um diâmetro equivalente do poro, que é definido como o diâmetro de uma esfera que tem o mesmo volume ou área, ou como máxima, mínima ou média do tamanho dos poros.

2.3.2 Propriedades físicas

As propriedades físicas, mecânicas e metalúrgicas dos metais celulares são medidas na maioria das vezes pelos métodos utilizados para o metal maciço. Algumas propriedades, como estrutura cristalina, coeficiente de expansão térmica e temperatura de fusão são iguais tanto para o metal maciço quanto para metal poroso (PIPPAN, 2002).

A característica considerada mais importante de um material celular é sua densidade relativa (GIBSON e ASHBY, 1997), que é a densidade do material celular dividida pela densidade do material sólido que constitui suas paredes.

Algumas propriedades dos metais celulares, como a capacidade térmica, são tipicamente funções lineares da densidade. Porém, muitas outras propriedades, como por exemplo, módulo de elasticidade ou módulo de rigidez, tensão mecânica, condutividade térmica e elétrica e propriedades acústicas, não dependem somente da densidade, mas também da arquitetura celular

do material (PIPPAN, 2002). Os principais parâmetros que influenciam nas propriedades dos materiais celulares são (em ordem de importância):

- Propriedades da parede celular;
- Densidade relativa;
- Grau de interligação entre as células (células abertas ou fechadas);
- Distribuição da massa;
- Tamanho e distribuição das células;
- Formato e anisotropia das células;
- Conectividade das arestas e vértices das células;
- Defeitos como células rompidas.

2.3.3 Propriedades mecânicas sob compressão

Uma das propriedades mecânicas mais interessantes dos materiais celulares é sua curva típica de tensão versus deformação sob compressão, na qual observa-se que eles são capazes de suportar uma grande quantidade de deformação mantendo valores de tensão praticamente constantes. Isso faz com que esses materiais sejam considerados como excelentes materiais absorvedores de energia, não apenas pela quantidade de energia absorvida, mas pela capacidade de absorvê-la com valores relativamente baixos de tensão, característica essa que é desejada em aplicações como embalagens (para proteger o conteúdo) e em segurança veicular (para proteger os ocupantes de um veículo) (MOTZ, PIPPAN e KRISZT, 2002). Ao se dimensionar um material absorvedor de energia com intuito de proteção, deve ser utilizado um material cuja tensão de deformação plástica não permita que sejam transmitidos, para o objeto que está sendo protegido, valores de força que possam lhe causar danos ou lesões.

A Figura 2.1 apresenta a forma básica de uma típica curva de tensão x deformação para um material celular, que apresenta (DEGISHER, 2002):

- 1) Uma fase elástica, na qual a tensão aumenta rapidamente com a deformação.
- Uma fase elástica com um "platô", no qual ocorre uma grande deformação com uma tensão quase constante.
- Uma fase final de densificação, na qual a inclinação da curva tensão x deformação começa a aumentar novamente de maneira progressiva.

No primeiro estágio da curva ocorre um aumento linear da tensão devido à deformação elástica. Nesta região é definido o módulo de elasticidade E do metal celular. Contudo, considerase que a inclinação da curva de compressão na fase elástica é menor do que o verdadeiro módulo de elasticidade do material (ASHBY et al. 2000), porque mesmo nessa etapa já ocorre a deformação de algumas células em pontos localizados. Dessa forma, o real módulo de elasticidade é melhor obtido pela curva de descarregamento (ANDREWS et al., 2001).

Ao final da fase elástica, a tensão de compressão (σ_c) é definida do pico final deste estágio ou pela intersecção de duas curvas (regime elástico e plástico), e corresponde à tensão de limite elástico do material celular.



Figura 2.1: Forma típica da curva de tensão x deformação, para a compressão de um material metálico celular, apresentando sua fase elástica, plástica e de densificação (adaptado de KAMMER, 1999).

A fase plástica da curva é caracterizada pela tensão de platô, na qual ocorre a deformação progressiva da estrutura celular em uma grande faixa de deformação, com um valor de tensão aproximadamente constante chamado tensão de platô (σ_{PL}).

Bons absorvedores de energia devem suportar grandes deformações para um nível de tensão baixo e constante. A vantagem dos metais celulares para estas aplicações, com relação às espumas poliméricas, é sua relativa baixa densidade, nível de tensão no platô ajustável e boa resistência em altas temperaturas. A energia absorvida por unidade de volume é igual a área abaixo da curva tensão-deformação e a eficiência de absorção de energia, η , é a relação entre a energia absorvida do material real e a energia absorvida de um absorvedor ideal, um material

plástico (MOTZ, PIPPAN e KRISZT, 2002). Uma vez que, após atingir a deformação de densificação (ε_D) a tensão sobe rapidamente, a energia deve ser absorvida antes de ser atingido esse valor de deformação (ASHBY, 2000). Por isso, a energia específica (J/g) absorvida por um material celular é considerada como sendo a área sob a curva tensão x deformação, dentro do intervalo de deformação de zero até (ε_D).

Há muitas variáveis no comportamento mecânico de um material celular, sendo que as curvas de tensão x deformação podem diferir muito do modelo ideal apresentado anteriormente. Por exemplo, materiais celulares com matriz de materiais frágeis geralmente apresentam um platô instável, com muitas oscilações, decorrentes da fratura frágil e catastrófica da estrutura celular.

2.3.4 Mecanismos de deformação

A característica de deformação das espumas e esponjas metálicas sob compressão, apresentando um platô de tensão quase constante, tem constantemente motivado investigações acerca de seu mecanismo de deformação, para que dessa forma sejam obtidos materiais com propriedades mais adequadas a determinadas aplicações, e também modelos que possam prever melhor o seu comportamento mecânico.

Segundo a definição clássica de Gibson e Ashby (1997), ocorrem diferentes mecanismos de deformação nas diferentes etapas da compressão de um material celular:

- A região elástica é determinada pela flexão das paredes celulares (e estiramento das faces entre as células no caso de células fechadas). O módulo de elasticidade é a inclinação inicial da curva tensão-deformação.
- A região de platô é associada ao colapso das células, o qual pode ocorrer de diferentes maneiras conforme o tipo de material das paredes celulares: por dobramento elástico (*buckling*) no caso de materiais elastoméricos, por dobra (*plastic hinges*) num material plástico ou dúctil como o metal, e por fratura frágil (*brittle crushing*) da parede em um material frágil. Nesses dois últimos casos a deformação não é recuperável, constituindo deformação permanente.
- Quando as células já estão colapsadas, paredes celulares opostas começam a interagir mecanicamente entre si, e uma deformação além desse ponto leva à

compressão do próprio material sólido, produzindo a região final de densificação, caracterizada pelo rápido aumento da tensão.

No caso de materiais de células fechadas, o fluído aprisionado no interior das células possui um papel importante e complexo no mecanismo de deformação, uma vez que a deformação leva ao surgimento de pressão de fluído dentro das células. No caso de células abertas o fluxo de fluido só é importante para altas viscosidades de fluído, ou velocidades de deformação extremamente altas.

Macroscopicamente, o mecanismo de deformação mais aceito, que caracteriza a evolução da estrutura durante a fase plástica de compressão, é mecanismo de bandas de deformação, conforme observado em experimentos de caracterização de materiais comprimidos de células fechadas (MCDONALD et al., 2006) (MAIRE, 2002) (MUKHERJEE et al., 2008) (BLAZY, 2003) e de células abertas (KRISHNA et al., 2007). Nesse processo, observa-se que, durante a fase plástica, o material celular se deforma em bandas, aproximadamente perpendiculares ao eixo de aplicação da carga. O início da formação de uma banda de deformação se dá em algum local do material em que haja uma menor resistência ou uma maior concentração de tensões, normalmente representado por uma célula de maiores dimensões, que leva a uma região de menor densidade local do material celular e, portanto, menor resistência mecânica. No caso de materiais de células abertas, o início da deformação pode se dar em regiões em que haja barras adjacentes de reduzida resistência mecânica na direção normal ao plano de carga. Sob essas condições, inicia-se o colapso de uma célula, e as células adjacentes, que passam a ter que suportar maiores solicitações, também entram em colapso, numa reação em cadeia. Também se observa que o processo de deformação em bandas tende a ser sequencial, ou seja (havendo volume suficiente de material celular), enquanto uma ou mais bandas de deformação estão entrando em colapso, ainda existem regiões perpendiculares ao eixo de carga em que o material se encontra na fase elástica. Isso mostra que durante a deformação o material tende a priorizar o completo colapso de uma camada de células antes do início do colapso de outra. Outros estudos mostram que dependendo do tipo de material celular, pode ocorrer uma propagação da deformação de maneira mais gradual (MARKAKI e CLYNE, 2001).

De fato, o mecanismo de bandas possui direta relação com a natureza não-homogênea da maioria dos materiais celulares, os quais possuem uma distribuição essencialmente aleatória e não periódica de sua arquitetura interna (MCDONALD et al, 2006), e devido a isso, uma tensão

não-uniforme está sempre presente numa seção transversal do material. Dessa forma, foi observado que materiais com menor homogeneidade apresentam menor resistência mecânica em relação a materiais equivalentes com maior homogeneidade (GRADINGER e RAMMERSTORFER, 1999).

Um efeito similar pode ser esperado no caso em que um material celular possua um gradiente de densidades, com o material de deformando inicialmente nas regiões de baixa densidade e em seguida, após seu colapso, nas regiões de maior densidade (CARCEL e GONZALEZ, 2008).

Em um nível de análise mais microscópico, vários estudos têm observado a influência da microestrutura do material metálico sobre os mecanismos de deformação. De maneira geral, dependendo da ductilidade do material a deformação pode se dar de maneira mais dúctil (tal como dobramento, flexão e sanfonamento de paredes), ou mais frágil, com nucleação e propagação de trincas. Amsterdam (2005) observou dois tipos distintos de fratura nas paredes metálicas: fratura transgranular, mais dúctil, e fratura intergranular, mais frágil, concluindo que a presença de elementos como precipitados contribui para a fratura intergranular. Diferentes estudos observaram que alguns materiais metálicos celulares possuem sua ductilidade e resistência mecânica prejudicados pela presença de fases fragilizantes, tais como precipitados, eutéticos, partículas frágeis, camadas de óxido e outras impurezas (MARKAKI e CLYNE, 2001), (CAMPANA e PILONE, 2008) onde podem se iniciar trincas (ONCK et al., 2005). No caso de materiais produzidos por processo de espumagem, por exemplo, isso pode ser em parte causado por restos de partículas adicionadas ao metal para controle do processo de espumagem. E no caso de metalurgia do pó, pela presença de óxido nas superfícies das partículas do pó metálico. Os casos em que esse efeito é causado pela presença de eutéticos e precipitados da própria liga, podem ser controlados mediante a aplicação de tratamentos térmicos aos materiais celulares, a fim de proporcionar propriedades mecânicas mais adequadas. Campana e Pilone (2009) observaram em esponjas metálicas de liga AA7075, que apresentavam uma tensão de deformação plástica instável devido a comportamento mecânico frágil, que o tratamento térmico de recozimento proporcionava a esses materiais uma redução na resistência mecânica (pela redução da tensão máxima de compressão) aliada a um aumento no comportamento dúctil sob deformação, proporcionando uma curva tensão-deformação com menores oscilações, e portanto uma melhor eficiência de absorção de energia. Nesse caso, o efeito da maior ductilidade ocorreu devido à formação de partículas de precipitados maiores porém mais espaçadas entre si.

2.3.5 Influência da densidade

Dentre as propriedades físicas de um material celular, aquela que é mais importante e relacionada com suas propriedades mecânicas é a sua densidade (GIBSON e ASHBY, 1997). No estudo dos materiais celulares, geralmente ela é expressa na forma de densidade relativa (em relação ao material sólido que constitui suas paredes). A densidade relativa do material celular exerce influência dobre os mecanismos de deformação: Um aumento na densidade relativa aumenta o módulo de Young, eleva a tensão de platô, e reduz o valor de deformação em que se inicia a densificação. Com baixas densidades relativas, os materiais celulares de células abertas se deformam principalmente por flexão de paredes celulares na etapa inicial. Conforme a densidade relativa aumenta, a contribuição da compressão ou extensão das paredes se torna mais importante (GIBSON e ASHBY, 1997). Em diversos estudos foi observada a influência da densidade sobre as propriedades mecânicas, especialmente a tensão de platô (SILVA, 2008).

Hakamada at al. (2008) observou que a relação entre a tensão de limite elástico e a densidade relativa de um material celular, pode ser diferente dependendo da densidade do material, devido a diferenças no mecanismo de deformação, sendo que materiais de baixa densidade se deformam predominantemente por flexão e sanfonamento de paredes metálicas, enquanto materiais de alta densidade relativa se deformam predominantemente por escoamento.

2.3.6 Diferenças entre comportamento estático e dinâmico em compressão

Um parâmetro de bastante importância que determina as características da absorção de energia sob compressão de um material celular é a velocidade de deformação (*strain rate*). Um material celular pode sofrer ou não variações significativas na sua curva tensão x deformação conforme a velocidade de deformação, registrando maiores valores de tensão de platô mos ensaios dinâmicos, se comparados aos semi-estáticos.

Os mecanismos que conferem a dependência desse parâmetro no comportamento mecânico de um material celular são principalmente efeitos relacionados à microinércia das paredes celulares, à compressão de fluido no interior das células, e à dependência da velocidade de deformação do material metálico. Para velocidades mais altas de impacto, passa a ser considerada também a propagação de ondas de choque.

De um modo geral, os materiais de células abertas apresentam uma sensibilidade muito baixa ao aumento da velocidade de deformação, com a curva tensão-deformação sofrendo alterações mais importantes no caso de materiais de células fechadas, uma vez que os gases contidos nas células são comprimidos e circulam de maneira turbulenta entre defeitos das paredes (MOTZ, PIPPAN e KRISZT, 2002).

Especificamente para os materiais celulares, a influência da velocidade de deformação é mais acentuada no caso de espumas metálicas com células fechadas (ASHBY et al., 2000), devido aos gases aprisionados. Mas mesmo no caso das esponjas metálicas, pode haver alguma variação, refletindo principalmente a sensibilidade da liga metálica à taxa de deformação, e a inércia das paredes da estrutura.

2.3.8 Ensaios para metais celulares

De um modo geral a determinação das propriedades mecânicas dos metais celulares é realizada por ensaio de compressão semi-estático. A análise por compressão semi-estática constitui a etapa de caracterização mais importante deste trabalho.

Ainda não há uma metodologia padronizada para o ensaio de compressão de materiais metálicos celulares, embora proposições nesse sentido já tenham sido feitas (KRUPP et al., 2008).

Em geral é utilizado para ensaios de compressão semi-estáticos, corpos de prova cilíndricos ou em forma de paralelepípedo.

Ensaios de compressão dinâmica, ou de impacto, são importantes não apenas para se avaliar o comportamento de um material quando solicitado dinamicamente, como também permitem, por comparação ao ensaio semi-estático, avaliar a influência da velocidade ou taxa de deformação (*strain-rate*), sobre o comportamento mecânico desse material. Existem várias classes de ensaios dinâmicos, abrangindo desde impactos em baixa velocidade até impactos balísticos (ASM, 1992b).

15

Algumas classes comuns de velocidades de compressão são: semi-estáticas, da ordem de cerca de (0,1/s) (fração relativa à altura do corpo de prova), obtidas em ensaios com atuadores mecânicos ou hidráulicos, impactos de baixa velocidade, obtidos com aceleração gravitacional (*drop-test*), e impactos de alta velocidade, obtidos com o uso de dispositivos como a SHPB (*split-hopkinson pressure bar*).

2.3.8 Modelamento de propriedades de materiais celulares

Muito embora na maioria dos materiais celulares a arquitetura possua uma estrutura aleatória, diversos modelos têm sido elaborados para se tentar descrever a deformação dos materiais celulares. Um dos modelos mais simples e conhecidos é o modelo de Gibson e Ashby (1997). Esse modelo propõe uma estrutura tridimensional cúbica simples, como mostrada na Fig. 2.2. Como pode ser observado na mesma figura, as células são empilhadas de maneira que as barras perpendiculares de uma célula se originam no meio das barras das células adjacentes. A célula cúbica é construída por barras que podem ser ou paralelas ou perpendiculares à direção da aplicação da força.



Figura 2.2: Modelo de célula unitária (a)aberta e (b) fechada, segundo o modelo de Gibson-Ashby (Adaptado de GIBSON e ASHBY, 1997).

Baseado no modelo cúbico, Gibson e Ashby (1997) propuseram um modelamento no qual diferentes propriedades mecânicas sob compressão dos materiais celulares são expressos como função da densidade relativa do material celular, e de coeficientes de ajuste empíricos.

Dessa forma, na região elástica, o módulo de Young pode ser calculado de acordo com a equação 2.1:

$$\frac{E_f}{E_s} = C_E \left(\frac{\rho_f}{\rho_s}\right)^2 \tag{2.1}$$

onde $\rho_f e \rho_s$ são respectivamente as densidades da esponja metálica e do material sólido que a constitui; $E_f e E_s$ são respectivamente os módulos de Young da esponja metálica e do material sólido que a constitui; C_E é uma constante relativa à geometria das células igual a aproximadamente 1.

O modelamento no caso dos materiais de células fechadas é mais complexo, tendo que considerar a tensão não apenas nas barras que representam as arestas das células, como também a tensão nas paredes intra-celulares. As arestas das células são equivalentes às barras dos materiais de células abertas, enquanto as paredes são consideradas como membranas, de menor espessura. Dessa forma, a equação fica conforme 2.2:

$$\frac{E_f}{E_s} = C_E \phi^2 \left(\frac{\rho_f}{\rho_s}\right)^2 + C_E' (1-\phi) \frac{\rho_f}{\rho_s}$$
(2.2)

onde C_E e C_E ' são constantes de proporcionalidade, e ϕ é a fração de material sólido da estrutura que é representado pelas barras da estrutura, ficando o restante de material $(1-\phi)$ destinado às paredes. Se a pressão do fluido no interior das células tiver que ser considerada, seu respectivo componente deverá ser adicionado a essa equação (GIBSON E ASHBY, 1997)

Na fase de deformação plástica, a tensão de platô pode ser calculada de acordo com a equação 2.3:

$$\frac{\sigma_{pl}}{\sigma_e} = C_y \left(\frac{\rho_f}{\rho_s}\right)^{\frac{3}{2}}$$
(2.3)

onde $\rho_f e \rho_s$ são respectivamente as densidades da esponja metálica e do material sólido que a constitui; $\sigma_{pl} e \sigma_e$ são respectivamente as tensões de platô do material celular, e tensão de limite elástico do material sólido; C_Y é uma constante relativa à geometria das células igual a aproximadamente 0,3.

No caso de células fechadas, não se levando em conta a pressão de fluido, considera-se a equação 2.4:

$$\frac{\sigma_{pl}}{\sigma_e} = C_y \left(\phi \frac{\rho_f}{\rho_s}\right)^{\frac{3}{2}} + C_y' (1-\phi) \left(\frac{\rho_f}{\rho_s}\right)$$
(2.4)

onde C_Y e C_Y ' são constantes relativa à geometria das células, iguais a aproximadamente 0,3 e 0,4 respectivamente.

E o final do platô de deformação plástica é determinado pela deformação de densificação, que pode ser estimada de acordo com a equação 2.5:

$$\varepsilon_D = 1 - C\alpha_1 \left(\frac{\rho_f}{\rho_s}\right) \tag{2.5}$$

onde ε_D é a deformação de densificação, e α_1 é uma constante de proporcionalidade igual a aproximadamente 1,5 (ASHBY et al. 2000).

O modelo de Gibson e Ashby é um dos modelos mais aceitos para a estimativa do comportamento mecânico de materiais celulares, e possui aplicação bastante simples, facilitada por necessitar principalmente da densidade relativa do material. Contudo, por isso mesmo, alguns estudos consideram que esse modelamento oferece uma aproximação insuficiente em determinados casos, principalmente devido ao fato de ele supor uma estrutura regular e homogênea, enquanto materiais celulares reais geralmente possuem uma estrutura aleatória com um grau maior ou menor de não-homogeneidades, além de imperfeições ou defeitos.

Dentre outros modelos adotados na literatura, existem modelos que se desenvolveram paralelamente ao modelo de Gibson e Ashby, e outros que surgiram como uma tentativa de constituir uma melhoria em relação a este. Alguns podem ser mencionados:

 Modelo de estrutura regular hexagonal: Estruturas bidimensionais do tipo colméia (*honeycomb*), que constituem um arranjo de células hexagonais, apresentam modelamento relativamente simples e são tradicionalmente usadas para entender o comportamento mecânico de estruturas celulares reais. Essa estrutura apresenta a vantagem de possuir a flexão e o dobramento de paredes como seus principais mecanismos de deformação, de maneira similar ao material celular tridimensional (ONCK, 2001). Uma evolução desse modelamento consiste em inserir perturbações estocásticas na estrutura hexagonal, e dessa forma obter uma estrutura não-
homogênea, mais próxima de um material celular real (TEKOGLU e ONCK 2005). Diferentes tipos de perturbações podem ser aplicadas a uma estrutura hexagonal com esse intuito (ASHBY et al., 1997)



Figura 2.3: Exemplo de modelo de estrutura hexagonal com perturbações (Adaptado de TEKOGLU e ONCK, 2005)

 Modelo tetraédrico (WARREN, KRAYNIK apud SAN MARCHI e MORTENSEN, 2001): Esse modelo considera um arranjo tetraédrico de barras como a unidade básica de uma estrutura de células abertas. Essa geometria pode ser entendida como a que se aproxima do empacotamento de esferas de dimensões iguais. Para uma simplicidade de tratamento analítico, Mortensen (2001), considerou os elementos tetraédricos empilhados periodicamente, formando uma estrutura hexagonal, sujeita a carga axial, de forma que cada uma das três barras inclinadas suportam 1/3 da carga axial.



Figura 2.4: Célula unitária do modelo tetraédrico, com empilhamento hexagonal. (adaptado de SAN MARCHI e MORTENSEN, 2001)

 Modelo de células tetradecaédricas (ASHBY et al., 1997; KWON et al, 2003). Considerando que em alguns processos de fabricação de materiais celulares a arquitetura é influenciada pelo princípio da mínima energia de superfície, o tetradecaedro é considerado o poliedro que atende a esse requisito, tendo sido utilizado por Kelvin em 1887 para modelar a formação de bolhas em uma espuma. Borovinsek e Ren (2008) utilizaram uma estrutura regular de células tetradecaédricas como referência a partir da qual foi gerada uma estrutura irregular por meio da tesselação de Voronoi. Esse método apresenta a vantagem de permitir um controle do teor de irregularidades na estrutura.



Figura 2.5: Célula unitária tetradecaédrica (adaptado de KWON et al., 2003)

- Modelo de estruturas 2D de Voronoi: Mangipudi et al. (2008) utilizaram estruturas aleatórias de Voronoi de duas dimensões para descrever a estrutura de materiais celulares de células abertas, utilizando células 7x7 com faixa estreita de distribuição de tamanhos de células.
- Modelo de elementos finitos: Modelos de elementos finitos podem ser construídos tanto a partir de algum modelo teórico, como por exemplo o modelo de estrutura tetradecaédrica (KWON et al., 2003). Análises de elementos finitos também podem ser desenvolvidas a partir da arquitetura real tridimensional de um material celular, obtida através de processos como microtomografia (MCDONALD et al, 2006) (MAIRE, 2002). Nesse caso, o processo deixa de ser um modelamento completamente teórico, passando a depender de uma etapa anterior de caracterização.

2.3.9 Materiais celulares preenchidos e espumas sintáticas

Duas linhas de desenvolvimento que derivam dos materiais celulares, são os materiais celulares preenchidos, e as espumas sintáticas

Na literatura, diferentes estudos abordam o preenchimento dos vazios dos materiais celulares com algum material, com o objetivo de obter diferentes propriedades, principalmente mecânicas.

Vesenjak et al. (2009) observaram que o uso de um material de preenchimento resulta em mudanças significativas no comportamento mecânico, oferecendo um elemento adicional para a dissipação de energia durante o processo de deformação. Foi observado que com o uso de um material celular de matriz metálica com um material de preenchimento (no caso elastomérico), com rigidez inferior à do material matriz, obteve-se uma maior capacidade de absorção de energia, sem um grande aumento na rigidez macroscópica. A tensão de platô sofreu pouca alteração com a adição do preenchimento, mas para baixos valores de deformação foi observado um aumento nos valores de tensão. Esse aumento foi atribuído à atuação do material de preenchimento como um elemento de estabilização lateral das paredes celulares, que também dificultou o mecanismo de deformação em camadas. No caso de matriz de material polimérico, o material de preenchimento melhorou a característica tensão-deformação do material frágil, que era irregular e instável, tornando a curva mais suave e estável.

Kwon (2003) também constatou que o material de preenchimento exerce influência sobre o mecanismo de falha estrutura celular, à medida que este dificulta o sanfonamento (*buckling*) das estruturas celulares.

Garsot et al (2008) analisaram o comportamento sob compressão de compósitos que consistiam em esponjas de alumínio preenchidas com diferentes polímeros, e observou que módulos de elasticidade e tensão de limite elástico podiam ser expressos a partir de equacionamentos simples baseados nas relações de densidades de seus componentes e coeficientes de ajuste empíricos, de maneira semelhante aos modelos de Gibson e Ashby (1997) para materiais celulares.

Espumas sintáticas de baixo peso com matriz metálica podem ser fabricadas por diferentes técnicas como metalurgia do pó ou técnicas de infiltração. Em geral elas apresentam maior resistência mecânica e melhores características de absorção de energia se comparadas aos materiais celulares tradicionais. Uma espuma sintática também pode ser considerada como uma espécie de material compósito.

Zhang et al. (2009) desenvolveram uma espuma sintática com matriz de liga de Alumínio e com partículas ocas de um subproduto da queima de carvão (*fly ash*), analisaram sua deformação

sob compressão e observaram que, embora o formato da curva tensão-deformação fosse semelhante ao caso dos materiais celulares, a fase plástica poderia ser subdividida em duas etapas, conforme o mecanismo de deformação: primeiro uma região de colapso disperso do reforço, na qual a curva tensão-deformação era decrescente, e em seguida, na região de platô, o mecanismo de deformação evoluía para a ocorrência do mecanismo de bandas de densificação.



Figura 2.6: Curva típica de tensão versus deformação de uma espuma sintática, e classificação em diferentes regiões: (I) regime linear elástico; (II) regime plástico (II₁ colapso disperso de partículas; II₂ bandas de densificação); (III) regime final de densificação. (adaptado de ZHANG et al. 2009)

2.4 Propriedades térmicas dos materiais celulares e compósitos

Além das propriedades mecânicas, as propriedades térmicas também são um dos importantes diferenciais dos materiais celulares em relação aos materiais convencionais. De fato, no caso de materiais celulares não-metálicos, o isolamento térmico constitui uma de suas principais aplicações, sobretudo nos casos de materiais de células fechadas (espumas). Em todos os casos, mesmo metálicos, são vários os fatores que limitam o fluxo de calor em materiais celulares: a baixa fração volumétrica da matriz, a baixa condutividade térmica do gás contido nas células, e o tamanho relativamente pequeno das células ou porosidades, o que atenua efeitos de condução térmica por radiação ou convecção.

No caso de materiais compósitos, suas propriedades térmicas são resultado da combinação das propriedades térmicas do material da matriz e o material de reforço, e dependem também da

geometria e distribuição do material de reforço ao longo do volume da matriz, e do contato entre as partículas.

Assim como para as propriedades mecânicas, a densidade relativa também é um parâmetrochave para o modelamento térmico dos materiais celulares. No caso dos materiais compósitos, o parâmetro de igual importância e significado análogo, é a fração volumétrica do material de reforço. Ambos são parâmetros que expressam a fração volumétrica dos diferentes componentes do material.

As principais propriedades térmicas que caracterizam um sólido são sua condutividade térmica e sua difusividade térmica (ASHBY, 2000).

A condutividade térmica de um material heterogêneo pode ser modelada pelos seguintes modelos, enumerados a seguir:

A) Modelo de Russell

O modelo de Russell, concebido originalmente para materiais porosos (RUSSELL, 1935), também é aplicado para o modelamento de compósitos (KUMLUTAS, 2003). Esse modelo simula uma rede série-paralelo, e calcula a condutividade térmica de cubos isolados de mesmo tamanho distribuídos em um meio homogêneo:

$$\lambda = \lambda_{m} \left[\frac{\phi^{2/3} + \frac{\lambda_{m}}{\lambda_{f}} (1 - \phi^{2/3})}{\phi^{2/3} - \phi + \frac{\lambda_{m}}{\lambda_{f}} (1 + \phi - \phi^{2/3})} \right]$$
(2.6)

onde: λ_m é a condutividade térmica da liga metálica, λ_f é a condutividade térmica do material de reforço, e ϕ é a fração volumétrica de reforço. No caso de materiais celulares, ϕ corresponde à fração volumétrica de vazios, e λ_f é a condutividade térmica do gás contido em seu interior.

B) Modelo de Maxwell

O modelo de Maxwell, é outro modelo utilizado para o cálculo da condutividade térmica de materiais heterogêneos vem da teoria de Potencial (*Potential Theory*) (MAXWELL, 1954), e calcula a condutividade térmica de esferas independentes distribuídas aleatoriamente em um meio homogêneo:

$$\lambda = \lambda_m \left[\frac{\lambda_f + 2\lambda_m + 2\phi(\lambda_f - \lambda_m)}{\lambda_f + 2\lambda_m - \phi(\lambda_f - \lambda_m)} \right]$$
(2.7)

onde: λ_m é a condutividade térmica da liga metálica, λ_f é a condutividade térmica do material de reforço, e ϕ é a fração volumétrica de reforço. No caso de materiais celulares, ϕ corresponde à fração volumétrica de vazios, e λ_f é a condutividade térmica do gás contido em seu interior. Contudo, o modelo de Maxwell assume que a distância entre as esferas seja grande em relação ao seu raio, o que sugere que o modelo seja mais adequado a frações pequenas de vazios ou reforços no material.

C) Modelo de Gibson e Ashby

O modelo de Gibson e Ashby é um modelo parcialmente empírico, que estima a condutividade térmica aparente de um material celular (GIBSON e ASHBY, 1997). É evidente que um material celular, sobretudo metálico, possui uma condutividade térmica significativamente inferior à do respectivo material maciço (*bulk*). O modelo considera quatro componentes como contribuintes à condutividade térmica de um material celular: além da condutividade térmica das paredes metálicas, também a condutividade térmica do gás contido nas células, e a contribuição dos efeitos de radiação e convecção no interior do material, portanto:

$$\lambda = \lambda_S + \lambda_G + \lambda_c + \lambda_r \tag{2.8}$$

onde, S, G, c e r, se referem respectivamente à matriz metálica, ao conteúdo das células, à convecção e à radiação internas. Poderia ainda ser considerada a eventual camada de óxido na superfície das paredes metálicas. Na prática, na maioria dos casos as componentes de convecção e radiação são muito pequenas em relação às demais, de forma que considerar apenas os dois primeiros termos é uma aproximação suficiente.

Dessa forma, a condutividade pode ser expressa por:

$$\lambda = \lambda_S + \lambda_G = \lambda_m \left(\frac{\rho}{\rho_S}\right)^q + \lambda_f \left[1 - \left(\frac{\rho}{\rho_S}\right)\right]$$
(2.9)

onde: λ_m é a condutividade térmica do metal, λ_f é a condutividade térmica do gás que preenche os vazios, (ρ/ρ_s) é a densidade relativa do material celular, e q é um coeficiente empírico de eficiência, com valor entre 1,65 e 2,0 (ASHBY et al., 2000) (SIMANCIK e

KOVACIK, 2002). No entanto, no caso de materiais celulares metálicos, apenas o primeiro termo é importante, já que sua ordem de grandeza é muito superior à dos demais componentes.

2.5 Tecnologia de semi-sólidos

2.5.1 Conceitos gerais

A tecnologia de metalurgia de semi-sólidos (SSM) está baseada na possibilidade de produção de pastas com características tixotrópicas a partir de uma liga metálica no estado líquido ou sólido. Esta pasta pode ser conformada por diferentes técnicas, denominadas genericamente de tixoconformação. Os processos de tixoconformação envolvem desde a fundição e injeção (no caso de pastas com alta fração líquida), até processos de conformação mecânica (no caso de pastas com baixa fração líquida) como forjamento (FLEMINGS, 1976), extrusão (KIM, 2007), e estampagem (PIRES, 2004).

