

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A REDAÇÃO FINAL DA  
TESE DEFENDIDA POR Fábio  
Gatamorta E APROVADA  
PELA COMISSÃO JULGADORA EM 31/07/2009  
Maria Helena Robert  
ORIENTADOR

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

**Obtenção de espumas sintáticas da liga AA2011  
a partir do metal no estado semi-sólido e sua  
caracterização metalúrgica**

Autor: Fábio Gatamorta  
Orientador: Maria Helena Robert

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

# **Obtenção de espumas sintáticas da liga AA2011 a partir do metal no estado semi-sólido e sua caracterização metalúrgica**

Autor: Fábio Gatamorta  
Orientador: Maria Helena Robert

Curso: Engenharia Mecânica  
Área de Concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Dissertação de mestrado apresentada à comissão de Pós Graduação da Faculdade de Engenharia Mecânica, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica.

Campinas, 2009  
S.P. – Brasil

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

G22o Gatamorta, Fábio  
Obtenção de espumas sintáticas da liga AA2011 a partir do metal no estado semi-sólido e sua caracterização metalúrgica / Fábio Gatamorta. -- Campinas, SP: [s.n.], 2009.

Orientador: Maria Helena Robert.  
Dissertação de Mestrado - Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica.

1. Ligas de alumínio. 2. Materiais compostos. 3. Tixotropia. 4. Espuma. 5. Caracterização de materiais. I. Robert, Maria Helena. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia Mecânica. III. Título.

Título em Inglês: Manufacture of syntactic foams of the alloy AA2011 from the metal in the semi-solid state and metallurgical characterization of the product

Palavras-chave em Inglês: Aluminum alloys, Composite materials, Thixotropic, Foam, Materials characterization

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: Rezende Gomes dos Santos, Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo

Data da defesa: 31/07/2009

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

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADÊMICO

**Obtenção de espumas sintáticas da liga AA2011  
a partir do metal no estado semi-sólido e sua  
caracterização metalúrgica**

Autor: Fábio Gatamorta

Orientador: Maria Helena Robert

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação



---

**Profa. Dra. Maria Helena Robert**

**UNICAMP/ Universidade Estadual de Campinas**



---

**Prof. Dr. Rezende Gomes dos Santos**

**UNICAMP/ Universidade Estadual de Campinas**



---

**Prof. Dra. Mirian de Lourdes Noronha Motta Melo**

**PUCAMP/Pontifícia Universidade Católica de Campinas**

Campinas, 31 de julho de 2009.

## **Dedicatória**

Dedico este trabalho a **Deus** que tudo governa e que me permite viver todos os dias com força e coragem.

Aos meus amados pais Américo e Maria que iniciaram minha vida e me ensinaram, com amor e carinho, a ser como sou.

Aos meus irmãos Mariana e Américo Júnior com quem divido a responsabilidade diária de tornar maior o nome da família Gatamorta.

Aos meus sobrinhos Fúlvio, Ítalo e Bianca para que entendam a necessidade da educação em sua formação sempre objetivando um futuro melhor.

## **Agradecimentos**

A **Deus** que me deu força e paciência nessa caminhada.

A minha família pelo apoio, carinho e compreensão necessários.

A Dani que foi muito paciente, sendo sempre compreensiva e carinhosa.

A minha chefe Profa. Dra. Maria Helena Robert que me incentivou no trabalho.

Aos técnicos e funcionários da FEM e da pós no trabalho que realizaram.

Aos amigos que me ajudaram: André, BB, Delbin, Henrico, Ale, Jonas e Miro.

Aos alunos de Graduação, de Pós-graduação e de I.C. da Faculdade de Engenharia.

Aos amigos: Luciano, Raul, Renato(s), Disney e aos que já não trabalham mais conosco.

Aos meus irmãos e irmãs, “magalis e melancias” que me ajudaram muito sem saber porque.

“Coração de estudante  
Há que se cuidar da vida  
Há que se cuidar do mundo  
Tomar conta da amizade  
Alegria e muito sonho  
Espalhados no caminho  
Verdes, planta e sentimento  
Folhas, coração,  
Juventude e fé”.

Wagner Tiso / Milton Nascimento.

## Resumo

GATAMORTA, Fábio, *Obtenção de espumas sintáticas da liga AA2011 a partir do metal no estado semi-sólido e sua caracterização metalúrgica*, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2009. 121 p. Dissertação (Mestrado).

O trabalho apresenta o desenvolvimento de processo de obtenção de espumas sintáticas da liga de alumínio AA2011 a partir da sua infiltração, no estado semi-sólido tixotrópico, em pré-formas porosas de microesferas ocas de vidro sinterizadas. É analisada a influência de parâmetros de processo na qualidade final do produto. Os parâmetros de processo variados foram: a temperatura para a infiltração e o estado inicial da estrutura da liga metálica (extrudada e extrudada com adicional deformação a frio de 80%), objetivando a variação da fração líquida ( $F_l = 0,6$  e  $0,8$ ) e das dimensões dos glóbulos sólidos na pasta tixotrópica, respectivamente. O material celular obtido foi analisado quanto à qualidade interna, via tomografia de raios-X; à microestrutura das paredes metálicas, por microscopia óptica; foi caracterizado quanto à densidade aparente; e testado quanto à resistência à compressão e ao impacto. Os resultados obtidos mostraram a possibilidade de obtenção de espumas sintáticas com homogeneidade arquitetural em todo seu volume. A qualidade do produto obtido é dependente das dimensões das partículas do constituinte sólido da pasta tixotrópica – dimensões elevadas, resultantes de processo de obtenção de pastas a partir de estruturas não deformadas, podem não permitir a infiltração nas condições testadas; e da fração líquida presente na pasta – baixas frações dificultam ou mesmo inviabilizam a infiltração. Espumas de boa qualidade foram obtidas para as condições: infiltração de pasta contendo glóbulos sólidos refinados e temperatura de infiltração de  $628^\circ\text{C}$ . A seleção incorreta de parâmetros de processo pode resultar em produtos com distribuição heterogênea de poros ou ruptura da pré-forma. O produto obtido apresentou densidade relativa à liga maciça, da ordem de  $0,6$ , caracterizando uma espuma sintática típica. Resultados de compressão estática e dinâmica mostraram característico platô de deformação plástica a baixas tensões, também comportamento típico de materiais celulares.

**Palavras chave:** materiais celulares, espumas sintáticas, tixoconformação, esferas ocas.

## **Abstract**

GATAMORTA, Fábio, Manufacture of syntactic foams of the alloy AA2011 from the metal in the semi-solid state and metallurgical characterization of the product, Campinas, Mechanical Engineering Faculty, University of Campinas, 2009. 121 p. Thesis (MsC).

The work deals with the development of a process to produce syntactic foams of the AA2011 alloy by infiltration in the thixotropic semi-solid condition, into porous pre-forms of sintered hollow microspheres of glass. It is analyzed the influence of processing parameters in the quality of obtained product. Processing parameters investigated are the infiltration temperature and initial condition of the alloy (extruded and extruded plus additional cold deformation), aiming to observe the influence of liquid fraction ( $F_l = 0,6$  and  $0,8$ ) and size of globular solid particles in the thixotropic slurry, respectively, in the infiltration ability. The cellular material produced was tested by X-ray tomography to analyze internal quality; metallic walls of cells were observed by optical microscopy; the material was also characterized in terms of apparent density and mechanical behavior in compression and impact tests. Results showed the viability of producing syntactic foams by the proposed process, with architectural homogeneity throughout the volume. Quality of product is dependent on size of the solid particles in the semi-solid metal and the infiltration temperature. High dimensions of globules, usually resulted from partial melting of non deformed structures, and low liquid fractions in the thixotropic semi-solid can lead to insufficient infiltration. Syntactic foams with reliable quality can be obtained in the system investigated, if the following conditions are used: fine globules and infiltration temperature of  $628^{\circ}\text{C}$ . Incorrect selection of processing parameters can lead to rupture of pre-form or products with heterogeneous distribution of porous. Obtained products presented relative density of  $0,6$ , related to the massive alloy, characteristic of typical syntactic foams. Results of compression and impact tests showed the presence of plastic deformation plateau at low stress, also typical of cellular materials.

**Keywords:** cellular materials, syntactic foams, thixoforming, hollow spheres.

## Índice

<b>Resumo.....</b>	<b>vii</b>
<b>Abstract .....</b>	<b>viii</b>
<b>Índice.....</b>	<b>ix</b>
<b>Lista de figuras.....</b>	<b>xii</b>
<b>Lista de tabelas.....</b>	<b>xvii</b>
<b>Nomenclatura.....</b>	<b>xviii</b>
<b>Capítulo 1 Introdução e objetivos.....</b>	<b>1</b>
1.1. Introdução .....	1
1.2. Objetivos .....	3
<b>Capítulo 2 - Fundamentos teóricos.....</b>	<b>4</b>
2.1. Os metais celulares.....	4
2.2. As espumas sintáticas.....	9
2.3. Processos de fabricação de espumas metálicas sintáticas .....	10
2.3.1. Dispersão de esferas em banho líquido.....	10
2.3.2. Infiltração sob pressão.....	12
2.3.3. Infiltração por gravidade .....	13
2.3.4. Infiltração por pressão negativa .....	13
2.3.5. Sinterização de pó metálico com microesferas cerâmicas ocas .....	14
2.3.6. Sinterização de esferas metálicas ocas ou porosas.....	15
2.4. Propriedades das espumas sintáticas e sua caracterização .....	19

2.4.1. Caracterização estrutural .....	19
2.4.2. Propriedades físicas .....	20
2.4.3. Propriedades mecânicas .....	21
2.5. Tecnologia de semi-sólidos .....	25
2.5.1. Processamento no estado semi-sólido - vantagens e desvantagens .....	26
2.5.2. Produção de pastas tixotrópicas .....	27
2.5.3. Refino de estruturas .....	28
2.6. Conceitos básicos sobre tixohabilidade .....	30
<b>Capítulo 3 - Procedimentos experimentais .....</b>	<b>32</b>
3.1. Liga utilizada .....	32
3.1.1. Composição química da liga utilizada .....	34
3.1.2. Diagrama de fases (equilíbrio) do sistema Al-Cu .....	34
3.1.3. Análise da tixohabilidade da liga utilizada .....	36
3.1.4. Microestrutura da liga utilizada .....	37
3.2. Pré-formas utilizadas .....	38
3.2.1. Caracterização das dimensões das esferas e dos espaços vazios na pré-forma .....	39
3.2.2. Densidade aparente da pré-forma .....	40
3.2.3. Resistência à compressão da pré-forma .....	42
3.3. Produção de material celular – espumas sintáticas .....	42
3.3.1. Preparo de amostras para produção de pastas tixotrópicas .....	42
3.3.2. Testes preliminares de produção de pastas tixotrópicas .....	43
3.3.3. Testes para a produção de espumas - equipamento utilizado para a infiltração .....	44
3.3.4. Ferramentas empregadas para os testes de infiltração .....	46
3.3.5. Procedimento para os testes de infiltração .....	46
3.4. Caracterização do produto obtido .....	49
3.4.1. Caracterização estrutural .....	49
3.4.2. Caracterização física - medidas de densidade .....	49
3.4.3. Caracterização metalúrgica – micrografias de paredes metálicas .....	50
3.4.4. Caracterização mecânica – ensaios de compressão (semi-estáticos) .....	51
3.4.5. Caracterização mecânica - ensaios de impacto (dinâmicos) .....	52

<b>Capítulo 4 - resultados e discussões .....</b>	<b>56</b>
4.1. Caracterização das pré-formas .....	56
4.1.1. Morfologia da pré-forma.....	56
4.1.2. Dimensões das esferas e dos espaços vazios na pré-forma .....	58
4.1.3. Densidade aparente da pré-forma.....	59
4.1.4. Resistência à compressão da pré-forma .....	59
4.2. Estudo da tixohabilidade da liga utilizada .....	61
4.2.1. Simulação utilizando software para cálculos termodinâmicos THERMOCALC® .....	61
4.2.2. Testes de calorimetria exploratória diferencial (CED) .....	63
4.2.3. Curvas de resfriamento simples Temperatura por tempo.....	69
4.3. Pastas tixotrópicas obtidas .....	72
4.4. Processo de infiltração .....	80
4.5. Material celular obtido .....	82
4.5.1. Aspectos gerais.....	82
4.5.2. Observação da estrutura interna .....	86
4.5.3. Caracterização física - densidades aparente .....	91
4.5.4. Caracterização metalúrgica .....	92
4.5.5. Caracterização mecânica .....	95
 <b>Capítulo 5 – Conclusões gerais.....</b>	 <b>104</b>
 <b>Referências Bibliográficas .....</b>	 <b>106</b>
 <b>Anexos – Trabalhos Publicados .....</b>	 <b>121</b>

## Lista de figuras

Figura 2.1. Processo de fabricação de espumas metálicas sintáticas:(a) esquema representativo do processo de mistura das esferas ocas em banho líquido; (b) material obtido pelo processo – espumas de Al (IFAM, 2008).....	11
Figura 2.2. Etapas do processo de infiltração de líquido para a produção de espumas sintáticas: (a) posicionamento da pré-forma e do metal líquido; (b) infiltração sob pressão; (c) obtenção do produto final (WEISE, 2007). .....	12
Figura 2.3. Modelo esquemático de montagem do processo de produção de espumas sintáticas por infiltração com ação de pressão negativa (ROHATGI et. al, 1998).....	14
Figura 2.4. Representação esquemática do processo de obtenção de esferas metálicas ocas por instabilidade capilar entre colunas de metal líquido (adaptado de CURRAN, 2003).....	16
Figura 2.5. Esquema representativo do método usado para obtenção de esferas metálicas ocas usando injeção de pasta (adaptado de CURRAN, 2003). .....	17
Figura 2.6. Esferas porosas de Al obtidas pelo processo de espumagem (IFAM, 2008).....	18
Figura 2.7: Espuma sintática de titânio produzida por processo de sinterização (OH et al., 2003). Fotos por MEV .....	18
Figura 2.8: Típica curva de tensão-deformação para metais celulares em teste de compressão (adaptado de KAMMER, 1999). .....	22
Figura 2.9. Estrutura interna de uma pasta metálica tixotrópica de uma liga Al-Zn após solidificação rápida (PIRES, 2005) Imagem por MEV.....	26
Figura 3.1. Fluxograma geral dos experimentos efetuados no trabalho.....	33

Figura 3.2. (a) Diagrama de fases completo do sistema Al-Cu; (b) detalhe da liga utilizada AA2011 (MASSALSKI, 1992).....	35
Figura 3.3. Aspecto geral de pré-forma de esferas de vidro sinterizadas utilizada para a fabricação de espumas sintáticas. ....	39
Figura 3.4. Esquema representativo das posições utilizadas para análise de dimensões de esferas e espaços vazios das pré-formas utilizadas. ....	40
Figura 3.5. Foto da superfície livre de amostra de pré-forma de esferas de vidro e confecção de máscaras para medida de dimensões de (a) esferas e (b) vazios. ....	41
Figura 3.6. Sistema utilizado para os ensaios de infiltração de pastas da liga AA2011 em pré-formas de esferas de vidro, para a fabricação de espumas sintáticas. ....	45
Figura 3.7. Detalhe da montagem no interior do forno para a produção de amostras de espumas sintáticas por infiltração: (A) discos da liga AA2011; (B) termopares de controle; (C) pré-forma sinterizada de microesferas de vidro. ....	47
Figura 3.8. Esquema do processo de fabricação de material celular por infiltração.....	48
Figura 3.9. Montagem para experimentos de compressão uniaxial de amostras de material celular produzido.....	51
Figura 3.10. Equipamento tipo martelo utilizado para a realização dos testes de impacto nas amostras de material celular produzido.....	53
Figura 3.11. Curva obtida pelo cálculo da energia potencial do pêndulo usado nos ensaios de impacto, com detalhe para o valor utilizado nos testes com o material celular produzido. ....	54
Figura 3.12. Parte da seqüência do ensaio de impacto realizado mostrando: a) a amostra fixa na base de impacto; b) momento do impacto e; c) recuo do martelo.....	55
Figura 4.1. Pré-forma de esferas de vidro sinterizadas utilizadas no trabalho. (a) aspecto geral; (b) detalhe da sinterização e dos vazios entre as esferas; (c) detalhe de espessura de paredes. Imagens por MEV.....	57

Figura 4.2. Curvas de tensão por deformação obtidas em testes de compressão de três amostras de pré-formas de vidro sinterizadas. ....	60
Figura 4.3. Curva de fração líquida por Temperatura gerada pelo software THERMOCALC® , de simulação de cálculos termodinâmicos para transformações de fase, da liga AA2011 (taxa de resfriamento de 5°C/min, condições de solidificação segundo Scheil). ....	62
Figura 4.4. Curvas de ensaio de calorimetria exploratória diferencial da liga AA2011 (taxa de 5°C/min): (a) energia por Temperatura; (b) sobreposição das curvas de energia por Temperatura no aquecimento e resfriamento. ....	64
Figura 4.5. Curvas de variação da energia por Temperatura obtidas em ensaios de calorimetria exploratória diferencial para a liga AA2011 (taxa de 5°C/min), em diferentes tipos de ciclo: (a) resfriamento; (b) aquecimento. ....	65
Figura 4.6. Esquema representativo de método para determinação da evolução de uma transformação de fase em função da temperatura em uma curva obtida por calorimetria exploratória diferencial. A = área total indica a transformação completada; An indica a fração transformada a Tn.....	67
Figura 4.7. Curva da fração líquida pela Temperatura obtida para a liga AA2011 a partir de resultados de ensaios de calorimetria exploratória diferencial (ciclo de resfriamento, taxa de transferência de calor de 5°C/min).....	68
Figura 4.8. Curva Temperatura por tempo obtida a partir de resfriamento simples, em cadinho, da liga AA2011. Taxa de resfriamento: 5°C/min. ....	69
Figura 4.9. Curva de evolução da fração líquida por Temperatura ( $F_l \times T$ ) da liga AA2011, obtida a partir da curva de resfriamento simples.....	70
Figura 4.10. Microestrutura da liga AA2011 na condição extrudada: (a) geral; (b) detalhe mostrando a presença da fase $\theta$ ( $\text{CuAl}_2$ ). Imagens por MO.....	73
Figura 4.11. Microestrutura da liga AA2011 na condição extrudada mais deformada a frio (80%): (a) geral; (b) detalhe mostrando a distribuição da fase $\theta$ ( $\text{CuAl}_2$ ). Imagens por MO. ....	74

Figura 4.12. Microestruturas obtidas por tratamento de fusão parcial controlada a 628°C, da liga AA2011, a partir dos estados: a) extrudado; b) extrudado com deformação a frio. Imagens por MO. ....	76
Figura 4.13. Variação da força aplicada com o tempo de ensaio, nos testes de infiltração da pasta tixotrópica da liga AA2011 obtida a partir da liga deformada a frio, em diferentes temperaturas: a) 623°C; b) 628°C.....	81
Figura 4.14. Foto de material típico obtido por tentativa de infiltração, a 623°C, de pasta da liga AA2011 obtida a partir da condição extrudada.....	82
Figura 4.15. Foto de material típico obtido por tentativa de infiltração, a 628°C, de pasta da liga AA2011 obtida a partir da condição extrudada.....	83
Figura 4.16. Fotos apresentando: a) montagem para ensaio de infiltração; b) produto típico obtido por infiltração, a 623°C, de pasta da liga AA2011 produzida a partir da condição extrudada mais deformada a frio. ....	84
Figura 4.17. Produto típico obtido por infiltração, a 628°C, de pasta da liga AA2011 produzida a partir da condição extrudada mais deformada a frio. ....	85
Figura 4.18. Imagens obtidas por tomografia de raios-X de 9 planos seqüenciais da secção transversal de amostra típica de material celular produzido por infiltração de pasta da liga AA2011 em pré-forma de esferas ocas de vidro. Pasta tixotrópica obtida a 623°C a partir da liga submetida a deformação a frio. Força de infiltração: 12 kN.....	87
Figura 4.19. Imagens obtidas por tomografia de raios-X de 9 planos seqüenciais da secção transversal de amostra típica de material celular produzido por infiltração de pasta da liga AA2011 em pré-forma de esferas ocas de vidro. Pasta tixotrópica obtida a 628°C a partir da liga submetida a deformação a frio. Força de infiltração: 7 kN.....	88
Figura 4.20. Imagens obtidas por tomografia de raios-X de planos seqüenciais da secção transversal de amostra de material celular produzido por infiltração de pasta da liga AA2011 em pré-forma de esferas ocas de vidro. Pasta tixotrópica obtida a 628°C a partir da liga submetida à deformação a frio. Força de infiltração: 15 kN. ....	90

Figura 4.21. Variação da força aplicada com o tempo de ensaio, em teste de infiltração a 628°C, de pasta tixotrópica da liga AA2011 obtida a partir da liga deformada a frio, revelando excesso de força de infiltração utilizada.....	90
Figura 4.22. Micrografias típicas de espumas sintáticas obtidas pela infiltração de pasta tixotrópica da liga AA2011 em pré-formas de esferas ocas de vidro. Condições de infiltração: pasta com glóbulos de pequenas dimensões; T = 628°C. a) região próxima à aresta; b) região intermediária; c) região central da seção. Imagens por MO. ....	93
Figura 4.23. Micrografia típica de espumas sintáticas obtidas pela infiltração de pasta tixotrópica da liga AA2011 em pré-formas de esferas ocas de vidro. Condições de infiltração: pasta com glóbulos de pequenas dimensões; T= 628°C. a), b) diferentes aumentos. Imagens MO.....	94
Figura 4.24. Micrografia típica de espumas sintáticas obtidas pela infiltração de pasta tixotrópica da liga AA2011 em pré-formas de esferas ocas de vidro. Condições de infiltração: pasta com glóbulos de pequenas dimensões; T= 628°C. a), b) diferentes aumentos. Imagens por MEV. ....	94
Figura 4.25. Curvas de tensão por deformação obtidas em testes de compressão de três amostras de espumas metálicas sintáticas produzidas, nas mesmas condições, por infiltração da liga AA2011 em microesferas sinterizadas de vidro.....	95
Figura 4.26. Seqüência esquemática dos estágios de deformação plástica na região do platô durante o ensaio de compressão (semi-estático). ....	97
Figura 4.27. Curvas geradas no sistema de aquisição para as condições: a) alumínio maciço e; b) material produzido por infiltração.....	101
Figura 4.28. Energia calculada a partir do recuo do pêndulo de impacto. ....	103

## Lista de tabelas

Tabela 3.1. Composição química da liga AA2011 utilizada (% em peso).....	34
Tabela 4.1. Valores do diâmetro médio das esferas e tamanho médio dos vazios entre elas em pré-forma típica de esferas de vidro sinterizadas utilizada. ....	58
Tabela 4.2. Valores médios de densidade aparente de pré-formas de esferas de vidro sinterizadas. ....	59
Tabela 4.3. Temperaturas de transformação e sensibilidade da variação da fração líquida com a temperatura, para a liga AA 2011, obtidas por diferentes técnicas de análise. ....	71
Tabela 4.4. Variação do tamanho médio de grãos e glóbulos da liga AA2011 em diferentes condições, em três regiões ao longo da secção transversal de amostras cilíndricas. ....	79
Tabela 4.5. Valores de densidades aparente, medidas por dois métodos, de espumas sintáticas produzidas por infiltração da liga AA2011 em pré-formas de esferas ocas de vidro. ....	91
Tabela 4.6. Valores das propriedades mecânicas obtidas a partir de curvas tensão por deformação em compressão, da espuma sintática produzida e de espumas sintáticas relacionadas na literatura. ....	99
Tabela 4.7. Valores de energia residuais no pêndulo em testes de impacto de amostras da liga AA2011 maciça e espumas sintáticas produzidas.....	102

## Nomenclatura

### Letras Latinas

$C_p$	calor específico	[J/Kg.K]
$E$	módulo de elasticidade	[GPa]
$E_a$	energia absorvida de impacto	[MJm <sup>-3</sup> ]
$E_s$	módulo de elasticidade do metal maciço	[GPa]
$E_v$	energia absorvida	[MJm <sup>-3</sup> ]
$m$	massa	[g]
$T$	temperatura	[°C]
$T_f$	temperatura de fusão	[°C]
$T_{IL}$	temperatura <i>liquidus</i>	[°C]
$T_s$	temperatura <i>solidus</i>	[°C]
$V$	volume	[cm <sup>3</sup> ]

.....