A pasta tixotrópica é caracterizada por uma mistura de partículas sólidas globulares interconectadas entre si e envolvidas em um meio líquido. A pasta tixotrópica se caracteriza, em termos de propriedades de escoamento, como um fluido não-Newtoniano, apresentando elevada viscosidade em repouso ou mesmo quando submetidas a reduzidas pressões (FLEMINGS, 1976), enquanto que se submetidas a altas pressões, a sua fluidez pode ser comparável à de líquidos viscosos; isto é, para estas pastas a viscosidade depende da taxa de cisalhamento e da taxa de resfriamento a que são submetidas.

Importantes implicações práticas são advindas do comportamento reológico de pastas tixotrópicas, tornando-as competitivas com líquidos em processos de fundição ou com sólidos em processos de conformação. Estas vantagens podem ser destacadas:

Maior eficiência energética: são empregadas menores temperaturas para a conformação, significando menor custo energético e maior produtividade pelo menor tempo de solidificação. No entanto, o tixoforjamento requer maiores temperaturas de processamento quando comparado com o forjamento convencional; o aumento de requisito energético neste caso é compensado pela redução de tensões requeridas (KOPP, 2002).

- Diminuição do custo de ferramental: menor temperatura de trabalho significa maior vida útil das ferramentas e possibilidade de utilização de moldes alternativos, na tixofundição (SILVA, 2004);
- Melhoria na qualidade do processo: produtos com geometria complexa, de paredes mais finas, e menor número de etapas de conformação (*near net shape*) são típicos de processos de tixoconformação: podem ser obtidas uma precisão dimensional e propriedades mecânicas superiores aos produtos obtidos pela fundição convencional (ATKINSON, 2004).
- Melhoria na qualidade do produto: pastas tixotrópicas apresentam fluxo laminar de escoamento, o que permite o preenchimento de moldes sem turbulência resultando produtos livres de inclusões, com maior estanqueidade (ATKINSON, 2004; FLEMINGS, 1976). Os produtos não apresentam trincas de contração sendo livres de rechupes e com menor grau de micro e macro-segregação são obtidos na tixofundição (KOPP, 2002).
- Fabricação de compósitos: a incorporação de materiais não-metálicos é facilitada em pastas tixotrópicas quando comparada com a adição de partículas a metais líquidos, devido à alta viscosidade da pasta em repouso (CRISTOFOLINI, 1997; FLEMINGS, 2000).

A ampla utilização comercial da tecnologia de semi-sólidos ainda encontra limitações, devido à escassez de fornecedores, tecnologia ainda em desenvolvimento e para algumas modalidades de processamento ainda não totalmente dominadas, necessidade de melhor treinamento para o uso das técnicas e equipamentos. Outro fator limitante é a dificuldade de controle da faixa de temperaturas do estado semi-sólido para garantir fração líquida e viscosidade corretas, principalmente no caso de ligas com intervalos estreitos de temperaturas de solidificação (ATKINSON, 2004).

2.5.2 Produção de pastas tixotrópicas

Para a produção de pastas tixotrópicas a partir de ligas no estado sólido são usados tratamentos térmicos conhecidos como Fusão Parcial Controlada (FPC), processo o qual é utilizado neste trabalho. O processo consiste em aquecer o material a partir do estado sólido até

temperaturas superiores à $T_{solidus}$ e mantê-lo nesta temperatura por um determinado tempo para a promoção de modificações estruturais que resultem na estrutura globular requerida (ROBERT, 1993).

Os mecanismos de evolução estrutural envolvidos na transformação envolvem difusão de massa movida pela necessidade de redução de energias de superfície. Este fenômeno, termodinamicamente espontâneo, pode ocorrer com elevada energia cinética tendo em vista as altas temperaturas empregadas para a obtenção de pastas tixotrópicas.

Com relação aos parâmetros como tamanho de grão inicial, temperatura e tempo de tratamento térmico, resultados mostraram que estruturas globulares grosseiras e de morfologias irregulares são produzidas a partir de matéria prima com estrutura de grãos grosseiros, enquanto microestruturas inicialmente refinadas produzem pastas com a fase sólida mais refinada e com morfologia mais globular (ZOQUI, 2003; MELO, 2000).

A produção de pastas tixotrópicas por tratamentos térmicos para promoção de fusão parcial e globularização da fase primária apresenta a vantagem de dispensar a necessidade de agitação de líquidos, o que é particularmente importante no caso de ligas de alto ponto de fusão. Estes processos viabilizam, portanto, a utilização da tecnologia de semi-sólidos para esta classe de ligas (ROBERT, 1993).

2.5.3 Conceitos básicos sobre tixohabilidade

A tixohabilidade de uma determinada liga metálica pode ser definida como a sua habilidade de sustentar o estado pastoso tixotrópico durante o processamento. A tixohabilidade é definida por alguns fatores (ATKINSON, 2000):

- O intervalo de solidificação: o intervalo entre as temperaturas T_{liquidus} e T_{solidus} deve ser suficiente para possibilitar o controle da relação entre fração líquida e sólida na pasta durante todo o processamento. Assim, amplos intervalos de solidificação favorecem a tixohabilidade do material.
- Sensibilidade da fração líquida com a temperatura (dFl / dT) no interior da zona pastosa: deve ser reduzida; altos valores resultam em significativo aumento da fração líquida com uma pequena variação de temperatura, o que dificulta o controle do processamento da pasta.

 Fração líquida formada pela fusão da fase eutética: a formação de grande quantidade de líquido pela fusão da fase eutética pode significar dificuldade de controle do processo, pois aumentos subseqüentes de temperatura podem levar à presença de excessiva quantidade de líquido na pasta. Valores de fração líquida da ordem de 0,3 a 0,5 na temperatura eutética, têm se mostrado ideais (ATKINSON, 2000).

Segundo estudos recentes os seguintes parâmetros podem influenciar a tixohabilidade de uma liga metálica:

- Taxa de aquecimento ou resfriamento a que a liga é submetida até o estado semisólido: de modo geral altas taxas de aquecimento ou resfriamento diminuem a T_{solidus} e aumentam a T_{liquidus}, aumentado o intervalo de solidificação e, portanto, a faixa de trabalho no estado semi-sólido, isto é, aumentando a tixohabilidade (CRISTOFOLINI, 2009);
- Tipo e teor de elementos de liga: ligas com baixa tixohabilidade podem ser modificadas com a adição de elementos de liga que podem aumentar o intervalo de solidificação, fração de eutéticos, temperatura eutética, etc.

A avaliação da tixohabilidade de ligas metálicas é feita a partir de análises de transformações de fases que ocorrem no material no seu aquecimento ou resfriamento, por meio de curvas de resfriamento simples, análise térmica diferencial ou ainda através de simulação utilizando softwares apropriados de simulações termodinâmicas. A partir dos dados obtidos, é possível a determinação de temperaturas de transformações, como $T_{solidus}$ e $T_{liquidus}$, bem como a construção de curvas de variação da fração líquida em função da temperatura.

O estudo da tixohabilidade de ligas metálicas tem sido aprimorado através dos anos, com a caracterização da tixohabilidade de vários tipos de ligas de alumínio (ATKINSON, 2000, 2005). Mais recentemente, o estudo de tixohabilidade tem se mostrado útil também na avaliação da potencialidade de utilização da tecnologia de semi-sólidos para ligas de mais alto ponto de fusão, como ligas ferrosas (CRISTOFOLINI, 2009).

Conhecidas as características de tixohabilidade da liga é possível determinar a temperatura de trabalho para a obtenção da requerida fração líquida para o processamento no estado semi-sólido desejado. Portanto, a determinação prévia da tixohabilidade de uma liga é

fundamental para análise da potencialidade deste material ao processamento no estado semisólido e para o sucesso da operação de tixoconformação.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

MATERIAIS

3.1 Liga utilizada

3.1.1 Considerações gerais

Foi utilizada no trabalho a liga de Al comercial AA7075 (designação da Aluminum Association), da série 7000, cujos principais elementos de liga são Zn e Mg. Em particular a liga AA7075 apresenta adições de Cu para aumento da resistência à trincas de corrosão sob tensão.

Os seguintes fatores justificam a escolha da liga AA7075:

- É uma liga de ampla utilização comercial para produtos trabalhados, sendo, portanto, facilmente disponível no mercado;
- Apresenta amplo intervalo de solidificação. Essa característica, em princípio, permite adequado controle dos parâmetros operacionais em processamento no estado semi-sólido;
- Apresenta boa resposta a tratamentos térmicos de envelhecimento, o que pode significar possibilidade de melhoria de propriedades no produto.

A liga AA 7075 é uma liga de elevadas dureza e resistência mecânica, empregada para fabricação de produtos trabalhados, como extrudados, forjados, laminados. As suas principais aplicações industriais estão relacionadas à confecção de partes estruturais de aeronaves e moldes para injeção de termoplásticos.

O material foi adquirido no mercado na forma de chapas laminadas, na condição T6 (tratadas termicamente para solubilização, resfriamento rápido e envelhecimento). As chapas foram cortadas na forma de barras de seção quadrada com aproximadamente 57 mm de lado e 500 mm de comprimento.

A Tabela 3.1 apresenta algumas características gerais dessa liga metálica, no estado em que foi fornecida.

Módulo de Young (GPa) (condição T6)	71,70	
Limite de resistência em tração (σ_{max})(MPa)	572	
Limite elastico em tração (σ _e)(MPa)	503	
Alongamento em tração (ε)	11% (24°C)	
Dureza Brinell (cond. T6)	150,0 (500g, 10mm)	
Densidade (g/cm ³)	2,81	
Intervalo de solidificação aproximado (°C)	477-635°C	
Condutividade térmica a 25°C (W/mK)	130,0 (T6)	
Calor específico (J/g°C)	0,96	
Coeficiente de expansão térmica (µm/m-°C) (20-100°C)	23,60	
Fonte: Matweb (2011)		

Tabela 3.1: Características físicas da liga de Al AA7075-T6

3.1.2 Composição química

A composição química da liga empregada foi analisada pelas técnicas de fluorescência de Raios X e por espectrometria. Para a análise de fluorescência de Raios X foi utilizado equipamento Rigaku RIX 3100, com máscara circular de 10 mm de diâmetro. A análise por espectrometria foi realizada em espectrômetro de emissão óptica em atmosfera inerte, modelo Bill-OES, da Anacom Scientific. No caso da espectrometria, a concentração de alguns elementos como o Zn e o Mg foi limitada pela biblioteca de parâmetros do equipamento, que não abrangia as concentrações de alguns dos elementos de liga.

Ambos os ensaios foram realizados com três repetições para cada técnica empregada; os valores médios obtidos são apresentados na Tabela 3.2.

Elemento	% peso	% peso
	(fluorescência)	(espectrometria)
Al	90,79	88,917
Zn	5,12	> 6,55
Mg	2,19	> 2,49
Cu	1,50	1,640
Cr	0,22	0,203
Si	0,07	0,073
Fe	0,07	0,064
Ti	0,02	0,029
Pb	-	0,018
Mn	0,01	0,012
Ni	0,01	0,007
Sn	-	0,006

Tabela 3.2: Composição da liga AA7075 utilizada, obtida por análise de fluorescência de raios X (análise semi-quantitativa) e por espectrometria (valores médios).

3.1.3 Diagramas de fases Al-Zn, Al-Mg e Al-Zn-Mg

As Figuras 3.1 e 3.2 apresentam os diagramas de fase, em condições de equilíbrio, para os sistemas binários Al-Zn e Al-Mg, respectivamente (ASM, 1992a). Neles é possível observar que, para as concentrações de Zn ou Mg na liga utilizada (indicadas pelas linhas tracejadas em vermelho) a solidificação ocorre com a formação exclusivamente da fase α (solução sólida de Al contendo baixos teores do elemento de liga), em ambos os sistemas. O intervalo de solidificação é da ordem de 10°C no sistema Al-Zn e de cerca de 40°C no sistema Al-Mg.

No caso do sistema Al-Zn, a solução sólida α (Al) se mantém estável até cerca de 120°C, quando a solubilidade reduzida do Zn na estrutura CFC leva à sua precipitação como solução sólida contendo teores ínfimos de Al. À temperatura ambiente, portanto, a estrutura bruta de solidificação deve se constituir de fase a com precipitados quase puros de Zn.



Figura 3.1: (a) Diagrama de fases do sistema binário Al-Zn; (b) Ampliação do mesmo diagrama, na região correspondente à concentração de Zn utilizada (adaptado de ASM, 1992a).

Quanto ao sistema Al-Mg, a fase α formada na solidificação também se apresenta estável até a temperaturas da ordem de 180°C, quando o limite de solubilidade do Mg na estrutura CFC é atingida, levando à precipitação do intermetálico Al₃Mg₂.



Figura 3.2: (a) Diagrama de fases do sistema binário Al-Mg; (b) Ampliação do mesmo diagrama, na região correspondente à concentração de Mg utilizada (adaptado de ASM, 1992a).

Para uma análise mais precisa, é necessária a avaliação do sistema ternário Al-Zn-Mg, dadas as significativas concentrações de Zn e Mg na liga. As Figuras 3.3 e 3.4 apresentam diagramas do sistema ternário Al-Zn-Mg, sob diferentes configurações: projeções das superfícies *solidus*, *liquidus* e *solvus* e projeções para duas distintas temperaturas inferiores à $T_{solidus}$.

Segundo Hatch (1993), as ligas comerciais de composição ternária Al-Zn-Mg em geral, apresentam as seguintes fases em equilíbrio:

- Fase M: Designada MgZn₂, e com composição que pode variar de MgZn₂ a Mg₄Zn₇Al.
- Fase T: Designada Mg₃Zn₃Al₂, com composição que pode variar de 74% Zn, 16%Mg a 20%Zn, 31%Mg.
- Fase β: Presente apenas quando a quantidade de Mg é maior que da Zn (o que não é o caso).

Muito embora os diagramas correspondam apenas ao sistema ternário, é preciso levar em conta a presença do Cu na liga, que mesmo em pequena concentração, forma o sistema quaternário Al-Zn-Mg-Cu. Contudo, esse tipo de sistema é muito complexo para ser representado em diagramas bidimensionais. No caso mais específico de ligas do sistema quaternário Al-Zn-Mg-Cu (em ordem decrescente de concentração), a composição das fases se torna um pouco diferente do caso ternário. Ou seja:

- Fase M: Designada Mg(Al,Cu,Zn)₂, com composição que pode variar de MgZn₂ a CuMgAl.
- Fase T: Designada Mg₃(Al,Cu,Zn)₅, com composição que pode variar entre o caso ternário e CuMg₄Al₆.
- Fase S: Designada CuMgAl₂.

A presença dessas fases, em geral intermetálicos de elevada dureza, fornecem as elevadas propriedades mecânicas das ligas AA7075. O controle das fases presentes, suas dimensões e distribuição podem ser determinadas por tratamentos térmicos de envelhecimento controlado, como comentado anteriormente.

Ainda segundo Hatch (1993), em ligas desse sistema quaternário, a temperaturas de cerca de 475°C, é usual a ocorrência de uma reação de fusão invariante em condições de não-equilíbrio, envolvendo as fases M, S e T. Essa transformação não é mostrada nos diagramas de fase, pois estes correspondem a condições de equilíbrio. Contudo, se presente, esse fenômeno pode ser detectado em ensaios termodinâmicos, ou simulações, da liga em questão.

Na Figura 3.3 (a), relativa às projeções das superfícies *liquidus* observa-se que nas concentrações dos elementos Al, Zn e Mg referentes à liga utilizada (Aprox. Al-5%Zn-2%Mg), a

transição entre (α + líquido) e líquido, correspondente a T_{liquidus}, ocorre a cerca de 630°C a 640°C. Na Figura 3.3 (b), relativa às projeções das superfícies *solidus*, observa-se que a transição referente a T_{solidus} é atravessada a cerca de 600°C. Já as projeções das superfícies *solvus*, apresentadas na Figura 3.3 (c) indicam um valor de solvus de aproximadamente 360°C a 390°C, para a liga considerada.





Figura 3.3: Diagramas de fases do sistema ternário Al-Mg-Zn: (a)Projeção de *liquidus*; (b)Projeção de *solidus*; (c) Projeção de *solvus*. OBS: (b) e (c) são diagramas ampliados na região de maiores concentrações de Al (adaptado de ASM, 1992a)

Os diagramas isotérmicos, apresentados nas Figuras 3.4 (a) e (b) permitem uma melhor indicação das fases envolvidas às temperaturas consideradas. Pode-se observar que, à temperatura de 335°C a liga é constituída somente da fase α , estando os elementos Zn e Mg em solução. À temperatura de 20°C, no entanto, a liga se encontra na região ($\alpha + \tau$), próxima à fronteira com a fase α . Sendo assim, pode apresentar, além da fase predominante α , outros constituintes, como a fase τ , de composição AlMgZn.



Figura 3.4: Diagramas de fases do sistema ternário Al-Mg-Zn. Projeções Isotérmicas a: (a)335°C; (b)20°C (adaptado de ASM, 1992a)

3.1.4 Microestrutura como recebida

A microestrutura da liga como recebida foi analisada pela técnica de microscopia óptica, utilizando microscópio metalográfico Leica modelo DM-ILM. Para tanto, amostras foram preparadas segundo técnicas metalográficas convencionais: lixamento com sequência de lixas de grana 100 até grana 1500, polimento com pasta de diamante de 6 μ m e 1 μ m, sendo em seguida submetidas a ataque químico com o reagente de Keller modificado, com a seguinte composição: 2,5 ml HNO₃ + 1,5 ml HCL + 1 ml HF + 95 ml H₂O, sendo cada uma delas imersa nessa solução por cerca de 8 segundos e depois lavada em água.

A Figura 3.5 apresenta imagens da microestrutura observada. Pode-se observar microestrutura típica de um material fortemente deformado, com a ocorrência de *linhas de Lüder*, como resultado da laminação do material. Os contornos de grão são pouco evidentes, mesmo com a utilização do ataque químico. Na imagem com maior aumento, é possível visualizar grãos extremamente alongados, com dimensões da ordem de: largura média de aproximadamente 13 μm, e comprimento médio superior a 100μm. São observados microconstituintes distribuídos de maneira homogênea por toda a estrutura, provavelmente resultado do tratamento de envelhecimento ao que o material foi submetido (T6).

Tratamentos de solubilização e envelhecimento de ligas Al-Zn-Mg são feitos a baixas temperaturas para evitar redução de suas propriedades mecânicas pela recristalização e crescimento de grãos. Como pode ser observado pelas linhas *solvus* dos diagramas apresentados, é possível a total solubilização dos elementos de liga a temperaturas da ordem de 400°C. De fato, na microestrutura observada não se nota recristalização.

Também é observada a presença de porosidades no material.

O material foi utilizado nos ensaios de tixoinfiltração para a produção de amostras de esponjas e de compósitos de baixa densidade, a partir desta condição microestrutural.



Figura 3.5 (a) e (b): Imagens de microscopia óptica, mostrando o aspecto da microestrutura da liga AA7075-T6, como fornecida, em dois diferentes graus de aumento.

3.1.5 Análise da tixohabilidade

Tendo em vista que o processo a ser investigado para a produção de esponjas e compósitos envolve a matéria-prima no estado semi-sólido tixotrópico, é necessária a investigação preliminar da tixohabilidade da liga AA7075, isto é, da viabilidade de sua utilização no estado pastoso em um processo produtivo. Para tanto, é necessária a determinação do intervalo de solidificação, das fases que são formadas neste intervalo, da sensibilidade da fração líquida com a variação da temperatura neste intervalo. Isto é, é preciso determinar as janelas de tixoprocessamento da liga.

Para tanto, diferentes técnicas foram utilizadas: obtenção de curva de resfriamento simples (T x t), durante a solidificação em regime controlado; análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (DSC); simulação de transformações de fases utilizando *software* comercial de cálculos termodinâmicos Thermocalc[®].

No primeiro caso, foi fundida uma massa de 130g da liga em cadinho refratário de SiC, sendo resfriada ao ar, a uma taxa de 25°C/min. O monitoramento da temperatura foi feito com termopar tipo K inserido no interior do líquido, em posição central do banho; tomada de dados foi feita a uma taxa de 30 pontos/s.

No segundo caso, foi empregado equipamento da marca NETZCH modelo STA 409 para ensaios em ciclos de aquecimento seguidos de resfriamento, a uma taxa de 5°C/min. Foram dessa forma obtidas curvas de variação da temperatura versus tempo, da variação da potência/massa versus tempo e da variação da potência/massa versus temperatura.

A partir das curvas de potência/massa versus temperatura, é possível se determinar os valores de $T_{solidus}$ e $T_{liquidus}$, pela ocorrência de picos na curva DSC que correspondem à liberação de energia calorífica (calor latente) para a transformação líquido-sólido na solidificação da liga. Ao se remover o *offset* e integrar a curva, obtém-se, para cada valor de temperatura, as integrais parciais da área sob a curva, que correspondem à porcentagem de transformação já ocorrida para a determinada temperatura considerada. Portanto, é obtida uma curva fs x T, ou fl x T, que quantifica a porcentagem de fração líquida presente no semi-sólido para cada valor de temperatura o interior do intervalo de solidificação. A derivada dessa curva com relação à temperatura, isto é, dfl x dT, quantifica a sensibilidade da fração líquida em relação à

temperatura. Com estes dados é possível avaliar a possibilidade de controle do processamento no estado semi-sólido da liga em questão.

No terceiro caso, foram realizadas simulações termodinâmicas de transformações de fases para a liga utilizada, utilizando o *software* Thermocalc[®]. Com a real composição química da liga, fornecida como dado de entrada para o programa, e com a condição imposta de equilíbrio termodinâmico, foram obtidos resultados para o diagrama de fases provável da liga; impondo condição de Scheil (supondo difusão total no líquido e limitada no sólido, durante o progresso da solidificação), foi obtida curva de variação da fração líquida versus temperatura.

Tanto a fração sólida/líquida numa pasta, quanto a sua sensibilidade com a temperatura, são parâmetros fundamentais para o projeto de um processo de tixoconformação. A porcentagem de líquido tem relação direta com a facilidade de se conformar ou infiltrar a pasta tixotrópica, sendo a infiltração facilitada para valores mais altos de fração líquida. Contudo, para valores muito altos, a pasta tixotrópica se torna demasiadamente fluida, o que dificulta o controle do processo, até o ponto em que seu comportamento se aproxima do de um metal fundido. A sensibilidade indica o quanto a fração líquida varia para uma determinada variação de temperatura. No caso de alta sensibilidade, o controle da temperatura se torna mais crítico, pois pequenas variações na mesma podem ter muita influência na fração líquida da pasta, o que pode comprometer o controle e a repetibilidade do processo. A escolha da temperatura deve ser feita de forma a oferecer a melhor combinação de sensibilidade e fração líquida para o processo.

3.2 Agentes bloqueadores utilizados

Para a produção de esponjas metálicas e compósitos de baixa densidade foram utilizados diferentes tipos de agentes bloqueadores. Estes agentes, na forma de partículas de diferentes naturezas, morfologias e dimensões, são empregados para a ocupação de espaços que, na sua ausência, seriam ocupados pelo metal semi-sólido. Após a solidificação total da liga metálica, os bloqueadores podem ser retirados, deixando espaços vazios, gerando produtos celulares ou esponjas. Podem também permanecer no interior do metal, gerando produtos compósitos. Foram empregados no trabalho três tipos de agentes bloqueadores:

3.2.1 Agente bloqueador 1: cloreto de sódio – NaCl

Para a fabricação de material poroso (esponja), foram utilizados cristais de NaCl como bloqueadores pós-removíveis. Esse material foi escolhido devido à facilidade de sua remoção (por dissolução em água), capacidade de suportar as temperaturas do processo, não ser reativo com o Al e por seu baixo custo.

Os cristais utilizados são compostos principalmente por cloreto de sódio (NaCl) (acima de 99%), possuindo, no entanto, pequenas concentrações de iodo e anti-umectante, segundo o fabricante (NORSAL, 2011). Apresenta ponto de fusão muito próximo do do NaCl puro, que é de 801°C (AZOM, 2011) e densidade igual a 2,19 g/cm³, obtida por picnometria a gás He.

Na Figura 3.6 são apresentadas imagens dos cristais de NaCl obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV), mostrando sua geometria irregular, porém poliédrica devido principalmente à estrutura cristalina do material (cúbica).

As partículas de NaCl foram classificadas e separadas, utilizando conjunto de peneiras vibratórias, em duas diferentes granulometrias: Fina (tamanhos entre 1,6mm e 3,15mm) e Grosseira (tamanho entre 3,15mm e 5,00mm).



Figura 3.6: Imagem obtida por microscopia eletrônica de varredura, mostrando o aspecto geral das partículas de NaCl utilizadas como bloqueadores pós-removíveis para a fabricação de esponjas da liga AA7075.

3.2.2 Agente bloqueador 2: argila expandida – cinasita

Para a produção dos compósitos, foram utilizados dois tipos de bloqueadores constituídos de partículas cerâmicas porosas de baixa densidade: cinasita e vermiculita. Esses materiais foram escolhidos por serem materiais de alta estabilidade térmica e química, além de baixo custo. Comercialmente, esses materiais possuem diversas aplicações; dentre elas, destaca-se o uso da cinasita como agregado leve para concreto e abrasivo, e o uso da vermiculita como isolante térmico e absorvedor de líquidos.

A cinasita utilizada foi adquirida no mercado. A cinasita é um material produzido por processo de expansão de argila a altas temperaturas; é composta principalmente por Sílica e Alumina. Pela natureza do material, há uma pequena variabilidade na composição de distintas partículas. Sua composição típica, fornecida pelo fabricante, é apresentada na Tabela 3.3. Algumas propriedades físicas da cinasita, segundo dados do fabricante, são apresentadas na Tabela 3.4.

Elemento	% massa	
Sílica (SiO ₂)	57,6~66,8	
Óxido Férrico (Fe ₂ O ₃)	9,6 ~ 3,9	
Alumina (Al_2O_3)	19,4 ~ 18,9	
Óxido de Cálcio (CaO)	3,4~0,9	
Óxido de Magnésio (MgO)	2,6~1,7	
Alcalis (Na ₂ O)	5,6~4,6	
Fonte: (CINASITA, 2008) (SINCLAIR, 2011)		

Tabela 3.3: Composição química típica da cinasita, fornecida pelo fabricante.

Tabela 3.4: Características físicas da cinasita, dados dos fabricantes		
Resistência à compressão (típico)	20 MPa	
Densidade (g/cm ³)	0,85	
Condutividade térmica a 25°C (W/mK)	0,28	
Calor específico (J/g°C)	1,25 - 1,35	
Coeficiente de expansão térmica (µm/m-°C)	6,8	
E- the (CDUASITA 2008) (SDUCLAID 2011)		

Fonte: (CINASITA, 2008) (SINCLAIR, 2011)

Na Figura 3.7 são apresentadas imagens de partículas de cinasita empregadas. Pode-se observar uma morfologia irregular arredondada, com algumas partículas quebradas; nas imagens por microscopia eletrônica (MEV) é possível observar sua estrutura porosa interna.



Figura 3.7: (a) Aspecto visual dos grãos de cinasita (MO); (b) detalhe de uma área fraturada da partícula, mostrando as porosidades internas (MEV).

A cinasita adquirida no mercado foi classificada e separada conforme sua granulometria, em duas categorias: Fina (dimensões entre 1,6mm e 3,15mm) e Grosseira (dimensões entre 3,15mm e 5,00mm).

3.2.3 Agente bloqueador 3: vermiculita expandida

Um segundo tipo de agente bloqueador não-removível, ou reforço, empregado para a fabricação de compósitos de baixa densidade, foi a vermiculita. A vermiculita é um mineral composto principalmente por Sílica e Óxido de Magnésio, que na forma expandida apresenta uma

estrutura lamelar semelhante à mica. A vermiculita é encontrada na natureza na forma nãoexpandida, e quando aquecida sofre uma grande expansão em um de seus eixos, que dá origem à sua forma vermicular. Sua composição típica é mostrada na Tabela 3.5.

Tabela 3.5: Composição típica da vermiculita.		
Elemento	% massa	
Sílica (SiO ₂)	38 ~ 46	
Óxido Férrico (Fe ₂ O ₃)	6~13	
Alumina (Al_2O_3)	10 ~ 16	
Óxido de Cálcio (CaO)	$1 \sim 5$	
Óxido de Magnésio (MgO)	16~35	
Alkalies (Na_2O)	$5,6 \sim 4,6$	
Óxido de Potássio (K ₂ O)	1~6	
Dioxido de Titânio (TiO ₂)	1~3	
Água (H ₂ O)	8-16 (*)	
Outros	0,2~12	

Fonte: The Vermiculite Association (2011) (* Teor de água antes da expansão)

A vermiculita foi utilizada na forma de partículas expandidas, adquiridas no mercado. No processo de expansão, sob altas temperaturas, a água contida entre as lâminas do material se expande na forma de vapor, fazendo com que as partículas se transformem em blocos com estrutura lamelar contendo uma grande quantidade de vazios (preenchidos com ar). As paredes entre as camadas porosas possuem espessuras extremamente finas, da ordem de 10⁻⁹ m. Na Figura 3.8 (a) são apresentadas imagens de partículas de vermiculita por macrofotografia, onde se pode observar o aspecto poroso do material, que se torna mais evidente nas imagens (b) a (e) obtidas por microscopia eletrônica de varredura. Pode-se observar seu aspecto de lamelas superpostas, com grande quantidade de vazios entre as camadas. A Tabela 3.6 apresenta características físicas da vermiculita utilizada. As partículas de vermiculita adquiridas no mercado foram classificadas e separadas conforme sua granulometria, em duas categorias: Fina (dimensões entre 1,6mm e 3,15mm) e Grosseira (dimensões entre 3,15mm e 5,00mm).



Figura 3.8: (a) Aspecto visual dos grãos de vermiculita (MO); (b-e) detalhes de sua estrutura lamelar (MEV).

Dureza	1 a 2 MOH
Densidade (g/cm ³)	$0,08 \text{ a} 0,14 \text{ g/cm}^3$
Condutividade térmica a 25°C (W/mK)	0,064 W/mK
Calor específico (J/g°C)	0,84 a 1,08 kJ/kgK
Ponto de fusão	1200 a 1320 °C
Fonte: The Vermiculite Association (2011).	

Tabela 3.6: Características físicas da vermiculita expandida.

MÉTODOS

3.3 Organograma geral dos experimentos

O trabalho envolveu a produção de amostras de esponjas e compósitos por tixoinfiltração da liga AA7075 por entre partículas bloqueadoras removíveis (no caso das esponjas) e não removíveis (no caso dos compósitos) em diferentes condições. Os produtos obtidos foram caracterizados quanto à qualidade interna, características físicas (densidade), arquitetura, propriedades mecânicas em compressão e propriedades térmicas.

As mecânicas e térmicas obtidas experimentalmente através de ensaios foram comparadas com propriedades estimadas teoricamente utilizando modelos propostos na literatura.

Todo o trabalho experimental desenvolvido e suas etapas são apresentados de maneira esquemática no organograma da Figura 3.9. A descrição de técnicas empregadas em cada etapa é descrita a seguir.



Figura 3.9: Fluxograma com a sequência geral de experimentos desenvolvidos.

3.4 Produção de materiais celulares (esponjas) e compósitos de baixa densidade

3.4.1 Projeto e construção de matrizes para tixoinfiltração

Para a produção de amostras dos materiais celulares propostos, foi especialmente projetada e construída matriz metálica, em aço-ferramenta para trabalho a quente H13. Essa matriz possui uma cavidade de seção quadrada de 61 mm, duas tampas laterais com encaixe deslizante vertical e um pino de trava, mais uma tampa superior, que é um punção para a compressão da liga e conformação do material. Para facilitar a remoção do material, as paredes laterais fixas da cavidade interna possuem uma leve conicidade para cima.

A Figura 3.10 apresenta as dimensões principais dessa matriz, e a Figura 3.11 seu aspecto depois de pronta e já em uso.