### Letras Gregas

$\alpha$	solução sólida	
$\varepsilon$	deformação	[mm]
$\varepsilon_D$	deformação no final do platô	[%]
$\eta$	eficiência de absorção de energia	
$\lambda$	condutividade térmica do metal celular	[W/m.K]
$\lambda_s$	condutividade do metal maciço	[W/m.K]
$\rho$	densidade do metal celular	[g/cm <sup>3</sup> ]
$\rho_{real}$	densidade real	[g/cm <sup>3</sup> ]
$\rho_{rel.}$	densidade relativa	[g/cm <sup>3</sup> ]
$\rho_s$	densidade do metal sólido	[g/cm <sup>3</sup> ]
$\sigma$	tensão	[Pa]
$\sigma_c$	tensão para início do platô	[Pa]
$\sigma_{c,s}$	resistência à compressão do metal maciço	[Pa]
$\sigma_e$	limite de elasticidade	[Pa]
$\sigma_{pl}$	tensão no platô	[MPa]
$\sigma_{pt}$	tensão de início de platô	[MPa]

.....

## Abreviações/siglas

A/D	analógico/digital
Al	Alumínio
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
DEF	Departamento de Engenharia de Fabricação
EUA	Estados Unidos da América
FEM	Faculdade de Engenharia Mecânica
$f_l$	fração líquida
FPC	fusão parcial controlada
HC	Hospital das Clínicas
IFAM	<i>Fraunhofer Institute for Manufacturing Technology and Applied Materials Research in Bremen</i>
MEV	microscopia eletrônica de varredura
MO	microscopia óptica
RPM	rotações por minuto
UNICAMP	Universidade Estadual de Campinas

# **Capítulo 1**

## **Introdução e objetivos**

### **1.1. Introdução**

Ao longo da história a sociedade tem necessitado de um contínuo desenvolvimento tecnológico como forma de enfrentar os desafios que a própria evolução humana impõe. Um dos fatores de desenvolvimento sempre foi a criação e o aperfeiçoamento de novos materiais com características necessárias a vencer os desafios que se apresentam e as necessidades associadas a esse avanço. Como decorrência disso os centros de pesquisa tem dedicado tempo e recursos para o desenvolvimento de novos materiais de engenharia.

Em virtude do intenso desenvolvimento dos materiais de engenharia surgiram classes específicas de materiais como, por exemplo, os metais porosos ou celulares que tornaram possível a oferta de espumas e esponjas metálicas. Estes materiais se caracterizam por apresentarem uma grande quantidade de vazios (tipicamente da ordem de 70% do seu volume) delimitados por paredes metálicas. Esta constituição particular fornece uma combinação específica de propriedades que não podem ser obtidas em um único material convencional; como por exemplo, baixa densidade aliada à alta rigidez; capacidade de absorção de energia em impactos e de amortecimento de vibrações (BANHART, 2001).

Atualmente se observa o crescimento na utilização dos materiais celulares em diferentes campos. Na indústria automotiva as espumas e esponjas de ligas de Al são usadas em painéis metálicos do tipo sanduíche, em componentes estruturais (JANCEK, 2003). Materiais celulares de células fechadas compõem isoladores acústicos e térmicos para conforto interno de passageiros (BERG, MAYSENHÖLDER e HAESCHE, 2003).

A característica de baixa densidade dos materiais celulares permite aplicação na indústria aeronáutica, como por exemplo materiais celulares à base de ligas de Al para utilização na fabricação de painéis estruturais (LEYDA, 2003). Devido ao seu desempenho quanto à capacidade de isolamento térmico e acústico, encontram também aplicação na construção civil, no revestimento de pisos e como paredes separadoras de ambientes (SHINKO, 1998).

Os materiais celulares são considerados intrinsecamente heterogêneos, dada a dificuldade do controle da distribuição dos vazios internos, independentemente do processo empregado na sua fabricação. Esta dificuldade levou ao desenvolvimento de materiais cujos vazios internos podem ser, em certa extensão, previamente determinados e controlados. Nestes materiais, denominados espumas sintáticas, os vazios internos são delimitados por paredes de um segundo constituinte não necessariamente metálico, distinto do metal base. Na maioria dos casos, os vazios são formados por esferas ocas de vidro ou carbono adicionadas ao metal. Busca-se obter desse modo, um maior controle sobre a homogeneidade dos vazios internos, com relação à sua geometria, dimensões e distribuição. Geralmente a matriz metálica utilizada até o momento envolve metais não ferrosos como Al e Mg e as esferas utilizadas se apresentam como esferas de carbono e de vidro de diâmetros reduzidos, da ordem de 50  $\mu\text{m}$  (QIANG ZHANG, 2009; WEISE, 2007).

Para a produção de espumas metálicas sintáticas têm sido empregados processos que utilizam a matriz metálica em dois estados físicos: a liga em seu estado líquido, através da sua infiltração em pré-formas de esferas ocas sinterizadas ou da mistura mecânica das esferas com a matriz metálica; da liga em seu estado sólido, através de técnicas de metalurgia de pós ou da sinterização de esferas metálicas ocas. No primeiro caso ocorrem limitações quanto aos materiais que podem ser utilizados no processo de infiltração, às elevadas temperaturas requeridas e à dificuldade de obtenção de espumas homogêneas pela agitação mecânica. No segundo caso, limitações do processo se referem às dimensões e geometrias possíveis no produto a ser produzido.

Dada a importância deste tipo de espuma, este trabalho investiga a possibilidade da utilização da tecnologia de ligas semi-sólidas para a fabricação de espumas metálicas sintáticas, a busca de mais uma alternativa de processo para a obtenção desta classe de materiais. As pastas

tixotrópicas podem apresentar alta fluidez podendo ser processadas a menores temperaturas que a liga no estado líquido. Assim, a viabilidade de sua utilização pode trazer benefícios energéticos na produção desses materiais.

## **1.2. Objetivos**

Este trabalho busca contribuir para o desenvolvimento de uma interessante classe de materiais, as espumas sintáticas, propondo:

- Investigação de um processo alternativo e inédito para a sua produção, a partir do metal no estado semi-sólido tixotrópico;
- Caracterização metalúrgica, física e mecânica do produto.

O processo investigado faz uso da tecnologia de semi-sólidos com a infiltração da liga em seu estado semi-sólido tixotrópico, em pré-formas de microesferas de vidro ocas sinterizadas. É investigada a técnica para sua fabricação e a influência de parâmetros no processo. São variadas as condições de fração líquida da pasta tixotrópica infiltrada e da influência de deformação a frio para redução do tamanho de grãos da matéria prima.

O produto obtido é caracterizado quanto à sua qualidade interna, dependente da capacidade de infiltração do metal semi-sólido nos espaços entre as esferas; densidade e comportamento em compressão e impacto.

## **Capítulo 2**

### **Fundamentos teóricos**

#### **2.1. Os metais celulares**

Os crescentes avanços tecnológicos e as suas decorrentes necessidades aceleraram na última década o desenvolvimento e a aplicação dos materiais conhecidos como materiais celulares ou porosos. Esses materiais contêm no mínimo 70% de vazios em sua constituição. Esses vazios ou poros estão distribuídos ao longo de toda estrutura do material (BANHART, 2001).

O avanço iniciado nos laboratórios de pesquisa das universidades foi estendido aos setores de desenvolvimento industriais podendo-se encontrar atualmente uma diversidade de produtos já comercializados. Dentre a grande quantidade de materiais celulares existentes, uma classe, em particular, vem atraindo a atenção das pesquisas: os metais celulares.

Os primeiros estudos para obtenção de metais celulares foram iniciados com o acréscimo do mercúrio ao alumínio fundido para a obtenção de poros. Posteriormente o mercúrio foi substituído por agentes espumantes que liberavam gás por ação térmica. Numa última etapa fez-se o uso da metalurgia do pó para obtenção de vazios distribuídos. Esses são considerados ainda hoje os processos básicos para produção de materiais celulares. Esses processos foram patenteados, mas a dificuldade para implantação em escala comercial freou suas pesquisas (SOSNIK, 1948; ELLIOT, 1956; ALLEN, 1963).

No final dos anos 80 através do Fraunhofer Institute for Manufacturing and Advanced Materials (IFAM), em Bremen, é que os metais celulares voltaram a ser amplamente

desenvolvidos. Atualmente os metais celulares fomentam grande interesse em pesquisa com a participação, em seu desenvolvimento, de várias empresas do ramo industrial.

Os metais celulares mais estudados e desenvolvidos são baseados no alumínio e suas ligas e em metais como Fe, Cu, Pb e Zn. São produzidos com diferentes características sendo empregados diferentes processos de fabricação. Como conseqüências dessa variedade são encontrados, em alguns casos, erros de interpretação quanto à nomenclatura usada para a sua definição. Os metais celulares são definidos como materiais heterogêneos, formados por uma matriz metálica e por poros contendo gás, podendo ser classificados com os seguintes critérios (DEGISCHER, 2002):

- A condição do metal durante a produção do material (líquido, sólido);
- O processo de fabricação envolvido (fundição, espumagem, deposição, sinterização);
- O método de formação dos poros: adição de gás, incorporação de substratos pós-removíveis, incorporação de substratos ocios não removíveis.

Para evitar a ocorrência de problemas de nomenclatura é necessária sua classificação (BANHART, 2000):

- **Metais porosos:** uma classe de metais celulares onde os vazios não são controlados ou previstos. São fabricados geralmente através de metalurgia do pó, sendo a porosidade considerada “residual”;
- **Metais celulares:** classe de materiais metálicos em que a fase metálica divide espaço com vazios propositalmente dispersos em seu volume;
- **Esponja metálica:** subclasse de metais celulares com vazios interconectados, ou poros abertos.
- **Espumas metálicas:** subclasse de metais celulares onde os vazios não são conectados, ou poros fechados.

Estas definições não são mutuamente exclusivas. A espuma, por exemplo, é uma estrutura porosa e celular, mas uma esponja não tem que, necessariamente, conter células. Além disso, esses materiais não são perfeitos; uma espuma, por exemplo, pode apresentar paredes rompidas, o que dificulta a sua distinção correta como material de poros fechados (BANHART, 2000).

Os materiais celulares apresentam irregularidade em sua estrutura interna. Para definir suas características é necessário conhecer previamente sua arquitetura interna. Por arquitetura entende-se um conjunto de características morfológicas definidas: tipo de célula; tamanho e geometria da célula/poro, arranjo espacial das células e anisotropia (ASHBY *et al.*, 2000).

Para a caracterização da densidade relativa de um material celular é necessário conhecer a fração em volume de vazios. Uma alta fração conduz à redução da densidade do metal celular. O volume de vazios é um parâmetro importante, mas não fornece informações sobre o arranjo, tamanho e geometria dos poros. Dois metais celulares podem ter a mesma densidade, mas uma amostra pode ter um ou dois grandes poros que representa a maior fração de volume da fase gasosa, e a outra pode ser constituída por poros menores uniformemente distribuídos (KRISZT, 2002).

Dois conjuntos de parâmetros podem ser usados para definir as características morfológicas dos poros. Um é referente ao tamanho, geometria e orientação do poro. Podem ocorrer poros de diversos tamanhos com geometrias elípticas, circulares, ou sem forma geométrica definida e que podem ter orientações preferenciais em uma estrutura celular ou serem dispersos de forma aleatória. Topologicamente pode-se caracterizá-lo quanto ao arranjo das células e o número de células vizinhas.

Quanto aos aspectos de anisotropia podem ser encontrados poros elípticos combinados com certas orientações que levam à ocorrência de bandas de deformação; essas bandas são prejudiciais ao comportamento mecânico do metal celular (KRISZT, 2002).

Todas as características de um material celular decorrem de seu processo de fabricação. Existem atualmente diversos processos disponíveis. Em geral esses processos apresentam elevadas dificuldades de reprodutibilidade apresentando reduzida possibilidade de controle das características dos produtos produzidos.

As características dos materiais celulares quanto à sua arquitetura é que definem suas propriedades finais, as quais determinam o campo de aplicação. Comparadas aos materiais sintéticos (plásticos), materiais celulares à base de Al apresentam, além do baixo peso, boa resistência ao calor, alta deformação, ausência de combustão e a possibilidade de reciclagem (KAMMER, 1999).

As aplicações mais usuais dos materiais celulares se relacionam com o tipo de célula que apresentam:

➤ **Materiais celulares de poros abertos (esponjas)**

Esponjas metálicas encontram aplicação como trocadores de calor em máquinas de refrigeração, por sua alta condutividade térmica, principalmente metais celulares à base de alumínio e cobre. O calor pode ser adicionado ou removido por gases ou líquidos que fluem através dos poros abertos e interconectados da esponja. (FRISCHMANN, 1995).

Também encontram aplicação na filtragem e separação, como filtros de retenção e separação de partículas sólidas dispersas em um líquido ou em um gás. Apresentam boa retenção de partículas, capacidade de limpeza, boas propriedades mecânicas, resistência à corrosão e reduzido custo (BANHART, 2002).

Como suporte para catalisadores: a efetividade da catálise depende de uma grande área superficial e as esponjas metálicas podem substituir esponjas cerâmicas, já que exibem propriedades como alta ductibilidade e condutividade térmica (SWARS, 1987).

Na armazenagem e transferência de líquidos: aplicações como mancais autolubrificantes, contendo óleo, água e outros fluídos para, por exemplo, manutenção de temperatura em condições criogênicas (ASHBY *et al.*, 2000).

No controle de fluxo de fluídos: podem ser usados para controle de fluxo de líquidos e gases, como por exemplo, como orientadoras de fluxo em túnel de vento, ou distribuição de fluxo em válvulas (SEAC, 1998).

Como purificadores de água: podem ser usados para reduzir a concentração de íons indesejados dissolvidos na água. (DEGISCHER, 2002).

➤ **Materiais celulares de poros fechados (espumas):**

Espumas metálicas podem ser utilizadas em dispositivos para controle acústico, permitindo controle de onda sonora através de partes rígidas de um material celular. Foram estudadas em aplicações envolvendo ultra-som (LIDA, MIZUNO e KONDO, 1998).

Em diferentes aplicações no ramo automotivo: aplicações em absorção de energia de impacto nas partes lateral e frontal do veículo em carros compactos, onde o uso de outros absorvedores é dificultado pelo espaço interno limitado; em partes estruturais e chapas do corpo de automóveis para redução de peso e conseqüente redução do consumo; isolamento acústico do motor (KAMMER, 1999).

Também encontram aplicações na indústria naval: devido à sua baixa densidade podem ser usadas em elementos de fixação (KAMMER, 1999).

Na indústria aeroespacial: espumas metálicas encontram aplicação na fabricação de chapas ou painéis do tipo sanduíche para substituir as estruturas do tipo colméia de alto custo, apresentando vantagens na isotropia das propriedades; com ausência de qualquer tipo de ligação adesiva, pode aumentar a manutenção da integridade da estrutura em caso de incêndio (BANHART, 2001).

Na construção civil: painéis de espuma usados como elementos de fachadas, no exterior de construções ou em coberturas de paredes internas. Com boas propriedades de isolamento térmico e acústico, painéis de alumínio podem ser usados como materiais para absorção sonora em túneis ferroviários, rodoviários, pontes e viadutos. (BANHART, 2001; KAMMER, 1999).

Além disso, espumas metálicas encontram ainda utilização em aplicações intermediárias que necessitam de uma porosidade parcialmente aberta como, por exemplo, em silenciadores.

## 2.2. As espumas sintáticas

As pesquisas com metais celulares apresentaram significativo avanço nas duas últimas décadas. Uma classe, em especial, apresentou grande desenvolvimento: as espumas sintáticas. O uso do termo espuma sintática surgiu no início da década de 1960 para descrever materiais utilizados na indústria naval, para fornecer fluabilidade aos submarinos, veículos submersíveis e equipamentos oceanográficos. As primeiras espumas eram constituídas de esferas ocas de vidro distribuídas em uma matriz de resina poliéster ou epóxi. A espuma foi o termo usado para denominar a natureza do material celular e o termo "sintática" referiu-se à estrutura ordenada, prevista pelas esferas ocas contidas em seu interior. Com o crescente interesse novos materiais foram sendo utilizados para a obtenção dessas espumas. O uso de matrizes metálicas deu início à criação da subclasse de espumas metálicas sintáticas (HARTMANN, 1999).

Espumas metálicas sintáticas são, portanto, materiais constituídos de uma distribuição de esferas ocas, normalmente feitas de vidro, em uma matriz metálica. As paredes das esferas delimitam o espaço vazio ou poro do material celular. As esferas ocas podem ser sinterizadas em uma pré-forma ou dispersas de forma aleatória na matriz.

Sua característica de baixa densidade permite que as espumas metálicas sintáticas substituam os polímeros (uma espuma sintática de alumínio tem densidade de  $1,3 \text{ g/cm}^3$ , inferior à maioria dos polímeros de engenharia). Outra vantagem dessa característica é a possibilidade do aumento de áreas de contato para trocadores de calor ou de espessura de paredes para peças de fixação sem significativo aumento de peso do conjunto ao qual são montados. Estudos mostram ainda que podem ser obtidas espumas sintáticas ainda com maiores reduções de densidade (da ordem de  $0,7 \text{ g/cm}^3$ ) utilizando microesferas de titânio (SANDERS, 1998).

Espumas sintáticas podem ser fabricadas por diversos processos e apresentam variadas aplicações. A matriz pode ser de praticamente qualquer metal e grande variedade de microesferas está disponível para sua obtenção, incluindo microesferas de vidro, carbono, alumínio e titânio. As espumas mais usuais são compostas por matrizes de alumínio e esferas de vidro ocas (WEISE, 2007).

### **2.3. Processos de fabricação de espumas metálicas sintáticas**

Os métodos mais utilizados para a fabricação de espumas metálicas sintáticas utilizam dois possíveis caminhos: processamento a partir da liga em seu estado líquido ou a partir da liga no estado sólido, envolvendo mecanismos de sinterização.

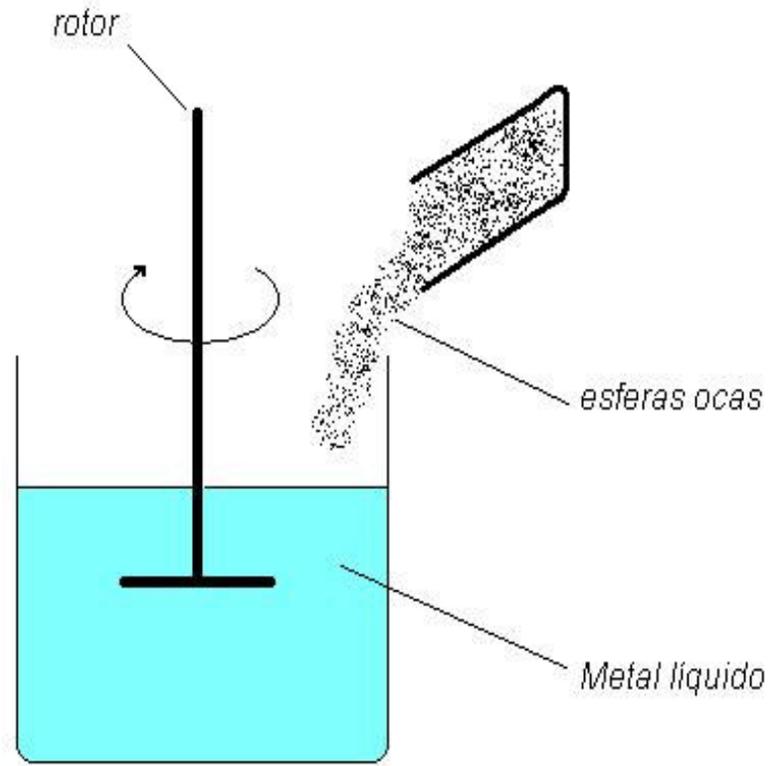
#### **2.3.1. Dispersão de esferas em banho líquido**

Este processo utiliza a liga no estado líquido promovendo a mistura entre a matriz metálica e esferas ocas. Durante o processo de fundição, com o metal ainda no estado líquido, são adicionadas esferas ocas de vidro de diâmetros da ordem de 60  $\mu\text{m}$  de diâmetro. As esferas adicionadas são misturadas no banho através da utilização de rotores com velocidades de 600 rpm por um tempo controlado de 1min. Os rotores promovem a homogeneização da mistura através do vórtice que formam. Após essa etapa o material é vazado em moldes com a geometria do produto desejado. Podem ser utilizadas ligas de Al ou ligas de Zn-Al (DAOUD, 2007)

As dificuldades do processo relacionam-se com a dispersão das microesferas na matriz metálica, falta de molhabilidade das esferas pelo metal líquido, característica abrasiva da mistura, e flutuação das microesferas pela diferença entre suas densidades e a do metal líquido. (WEISE, 2008)

São obtidos por esse processo materiais com densidades próximas a 1,2  $\text{g/cm}^3$ , isto é, da ordem de 40% da densidade da liga maciça. Ao material resultante podem ser associadas as características de um compósito metálico de baixa densidade e alta resistência à compressão. Se a distribuição das microesferas for homogênea o produto apresenta superfície lisa e brilhante semelhante à da matriz metálica original. Em contrapartida, se a distribuição das esferas for aleatória e heterogênea, o material adquire uma aparência opaca com listras brilhantes distribuídas em toda sua superfície.

A Figura 2.1. apresenta em (a) desenho esquemático do processo de mistura das esferas de vidro ocas em banho de matriz metálica e em (b) exemplo de produto obtido ao final do processo (IFAM, 2008).



a)



b)

Figura 2.1. Processo de fabricação de espumas metálicas sintáticas: (a) esquema representativo do processo de mistura das esferas ocas em banho líquido; (b) material obtido pelo processo – espumas de Al (IFAM, 2008).

### 2.3.2. Infiltração sob pressão

A infiltração sob pressão é um dos métodos mais utilizados para produção de espumas metálicas sintáticas, envolve a injeção sob pressão da matriz metálica em seu estado líquido em pré-formas de microesferas de vidro ocas. Para a produção das pré-formas são usadas microesferas com tamanhos de até 50  $\mu\text{m}$  que são agrupadas com o uso de vibração e sinterizadas com a temperatura de 780  $^{\circ}\text{C}$  por 30 min sem atmosfera controlada. A Figura 2.2. ilustra o processo, o qual é constituído das etapas: (a) fusão da matriz metálica; (b) injeção do metal líquido; (c) obtenção do produto final. As ligas mais utilizadas são ligas de Al-Si, Al-Mg e Al-Zn (WEISE, 2007).

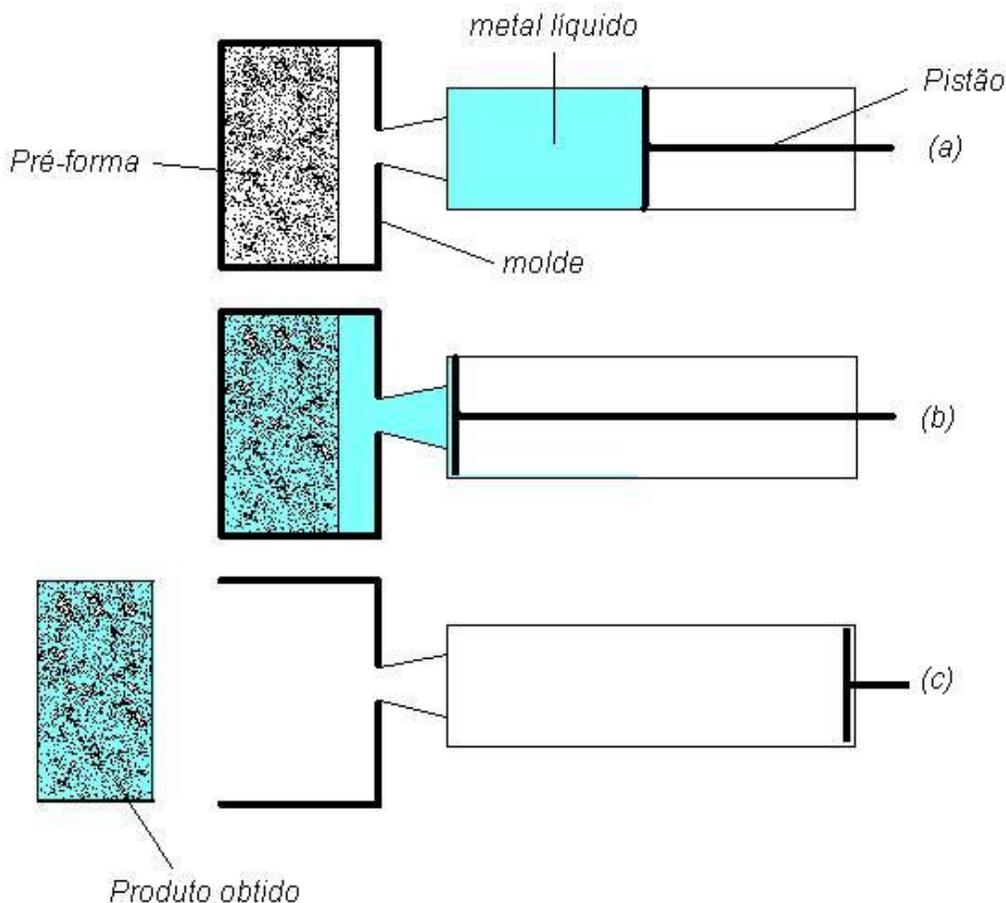


Figura 2.2. Etapas do processo de infiltração de líquido para a produção de espumas sintáticas: (a) posicionamento da pré-forma e do metal líquido; (b) infiltração sob pressão; (c) obtenção do produto final (WEISE, 2007).

No processo, as pré-formas são posicionadas em um molde metálico e pré-aquecidas à temperatura de 600°C para melhorar a capacidade de infiltração do líquido. A liga metálica é então injetada sob uma pressão que pode variar entre 5 e 20 MPa a uma velocidade que varia entre 0,2 e 0,4 m/s, em temperaturas que variam de 700 a 730 °C O processo é encerrado com o preenchimento completo do molde que contém a pré-forma e a retirada do produto obtido. São obtidos por esse processo espumas com densidades que variam entre 1,1 e 1,3 g/cm<sup>3</sup> em função da matriz metálica empregada e da porosidade obtida (WEISE, 2007).

### **2.3.3. Infiltração por gravidade**

Espumas sintáticas podem ser obtidas por infiltração do metal líquido em pré-formas, sem a utilização de pressão. O método foi desenvolvido inicialmente para a produção de compósitos de ligas de Alumínio contendo 1 a 3% de Mg. O uso do magnésio tem como função diminuir a viscosidade do material permitindo sua infiltração na pré-forma. Para que a infiltração ocorra é necessário um alto superaquecimento da liga em atmosfera controlada e neutra composta de mistura de Ar e N<sub>2</sub>. Sob estas condições a liga de Al infiltra-se na matriz cerâmica permeável de microesferas de material cerâmico de forma espontânea (pela ação da gravidade) formando a espuma sintática. A infiltração ocorre sem a aplicação de forças de infiltração ou de vácuo. Quando a quantidade desejada de infiltração é obtida, a temperatura é reduzida para que ocorra a solidificação da liga e formação da espuma constituindo uma estrutura sólida de baixa densidade (AGHAJANIAN et al,1989). No entanto, a utilização de elevado teor de Mg provoca a ocorrência de excessiva corrosão das esferas de vidro, recomendando-se portanto, a utilização de outros tipos de esferas de materiais não reativos (WEISE, 2007).

### **2.3.4. Infiltração por pressão negativa**

O processo foi apresentado para a fabricação de espumas de Al puro, é apresentado esquematicamente na Figura 2.3. Uma pré-forma composta por microesferas de vidro é posicionada sobre um cadinho cerâmico contendo Al puro (99,9%), no interior da câmara hermeticamente fechada. A câmara é então saturada de N<sub>2</sub> para evitar a oxidação da pré-forma e do Al. A pré-forma é aquecida até 250°C e o Al é fundido e aquecido até a temperatura de 800°C.

Após a fusão do Al é feito vácuo da ordem de 3 e 10 p.s.i., promovendo a infiltração do metal líquido na pré-forma (ROHATGI et. al., 1998).

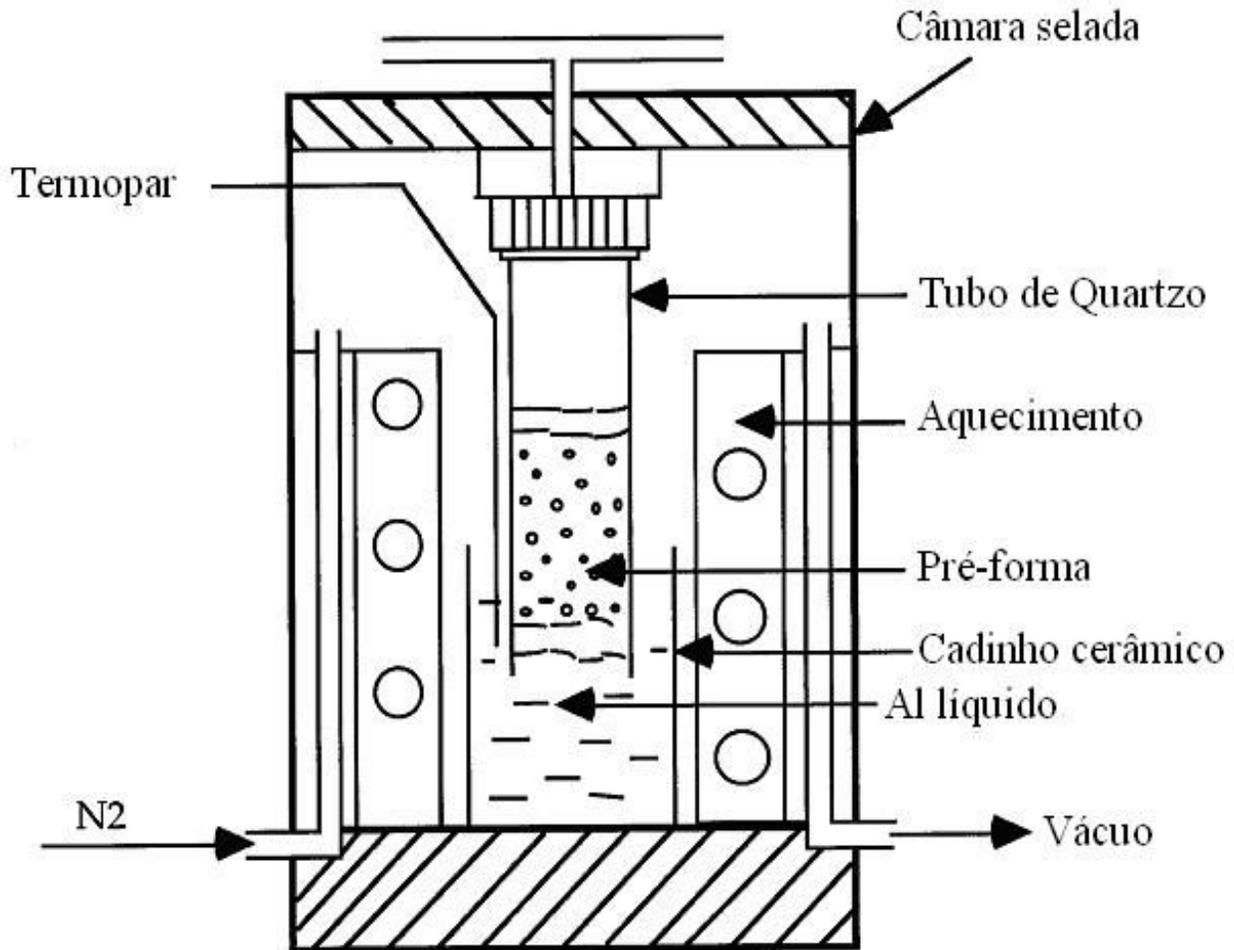


Figura 2.3. Modelo esquemático de montagem do processo de produção de espumas sintáticas por infiltração por ação de pressão negativa (ROHATGI et. al, 1998).

### 2.3.5. Sinterização de pó metálico com microesferas cerâmicas ocas

A partir da liga no estado líquido, podem-se produzir espumas sintáticas utilizando técnicas da metalurgia do pó. É o modo mais simples de produzir espumas sintáticas e consiste basicamente na sinterização de pós-metálicos (geralmente produzidos por atomização a gás), que estão misturados com microesferas ocas de vidro, à temperaturas próximas do seu ponto de fusão. Dessa forma, ocorre a união das partículas metálicas contendo em seu interior as esferas de vidro.

A sinterização normalmente é realizada em forno com atmosfera controlada ou a vácuo para evitar a oxidação das superfícies do pó metálico utilizado. A densidade do produto final depende da relação de mistura entre os componentes utilizados. É um método pouco utilizado, não encontrando aplicação comercial de relevância (CURRAN, 2003).

### **2.3.6. Sinterização de esferas metálicas ocas ou porosas**

Materiais celulares de reduzidas densidades podem ser obtidos pela sinterização de esferas metálicas ocas ou porosas. Para a produção desses materiais é necessária a utilização de esferas ocas ou porosas de diferentes materiais, com tamanhos que podem variar entre 50  $\mu\text{m}$  e 4mm de diâmetro. Tais esferas podem ser fabricadas por diferentes processos, sendo o mais empregado a atomização a gás. No processo de atomização de 1 a 5% das esferas produzidas são ocas e podem facilmente ser classificadas de acordo com seu tamanho, que geralmente não ultrapassa 1 mm (ANDERSEN e STEPHANI, 2002).

Outro método de fabricação emprega esferas de isopor que são recobertas por partículas metálicas através de processos de galvanização; as esferas de isopor metalizadas são então aquecidas para evaporação do isopor, formando as esferas ocas (BANHART, 2001; ANDERSEN e STEPHANI, 2002; CURRAN, 2003).

Esferas de maiores dimensões podem ser fabricadas por revestimento de esferas de poliéster, por pó metálico. Após a etapa de revestimento, as esferas são aquecidas para a destruição do poliéster e sinterização das partículas metálicas. Como resultados são obtidos esferas ocas (TOROBIN, 1987).

Pode-se ainda obter esferas metálicas ocas, por instabilidade de filamentos de metal líquido com um fluxo de gás no seu interior. A Figura 2.4 apresenta representação esquemática do processo utilizado para obtenção de esferas ocas usando instabilidade capilar (CURRAN, 2003).

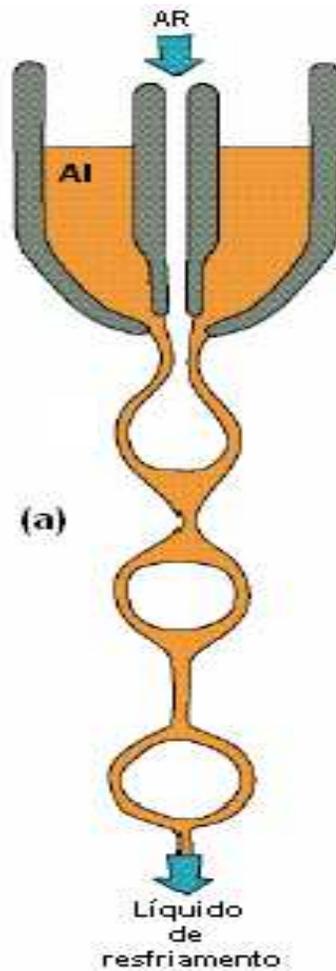


Figura 2.4. Representação esquemática do processo de obtenção de esferas metálicas ocas por instabilidade capilar entre colunas de metal líquido (adaptado de CURRAN, 2003).

Por esse processo o metal líquido é passado por um bocal de geometria circular formando uma coluna em cujo centro é injetado ar comprimido. É formada, então uma coluna oca de metal fundido com paredes de pequena espessura. Sob efeito da gravidade e devido à pequena espessura das paredes líquidas, estas se unem formando gotas. No resfriamento, o metal é solidificado, resultando na formação de esferas metálicas ocas. O processo exige um controle apurado tanto do fluxo de ar quanto do fluxo do líquido para a formação de esferas íntegras.

Uma adaptação desse processo foi desenvolvida e faz uso de pastas constituídas de pó metálico e resina poliéster. A Figura 2.5 apresenta representação esquemática do processo

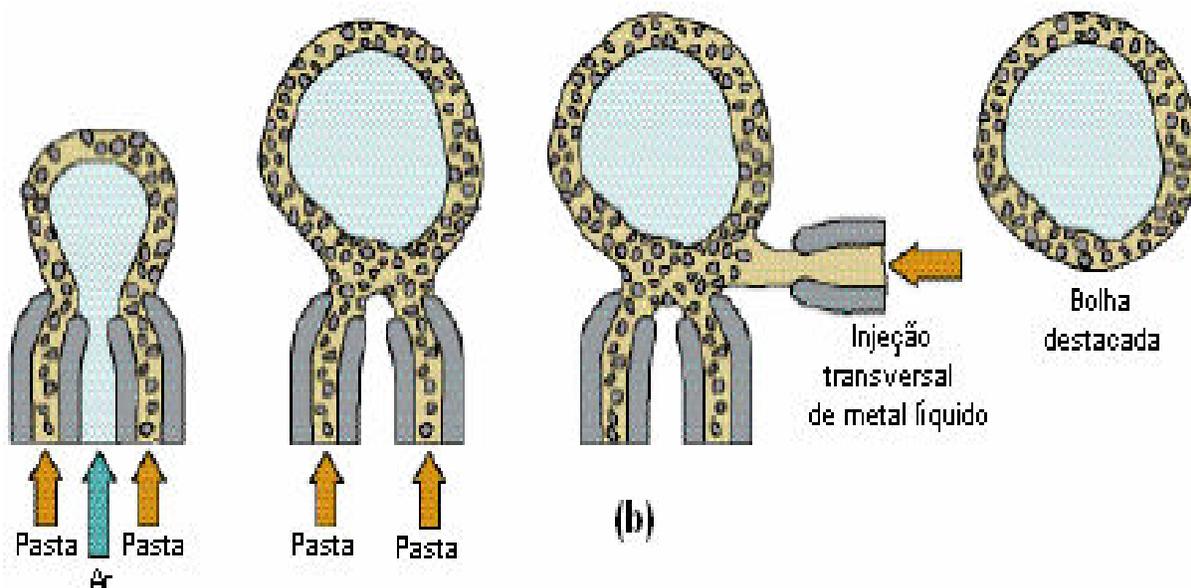


Figura 2.5. Esquema representativo do método usado para obtenção de esferas metálicas ocas usando injeção de pasta (adaptado de CURRAN, 2003).

No processo, uma pasta constituída por um pó metálico e um material volátil é forçada, por ação de jato de ar, através de bocal circular, formando gotas esféricas. A esfera recebe um jato de metal líquido lateral para promoção do seu fechamento e liberação, a partir dos quais cai por ação da gravidade em um recipiente para seu resfriamento. As esferas obtidas por esse processo apresentam diâmetros da ordem de 4mm. As esferas formadas passam por uma etapa posterior onde são aquecidas para remoção da resina volátil e sinterização do pó metálico (CURRAN, 2003).

Esferas metálicas porosas podem também ser utilizadas para a produção de espumas sintáticas. Estas esferas podem ser fabricadas por processo de espumagem de precursores constituídos de mistura compactada de pó metálico e agente espumante. Com o aquecimento, o agente espumante produz o gás necessário para a promoção das células porosas no interior das esferas. A Figura 2.6 apresenta exemplo de esfera porosa de liga de Al fabricada por este processo (IFAM, 2008).



Figura 2.6. Esferas porosas de Al obtidas pelo processo de espumagem (IFAM, 2008)

Para a fabricação de componentes de espuma sintática, estas esferas ocas ou porosas produzidas pelos diversos processos, são unidas por processos de sinterização em condições que dependem de características do material das esferas. A Figura 2.7. apresenta uma espuma sintática de titânio produzida por sinterização de esferas ocas deste material (OH, 2003).

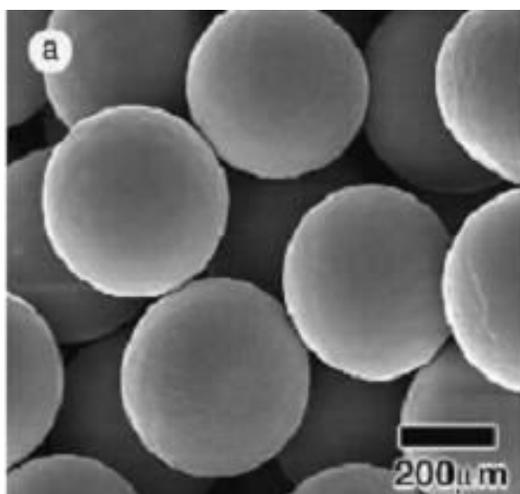


Figura 2.7. Espuma sintática de titânio produzida por processo de sinterização (OH et al., 2003).

Fotos por MEV

Em alguns casos, as esferas podem ser unidas com uma pasta ligante, com uso de pressão isostática a quente (ANDERSEN e STEPHANI, 2002). Pode-se também utilizar de pós metálicos

com ponto de fusão inferior ao das esferas que ao serem fundidos promovem a ligação entre elas (RABIEI, 2004).

## **2.4. Propriedades das espumas sintáticas e sua caracterização**

A caracterização de um material de engenharia qualquer tem como objetivo principal a determinação de parâmetros estruturais e sua relação com as propriedades do material, e se faz necessária para a correta definição de sua aplicação. No caso de espumas sintáticas, mesmo que o processo de fabricação tenha buscado a obtenção de uma estrutura com vazios arranjados regularmente, a caracterização estrutural envolve a determinação da distribuição e das dimensões das células (KRISZT, 2002). As propriedades físicas e mecânicas do material celular são relacionadas com estes parâmetros estruturais, além das propriedades intrínsecas dos materiais que o constituem. Algumas propriedades como estrutura cristalina e temperatura de fusão não são alteradas no metal celular quando comparado com o metal maciço (PIPPAN, 2002).

As propriedades das espumas metálicas sintáticas são semelhantes às de outros tipos de espumas metálicas, e não há técnicas específicas para sua caracterização. Por sua vez, a caracterização de estrutura e propriedades de espumas em particular e materiais celulares em geral emprega, na maioria das vezes, técnicas convencionais de caracterização de metal maciço.