50



Figura 3.10: (a) Dimensões do corpo principal da matriz metálica confeccionada para a produção das amostras (3 vistas); (b) Aspecto tridimensional da peça; (c) Dimensões das duas tampas laterais da matriz, com fechamento por encaixe (2 vistas); (d) Dimensões da tampa móvel superior da matriz (2 vistas).



Figura 3.11: Aspecto da matriz metálica, confeccionada em aço-ferramenta, utilizada para o processo de produção das amostras de materiais celulares por tixoinfiltração, montada com um pino de trava e tampa-punção quadrada com furo para termopar.

3.4.2 Produção de pastas tixotrópicas

A pasta tixotrópica foi produzida pelo processo de Fusão Parcial Controlada (FPC), que consiste no aquecimento da liga metálica AA7075-T6 até uma temperatura pré-determinada no interior do intervalo de solidificação e sua manutenção a esta temperatura para promoção da globularização da fase primária. A liga foi aquecida a partir do estado como recebido, isto é, laminado e submetido a tratamento T6.

Como a microestrutura nesta condição se apresenta altamente deformada, conforme apresentado anteriormente na Figura 3.5, é de se supor que produza glóbulos de pequenas dimensões na pasta, sem a necessidade de pré-deformação da liga metálica ou refusão para refino de grão.

As pastas foram obtidas diretamente no interior da matriz já contendo a camada de material bloqueador, evitando, com isto, seu manuseio e eventuais perdas de calor antes do processo de tixoinfiltração. O conjunto matriz/ liga metálica/ agente bloqueador é, então aquecido em forno elétrico, programado com os seguintes parâmetros:

- Temperatura inicial: 300°C
- Rampa de aquecimento: 6°C / min
- Temperatura de patamar: 630°C

A liga metálica dentro da matriz, por consequência, foi aquecida com os seguintes parâmetros:

- Temperatura inicial: 100 °C
- Rampa de aquecimento inicial: aproximadamente 8,5°C / min
- Temperatura da liga quando o forno atinge o patamar: aproximadamente 580°C
- Rampa de aquecimento final: assintótica, com taxa média de 1,5°C /min
- Temperatura final (de processo): 625°C (definida para a obtenção de fl ~ 55% na pasta tixotrópica, conforme explicado adiante em 4.1)
- Manutenção a 625°C por 1 minuto, para estabilização e homogeneização das temperaturas ao longo do material.

3.4.3 Processo de tixoinfiltração

A) Equipamentos utilizados

A produção das amostras foi realizada com a utilização dos seguintes equipamentos:

- Forno resistivo tipo mufla equipado com controlador de temperatura programável.
- Marcador de temperatura *Autonics T4WM* para leituras de temperaturas (sensor: termopar tipo K).
- Prensa hidráulica com controle manual do atuador, equipada com célula de carga e sistema de aquisição de dados. Essa prensa possui capacidade máxima de carga de 300kN, e está equipada com uma célula de carga de 20000 kgf, a qual está ligada a um display indicador de pesagem *Alfa Instrumentos*, e a um sistema de aquisição. O sistema de aquisição consiste em uma placa de aquisição *T&S* instalada em um computador tipo PC, com um software proprietário que realiza o registro gráfico dos valores de força ao longo do tempo. Esse sistema também está equipado para realizar a leitura de temperaturas, conectado a termopar tipo K posicionado junto à liga metálica no interior da matriz.
- Matriz metálica conforme item 3.4.1.

B) Operação padrão

A Figura 3.12 apresenta fluxograma com a seqüência geral de etapas envolvidas no processo de produção de amostras de esponjas e compósitos por tixoinfiltração.

A preparação envolve o revestimento do interior da matriz metálica com uma camada fina de cimento refratário QF180, e o preparo das quantidades corretas de liga metálica e partículas bloqueadoras, para serem montados no interior da mesma. O conjunto todo é então inserido no interior de um forno, e aquecido com uma taxa de aquecimento controlada até a liga atingir a temperatura de processo de 625°C. O controle da temperatura é feito com a inserção de um termopar na matriz, o qual fica em contato com a liga.

Atingida a temperatura desejada, remove-se o termopar do interior da matriz e então a matriz é removida do forno e posicionada na mesa da prensa. Em seguida é aplicada força sobre o

punção para promover a infiltração da pasta tixotrópica nos espaços entre as partículas. A Figura 3.13 apresenta, de maneira esquemática, o processo de tixoinfiltração.



Figura 3.12: Fluxograma com a seqüência geral de etapas envolvidas no processo de produção de amostras de esponjas e compósitos de baixa densidade.



Figura 3.13: Seqüência simplificada e esquemática mostrando o processo de tixoinfiltração: aquecimento controlado, seguido de infiltração mediante aplicação de força, e produto infiltrado resultante antes da desmoldagem.

Além do controle de temperatura durante o aquecimento, também é importante o controle da atuação da prensa no processo de infiltração, envolvendo:

• Velocidade de descida do punção
- Deslocamento total do punção
- Força total aplicada
- Tempo de estabilização

Estes parâmetros são críticos para a correta infiltração da pasta tixotrópica:

- A velocidade de descida foi ajustada em aproximadamente 1 mm/s.
- O deslocamento total do punção é o principal critério de parada, e foi determinado pelas dimensões da camada de partículas bloqueadoras, ou seja, a prensa empurra o punção, para este descer aproximadamente até a altura dessa camada, empurrando toda a liga para dentro da mesma, porém sem comprimi-la diretamente. Se o punção atingisse as partículas, poderia compactá-las excessivamente, ocasionando sua quebra e a redução dos interstícios a serem preenchidos pela pasta tixotrópica.
- A força total aplicada é um parâmetro que depende do tipo de material.
- O tempo de estabilização empregado foi de cerca de 20 segundos. Durante esse tempo, a prensa é mantida na posição final, e só após esse tempo se recua e cessa a aplicação de força sobre a punção. É importante a manutenção desse tempo de aplicação da força para garantia da acomodação total da pasta entre as partículas de agente bloqueador. De fato, uma evidência de que a infiltração total não é instantânea, é a curva de força, que registra um pico desde o início da infiltração até a parada do punção, mas registra um valor final de força reduzido, resultante da acomodação do material.

Como resultado, foram obtidos produtos de geometria na forma de blocos de seção quadrada, com cerca de 60 mm de lado e 18 mm de altura, sendo que uma parcela correspondente a 1/6 a 1/10 dessa altura era composta por sobremetal. O emprego de material metálico em excesso é feito para garantir a estabilidade da pressão durante a infiltração e compensar a quantidade pequena de liga que extravasa pelas laterais entra a punção e a matriz e pelo furo destinado ao termopar.

C) Variáveis analisadas

Nos experimentos de produção de esponjas e compósitos com reforços porosos foram variados o tipo de agente bloqueador – removível (partículas de NaCl) e não removível (argila

expandida e vermiculita expandida) e as dimensões das partículas do agente bloqueador: Fina (1,6 a 3,15mm) e Grosseira (3,15 a 5mm), para análise de seu efeito sobre a qualidade do produto e suas propriedades.

Portanto, seis diferentes tipos de materiais foram produzidos:

- Esponja metálica, granulometria fina
- Esponja metálica, granulometria grosseira
- Compósito com cinasita, granulometria fina
- Compósito com cinasita, granulometria grosseira
- Compósito com vermiculita, granulometria fina
- Compósito com vermiculita, granulometria grosseira

Os agentes bloqueadores foram empregados como um conjunto de partículas soltas em todos os casos. No caso do bloqueador pós-removível (NaCl), existem desenvolvimentos envolvendo a infiltração de líquidos em pré-formas sinterizadas (SILVA, 2008), mas no presente trabalho a utilização de partículas soltas visou a eliminação da etapa de sinterização, que envolveria o aquecimento das partículas por tempos elevados – portanto significando aumento do tempo operacional e aumento de custos. Além disto, a viabilidade de emprego de partículas soltas pode significar maior flexibilidade de valores de fração sólida na pasta tixotrópica, já que as partículas soltas são livres para movimentação, e maior flexibilidade de geometrias de produtos.

Mesmo não tendo sido utilizada a sinterização prévia, ainda assim durante o processo de aquecimento do agente bloqueador junto com a liga pode ocorrer um leve principío de sinterização das partículas de NaCl. Segundo Goodall et al. (2005), o mecanismo principal de sinterização das partículas de NaCl se dá pela evaporação de material da superfície das partículas e sua posterior condensação na área de contato entre as partículas, ocorrendo dessa forma a união entre as mesmas. Existem estudos envolvendo processos de sinterização de NaCl com valores de temperatura abaixo da temperatura de tixoinfiltração utilizada neste processo, embora demandem um grande número de horas para se completarem.

No caso dos bloqueadores não removíveis cinasita e vermiculita, a sinterização, além de dificultada uma vez que são materiais com características de materiais refratários, apresentando pontos de fusão muito elevados, não há a necessidade de que as partículas estejam em contato

umas com as outras, uma vez que elas são destinadas a permanecer dentro da estrutura do material.

As condições de aquecimento e temperatura de tixoinfiltração foram mantidas constantes, para garantia da repetibilidade do processo. O valor da temperatura de processo foi determinado tendo como base a análise da tixohabilidade da liga, optando-se por 625°C, na qual é prevista uma fração de líquido de 55% no material semi-sólido. Também a esta temperatura e nas condições de aquecimento empregadas (item 3.4.2.) a fluidez da pasta tixotrópica se mostrou adequada para a total infiltração entre as partículas bloqueadoras.

A fração relativa em volume de agente bloqueador/metal na matriz foi de aproximadamente 2,2:1 em todos os casos. Em peso, isso corresponde a uma fração de 1:1,3 no caso do NaCl, 1:14 no caso da vermiculita, e 1:2,5 no caso da cinasita.

As forças máximas requeridas para a infiltração variaram de acordo com o tipo de material produzido, sendo o final da operação determinada pelo final do curso do punção.

D) Remoção do agente bloqueador

Depois do processo de tixoinfiltração, as partículas de NaCl foram removidas do produto por dissolução em água, dando lugar a vazios interconectados e resultando portanto em uma esponja metálica. A lavagem foi feita em água aquecida por um tempo de 120min, com o uso de vibração por ultrassom, e troca da água a cada 30 minutos. Após lavagem, o produto foi cuidadosamente seco com jatos de ar, seguido de secagem por 1h em forno a 100°C.

3.5 Caracterização dos produtos obtidos

3.5.1 Qualidade interna

Para se analisar a qualidade interna dos materiais produzidos, as amostras foram submetidas a tomografia computadorizada de raios-X, utilizando um tomógrafo *multislice* modelo Toshiba Aquilion de 64 canais. Esse exame permitiu uma visualização da morfologia interna do material, mostrando a distribuição de poros ou de reforços ao longo da matriz metálica, bem como detectar a presença de falhas de infiltração em alguma região das peças. Foi utilizada uma

espessura de corte de imagem de 1 mm, e avanço entre cortes de 1 mm, realizados em planos transversais paralelos, em toda a altura da peça.

3.5.2 Densidade

Para a medida de densidade foram preparadas amostras a partir dos blocos dos produtos obtidos, os quais foram divididos em quatro partes iguais por meio de cortes longitudinais utilizando discos abrasivos. Com a perda de material correspondente à espessura dos discos de corte, cada parte resultante ficou com uma seção transversal quadrada de aproximadamente 29,5 mm de lado.

Ainda como preparo das amostras, algumas amostras apresentavam em sua parte superior uma fina camada de liga metálica maciça residual, não infiltrada. Essa camada foi removida com a utilização de máquina de corte de precisão Buehler, modelo ISOMET 2000, utilizando discos de corte de SiC.

Foram realizadas medidas de densidade em todas as amostras obtidas, uma vez que o teste é não-destrutivo. Foram empregadas duas diferentes técnicas: em princípio a medida da densidade aparente, e em seguida foi realizada a picnometria a gás He. No primeiro caso, a medida da densidade foi realizada diretamente por meio da pesagem em balança de precisão analítica e medida das dimensões externas com um paquímetro. No segundo caso, foi utilizado picnômetro modelo Quantachrome ULTRAPYC 1200e, em conjunto com balança de precisão analítica. O equipamento foi configurado para ser utilizado no modo "foam", com três repetições por ensaio. Nessa condição, são inseridos como principais dados de entrada: o peso da amostra e suas dimensões externas. São obtidos como principais dados de saída (média do resultado de 3 ensaios consecutivos): o volume absoluto, a porcentagem de células abertas e a porcentagem de paredes ou células fechadas. A partir desses valores é possível calcular a densidade da esponja ou compósito.

3.5.3 Caracterização da arquitetura

Entende-se como arquitetura de um material celular, a configuração interna espacial de vazios (ou agentes bloqueadores não removidos) e paredes metálicas. Para análise da arquitetura dos materiais produzidos e também para análise microestrutural (microestrutura das paredes metálicas e interfaces metal/reforço) foram preparadas três amostras de cada tipo de produto, cortadas a partir de um dos quartos do produto, por sua vez cortados segundo indicado no item anterior. Na Figura 3.14 é apresentado o esquema dessa divisão sobre a seção transversal da peça: das três partes, a parte 1 foi destinada para a análise de arquitetura (macroestrutural) e as partes 2 e 3 para as análises microestruturais (M.O. e M.E.V). Os cortes foram realizados com uma máquina de corte de precisão ISOMET 2000, utilizando discos abrasivos de SiC.



Figura 3.14: Croqui com a vista de topo de uma amostra, ilustrando a sua subdivisão em três partes, para utilização nas diferentes análises macro e microestruturais dos produtos obtidos.

Amostras obtidas a partir das partes indicadas na Figura 3.14. foram preparadas, para análises macroestruturais, por técnicas convencionais de metalografía: foram embutidas com a exposição do novo plano de corte e lixadas com sequência de lixas até grana 600. Em seguida foram fotografadas em microscópio óptico e suas imagens tratadas com *softwar*e de análise de imagens ImageJ. Foi então feita a binarização das imagens, classificando os *pixels* da imagem em apenas dois tipos distintos: parede, e não-parede. Isso permitiu calcular a proporção de matriz metálica versus vazios ou reforços, nas secções visualizadas. Essa proporção, fornecida na forma de porcentagem de área, foi calculada para a área total e também para áreas parciais, dividindo-se a imagem em seis regiões de tamanhos iguais. Pela comparação da proporção entre as seis regiões, foi possível se avaliar a homogeneidade da distribuição dos poros ou partículas ao longo da matriz metálica.

Adicionalmente, foi feita análise de espessura de paredes e de dimensões de vazios ou reforços. Essa análise foi feita pelo método do intercepto (modificado). Nesse método, a imagem é dividida por linhas verticais e horizontais igualmente espaçadas. Observando-se o fator de escala, é medida a espessura de cada parede atravessada pela linha. Para cada linha é calculado o valor médio de espessura de parede, e o resultado geral é calculado a partir da média dos valores obtidos em cada uma das linhas.

3.5.4 Microestrutura de paredes metálicas

Conforme descrito no item anterior, após o corte das amostras para análise, duas das subdivisões foram destinadas para a análise da microestrutura dos produtos obtidos. Para cada tipo de material; foram preparadas amostras para microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura.

Para a análise por microscopia óptica, as amostras foram submetidas ao embutimento a frio, com resina translúcida de poliéster. Como se trata de material poroso, que pode se danificar sob compressão, o embutimento tradicional a quente com baquelite sob pressão não era indicado. Os planos de análise foram lixados com sequência de lixas de grana 100 até grana 1500, e em seguida polidos com pasta de alumina de 6 μ m e 1 μ m, em panos de polimento. Foram submetidos a ataque químico com o reagente de Keller modificado, com a seguinte composição: 2,5 ml HNO₃ + 1,5 ml HCL + 1 ml HF + 95 ml H₂O, com tempo de imersão de cerca de 8 segundos e depois lavados em água.

Para observações da microestrutura e obtenção de imagens, foi utilizado microscópio metalográfico Leica DM-ILM.

Para a microscopia eletrônica de varredura, as amostras sofreram lixamento até lixa grana 600, tiveram os vértices chanfrados e foram submetidas à metalização, recebendo uma camada condutora de ouro. Foi empregado equipamento JEOL JXA-840A equipado com sistema de microanálise por EDS (espectroscopia de energia dispersiva). Como as amostras não foram embutidas, essa análise permitiu uma visualização da estrutura dos materiais com profundidade de campo, fornecendo uma idéia de seu aspecto tridimensional. Isso é interessante principalmente

para a análise das esponjas metálicas, que possuem as superfícies internas das paredes celulares visíveis.

3.5.5 Propriedades mecânicas em compressão

Os produtos obtidos foram caracterizados quanto às suas propriedades mecânicas em compressão através de cálculos teóricos utilizando modelos da literatura e através de ensaios de compressão semi-estática total e interrompidos. Foram feitos também ensaios de compressão dinâmica (impacto).

A) Avaliação teórica

As propriedades mecânicas dos produtos obtidos (esponjas e compósitos) foram avaliadas teoricamente, utilizando modelos da literatura, mais especificamente as equações propostas por Gibson e Ashby (1997). Foram estimados dessa forma o módulo de elasticidade (*E*), a tensão de compressão (σ_c), a tensão de platô (σ_{pl}), e a deformação de densificação (ε_D), por meio do uso das Equações 2.3 a 2.6.

B) Ensaios de compressão semi-estática total

Ensaios de compressão semi-estática total - até o colapso do material – foram realizados em máquina servomecânica de tração/compressão, modelo Instron 5500R, equipada com uma célula de carga de 25000 kgf. Esse equipamento, mostrado na Figura 3.15(a) foi gentilmente cedido pelo Laboratório de Ensaios do DeMa / UFSCar. Foram utilizadas placas paralelas planas lisas (superfícies polidas), para aplicar compressão às amostras, e as laterais das mesmas foram mantidas livres, conforme é mostrado na Figura 3.15(b). O *software* de aquisição foi alimentado com as dimensões de todas as amostras a serem ensaiadas e, a partir do processamento desses dados, mais os dados da célula de carga e do sensor de posicionamento do punção, foram fornecidos os resultados dos ensaios na forma de curvas de Tensão x Deformação. Todos os ensaios foram realizados com velocidade de compressão de 0,15 mm/s, que corresponde a uma taxa de deformação inferior a (1/10)/s.

Foram utilizadas amostras com seção quadrada de aproximadamente 29,5 mm, e altura variável conforme a fragilidade apresentada pela material. Buscou-se a obtenção de curvas completas, apresentando todos os estágios de deformação típicos de materiais compressíveis.



Figura 3.15 (a): Aspecto do equipamento utilizado para os ensaios de compressão semi-estática;
(b) Detalhe do posicionamento da amostra, entre superfícies paralelas para o ensaio, em série com a célula de carga.

C) Ensaios de compressão semi-estática interrompidos

A partir das curvas tensão x deformação obtidas nos ensaios de compressão total, foram determinados valores de deformação nos quais o ensaio deveria ser interrompido; foram selecionados em cada tipo de material 4 pontos de interrupção:

- O primeiro no final da região elástica
- O segundo no início do platô de deformação plástica
- O terceiro em um ponto intermediário do platô de deformação plástica

• O quarto no início da região de densificação

O objetivo dos ensaios interrompidos foi a avaliação do comportamento do material durante a compressão. Foram realizados quatro ensaios para cada tipo de material, um para cada ponto de interrupção. Os ensaios foram realizados nas mesmas condições do ensaio de compressão total: velocidade de compressão de 0,15 mm/s, que corresponde a uma taxa de deformação inferior a (1/10)/s.

Após os ensaios de compressão interrompida, as amostras ensaiadas foram embutidas em resina poliéster e submetidas a tratamento metalográfico convencional (conforme descrito anteriormente no item 3.5.4) e observadas em microscópio óptico.

D) Ensaios de compressão dinâmica (impacto)

Os materiais produzidos foram também avaliados em testes de compressão dinâmica. Para tanto foi utilizando equipamento tipo *drop-test* Instron modelo Dynatup 8200, apresentado na Figura 3.16. A máquina consiste de uma torre de impacto, com aceleração gravitacional, proporcionando um ensaio de impacto de baixa velocidade. Ela possui uma ponteira de impacto de seção circular de 20 mm, com face plana. Podem ser utilizados diferentes valores de velocidade e energia de impacto, por meio do uso de diferentes alturas de lançamento e de diferentes massas do carrinho de impacto. Em todos os casos, foi utilizada uma velocidade de 3 m/s. A energia de impacto foi configurada conforme os resultados de energia absorvida observados na compressão semi-estática.

Durante o ensaio foram monitorados: a velocidade da massa imediatamente antes do impacto e a força na célula de carga da ponteira. O *software* de aquisição do equipamento, a partir dessas informações, e das condições de pré-ensaio informadas (como massa total de impacto), fornecia curvas de carga *versus* tempo, de maneira direta, ou carga *versus* deslocamento, de maneira calculada, e permitia calcular a energia total e a absorvida no impacto.

Para este ensaio, foram utilizadas amostras no mesmo padrão das utilizadas nos ensaios de compressão semi-estática, de seção quadrada de aproximadamente 29,5 mm de lado e 15 mm de altura. Para cada um dos diferentes tipos de materiais, foram ensaiadas no mínimo três amostras.



Figura 3.16: Aspecto do equipamento tipo torre de *drop-test*, utilizado para os ensaios de impacto.

3.5.6 Propriedades térmicas

Os produtos obtidos foram ainda caracterizados quanto às suas propriedades térmicas. Para tanto, foram feitas avaliações teóricas e medidas experimentais.

A) Avaliação teórica

As principais propriedades térmicas que caracterizam um material sólido são sua condutividade térmica e sua difusividade térmica. Inicialmente foi estimada a condutividade térmica, e em seguida foi calculada a difusividade térmica a partir dos valores de condutividade obtidos. Para efetuar a estimativa da condutividade térmica, foram escolhidos três modelos teóricos conhecidos na literatura: Modelo de Maxwell, Modelo de Russell e Modelo de Gibson-Ashby, apresentados no Capítulo 2.

Obtidos os valores de condutividade térmica segundo os diferentes modelos, foi possível calcular a difusividade térmica teórica dos materiais, empregando a equação 2.5.

Contudo, essa fórmula requer o dado de calor específico do compósito. Em posse da fração volumétrica de reforço e dos valores de calor específico dos materiais constituintes da matriz e do reforço, foi possível estimar o calor específico dos compósitos, por proporção simples de misturas:

$$Cp_c = (1 - \phi)Cp_m + \phi Cp_f \tag{3.1}$$

onde $\phi \acute{e}$ a fração volumétrica de compósito, Cp_m, Cp_f e Cp_c são respectivamente os calores específicos da matriz metálica, do material de reforço, e do material compósito.

B) Medidas experimentais

Além da análise teórica, também foram feitos ensaios de difusividade térmica utilizando-se equipamento LFA 447 da Netzsch, gentilmente cedido pelo LTTC/COPPE/UFRJ. Esse equipamento realiza a medida da difusividade térmica a partir do método *flash*. Nesse método, é recortada uma amostra de pequena espessura do material (cerca de 3 mm), com uma seção conhecida para o ensaio (no caso, quadrada com 12 mm de lado), e esta é revestida por uma fina camada de grafite. No interior de uma câmara com temperatura controlada, a amostra é submetida a um pulso de luz de alta intensidade e curta duração em uma das suas faces, e, por meio de um detector de infravermelho, observa-se a evolução do perfil térmico ao longo do tempo na outra face dessa amostra (ou seja, através de sua espessura).

A Figura 3.17 ilustra a montagem experimental em questão, com uma lâmpada de Xenon com refletor posicionada sob a amostra, e um detector de infravermelho do lado oposto. As amostras ficam posicionadas em um porta-amostras, dentro da câmara de temperatura controlada.

Este tipo de ensaio não é adequado a materiais que possuam aberturas que permitam a passagem direta da luz, como é o caso das esponjas metálicas (sobretudo com o tamanho de amostra utilizado, o que apresentava espessura da mesma ordem de grandeza do tamanho dos vazios). Portanto, somente os materiais compósitos foram ensaiados nesta etapa. Foram utilizadas as temperaturas de 25 °C e 100 °C. Foram ensaiadas três amostras para cada tipo de material. Os resultados obtidos foram comparados com os resultados teóricos obtidos pela utilização dos diferentes modelos empregados.



Figura 3.17: Esquema ilustrativo do equipamento de análise LFA (NETSZCH, 2011).

4. RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Tixohabilidade da liga AA7075 utilizada

Como o processo investigado no trabalho é baseado na infiltração do metal no estado semisólido tixotrópico, aqui chamado de tixoinfiltração, em bloqueadores pós-removíveis ou não, é de fundamental importância a determinação prévia da tixohabilidade da liga a ser utilizada, isto é, a sua habilidade de ser processada no estado semi-sólido. Para tanto, foram determinadas as temperaturas de transformação $T_{solidus}$ e $T_{liquidus}$ da liga bem como a sensibilidade da variação da fração líquida com a temperatura neste intervalo. Para tanto, foram empregadas três diferentes técnicas: análise de curva de resfriamento simples, análise de calorimetria diferencial exploratória (DSC), e simulação termodinâmica de transformações com a variação de temperatura, empregando o *software* comercial de cálculos termodinâmicos THERMOCALC ®. Os resultados são apresentados a seguir.

4.1.1 Determinação do intervalo de solidificação por curvas de resfriamento simples

A Figura 4.1 apresenta curva (T x t) obtida em ensaio de resfriamento da liga, de uma quantidade de material semelhante à utilizada no processo de produção das amostras, resfriada ao ar livre dentro de um cadinho de material refratário. A curva registrada durante o resfriamento apresenta duas inflexões claras, que indicam reações de transformação exotérmicas: uma mais evidente ocorrendo a cerca de 633°C, e outra menor ocorrendo a cerca de 474°C. Considera-se que esses valores correspondam às temperaturas $T_{solidus}$ e $T_{liquidus}$, uma vez que se aproximam dos valores previstos na literatura para a liga AA7075, respectivamente 477°C e 635°C (MATWEB, 2011, ASM, 1992c). Portanto, a liga utilizada apresenta intervalo de solidificação da ordem de 159°C. A primeira mudança de inclinação da curva de resfriamento indica o início da transformação líquido-sólido, com a formação da fase primária α , e a segunda inflexão indica a ocorrência de uma transformação à temperatura constante, provavelmente a formação de algum

tipo de eutético ou mesmo intermetálico. Como a transformação ocorre por um pequeno intervalo de tempo, a quantidade relativa da fase aí formada é reduzida. Segundo diagramas de fases apresentados no Capítulo 3, a solidificação da liga AA7075 em condições de equilíbrio resulta em um sistema monofásico, somente a fase α estaria presente; no entanto, em condições práticas de solidificação, poderia ocorrer a formação de algum eutético, como por exemplo Al₃Mg₂ ou fases intermetálicas de não equilíbrio. Segundo Hatch (1993), reações invariantes de fusão envolvendo as fases M (Mg₂Zn), T (AlCuMgZn) e S (Al₂CuMg), ocorrem usualmente a cerca de 475°C, no aquecimento de ligas comerciais. Também Li (2001) reporta a fusão da fase T (AlCuMgZn) a temperatura de 480°C.

Yu (2011), utilizando *softwares* de cálculos termodinâmicos (CALPHAT[®]) observa a formação das mesmas fases, mesmo em condições de equilíbrio, em temperaturas em torno de 455°C, 400°C, e 230°C, para as fases S, M e T, respectivamente. Segundo o autor, é ainda possível a presença de outras fases, consideradas de equilíbrio, como Al₃Fe, Al₆Mn, Al7Cu₂Fe, mas em teores bastante reduzidos.



Figura 4.1: Curva (T x t) obtida em resfriamento da liga AA7075 utilizada, em molde cerâmico (taxa de resfriamento da ordem de 25°C/min).

4.1.2 Determinação do intervalo de solidificação por análise térmica via DSC

Na Figura 4.2 são apresentadas curvas de potência / massa x tempo, obtidas como resultado de ensaios de DSC da liga AA7075 utilizada, em ciclos seguidos de aquecimento e resfriamento a uma taxa de 5°C / min, além das curvas de aquecimento e resfriamento (T x t). É possível observar no aquecimento apenas um pico significativo de variação de potência / massa, enquanto no resfriamento também um pequeno segundo pico pode ser observado (ambos exotérmicos).



Figura 4.2: Curva da variação da relação potência / massa, em relação ao tempo, para um ciclo de aquecimento seguido de resfriamento da liga AA7075 utilizada, obtida no ensaio de Calorimetria Exploratória Diferencial (DSC). Taxa de troca de calor: 5°C / min.

Na Figura 4.3 (a e b) são mostradas individualmente as curvas de potência / massa x temperatura para as etapas de aquecimento e de resfriamento do ensaio de DSC. Nota-se com maior detalhe que em ambas as curvas há um pico de maior intensidade, correspondente à transformação principal ocorrida temperaturas mais elevadas; na curva de resfriamento um segundo pequeno pico é observado em torno de 470°C, apontando a presença de uma segunda transformação de menor intensidade. Contudo, este pico secundário é pouco evidente na curva de aquecimento; a atenuação desse pico de baixa amplitude na curva de aquecimento pode ser conseqüência de um contacto inadequado da amostra com o cadinho antes de sua fusão.



Figura 4.3: Curvas de variação da potência / massa em relação à temperatura, obtidas no ensaio de DSC da liga AA7075, indicando os valores iniciais e finais dos picos de transformação detectados nos ciclos de (a) aquecimento e (b) resfriamento. Taxa de troca de calor: 5°C/min.

Os resultados obtidos estão coerentes com os fornecidos pela curva de resfriamento simples durante solidificação fora de equilíbrio, onde também foi observada a presença de uma pequena transformação invariante a cerca de 470°C. Como discutido no item, este resultado provavelmente se refere à formação de fases eutéticas ou intermetálicas do tipo M, S ou T, estes usualmente encontradas em condições de solidificação fora de equilíbrio para ligas AlZnMgCu

(HATCH, 1993). Portanto, pode-se novamente assumir a temperatura de final desta transformação secundária como $T_{solidus}$.

Para a determinação das temperaturas $T_{solidus}$ e $T_{liquidus}$ a partir das curvas obtidas no ensaio de DSC, foi utilizado programa de análise dedicado ao equipamento, utilizando método da intersecção de retas tangentes à curva nas regiões de transformações, que constituem uma aproximação das temperaturas nas quais a curva de potência/massa deixa e retorna a linha base, indicando o início e o final de um processo de transformação, respectivamente, como mostrado na Figura 4.3. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1: T_{solidus}, T_{liquidus} e intervalos de solidificação obtidos por análises térmicas via DSC para a liga AA7075 utilizada (taxa de troca de calor de 5°C/min).

Técnica	$T_{solidus}$ (°C)	T _{liquidus} (°C)	Intervalo de solidificação (°C)
DSC (resfriamento)	461	637	175
DSC (aquecimento)	448	642	194

Nota-se que os valores de $T_{liquidus}$ e $T_{solidus}$ obtidos nos dois distintos ciclos diferem entre si, sendo diferenças maiores observadas para a $T_{solidus}$, o que é devido à dificuldade de definição do pico secundário na curva de aquecimento. Portanto, o valor 448°C para $T_{solidus}$ nesta condição não deve ser considerado confiável. Quanto aos valores da $T_{liquidus}$ para os dois tipos de ciclos, podese observar maior coincidência. Análises térmicas são extremamente sensíveis às condições de ensaio como massa do material, taxa de troca de calor, tipo de ciclo (MOTHE 2002), (CRISTOFOLINI, 2009).

4.1.3 Determinação do intervalo de solidificação por simulação termodinâmica computacional

Para a determinação do intervalo de solidificação da liga AA7075 foi ainda realizada análise teórica por meio do *software* de simulação termodinâmica THERMOCALC[®]. Para tanto foi simulado o diagrama de fases da liga, assumindo condições de equilíbrio, e utilizando-se os dados de composição da liga obtidos por fluorescência de Raios-X.

A Figura 4.4 apresenta detalhe do digrama binário Al-Zn resultante, para linhas de transformações de fases acima de 500°C. Para a concentração de Zn da liga em questão (5,1%),

destacada na figura, observa-se o início da transformação de líquido em fase primária α (T_{liquidus}), a cerca de 637°C. Como resultado da simulação, em condições de equilíbrio são formadas durante a solidificação, além da fase α , a fase Al₃Fe, a qual ocorre em torno de 590°C e ainda a fase Al₆Mn ocorrendo no final da solidificação, a cerca de 490°C. Não são previstas fases eutéticas como Al₃Mg₂ ou as fases intermetálicas M, T, S comumente encontradas no sistema AlZnMgCu, por serem fases de não equilíbrio, conforme comentado anteriormente.

Resultados de Yu (2011) para simulações, utilizando outro tipo de *software* comercial, de transformações para liga com teores de Zn, Mg e Cu semelhantes ao da liga utilizada neste trabalho, também mostram a possibilidade de formação das fases Al₆Mn e Al₃Fe (em pequenos teores), em condições de equilíbrio.

Portanto, segundo resultados da simulação utilizando o *software* THERMOCALC[®], T_{liquidus} ~ 637°C e T_{solidus} ~ 490°C, resultando em um intervalo de solidificação da ordem de 147°C.



Figura 4.4: Detalhe de diagrama de fases para a liga utilizada, obtido por simulação via THERMOCALC[®], em condições de equilíbrio.

A Tabela 4.2 apresenta os resultados gerais de valores de $T_{solidus}$, $T_{liquidus}$ e intervalos de solidificação para liga AA7075 utilizada, obtidos pelas diferentes técnicas de análises térmicas; são adicionados valores obtidos por simulação em condições de solidificação segundo Scheil.

Pode-se observar variação sensível nos valores de $T_{solidus}$ obtidos pelas distintas técnicas, sendo a diferença entre valores máximo e mínimo de cerca de 29°C (não levando em conta o

incerto valor de T_{solidus} obtido em teste de DSC em ciclo de aquecimento), enquanto os valores $T_{liquidus}$ são mais semelhantes entre si, com uma diferença máxima entre valores de cerca de 9°C. A maior imprecisão da determinação da T_{solidus} se deve à dificuldade de correta determinação do início da transformação secundária observada nos testes experimentais, atribuída à formação de eutéticos ou intermetálicos de não equilíbrio. Deve-se levar em conta ainda que a ocorrência de mudanças de fases devem satisfazer, além de requisitos termodinâmicos, fatores cinéticos, sensíveis às condições de solidificação.

Ainda quanto aos valores de $T_{solidus}$ e $T_{liquidus}$ indicados pela especificação normalizada para a liga AA7075 é preciso levar em conta que se referem a uma liga de composição típica, e não para a composição exata do material utilizado (pois existem intervalos de tolerância para as proporções dos elementos de liga, dentro da especificação).

As diferenças entre os valores de $T_{solidus}$ levam a resultados também distintos para valores de intervalo de solidificação, que podem variar de 147 a 176°C. De qualquer maneira, estes valores são suficientemente elevados para que a tixoconformação da liga seja considerada factível.

······································				
Técnica	T _{solidus} (°C)	T _{liquidus} (°C)	Intervalo de solidificação	
			(°C)	
Curva de resfriamento simples	474	633	159	
(T x t) 25°C/min				
DSC (resfriamento) 5°C/min	461	637	176	
DSC (aquecimento) 5°C/min	448	642	194*	
THERMOCALC [®] (equilíbrio)	490	637	147	
THERMOCALC [®] (Scheil)	476	637	161	
Literatura**	477	635	158	

Tabela 4.2: T_{solidus}, T_{liquidus} e intervalos de solidificação obtidos por diferentes técnicas de análise, para a liga AA7075 utilizada.

(* Valor desconsiderado)

(** Para a composição padrão da liga AA7075 (MATWEB, 2011; ASM, 1992c))

4.1.4 Determinação das janelas de tixoconformação

Para a definição de parâmetros para o processamento de uma liga metálica no estado semisólido é preciso a determinação prévia das janelas de tixoconformação, isto é, a faixa de temperaturas onde o controle do processo é viável. Para tanto são determinadas a variação da fração líquida com a temperatura no interior do intervalo de solidificação (fl x T), e a sensibilidade desta variação (dfl/dT x T). Estas relações foram obtidas a partir dos resultados de ensaios por DSC e simulação por THERMOCALC[®]; os resultados são apresentados a seguir.

A) Via ensaios de DSC

Para a determinação de (fl x T) e (dfl/dT x T) a partir dos resultados dos ensaios de DSC, foi feita a integração da curva de aquecimento pelo cálculo da área compreendida entre a curva e o prolongamento da linha base, dentro do intervalo de temperaturas de 440°C a 660°C, no qual estão incluídos os dois picos de transformação.

A Figura 4.5 ilustra graficamente a realização desse processo. Pela integral total obtida, a energia total de transformação foi de 265,9 J/g. O cálculo das integrais parciais determina a porcentagem de fração líquida na liga para uma dada temperatura. A curva obtida como resultado da integração, apresentada na Figura 4.6 (a), corresponde à curva da variação da fração líquida da liga, a qual é igual a 0 % para valores inferiores a $T_{solidus}$, e 100% para valores superiores a $T_{liquidus}$. A Tabela 4.3 apresenta os valores de algumas áreas de integração, que representam os valores de fração líquida para diferentes temperaturas, obtidos pelo método das integrais parciais. É possível observar que, para valores maiores de fração líquida, também é maior o aumento da mesma com a temperatura, correspondendo ao aumento progressivo da inclinação da curva da integral conforme a temperatura se aproxima de T_{liquidus}.

Adicionalmente, para efeitos de cálculo da fração líquida tendo por base a curva de aquecimento de DSC obtida, essas diferenças afetam muito pouco os resultados, uma vez que, fora desses picos a curva praticamente retorna à linha-base, com contribuição nula à integração. Por esse mesmo motivo foi escolhido um intervalo de integração um pouco maior do que esse intervalo de solidificação.



Figura 4.5: Gráfico ilustrando a integração da curva potência / massa x temperatura em um intervalo estimado para abranger todo o intervalo de transformação.

Tabela 4.3: Areas parciais (fl), sob a curva potência	/ massa x temperatura, no intervalo estimado
para o início e fim do pico de transforma	ção detectado no ensaio de DSC.

Temperatura (°C)	Área parcial (%)
	(% fl em massa)
550	1,6
580	8,2
600	19,0
610	29,2
620	44,6
625	54,9
630	67,6
635	82,9
640	97,9

Na Figura 4.6 (a), onde é apresentado o resultado de (fl x T), pode-se observar que não há pontos de inflexão ou mudanças bruscas na inclinação da curva a uma dada temperatura, o que seria típico de transformações eutéticas, com a formação de quantidades significativas deste constituinte a temperaturas invariantes. A curva resultante apresenta valores de fl desprezíveis para temperaturas até da ordem de 500°C, passando a pequena inclinação para temperaturas até cerca de 580°C quando o processo de fusão se torna mais acentuado, com a formação de maiores teores de líquido para uma determinada variação de temperatura. Estes dados refletem a fusão de

pequenos teores de fases de não equilíbrio como eutéticos ou intermetálicos presentes na liga, em baixas temperaturas e gerando pequenas quantidades de líquido.

Tendo como base os valores de fração líquida em relação à temperatura, é possível calcular a sensibilidade dessa fração líquida à variação da temperatura, isto é, (dfl/dT x T). A sensibilidade é obtida pela derivação em temperatura da curva de fração líquida; o resultado obtido é apresentado na Figura 4.6 (b).



Figura 4.6: (a) Variação de (fl x T); (b) Sensibilidade de (fl x T), na parte final do intervalo de solidificação da liga AA7075, obtidos a partir de ensaios de DSC. Indicados: sugestões de janela de tixoconformação e temperatura para tixoinfiltração.

Como não há inflexões bruscas na curva (fl x T), a curva (dfl/dT x T) também se apresenta com variação gradual. É possível observar que a sensibilidade da fração líquida com a temperatura se mantém em valores baixos, inferiores a 1% / °C até cerca de 600°C, quando a

inclinação da curva passa a aumentar progressivamente, de forma que a sensibilidade atinge o dobro do valor (2 % / °C) a 622°C o triplo desse valor (3% / °C) a temperaturas da ordem de 632°C. Portanto, com o aumento da temperatura, o controle do processo é dificultado. Estes valores são, no entanto, reduzidos, se comparados com outras ligas metálicas, como por exemplo, a liga AA356, que pode apresentar uma sensibilidade da ordem de 10% / °C em alguns trechos do intervalo de solidificação (PINHEIRO, 2011).

A regularidade da curva (fl x T) permite a definição de uma ampla janela de tixoconformação para a liga em questão. A janela de tixoconformação deve levar em conta o equilíbrio entre a fração líquida na pasta e a sua sensibilidade com a temperatura. No caso da liga AA7075 é sugerida a janela indicada na Figura 4.6 (b), de 600°C a 635°C, temperaturas correspondentes à presença de 19 a 83% de líquido; a estas temperaturas os valores de (dfl/dT) são da ordem de 0,75 e 3,2 % / °C respectivamente.

Levando-se em conta apenas a sensibilidade da liga, temperaturas mais baixas nesta janela, evitando a região final do intervalo de solidificação, seriam indicadas. No entanto, nas regiões em que a sensibilidade é mais baixa, também a fração líquida é reduzida, o que pode implicar na necessidade de maiores tensões para a tixoinfiltração. Para o processo de tixoinfiltração a ser investigado neste trabalho, foi escolhida a temperatura de 625°C, que fornece uma fl de 55% a uma sensibilidade da ordem de 2,3% / °C. Espera-se que com estes valores o processo seja bem sucedido e controlável. Processos de tixoinjeção para a fabricação de fundidos em geral empregam elevados valores de fl (da ordem de 80%) enquanto processos de tixoforjamento ou mesmo tixoextrusão empregam valores mais baixos de fl (como 10%).

B) Via simulação teórica

Para a determinação de (fl x T) e (dfl/dT x T) a partir dos resultados de cálculos termodinâmicos via THERMOCALC[®] foi utilizada como condição a solidificação segundo Scheil. A curva (fl x T) resultante da simulação nestas condições é apresentada na Figura 4.7. Pode-se observar o início da formação de líquido a 476°C, e o final a 637°C, onde o sistema é constituído de 100% de líquido. Para cerca de 476°C, conforme mostrado com mais detalhes na Figura 4.7 (b) ocorre a formação de pequena quantidade de líquido (fl ~ 8%) a temperatura constante, indicando a fusão de eventuais eutéticos (como por exemplo Al₃Mg₂ – a cerca de

450°C em condições de equilíbrio) e das fases T (AlCuMgZn) e M (MgZn₂). A fusão da fase T a 480°C é observada por Li (LI, 2001), enquanto a fusão da fase M é prevista por Yu (YU, 2011), em condições de equilíbrio, a 400°C e por Deng (DENG, 2005) a 595°C. Em condições de equilíbrio, também pode haver a fusão da fase Al₆Mn, a 490°C, segundo resultados de simulação apresentados na Figura 4.4.

Segundo os dados obtidos, a partir de cerca de 480 até 580°C estão presentes somente as fases α e Al₃Fe, com pouca alteração da fl com o aumento da temperatura pela fusão da fase intermetálica. A inclinação da curva é acentuada a partir de 580°C com a fusão da fase primária α .

A Tabela 4.4 apresenta valores de fração líquida para algumas temperaturas selecionadas, extraídos da curva (fl x T). Observa-se que os valores de fl para uma dada temperatura são bastante distintos, no início da solidificação, dos obtidos por ensaio de DSC; porém, para temperaturas a partir de cerca de 610°C os valores de fl obtidos pelas duas técnicas de análise se tornam mais semelhantes. Como comentado anteriormente, a dificuldade de determinação do pico secundário, nas curvas obtidas por DSC, levam à imprecisão da definição do teor de líquido formado a partir da fusão de constituintes eutéticos e fases intermetálicas.

Temperatura (°C)	Fração líquida (% massa)
520	10,0
550	13,0
580	18,5
600	27,5
610	34,5
620	47,0
625	56,5
630	69,5
635	90,0
640	100,0

Tabela 4.4: Valores de fração líquida a determinadas temperaturas, extraídos da curva obtida por simulação termodinâmica pelo *software* THERMOCALC[®], para a liga AA7075 utilizada.



Figura 4.7: (a) Variação de (fl x T); (b) detalhe; para a liga AA7075, obtidos por simulação termodinâmica pelo *software* THERMOCALC[®], utilizando condições de Scheil. Indicados: sugestões de janela de tixoconformação e temperatura para tixoinfiltração.

Embora não tenha sido possível extrair uma curva de integral dos dados da simulação, uma derivação gráfica (por inclinação da reta tangente) resultou nos seguintes valores de sensibilidade da fração líquida com a temperatura: 1% / °C a cerca de 612°C, 2% / °C em cerca de 623°C, e 3% / °C em cerca de 629°C, valores aproximados aos obtidos nos ensaios de DSC (600°C, 622°C e 630°C respectivamente).

Na Figura 4.7 é também apresentada sugestão de janela de tixoconformação. Neste caso, como é prevista formação de líquido em quantidades mensuráveis já a baixas temperaturas, é possível estender o limite inferior da janela de tixoconformação para temperaturas da ordem de 550°C, onde a fração líquida é de 13%. Como limite superior pode ser considerado o valor de 632°C, que fornece uma fração de líquido de 80%.

Portanto, segundo as técnicas de análise por DSC e simulação utilizadas, as janelas de processamento no estado semi-sólido sugeridas são:

- Segundo DSC: Intervalo de 600 a 635°C fl de 19 a 83%;
- Segundo THERMOCALC[®]: Intervalo de 550 a 632°C fl de 13 a 80%

Para os experimentos de tixoinfiltração, foi definida a temperatura de processo de 625°C, valor dentro das janelas de tixoconformação sugeridas segundo as análises térmicas por DSC e por simulação termodinâmica. Os valores de fl para esta temperatura são da ordem de 55%.

4.2 Produção de esponjas e compósitos de baixa densidade – aspectos gerais do processo

4.2.1 Aquecimento

Conforme descrito no Capítulo 3, o conjunto da matriz, junto com a liga e os bloqueadores ou materiais de reforço, foi aquecido já montado. Isso foi feito com o propósito de que a massa da matriz sirva como um elemento de inércia térmica, evitando quedas bruscas na temperatura da liga ao ser transportada do forno até a prensa para a infiltração, além de evitar a necessidade de manipulação da liga no estado pastoso. A matriz foi pré-aquecida a 100°C e o forno a 300°C, para o início do ciclo de aquecimento para a obtenção da pasta tixotrópica a ser infiltrada entre as partículas bloqueadoras de NaCl, cinasita ou vermiculita.

A Figura 4.8 apresenta exemplo típico de curvas de aquecimento para produção da pasta previamente à operação de tixoinfiltração. Pode-se observar que, enquanto o forno é aquecido a uma taxa pré-definida de 6°C / min, a liga metálica sofre aquecimento a uma taxa da ordem de 8,3°C / min. Após 55min, o forno atinge a temperatura de patamar de 630°C, a qual é mantida até o final do processo. A partir deste ponto, a taxa de aquecimento da liga metálica é reduzida e a temperatura pré-determinada de processo (625°C) é atingida após tempos adicionais de 25 a 35min, dependendo do material bloqueador utilizado. Nos últimos 10min a taxa de aquecimento é inferior a 2°C / min, sendo necessário cerca de 1min para subir de 624 para 625°C. Diante destes dados, considerou-se desnecessária a manutenção da liga à temperatura de trabalho para a sua estabilização.



Figura 4.8: Curvas típicas de aquecimento da liga metálica e do forno para o processo de produção de pastas da liga AA7075 para a operação de tixoinfiltração.

Portanto, o completo aquecimento da liga metálica à temperatura de 625°C, onde uma fração líquida de 55% é esperada na pasta, ocorreu em um tempo de 80 a 90min. Levando em conta a T_{solidus} da liga em torno de 470°C (valores de 461°C a 490°C foram obtidos em diferentes tipos de análises, conforme Tabela 4.2), pode-se prever a presença, embora em pequena quantidade, de líquido no metal a partir de 45min do início do aquecimento. No entanto, quantidades de líquido significativas somente são formadas a partir da fusão da fase primária α , o que ocorre a temperaturas da ordem de 600°C. Desta maneira, durante cerca de 25min (tempo necessário para sua temperatura variar de 600 a 625°C) a maior quantidade de líquido prevista na liga metálica deve ser adequada para proporcionar os fenômenos de globularização da fase sólida ainda presente, necessários para a obtenção das propriedades tixotrópicas da pasta.

Tratamentos de fusão parcial controlada para a produção de pastas tixotrópicas de ligas de Al como AA356, AA2014, em geral requerem tempos da ordem de 5 a 20min para a completa globularização da fase sólida em meio líquido (ROBERT, 1993). Estes tempos variam de acordo com a condição inicial da matéria prima, se dendrítica grosseira, dendrítica fina, rosetas, estrutura deformada, as quais requerem tempos decrescentes, nesta ordem. Tempos elevados de tratamento podem levar ao excessivo crescimento dos glóbulos na pasta, prejudicando sua fluidez (MOTEGI, 2002).

Portanto, o regime de aquecimento imposto para a produção de pastas da liga AA7075 atende parâmetros convencionais gerais para a produção de pastas por fusão parcial controlada.

4.2.2 Pasta tixotrópica obtida

A Figura 4.9 apresenta microestrutura típica da pasta da liga AA7075 obtida por fusão parcial controlada, segundo regime de aquecimento demonstrado em item anterior. A pasta foi resfriada rapidamente a partir de 625°C, para análise da microestrutura.

É possível observar, na Figura 4.9 (a) uma estrutura típica de pasta tixotrópica, apresentando fase primária com morfologia globular. Fases secundárias, presentes como líquido na pasta a alta temperatura, ocupam principalmente os espaços interglobulares, mas estão também presentes no interior dos glóbulos como pequenas regiões circulares. Na Figura 4.9 (b) são observadas com mais detalhe as presenças de fases eutéticas entre os glóbulos da fase primária e também de fases precipitadas no interior dos glóbulos, em regiões próximas à sua superfície. As pequenas regiões circulares no interior da fase primária são semelhantes microestruturalmente à fase eutética das regiões interglobulares, indicando a presença de líquido no interior dos glóbulos a elevadas temperaturas.



Figura 4.9: Microestrutura típica da pasta tixotrópica obtida pelo aquecimento da liga AA7075 até a temperatura de 625°C. (a) aspecto geral; (b) e (c) detalhes. Setas indicam possibilidade de coalescência entre glóbulos. MO.

Análises por EDS de paredes entre poros nas esponjas e matriz metálica nos compósitos produzidos revelaram teores em peso da ordem de 10% Mg, 20% Cu e 30% Zn, além do Al, nas regiões interglobulares (como será apresentado em item posterior, Figura 4.25), indicando a presença além da fase α , de outras fases prováveis do sistema quaternário considerado,

principalmente a fase AlZnMgCu (a qual apresenta uma relação em massa de 15% Al, 36% Zn, 35% Cu e 14% Mg). As fases presentes no interior dos glóbulos, junto à sua periferia, são provavelmente precipitados de Al₃Fe ou MgZn₂ formados no resfriamento da pasta.

Os glóbulos se apresentam com morfologia bastante regular, sem formas geométricas muito distintas de esfera, isto é, com elevado grau de esfericidade, e com evidente presença de coalescência entre eles, como observado em destaque na Figura 4.9 (c). As dimensões dos glóbulos na pasta foram medidas, resultando em um valor de diâmetro médio de $178 \pm 25\mu$ m. Estes valores podem ser considerados no limite superior a valores adequados para a tixoconformação; pastas típicas, com fluidez considerada apropriada para a tixoconformação apresentam glóbulos de dimensões da ordem de 80 a 140 μ m.

Levando em conta a elevada deformação inicial da matéria prima que deu origem à pasta com estrutura globular, os elevados graus de esfericidade e dimensões dos glóbulos da fase α , a evidência de coalescência entre glóbulos e a presença de poças de líquido retido em seu interior, é possível discutir o mecanismo envolvido na formação da estrutura globular obtida: no aquecimento da liga fortemente deformada (estado laminado), há recristalização, com a formação de uma rede de novos, finos e equiaxiais grãos cristalinos. Ocorre ainda solubilização de fases de não equilíbrio e, se o aquecimento for suficientemente lento, somente a fase α estará presente quando a T_{solidus} é atingida. Neste caso, ao ser atingida T_{solidus}, é iniciada a fusão desta fase, com a formação de líquido a partir de contornos dos grãos originais, de maior energia do que os contornos de grãos recristalizados em seu interior.

No entanto, nas condições de aquecimento empregadas no trabalho, é de se esperar que fases eutéticas estejam presentes quando a liga atinge $T_{solidus}$ (a taxa de aquecimento no experimento é inferior à taxa empregada no ensaio de DSC, no qual foi verificada a fusão de fases eutéticas a temperaturas da ordem de 470°C). Neste caso, ocorre a formação de líquido pela fusão de fases eutéticas presentes em contornos dos grãos originais. O líquido presente pode penetrar em contornos de grãos recristalizados e separá-los da estrutura original, liberando-os para crescimento no líquido. Este fenômeno ocorre se a condição $\gamma_{cg} > 2 \gamma_{sl}$, onde γ_{cg} é a energia do contorno de grão recristalizado e γ_{sl} é a tensão superficial solido/líquido. Nesta condição a separação do grão recristalizado é termodinamicamente favorecida. O crescimento do grão liberado ocorre de maneira equiaxial no meio líquido, gerando os glóbulos da pasta tixotrópica.

Este processo é denominado fusão parcial controlada envolvendo recristalização (ROBERT, 1993, 2006), para produção de pastas com estruturas globulares a partir de estruturas dendríticas altamente deformadas.

Durante manutenção desta situação (sólido globular em crescimento no líquido) mecanismos de *coarsening* podem atuar, principalmente por coalescência, e principalmente se a fração sólida for elevada, gerando a presença de fase líquida secundária aprisionada dentro dos glóbulos e levando ao crescimento excessivo dos glóbulos, como observado. No entanto, as dimensões médias dos espaços entre os agentes bloqueadores (NaCl, cinasita e vermiculita) empregados, proporcionadas pelo seu teor em peso relativo à liga metálica e estimados em cerca de 0,5 a 3 mm, permite a expectativa de sucesso na operação de tixoinfiltração.

4.2.3 Forças de tixoinfilração

Durante a operação de tixoinfiltração para a produção das esponjas e compósitos, foram registrados dados de forças aplicadas x tempo, a partir dos quais foram calculadas as pressões de infiltração.

A Figura 4.10 apresenta curvas típicas obtidas para três repetições de cada tipo de material produzido. É possível observar em todos os casos, o aumento abrupto da pressão no momento em que o punção da prensa toca a tampa móvel da matriz, e esta por sua vez comprime a pasta tixotrópica contra as partículas de material bloqueador. Ao ser atingido um valor máximo de deslocamento (previsto para a total infiltração), a prensa é parada e o punção é mantido parado na posição de compressão. Nessa condição, se inicia um declínio no valor da força, resultante da acomodação da pasta tixotrópica entre as partículas, devido à sua viscosidade. Esse declínio leva cerca de 15 segundos, e depois disso a pressão tende a se estabilizar em um valor menor que o do pico inicial. Durante esse processo, a prensa é mantida com o punção parado, por cerca de 20 a 30 segundos. Em seguida, a aplicação da força é encerrada pelo retorno do punção.



Figura 4.10: Variação (P x t) típica no processo de tixoinfiltração para a produção de: (a) esponjas, tendo NaCl como agente bloqueador; (b) compósitos com vermiculita; (c) compósitos com cinasita. Granulometrias dos agentes bloquedores: (1) fina; (2) grosseira. Exemplo de três repetições (A, B, e C).

Pode-se observar que para um mesmo tipo de material, o comportamento geral da curva se repete em três ensaios distintos para um mesmo material. Os valores de pressão de patamar não apresentam elevada variabilidade para os três ensaios de um mesmo material, na maioria dos casos (a excetuar um maior desvio no caso do compósito com cinasita grosseira). A pressão de pico apresenta maior variação para diferentes ensaios de uma mesmo material devido à limitações do ensaio com operação manual de parada do punção de aplicação da força. A semelhança de comportamento em diferentes ensaios indica a repetibilidade do processo de fabricação e da conseqüente qualidade do produto.

Tanto as pressões de pico registradas inicialmente, quanto as pressões de patamar após a estabilização são bastante reduzidas para os três tipos de produtos testados e suas variantes (granulometria do agente bloqueador), indicando alta fluidez da pasta tixotrópica. Os valores das pressões máximas e de patamar requeridas dependem do tipo de produto: são maiores para os compósitos reforçados com cinasita, seguidas das requeridas para a esponja e as mínimas são as requeridas para a produção do compósito à base de vermiculita.

Nas Figuras 4.11(a) e (b) são apresentados os valores de pressão máxima e pressão de patamar registrados no processo de tixoinfitração para a produção dos diferentes materiais. Podese observar que há uma variabilidade entre as repetições, e que a influência da granulometria das partículas na pressão empregada é pequena em relação à dispersão dos valores das pressões. Contudo, nota-se que as pressões de tixoinfiltração variam de maneira significativa conforme o tipo de partícula empregada.

Os valores médios das pressões máximas e de patamar obtidas para cada tipo de material são apresentados na Figura 4.12. Pode-se observar, de modo geral, que as pressões dependem do tipo de material empregado como agente bloqueador, sendo nesta ordem decrescente: para a cinasita, para o NaCl e para a vermiculita. Com relação ao efeito das dimensões das partículas do agente bloqueador, pode-se observar o seu aumento tende a resultar no aumento dos valores tanto de pressão de pico quanto de patamar, para os produtos obtidos por infiltração de NaCl e de cinasita, enquanto que no caso do produto contendo vermiculita o efeito parece ser oposto, isto é, menores pressões são requeridas para a infiltração entre partículas de maiores dimensões.



Figura 4.11: Pressões de tixoinfiltração para a produção de esponjas e compósitos da liga AA7075, com diferentes tipos de bloqueadores. (a) Pressão máxima; (b) Pressão de patamar.



Figura 4.12: Pressões máximas e de patamar médias na tixoinfiltração para a produção de esponjas e compósitos da liga AA7075, com diferentes tipos de bloqueadores.

A diferença sensível entre as pressões de infiltração conforme o tipo de partícula empregada pode ser explicada por diferentes fatores:

- Em primeiro lugar, pela acomodação das partículas no interior do molde, quando da infiltração do metal semi-sólido. Por serem soltas, as partículas têm movimento livre; além disso, podem sofrer acomodação em conseqüência de sua geometria irregular, ou mesmo ainda por eventual fratura. Esses mecanismos, ocorrendo simultaneamente ao processo de infiltração por efeito da pressão aplicada sobre as partículas, ocasionam sua acomodação e como conseqüência, uma diminuição na pressão. Outro efeito desse fenômeno é a redução do espaço intersticial disponível para a infiltração da liga metálica. Nesse caso, as partículas de cinasita, como possuem elevada dureza e geometria aproximadamente esferoidal, apresentam a menor acomodação, e como conseqüência, os maiores valores de pico de força de infiltração. Já para a produção de esponjas metálicas, que utilizam cristais de NaCl como agente bloqueador, as pressões requeridas são inferiores às requeridas no caso da cinasita, possivelmente devido à melhor acomodação de suas partículas, dada a sua fragilidade.
- Outro fator de influência, no caso do uso de vermiculita, é a possibilidade de compressão das partículas com a pressão aplicada, devido à sua morfologia lamelar, em adição à possibilidade de acomodação das mesmas. Estes efeitos conjuntos levam às menores pressões empregadas no processo de infiltração neste caso. Por outro lado, essa compressão das partículas pode ser (parcialmente) revertida com o alívio da pressão. Dessa forma, foram registrados valores de pressão muito inferiores aos dos demais materiais, e a ausência de um pico inicial de pressão significativo. Considera-se que a ausência do pico inicial na curva é devida a uma maior compactação das partículas nessa etapa, e em seguida essas partículas recuperam em parte sua geometria original, mantendo a força total constante.

4.3 Produtos obtidos - Caracterização física e metalúrgica

4.3.1 Aspecto geral

As Figuras 4.13 a 4.15 apresentam exemplos típicos do aspecto externo de amostras produzidas por tixoinfitração da liga AA7075 em diferentes tipos de bloqueadores, para a obtenção de materiais de baixa densidade: esponjas e compósitos. É mostrada nas Fig. 4.13(1), 4.14(1) e 4.15(1): a face inferior das amostras, considerando-se o sentido de infiltração da pasta tixotrópica (de cima para baixo). A qualidade visual da face inferior das amostras, última região a ser atingida pelo metal, foi considerada um adequado parâmetro para avaliação do sucesso da infiltração.

Pode-se observar pelas fotos que em geral as amostras apresentam boa aparência externa, com aparente homogeneidade na distribuição dos poros ou dos reforços ao longo da matriz metálica, mesmo considerando-se que durante o processo há movimento e acomodação das partículas empregadas como agentes bloqueadores. Tal efeito global pode ser atribuído a um adequado teor relativo de partículas presentes e constitui importante resultado: mostram que não há a necessidade da sinterização de uma pré-forma, como convencionalmente utilizado para a produção de esponjas com uso de bloqueadores (GOODALL, 2005) ou de espumas sintáticas (nas quais os bloqueadores permanecem no interior do material) (WEISE, 2007). A eliminação da sinterização da pré-forma significa redução de tempo e custos de produção.

As dimensões de poros nas amostras de esponjas podem ser claramente diferenciados entre si, em função das dimensões das partículas de NaCl empregadas.

As faces inferiores apresentam, em todos os casos, também uma homogênea distribuição dos reforços ou poros, indicando a capacidade de total infiltração da liga semi-sólida na camada de material bloqueador. Não são observados visualmente defeitos de falhas de infiltração ou de regiões com irregular distribuição de massa (indicando por exemplo, a ausência de partículas bloqueadoras). Contudo, é preciso levar em conta que, por se tratar de superfícies externas, ocorre um alinhamento das partículas pelo contato com a superfície do molde, o que produz uma fina camada com maior fração de liga metálica em comparação com o interior da amostra.


Figura 4.13: Exemplo típico de amostras de esponjas da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração sobre partículas de NaCl de distintas granulometrias; aspecto externo geral. (a) NaCl de granulometria fina; (b) NaCl de granulometria grosseira. (1) vista da superfície inferior; (2) vista em perspectiva.



Figura 4.14: Exemplo típico de amostras de compósitos da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração sobre partículas de cinasita de distintas granulometrias; aspecto externo geral. (a) cinasita de granulometria fina; (b) cinasita de granulometria grosseira. (1) vista da superfície inferior; (2) vista em perspectiva.



Figura 4.15: Exemplo típico de amostras de compósitos da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração sobre partículas de vermiculita de distintas granulometrias; aspecto externo geral. (a) vermiculita de granulometria fina; (b) vermiculita de granulometria grosseira. (1) vista da superfície inferior; (2) vista em perspectiva.

A face superior das amostras (não mostrada nas figuras), onde foi aplicada a pressão para infiltração, em geral apresenta uma camada sólida metálica contínua de pequena espessura, como conseqüência de resíduo da liga.

Pode-se observar também que a geometria da amostra reproduz com fidelidade a geometria da matriz empregada, apresentando cantos vivos e arestas planas, atestando novamente a elevada fluidez da pasta metálica nas condições empregadas nos experimentos. Esta propriedade permite a fabricação de produtos *near net shape*, eliminando operações de usinagem, por exemplo, as quais são dificultadas em materiais compósitos e especialmente difíceis ou mesmo impossíveis em produtos celulares.

4.3.2 Qualidade interna dos produtos obtidos

Todas as amostras de esponjas e compósitos fabricadas, aprovadas em testes visuais de qualidade, foram submetidas a tomografia computadorizada por Raios-X, para verificação da sua qualidade interna. Foram também tomografadas algumas amostras com defeitos visíveis, para uma melhor análise de sua extensão.

As Figuras 4.16 a 4.18 apresentam exemplos típicos de amostra apresentando boa qualidade interna e de amostra com defeitos, para fins de comparação, para cada tipo de material produzido. A seqüência de imagens corresponde a alguns planos transversais paralelos, mostrados a partir da superfície inferior para a superfície superior, em relação à altura da peça.