### **2.4.1. Caracterização estrutural**

#### **➤ Tomografia de raios-X**

A tomografia computadorizada de raios-X é empregada para mapeamentos internos de possíveis falhas de preenchimento e tomógrafos médicos também podem ser usados para mapeamentos internos, porém são mais limitados em tolerância de resolução. Esta baixa resolução, entretanto, é suficiente para o controle de qualidade do componente celular ou simplesmente para detectar regiões sólidas e vazias de espumas ou esponjas metálicas (MALCOMA *et al.*, 2007; MAIRE e SALVO, 2003; BANHART, 2001).

Para uma melhor caracterização de espumas sintáticas a tomografia de raios -X de alta velocidade utilizando radiação sincrotron pode ser utilizada. O método fornece a possibilidade de uma avaliação tridimensional das estruturas internas com relação à arquitetura interna dos vazios. Um exemplo foi a avaliação tridimensional de uma espuma sintática polimérica, obtendo os valores de densidade relativa através do método (MAIRE, 2006).

#### ➤ **Microscopia**

A morfologia celular e a microestrutura de metais celulares podem ser analisadas por observações ópticas em vários aumentos. A microscopia óptica pode ser usada, por exemplo, para análise da microestrutura da parede celular (dendritas, glóbulos, precipitados e inclusões), ou mesmo, para análise de poros. A microscopia eletrônica avalia a integridade das esferas e o preenchimento pela matriz metálica, em pré-formas sinterizadas, de vazios entre esferas consecutivas (BANHART, 2001).

#### **2.4.2. Propriedades físicas**

Uma das características mais atraentes de espumas sintáticas é sua baixa densidade. Diferentes métodos podem ser empregados para a caracterização da densidade aparente de metais celulares. O método mais simples relaciona diretamente a massa e o volume do material. A partir do valor de densidade aparente pode ser obtida relação entre a densidade do metal maciço e do metal poroso, fornecendo a densidade relativa da espuma metálica (MOTZ, PIPPAN e KRISZT, 2002).

Dada a importância da determinação do valor da densidade de um material celular, outros métodos são utilizados para o cálculo da densidade aparente, como o método de Arquimedes. O método se aplica a objetos com geometrias irregulares e permite obter a densidade do material através da relação de seu peso aparente ao ar e imerso em água (TAO, 2008; SONG *et al.*, 2007; DAOUD, 2007).

Técnicas mais sofisticadas para obtenção de medidas ainda mais precisas da densidade como o emprego de picnometria a gás hélio são também utilizados. No ensaio a amostra tem inicialmente sua massa medida, em seguida é inserida na câmara de análise do equipamento (cujo

volume é conhecido), e que é hermeticamente fechada. O volume inicial da amostra é determinado pela alteração de pressão do gás hélio, quando este é injetado na câmara com relação à pressão do gás com a câmara vazia (BOONYONGMANEERAT e DUNAND, 2008; MURRAY e DUNAND, 2006).

O valor da densidade de um material celular é relacionado com valores de propriedades mecânicas. Foi proposto alguns modelos que relacionam o valor de densidade aparente com valores de módulo de elasticidade e tensão no platô em ensaios de compressão semi-estáticos. O modelo é baseado em uma estrutura celular regular, não levando em conta a influência da distribuição não homogênea da densidade nas propriedades mecânicas (ASHBY, 2000).

A distribuição da densidade em metais celulares é influenciada por características estruturais ainda não completamente compreendidas (KRISZT, 2002).

No estudo de absorção de energia em compressão semi-estática, foi realizado ensaios em espumas comerciais que encontraram relação entre tensão do platô ( $\sigma_{pl}$ ) e densidade (KANAHASHI, 2000). Em ensaios semelhantes observou-se a formação de bandas de deformação na compressão de espumas de diferentes densidades (BENOUALI, 2002).

Os resultados de ensaios de compressão dinâmicos de espumas comerciais de diferentes densidades verificaram que a influência da densidade relativa é mais pertinente do que a influência de diferentes taxas de deformação empregadas, nos valores de tensão de compressão ( $\sigma_c$ ). (DANNEMANN, 2000)

### **2.4.3. Propriedades mecânicas**

Os testes mecânicos são indispensáveis para caracterização de espumas sintáticas. Os métodos de caracterização são, em princípio, os mesmos utilizados para materiais maciços. Entretanto, algumas vezes modificações nos procedimentos dos testes devem ser necessárias, por apresentarem poros e vazios internos metais celulares devem ser testados com valores menores de carga em ensaios dinâmicos Os testes mecânicos podem ser classificados por um dos seguintes atributos (BANHART, 2001):

- Tipo de tensão aplicada: uniaxial, biaxial, hidrostática. Testes uniaxiais são os mais usados para caracterização de metais celulares.
- Modo de carregamento: compressão, tensão, impacto. Testes de compressão e impacto são os mais pertinentes para caracterização de metais porosos. Para a caracterização do comportamento compressivo nas espumas sintáticas são realizados ensaios de compressão (semi-estáticos) em equipamentos servo-hidráulicos.

Em compressão as espumas sintáticas apresentam uma grande área de deformação plástica para uma tensão aplicada quase constante. Este comportamento as tornam muito interessantes para aplicações que requeiram capacidade de absorção de energia em impactos (MOTZ, PIPPAN e KRISZT, 2002).

Uma curva característica de tensão-deformação desse material é apresentada na Figura 2.8.

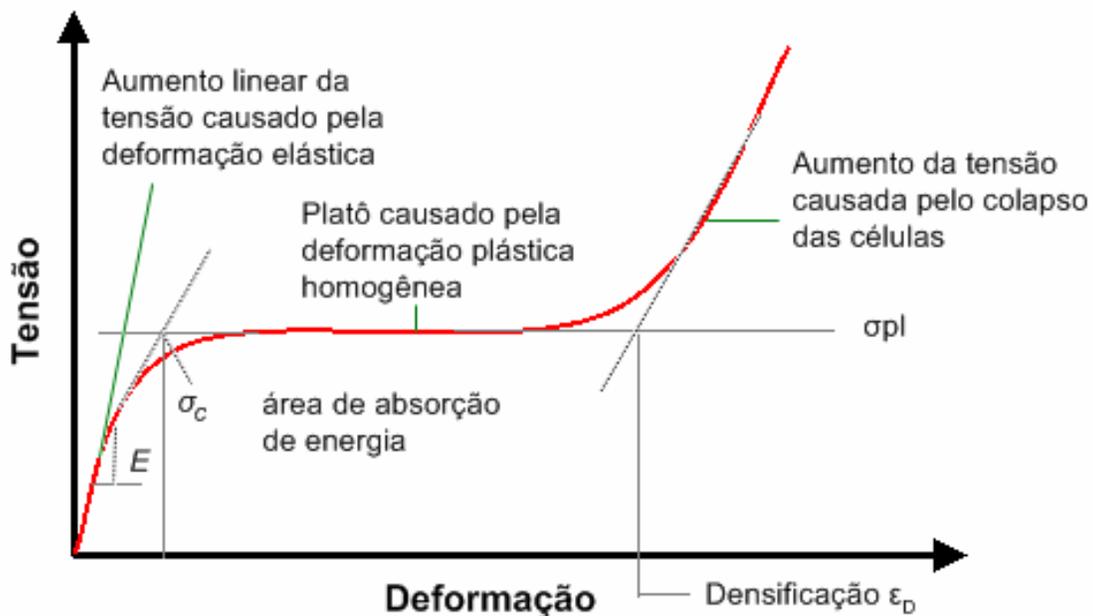


Figura 2.8. Típica curva de tensão-deformação para metais celulares em teste de compressão (adaptado de KAMMER, 1999).

A curva típica é caracterizada por 3 estágios distintos: no primeiro estágio ocorre aumento linear da tensão devido à deformação elástica, nesta região é definido o módulo de elasticidade do metal celular. O segundo estágio é caracterizado por uma grande deformação plástica à tensões praticamente constantes seguida de um terceiro estágio onde ocorre aumento rápido da tensão, causado pelo adensamento do material pelo colapso das esferas.

A área sob o platô de deformação plástica fornece a maior parte da energia absorvida na deformação

A partir das curvas de tensão por deformação podem ser extraídos valores de propriedades mecânicas específicas da espuma sintática analisada. No início do processo de deformação observa-se uma região de deformação elástica que relaciona a tensão em função da deformação em uma relação linear. A inclinação (coeficiente angular) desse segmento linear corresponde ao módulo de elasticidade do material que esta sendo ensaiado podendo ser definido pela equação (DIETER,1981):

$$\sigma = E.\varepsilon \quad (2.1)$$

Onde:

$E$  = módulo de elasticidade/Young (MPa)

$\sigma$  = tensão (MPa)

$\varepsilon$  = deformação

O módulo de elasticidade para uma estrutura celular depende da sua arquitetura interna, por exemplo, a influência do tamanho das esferas deve ser considerado, pois o  $\sigma$  aumenta com a diminuição do seu tamanho (KISER,1999). Esferas que apresentam grandes diâmetros apresentam menor resistência a compressão que esferas de diâmetros menores o que acarreta o final do regime elástico à menores tensões (HARTMANN, 1999).

A tensão de compressão ( $\sigma_c$ ) é definida como o máximo de valor na região elástica; seus valores podem ser, em alguns casos, superiores aos valores da tensão do platô ( $\sigma_{pl}$ ), que é a média dos valores da região plástica. Esse comportamento é decorrente do comportamento plástico do metal utilizado como matriz metálica.

A região de deformação plástica pode apresentar oscilações de tensão que são relacionadas com colapsos locais da estrutura (QIANG ZHANG, 2009). Por essa razão a tensão de platô ( $\sigma_{pl}$ ) é determinada pela média das tangentes dos picos e depressões do platô (PAUL, 2000).

A deformação plástica total ( $\epsilon_D$ ) do material está relacionada com a densidade, distribuição das esferas na matriz e fragilidade das finas paredes metálicas.

Para estudar o comportamento das espumas sintáticas quanto ao impacto são realizados testes com altas velocidades de deformação que contribuem para o aumento da tensão nas esferas e conseqüentemente no sistema (PAUL, 2002). Nas estruturas de células abertas não são observadas a influência de taxa de deformação no comportamento mecânico do material ((DANNEMANN, 2002; MOTZ, PIPPAN e KRISZT, 2002).

Quando um material é submetido a impacto deve ser observada sua capacidade de absorção de energia e os valores de tensões na qual sua energia cinética é absorvida. Para determinação dessa energia absorvida por unidade de volume ( $E_v$ ) é calculada a área sob a curva de tensão por deformação ( $\sigma \times \epsilon$ ) na região plástica, descrita pela equação (MOTZ, PIPPAN e KRISZT, 2002):

$$E_v = \int_{\epsilon_1}^{\epsilon_2} \sigma(\epsilon) d\epsilon \quad (2.2)$$

Dois distintos materiais absorvedores de impacto podem apresentar um mesmo valor de energia absorvida ou capacidade de absorção de impacto; no entanto, o valor do pico de tensão para o material que não apresenta patamar significativo é mais elevado, indicando maior força de impacto e portanto maior possibilidade de risco. Para evitar danos excessivos ou ferimentos no indivíduo, no caso de eventos de impacto em automóveis, por exemplo, a força de impacto não

deve exceder certos valores. Portanto não somente a capacidade de absorção de impacto é importante, como também a resposta tensão-deformação do material; além disso, a presença do patamar indica maior tempo em deformação, significando maior segurança ao passageiro (MOTZ, PIPPAN e KRISZT, 2002).

## 2.5. Tecnologia de semi-sólidos

A tecnologia de semi-sólidos 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, resultando em produtos *near net shape*. Os processos de tixoconformação envolvem desde a fundição (pastas com baixas frações sólidas), até processos de conformação mecânica (pastas com elevadas frações sólidas) como forjamento (RASSILI, 2008; VANEETVELD, 2008; FLEMINGS, 1976), extrusão (GHADIANI, 2008; YOON, 2008; 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. Esta estrutura, se mantida em repouso, apresenta alta viscosidade, mas a aplicação de tensões pode promover a ruptura das ligações entre glóbulos, permitindo o escoamento da pasta com muito menos esforço do que seria necessário para escoar um material no estado sólido, mesmo que aquecido a altas temperaturas (FLEMINGS, 1976). A viscosidade da pasta tixotrópica depende, portanto, da tensão aplicada e também da fração sólida presente (BARMAN, 2008).

A Figura 2.9. apresenta a estrutura interna de uma pasta metálica tixotrópica de uma liga Al-Cu após solidificação rápida, mostrando a morfologia da fase primária globular.

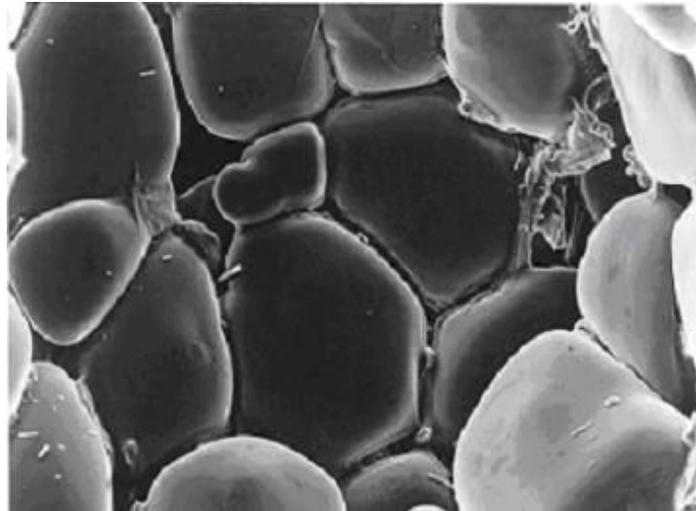


Figura 2.9. Estrutura interna de uma pasta metálica tixotrópica de uma liga Al-Zn após solidificação rápida (PIRES, 2005) Imagem por MEV.

### 2.5.1. Processamento no estado semi-sólido - vantagens e desvantagens

O processamento de ligas metálicas no estado semi-sólido pode apresentar vantagens e desvantagens quando comparado com o processamento convencional no estado sólido ou líquido, conforme comentado a seguir:

- **Maior eficiência energética:** são empregadas menores temperaturas para a fundição, 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 (MUENSTERMANN, 2008; 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; precisão dimensional e propriedades mecânicas superiores aos produtos obtidos pela fundição convencional podem ser obtidos (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 estanqüidade (VANEETVELD, 2008; 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; GOKA, 2006).
- **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 (BABU, 2008; CRISTOFOLINI, 1997; FLEMINGS, 2000);
- **Conformação de ligas de reduzida plasticidade:** conformação, por forjamento ou extrusão, de ligas que requerem elevadas pressões, como a conformação de ligas de Titânio pode ser possível se utilizado o material no estado tixotrópico (CARAM, 2008).

A utilização comercial ampla da tecnologia de semi-sólidos encontra ainda limitações devidas 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, dificuldade de controle da faixa de temperaturas do estado semi-sólido para garantir fração de líquido e viscosidade correta, principalmente para ligas com faixas estreitas de temperaturas (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 conhecidos como Fusão Parcial Controlada, 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 resultam 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 cinética tendo em vista as altas temperaturas empregadas para a obtenção de pastas tixotrópicas.

Inúmeros artigos são apresentados na literatura mostrando bons resultados na obtenção de pastas tixotrópicas por tratamentos por fusão parcial controlada. Investiga-se a evolução estrutural da liga hipoeutética Al-Si com relação à temperatura e ao tempo de tratamento (YANG, 2004). 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. Refino de estruturas**

O comportamento de escoamento de pastas metálicas depende, além da fração sólida, também das dimensões, morfologia, e quantidade de interações entre partículas da fase sólida. Partículas fortemente aglomeradas requerem maiores tensões para sua liberação e escoamento, da mesma maneira que partículas de grandes dimensões podem prejudicar a fluidez (ZOQUI, 2003; MELO, 2000).

Várias técnicas são utilizadas para a redução do tamanho de glóbulo na pasta tixotrópica para a obtenção de uma estrutura refinada e de alta fluidez sob baixas tensões. No presente trabalho foi utilizada técnica de refino por emprego de deformação prévia a frio, buscando a obtenção de pastas de alta fluidez e a conseqüente alta capacidade de infiltração requerida no processo de fabricação de espumas sintáticas a ser investigado.

➤ **Refino de estrutura com o uso de deformação a frio**

Um dos métodos utilizados para diminuição do tamanho de glóbulos em pastas tixotrópicas faz uso de aplicação de deformação a frio da liga metálica antes do tratamento de fusão parcial controlada para a modificação estrutural que leva à obtenção da pasta.

A liga deformada, ao ser submetida a aquecimento, passa por mecanismos de recuperação e recristalização. A recristalização consiste na formação de um novo conjunto de grãos equiaxiais não deformados que apresentam baixa densidade de discordâncias. A força motriz para produzir essa nova estrutura de grãos é a diferença na energia interna do material em seus estados deformado e não deformado, resultante da eliminação de discordâncias. Os novos grãos originam-se como pequenos núcleos que crescem até substituírem completamente a matriz deformada original. Os sítios preferenciais para o surgimento dos novos grãos localizam-se em regiões do material com maior concentração de energia livre, como nos contornos de grão.

Com a continuidade do aquecimento, líquido é formado em contornos de grãos originais pela fusão de fases secundárias, ao ser atingida a  $T_{solidus}$  do material. Nesta situação, se a condição de energia é atingida, líquido penetra nos contornos de grãos recristalizados, liberando-os para crescimento equiaxial em meio líquido. Estes novos grãos constituem a fase sólida globular da pasta tixotrópica. Pastas obtidas por este procedimento apresentam glóbulos de pequenas dimensões e pouco aglomerados (ROBERT, 2007).

A obtenção de pastas a partir de estruturas deformadas é denominada SIMA (*strain induced melt activated*). Esta técnica deu origem a distintas possibilidades de tratamentos termomecânicos prévios à fusão parcial controlada, com diferentes resultados em termos de dimensões finais de glóbulos na pasta tixotrópica (YOUNG, 1979). Observou-se que Em ligas Al-Zn, o aumento do grau de deformação inicial leva à redução do tamanho de glóbulos resultantes (CHANGMING, 2003). Tratamentos prévios de super-envelhecimento em ligas Al-Cu promovem a formação de estruturas tixotrópicas bastante refinadas, devido à restrição ao crescimento de grão recristalizados que irão constituir a fase globular na pasta tixotrópica. (MARGARIDO, 2003)

## 2.6. 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 processamento. A tixohabilidade é definida por alguns fatores (ATKINSON, 2000):

- o intervalo de solidificação: o intervalo entre a temperatura *Temperatura liquidus* e *Temperatura 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, no entanto são indicativos de elevada suscetibilidade a formação de trincas de contração no resfriamento do material;
- sensibilidade da fração líquida com a temperatura ( $dF_l / dT$ ) 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. Resultados indicam valores de  $dF_l / dT$  entre  $0.007 \text{ K}^{-1}$  e  $0.067 \text{ K}^{-1}$  para  $F_l=0,4$  em ligas Al-Si-Cu, dependendo do teor de Si e Cu presentes. Isto significa que o aumento de 1K nas ligas contendo 40% de líquido implica no aumento de 0,7 e 6,7 na fração de líquido nas pastas; no primeiro caso a tixohabilidade é maior e permite melhor controle do processo de tixoconformação (LIU, 2005; TZIMAS, 1999);
- fração líquida formada pela fusão da fase eutética: a formação de grande quantidade de líquido pela fusão da fase elíptica pode significar dificuldade de controle do processo, pois aumentos subsequentes 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 fatores podem influenciar a tixohabilidade de uma liga metálica:

- taxa de aquecimento ou resfriamento a que a liga é submetida até o estado semi-sólido: de modo geral altas taxas de aquecimento ou resfriamento diminuem a *Temperatura solidus* e aumentam a *Temperatura liquidus*, aumentando 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. Comprova-se que a adição de pequenos teores de Mn e Si na liga AA6063 provoca um decréscimo na Temperatura *sólidus*, aumentando a janela de tixoconformação, mas os níveis adicionados devem ser controlados, caso contrário provocam diminuição no intervalo de solidificação (ZOQUI, 2008).

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, via 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 Temperatura *solidus* e Temperatura *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, 2005; CAMACHO, 2003; CHEN, 2002; KAZAKOV, 2000; ATKINSON, 2000). 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 (ROBERT, 2008; RASSILI, 2008; LECOMTE-BECKERS, 2006).

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 semi-sólido e para o sucesso da operação de tixoconformação.

## Capítulo 3

### Procedimentos experimentais

O trabalho trata da exploração de processo de fabricação de materiais celulares a partir da infiltração de pastas tixotrópicas em pré-formas de esferas de vidro sinterizadas. Os trabalhos experimentais desenvolvidos são apresentados de maneira esquemática no fluxograma da Figura 3.1; em seguida são detalhadas as etapas dos experimentos realizados.

#### 3.1. Liga utilizada

A liga utilizada como matriz metálica foi uma liga comercial de composição básica Al-5,5%Cu, identificada segundo o Metals Handbook, como AA2011 (BRAY, 1992). Essa liga é pertencente à série 2XXX de ligas conformáveis e tratáveis termicamente. A escolha da liga levou em conta os fatores:

- a. A liga apresenta um intervalo de temperaturas entre as linhas *solidus* e *liquidus* da ordem de 120°C, indicando potencial tixohabilidade, isto é, possibilidade de controle de processos de tixoconformação;
- b. É de ampla utilização comercial;
- c. É suscetível a tratamentos de solubilização e envelhecimento, permitindo a melhoria de suas propriedades.

Para utilização no trabalho, a liga foi adquirida no mercado na forma de barras extrudadas de diâmetro 43,5 mm e 6000 mm de comprimento.