A Figura 4.16 apresenta imagens de esponjas metálicas produzidas pela infiltração da liga em partículas de NaCl de granulometrias fina e grosseira. Nas imagens das Figuras 4.16 (a-ii) é possível observar homogeneidade do material em todo seu volume, com similaridade de distribuição da fração metal/vazio em todos os planos, e ausência de defeitos. A mesma situação é observada na Figura 4.16 (b-ii), na qual as imagens mostram poros de maiores dimensões, em concordância com a maior granulometria das partículas de NaCl empregadas neste caso.

Nas imagens das Figuras 4.16 (a-i) e (b-i), tanto para o caso de esponja fabricada com o uso de partículas finas como partículas grosseiras de NaCl, respectivamente, pode-se observar que há algumas regiões de menor densidade onde paredes metálicas mais finas estão presentes. Estas imperfeições geralmente ocorrem na região central da amostra, em relação à sua altura total e também no centro da seção transversal. Isso pode ser explicado pela distribuição de forças no material ao ser sujeito à força uniaxial de compressão empregada para a infiltração do metal, a qual resulta em maiores esforços na região central da amostra. Na região, portanto, a compressão

sobre as partículas do agente bloqueador pode provocar adensamento por maior acomodação ou mesmo ruptura de partículas, dificultando a infiltração da pasta tixotrópica e resultando portanto em paredes metálicas mais finas no local. O defeito ocorre em materiais fabricados com partículas de NaCl finas e grosseiras.

O defeito de falha de preenchimento na região central da amostra foi o único tipo de defeito observado. Dados experimentais indicam uma maior freqüência de ocorrência deste tipo de defeito no caso do emprego de partículas finas de NaCl.

A Figura 4.17 apresenta típicas imagens de planos consecutivos de seções transversais de amostras de boa qualidade e exemplo de amostra com defeitos, de compósitos da liga AA7075 reforçados com vermiculita produzidos. Para o caso de reforços com granulometria grosseira, não foram obtidas amostras com defeitos que desqualificassem sua utilização; todas as amostras fabricadas apresentaram boa qualidade interna, segundo mostrado na sequência denominada (bii). Pode-se observar uma boa dispersão das partículas do reforço em todo o volume da amostra, o que lhe confere homogeneidade de distribuição de massa reforço/metal.

No caso de compósitos produzidos com vermiculita fina, as fotos da sequência (a-i) mostram falha de preenchimento nas seções mais distantes da região de aplicação da pressão para infiltração, isto é, o semi-sólido pode não alcançar a superfície inferior da camada de agente bloqueador. As partículas de vermiculita são sensíveis às pressões de infiltração devido à sua morfologia lamelar, podendo sofrer adensamento por ação dessas pressões. De fato, conforme apresentado no item 4.2.3, as pressões de infiltração no caso de uso de vermiculita foram inferiores às empregadas para os outros materiais de estudo. A dificuldade de infiltração até à superfície inferior pode, portanto, estar relacionada ao adensamento e aglomeração das partículas de vermiculita nesta região.



Figura 4.16: Imagens de planos sucessivos tomados por tomografia de Raios X de duas diferentes amostras de esponjs da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração em partículas bloqueadoras de NaCl de (a) granulometria fina; (b) granulometria grosseira. (i) exemplo típico de amostra de qualidade interna não aceitável; (ii) exemplo típico de amostra com boa qualidade interna.

Na Figura 4.18 são apresentados resultados típicos para amostras de boa qualidade interna e amostras com defeitos, estas rejeitadas para trabalho, de compósitos produzidos contendo cinasita nas duas granulometrias de partículas empregadas. Nas imagens das Figuras 4.18 (a-ii) relativas ao compósito contendo partículas finas de cinasita, é possível observar homogeneidade de dispersão das partículas do reforço em todo o volume do material, com similar dispersão em todos os planos observados. A mesma situação é observada na Figura 4.18 (b-ii), relativas ao compósito contendo partículas grosseiras. Neste caso, no entanto, observa-se paredes metálicas mais espessas, devido ao maior espaço livre entre as partículas esféricas da cinasita.

Defeitos típicos encontrados em compósitos contendo cinasita são apresentados nas Figuras 4.18 (a-i) e (b-i): é observada falha de preenchimento em algumas regiões, não necessariamente no centro da amostra, podendo ser atribuída à má dispersão das partículas do reforço. Dados experimentais indicam que a ocorrência de defeitos na fabricação de compósitos é menos dependente da granulometria do agente empregado do que no caso das esponjas, onde uma maior freqüência de defeitos pode ser detectada para partículas finas de NaCl.



Figura 4.17: Imagens de planos sucessivos tomados por tomografía de Raios X de duas diferentes amostras decompósitos da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração em partículas bloqueadoras de vermiculita de (a) granulometria fina; (b) granulometria grosseira. (i) exemplo típico de amostra de qualidade interna não aceitável; (ii) exemplo típico de amostra com boa qualidade interna.



Figura 4.18: Imagens de planos sucessivos tomados por tomografia de Raios X de duas diferentes amostras de compósitos da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração em partículas bloqueadoras de cinasita de (a) granulometria fina; (b) granulometria grosseira. (i) exemplo típico de amostra de qualidade interna não aceitável; (ii) exemplo típico de amostra com boa qualidade interna.

4.3.3 Densidade

Os produtos obtidos (esponjas, compósitos reforçados com cinasita e com vermiculita) tiveram suas densidades medidas por duas distintas técnicas: cálculo direto via medida de dimensões e peso e picnometria a gás He. Os resultados obtidos por ambos os métodos foram bastante similares entre si, com divergências inferiores a 0,01g/cm³, o que significa um valor da ordem de 1,5% do valor da menor densidade medida e da ordem de 0,6% para a maior densidade medida. Considerando-se a similaridade de resultados e as dificuldades de medição precisa de medidas geométricas, dada a irregularidade das amostras, somente as densidades medidas por picnometria são consideradas.

Para cada tipo de material foram analisadas três distintas amostras e para cada amostra, quatro distintas regiões (a amostra foi seccionada em quatro partes). Os valores médios encontrados são apresentados na Tabela 4.5.

	Granulamatria	luçuo eni u	iterentes contarça		
Tipo de produto	do agente bloqueador	Amostra	ρ (g/cm ³)	ρ (g/cm ³)	$ ho_{rel}$
	`	1	$0,71 \pm 0,05$		
	Fina	2	$0,73 \pm 0,01$	$0,77 \pm 0,09$	0,27
Ecnonia		3	$0,88 \pm 0,03$		
Esponja		1	$0,75 \pm 0,02$		
	Grosseira	2	$0,\!84\pm0,\!05$	$0,79\pm0,05$	0,28
		3	$0,\!78\pm0,\!05$		
		1	$1,05 \pm 0,05$		
	Fina	2	$1,13 \pm 0,03$	$1,09 \pm 0,04$	0,39
Compágita/vormiquilita		3	$1,09 \pm 0,03$		
Composito/vermiculita		1	$1,01 \pm 0,05$		
	Grosseira	2	$1,35 \pm 0,05$	$1,18 \pm 0,17$	0,42
		3	$1,17 \pm 0,03$		
		1	$1,52 \pm 0,02$		
	Fina	2	$1,58 \pm 0,03$	$1,59 \pm 0,08$	0,56
Compósito/cinasita		3	$1,67 \pm 0,03$		
		1	$1,64 \pm 0,03$		
	Grosseira	2	$1,57 \pm 0,05$	$1,62 \pm 0,05$	0,58
		3	$1,66 \pm 0,02$		

Tabela 4.5: Valores médios de densidade de esponjas e compósitos da liga AA7075 fabricados por tixoinfiltração em diferentes condições.

Como cada amostra foi subdividida em 4 partes, o resultado apresentado como "amostra 1" significa o valor médio e respectivo desvio-padrão da densidade medida para as 4 subdivisões daquela amostra. Observando-se os dados mostrados na Tabela 5, nota-se que entre as subdivisões de uma mesma amostra de material, o desvio-padrão é bastante reduzido, o que indica homogeneidade da densidade em todo o volume da amostra. Este resultado é obtido para todas as amostras produzidas.

Pode-se observar que os resultados gerais de densidade obtidos para as esponjas metálicas e para os compósitos produzidos indicam valores de desvio-padrão relativamente baixos, o que indica uma boa repetibilidade do processo nas suas diferentes configurações. Em todos os casos as densidades são significativamente inferiores à densidade do metal maciço, como mostram os valores de densidades relativas, as quais variam de 0,27 a no máximo 0,58. Estes resultados representam uma importante inovação: a fabricação de compósitos de baixa densidade, os quais podem se caracterizar como um novo material a ser explorado para diferentes aplicações de engenharia.

Os resultados gerais relativos à densidade dos produtos obtidos são apresentados graficamente na Figura 4.19.



Figura 4.19: Representação gráfica dos valores médios de densidade relativa dos diferentes tipos de materiais produzidos com base liga AA7075: (1) Esponja metálica; (2) Compósito com vermiculita; (3) Compósito com cinasita. Indicadas as diferentes granulometrias dos agentes bloqueadores.

Pode-se observar que a influência da granulometria das partículas do agente bloqueador nos resultados é desprezível; leve tendência à ocorrência de maiores densidades em produtos fabricados com partículas de maior granulometria, para todos os tipos de partículas empregadas, pode ser atribuída aos espaços maiores entre as partículas, facilitando a infiltração da liga metálica e resultando em menor resíduo final de liga não infiltrada (desconsiderada para o cálculo da densidade do produto).

Comparando-se os diferentes produtos, pode ser observado que os de menores densidades são as esponjas, dada a presença de poros, com os compósitos contendo vermiculita apresentando valores intermediários e os compósitos contendo cinasita apresentando os valores mais altos de densidade. Essas diferenças entre os compósitos são conseqüência da densidade das partículas e do teor em massa relativo de liga metálica/reforço empregados: a cinasita apresenta maior densidade e portanto, para um mesmo volume empregado, maior fração em massa relativo ao teor da liga metálica no compósito, do que a vermiculita.

4.3.4 Arquitetura dos produtos obtidos

A configuração espacial de um material celular ou de um compósito é denominada "arquitetura". A arquitetura de um material pode ser caracterizada pela fração relativa de seus constituintes – metal/vazios em uma esponja metálica e metal/reforços em um compósito de matriz metálica; pela distribuição espacial destes constituintes, dada pela homogeneidade da fração relativa por todo o volume e também pela variação de espessura de paredes metálicas entre poros ou partículas de reforço. Estes parâmetros foram medidos nos diferentes produtos fabricados e os resultados são apresentados a seguir.

A Figura 4.20 apresenta fotos de seções longitudinais de cada tipo de esponja metálica ou compósito produzido. Também são mostradas as respectivas imagens binarizadas, processo esse empregado para facilitar a análise quantitativa automatizada (por meio de *software* de análise de imagens) da morfologia dos materiais investigados.

10 mm



Figura 4.20: Fotos de seções transversais dos materiais à base da liga AA7075 produzidos e respectivas imagens binarizadas: (a) esponja com poros finos e (b) grosseiros; (c) compósito com vermiculita fina e (d) grosseira; (d) compósito com cinasita fina e (f) grosseira.

Pode-se observar uma distribuição aleatória mas razoavelmente homogênea dos vazios (no caso das esponjas metálicas) ou das partículas de reforço (no caso dos compósitos), ao longo da matriz metálica. Regiões próximas à periferia de amostras produzidas com vermiculita e cinasita grosseiras podem apresentar pequena redução do teor de reforço, conforme Figuras 4.20 (d) e (f). As regiões ou paredes metálicas entre partículas apresentam alta heterogeneidade quanto às suas dimensões, aqui chamada espessura. Para os materiais de granulometria grosseira, observa-se (em comparação aos respectivos de granulometria fina) maiores espessuras de paredes.

A) Fração de vazios ou de partículas de reforço:

A Tabela 4.6 mostra as proporções, em fração de área sobre seção longitudinal da amostra, de paredes metálicas e de vazios (no caso das esponjas metálicas) ou de reforços (no caso dos compósitos), conforme o tipo de material produzido, estimados a partir do processamento das imagens binarizadas. Para facilitar uma análise comparativa os mesmos dados são apresentados na forma de gráficos na Figura 4.21.

De modo a permitir uma avaliação da homogeneidade da distribuição de vazios ou de reforços em toda a seção observada cada seção foi subdividida em 6 regiões. Os resultados são apresentados na Tabela 4.6. (As subdivisões 1 e 2 são adjacentes à linha central da peça produzida, e as subdivisões 5 e 6 são adjacentes à sua superfície externa).

Tipo de produto	Granulometria	Teor médio de vazios/reforço por região (%)					Teor médio total de	Teor total	
	bloqueador	1 2 3 4 5 6	6	vazios/reforço (%)	metálicas (%)				
Esponja	Fina	77	72	68	68	63	73	70 ± 5	30
	Grosseira	74	73	71	82	76	63	73 ± 6	27
Comp./vermiculita	Fina	66	54	55	71	73	64	64 ± 8	36
	Grosseira	57	57	49	66	52	-32-	56 ± 6	44
Comp./cinasita	Fina	68	74	72	69	67	76	70 ± 4	30
	Grosseira	68	70	66	67	-37-	68	67 ± 1	33

Tabela 4.6: Teores de vazios ou de reforços e de paredes metálicas das esponjas e compósitos da liga AA7075 fabricados por tixoinfiltração em diferentes condições.



Figura 4.21: Representação gráfica dos valores médios de fração de vazios ou reforços nos diferentes tipos de materiais produzidos com base liga AA7075: esponja metálica; compósito com vermiculita; compósito com cinasita. Indicadas as diferentes granulometrias dos agentes bloqueadores.

Pode-se observar que para todos os casos, a fração da área ocupada por poros ou partículas de reforço correspondem a cerca de 56 a 70% do total. Estes valores correspondem aproximadamente ao valor da proporção em volume dos agentes bloqueadores empregados no interior do molde, de 2,2:1 (bloqueador:metal). Uma vez que seções longitudinais aleatórias de cada amostra foram analisadas e que as tomografias indicaram homogeneidade estrutural em todo o volume das amostras, pode-se considerar os valores de frações de constituintes nas áreas analisadas como boa aproximação dos valores de frações em todo o volume do material. No caso do compósito contendo vermiculita são obtidos os menores valores de fração relativa, o que pode ser atribuído à possibilidade de sua compressão durante a aplicação de pressão para a infiltração da pasta metálica.

Os valores obtidos em diferentes regiões de uma mesma seção (seções de 1 a 6) revelam uma certa dispersão, a acentuar regiões próximas da superfície externa lateral das amostras de compósitos fabricados com partículas grosseiras, tanto de vermiculita quanto de cinasita. Conforme comentado, nestas regiões há possibilidade de presença de excesso de metal (Figuras 4.20 (d) e (f)). De maneira geral, no entanto, pode ser considerada aceitável a distribuição macroscópica dos reforços e vazios. Também não são observadas variações significativas na distribuição macroscópica de vazios ou reforços como influência da granulometria do agente bloqueador empregado.

B) Espessura de paredes metálicas

As propriedades mecânicas em geral, bem como propriedades térmicas, entre outras, de um material celular ou compósito, são dependentes da distribuição relativa do metal e dos vazios ou reforços que o constituem. Esta distribuição pode ser avaliada pela medida das espessurs de paredes metálicas, isto é, das regiões metálicas entre poros ou partículas do elemento de reforço. A caracterização da espessura das paredes metálicas nos produtos fabricados foi feita a partir das imagens binarizadas, traçando-se linhas horizontais e verticais e medindo-se a espessura de parede ao longo dessas linhas (10 verticais e 10 horizontais). A Tabela 4.7 apresenta os valores médios obtidos, os quais são mostrados graficamente na Figura 4.22 para os diferentes tipos de materiais produzidos.

Tabela 4.7: Espessuras médias de paredes metálicas das esponjas e compósitos da liga AA7075 fabricados por tixoinfiltração em diferentes condições

rabileados por tixoninitação em anerentes condições.						
Material	Esponja Fina	Esponja Grosseira	Vermiculita Fina	Vermiculita Grosseira	Cinasita Fina	Cinasita Grosseira
Espessura média (mm)	0,87±0,7	1,29±1,3	1,31±1,0	2,11±1,6	1,05±0,6	1,37±1,2

É possível observar, em todos os casos, que os valores médios das espessuras de paredes metálicas apresentam uma alta dispersão, indicada pelos valores relativamente altos de desviopadrão registrados. Isso era esperado uma vez que, mesmo com uma distribuição relativamente homogênea de vazios (no caso das esponjas metálicas) ou de reforços (no caso dos compósitos), suas geometrias, bem como posição e orientação, não seguem nenhum padrão ordenado, sendo completamente aleatórios.

Os valores de espessuras de paredes são, em todos os casos, bem superiores ao diâmetro médio de glóbulos presentes na pasta tixotrópica empregada para infiltração, diâmetros estes com valor médio de $178 \pm 25 \mu m$, conforme item 4.2.2. Portanto, podem ser asseguradas, de modo geral, condições de infiltração da pasta em todas as situações. Entretanto, a espessura altamente irregular das paredes metálicas, demonstrada pelo alto desvio-padrão em todos os casos, indica a

presença de espaços reduzidos para infiltração, com dimensões que podem ser da ordem de grandeza das dimensões dos glóbulos nas pastas; nestas regiões pode haver separação de seus constituintes sólido e líquido, com a penetração somente de líquido, o que pode resultar em paredes com regiões com estrutura de morfologia dendrítica (resultado da solidificação do líquido) e não globulares.



Figura 4.22: Espessura média de paredes metálicas, obtida na análise macro da seção dos diferentes tipos de materiais produzidos.

Nos gráficos da Figura 4.22 pode ser observado que, para um mesmo tipo de material, a espessura média de paredes metálicas aumenta com o aumento da granulometria da partícula do agente bloqueador. Este fato é devido a um maior espaçamento para a penetração do metal entre partículas mais grosseiras.

Em relação ao tipo de material, observa-se tendência à ocorrência de maiores espessuras de paredes no caso dos compósitos contendo vermiculita, embora a diferença não possa ser considerada significativa diante da elevada dispersão dos valores médios. Considerando que todas as partículas de agentes bloqueadores empregados são de um mesmo intervalo de dimensões, dentro de uma mesma categoria (finas ou grosseiras), as variações das espessuras de paredes metálicas nos diferentes tipos de produtos podem ser relacionadas com a capacidade de acomodação e possibilidade de adensamento ou fratura das partículas durante a tixoinfiltração.

Assim, o emprego de partículas de cinasita, de elevada dureza e geometria arredondada resulta em compósitos com maiores valores de espessura de paredes metálicas; partículas de NaCl, mais frágeis e de geometria poligonal, podem resultar em compósitos com paredes metálicas finas por propiciar maior adensamento da pré-forma. Por outro lado, o emprego de partículas de vermiculita, de geometria mais planar e suscetível a amassamento durante infiltração, pode proporcionar caminhos de infiltração mais livres, resultando em paredes mais espessas como observado.

4.3.5 Microestrutura das paredes metálicas

As Figuras 4.23 a 4.25 apresentam microestruturas típicas obtidas por microscopia óptica, de amostras das esponjas e dos compósitos da liga AA7075 contendo partículas de vermiculita e cinasita como reforço, produzidas no trabalho. Não foram observadas distinções entre as microestruturas de um determinado tipo de material fabricado com agentes bloqueadores de distintas granulometrias, portanto uma só condição é apresentada para cada produto.

Pode-se observar nas fotos das Figuras referidas que as microestruturas das paredes metálicas dos diferentes produtos são semelhantes entre si: apresentam fase primária α com morfologia de dendritas equiaxiais ou rosetas e constituinte eutético em contornos. Também são observadas fases precipitadas no interior das rosetas, em regiões próximas à sua periferia, e pequenas regiões circulares no interior da fase α , constituídas de eutético similar ao presente nos contornos, indicando aprisionamento de líquido por coalescência de rosetas. Também se observa a presença de alguma porosidade nas paredes metálicas, provavelmente devida ao aprisionamento de gases (ar) durante a infiltração.



Figura 4.23: Microestrutura típica das paredes metálicas de liga AA7075 das esponjas metálicas produzidas por tixoinfiltração. MO.



Figura 4.24: Microestrutura típica das paredes metálicas dos compósitos da liga AA7075 reforçada com partículas de vermiculita, produzidas por tixoinfiltração. MO.



Figura 4.25: Microestrutura típica das paredes metálicas dos compósitos da liga AA7075 reforçada com partículas de cinasita, produzidas por tixoinfiltração. MO.

As microestruturas obtidas se assemelham à estrutura da pasta tixotrópica antes da infiltração (ver item 4.2.2), com exceção da morfologia da fase α , que no caso dos produtos se apresenta mais irregular do que os glóbulos da pasta.

A alteração da morfologia da fase primária durante o processo parece ter ocorrido pela degeneração dos glóbulos originais por efeito de aglomeração e coalescência em meio líquido durante a infiltração e o resfriamento da pasta. No entanto, como as dimensões das rosetas nas paredes dos produtos são compatíveis com as dimensões dos glóbulos da pasta que os originou, outros fatores devem ser levados em consideração. Em primeiro lugar, a possibilidade de separação da fração líquida da pasta tixotrópica na infiltração, promovendo locais com maior fração líquida que podem facilitar a degeneração da estrutura globular, favorecendo o crescimento dendrítico a partir dos glóbulos quando do resfriamento do material. Um outro fator a ser considerado é a reduzida condutividade das partículas de agentes bloqueadores empregadas, em particular as cerâmicas porosas utilizadas como reforço, o que pode fazer com que a liga metálica, ao ser infiltração e, como conseqüência, ter sua fração líquida aumentada. Após a infiltração, o material de reforço também contribui para uma taxa de resfriamento mais lenta da liga, permitindo a degeneração de glóbulos por crescimento dendrítico a partir de suas superficies (Robert, 1993).

A Figura 4.26 apresenta análise por EDS de pontos específicos em uma seção de parede de liga metálica, típica dos produtos fabricados – esponjas e compósitos de baixa densidade da liga AA7075. Os resultados indicam que o interior das rosetas possui composição semelhante à composição nominal da liga, com altos teores (cerca de 88%) de Al, e os espaços inter-rosetas apresentam teores bastante reduzidos desse elemento e elevados teores (em ordem decrescente de concentração) de Zn, Cu e Mg. Eutéticos ricos em Cu podem ser formados, além de outras fases com elevadas concentrações dos elementos detectados, como: Mg(Zn₂AlCu), CuMgAl₂, Cu₂FeAl₇, entre outras. Estas fases não são fases de equilíbrio, como comentado em itens anteriores, mas usualmente freqüentes em ligas AlZnMg Cu solidificadas em condições normais de resfriamento.





Figura 4.26: Análise de EDS de parede metálica típica de esponjas e compósitos da liga AA7075 produzidos por tixoinfiltração. (a) microestrutura com indicação dos pontos de análise; (b) teores em peso dos elementos encontrados nos pontos analisados.

4.3.6 Superfície de poros e interfaces metal/reforço

A Figura 4.27 apresenta imagens obtidas por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) de amostra típica de esponja metálica produzida (no caso, a partir de partículas de NaCl de granulometria fina). Pode-se notar que a geometria dos poros é mais irregular do que as partículas do agente bloqueador NaCl empregadas, as quais são poligonais, com faces planas e arestas agudas. Observa-se perfeitamente a estrutura de glóbulos/rosetas da liga metálica na superfície dos poros; não foi possível detectar a presença de óxidos. Estas observações sugerem ausência de

molhabilidade da partícula de NaCl pela liga semi-sólida, indicando, portanto, ausência de interação entre o NaCl e a liga metálica.

Adicionalmente, nessas imagens também se observa a presença de porosidades e vazios inter-rosetas, os quais podem ser resultantes de gases retidos no líquido da pasta ou ainda vazios de contração formados pela sua solidificação.



Figura 4.27: Imagens típicas da superfície de poros em esponjas da liga AA7075 produzidas por tixoinfiltração, utilizando cristais de NaCl de granulometria fina como bloqueadores removíveis (MEV).

Quanto às interfaces entre a matriz metálica e as partículas de reforço nos compósitos contendo vermiculita, os resultados são apresentados na Figura 4.28. Podem ser observados na foto (a) diferentes graus de interação entre o metal e a partícula de reforço, os quais são evidenciados nas fotos que complementam a Figura 4.28: interfaces abertas, sem nenhum contacto entre os componentes, são vistas na foto (d); interfaces com algum tipo de interação ou

molhamento são vistas na foto (e) – este caso representa a maioria das interfaces; e ainda a penetração de líquido entre lamelas da vermiculita é claramente observada nas fotos (b) e (c).

A presença de interfaces abertas, sem nenhum tipo de interação entre reforço e matriz pode ser devida à tensão superficial do metal, à evolução de gases a partir das partículas ou ainda contração de solidificação do metal.

A penetração da pasta metálica, que ocorre em situações em que a direção do fluxo de metal coincide com a direção das lamelas do reforço, promove um intertravamento mecânico entre matriz e reforço fortalecendo a interação, o que certamente poderá influenciar as propriedades mecânicas do material.

No tipo de interface de ocorrência mais freqüente, mostrada na foto (e), embora haja uma maior proximidade entre as superfícies do reforço e do metal, não são detectados produtos de reações entre eles. Neste caso aparentemente há um melhor molhamento da partícula da vermiculita pelo líquido da pasta ou simplesmente sua penetração nas porosidades da partícula; de qualquer maneira, a interação não é perfeita, podendo ser observada claramente a delimitação entre as superfícies dos distintos componentes.

Quanto às interfaces entre a matriz metálica e as partículas de reforço nos compósitos contendo cinasita, os resultados são apresentados na Figura 4.29. De maneira semelhante à apresentada pelo compósito contendo vermiculita, também neste caso podem ser observadas interfaces com diferentes graus de interação entre matriz metálica e reforço: interfaces abertas, sem nenhum tipo de interação; interfaces mais aproximadas com possível interação e ainda a possibilidade de penetração do metal em porosidades da superfície das partículas do reforço.

As partículas de cinasita são porosas, mas diferentemente do caso da vermiculita, possuem poucas porosidades externas; assim, embora as partículas de cinasita apresentem alguma rugosidade, possuem poucas porosidades abertas em sua superfície, dificultando a ocorrência de um intertravamento mecânico.

No caso de interfaces com maior interação, conforme observado na foto (e), a delimitação entre as superfícies dos dois componentes não é clara; para melhor avaliação foram feitas análises por EDS, as quais são apresentadas na Figura 4.30.

115



Figura 4.28: Imagens típicas de interfaces metal/reforço em compósitos da liga AA7075 reforçada com partículas de vermiculita (MEV, MO).



Figura 4.29: Imagens típicas de interfaces metal/reforço em compósitos da liga AA7075 reforçada com partículas de cinasita (MEV, MO).

Embora na imagem a diferença de aspecto entre a liga metálica e a cinasita seja pouco distinta, observa-se uma tênue linha separando os dois materiais. O ensaio de EDS para os pontos do lado da liga e do lado do reforço, indicam respectivamente as composições da liga e do reforço, não havendo evidências de contaminação ou penetração de metal na partícula cerâmica porosa, conforme dados apresentados na Tabela 4.8.



Figura 4.30: Microestrutura com indicação de pontos de análise por EDS de interface metal/reforço em compósitos da liga AA7075 contendo cinasita, produzidos por tixoinfiltração.

Tabela 4.8: Teores em peso dos elementos encontrados nos pontos analisados por EDS em interface típica metal/reforço em compósitos da liga AA7075 com partículas de cinasita.

Ponto de análise	0	Mg	Al	Si	K	Ca	Ti	Fe	Zn
1		1,32	89,22						9,46
2		1,33	89,89						8,79
3	29,55	1,09	11,09	37,1	7,27		0,9	12,99	
4	28,6	1,63	10,2	32,71	7,73	1,44	2,45	15,23	

Os valores dos teores em peso dos principais elementos presentes nos diferentes pontos analisados não evidenciam a presença de produtos de reação na interface entre a liga e a cinasita; os pontos 1 e 2 apresentam teores de Al, Mg e Zn compatíveis com os previstos na fase primária da liga, enquanto os teores de todos os elementos encontrados nos pontos 3 e 4 são compatíveis coma a composição da cinasita. Embora não tenha sido possível detectar gradientes de elementos na interface entre os dois constituintes, não pode ser descartada a possibilidade da ocorrência de alguma difusão de elementos (Al principalmente) da liga para o interior da superfície porosa da cinasita, resultando na aparente boa interação entre eles.

4.4 Produtos obtidos - Caracterização de propriedades mecânicas em compressão

4.4.1 Avaliação teórica

A estimativa teórica do comportamento mecânico dos materiais produzidos, foi realizada utilizando o modelo de Gibson e Ashby (1997) para materiais celulares, descrito no item 2.3.6.

Foram calculados teoricamente o módulo de elasticidade (E), a tensão de platô (σ_{PL}) e a deformação de densificação (ε_D). Importante notar que, como nos materiais produzidos a liga não se encontra mais na condição T6, as propriedades mecânicas da liga metálica maciça, necessárias aos cálculos, não correspondem mais aos valores da liga conforme fornecida, apresentados anteriormente. Dessa forma, para estabelecer uma correlação adequada, foram consideradas as propriedades da liga em seu estado recozido (MATWEB, 2011). Ou seja: densidade de 2,81 g/cm3, módulo de elasticidade de 71,7 GPa, e tensão de limite elástico de 103 MPa. As densidades relativas foram obtidas a partir dos valores experimentais de densidade do item 4.3.3. A Tabela 4.9 apresenta os resultados obtidos pela aplicação do modelo matemático.

		Gibson e Ashby (199	7).	
Tamanho de	Densidade	Módulo de	Tensão de platô	Deformação de
porosidade	relativa	elasticidade E (GPa)	σ_{PL} (MPa)	densificação ε _D
Fina	0,27	5,38	3,89	0,59
Grosseira	0.28	5.67	4.06	0.58

Tabela 4.9: Propriedades mecânicas das esponjas metálicas, estimadas segundo o modelo de Gibson e Ashby (1997).

Com base nos resultados obtidos, observa-se em todos os casos, que o material celular apresenta módulo de elasticidade bem inferior ao do metal maciço. A tensão de platô apresenta valores bastante moderados de tensão, e a densificação ocorre com altas taxas de deformação, próximas de 60%. Esses valores denotam um comportamento mecânico adequado a um material celular, sugerindo uma boa capacidade de absorção de energia na deformação.

Dado que os modelos levam em conta somente a densidade dos materiais e não sua arquitetura, os valores obtidos devem ser tomados como estimativa; por exemplo, os as esponjas analisadas apresentam distintas dimensões de poros e de paredes metálicas, o que pode trazer

diferenças sensíveis nas propriedades em compressão, no entanto, como apresentam densidades similares, apresentaram também propriedades similares.

4.4.2 Resultados experimentais em testes de compressão semi-estática

As propriedades mecânicas sob compressão são um dos principais fatores a serem analisados e correlacionados com as características estruturais e microestruturais observadas, para cada tipo de material. Foi realizado inicialmente teste de compressão semi-estática completa, até adensamento total e colapso da amostra e em seguida testes de compressão interrompida, para as esponjas metálicas e para ambos os tipos de compósitos produzidos, nas diferentes granulometrias empregadas. Devido ao grande número de ensaios, e à correlação entre o ensaio inicial de compressão contínua e os ensaios seguintes de compressão interrompida, este item será subdividido em itens que correspondem a cada tipo de material produzido.

A) Produto 1 - Esponjas metálicas com poros finos

A Figura 4.31 apresenta exemplo de curva de tensão x deformação obtida no ensaio de compressão semi-estática de amostra de esponja da liga AA7075 fabricada com bloqueador de dimensões finas. (O Apêndice A apresenta outras curvas obtidas para as mesmas condições). É possível observar três diferentes fases no comportamento do material:

- Inicialmente uma fase elástica, na qual há um acentuado aumento de tensão para uma pequena deformação, até se atingir um valor máximo (que corresponde a uma tensão de limite elástico).
- 2) Após atingido esse valor máximo, há uma queda acentuada dos valores de tensão, seguida da estabilização da tensão em um valor de patamar (platô), na qual ocorre significativo aumento da deformação. A queda abrupta do valor de tensão pode ser atribuída à ruptura ou flexão de paredes metálicas finas, e em seguida, numa reação em cadeia, ocorre o colapso progressivo da estrutura celular durante o patamar.
- 3) Em estágios avançados do ensaio, a tensão volta a subir de maneira mais acentuada, sem, no entanto, promover elevada deformação. Nesta etapa ocorre a densificação do material, com colapso das células, a ponto das paredes metálicas começarem a interagir

mecanicamente entre si. Conforme essa condição progride, o comportamento do material tende ao comportamento de uma estrutura metálica maciça.



Figura 4.31: Curva tensão x deformação típica obtida em ensaio completo de compressão semiestática de amostra de esponja metálica de poros finos da liga AA7075.

Esse comportamento é coerente com o previsto pela literatura para a compressão de esponjas metálicas (GIBSON e ASHBY, 1997). Contudo, a queda acentuada da tensão no final do regime elástico, bem como a presença de uma certa variação da tensão na região do platô sugerem um comportamento frágil das paredes da estrutura.

Na Tabela 4.10 são apresentados valores de propriedades extraídos a partir das curvas obtidas.

Propriedade	Valor
Densidade da amostra ensaiada (g/cm ³)	$0,74 \pm 0,01$
Máxima tensão ao final da fase elástica (MPa)	$7,12 \pm 0,44$
Deformação ao final da fase elástica (%)	$4,50 \pm 0,99$
Módulo de elasticidade (GPa)	$0,202 \pm 0,048$
Tensão média de platô (MPa)	$3,50 \pm 0,71$
Deformação de final da densificação (%)	$60,50\pm 6,36$
Energia na deformação (platô) (J/g)	$2,15\pm0,40$

Tabela 4.10: Valores de propriedades obtidas em ensaios de compressão semi-estática de amostras de esponjas da liga AA7075 com poros finos, fabricadas por tixoinfiltração.

Com base nas curvas obtidas no ensaio de compressão semi-estática, foram escolhidos quatro pontos de interrupção do ensaio, para análise do comportamento da estrutura do material durante deformação:

- 1) Logo após o final da fase elástica, no início da queda da tensão.
- 2) Ao final da queda da tensão, e início do platô.
- 3) Em um ponto fixo em meio ao platô de deformação (a 40% de deformação)
- Ao final da densificação (no caso de difícil identificação, a interrupção é feita em torno de 60% de deformação).

Assim, foram feitos testes de compressão interrompida nos pontos selecionados, empregando-se para tanto, uma amostra para cada teste. Os gráficos e fotos da Figura 4.32 apresentam as curvas obtidas em cada situação e aspecto da amostra ao final do respectivo ensaio.

Pelas curvas é possível se observar, que, mesmo se tratando de quatro amostras diferentes, há uma boa coerência entre as formas das curvas, com todas as amostras apresentando comportamento elástico até no máximo cerca de 9 MPa; o valor da tensão máxima ao final do regime elástico apresenta uma dispersão da ordem de 3MPa. Esta dispersão pode estar relacionada com a densidade das amostras, as quais se diferenciam entre si, conforme apresentado na Tabela 4.11. Observa-se que amostras com maior densidade tendem a apresentar também maiores valores de tensão de final de fase elástica.

Percebe-se nas curvas que há um princípio de platô em 4 MPa, mas logo em seguida a tensão cai novamente e se estabiliza em cerca de 2 MPa. Na última etapa de compressão, não há evidências claras de final de densificação, pois o ensaio foi finalizado com cerca de 65% de deformação para se evitar a destruição total da estrutura da amostra, o que comprometeu a determinação do valor médio da tensão do platô.

Pelas figuras, é possível observar que a fragmentação das amostras é iniciada com pouca deformação plástica, indicando fragilidade das paredes metálicas. Paredes de pequena espessura podem se romper para reduzidos valores de tensão aplicada.















Figura 4.32 Curvas tensão x deformação obtidas nos ensaios de compressão interrompida de amostras de esponjas da liga AA7075 com poros finos, para quatro diferentes pontos de parada, e o aspecto visual das respectivas amostras após o ensaio.

Ensaio	Tensão ao final da fase elástica	Tensão de platô (MPa)	Densidade da amostra (g / cm ³)
. <u></u>	(MPa)		
1	6,0	n.d.	0,73
2	8,5	n.d.	0,73
3	8,6	2	0,85
4	9,5	2	0,86
Valor médio dos ensaios 1-4	8,15±1,50		0,79
Valor médio incluindo ensaio total (Tab.4.10)	7,64±0,73		0,77

Tabela 4.11: Valores de propriedades obtidas em ensaios de compressão semi-estática interrompidos, de amostras de esponjas da liga AA7075 com poros finos, fabricads por tixoinfiltração.

B) Produto 2 - Esponjas metálicas com poros grosseiros

A Figura 4.33 apresenta curva típica de tensão x deformação obtida em ensaio de compressão semi-estático completo de amostra de esponja da liga AA7075 contendo poros grosseiros. De maneira semelhante à observada para a esponja de poros finos da mesma liga, o material apresenta claramente um estágio de regime elástico, ao final do qual há queda abrupta da tensão, seguido de um estágio de platô de deformação. Em comparação com a curva obtida

para a esponja de poros finos, nota-se que neste caso a irregularidade do platô é maior, o provavelmente devido à maior variação de valores de espessuras de paredes metálicas no interior do material. Paredes mais espessas impõem maior resistência à deformação, provocando aumentos locais de tensão e, portanto, maior irregularidade na tensão do platô.



Figura 4.33: Curva tensão x deformação típica obtida no ensaio completo de compressão semiestático de uma amostra de esponja metálica da liga AA7075 de poros grosseiros.

Na Tabela 4.12 são apresentados alguns dados de propriedades extraídos a partir da análise das curva de tensão x deformação obtidos nos diferentes ensaios.

Tabela 4.12: Valores de propriedades obtidas em ensaios de compressão semi-estática de amostras de esponjas da liga AA7075 com poros grosseiros, fabricadas por tixoinfiltração.

Propriedade	valor
Densidade da amostra ensaiada (g/cm ³)	$0,84 \pm 0,11$
Máxima tensão ao final da fase elástica (MPa)	9,21 ±2,81
Deformação ao final da fase elástica (%)	$5,40 \pm 1,06$
Módulo de elasticidade (GPa)	$0,209 \pm 0,042$
Tensão de platô (MPa)	$3,75 \pm 2,06$
Deform. de final da densificação (%)	$50,75 \pm 5,38$
Energia na deformação (platô) (J/g)	$2,07 \pm 1,12$

Com base nas curvas obtidas nos ensaios completos de compressão semi-estática, foram escolhidos quatro pontos segundo critério adotado para as esponjas de poros finos, para a repetição dos ensaios, agora interrompidos para análise das estruturas nos diferentes estágios da deformação. Os resultados são apresentados na Figura 4.34.














Figura 4.34: Curvas tensão x deformação obtidas nos ensaios de compressão interrompida de amostras de esponjas da liga AA7075 com poros grosseiros, para quatro diferentes pontos de parada, e o aspecto visual das respectivas amostras após o ensaio.

Pode-se observar semelhante comportamento em todos os ensaios, com variações nos valores de tensão no final do regime elástico. Na última etapa de compressão, há indícios do final da densificação da estrutura a partir de 55% de deformação. As fotos das amostras mostram que a fragmentação ocorre já no início da deformação plástica, indicando alta fragilidade das paredes metálicas. Os valores de tensão observados nas curvas estão listados na Tabela 4.13

Ensaio	Tensão ao final da fase elástica (MPa)	Tensão de platô (MPa)	Densidade da amostra (g / cm^3)
1	9,5	n.d.	0,74
2	11,1	n.d.	0,84
3	7,3	2	0,76
4	9,2	3	0,78
Valor médio dos ensaios 1-4	9,28±1,56		0,78
Valor médio incluindo ensaio total (Tab.4.12)	9,24±0,05		0,81

Tabela 4.13: Valores de propriedades obtidas em ensaios de compressão semi-estática interrompidos, de amostras de esponjas da liga AA7075 com poros grosseiros, fabricadas por tixoinfiltração.

Pode-se observar que amostras com maiores valores de densidade tendem a apresentar maiores valores de tensão máxima na deformação elástica.

C) Produto 3 – Compósito com vermiculita fina

A Figura 4.35 apresenta típica curva de tensão x deformação obtida em ensaio de compressão semi-estática de amostra de compósito da liga AA7075 produzida, contendo como reforço partículas finas de vermiculita. Pode-se observar comportamento típico de materiais celulares, com uma fase de deformação elástica seguida de platô de deformação plástica e, no final da solicitação, aumento da tensão requerida para a continuação da deformação. Este resultado é bastante interessante, mostrando que o compósito apresenta alta deformação com baixos níveis de tensões graças ao seu componente reforço poroso, e pode associar propriedades dos dois tipos de materiais.



Figura 4.35: Curva tensão x deformação típica obtida em ensaio completo de compressão semiestática de amostra de compósito da liga AA7075 contendo reforço de vermiculita de granulometria fina.

Pode-se observar que, com relação aos resultados obtidos para as esponjas do mesmo material, neste caso a queda da tensão antes do platô apresenta inclinação menos acentuada. Isso sugere a ocorrência de transferência de esforços para as partículas de reforço durante o colapso das paredes metálicas, e dessa forma a vermiculita, sendo maleável e bem acoplada mecanicamente à matriz, proporciona um efeito de amortecimento durante essa etapa. Este comportamento também pode ser responsável pela maior regularidade do platô. Ainda em comparação com as esponjas metálicas, nota-se um aumento significativo dos valores de tensão no final da fase elástica e tensão de platô, evidenciando a contribuição da vermiculita não apenas para o aumento da densidade do material, mas também para o aumento da sua resistência à deformação.

Na Tabela 4.14 são apresentados valores de propriedades obtidos a partir das curvas de tensão x deformação resultantes.

Tabela 4.14: Valores de propriedades obtidas em ensaios completos de compressão semi-estática de amostras de compósitos da liga AA7075 contendo partículas finas de vermiculita.

Propriedade	Valor
Densidade da amostra ensaiada (g/cm ³)	$1,05 \pm 0,06$
Máxima tensão ao final da fase elástica (MPa)	17,99 ±7,01
Deformação ao final da fase elástica (%)	$8,85 \pm 1,34$
Módulo de elasticidade (GPa)	$0,260 \pm 0,052$
Tensão de platô (MPa)	$7,00 \pm 2,83$
Deform. de final de densificação (%)	$53,50 \pm 0,71$
Energia na deformação (platô) (J/g)	$4,13 \pm 1,38$

Pode-se observar os valores superiores aos obtidos para as esponjas da mesma liga, para todas as propriedades medidas.

Quanto aos testes de compressão interrompidos (pontos de interrupção determinados segundo critérios comentados nos itens anteriores), os resultados são mostrados na Figura 4.36. É possível observar comportamentos semelhantes das curvas obtidas para diferentes amostras do mesmo tipo de material, indicando a homogeneidade da sua qualidade e repetibilidade do processo de sua fabricação. As amostras apresentam uma fase elástica até aproximadamente 20 MPa, seguida de um platô de cerca de 7 MPa. Na última etapa de compressão, registrou-se o início do aumento da tensão para deformação de aproximadamente 55%, valor este inviável para um material compósito de matriz metálica convencional.

Pelas figuras, é possível observar que, comparativamente às esponjas, os compósitos tendem a se manter coesos para tensões e deformações mais elevadas. A fragmentação, neste caso, resulta em blocos. Esse comportamento sugere uma fratura das paredes metálicas, de maneira similar à ocorrida com as esponjas metálicas, mas com a vermiculita atuando como elemento de coesão, impedindo a fragmentação excessiva do material.



Deformação (%)



Figura 4.36: Curvas tensão x deformação típica obtidas nos ensaios de compressão interrompida de amostras de compósitos da liga AA7075 com reforço de vermiculita de granulometria fina, para quatro diferentes pontos de parada, e o aspecto visual das respectivas amostras após o ensaio.

Os valores de tensão observados nas curvas tensão x deformação para os ensaios de compressão interrompidos estão listados na Tabela 4.15.

Ensaio	Tensão ao final da fase elástica (MPa)	Tensão de platô (MPa)	Densidade da amostra (g / cm^3)
1	18,9	n.d.	1,10
2	20,9	n.d.	1,13
3	20,2	7	1,10
4	20,3	7	1,05
Valor médio dos ensaios 1- 4	20,08±0,84		1,10
Valor médio incluindo ensaio completo (Tab. 4.14)	19,03±1,47		1,07

Tabela 4.15: Valores de propriedades obtidas em ensaios de compressão semi-estática interrompidos, de amostras de compósitos da liga AA7075 contendo vermiculita fina.

Pode-se observar baixa dispersão dos valores dispersão nos valores obtidos para tensões de final de deformação elástica e início da densificação do material, em concordância com também reduzida dispersão nos valores de densidade em diferentes amostras do material.

D) Produto 4 – Compósito com vermiculita grosseira

A Figura 4.37 apresenta curva de tensão x deformação típica obtida no ensaio de compressão semi-estática até a ruptura do material, para o compósito da liga AA7075 reforçada com partículas grosseiras de vermiculita.



Figura 4.37: Curva tensão x deformação obtida em ensaio total de compressão semi-estática de amostra de compósito da liga AA7075 com reforço de vermiculita de granulometria grosseira.

Pode-se observar o mesmo tipo de curva resultante para compósitos contendo vermiculita de finas dimensões; no entanto, valores mais elevados de tensão para início de densificação parecem ser requeridos neste caso, além de menor extensão do platô de deformação plástica. Os valores de propriedades obtidos a partir das curvas resultantes dos ensaios são apresentados na Tabela 4.16.

Tabela 4.16: Valores de propriedades obtidas em ensaios completos de compressão semi-estática de amostras de compósitos da liga AA7075 contendo partículas grosseiras de vermiculita.

Propriedade	Valor
Densidade da amostra ensaiada (g/cm ³)	$1,23 \pm 0,10$
Máxima tensão ao final da fase elástica (MPa)	$23,99 \pm 12,82$
Deformação ao final da fase elástica (%)	$8,90 \pm 2,08$
Módulo de elasticidade (GPa)	$0,294 \pm 0,124$
Tensão de platô (MPa)	$10,25 \pm 3,30$
Deform. de final de densificação (%)	$46,00 \pm 4,24$
Energia na deformação (platô) (J/g)	$5,50 \pm 2,21$

Os resultados de ensaios de compressão interrompida para os compósitos contendo partículas grosseiras de vermiculita são apresentados na Figura 4.38.





Figura 4.38: Curvas tensão x deformação obtidas nos ensaios de compressão interrompida de amostras de compósitos da liga AA7075 com reforço de vermiculita de granulometria grosseira, para quatro diferentes pontos de parada, e o aspeco visual das respectivas amostras após o ensaio.

Pelas curvas é possível observar, que, mesmo se tratando de quatro amostras diferentes, há uma boa coerência entre as formas das curvas, apesar de alguma dispersão entre os valores de tensão para o início da deformação plástica. As amostras apresentaram deformação elástica até aproximadamente 20 MPa; a tensão média de platô é da ordem de 8 MPa. Na última etapa de compressão, registrou-se o final da densificação com deformação de aproximadamente 55%.

As fotos das amostras mostram dano com desagregação do material já para cerca de 18% de deformação. A fragmentação produzindo blocos é observada em estágios mais avançados de deformação, embora não requeria aumento de tensão para ocorrência.

Os valores de tensão obtidos partir das curvas dos diferentes ensaios são apresentados na Tabela 4.17.

Pode ser observada que, embora a dispersão de valores a tensão de final de regime elástico seja significativa nos ensaios de amostras com compósitos contendo vermiculita grosseira, parece haver tendência ao aumento das tensões requeridas para a sua deformação tanto para o início da deformação plástica quanto a tensão de platô, quando comparadas com as requeridas para a deformação do compósito contendo partículas de vermiculita mais finas. Uma vez que as densidades desses materiais são pouco diferenciáveis entre si, e que as partículas de vermiculita são compressíveis, este aumento de tensões pode estar relacionado à maior espessura das paredes metálicas no caso dos compósitos contendo vermiculita grosseira.

	Tensão ao final	Tensão de	Densidade da
Ensaio	da fase elástica	platô	amostra (g /
	(MPa)	(MPa)	cm^3)
1	19,5	n.d.	1,18
2	23,0	n.d.	1,20
3	17,5	8	1,15
4	17,4	8	1,15
Valor médio dos ensaios 1-4	19,35±2,62		1,17
Valor médio incluindo ensaio completo	21,67±3,28		1,20
(1ab. 4.16)			

Tabela 4.17: Valores de tensão obtidos nos ensaios interrompidos de compressão semi-estática de amostras de compósitos da liga AA7075 com reforço de vermiculita de granulometria grosseira.

E) Produto 5 – Compósito com cinasita fina

Resultado típico obtido em ensaios completos de compressão semi-estática para os compósitos da liga AA7075 reforçados com partículas finas de cinasita é apresentado na Figura 4.39.

Pode-se observar também para este tipo de compósito, um comportamento típico de materiais celulares, com a presença de platô de deformação plástica para baixas tensões. Também é observada redução da tensão no final da etapa de deformação elástica, à semelhança dos outros materiais analisados no trabalho, atribuída à ruptura de paredes metálicas mais finas. Durante o colapso das paredes metálicas, o esforço é transferido para as paredes próximas e para o material de reforço, que também sofre esforços de compressão. Uma vez que a cinasita não é compressível como a vermiculita, é de se prever a possibilidade de sua ruptura durante adensamento do material. Pode-se observar também menor flutuação na tensão durante a deformação plástica no regime de platô, sugerindo que a ruptura também de partículas de cinasita torne o processo de colapso global do material mais uniforme.



Figura 4.39: Curva tensão x deformação típica obtida em ensaio completo de compressão semiestático de amostra de compósito da liga AA7075 com reforço de cinasita de granulometria fina.

Comparando os resultados com os obtidos para as esponjas, é observado aumento significativo dos valores de tensões de final de regime elástico e de platô, evidenciando a contribuição da cinasita não apenas para o aumento da densidade do material, mas também para o aumento da sua resistência à compressão. Comparando-se com os compósitos contendo vermiculita, os valores são superiores, atribuídos à não compressibilidade da cinasita.

Os valores de propriedades calculados do compósito, calculados a partir dos ensaios de compressão completos são apresentados na Tabela 4.18.

Propriedade	Valor
Densidade da amostra ensaiada (g/cm ³)	$1,60 \pm 0,10$
Máxima tensão ao final da fase elástica (MPa)	$41,26 \pm 15,29$
Deformação ao final da fase elástica (%)	9,75 ±0,86
Módulo de elasticidade (GPa)	$0,525 \pm 0,165$
Tensão de platô (MPa)	$8,25 \pm 1,89$
Deform de final da densificação (%)	$56,75 \pm 3,50$
Energia na deformação (platô) (J/g)	$7,98 \pm 2,43$

Tabela 4.18: Valores de propriedades obtidas em ensaios completos de compressão semi-estáticade compósitos da liga AA7075 com reforço de cinasita de granulometria fina.

Na Figura 4.40 são apresentados resultados de ensaios de compressão interrompidos para os compósitos contendo cinasita de granulometria fina.















Figura 4.40: Curvas Tensão x Deformação obtidas nos ensaios de compressão interrompida de uma amostra de compósito com reforço de cinasita de granulometria fina, para quatro diferentes pontos de parada, e o aspeco visual das respectivas amostras após o ensaio.

É possível observar, em primeiro lugar, similaridade na forma das curvas obtidas para diferentes amostras, no início dos ensaios, isto é, até o início da deformação plástica. Valores da ordem de 40 MPa são requeridos para o início da deformação plástica; o platô ocorre a um nível de tensão bem inferior, da ordem de 5 MPa. Na última etapa de compressão, não há evidência clara de final de densificação até cerca de 60% de deformação.

As fotos das amostras após interrupção do ensaio mostram total colapso para deformações já da ordem de 20%. No colapso do material há formação de fragmentos pequenos, nota-se mesmo a presença de pó resultante de esmagamento da cinasita, evidenciando a sua fratura frágil.

A partir das curvas de compressão interrompida foram calculados os valores de tensão para início da deformação plástica do material, os quais são apresentados na Tabela 4.19.

Pode-se observar valores elevados de tensão requerida para o início da deformação plástica no compósito; a dispersão dos valores é elevada e não permite correlação com a densidade das diferentes amostras ensaiadas, as quais por sai vez não são diferenciáveis entre si.

	Tensão ao final da	Tensão de	Densidade da
Ensaio	fase elástica	platô	amostra
	(MPa)	(MPa)	(g / cm^3)
1	33,5	n.d.	1,54
2	39,3	n.d.	1,59
3	41,8	3	1,62
4	41,4	4	1,57
Valor médio dos ensaios 1-4	39,0±3,83		1,58
Valor médio incluindo ensaio completo (Tab.4.18)	40,13±1,60		1,59

Tabela 4.19: Valores de tensão obtidos nos ensaios de compressão semi-estática de amostras de compósitos da liga AA7075 com reforço de cinasita de granulometria fina

F) Produto 6 – Compósito com cinasita grosseira

Na Figura 4.41 é apresentada curva típica resultante de ensaio completo de compressão semi-estática de compósitos da liga AA7075 contendo partículas grosseiras de cinasita como reforço.



Figura 4.41: Curva tensão x deformação típica obtida em ensaio de compressão semi-estática de compósitos com reforço de cinasita de granulometria grosseira.

O comportamento observado se assemelha ao comportamento dos compósitos contendo vermiculita grosseira como reforço: elevados valores para início da deformação plástica, pequena extensão do platô. Também é observada pequena flutuação nos valores de tensão durante a manutenção do platô, como observado para os compósitos contendo cinasita fina.

A Tabela 4.20 apresenta resultados de propriedades calculados a partir das curvas tensão x deformação obtidas nos ensaios de compressão total.

Tabela 4.20: Valores de propriedades obtidas em ensaios completos de compressão semi-estática de compósitos da liga AA7075 com reforço de cinasita de granulometria grosseira.

propriedade	valor.
Densidade da amostra ensaiada (g/cm ³)	$1,59 \pm 0,07$
Máxima tensão ao final da fase elástica (MPa)	$56,15\pm 5,88$
Deformação ao final da fase elástica (%)	$12,50 \pm 3,54$
Módulo de elasticidade (GPa)	$0,604 \pm 0,050$
Tensão de platô (MPa)	$21,00 \pm 12,73$
Deform. De final de densificação (%)	$51,50 \pm 0,71$
Energia na deformação (platô) (J/g)	12,61 ±5,38

Os resultados de ensaios de compressão interrompida para os compósitos contendo partículas grosseiras de cinasita são apresentados na Figura 4.42.

















Figura 4.42: Curvas Tensão x Deformação obtidas nos ensaios de compressão interrompida de uma amostra de compósito com reforço de cinasita de granulometria grosseira, para quatro diferentes pontos de parada, e o aspeco visual das respectivas amostras após o ensaio.

É possível observar, em primeiro lugar, similaridade na forma das curvas obtidas para diferentes amostras, no início dos ensaios, isto é, até o início da deformação plástica. Valores da ordem de 40 MPa são requeridos para o início da deformação plástica; o platô ocorre a um nível de tensão bem inferior, da ordem de 10 MPa. Na última etapa de compressão, não há evidência clara de final de densificação até cerca de 55% de deformação.

As fotos das amostras mostram dano com desagregação do material para cerca de 25% de deformação. O colapso total é observado em estágios mais avançados de deformação. No colapso do material há formação de fragmentos pequenos, nota-se mesmo a presença de pó resultante de esmagamento da cinasita, evidenciando a sua fratura frágil.

A partir das curvas de compressão interrompida foram calculados os valores de tensão para início da deformação plástica do material, os quais são apresentados na Tabela 4.21

Pode ser observado que, embora a dispersão de valores a tensão de final de regime elástico seja significativa nos ensaios de amostras com compósitos contendo cinasita grosseira, parece haver tendência ao aumento das tensões requeridas para a sua deformação tanto para o início da deformação plástica quanto a tensão de platô, quando comparadas com as requeridas para a deformação do compósito contendo partículas de cinasita mais finas. Uma vez que as densidades desses materiais são pouco diferenciáveis entre si, este aumento de tensões pode estar relacionado à maior espessura das paredes metálicas no caso dos compósitos contendo cinasita grosseira.

	Tensão ao final	Tanção do platô	Densidade da
Ensaio	da fase elástica	la fase elástica (MPa)	
	(MPa)	(MPa)	(g / cm^3)
1	48,7	n.d.	1,62
2	40,0	n.d.	1,60
3	35,9	12	1,55
4	35,9	10	1,51
Valor médio dos	40,13±6,03		1,57
ensaios 1-4			
Valor médio	48,14±11,33		1,58
incluindo ensaio			
completo			
(Tab.4.20)			

Tabela 4.21: Valores de tensão, obtidos nos ensaios de compressão semi-estáticos de uma amostra compósito com reforço de cinasita de granulometria grosseira.

4.4.3 Microestruturas após os ensaios de compressão

A análise da microestrutura dos materiais, após serem submetidos aos ensaios de compressão semi-estática interrompidos, foi realizada com o objetivo de proporcionar um melhor entendimento dos mecanismos de deformação envolvidos, que levaram às curvas de tensão x deformação obtidas. Os resultados serão apresentados a seguir, separados por tipo de material ensaiado (as esponjas metálicas e os dois tipos de compósitos).

A) Análise da microestrutura das amostras ensaiadas de esponjas metálicas

A Figuras 4.43 presenta imagens de microscopia óptica das amostras de esponjas metálicas submetidas ao ensaio de compressão interrompida, para os quatro diferentes pontos de parada utilizados.

Pelas imagens obtidas, é possível observar que a amostra de material, ensaiada até o primeiro ponto de parada, não apresenta alterações visíveis em sua microestrutura, o que é coerente uma vez que o ensaio foi interrompido assim que foi detectado o início da deformação plástica. No entanto, pode ser observado o surgimento de trincas interglobulares indicando a ocorrência da falha no espaço ocupado pelas fases secundárias, em regiões de paredes menos espessas. Essas trincas possuem pequenas aberturas (inferiores a 50 µm). A maioria das trincas abertas possui faces não-paralelas entre si, sugerindo uma solicitação predominantemente de flexão. Não foi observada a deformação ou alongamento da microestrutura da liga em regiões adjacentes à falha, fator esse que indica que houve uma fratura predominantemente frágil da fase eutética. Para a amostra ensaiada até o segundo ponto de parada, observa-se a evolução do mesmo mecanismo de falha constatado na etapa anterior, sendo que as trincas aumentam gradativamente de abertura e de quantidade ao longo da peça.

Com o progresso da solicitação, pode-se observar nas imagens relativas às microestruturas no ponto 3 de parada do ensaio, aumento das trincas, com maiores aberturas, causando fragmentação das paredes metálicas. Em algumas destas fraturas, observ-se deslocamento lateral, o qual sugere solicitações de cisalhamento ou sanfonamento (*buckling*). Também são observados indícios de deformação de glóbulos nas extremidades de alguns fragmentos, o que é um indicador de esforços de compressão, possivelmente pelo do início de interação mecânica entre paredes.





Figura 4.34: Imagens de esponjas metálicas de liga AA7075 submetidas a ensaio de compressão interrompida em distintos estágios: (1) ponto 1; (2) ponto 2; (3) ponto 3 e (4) ponto 4.

Por último, para as amostras ensaiadas até o quarto e último ponto de parada, observa-se o progresso das falhas anteriores, acrescentadas de maiores evidências da deformação da estrutura globular, com o surgimento de dendritas ou glóbulos alongados ou achatados, localizados principalmente nas extremidades ou pontos de contato entre fragmentos. Isso é coerente com o previsto na fase de densificação de materiais celulares, na qual, devido ao colapso das estruturas, as paredes começam a interagir entre si, promovendo a compressão do material metálico.

De modo geral, levando-se em conta todas as etapas do ensaio de compressão interrompida, pode-se considerar que o modo de deformação observado para as paredes das esponjas metálicas envolve inicialmente ruptura de paredes de menor espessura, por fratura interglobular através da fase eutética; com a continuidade da aplicação de tensão, maior quantidade de paredes se rompem provavelmente por flexão, e deformação plástica na microestrutura é observada somente em estágios mais avançados da densificação, quando há possibilidade de contacto entre paredes metálicas.

Macroscopicamente, os efeitos da compressão foram bastante pronunciados, quanto ao dano às amostras:

- Após a primeira etapa: amostra visualmente íntegra.
- Após a segunda etapa: um fragmento principal central, com desprendimento de fragmentos nas extremidades.
- Após a terceira etapa: fragmentos grandes (dimensões em cerca de 10 mm).

• Após a quarta etapa: fragmentos pequenos (dimensões em cerca de 5mm).

B) Análise da microestrutura das amostras ensaiadas de compósitos com partículas de vermiculita

A Figura 4.44 apresenta imagens de microscopia óptica das amostras de compósitos com partículas de vermiculita, submetidas aos ensaios de compressão interrompida, para os diferentes pontos de interrupção.

É possível observar que a amostra de material ensaiada até o primeiro ponto de parada (final da deformação elástica e início da deformação plástica) não apresenta muitas alterações em sua microestrutura; no entanto, pode-se observar já o surgimento de algumas trincas em regiões interglobulares, devido à fratura do componente eutético aí presente. Nem todas as trincas apresentam direção preferencial, indicando a ocorrência de diferentes tipos de solicitação, além da flexão. Não foi possível observar evidências de deformação nas microestruturas adjacentes à falha, o que sugere que houve uma fratura predominantemente frágil do componente eutético até este ponto. Contudo, se comparado ao caso das esponjas metálicas, observa-se um número maior de trincas iniciadas até esse ponto do ensaio. Como a geometria das paredes metálicas é bem mais irregular neste caso (devido à geometria do material de reforço), considera-se que isso possa ter facilitado a ocorrência de um número maior de trincas, iniciadas em determinadas regiões como pontos de concentração de tensão ou partes mais estreitas das paredes. De fato, em muitas imagens é possível observar trincas que atravessam espaços ocupados por partículas de reforço.

Nas imagens obtidas com a amostra ensaiada até o segundo ponto de parada, é possível observar uma maior abertura das trincas, e também o início da ocorrência de trincas múltiplas adjacentes, causando a fragmentação de paredes metálicas. Também é observada presença de glóbulos alongados e/ou achatados nas extremidades e interfaces de alguns fragmentos, mas ainda de forma bem pontual, sugerindo interação entre fragmentos sob esforços de compressão.





Figura 4.35: Imagens de compósitos de liga AA7075 com reforço de vermiculita submetidas a ensaio de compressão interrompida em distintos estágios: (1) ponto 1; (2) ponto 2; (3) ponto 3 e (4) ponto 4.

Pelas imagens obtidas com a amostra ensaiada até o terceiro ponto de parada, é possível observar o aumento ainda mais intenso das trincas e uma alta fragmentação das paredes metálicas. Também se observa a ocorrência em vários lugares de dendritas ou glóbulos deformados, resultantes de uma maior incidência de compressão do metal nas estruturas. Esse tipo de falha indica a ocorrência de solicitações de compressão sobre a parede metálica. Considera-se que o surgimento antecipado desse tipo de deformação (se comparado ao caso da esponja metálica) possa ter sido causado pela maior irregularidade geométrica das paredes metálicas, que pode levar a maiores concentrações de tensão em determinados pontos. Ou ainda, pelo mesmo motivo, pode ter ocorrido uma precoce interação entre superfícies de paredes, nos pontos em que elas apresentam saliências.

Por último, para as amostras ensaiadas até o último ponto de parada, observou-se apenas o progresso e a intensificação de todas as falhas anteriores observadas na etapa anterior, com a presença de alta fragmentação, e trincas com aberturas maiores que 100µm.

De um modo geral, levando-se em conta todas as etapas do ensaio de compressão interrompida, o mecanismo interno de deformação do material apresentou algumas diferenças, se comparado ao ocorrido no ensaio das esponjas metálicas. Isso é um indicativo da influência da presença da vermiculita como material de reforço exercida sobre o comportamento mecânico do material.