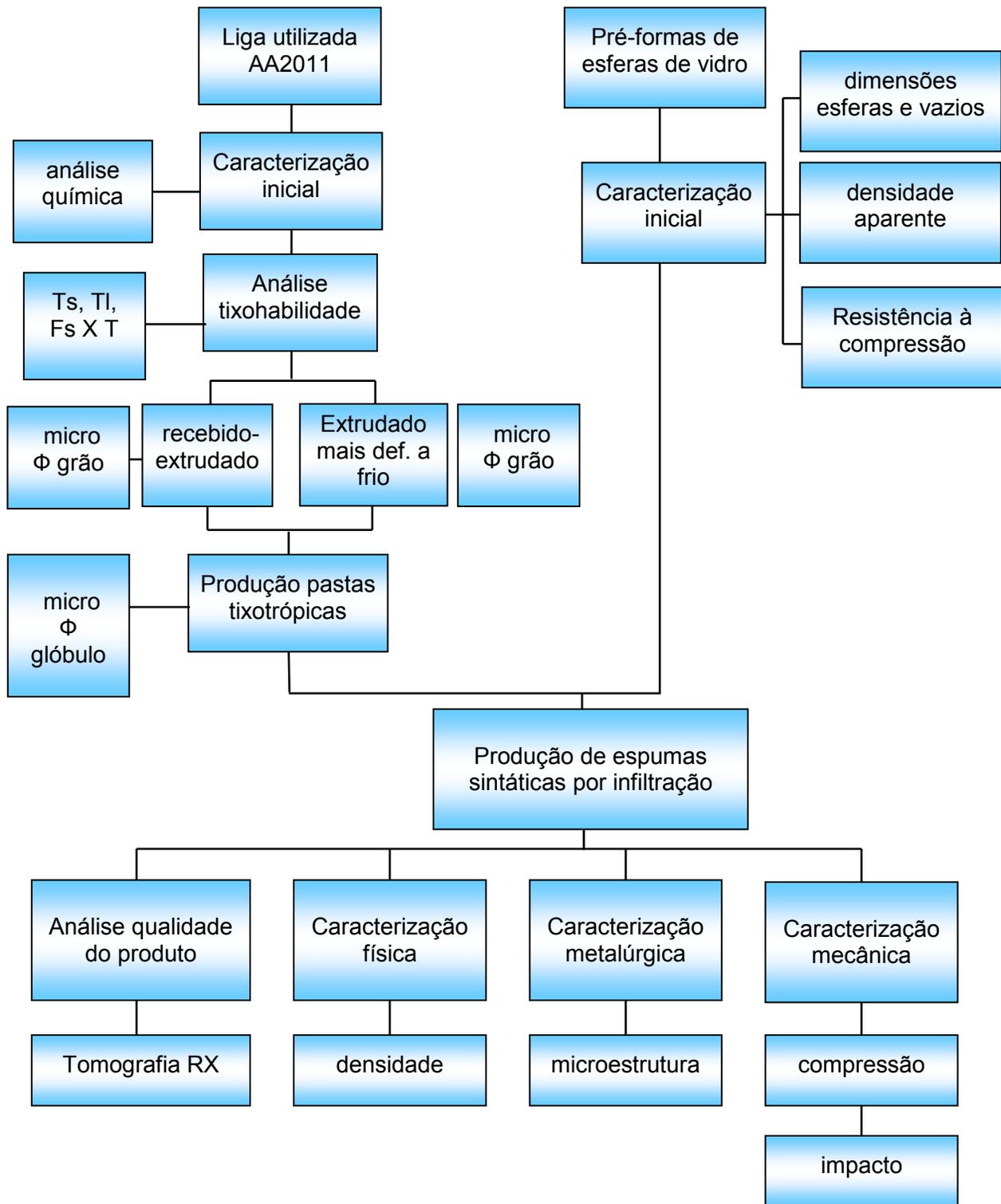


Figura 3.1. Fluxograma geral dos experimentos efetuados no trabalho.

### 3.1.1. Composição química da liga utilizada

A liga de trabalho teve sua composição química determinada por espectrometria de emissão atômica (EEA); a análise foi realizada pela empresa ALCOA DO BRASIL S/A. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1. Composição química da liga AA2011 utilizada (% em peso).

Elemento	Cu	Bi	Fe	Si	Mn	Zn	Cr	B	Al
% peso	5,29	0,47	0,39	0,27	0,02	0,08	0,01	~0,001	Balanço

### 3.1.2. Diagrama de fases (equilíbrio) do sistema Al-Cu

O diagrama de fases completo do sistema Al-Cu é apresentado na Figura 3.2 (a), para condições de equilíbrio, segundo apresentado na literatura; o detalhamento para elevados teores de Al com destaque para a composição da liga de trabalho é apresentado na Figura 3.1 (b) (MASSALSKI, 1992).

É possível identificar a presença de reação eutética para teores de 33,2%Cu e o limite de solubilidade do Cu no Al em condições de equilíbrio para teores de 5,65% Cu, o qual ocorre na temperatura de 548°C.

A liga utilizada, contendo 5,29%Cu, se solidificada em condições de equilíbrio, deve apresentar, à temperatura ambiente, a fase primária  $\alpha$  com no máximo 0,19%Cu e uma segunda fase intermetálica  $\text{CuAl}_2$  denominada fase  $\theta$  formada por precipitação no estado sólido. Durante a solidificação a liga apresenta somente a fase  $\alpha$  com morfologia usual dendrítica, formada diretamente a partir do líquido.

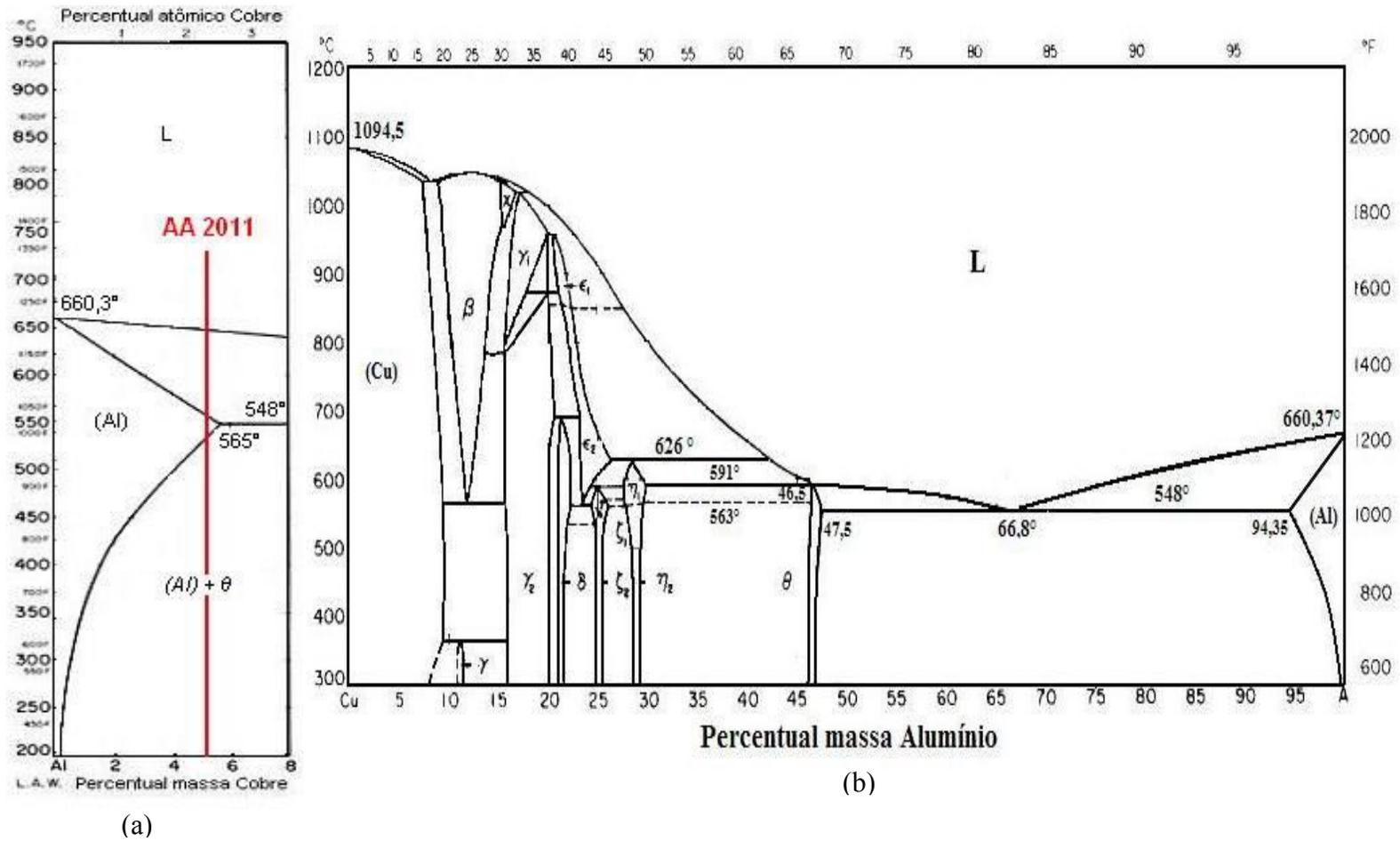


Figura 3.2. (a) Diagrama de fases completo do sistema Al-Cu; (b) detalhe da liga utilizada AA2011 ( MASSALSKI, 1992).

### 3.1.3. Análise da tixohabilidade da liga utilizada

A possibilidade de processamento de ligas metálicas no estado semi-sólido depende de sua tixohabilidade, isto é, da capacidade de se controlar a relação entre as frações líquida e sólida da pasta tixotrópica. A tixohabilidade depende, basicamente, do intervalo de solidificação da liga e da sensibilidade da fração líquida com a temperatura. Portanto, é fundamental a determinação das temperaturas *solidus* e *liquidus* e da relação da fração sólida pela Temperatura ( $F_s \times T$ ). No trabalho foram utilizadas 3 distintas técnicas para a determinação destes parâmetros para a liga AA2011: simulação de cálculos termodinâmicos utilizando o *software* comercial THERMOCALC<sup>®</sup>, análises térmicas por calorimetria exploratória diferencial (CED) e obtenção experimental de curva de resfriamento simples temperatura por tempo ( $T \times t$ ) em condições de solidificação normais.

**Simulação de cálculos termodinâmicos:** a simulação da solidificação da liga em questão utilizou os dados de composição química obtidos por espectrometria de emissão atômica, sendo selecionada a base de dados TTAL5. Para os cálculos foi utilizada como condição de solidificação as dadas pela equação de Scheil, com uma taxa de resfriamento programada de 5°C/min.

Como resultado da simulação foi gerado o diagrama de fases específico para a liga AA2011; a partir do diagrama foram determinados os valores de Temperatura *solidus* ( $T_s$ ) e Temperatura *liquidus* ( $T_l$ ) e ainda gerada curva de variação da fração sólida em função da temperatura.

**Análises térmicas por calorimetria exploratória diferencial (CED):** foram realizados 4 ensaios de calorimetria exploratória diferencial (CED), em ciclos de aquecimento seguidos de resfriamento, a uma taxa de 5°C/min. Foram utilizadas amostras de massa 100mg.

Foi utilizado equipamento da marca NETZCH modelo STA 409 com controlador modelo TASH 414/x acoplado a placa analógica digital modelo IEEE 488. O equipamento permite o processamento automático dos sinais dos ensaios através do *software* NETZCH TA. O sinal elétrico gerado e registrado é associado à diferença de temperaturas entre o material e uma

amostra de referência. São medidas as variações do sinal elétrico/massa do material ensaiado com o tempo de ensaio. O ensaio apura de forma precisa a diferença de energia fornecida ao material de teste, em comparação a um material de referência, em função da temperatura, enquanto são submetidos a uma programação controlada de aquecimento e resfriamento. O resultado dessa variação da energia com a temperatura é apresentado graficamente em curvas que mostram picos de liberação ou absorção de energia nas temperaturas onde ocorrem transformações de fases exotérmicas ou endotérmicas, respectivamente.

**Curvas de resfriamento simples (temperatura por tempo):** uma massa de 100g da liga foi fundida em cadinho de carvão de silício, em forno tipo mufla da marca EDG modelo EDGCON 5P, e solidificada no próprio cadinho a uma taxa de resfriamento aproximada de 5°C/min.

Durante resfriamento a tomada de dados de temperatura foi feita a partir de termopar do tipo K, posicionado na região central do líquido, com auxílio de *software* apropriado. Foi então gerada a curva Temperatura por tempo, a partir da qual foram estimadas as Temperaturas *solidus* e Temperatura *liquidus* e também determinada a evolução da transformação líquido-sólido na faixa de solidificação, isto é, a variação da fração sólida pela temperatura.

### **3.1.4. Microestrutura da liga utilizada**

Foram feitas análises de microestrutura da liga utilizada, nas condições como recebida, isto é, extrudada; extrudada e submetida a deformação adicional por compressão a frio (ambas as condições utilizadas para a produção de pastas tixotrópicas); tixofundida, isto é, após tratamento de fusão parcial controlada; e no produto celular final produzido.

No caso da matéria prima (barra extrudada e barra extrudada mais deformada a frio) e material tixofundido (na forma de cilindros), foram observadas diferentes regiões da seção transversal das amostras – superfície, região intermediária e centro. As amostras submetidas à deformação adicional foram também observadas em sua seção longitudinal.

Cada uma das amostras passou por etapas padronizadas da preparação metalográfica. Essas etapas constam de lixamento, através das lixas de carbetto de silício, nas granas 100, 220, 320, 400, 600, 800, 1000 e 1200 utilizando água como lubrificante.

Na etapa do lixamento as amostras foram lavadas com água e sabão neutros e rotacionadas 90°. Para o polimento as amostras passaram por limpeza com água e sabão em equipamento de ultra-som por tempo aproximado de 1 minuto. Em cada etapa do polimento essa limpeza foi realizada.

O polimento foi realizado com pano especial e pasta de diamante com granulometria de 6 µm para o primeiro polimento e de 1 µm para acabamento. As superfícies preparadas foram submetidas a ataque químico com reagente de KELLER, 1% solução de ácido fluorídrico (HF), 1,5% solução de ácido clorídrico (HCl), 2,5%, solução de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) e 95% de água destilada (H<sub>2</sub>O) durante aproximadamente 30 segundos.

A observação das microestruturas foi feita utilizando microscópio óptico NEOPHOT 55; imagens foram digitalizadas através do *software* residente LEICA Q500 MC. Nas microestruturas observadas foi feita medição de diâmetro médio de grãos (estruturas extrudada e extrudada mais deformada) e de glóbulos (estruturas tixofundidas e material celular obtido). O método utilizado para a medição dos tamanhos foi o de interceptação linear de Heyn (Interceptos) feito de acordo com a norma ASTM E-112 -96 e foram feitas 200 medidas nas amostras observadas utilizando o *software* IMAGE TOOL 3.0.

### **3.2. Pré-formas utilizadas**

As pré-formas utilizadas na pesquisa apresentam morfologia de discos com diâmetro de 43,5 mm e altura de 10 mm constituídos de microesferas de vidro sinterizadas. Foram fabricadas e fornecidas pelo Fraunhofer Institute for Manufacturing Advanced Materials de Bremen – Alemanha. As microesferas foram previamente compactadas e sinterizadas por tratamento térmico a temperatura de 780°C por um tempo aproximado de 30 minutos.

O aspecto geral de uma pré-forma pode ser observado na Figura 3.3.

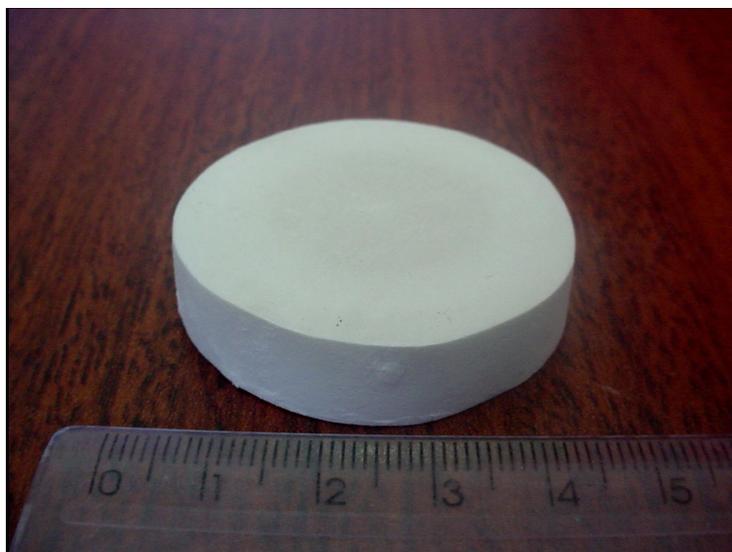


Figura 3.3. Aspecto geral de pré-forma de esferas de vidro sinterizadas utilizada para a fabricação de espumas sintáticas.

Inicialmente foi feita observação da morfologia das esferas de vidro, utilizando microscópio eletrônico de varredura, marca JEOL, modelo JXA 840-A, com baixos valores de aumento. Para tanto, a pré-forma foi seccionada em amostras cúbicas com dimensões de aresta de 5 mm, em cortadora marca BUEHLER, modelo ISOMET 2000, equipada com disco de corte abrasivo para materiais não ferrosos da marca BUEHLER, modelo 11-4217-010. A velocidade do disco de corte utilizada foi de 2000 rpm, com força de corte de 150g visando evitar qualquer tipo de dano no material. As amostras foram observadas ao longo de 9 distintas regiões nos vértices, nas medianas das arestas e na região central das faces.

### **3.2.1. Caracterização das dimensões das esferas e dos espaços vazios na pré-forma**

As dimensões das esferas que constituem as pré-formas a serem infiltradas para a produção de espumas sintáticas, bem como dos espaços vazios entre elas, foram caracterizadas utilizando métodos de análise de imagens.

Foram analisadas amostras de 3 pré-formas, em quatro regiões conforme indicado na Figura 3.4: na região próxima à aresta da superfície livre superior, região intermediária, região central, e superfície lateral da pré-forma. As regiões foram fotografadas em microscópio óptico NEOPHOT 55 e digitalizadas através do *software* residente LEICA Q500 MC.

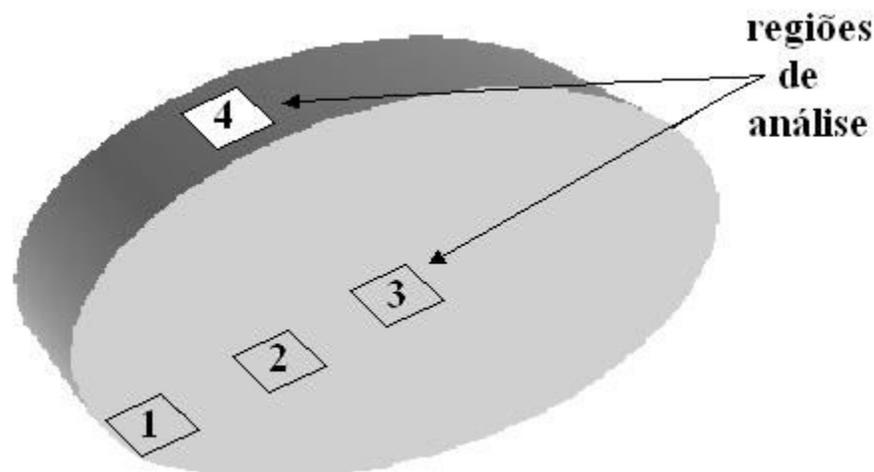


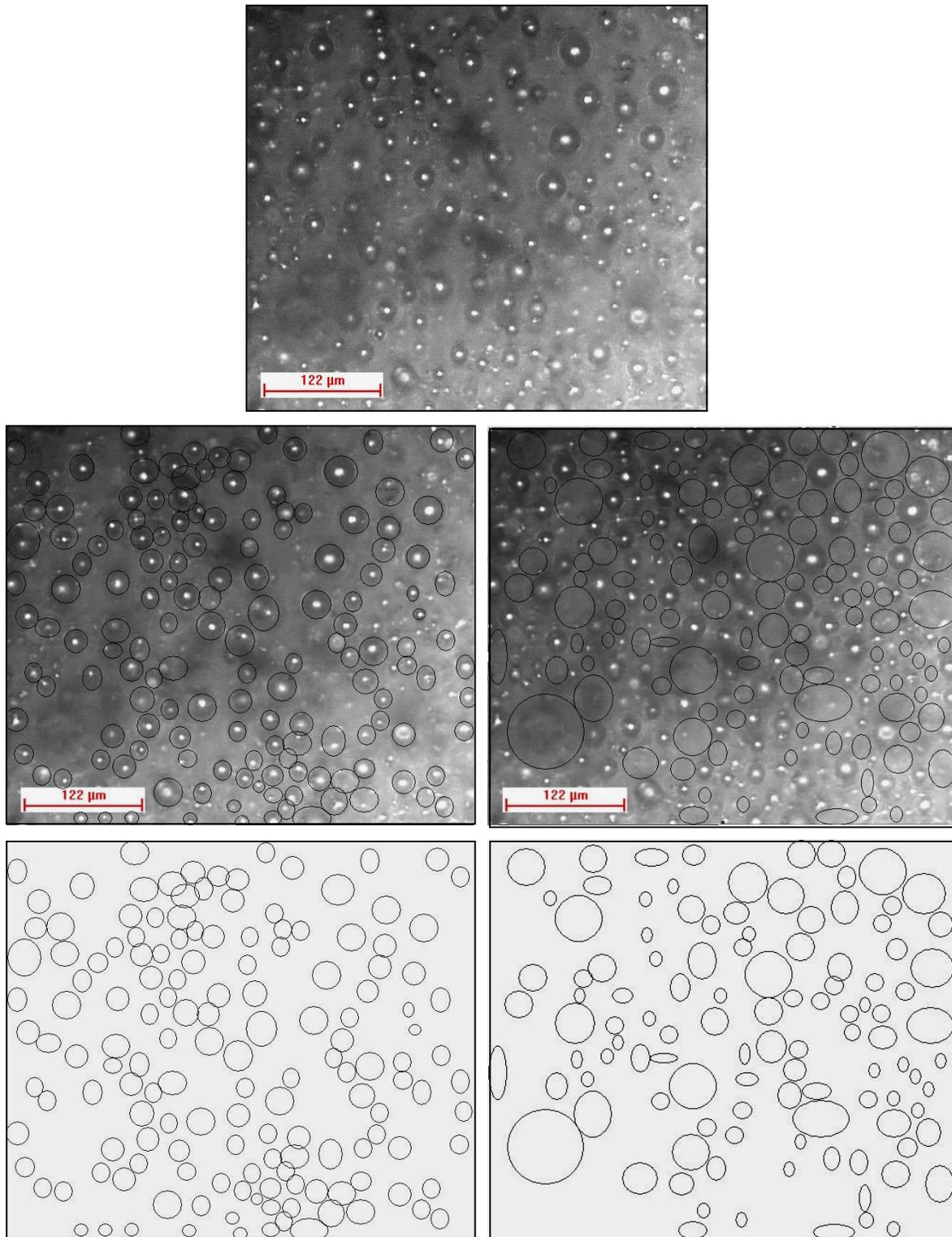
Figura 3.4. Esquema representativo das posições utilizadas para análise de dimensões de esferas e espaços vazios das pré-formas utilizadas.