Além da já mencionada geometria mais irregular desse tipo de reforço (que se reflete na geometria das paredes metálicas), outro fator que teve influência sobre os resultados obtidos foi a

presença da vermiculita como material de reforço. Aparentemente, como a vermiculita expandida é um material bastante maleável, ela não contribuiu de maneira significativa para suportar os esforços durante as etapas iniciais de compressão. No entanto, nas últimas etapas, considera-se que a vermiculita tenha contribuído como elemento densificador, haja visto a maior ocorrência de deformação na estrutura metálica. Como a vermiculita é um material poroso, assim como um material celular, sua partícula pode transferir maiores esforços se for comprimida até sua densificação.

Outro fator importante sobre o comportamento mecânico do material, é a atuação da vermiculita como elemento de coesão, evitando o desprendimento de pedaços da amostra durante o ensaio, e portanto favorecendo que uma quantidade maior do material participasse integralmente do ensaio, e uma maior quantidade de material estivesse disponível para interagir entre si na fase de densificação. De fato, macroscopicamente, a fragmentação das amostras ensaiadas foi bastante reduzida, se comparado ao caso das esponjas metálicas, da seguinte forma:

- Após a primeira etapa: amostra visualmente íntegra.
- Após a segunda etapa: amostra atravessada por grandes trincas, mas ainda coesa.
- Após a terceira etapa: fragmentos grandes (dimensões em cerca de 1/3 a 1/5 do tamanho da amostra).
- Após a quarta etapa: fragmentos grandes (dimensões em cerca de 10mm).

C) Análise da microestrutura das amostras ensaiadas de compósitos com partículas de cinasita

A Figura 4.45 mostra imagens de microscopia óptica das amostras de compósitos com partículas de cinasita submetidas ao ensaio de compressão interrompida, respectivamente para o primeiro e segundo ponto de parada utilizados.

Para a amostra ensaiada até o primeiro ponto de parada, é possível observar que (de maneira similar aos materiais anteriormente ensaiados) nesta etapa iniciou-se o surgimento das trincas nas paredes metálicas. Contudo, essas trincas se abriram de maneira predominantemente paralela entre suas faces, indicando que a solicitação predominante nas paredes não foi de flexão como nos casos anteriores, mas sim de tração e compressão. Em regiões pontuais do compósito, foram encontrados indícios de deformação de glóbulos por compressão. Essas duas características

observadas indicam uma forte atuação estrutural das partículas de reforço no material, já nesta etapa de compressão. Considera-se que o reforço interagiu com as paredes metálicas, de maneira a exercer apoio lateral, estabilizando as paredes e impedindo sua flexão. O reforço também proporcionou uma alta transferência de esforços de compressão de uma parede para outra, chegando a causar a deformação do metal em pontos específicos.

Nas imagens obtidas com a amostra ensaiada até o segundo ponto de parada, observa-se mais algumas evidências de deformação das paredes metálicas por compressão, em alguns pontos. Observa-se também uma mudança no padrão de trincas, com o surgimento de trincas com grandes ângulos de abertura entre suas faces. Considera-se que isso tenha ocorrido como conseqüência da falha catastrófica de algumas partículas de reforço, o que levou à flexão e ao cisalhamento, intensos e repentinos, de algumas paredes. Em alguns pontos observou-se o início da fragmentação por trincas adjacentes, devido ao aumento do número de trincas.





Figura 4.36: Imagens de compósitos de liga AA7075 com reforço de cinasita submetidos a ensaio de compressão interrompida em distintos estágios: (1) ponto 1; (2) ponto 2; (3) ponto 3 e (4) ponto 4.

Para as amostras ensaiadas até o terceiro e quarto pontos de parada, observa-se apenas a progressiva evolução das falhas iniciadas nas etapas anteriores. Ou seja, ocorreu um aumento das trincas, da fragmentação, e da compressão da estrutura globular, embora esta última tenha ocorrido apenas em pontos específicos (principalmente pontos de concentração de tensão como estreitamentos e pontos de contato entre fragmentos). Há, em diferentes trechos das amostras combinações entre trincas de grandes aberturas (da ordem de 100 um) com trincas de pequenas aberturas, sugerindo um efeito cascata (as trincas menores seriam mais recentes). A visualização da fragmentação nem sempre é clara, pois as fronteiras de trincas de grandes dimansões se confundem com as fronteiras entre matriz e reforço em alguns casos.

Em algumas regiões das amostras ensaiadas até o quarto ponto de parada, foi observada uma alta fragmentação, combinada com deformação dos fragmentos. Supõe-se que isso seja conseqüência das propriedades mecânicas das partículas de reforço, as quais possuem uma alta resistência inicial, seguida de uma falha catastrófica. Dessa forma, num mecanismo provável, as partículas de cinasita levam inicialmente à compressão das paredes metálicas adjacentes (que se deformam), e em seguida ao se romper transferem todo o esforço estrutural para essas paredes metálicas deformadas, as quais se romperam entre os glóbulos, resultando nos fragmentos formados por glóbulos deformados, que puderam ser observados. Outra possibilidade é que, com as partículas de reforço já rompidas e compactadas, as estruturas metálicas tenham sido submetidas a esforços de compressão com leve cisalhamento, e posteriormente tenham começado a se desagregar devido à ausência de suporte do reforço (já rompido).

De um modo geral, levando-se em conta todas as etapas do ensaio de compressão interrompida, o mecanismo interno de deformação do material metálico apresentou algumas diferenças se comparado com o ocorrido no ensaio das esponjas metálicas e dos compósitos com vermiculita. Novamente, ressalta-se o papel da característica de alta resistência, aliada à fratura frágil do material de reforço de cinasita, nos resultados obtidos. Comparativamente com a vermiculita, as partículas de cinasita atuaram de maneira diferente ao longo do tempo, oferecendo uma grande resistência nas etapas iniciais, e reduzida em seguida, devido à falha catastrófica das mesmas.

Outro fator de destaque para esse tipo de compósito foi a boa adesão entre matriz e reforço, ocorrida em alguns pontos do material. A Figura 4.54 mostra uma imagem de microscopia, na qual é possível de se observar uma trinca que se abriu de maneira contínua entre matriz e reforço, indicando uma interação mecânica, com distribuição de esforços entre os dois componentes.



Figura 4.37: Imagem de M.O. de uma amostra de compósito de liga AA7075 com reforço de cinasita submetida ao ensaio de compressão interrompida, mostrando continuidade de trinca entre matriz e reforço.

Macroscopicamente, as amostras de compósitos com cinasita apresentaram uma alta fragmentação ao longo das etapas dos ensaios de compressão, somada à presença de um pó resultante do esmagamento de cinasita. Basicamente, a fragmentação foi similar à que ocorreu com as esponjas metálicas, ou seja:

- Após a primeira etapa: amostra visualmente íntegra.
- Após a segunda etapa: um fragmento principal central, com desprendimento de fragmentos nas extremidades.
- Após a terceira etapa: fragmentos grandes (dimensões em cerca de 10 mm).
- Após a quarta etapa: fragmentos pequenos (dimensões em cerca de 5mm).

4.4.3 Resultados experimentais em testes de compressão dinâmica (impacto)

Os ensaios de impacto foram conduzidos no equipamento de drop-test, conforme apresentado no capítulo 3. O equipamento foi configurado de forma a proporcionar uma velocidade de impacto de aproximadamente 3,0 m/s. A massa total de impacto deveria ser configurada de forma a oferecer uma energia pelo menos 2 vezes maior do que a absorvida no ensaio semi-estático, para cada tipo de material, para garantir uma velocidade de compressão aproximadamente constante durante a maior parte do ensaio.

Todavia, infelizmente na maioria dos casos as amostras se estilhaçaram durante a absorção do impacto, comprometendo a confiabilidade dos resultados obtidos na região de platô e de densificação. Os valores de energia foram por esse motivo, reduzidos empiricamente, buscando uma absorção de energia de maneira mais estável. Embora tenha sido obtida alguma melhoria, considerando o limitado número de amostras disponíveis, somente o pico máximo de tensão ao final da fase plástica foi considerado para efeito de análise.

A Figura 4.55 mostra as curvas obtidas para os ensaios dos materiais, com no mínimo três amostras ensaiadas por tipo de material. As curvas estão em força (kN) versus deslocamento (mm). No caso, está mostrada apenas a região inicial correspondente à tensão máxima inicial que marca a transição entre a fase elástica e a fase plástica.

Baseado numa suavização das curvas obtidas, foram extraídos os valores de força mostrados na Tabela 4.22a, e estes foram convertidos para tensão (MPa), segundo a área do punção de impacto.



Figura 4.38: Curvas de força versus deslocamento obtidas no ensaio de impacto das amostras dos diferentes materiais produzidos, com sucessivas repetições por condição: Esponjas metálicas com poros (a) finos e (b) grosseiros; compósitos com vermiculita de granulometria (c) fina e (d) grosseira; compósitos com cinasita de granulometria (e) fina e (f) grosseira.

Amostra	Material	ρ (g/cm ³)	Força	Tensão	Energia de
			máxima	máxima	ensaio (J)
			aprox. (kN)	aprox. (MPa)	
I1	Esponia	0,67	2	6,37	36
I2	metálica fina	0,66	2	6,37	25
I3		0,89	5	15,92	23
I4	Esnamia	0,77	2,5	7,96	26
I5	Esponja	0,91	4,5	14,32	30
I6	metanca	0,94	4	12,73	20
I7	grossena	0,76	2	6,37	30
I8	Compósito	1,12	11,5	36,61	
I9	vermiculita	1,10	12	38,20	30
I10	fina	1,07	9	28,65	
I11	Compósito	1,37	19	60,48	
I12	vermiculita	1,08	7	22,28	30
I13	grosseira	1,30	16	50,93	
I14	Comm (site	1,54	16	50,93	
I15	Composito	1,63	22	70,03	36
I16	cinasita fina	1,68	27	85,94	
I17	Compósito	1,62	20	63,66	
I18	cinasita	1,64	32	101,86	36
I19	grosseira	1,64	35	111,41	

Tabela 4.22: (a) Valores máximos de força e tensão no limite da região elástica, obtidos no ensaio de impacto das esponjas metálicas e compósitos produzidos; (b) Valores de tensão agrupados por similaridade dos valores de densidade.

-			
Material	Grupo	ρ média (g/cm3)	Tensão média (MPa)
		(g/cm3)	(IVII d)
Esponia E	А	0,67	6,37
L'sponja r	В	0,89	15,92
Espania C	А	0,77	7,16
Esponja G	В	0,93	13,56
Vermiculita F	А	1,10	34,48
Vormioulita C	Α	1,08	22,28
vennicunta G	В	1,34	55,70
Cinceite E	А	1,54	50,93
	В	1,66	77,99
Cinasita G	А	1,63	92,31

Pelas curvas dos impactos é possível observar que, apesar da dispersão encontrada em alguns casos, os valores de força (e consequentemente tensão), para todos os tipos de materiais produzidos, foram menores no caso das granulometrias finas, e maiores no caso das respectivas granulometrias grosseiras. Também se observa que há uma grande diferença conforme o tipo de material, com as esponja metálica apresentando os menores valores e o compósito de cinasita apresentando os maiores.

Comparativamente entre cada repetição de ensaio, embora tenham sido utilizados valores diferentes de energia de impacto, esta não demonstrou muita influência sobre o resultado, fato observável sobretudo no caso de mesmos materiais ensaiados com energias diferentes. Por outro lado, observa-se que a densidade do material tem grande influência sobre as amplitudes dos picos, com as amostras mais densas apresentando valores de tensão mais altos se comparados às amostras de mesmo material com menor densidade.

Para facilitar a visualização da influência da densidade nos resultados obtidos, a Tabela 4.22.b apresenta os valores agrupados em valores maiores ou menores de densidade. Nos casos em que as amostras todas possuíam valores próximos de densidade, foi mantido um grupo único. A Figura 4.56.a apresenta esses valores médios graficamente. É possível observar que é a influência da densidade é bastante acentuada. Já a Figura 4.56.b apresenta os valores médios gerais para cada tipo de material produzido, que mostra comparativamente aquilo que já se observava anteriormente nas curvas obtidas: a tendência de ocorrerem maiores picos de tensão com as granulometrias grosseiras, e os picos registrados com as esponjas metálicas tendo sua amplitude consideravelmente inferior às dos compósitos. E dentre esses últimos, os compósitos com cinasita apresentaram as maiores tensões envolvidas na sua compressão dinâmica.

Sobre o estilhaçamento das amostras, considera-se que dentre os fatores que contribuíram para esse efeito é uma tendência a comportamento frágil das paredes metálicas, somado ao o fato de que o punção de impacto não cobria toda a área da amostra. Isso fez com que, a região periférica das amostras, ao redor da região comprimida, não ficasse sujeita a forças de compressão no eixo vertical, mas sim apenas forças de tração lateral, decorrentes da deformação de sua parte central.

157



Figura 4.39: Valores médios de tensão máxima de compressão, obtidos nos ensaios de impacto dos materiais produzidos: (a) valores agrupados por densidade (A: menor, B: maior); (b) médias gerais por tipo de material e granulometria.

4.4.4 Discussão geral

A) Comparação entre as propriedades mecânicas dos produtos obtidos:

Com base nas curvas obtidas nos ensaios de compressão semi-estática e nos dados extraídos das mesmas, observa-se que os valores gerais de tensão das curvas foram consideravelmente menores no caso das esponjas metálicas, se comparados aos valores obtidos com os compósitos. Isso era esperado, uma vez que, no caso dos compósitos, os reforços mesmo sendo porosos contribuíam para um aumento da densidade e da resistência do material. Enquanto isso, no caso das esponjas, esse espaço era ocupado apenas por ar, que não estava sob pressão por se tratar de células abertas.

Também se observa, para as esponjas, que a granulometria exerceu influência significativa no comportamento do material, sendo que as amostras de granulometria grosseira apresentaram um valor de tensão de limite elástico mais alto, seguido de um platô mais irregular. Os valores mais altos de tensão, considera-se que sejam causados pela maior espessura de paredes e densidade um pouco mais elevadas, nesse caso. O platô mais irregular, considera-se que seja um efeito do maior tamanho das células em relação ao tamanho da amostra, que leva a uma maior influência de irregularidades da estrutura celular no resultado (MOTZ, PIPPAN, KRISZT, 2002).

Para os compósitos, foi interessante observar que eles seguiram o mesmo padrão de comportamento mecânico típico de materiais celulares, o que considera-se que foi proporcionado pela arquitetura interna semelhante, além do fato de as partículas de reforço serem porosas, constituindo na prática espumas sintáticas. Nos ensaios realizados com os compósitos, também foi possível observar que uma maior granulometria levou a um pico inicial de tensão mais alto, além de maiores valores de tensão de platô, e uma densificação antecipada com menores valores de deformação. Na comparação entre granulometrias, considera-se que isso seja efeito principalmente das maiores espessuras de paredes. Não se observou, no entanto, irregularidades no platô tão acentuadas como as que foram obtidas no caso das esponjas metálicas de maior granulometria, o que sugere que a presença do material compósito promova a estabilização de um platô que tenderia a ser mais irregular.

Dentre os compósitos, os materiais que apresentaram curvas de tensão com valores de limite elástico mais elevados, foram os compósitos de cinasita. Da mesma forma, os compósitos com esse tipo de reforço apresentaram uma grande diferença entre o valor de pico e o valor de platô subsequente. Considera-se que isso seja conseqüência da maior densidade e dureza das partículas de reforço, que a partir desse ponto do ensaio começaram a se romper de maneira frágil ou a se desacoplar da matriz metálica. Por outro lado, os compósitos de vermiculita, mesmo com menores tensões de limite elástico, apresentaram tensões de platô ligeiramente superiores, e uma densificação um pouco mais precoce, se comparados aos compósitos de cinasita da mesma granulometria. Ainda para os compósitos com partículas de vermiculita, observou-se uma curva tensão x deformação mais suave. Supõe-se que esse comportamento seja favorecido pela presença da vermiculita que possui bom acoplamento mecânico com a matriz metálica e, diferentemente da cinasita, é um material maleável.

Além das diferenças decorrentes da presença dos espaços vazios (no caso das esponjas metálicas) ou dos diferentes tipos de reforços porosos empregados (no caso dos compósitos), outro fator que se considera que tenha influenciado o comportamento mecânico de cada tipo de material foi a geometria das paredes metálicas, a qual era diferente em conseqüência das diferenças de geometria das partículas empregadas (já que a liga foi infiltrada entre elas). Os cristais de NaCl poliédricos, as partículas de vermiculita lamelares e as partículas de cinasita esferoidais. Pela observação da morfologia das paredes (item 4.4.2 G), é possível observar algumas propriedades geométricas importantes: No caso das esponjas metálicas, as paredes metálicas apresentavam muitos cantos e vértices, os quais podiam contribuir para uma menor resistência mecânica das paredes metálicas, ao se tornarem pontos de concentração de tensão, e de maneira semelhante os compósitos de vermiculita, com suas porosidades abertas de partículas dando origem a paredes metálicas com reentrâncias e saliências. Por outro lado, os compósitos com cinasita possuíam as paredes metálicas predominantemente arredondadas, em formato de arco, favorecendo uma maior resistência. E além desses fatores, outros são de importância, como a homogeneidade da espessura das paredes ao longo da amostra.

A Figura 4.40 mostra gráficos comparando diferentes propriedades extraídas das curvas de tensão *versus* deformação dos ensaios de compressão: módulo de elasticidade (E), tensão de limite elástico (σ_E), tensão de platô (σ_{PL}), e deformação de densificação (ϵ_D), em seus valores médios para cada tipo de material. O gráfico dos módulos de elasticidade e das tensões de limite elástico mostra que essas propriedades apresentam os menores valores para a esponja metálica, valores intermediários para os compósitos com vermiculita, e valores mais altos para compósitos com cinasita. Para todos os tipos de material, os valores ficam muito abaixo das propriedades da liga 7075 maciça (E de 71,7 GPa e σ_E de 103MPa). Considera-se que os valores mais altos do módulo de elasticidade e da tensão de limite elástico, para os compósitos, sejam um indicativo da atuação estrutural do material de reforço já durante a fase elástica da estrutura metálica ao redor das partículas, razão pela qual o incremento no caso da cinasita é muito maior, uma vez que esse é um material de alta dureza, contrastando com a alta compressibilidade da vermiculita. Adicionalmente, é possível observar que, em ambos os casos, a influência na granulometria nos resultados é bastante reduzida, sobretudo nas medidas de módulo de elasticidade.



Figura 4.40: Resultados médios dos valores de: (a) Módulo de elasticidade; (b) Tensão de limite elástico; (c) Tensão de platô; (d) Deformação de densificação. Obtidos nos ensaios de compressão contínua e interrompida.

A comparação da tensão de platô dos diferentes materiais mostrou tendências parecidas, com as esponjas metálicas apresentando valores de tensão bastante inferiores aos dos compósitos, fato que já era esperado. O gráfico sugere ainda que a tensão de platô com compósito com cinasita seja maior que do compósito com vermiculita, se fossem tomadas as médias entre as duas granulometrias de cada material. Em relação à granulometria, todos os materiais apresentaram a tendência de registrar maiores tensões de platô com maiores granulometrias: As esponjas

metálicas apresentaram uma influência muito pequena desse parâmetro, os compósitos de vermiculita apresentaram uma influência moderada, e os compósitos com cinasita tiveram uma diferença muito ecentuada entre os valores de tensão conforme sua granulometria. Embora fosse esperado que os compósitos de cinasita (cujos reforços são maior densidade e resistência mecânica) apresentassem os maiores valores de tensão em todos os casos, essa alta dispersão fez com que o material de granulometria fina obtivesse menor platô de deformação do que os compósitos de vermiculita. Considera-se que essa dispersão tenha ocorrido devido ao comportamento frágil dos reforços de cinasita, que colapsavam de maneira catastrófica dentro da estrutura metálica. E também os resultados sugerem, para todos os casos, que a espessura e geometria de parede apresenta um papel importante sobre a tensão de platô.

Já os valores de deformação de densificação apresentados, indicam uma tendência reversa, na qual os materiais de menor densidade apresentam as maiores deformações. Isso corresponde ao comportamento típico de materiais celulares previsto por Ashby et al. (2000). Dessa forma, os materiais de menor granulometria apresentam maiores densificações (platôs de deformação mais alongados) em relação aos seus respectivos de maior granulometria. Da mesma forma, as esponjas metálicas tendem a se densificar com maior deformação do que os compósitos, o que pode ser observado na comparação entre esponjas metálicas e compósitos com vermiculita. A exceção ficou por conta dos compósitos com cinasita que, apesar da maior densidade e dureza desse material de reforço, apresentaram valores de deformação de densificação acima do esperado, maiores que os registrados com os compósitos de vermiculita. Considera-se que isso seja efeito do comportamento frágil do material de reforço, o que fez com que, após ultrapassado seu limite de resistência mecânida, as partículas de reforço se rompessem de maneira catastrófica, apresentando uma resistência muito reduzida e transformando-se em pó e conforme iam sendo comprimidas, inclusive algumas vezes promovendo a desagregação de material metálico nesse processo. De fato, nos ensaios mecânicos as amostras desse compósito apresentaram muita desfragmentação, levando à diminuição da quantidade de material celular sujeita à densificação.
B) Comparação entre os resultados obtidos em compressão estática e dinâmica

Muito embora no ensaio dinâmico tenha sido extraída apenas a tensão de limite elástico, a comparação dos valores dessa propriedade mecânica nos ensaios estáticos e dinâmicos, mostra que, em ambos os casos, a diferença entre os tipos de material para cada tipo de ensaio se manteve a mesma, com uma tendência a maiores tensões com maiores granulometrias (o que em parte pode ter influência da densidade), e com valores crescentes de tensão na seqüência de esponja metálica para compósitos com vermiculita e por último com cinasita.

A Figura 4.50 apresenta um comparativo entre os valores do pico de tensão de limite elástico médios registrados nos ensaios semi-estáticos e dinâmicos para cada tipo de material. Comparativamente entre os ensaios, observa-se que as esponjas metálicas apresentaram pouca diferença nos valores de tensão máxima entre os ensaios estáticos e dinâmicos. Ambos ficaram na faixa próxima dos 10MPa, com valores ligeiramente maiores no ensaio dinâmico. Isso era esperado, uma vez que, conforme já observado extensivamente na literatura (ASHBY et al., 2000) (DEGISHER, 2002), o materiais de células abertas sofrem muito pouca influência da velocidade de deformação em seu comportamento mecânico sob compressão.



Figura 4.41: Médias dos valores máximos de tensão registrados ao final da fase elástica (σc), nos ensaios de compressão semi-estáticos (em azul) e dinâmicos (em roxo).

No caso dos compósitos, a influência da velocidade de deformação foi bem mais acentuada, com os valores de tensão máxima cerca de 100% maiores na compressão dinâmica. Vários fatores podem ter contribuído para esse fenômeno:

- Primeiro, o fato de a compressão dinâmica não disponibilizar tempo para a distribuição de forças dentro dos materiais de equilibrarem (CAMPANA, 2008).
- Segundo, o fato de os próprios materiais produzidos terem apresentado uma tendência a um comportamento frágil, comportamento esse que favorece a ocorrência de maiores picos de tensão seguidos de grandes falhas, além de curvas tensão versus deformação mais irregulares.
- No caso da cinasita, o fato de que o material de reforço possui alta dureza e comportamento frágil, levando a maiores picos de limite elástico.
- De maneira indireta ao mecanismo de deformação, porém observada, a alta sensibilidade dos resultados de ensaio dinâmico em relação à densidade da amostra, sendo que os materiais de reforço atuam como elementos densificadores.
- E por ultimo, o possível efeito da pressão dos gases aprisionados no interior das partículas porosas. Todavia, esse efeito seria melhor observado caso as tensões de platô fossem analisadas no ensaio dinâmico.

C) Comparação entre os resultados teóricos e os experimentais

Os resultados teóricos foram obtidos apenas para as esponjas metálicas. Seus resultados, previstos pelo modelo de Gibson e Ashby foram comparados com os valores obtidos experimentalmente. Os valores obtidos em ambos os casos, para os dois tamanhos de porosidades, estão apresentados na Tabela 4.23.

	conforme o model	o de Gibson e Asł	ıby.	
		Tipo de material		
		Esponja fina	Esponja grosseira	
Densidade	Geral	0,27	0,28	
média relativa, p	Ensaiadas	0,27	0,29	
E (GPa)	Teórico	5,38	5,67	
	Experimental	0,20	0,21	
σ_{PL} (MPa)	Teórico	3,89	4,06	
	Experimental	2,75	3,13	

0,59

0,61

0,58

0,51

Tabela 4.23: Comparação entre as propriedades mecânicas em compressão das esponjas metálicas, obtidas experimentalmente em compressão semi-estática e por modelamento teórico conforme o modelo de Gibson e Ashby

Teórico

Experimental

СЛ

Comparativamente, pelos resultados obtidos, é possível observar que os valores de tensão de platô e deformação de densificação obtidos experimentalmente se aproximam bastante dos valores experimentais, e inclusive a variação de valores conforme a granulometria mantém a mesma tendência. Isso indica a boa adequação do modelo de Gibson e Ashby à esponja metálica produzida. As pequenas diferenças numéricas podem ser reduzidas pelo estabelecimento de coeficientes empíricos próprios para esse tipo de esponja, no lugar dos coeficientes gerais empregados. Contudo, para a definição dos coeficientes com a maior precisão possível, seria necessário um trabalho com grande amostragem e uma análise estatística aprofundada.

Os valores de módulo de elasticidade apresentaram valores discrepantes, mesmo tendo o equacionamento teórico se baseado no mesmo modelo de Gibson e Ashby que foi bem-sucedido para as outras propriedades mecânicas calculadas. Além de possívelmente ser necessário o ajuste do coeficiente empírico da equação, devido à arquitetura interna, uma das causas para essa diferença pode ser atribuída a uma diferença entre o módulo de elasticidade real do material metálico, e o módulo de elasticidade que foi assumido no cálculo do modelamento, que se referia à liga AA7075 recozida, com 71,7 GPa. E ainda, existe a possibilidade de que, mesmo durante a fase elástica, deformações já tenham ocorrido em pontos localizados. De fato, uma medida mais precisa do módulo de elasticidade experimental envolveria a tomada dessa propriedade na curva de descarregamento em vez do carregamento, exatamente para isolar o efeito de deformações localizadas (Ashby et al., 2000).

D) Mecanismos de deformação

A análise combinada dos resultados experimentais, curvas de tensão versus deformação, e imagens das amostras submetidas a diferentes estágios de deformação, permitem considerações sobre os prováveis mecanismos de deformação dos materiais produzidos.

<u>ESPONJAS METÁLICAS</u>: No caso das esponjas metálicas, observou-se que elas apresentaram um comportamento mecânico típico de materiais celulares, mas com evidências de baixa ductilidade de suas paredes metálicas: Se por um lado há evidências de que a solicitação inicial das paredes metálicas é predominantemente de flexão (como previsto para uma esponja metálica predominantemente dúctil), por outro lado essa flexão não resultou em taxas

perceptíveis de dobramento ou sanfonamento dúctil das paredes, mas sim na quebra das mesmas pela abertura de trincas. Para maiores deformações, desalinhamentos de fragmentos sugerem um sanfonamento ou cisalhamento de paredes, e por fim a compressão da liga metálica na fase de densificação. Contudo, o fato de as amostras terem se fragmentado durante o ensaio de compressão pode ter contribuído para a alta deformação de densificação observada.

A característica da curva de tensão-deformação que sugere elementos de comportamento frágil é a grande queda de tensão entre o pico de limite elástico e o platô de deformação plástica, e o platô de deformação plástica levemente irregular. Apenas para efeito de comparação, um material celular puramente frágil apresentaria irregularidades muito maiores, com um platô de aspecto "serrilhado" com grande número de picos e oscilações.

<u>COMPÓSITOS</u>: No caso dos compósitos, de maneiras distintas foi possível observar que embora os mecanismos de deformação tenham sido similares, os materiais de reforço, conforme já era esperado, atuaram como uma camada a mais de absorção, na transferência de esforços com a matriz metálica durante diferentes etapas da compressão do material:

No caso dos compósitos com reforço de vermiculita, os mecanismos de deformação foram parecidos com os das esponjas metálicas, mas se observou efeitos tanto relativos à presença do reforço, quanto efeitos relacionados à geometria das paredes metálicas:

As paredes metálicas apresentaram uma geometria mais irregular, cheia de reentrâncias resultantes dos contornos de porosidades da vermiculita. Por conseqüência disso, embora o material tenha aparentemente apresentado o mesmo mecanismo de flexão de paredes e conseqüentes trincas, dessa vez a falha das paredes evoluiu para a abertura de um número maior de trincas pequenas, de maneira diferente do caso das esponjas metálicas (em que havia um númeno menor de trincas, mas que evoluíam com maior abertura.) Isso favoreceu uma maior fragmentação das paredes metálicas.

Quanto ao reforço, considera-se que a vermiculita tenha tido um papel pequeno nas fases elásticas, mas que ela tenha ajudado a estabilizar a tensão de platô na fase plástica. E de fato, após o pico de tensão de limite elástico, a queda de tensão até o platô se demonstrou suavizada em relação ao caso da esponja metálica. Na fase final de densificação, suas partículas colapsadas atuaram como elemento de compactação e coesão, contribuindo para uma menor deformação de densificação.

Os compósitos com cinasita apresentaram um comportamento mecânico diferenciado. O aumento, observado nas curvas, do módulo de elasticidade do material, bem como do limite de tensão elástica (ambos em relação à esponja metálica), sugerem que, devido à sua dureza, as partículas de cinasita já atuavam mecanicamente na transferência de forças de compressão entre as paredes metálicas, mesmo enquanto o material se encontrava ainda na fase elástica. Da mesma forma, estabilizaram lateralmente as paredes metálicas contra sua flexão, contribuindo para uma maior resistência mecânica e um maior pico de tensão de limite elástico. Seu papel estabilizando lateralmente as paredes e transmitindo esforços axialmente, é evidenciado pela observação de pontos em que a estrutura metálica foi deformada por compressão, encontrados ainda no início do platô, bem antes da etapa de densificação, onde é esperado que isso aconteça pela interação entre as paredes metálicas colapsadas. Assim como no caso da vermiculita, observou-se que a queda de tensão entre o limite elástico e o início de platô, também foi suavizada. Por outro lado, partículas do material de reforço de cinasita, pelo seu comportamento frágil, entravam em colapso de maneira catastrófica, levando as paredes metálicas a se romperem também, por serem flexionadas e cisalhadas durante a falha do reforço.

Adicionalmente, observou-se que em alguns casos houve a continuidade de trincas entre a matriz e o reforço, indicando o bom acoplamento mecânico entre esses componentes.

4.5 Produtos obtidos – caracterização de propriedades térmicas

4.5.1 Avaliação teórica

Os materiais produzidos foram submetidos a estimativas de seu comportamento térmico, por meio do uso de modelos teóricos. Foram, portanto, realizados os cálculos de condutividade térmica por meio da aplicação de três modelos (item 2.4):

Primeiro, foi utilizado o modelo parcialmente empírico de Gibson e Ashby (1997). Esse modelo foi concebido originalmente apenas para materiais celulares, mas foi também extrapolado para o caso dos compósitos, uma vez que, assim como no caso das esponjas metálicas, a condutividade térmica da matriz metálica é muito maior que dos materiais de reforço, e portanto considerou-se que o equacionamento poderia levar a uma aproximação adequada. <u>Modelo de Gibson-Ashby modificado:</u> Para generalizar o modelo de Gibson e Ashby para o modelamento de materiais compósitos, uma possível aproximação proposta é substituir a componente correspondente à condutividade do gás pela condutividade do material de reforço. Dessa forma, sendo considerados os dois primeiros termos da equação (2.8), ou seja, $\lambda_S e \lambda_G$.