A partir das fotos foram confeccionadas máscaras reproduzindo, em um plano, a imagem da superfície observada, sendo desenhados círculos circunscrevendo as esferas e os vazios entre elas, conforme apresentado na Figura 3.5. Essas máscaras foram então analisadas utilizando o *software* IMAGEJ, sendo medidos os valores dos diâmetros dos círculos observados; foram assim calculados os valores médios das em cada amostra de pré-forma, para 3 amostras distintas.

### 3.2.2. Densidade aparente da pré-forma

Foi calculada a densidade aparente das pré-formas empregadas no trabalho. Para tanto, como as amostras apresentavam geometria regular, foram inicialmente calculados os volumes das amostras disponíveis, por simples medição das suas dimensões. Essa medição foi feita com o auxílio de um paquímetro analógico com precisão de 0,02 mm.

Posteriormente foram realizadas medidas de massa de cada amostra por pesagem em balança eletrônica com precisão de 0,01g. Foram realizadas três medidas para cada amostra de pré-forma e obtido um valor pela média aritmética. Com os valores determinados foi realizado o cálculo da densidade em função da massa e do volume:  $\rho = \frac{m}{V}$ , onde  $\rho$  = densidade absoluta ( $\text{g}/\text{cm}^3$ );  $m$  = massa (g) e  $V$  = volume ( $\text{cm}^3$ ).



(a)

(b)

Figura 3.5. Foto da superfície livre de amostra de pré-forma de esferas de vidro e confecção de máscaras para medida de dimensões de (a) esferas e (b) vazios.

### **3.2.3. Resistência à compressão da pré-forma**

Durante o processo de tixoconformação a pré-forma pode ser submetida à compressão, dada a limitada fluidez da pasta tixotrópica.

Para determinar as forças máximas que poderiam ser empregadas no processo de infiltração sem a ruptura da pré-forma houve, portanto, a necessidade da determinação da resistência à compressão das pré-formas utilizadas. Para tanto foram testadas quanto à compressão uniaxial (ensaio semi-estático) utilizando uma máquina de ensaios universal instrumentada, da marca MTS modelo 810 com capacidade de carga de 100kN. Para que a força aplicada fosse distribuída sobre toda a área da secção, foram utilizadas superfícies metálicas planas de contato sobre as amostras. Os ensaios foram efetuados com uma taxa de avanço de 2,5 mm/s.

## **3.3. Produção de material celular – espumas sintáticas**

Os experimentos para o estudo da viabilidade de produção de espumas sintáticas por infiltração de pastas tixotrópicas da liga AA2011 em pré-formas foram realizados nas seguintes etapas: preparo de amostras para testes de produção de pastas tixotrópicas, testes preliminares para a investigação dos parâmetros necessários para a produção das pastas e testes de infiltração das pastas nas pré-formas.

### **3.3.1. Preparo de amostras para produção de pastas tixotrópicas**

Para a produção de pastas tixotrópicas foram utilizadas amostras da liga AA2011 em duas distintas condições iniciais: no estado extrudado e no estado extrudado submetido a deformação adicional por compressão a frio. O objetivo desta adicional deformação foi o aumento da deformação total no material para a produção de pastas com glóbulos mais refinados.

Para a deformação, amostras cilíndricas de diâmetro 20 mm e altura média de 24 mm foram usinados de barras extrudadas adquiridas no mercado. Os cilindros foram deformados por compressão uniaxial em prensa hidráulica, com carga indicada por manômetro de 3000 kN a uma velocidade de avanço do punção de 5 mm/s. A deformação foi realizada no sentido perpendicular

à deformação dos grãos decorrentes do processo de extrusão. Foi promovida uma deformação total de 80% por redução de altura.

A deformação foi calculada por meio da equação conhecida como Lei de Hooke (DIETER,1981):

$$\varepsilon_c = \left| \frac{H_f - H_o}{H_o} \right| \quad (3.1)$$

Onde:

$\varepsilon_c$  = deformação de engenharia [%]

$H_o$  = altura inicial da amostra [mm]

$H_f$  = altura final da amostra [mm]

Foram assim obtidos discos circulares de diâmetro de 43,5 mm e altura aproximada de 5 mm. Amostras de semelhantes dimensões foram usinadas diretamente das barras extrudadas, para utilização nos testes de produção de pastas e nos experimentos para a infiltração das pré-formas, que ocorreram, portanto, com a utilização de matéria prima em duas distintas condições, como citado: extrudada e extrudada mais deformada a frio.

### **3.3.2. Testes preliminares de produção de pastas tixotrópicas**

Pastas tixotrópicas foram produzidas por processo de fusão parcial controlada (FPC) das amostras da liga AA2011 nas duas condições iniciais de estruturas, obtidas conforme item 3.3.1.

No processo de fusão parcial controlada o material é submetido a temperaturas superiores a Temperatura *solidus*, onde é mantido por um determinado tempo para a promoção da globularização da fase sólida em meio líquido. No presente trabalho, o material nas distintas condições iniciais foi aquecido em forno resistivo a temperaturas de 628°C e 623°C, e mantido por 4 min, após o que foi resfriado rapidamente em água para análise da microestrutura produzida.

As temperaturas de trabalho foram selecionadas após estudo da tixohabilidade da liga (item 3.1.3) e correspondem aos valores aproximados de fração líquida  $F_l = 0,6$  e  $0,8$ , respectivamente para  $623^\circ\text{C}$  e  $628^\circ\text{C}$ . O tempo de manutenção para globularização foi tomado de referência de trabalho de para a mesma liga (DELBIN, 2006).

As amostras tixofundidas obtidas foram analisadas quanto à microestrutura produzida. Para tanto, foram seccionadas e preparadas para observação em microscópio óptico segundo técnicas de metalografia convencional, descritas no item 3.1.4. Foram quantificados os diâmetro médios de glóbulos obtidos em cada condição, segundo as mesmas técnicas descritas no item citado para a medida de dimensões de grãos.

### **3.3.3. Testes para a produção de espumas - equipamento utilizado para a infiltração**

Para realização dos ensaios de infiltração foi desenvolvido um conjunto composto de: (a) prensa hidráulica; (b) forno de aquecimento posicionado sobre a mesa da prensa, contendo em seu interior o ferramental composto de matriz e punção; (c) termopares e indicadores para controle; (d) célula de carga ligada ao sistema de aquisição de dados para monitoramento das forças e temperaturas utilizadas no processo; (e) computador com *software* para realizar o controle e as aquisições de dados durante o processo. O conjunto é apresentado na Figura 3.6. e o detalhamento do sistema é apresentado a seguir, com seus equipamentos e dispositivos.

- a) Prensa hidráulica, marca FAREX, com capacidade máxima de carga de 300kN indicada por manômetro, e precisão de  $5 \times 10^{-3}$  Pa; velocidade de avanço do punção de 2,5 mm/s; mesa com altura regulável e furos para fixação do conjunto matriz e punção.
- b) Forno resistivo móvel feito em chapa de aço inox com espessura de 1,5 mm; potência máxima calculada de 2,5 kW; medidas nominais com diâmetro externo de 480 mm, altura de 215 mm e câmara interna cilíndrica com diâmetro de 98 mm; isolamento externo feito por placas de lã de rocha.
- c) Controlador microprocessado da marca OMRON com precisão de  $\pm 1$  K com cálculo proporcional diferencial, para termopar tipo K, para controle de temperatura do forno.



Figura 3.6. Sistema utilizado para os ensaios de infiltração de pastas da liga AA2011 em pré-formas de esferas de vidro, para a fabricação de espumas sintáticas.

- d) Célula de carga da ALFA Instrumentos, modelo W, fabricada em aço de alta resistência com revestimento de níquel e proteção IP67 à prova de água com 4 sensores (extensores elétricos) ligados em ponte de Wheatstone permitindo compensação de temperatura entre 0 e 50 °C. Ligado a um indicador transmissor de pesagem modelo 3103, marca ALFA Instrumentos para leitura de força e fornecimento da saída analógica entre 4 e 20 mA que trabalha como fonte de excitação; possui calibração, tara e busca automática de zero.
- e) Microcomputador munido do *software* AqDados, LYNX Tecnologia Eletrônica Ltda, com placa de conversão A/D (cad 1232) com 8 canais de leitura. Acoplado ao microcomputador um cartão conversor ou placa de aquisição de dados analógico/digital tipo AQB11/12 com *slot* tipo ISA de 16 bits instalado em um PC compatível em ambiente Windows. Foi instalado *software* FORJA, da T&S Equipamentos Eletrônicos, para aquisição do sinal gerado pelo cartão A/D, com seleção de frequência de aquisição de pontos.

### **3.3.4. Ferramentas empregadas para os testes de infiltração**

Para a produção de amostras de espumas sintáticas, foram projetados e construídos molde e punção específicos, para a definição da geometria final do produto de acordo com as dimensões das pré-formas utilizadas, ou seja, cilindros de 43,5 mm de diâmetro e 20 mm de altura.

A matriz utilizada teve geometria tubular, de diâmetro interno 43,5 mm, diâmetro externo 50 mm e altura 60 mm; foi confeccionada bi-partida para facilitar retirada do produto, sendo acoplada cinta metálica externa para garantir a manutenção de seu fechamento durante o processo de compressão. A matriz foi montada sob uma base também cilíndrica.

Para a compressão e infiltração da pasta na pré-forma foi utilizado punção com diâmetro semelhante ao da matriz e comprimento útil de 50 mm. Por trabalharem em condições de alta temperatura, tanto o molde quanto o punção foram confeccionados em aço inoxidável AISI 304.

### **3.3.5. Procedimento para os testes de infiltração**

Os experimentos para a produção de amostras de metal celular foram iniciados com a preparação do ferramental. As ferramentas (molde e punção) foram aquecidas até uma temperatura aproximada de 150 °C e foi aplicado revestimento, feito por jateamento, de material refratário diluído em água (alumina).

O ferramental foi alinhado e fixado sobre a base da prensa hidráulica. Um disco da liga AA2011 (com estrutura extrudada ou extrudada mais deformada), com diâmetro de 43,5 mm e altura de 5 mm foi posicionado no fundo do molde metálico; sobre ele foi posicionada a pré-forma cilíndrica (diâmetro de 43,5 mm e altura de 10 mm) e sobre esta um outro disco da liga, nas mesmas condições do disco inferior. O forno foi posicionado sobre a prensa envolvendo o molde e foram inseridos termopares (tipo K) no forno e no disco, conectados ao sistema de aquisição de dados e monitoramento do processo.

A Figura 3.7. apresenta esquematicamente a montagem do sistema para o ensaio; pode-se observar, no interior do forno, o posicionamento das amostras da pré-forma entre discos da liga de alumínio, bem como do posicionamento dos termopares utilizados para controle do processo.

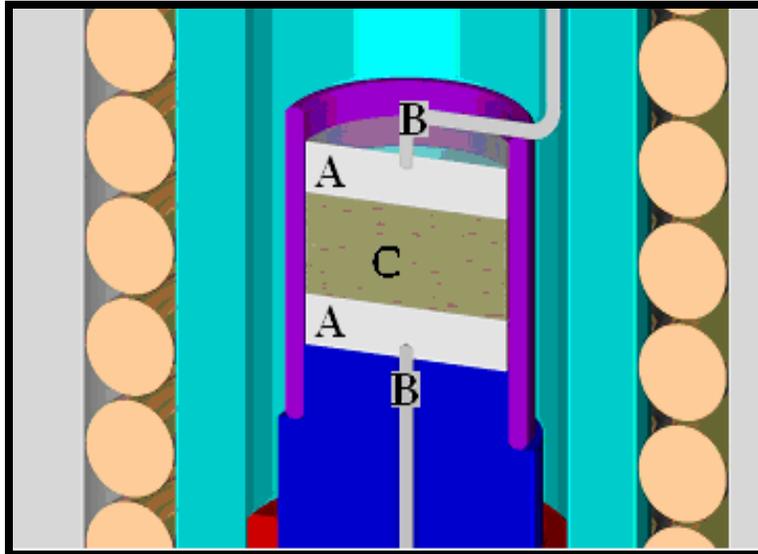


Figura 3.7. Detalhe da montagem no interior do forno para a produção de amostras de espumas sintéticas por infiltração: (A) discos da liga AA2011; (B) termopares de controle; (C) pré-forma sinterizada de microesferas de vidro.

A infiltração foi realizada em três etapas: a) aquecimento do conjunto do molde, liga metálica e pré-forma até a temperatura no interior da zona *solidus/liquidus* da liga previamente estipulada para a fração líquida desejada; b) manutenção da temperatura para a obtenção da pasta tixotrópica; c) aplicação e manutenção da carga para a infiltração da pré-forma.

A primeira etapa envolveu uma taxa de aquecimento de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ; atingida a temperatura desejada, o conjunto teve sua temperatura controlada e mantida por cerca de 4 minutos para garantir a homogeneidade da pasta e a efetiva atuação dos mecanismos de globularização da estrutura. Após a manutenção por 4 minutos, o termopar de controle fixado no disco superior foi retirado e a prensa foi acionada fazendo o punção descer a uma velocidade de  $2,5\text{ mm/s}$  até promover a infiltração completa do material semi-sólido na pré-forma.

Conforme estabelecido nos ensaios preliminares para obtenção de pastas tixotrópicas, as variáveis utilizadas para os experimentos de infiltração foram: duas temperaturas ( $640$  e  $635^{\circ}\text{C}$ ), e

duas condições iniciais de estrutura da liga (extrudada e extrudada mais deformada a frio). A taxa de aquecimento e o tempo de globularização foram mantidos constantes.

Durante a etapa de infiltração, foi monitorada a força empregada, com auxílio da célula de carga e sistema de aquisição de dados. Foi utilizada frequência de aquisição de 4Hz, com 1000 pontos adquiridos, para a construção de curvas força por tempo.

O monitoramento da força aplicada tem a função de controlar a pressão aplicada evitando o colapso da pré-forma. O processo de infiltração ocorre pela força exercida pelo punção sobre os discos da liga metálica em estado semi-sólido, que é infiltrado nos interstícios entre as microesferas de vidro sinterizadas da pré-forma. A Figura 3.8. demonstra esquematicamente o processo de infiltração da liga na pré-forma.

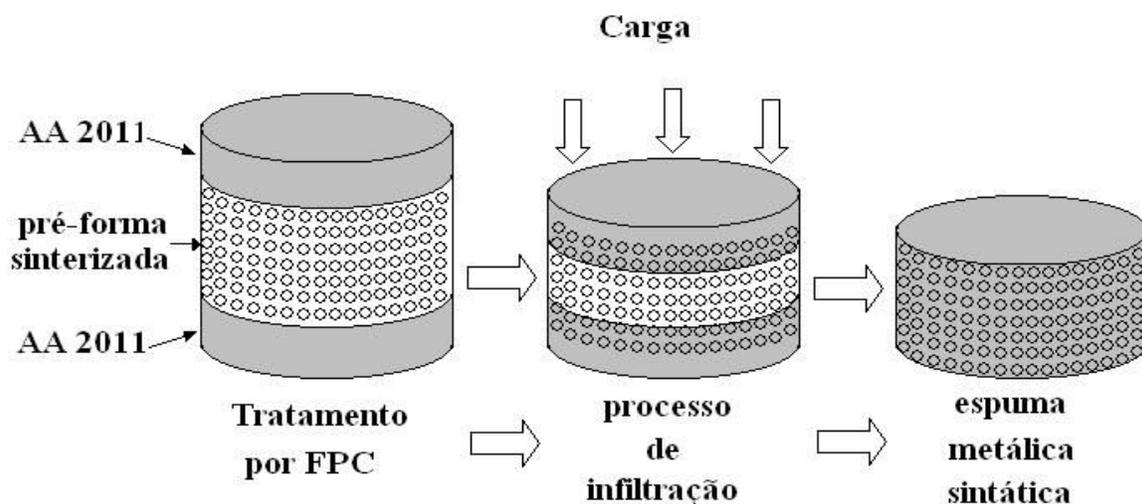


Figura 3.8. Esquema do processo de fabricação de material celular por infiltração.

O final da infiltração foi determinado pelo curso do punção, regulado para produzir amostras com altura total de 20 mm. Depois de atingida a altura determinada, a pressão foi mantida pelo período de 2 min, em forno desligado. Após resfriamento do conjunto, a amostra produzida foi retirada para análise.

Foram realizados 3 ensaios para cada uma das condições de temperatura, com a liga metálica na condição extrudada e 10 ensaios para cada uma das condições de temperatura, com a liga no estado extrudado mais deformada a frio.

As amostras produzidas apresentaram geometria circular com dimensões básicas: diâmetro de 43.5 mm e altura de 20 mm, portanto apresentando camadas sólidas maciças de metal sobre e sob a pré-forma de esferas de vidro.

### **3.4. Caracterização do produto obtido**

Para a caracterização do material celular produzido, foi inicialmente retirada a camada metálica maciça, resultado do excesso de metal não infiltrado na pré-forma. Esta camada foi retirada por corte em procedimento semelhante ao utilizado para o corte de pré-formas, indicado no item 3.2; ao término do processo de corte foram obtidas amostras com dimensões de 43,5mm de diâmetro e 10 mm altura.

#### **3.4.1. Caracterização estrutural**

Para avaliação da qualidade do produto obtido em termos de eficiência de infiltração da pasta tixotrópica e homogeneidade da distribuição da porosidade, foi utilizada tomografia computadorizada de raios-X. Foram tomadas imagens em várias direções, pela rotação e translação da fonte e do detector em volta da amostra.

A tomografia computadorizada de raios-x foi realizada no Departamento de Radiologia do Hospital das Clínicas/UNICAMP, utilizando tomógrafo helicoidal fabricado pela ELSCINT, modelo HELICAT FLASH. Foram realizadas imagens tomográficas seqüenciais de cortes da amostra com intervalos de 1,0 mm entre cada corte. Todas as amostras produzidas foram analisadas em imagens seqüenciais de sua secção longitudinal.

#### **3.4.2. Caracterização física - medidas de densidade**

O material celular produzido teve sua densidade aparente medida por dois métodos: simples cálculo utilizando massa e volume medidos diretamente nas amostras, conforme indicado no item 3.2.2. (uma vez que as amostras apresentaram dimensões bastante regulares); e por método da imersão.

Para o método da imersão, inicialmente a amostra foi condicionada a uma temperatura de 23°C, com variação de  $\pm 2^\circ\text{C}$ , em uma sala com umidade relativa de 50%, com variação de  $\pm 5\%$ . Em seguida, sua massa foi medida ao ar com auxílio de balança analítica fornecendo o valor de massa aparente ( $M_{\text{ar}}$ ). Em seguida a amostra foi colocada em um frasco apropriado contendo álcool e agitada para a remoção de bolhas de ar; após secagem, foi submersa na água onde foi feita nova pesagem para obtenção do valor da massa em imersão ( $M_{\text{sub}}$ ).

A partir dos valores da massa ao ar ( $M_{\text{ar}}$ ) e da massa submersa ( $M_{\text{sub}}$ ), a densidade  $\rho$  foi calculada a partir da equação (TAO, 2008):

$$\rho = \frac{M_{\text{ar}}}{(M_{\text{ar}} - M_{\text{sub}})} \left[ \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right] \quad (3.2)$$

Onde:

$\rho$  = densidade [ $\text{g}/\text{cm}^3$ ]

$M_{\text{ar}}$  = massa da amostra ao ar [g]

$M_{\text{sub}}$  = massa da amostra submersa [g]

### 3.4.3. Caracterização metalúrgica – micrografias de paredes metálicas

Para análise da microestrutura das paredes metálicas das células do produto obtido foram realizados os procedimentos padronizados de preparação metalográfica descritos no item 3.1.4. As amostras foram cortadas e embutidas em baquelite para possibilitar seu lixamento e polimento convencional.

Microestruturas foram observadas com auxílio de microscópio óptico NEOPHOT 55; imagens foram digitalizadas através do *software* residente LEICA Q500 MC. Amostras foram também preparadas para observação e microscópio eletrônico de varredura, marca JEOL, modelo JXA 840.

### 3.4.4. Caracterização mecânica – ensaios de compressão (semi-estáticos)

As amostras de material celular produzidas foram submetidas a ensaios de compressão uniaxial, utilizando uma máquina de ensaios universal instrumentada conforme item 3.2.3.

Foram utilizadas superfícies metálicas planas para contato com a amostra, de forma que a força aplicada fosse distribuída sobre toda a área da secção transversal da mesma. As laterais ficaram livres permitindo a expansão lateral da amostra.

A Figura 3.9. apresenta a montagem utilizada nos ensaios de compressão.

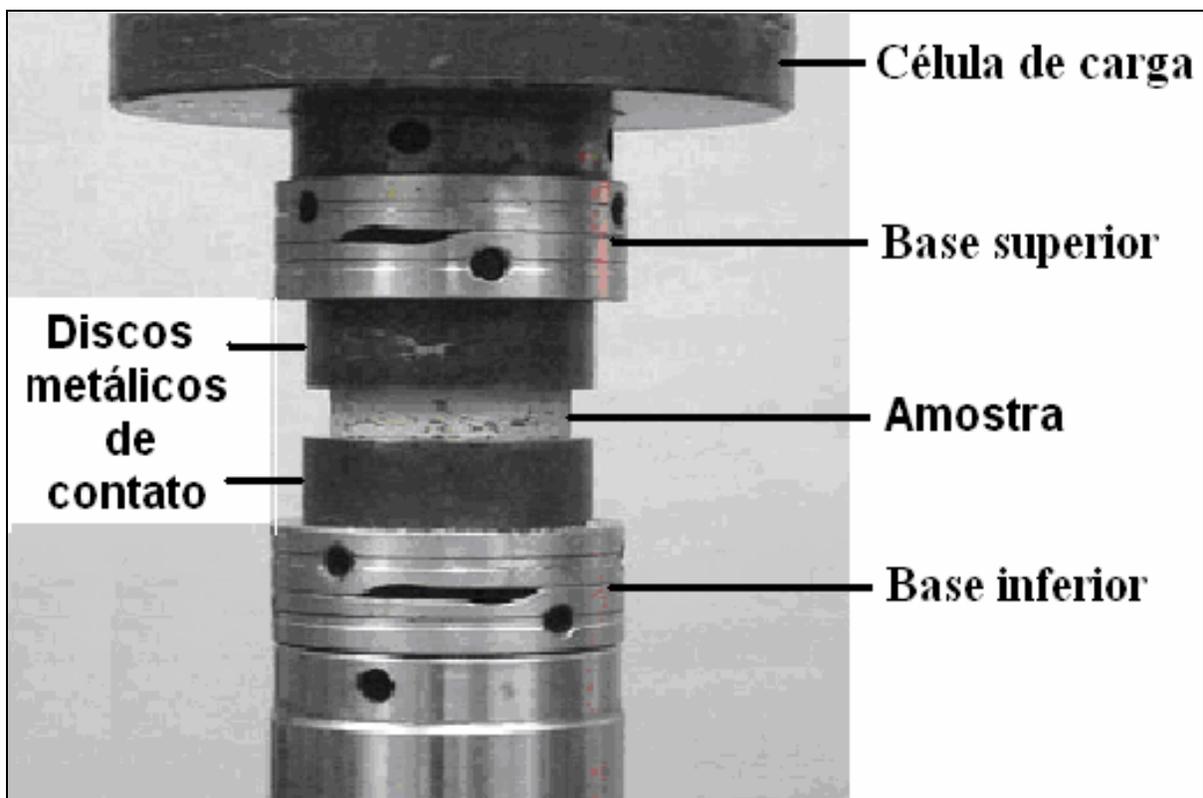


Figura 3.9. Montagem para experimentos de compressão uniaxial de amostras de material celular produzido.

As condições de ensaio estabelecidas foram: taxa de avanço de 0,1 mm/s e deformação máxima de 50% de redução de altura. Foram feitos 3 ensaios para cada tipo de amostra.

O monitoramento das forças empregadas no ensaio foi feito com auxílio de célula de carga com capacidade de 100 kN, modelo 661.21B-03 marca MTS posicionada conforme mostrado na Figura 3.9. acima e em série com a amostra. Foram assim obtidos dados para a construção de curvas de variação de deformação pela força aplicada.

### **3.4.5. Caracterização mecânica - ensaios de impacto (dinâmicos)**

As amostras de material celular produzidas foram ainda submetidas a testes de impacto, utilizando equipamento tipo martelo. Este tipo de equipamento é constituído basicamente de um pêndulo com massa específica que é elevado a uma altura determinada e em seguida deixado cair em queda livre até atingir a amostra de teste. Parte da energia cinética do pêndulo é absorvida pelo material e uma parte excedente promove o recuo do pêndulo. A diferença entre as energias de impacto e a de recuo fornece a energia absorvida pelo material.

Os experimentos foram feitos em equipamento contendo os seguintes componentes principais:

- Martelo com bloco metálico de 140 kg de peso e haste de 1,5 m de comprimento com 13 kg de peso;
- Célula de carga de 100 kN com amplificador;
- Placa de aquisição de dados da National Instruments, modelo NI PCI 6024 12 bits acoplada ao sistema;
- Programa de aquisição configurado para 100.000 amostras por segundo, *trigger* em 500 kg com 10%;
- Camera digital Sony Cyber-shot DSC-W80 7.2 megapixels.

A Figura 3.10 apresenta o equipamento utilizado para a realização dos testes de impacto, onde podem ser observados o eixo de suporte da amostra e a célula de carga utilizada.

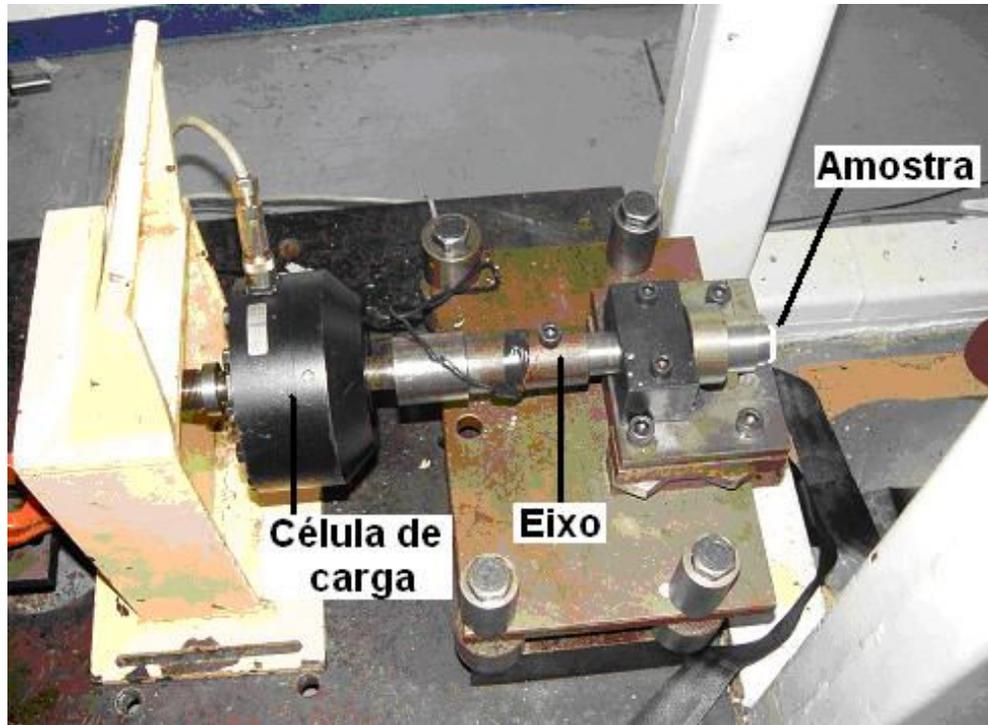


Figura 3.10. Equipamento tipo martelo utilizado para a realização dos testes de impacto nas amostras de material celular produzido.

Levando em conta valores de energia de absorção de impacto típicos de ligas de Al celulares fornecidos pela literatura, ou seja, da ordem de 150 J, foi necessária inicialmente a determinação da altura de elevação do martelo para o fornecimento deste valor de energia (IFAM, 2008).

A energia de impacto foi calculada em função da massa e do comprimento da haste utilizada no equipamento através da equação de energia potencial.

$$E_p = mgh \quad (3.3)$$

Onde,

$E_p$  = Energia potencial (Joule)

$m$  = massa total -martelo mais haste- (kg)

$g$  = aceleração da gravidade ( $m/s^2$ )

$h$  = comprimento da haste (m)

Os valores de Energia potencial foram corrigidos considerando o peso da haste e seu centro da massa. A curva resultante é apresentada na Figura 3.11 e o valor considerado para a aceleração da gravidade foi de  $9.81 \text{ m/s}^2$  (SI, 2006).

A partir da curva obtida, foi estabelecido o ângulo de  $20^\circ$ , que, como pode ser observado, fornece uma energia de impacto de 153 J.

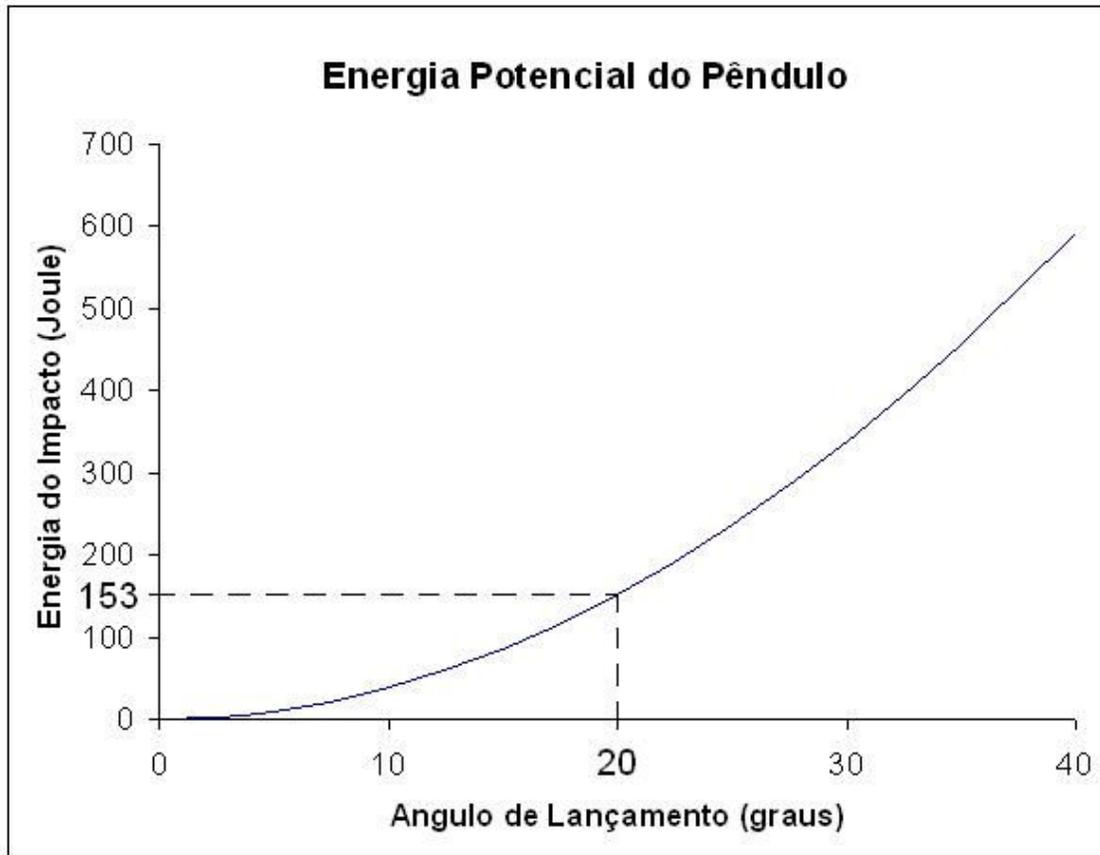


Figura 3.11. Curva obtida pelo cálculo da energia potencial do pêndulo usado nos ensaios de impacto, com detalhe para o valor utilizado nos testes com o material celular produzido.

Após a determinação do ângulo no equipamento as amostras celulares foram ensaiadas, sendo o procedimento de ensaio segundo a norma. No ensaio, o martelo, elevado a  $20^\circ$  é solto em queda livre e levado a colidir com a amostra, provocando um recuo do eixo que a sustenta. A célula de carga acoplada ao eixo registra as forças envolvidas. Após o impacto, a volta do eixo é lida pela célula de carga como um alívio de forças; a diferença entre as forças no impacto e na volta do eixo é relacionada com a energia absorvida pelo material durante o impacto. Os dados de

força foram registrados a uma frequência de registro de 1Hz, com número total de 10.000 pontos registrados.

Os testes foram repetidos 3 vezes nas mesmas condições para cada amostra. Para efeito comparativo foram realizados ensaios também em amostras da liga AA2011 maciça.

A Figura 3.12 apresenta parte da seqüência do ensaio realizado desde o momento anterior ao impacto, o impacto do martelo na amostra e o momento onde ocorre o recuo do pêndulo.

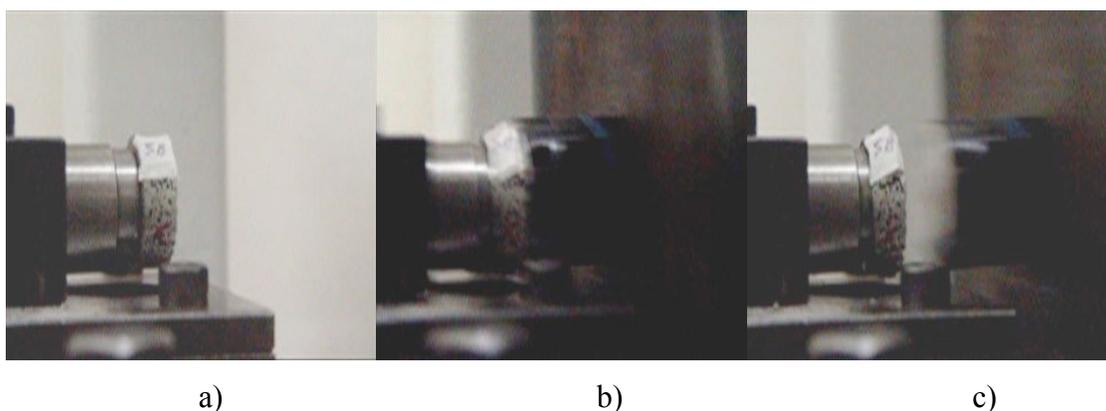


Figura 3.12. Parte da seqüência do ensaio de impacto realizado mostrando: a) a amostra fixa na base de impacto; b) momento do impacto e; c) recuo do martelo.

## **Capítulo 4**

### **Resultados e Discussões**

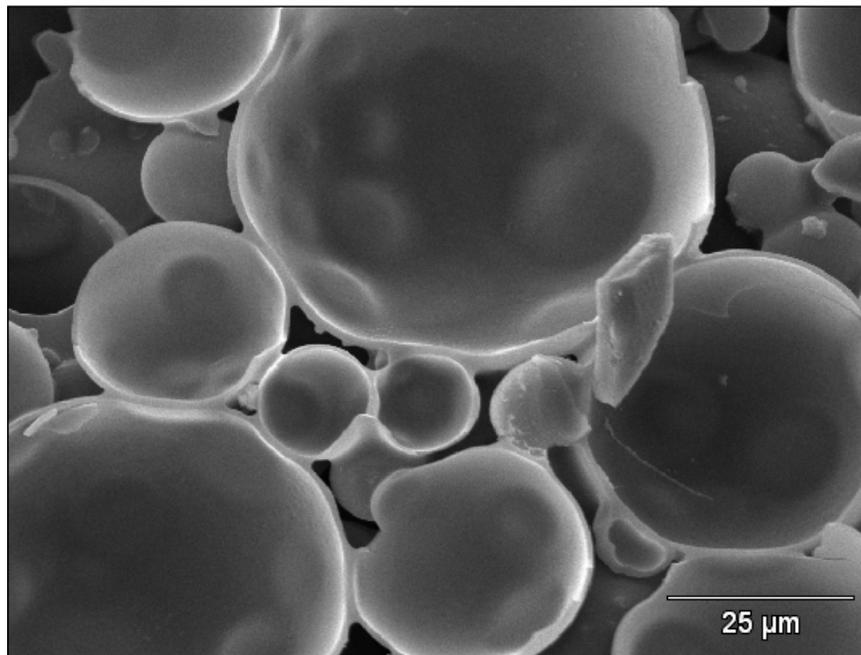
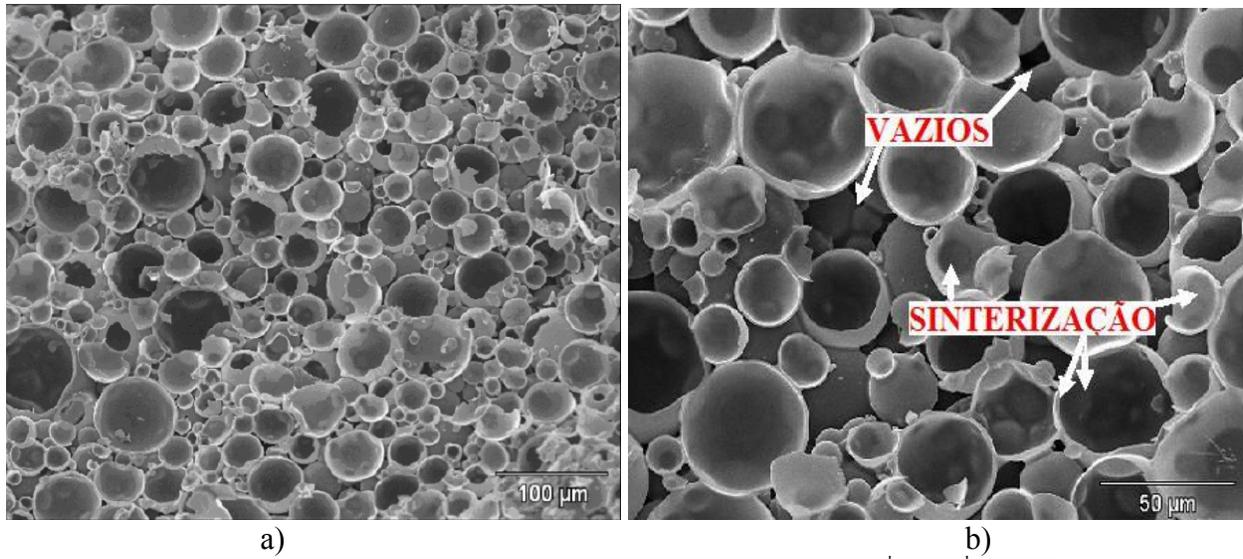
O trabalho investiga a possibilidade de fabricação de espumas sintáticas pela infiltração de liga no estado semi-sólido tixotrópico em pré-formas porosas não removíveis, de esferas de vidro sinterizadas. Os primeiros resultados tratam do estudo das pré-formas, cujas características morfológicas, físicas e mecânicas devem ser estabelecidas de modo a auxiliar na definição de parâmetros a serem utilizados no processo de infiltração a ser testado.

#### **4.1. Caracterização das pré-formas**

##### **4.1.1. Morfologia da pré-forma**

Como parâmetros de avaliação de características morfológicas da pré-forma foram consideradas as dimensões das esferas e dos vazios entre elas. As dimensões das esferas refletem as dimensões dos poros no material celular a ser obtido e, portanto, definirão diretamente a densidade do material produzido. Por outro lado, o tamanho médio dos vazios entre as esferas determina as condições de infiltração no processo de fabricação.

A Figura 4.1 apresenta fotos obtidas com auxílio de microscópio eletrônico de varredura, da superfície livre das pré-formas. Pode-se observar, em (a), as microesferas de vidro em seu aspecto geral, em (b) é apresentado detalhe mostrando a sinterização entre esferas e os vazios entre elas, e em (c) é apresentado detalhe para avaliação da espessura de paredes. As esferas são bastante regulares em sua morfologia e ocas, com paredes finas (espessura de paredes da ordem de 1  $\mu\text{m}$ ) e uniformes. Nota-se a presença de esferas rompidas. As dimensões das esferas são bastante heterogêneas, podendo apresentar valores de diâmetro variando da ordem de 10 a 50  $\mu\text{m}$ .



(c)

Figura 4.1. Pré-forma de esferas de vidro sinterizadas utilizadas no trabalho. (a) aspecto geral; (b) detalhe da sinterização e dos vazios entre as esferas; (c) detalhe de espessura de paredes. Imagens por MEV.

Outra característica que pode ser observada é que muitas esferas, em decorrência da grande variação nos seus tamanhos, estão ligadas por sinterização a apenas uma ou a poucas esferas. Em contrapartida existe a ocorrência de esferas que são ligadas a várias outras. Isso resulta em

diferentes formas de desprendimento das esferas durante o processo de infiltração, devido às forças de adesão entre esferas que se tangenciam.

#### 4.1.2. Dimensões das esferas e dos espaços vazios na pré-forma

Os valores de diâmetros de esferas e dimensões de vazios entre elas, medidos de acordo com técnica descrita no item 3.2.1 são apresentados na Tabela 4.1, para uma dada amostra.

Tabela 4.1. Valores do diâmetro médio das esferas e tamanho médio dos vazios entre elas em pré-forma típica de esferas de vidro sinterizadas utilizada.

Região da amostra	1	2	3	4
Diâmetro médio das esferas ( $\mu\text{m}$ )	32,2	26,5	27,2	27,3
Desvio Padrão ( $\mu\text{m}$ )	23,2	26,1	14,3	26,1
Tamanho médio dos Vazios ( $\mu\text{m}$ )	53,1	48,3	49,4	50,0
Desvio Padrão ( $\mu\text{m}$ )	12,5	11,1	13,0	16,4

Pode-se observar, para as esferas, valores de diâmetros médios a ordem de 26 a 32  $\mu\text{m}$ , com leve variação para diferentes regiões da amostra. Quanto às dimensões dos vazios, foram encontrados valores da ordem de 49 a 53  $\mu\text{m}$ , também com elevado valor de desvio padrão para as medidas. Levando em conta o elevado desvio padrão dos valores encontrados, o que reflete a grande heterogeneidade tanto do diâmetro das esferas quanto das dimensões dos vazios, as variações encontradas em diferentes regiões da amostra não são significativas. A amostra pode, portanto, ser considerada semelhante em seu volume geral.

Resultados semelhantes foram obtidos para todas as amostras utilizadas.

Pode-se observar que parece existir uma relação direta entre o tamanho médio das esferas e o tamanho dos vazios: o aumento das dimensões das esferas leva ao aumento das dimensões dos vazios entre elas, como esperado, pela dificuldade de empacotamento. No entanto, dada a grande variação nas dimensões das esferas, os interstícios podem ser ocupados por esferas de pequenas

dimensões, o que pode reduzir o efeito de aumento de dimensão de vazios com o aumento de diâmetro médio de esferas.

#### 4.1.3. Densidade aparente da pré-forma

Os resultados de cálculos de densidade aparente de quatro amostras de pré-forma utilizadas são apresentados na Tabela 4.2.

Tabela 4.2. Valores médios de densidade aparente de pré-formas de esferas de vidro sinterizadas.

Amostra	1	2	3	4
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	0,32	0,46	0,46	0,46
Desvio Padrão (µm)	0,02	0,014	0,014	0,014

A densidade observada é bastante reduzida, uma vez que as paredes das esferas são de pequena espessura, portanto, a maior parte do volume é vazia, quer seja no interior das esferas ocas, quer seja nos seus interstícios. Os valores obtidos para todas as amostras apresentam resultados semelhantes.

A densidade do material final a ser obtido por infiltração dependerá da quantidade de vazios preenchidos entre esferas e da manutenção da integridade das esferas ocas, e não diretamente da densidade da pré-forma.