Adicionalmente, observa-se que, embora o equacionamento seja originalmente baseado na densidade relativa, a presença desse parâmetro, no caso de materiais celulares, expressa indiretamente a fração volumétrica de matriz metálica no material celular. Portanto, considera-se válida a substituição desse parâmetro adimensional pela fração volumétrica de matriz metálica no material. Sendo assim, foi feito um modelo modificado, no qual o cálculo da condutividade térmica é feito em função da fração volumétrica de reforço (no caso dos compósitos) ou de vazios (no caso das esponjas metálicas). Ou seja:

$$\lambda = \lambda_m (1 - \phi)^q + \lambda_f (\phi)^q \tag{4.1}$$

onde: ϕ é a fração volumétrica de reforço; $(1-\phi)$ é a fração volumétrica de matriz metálica; q é o coeficiente empírico; $\lambda \lambda_f e \lambda_m$, são respectivamente as condutividades térmicas da esponja ou compósito, do material de reforço, e da matriz metálica. No caso dos materiais compósitos, considerando que as frações volumétricas são complementares, ϕ pode ser obtido pela relação entre a densidade dos materiais produzidos e as densidades da liga metálica e das partículas de reforço:

$$\rho_c = \phi \rho_f + (1 - \phi) \rho_m \tag{4.2}$$

onde ρ_c , ρ_f e ρ_m são respectivamente as densidades da esponja ou compósito, do material de reforço, e da matriz metálica.

A difusividade térmica de um material pode ser calculada a partir de seus calores de condutividade térmica, densidade e calor específico, ou seja:

$$a = \frac{\lambda}{\rho \cdot C_p} \tag{4.3}$$

onde: *a* é a difusividade térmica do material; ρ é sua densidade; λ é sua condutividade térmica; e *Cp* é o calor específico.

O calor específico do material heterogêneo pode ser estimado a partir do calor específico da matriz, do reforço, e sabendo-se o valor da fração volumétrica de reforço, da seguinte forma:

$$Cp_c = \phi Cp_f + (1 - \phi)Cp_m \tag{4.4}$$

onde, $Cp_c Cp_f \in Cp_m$ são respectivamente os calores específicos da esponja ou compósito, do material de reforço, e da matriz metálica.

Na execução do cálculo, foram utilizados diferentes coeficientes previstos na literatura, de 1,65, 1,8 e 2,0.

Em seguida, dois modelos típicos utilizados para condutividade térmica de compósitos particulados, neste caso os modelos de Maxwell e de Russell. Os modelos também foram aplicados de maneira aproximada para as esponjas metálicas, por meio da consideração do ar como material de reforço.

Os valores de entrada (segundo dados do fabricante (VERMICULITE, 2011) e (MATWEB, 2011) considerados para os cálculos dessas estimativas foram

- Condutividade térmica da liga AA7075: 130 W/m.K
- Densidade da liga AA7075: 2,81 g/cm³
- Condutividade térmica da vermiculita expandida: 0,06 W/m.K
- Densidade da vermiculita expandida: 0,10 g/cm³
- Condutividade térmica da cinasita: 0,28 W/m.K
- Densidade da cinasita: 0,85 g/cm³
- Condutividade térmica típica do ar: 0,025 W/m.K

A partir dos valores de entrada, observa-se que tanto a vermiculita expandida quanto a cinasita possuem valores de condutividade térmica e de densidade muito inferiores aos da liga metálica utilizada. Merece destaque a condutividade térmica extremamente baixa da vermiculita expandida, próxima da condutividade térmica do ar, o que considera-se que seja conseqüência de sua alta porosidade (com grande conteúdo gasoso em seu interior) aliada às suas paredes internas muito finas.

Outro valor muito importante para a execução dos cálculos é a fração volumétrica de vazios (no caso das esponjas) ou de reforço (no caso dos compósitos). Para a execução dos cálculos, foi utilizada, no caso das esponjas metálicas, a fração volumétrica fornecida no ensaio de picnometria. No caso dos compósitos, foi feita uma estimativa das frações volumétricas baseada na relação entre as densidades de matriz, reforço e densidade total da amostra.

A Tabela 4.24 mostra os valores obtidos de fração de vazios ou reforço para os diferentes tipos de materiais produzidos.

Tipo de material	Granulometria	Fração volumétrica de	
		vazios ou reforços	
Esponja	Fina	0,73	
Metálica	Grosseira	0,72	
Compósito com	Fina	0,64	
Vermiculita	Grosseira	0,61	
Compósito com	Fina	0,62	
Cinasita	Grosseira	0,61	

Tabela 4.24: Fração volumétrica de vazios ou de material de reforço para as esponjas metálicas e para os compósitos produzidos. Valores obtidos a partir do processamento das densidades.

A Tabela 4.25 e a Figura 4.58 mostram os resultados das condutividades térmicas dos materiais produzidos, obtidas a partir dos modelos teóricos. É possível de se observar que há uma diferença entre os resultados conforme os modelos utilizados, com uma maior condutividade térmica obtida pelos modelos para compósitos, e uma menor condutividade obtida pelo modelo de Ashby. Vários fatores podem ser considerados como possíveis causas dessa diferença. No caso dos modelos de compósitos de Maxwell e Russell, são modelos geralmente utilizados para frações volumétricas de reforço inferiores a 50%, faixa na qual sua precisão é considerada melhor (KUMLUTAS, 2002). Por outro lado, também deve-se levar em conta que os expoentes do modelo de Gibson-Ashby são obtidos empiricamente, o que gera um certo grau de incerteza nos resultados.

Apesar da diferença entre os resultados obtidos pelos diferentes modelos, em todos os casos é possível de se observar a variação na condutividade térmica conforme o tipo de material produzido, de maneira consistente entre todos os modelos. Observa-se que as esponjas metálicas possuem os valores de condutividade térmica mais baixos, como era esperado uma vez que são os materiais de mais baixa densidade e possuem vazios em seu interior. Os materiais compósitos apresentam valores de condutividades mais altos que os das esponjas metálicas, e muito parecidos entre si, com valores ligeiramente superiores no caso da cinasita (se comparado à vermiculita), o que pode ser resultante da maior densidade e condutividade térmica do próprio material de reforço. Para os três tipos de material, observa-se que a granulometria das partículas (ou das células) teve muito pouca influência nos resultados. Contudo, há uma leve tendência a uma maior condutividade térmica no caso das maiores granulometrias, o que pode ser reflexo da fração de reforço ligeiramente inferior nesse caso.

Russell, e Gibson-Ashby, para as esponjas metalicas e os compositos produzidos.						
Tipo de material	Granulometria	Condutividade térmica estimada (W/m*K)				
		Maxwell	Russell	Ashby(1,65)	Ashby(1,8)	Ashby(2,0)
Esponja	Fina	25,74	26,79	15,00	12,33	9,50
Metálica	Grosseira	26,79	27,91	15,93	13,17	10,21
Compósito com	Fina	35,50	37,33	24,13	20,71	16,89
Vermiculita	Grosseira	38,90	41,02	27,53	23,91	19,81
Compósito com	Fina	37,94	39,95	26,51	22,95	18,95
Cinasita	Grosseira	39,08	41,19	27,66	24,04	19,94

Tabela 4.25: Valores de condutividade térmica, estimados segundo os modelos de Maxwell, Russell, e Gibson-Ashby, para as esponjas metálicas e os compósitos produzidos.





De modo geral, todos os materiais obtidos apresentaram uma condutividade térmica consideravelmente baixa se comparada à da liga maciça (que é 130 W/m*K). Portanto, são materiais que podem ser utilizados em aplicações em que se deseje uma condutividade térmica reduzida em relação a um material metálico maciço.

A difusividade térmica pôde ser calculada a partir dos valores obtidos de condutividade térmica, aliados aos valores de densidade e calor específico, conforme listado na Tabela 4.26. A

Fig. 4.77 mostra um gráfico com as difusividades térmicas calculadas a partir das condutividades estimadas anteriormente sob os diferentes modelos. É possível de se observar, em todos os casos (para todos os materiais produzidos e modelos empregados) que os valores se mantiveram sempre abaixo da difusividade térmica da liga metálica maciça, que é de 48,2 mm²/s, porém em ordem de grandeza semelhante. As diferenças por conta do modelo empregado se mantiveram exatamente as mesmas, constituindo apenas uma propagação da dispersão encontrada no cálculo da condutividade. Comparativamente entre os materiais produzidos, os compósitos com vermiculita e as esponjas metálicas apresentaram difusividades térmicas bastante próximas, enquanto os compósitos com cinasita apresentaram valores de difusividade inferiores aos demais materiais. Considera-se que isso é conseqüência do maior valor de calor específico desse tipo de material de reforço.

Tabela 4.26: Valores de densidade e calor específico dos materiais componentes das esponjas metálicas e compósitos produzidos

		1 1		
	AA7075	Cinasita	Vermiculita	Ar
Densidade (g/cm ³)	2,81	0,85	0,10	<< 0,01
Calor específico	0,96	1,30	0,96	1,00
(KJ/Kg.K)				



Figura 4.43: Valores de difusividade térmica, obtidos a partir da condutividade térmica estimada segundo os modelos de Maxwell, Russell, e Gibson-Ashby (modificado), para as esponjas metálicas e os compósitos produzidos.

4.5.2 Resultados experimentais e discussões

O ensaio de difusividade térmica pelo processo LFA foi realizado somente nas amostras de compósitos, uma vez que amostras porosas que permitissem a passagem direta da luz incidente não podiam ser ensaiadas (caso das esponjas metálicas).

No preparo das amostras, ficou constatado que a espessura máxima de 3mm, imposta pelo equipamento, seria um fator limitante da qualidade dos resultados, devido ao fato de essa espessura ser praticamente igual às granulometrias das partículas de reforço, ou seja, aumentando a influência da heterogeneidade do material sobre a dispersão dos resultados.

Inicialmente, para controle, foi ensaiada uma amostra de liga AA7075 maciça, que resultou em uma difusividade térmica de 49,15 mm²/s e uma condutividade térmica de 127,86 W/m.K, valores coerentes e bem próximos dos valores típicos dessa liga metálica. Em seguida, foi dada sequência aos ensaios dos materiais compósitos. A Figura 4.60 e Tabela 4.27 mostram os resultados obtidos:



Figura 4.44: Valores de difusividade térmica obtidos no ensaio dos materiais compósitos pelo método flash.

metodo nasii.						
	25°C		100°C			
	Média Desvio-		Média	Desvio-		
		padrão		padrão		
Vermiculita Fina	11,94	1,69	11,78	1,50		
Vermiculita	13,27	4,80	12,99	3,52		
Grosseira						
Cinasita Fina	5,59	3,41	6,57	5,73		
Cinasita Grosseira	5,45	1,70	5,45	1,13		

Tabela 4.27: Valores de difusividade térmica obtidos no ensaio dos materiais compósitos pelo método flash

Pelos dados apresentados, é possível se observar que os resultados de difusividade térmica, apesar do alto desvio-padrão observado, confirmaram a tendência observada no resultado da simulação, com o compósito com reforço de cinasita apresentando valores inferiores aos do compósito com reforço de vermiculita. Não foi observada uma influência significativa da temperatura nos resultados obtidos.

A Figura 4.53 apresenta um gráfico comparativo entre os resultados experimentais e o teóricos que mais se aproximaram. Em geral, os valores absolutos ficaram bastante abaixo daqueles obtidos na simulação. O modelo que mais se aproximou do resultado experimental, foi o modelo de Gibson-Ashby modificado, proposto neste trabalho, com o coeficiente empírico de eficiência igual a 2. Isso sugere que o uso desse modelo para materiais compósitos de estrutura semelhante à de materiais celulares (proposto neste trabalho), é válido. De fato, os modelos de Maxwell e de Russell, mostraram valores excessivamente altos, entre as prováveis causas estão o fato de esses modelos serem mais utilizados em casos de baixas frações volumétricas de reforço e menores diferenças de propriedades térmicas entre matriz e reforço (KUMLUTAS, 2002).



Figura 4.45: Gráfico comparativo entre os valores de difusividade térmica obtidos experimentalmente a 25°C e os valores calculados segundo o modelo proposto de Gibson-Ashby modificado, com o coeficiente empírico que proporcionou os resultados mais próximos.

5 CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

5.1 Conclusões

Os resultados obtidos neste trabalho permitem concluir, levando-se em conta as condições empregadas, que:

- A escolha da liga AA7075 para o processo de tixoinfiltração se mostrou bastante adequada, uma vez que a liga apresenta não apenas um amplo intervalo de temperaturas de solidificação, como também uma variação da fração líquida com a temperatura de maneira bastante regular, o que lhe confere uma ampla janela de temperaturas adequadas ao processamento no estado semi-sólido. Em outras palavras, é uma liga que apresenta uma excelente tixohabilidade.
- O emprego da matéria-prima no estado conformado proporcionou a obtenção de pasta com estrutura globular fina, por meio do dobramento de braços dendríticos e posterior recristalização, permitindo assim sua utilização direta na tixoinfiltração sem a necessidade de etapas prévias de refino de glóbulos.
- O processo de tixoinfiltração se mostrou eficiente para a produção de esponjas metálicas e compósitos com matriz de liga AA7075, proporcionando adequada capacidade de infiltração para todos os tipos de partículas empregadas, num processo de fácil controle.
- As pressões necessárias para a efetivação do processo de tixoinfiltração, sob as condições utilizadas, são bastante reduzidas, permitindo a utilização de partículas de baixa resistência à compressão tais como a vermiculita expandida.
- A microestrutura dos materiais produzidos em todos os casos apresenta morfologia de dendritas equiaxiais e rosetas, o que indica que na operação de tixoconformação pode ocorrer separação de constituintes sólido e líquido, com a infiltração preferencial do líquido. Essas dendritas equiaxiais e rosetas apresentam tamanhos médios compatíveis em relação aos interstícios a serem infiltrados entre os bloqueadores. Contudo, os resultados indicam que um tempo menor de aquecimento

proporcionaria uma estrutura mais refinada, a qual poderia ser infiltrada em interstícios menores, como por exemplo no caso de granulometrias de partícula menores que as utilizadas.

- Todos os materiais apresentaram boa qualidade interna, com alta homogeneidade na distribuição das porosidades ou partículas de reforço. As esponjas metálicas foram mais sensíveis aos parâmetros de processo. Os compósitos com vermiculita apresentaram uma fração de paredes metálicas levemente aumentada devido à compressão das partículas.
- O uso de diferentes granulometrias para as partículas de bloqueadores (NaCl e reforços cerâmicos) teve muito pouca influência sobre a densidade dos produtos. Seu maior efeito foi sobre as espessuras das paredes metálicas, com as maiores espessuras ocorrendo no caso das maiores granulometrias.
- A densidade dos materiais produzidos, em comparação com a liga metálica maciça, é bastante reduzida, com as esponjas apresentando uma densidade relativa inferior a 30%. Os compósitos também apresentaram baixas densidades relativas, de cerca de 40% para os compósitos com vermiculita, e cerca de 55% para os compósitos com cinasita, cumprindo o objetivo do trabalho de produzir materiais de baixa densidade.
- O comportamento mecânico sob compressão semi-estática de todos os materiais produzidos, esponjas metálicas ou compósitos, apresentou um platô de deformação plástica com características similares ao comportamento típico de materiais celulares, sendo capazes de sustentar grandes intervalos de deformação com tensões bastante reduzidas.
- Dentre os materiais compósitos, os compósitos com vermiculita, devido ao material de reforço maleável, apresentaram comportamentos mecânicos sob compressão mais próximos das esponjas metálicas. Os materiais compósitos com cinasita, devido ao material de reforço muito resistente e frágil, apresentaram uma alta resistência inicial, com valores de tensão ao final da fase elástica cerca de duas vezes maiores do que os compósitos com vermiculita e cerca quatro vezes maiores do que as esponjas metálicas.
- Os mecanismos internos de deformação dos materiais apresentaram algumas características típicas da deformação de materiais celulares, havendo diferenças no

caso dos compósitos, sobretudo pela atuação mecânica dos reforços de diferentes maneiras em diferentes etapas da deformação do compósito. O mecanismo de falha das paredes metálicas foi predominantemente frágil, através da fratura do constituinte eutético intergranular. No entanto, como se trata de uma liga termicamente tratável, tratamentos térmicos posteriores podem resultar em melhorias de propriedades mecânicas.

• Todos os materiais apresentaram valores teóricos de condutividade térmica bastante inferiores ao da liga metálica maciça. No ensaio de difusividade térmica, os materiais compósitos com vermiculita e cinasita apresentaram difusividades de cerca de 25% e 12%, respectivamente, em relação à liga metálica maciça. Os resultados experimentais foram coerentes com os resultados teóricos, sendo que em ambos os casos os compósitos com vermiculita apresentaram uma difusividade térmica maior do que os compósitos com cinasita. O modelo de Gibson-Ashby modificado, proposto neste trabalho, foi o que melhor se aproximou dos resultados experimentais, com valores na faixa de 60% a 75% em relação aos valores obtidos experimentalmente, o que, apesar de poucos ensaios terem sido realizados, é um indicativo de sua validade.

5.2 Sugestões para trabalhos futuros

Este não é um trabalho "estanque". Pelo contrário, pode ser um ponto de partida para diversos desenvolvimentos, sobretudo a partir de variações de parâmetros, condições e materiais além dos utilizados neste trabalho. Dentre essas possibilidades, algumas se destacam:

- Partindo do princípio que a liga AA7075 utilizada é uma liga com boa resposta a tratamentos térmicos, aplicar diferentes tratamentos térmicos aos materiais celulares e compósitos obtidos, tais como solubilização e envelhecimento, e caracterizar sua influência sobre a microestrutura e comportamento mecânico dos materiais produzidos.
- Utilizar menores tempos de aquecimento da liga metálica durante o processo de Fusão Parcial Controlada, ou aplicar técnicas de refino, e estudar seus efeitos na

microestrutura do material produzido, na qualidade da infiltração, e no comportamento mecânico. Da mesma forma, estudar os efeitos de diferentes taxas de resfriamento após a infiltração.

- Utilizar pré-formas sinterizadas de NaCl para a produção de esponjas metálicas
- Aplicar maiores variações de parâmetros de fabricação: granulometrias de partículas, proporção de particulados e liga metálica, fração líquida da pasta tixotrópica, pressão e velocidade de infiltração.
- Realizar ensaios de compressão in situ, de maneira que os diferentes estágios da deformação de uma mesma amostra possam ser observados e melhor correlacionados.
- Produzir, e submeter a ensaios mecânicos e térmicos, um grande número de amostras, de maneira que, com embasamento estatístico, seja possível propor os coeficientes empíricos, das equações de Ashby e similares, mais adequados aos novos materiais aqui propostos.

Referências

AMSTERDAM, E., ONCK, P. R., DE HOSSON, J. TH. M. Fracture and Microstructure of opencell aluminum foam. Journal of Materials Science, v.40, p. 5813-5819, 2005.

ANDREWS, E. W., GIOUX, G., ONCK, P., GIBSON, L. J. Size effects in ductile cellular solids. Part II: experimental results. **International Journal of Mechanical Sciences**, v. 43, p. 701-713, 2001.

ASHBY, M. F.; et alii.. Metal Foams: A Design Guide. Boston: Butterworth-Heinemann, 2000. 250p.

ASM. ASM Handbook, Alloy Phase Diagrams, v.3. ASM International, 1992.

ASM. ASM Handbook, Mechanical Testing and Evaluation, v.8. ASM International, 1992.

ASM. ASM Handbook. Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, v.2. ASM International, 1992.

ATKINSON, H. V. Alloy development for thixoforming. In: 6th International Conference. on the **Semi-solid Processing of Alloys and Composites**. Turin, 2000. Proceedings... Turin, Italy, 2000.p. 443-450.

ATKINSON, H. V. Final Report for GR/M89096/01: Alloy Development for Thixoforming. Dept of Engineering, University of Leicester, 2004, 7p.

ATKINSON, H. V. Modelling the semisolid processing of metallic alloys. **Progress. In:** Materials Science, v. 50, n. 3, p. 341-412, 2005.

AZOM. Sodium Chloride (NaCl) Common Salt - Occurrence, Production, Properties and Applications. Warriewood: The A to Z of Materials. Disponível em: http://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=3473. Acesso em 16 de junho de 2011. BANHART, J. Manufacturing Routes for Metallic Foams. JOM, 52 (12), p. 22-27, 2000.

BANHART, J. Functional Applications. In: DEGISCHER, H. P.; Kriszt, B. **Handbook of cellular metals – Production, processing, applications**. Weinheim: Ed. Wiley-VCH, 2002, p.313-320.

BLAZY, J. S.. Comportement mécanique des mousses d'aluminium: caractérisations expérimentales sous sollicitations complexes et simulations numériques dans le cadre de l'elasto-plasticité compressible, 2003, These. Ecole des Mines de Paris, Paris.

BOROVINSEK, M. REN, Z. Effects of the cell irregularity on the impact behavior of open-cell foams. In: METFOAM 2007: Porous Metals and Metallic Foams, 2007, Montreal. Anais... Lancaster: DEStech Publications, 2008. p. 363-366.

CALLISTER, W. D. Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução. 5a ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002.

CAMPANA, F. PILONE, D. Effect of Wall microstructure and morphometric parameters on the crush behaviour of Al alloy foams. **Materials Science and Engineering A**, v.479, p.58-64, 2008.

CAMPANA, F. PILONE, D. Effect of heat treatments on the mechanical behaviour of Al alloy foams. **Scripta Materialia**, v.60, p.679-682, 2009.

CARCEL, B., GONZALEZ, A. C. C. Homogeneity Effects on the Energy Absorption Performance of Aluminum Foams. In: METFOAM 2007: Porous Metals and Metallic Foams, 2007, Montreal. **Anais...** Lancaster: DEStech Publications, 2008. p. 411-414.

CINASITA. Informações sobre produtos. Disponível em: <u>www.cinasita.com.br</u> . Acesso em 12 de março de 2009.

CRISTOFOLINI, R. Estudo da Obtenção de Compósitos com Matriz Metálica pela Técnica de Reofundição, 1997 93f. Dissertação (Mestrado) CCT/UDESC, Joinville.

CRISTOFOLINI, R. Estudo da Potencialidade da Aplicação do Ferro Fundido Nodular ASTM A536 60740718 como Matéria Prima para Processos de Tixoconformação, 2009 181f.

Tese (Doutorado) .Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

DEGISCHER, H. P.; Kriszt, B. Handbook of cellular metals – Production, processing, applications. Weinheim: Ed. Wiley-VCH, 2002, 373p.

FLEMINGS, M. C.; RIEK, R.G.; YOUNG, K. P. Rheocasting. Materials Science and Engineering. v.25. p.103-117, 1976.

FLEMINGS, M. C. SSM: Some thoughts on past milestones and on the path ahead. In: 6thInternational Conference on the Semi-solid Processing of Alloys and Composites. Proceedings... Turin, Italy, 2000. pp. 11-14.

GARSOT, N., LIU, Y., CHEROUAT, A., GONG, X. L.. Compressive Behavior of Porous Metal/Polymer Composite: Experiment and Numerical Modeling. In: METFOAM 2007: Porous Metals and Metallic Foams, 2007, Montreal. **Anais...** Lancaster: DEStech Publications, 2008. p. 391-394.

GIBSON, L. J., ASHBY, M. F. Cellular Solids – Structure and Properties, 2nd ed.. Cambridge: Cambridge University Press, 1997, 508p.

GOODALL, R.; DESPOIS, J.F.; MARMOTTANT, A.; SALVO, L.; MORTENSEN, A. The Effect of Preform Processing on Replicated Aluminium Foam Structure and Mechanical Properties. Acta Materialia, v.54, p.2069–2073, 2006.

GRADINGER, R; RAMMERSTORFER, F. G. On the Influence of Meso-inhomogeneities on the Crush Worthiness of Metal Foams. Acta Materialia, v.47, n.1, p.143-148, 1999.

HAKAMADA, M. et alii. Mechanical and Functional Properties of Porous Metals Fabricated by Spacer Method. In: METFOAM 2007: Porous Metals and Metallic Foams, 2007, Montreal. **Anais...** Lancaster: DEStech Publications, 2008. p. 359-362.

HATCH, J. E. (Editor), Aluminum: properties and physical metallurgy, American Society for Metals, 1993, p. 351-378.

KAMMER, C. Aluminium foam. TALAT – Training in Aluminiun Application Technologies. EAA, Germany, 1999, 24p.

KIM, S. K.; YOON, Y. Y.; JO, H. H. Novel thixoextrusion process for Al wrought alloys. Journal of Materials Processing Technology v. 187-188. n.12. p. 354-357, 2007.

KOPP, R.; KALLWEIT, J.; MÖLLER, T. H.; SEIDL, I. Forming and joining of commercial steel grades in the semi-solid state. Journal of Materials Processing Technology v.130-131. p. 562-568, 2002.

KRISHNA, B. V., BOSE, S., BANDYOPADHYAY, A. Strength of open-cell 6101 aluminum foams under free and constrained compression. **Materials Science and Engineering A**. v. 452-453, p. 178-188, 2007.

KRISZT, B. Characterization of Cellular Metals In: DEGISCHER, H.P.; KRISZT, B. Handbook of Cellular Metals – Production, Processing, Applications. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. p.127-129.

KRUPP, U. *et alii*. Development of a Standard for Compression Testing of Cellular Metals. In: METFOAM 2007: Porous Metals and Metallic Foams, 2007, Montreal. **Anais...** Lancaster: DEStech Publications, 2008. p. 407-410.

KUMLUTAS, D., TAVMAN, I. H., ÇOBAN, M. T.. Thermal Conductivity of particle filled polyethylene composite materials. **Composites Science and Technology**, v. 63, p. 113-117, 2003.

KWON, Y.W., COOKE, R. E., PARK, C. Representative unit-cell models for open-cell metal foams with or without elastic filler. **Materials Science and Engineering**, A343, p. 63-70, 2003.

LI, X. M., STARINK, M. J. The Effect of Compositional Variations on the Characteristics of Coarse Intermetallic Particles in Overaged 7xxx Al Alloys. **Mater. Science Techn.** v. 17, p. 1324-1328, 2001.

MAIRE, E. Computed X-ray Tomography In: DEGISCHER, H.P.; KRISZT, B. Handbook of Cellular Metals – Production, Processing, Applications. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. p.145-155.

MANGIPUDI, K. R., AMSTERDAM, E., DE HOSSON, J, Th. M., ONCK, P. R.. Multi-scale Modelling of Fracture in Open-cell Metal Foams. In: METFOAM 2007: Porous Metals and Metallic Foams, 2007, Montreal. **Anais...** Lancaster: DEStech Publications, 2008. p. 363-366.

MARKAKI, A. E., CLYNE, T. W.. The effect of cell wall microstructure on the deformation and fracture of aluminium-based foams. Acta Materialia, v.49, p. 1677-1686, 2001.

MARGARIDO, M.; ROBERT, M. H. Influence of thermomechanical treatments on the production of rheocast slurries by partial melting. Journal of Materials Processing Technology v. 133, n. 172. p 149-157, 2003.

MATWEB: **Material property data**. Disponível em: <u>www.matweb.com</u>. Acesso em 16 de junho de 2011.

MAXWELL, J. C. A treatise on electricity and magnetism. 3rd. ed. New York: Dover, 1954.

MCDONALD, S. A., MUMMERY, P. M., JOHNSON, G. WITHERS, P. J.. Characterization of the three-dimensional structure of a metallic foam during compressive deformation. Journal of Microscopy, v. 223, pt2, p. 150-158, 2006.

MELO, S. S. A. Análise comparativa de dois processos de produção de matéria-prima para tixoconformação: agitação mecânica e fusão parcial controlada, 2000 111f Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Univesidade Estadual de Campinas, Campinas.

MOTEGI, T.; TANABE, F.; ROBERT, M. H.; PAES, M.; ZOQUI, E. J. Thixoforming of A356 Alloys Produced by Different Processing Routes. **Materials Week** 2002.

MOTZ, C.; PIPPAN, R.; KRISZT, B. Mechanical Properties and Determination Characterization of Cellular Metals In: DEGISCHER, H.P.; KRISZT, B. Handbook of Cellular Metals – **Production, Processing, Applications**. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. p.183-202.

MUKHERJEE, M., *et alii*. Deformation Mechanisms in Constrained Monotonic and Cyclic Compressive Loading of Al Foam. In: METFOAM 2007: Porous Metals and Metallic Foams, 2007, Montreal. **Anais...** Lancaster: DEStech Publications, 2008. p. 347-350.

NETSZCH. **LFA 447 NanoFlash® - Xenon Flash Apparatus**. Disponível em: <u>http://www.netzsch-thermal-analysis.com/en/products/detail/pid,25,t,2.html</u> Acesso em 16 de junho de 2011.

NORSAL. **Informações sobre produtos**. Disponível em: <u>http://www.norsal.com.br/</u> Acesso em 16 de junho de 2011.

ONCK, P. R., ANDREWS, E. W., GIBSON, L. J. Size effects in ductile cellular solids. Part I: modeling. International Journal of Mechanical Sciences, v. 43, p. 681-699, 2001.

ONCK, P. R., VAN MERKERK, R., RAAIJMAKERS, A. DE HOSSON, J. TH. M.. Fracture of open- and closed-cell metal foams. **Journal of Materials Science**, v. 40, p. 5821-5828, 2005.

PINHEIRO, F. G. Análise da fabricação e utilização de componente de motor empregando tixoinfiltração, 2011. Dissertação (Mestrado Profissional). Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

PIPPAN, R. Metal Properties In: DEGISCHER, H. P.; KRISZT, B. Handbook of Cellular Metals – Production, Processing, Applications. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. p.179-183.

PIRES, G. P.; ROBERT, M. H.; ARRIEUX, R. Studies on drawing of the aluminium A5052 alloy in the rheocast condition. Journal of Materials Processing Technology Elsevier Science B.V., v. 157-158, p. 596-603, 2004.

ROBERT, M. H, Partial Melting as an Efficient Method to Produce Rheocast Alloy Slurries. **Trans. of Japan Foundrymens Society**, 1993. V. 12. P. 45-51.

RUSSELL, H. W.. Principles of heat flow in porous insulation. Journal of the American Ceramics Society v.18, p.1-5, 1935.

SAN MARCHI, C., MORTENSEN, A. Deformation of open-cell aluminum foam. Acta Materialia, v.49, p. 3959-3969, 2001.

SILVA, B. M. A. Influencia da microestrutura inicial e material de molde na tixoconformação da liga A356. 2004. 147f. Dissertação (Mestrado). Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.

SILVA, R. R. **Produção de Esponjas Metálicas por Tixoconformação em Pré-Formas Removíveis e sua Caracterização Mecânico-Metalúrgica**. Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2008, 124p. Dissertação (mestrado).

SIMANCIK, F., KOVACIK, J. Electrical, Thermal and Acoustic Properties of Cellular Metals In: DEGISCHER, H. P.; KRISZT, B. Handbook of Cellular Metals – Production, Processing, Applications. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. p.215-241.

SINCLAIR.ExpandedClay.Disponívelem:http://www.william-sinclair.co.uk/industrial/products/expanded_clayAcesso em 16 de junho de 2011.

TEKOGLU, C., ONCK, P. R.. Size effects in the mechanical behavior of cellular materials. **Journal of Materials Science**, v. 40, p. 5911-5917, 2005.

VERMICULITE. Vermiculite Properties. Hampshire: The Vermiculite Association. Disponível em: <u>http://www.vermiculite.org/Properties.php</u>. Acesso em 16 de junho de 2011.

VESENJAK, M., *et alii*. Experimental Study of Open-Cell Cellular Structures with Elastic Filler Material. **Experimental Mechanics**, v. 49, p. 501-509, 2009.

WEISE, J., *et alii*. Processing, Properties and Coating of Micro-Porous Syntactic Foams. Advanced Engineering Materials, v.9, n1-2, p. 52-56, 2007.

YU, J., Li, X. Modelling of the Precipitated Phases and Properties of AL-Zn-Mg-Cu Alloys. Journal of Phase Equilibria and Diffusion. USA: ASM International.

ZHANG, Q, *et alii*. Micro-CT characterization of structural features and deformation behavior of fly ash / aluminum syntactic foam. **Acta Materialia**, v.57, p. 3003-3011, 2009.

ZOQUI, E. J. Morphological analysis of SSM Al–4.5 wt.% Cu measured by the rheocast quality index. Journal of Materials Processing Technology. v.143-144, p.195-201, 2003.

Apêndice A

Apêndice A: Curvas de tensão *versus* deformação obtidas no ensaio de compressão contínua de diferentes amostras de: (Ax) esponja fina; (Bx) esponja grosseira; (Cx) compósito com vermiculita fina; (Dx) compósito com vermiculita grosseira; (Ex) compósito com cinasita fina; (Fx) compósito com cinasita grosseira;