#### 4.1.4. Resistência à compressão da pré-forma

A avaliação prévia da resistência à compressão das pré-formas se faz necessária para a determinação dos limites máximos das forças de infiltração a serem aplicadas no processo.

Os resultados de ensaios de compressão (semi-estático) das pré-formas são apresentados na Figura 4.2, para três amostras distintas. As curvas de variação da tensão aplicadas pela deformação apresentam reduzida região elástica e ampla deformação de ruptura das esferas em baixas tensões. Este comportamento é típico de materiais porosos absorvedores de impacto. O

limite de deformação elástica ocorre para reduzidas tensões (da ordem de 15 MPa para duas das amostras e de cerca de 30 MPa para uma terceira amostra).

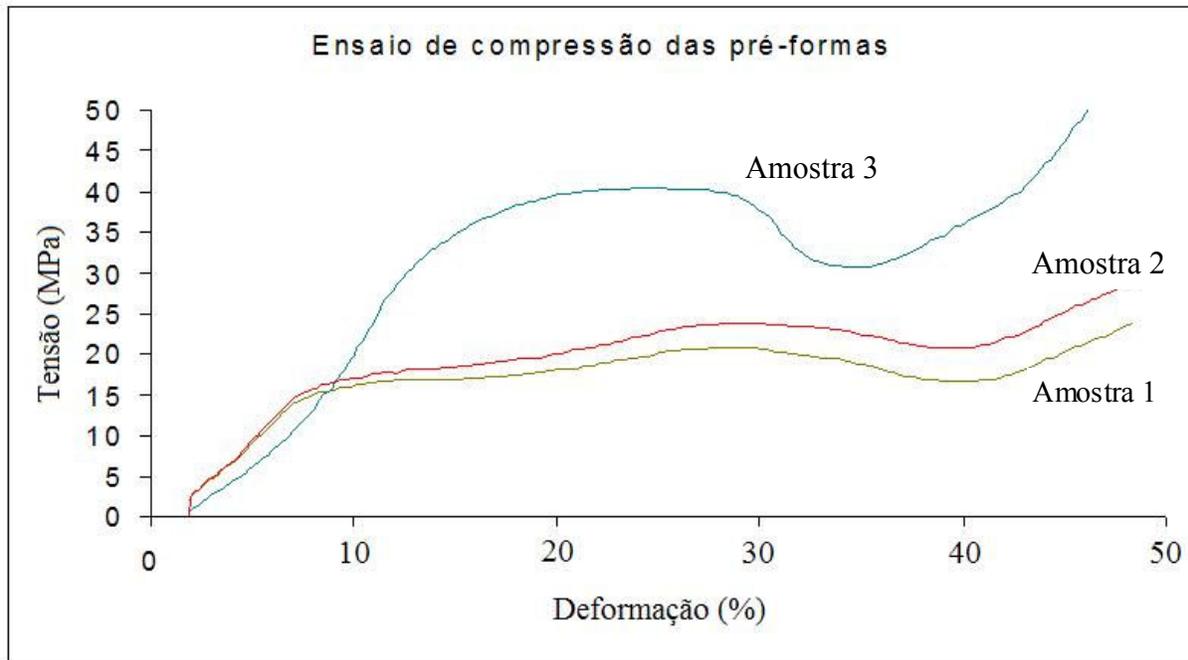


Figura 4.2. Curvas de tensão por deformação obtidas em testes de compressão de três amostras de pré-formas de vidro sinterizadas.

Em materiais metálicos porosos, a deformação plástica ocorre por adensamento do material, isto é, pelo colapso dos poros; a continuidade da aplicação da tensão leva ao contato entre paredes metálicas e à sua deformação plástica até a ruptura. No caso do arranjo de esferas de vidro, provavelmente o limite da região elástica determina o valor máximo de tensão que a pré-forma suporta antes do início da ruptura das microesferas. Quando a tensão aplicada provoca a ruptura da camada de esferas da superfície em contato com o punção do equipamento, é iniciada a formação do platô de deformação plástica. O colapso dessa superfície é seguido pelo colapso de camadas subsequentes até a ruptura total das esferas; as curvas não apresentam, portanto, um valor definido de tensão de ruptura final.

Para a definição de parâmetros dos ensaios de infiltração para a obtenção das espumas metálicas, foram considerados os resultados repetidos dos experimentos (amostras 1 e 2) e descartados os resultados da amostra que não seguiu o padrão das duas anteriores (amostra 3).

Portanto, o valor máximo de tensão a ser aplicada sobre as pré-formas nos testes de infiltração não deve superar 15 MPa.

## **4.2. Estudo da tixohabilidade da liga utilizada**

O trabalho trata da investigação de processo de obtenção de espumas por infiltração de liga no estado semi-sólido tixotrópico em pré-formas porosas. Portanto, a liga a ser utilizada deve apresentar adequada tixohabilidade, isto é, capacidade de manter um estado semi-sólido constituído de fase sólida globular em meio líquido, com possibilidade de controle das frações de cada tipo de fase. Se a liga apresentar elevada faixa de coexistência sólido/líquido durante a solidificação, associada à baixa sensibilidade da fração líquida com a temperatura, ela é uma candidata à utilização em processos de conformação no estado pastoso ou tixoconformação.

Para a avaliação da tixohabilidade da liga AA 2011 foram determinadas Temperatura *solidus*, Temperatura *liquidus* e, portanto, o intervalo de solidificação, bem como a variação da fração líquida com a temperatura neste intervalo. Para tanto, foram utilizados os métodos: simulação da solidificação através de cálculos termodinâmicos utilizando *software* THERMOCALC<sup>®</sup>, calorimetria exploratória diferencial e curva de solidificação simples, conforme descritos no CAPÍTULO 3.

### **4.2.1. Simulação utilizando software para cálculos termodinâmicos THERMOCALC<sup>®</sup>**

Os resultados obtidos pela simulação da solidificação são apresentados na Figura 4.3, que mostra a curva da variação da fração líquida em função da temperatura da liga AA2011 fornecida pelo *software* de simulação termodinâmica, com as condições impostas: taxa de resfriamento de 5°C/min e condições de solidificação de acordo com Scheil – difusão total de soluto no líquido e ausência de difusão do soluto no sólido em formação. A condição descrita por Scheil não representa condições práticas de solidificação, mas é mais próxima a elas do que a condição de equilíbrio total usualmente empregada para simulações.

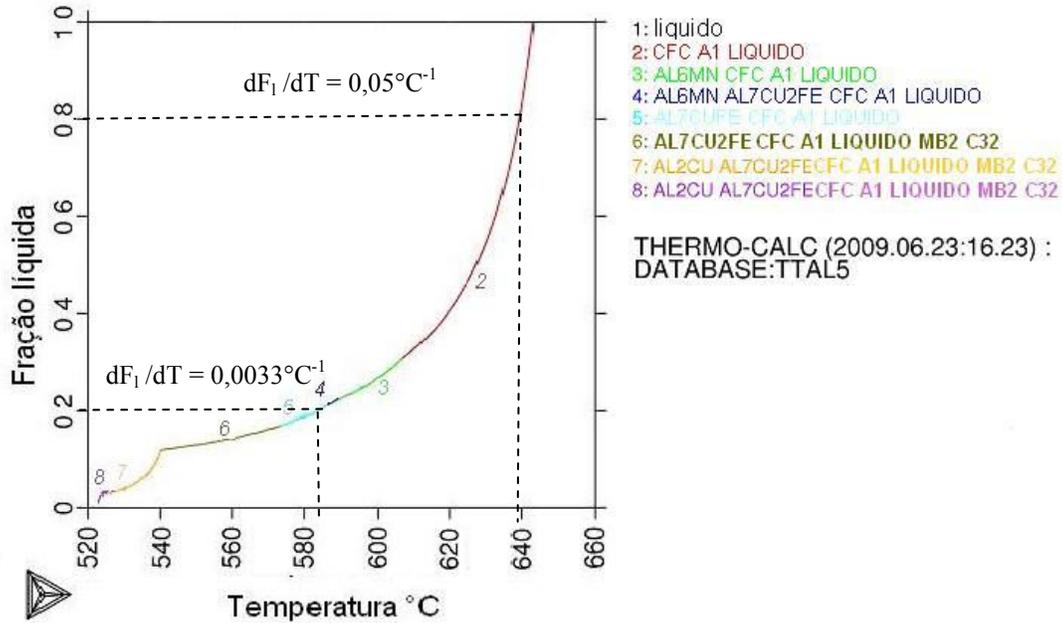


Figura 4.3. Curva fração líquida por temperatura gerada pelo software THERMOCALC®, de simulação de cálculos termodinâmicos para transformações de fase, da liga AA2011 (taxa de resfriamento de 5°C/min, condições de solidificação segundo Scheil).

Pode-se observar que o início da transformação sólido-líquido ocorre à temperatura de 523°C (Temperatura *solidus*) e o final da transformação com fração líquida de 100% à temperatura de 644°C (Temperatura *liquidus*). A curva apresenta distintas regiões relativas à presença de outras transformações de fases, em função da composição da liga. Assim, é possível observar também a formação das fases Al<sub>6</sub>Mn (indicada pelo número 3, a 605°C), Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe (indicada pelo número 4, a 593°C) e Al<sub>2</sub>Cu (indicada pelo número 7, a 525°C), que ocorrem durante o aquecimento. A presença destas fases pode não ser significativa durante a solidificação, onde a maior parte do sistema é constituída de líquido e fase  $\alpha$ , não sendo, portanto, significativa para a tixoconformação, embora possa interferir na determinação de temperaturas de processo, como observado.

Segundo a simulação, portanto, o intervalo de solidificação da liga AA2011 é da ordem de 120 graus. Valores desta ordem de magnitude são também indicados pelo diagrama de fases da liga binária Al-Cu apresentado na Figura 3.2. Este elevado valor de intervalo de coexistência de fases sólida e líquida é um dos requisitos para a candidatura da liga ao tixoprocessamento.

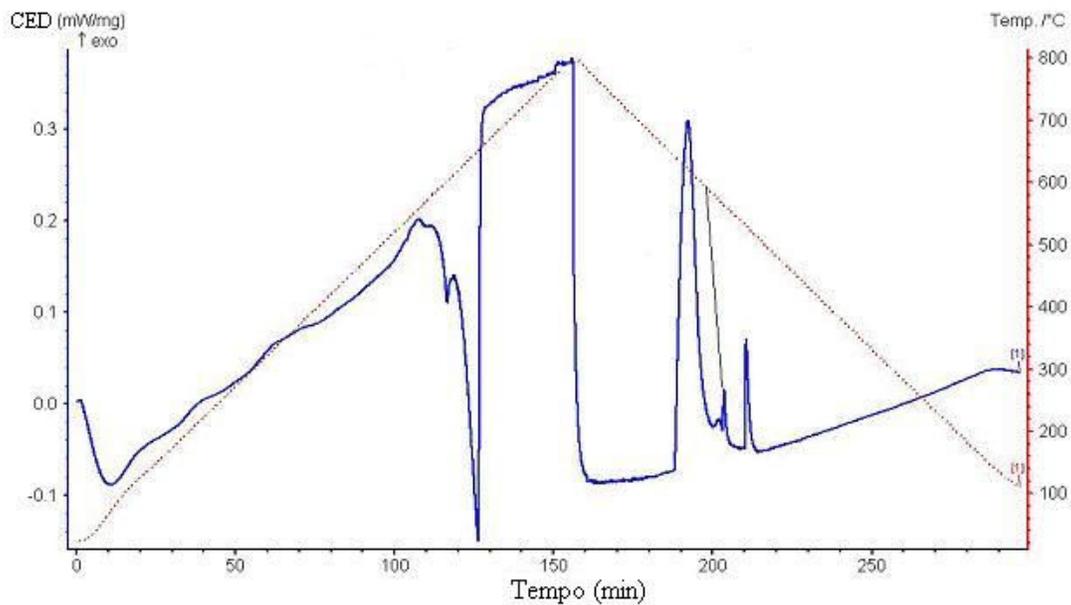
Quanto à sensibilidade da fração líquida com a temperatura, importante para permitir a manipulação da pasta e garantir o controle do processo de tixoconformação, pode-se observar na Figura 4.3, reduzida inclinação da curva de temperatura por fração líquida para elevados valores de fração líquida e aumento significativo da inclinação para altos valores de fração sólida. Para os valores de fração líquida de 20% ( $F_l = 0,2$ ) e fração líquida de 80% ( $F_l = 0,8$ ), por exemplo, os valores de  $dF_l/dT$  são, respectivamente 0,0033 e  $0,05^\circ\text{C}^{-1}$ . Isto significa que o aumento de 1 grau na pasta contendo 20% de líquido (na temperatura de  $586^\circ\text{C}$ ) leva ao aumento desta fração de 20% para 20,33% e, para o caso da pasta contendo 80% de líquido (na temperatura de  $639^\circ\text{C}$ ) leva ao aumento desta fração de 80% para 85%. Estes valores indicam melhor controlabilidade de parâmetros de processamento, isto é, maior tixohabilidade da liga AA2011 quando menores frações líquidas estiverem presentes.

#### 4.2.2. Testes de calorimetria exploratória diferencial (CED)

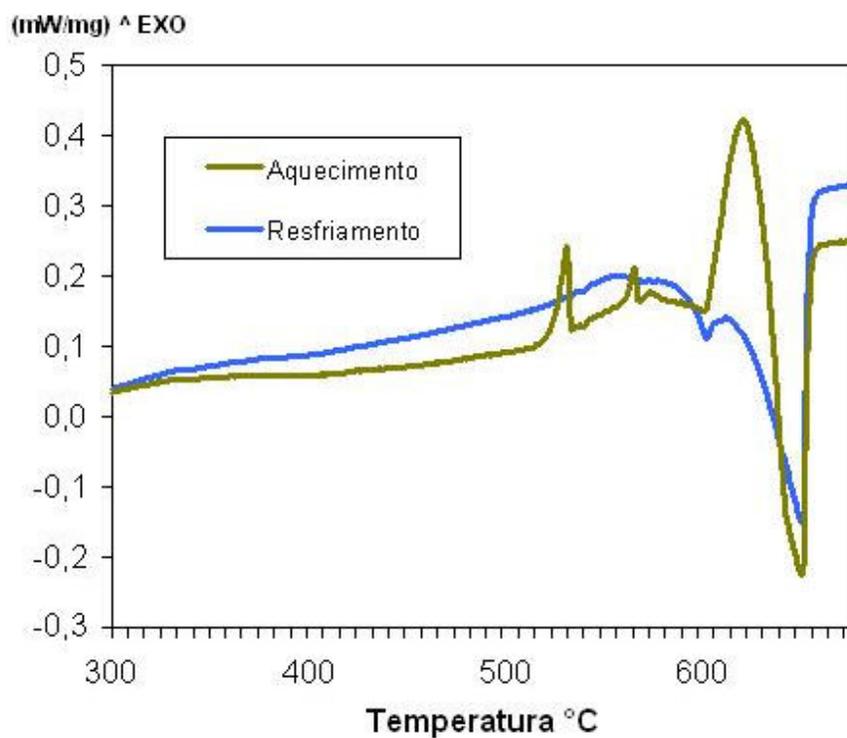
A tixohabilidade da liga AA2011 foi também avaliada pela análise de temperaturas de transformações de fases a partir de testes de calorimetria exploratória diferencial (CED). A Figura 4.4.(a) apresenta típica curva do ensaio de calorimetria exploratória diferencial obtida em ciclos consecutivos de aquecimento e resfriamento. Quatro ensaios feitos nas mesmas condições não apresentaram diferenças significativas no resultados, indicando a sua confiabilidade.

Pode-se observar, em cada ciclo, a presença somente de um pico que indica as temperaturas da transformação mais importante da liga, no caso, Temperatura *solidus* e Temperatura *liquidus*, definindo o seu intervalo de solidificação. Os valores encontrados diferem em função do tipo de ciclo utilizado, o que pode ser observado na Figura 4.4.(b), onde são sobrepostas as curvas de energia por temperaturas obtidas em ensaios de aquecimento e resfriamento. Um maior detalhamento dos picos é apresentado na Figura 4.5, onde podem ser avaliadas as Temperatura *solidus* e Temperatura *liquidus*, utilizando método da tangente à curva de transformação e a linha basal de variação da energia com a temperatura, conforme indicado na figura.

São obtidos, para o ciclo de aquecimento, os valores de temperatura de início de solidificação (*solidus*) de  $575^\circ\text{C}$  e de final da solidificação (*liquidus*) é de  $653^\circ\text{C}$ ; enquanto no ciclo de resfriamento esses valores são  $524^\circ\text{C}$  e  $643^\circ\text{C}$  respectivamente.



(a)



(b)

Figura 4.4. Curvas de ensaio de calorimetria exploratória diferencial da liga AA2011 (taxa de 5°C/min): (a) energia por tempo; (b) sobreposição das curvas de energia por temperatura no aquecimento e resfriamento.

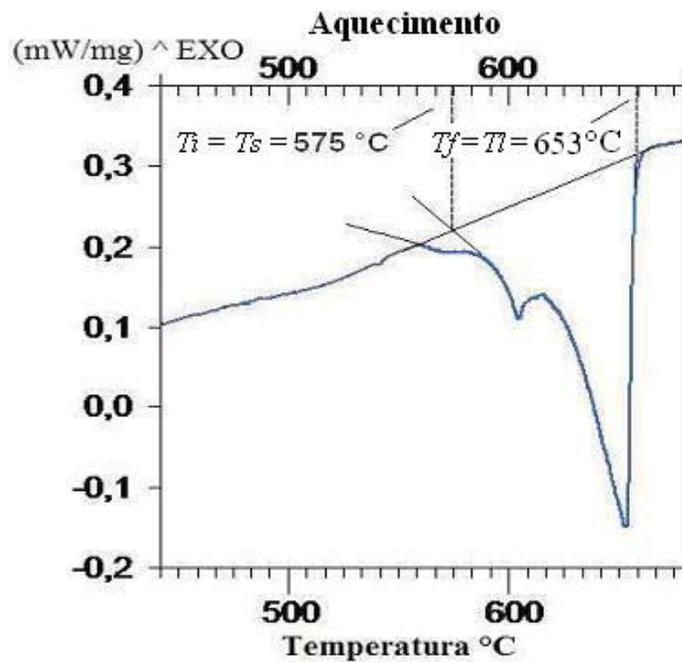
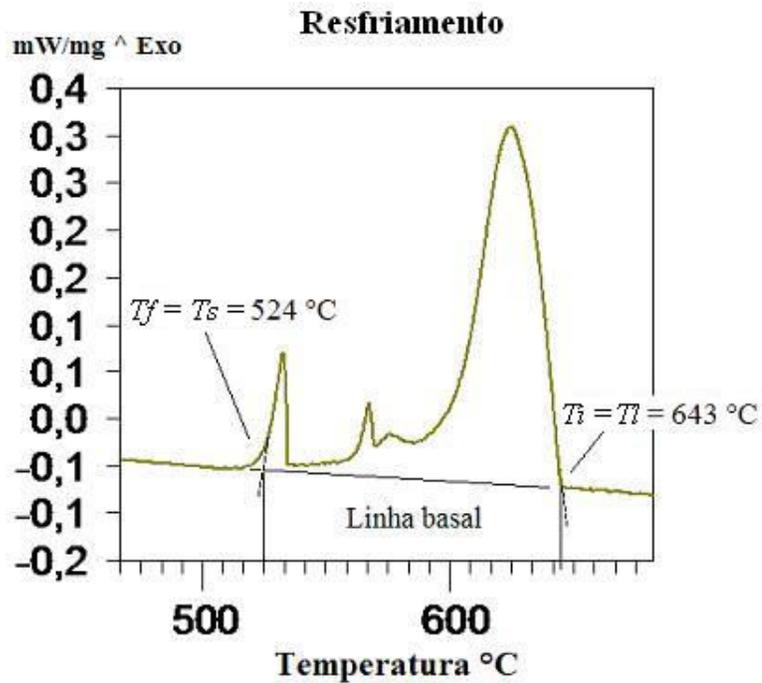


Figura 4.5. Curvas de variação da energia por temperatura obtida em ensaio de calorimetria exploratória diferencial para a liga AA2011 (taxa de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), em diferentes tipos de ciclo: (a) resfriamento; (b) aquecimento.

Testes de calorimetria exploratória diferencial são bastante sensíveis e seus resultados podem ser fortemente dependentes das condições de ensaio. Um efeito é o da taxa de transferência de calor tanto nas temperaturas de início e final de transformação quanto no intervalo total, em ensaios de aços (FRAIPONT, 2008). O efeito do tipo de ciclo é notado na análise das transformações de fase em ferros fundidos: em geral, as temperaturas são mais elevadas em ciclos de aquecimento (CRISTOFOLINI, 2009). As influências do tipo de ciclo e da taxa de transferência de calor também é notado em ligas de Al para tixotomografia (LIU, 2005).

A diferença de valores entre as Temperatura *solidus* e Temperatura *liquidus* obtidas em ciclos de aquecimento e resfriamento pode ser atribuída à influência do contato térmico entre a amostra em teste e o cadinho: no aquecimento a amostra está sólida e o contato com o cadinho não é perfeito, fornecendo dados incorretos de leitura de energia, enquanto no resfriamento a amostra líquida fornece melhor contato e maior precisão de leitura. Pode-se ainda atribuir as maiores leituras de temperatura para início da transformação sólido-líquido, comparada à temperatura de início da transformação líquido-sólido às energias de ativação requeridas em cada transformação: a formação do líquido se inicia na verdade à uma temperatura superior à Temperatura *solidus* enquanto a formação de sólido se inicia a uma temperatura inferior à Temperatura *liquidus*.

A partir das curvas obtidas nos ensaios foi calculada a variação da fração de líquido pela temperatura ( $F_l \times T$ ) e a partir destas, a sensibilidade da fração líquida com a temperatura, isto é,  $dF_l/dT$ , para a avaliação da tixotomografia da liga em questão.

Para tanto foi utilizado método de cálculo das frações. Segundo o método, uma vez conhecidas as temperaturas de início ( $T_i$ ) e final de uma transformação ( $T_f$ ), dada por um pico bem delimitado na curva de energia pela temperatura, é possível calcular a fração do sistema já transformado a uma dada temperatura  $T_n$ . Esta fração é dada através da relação entre a área total sob a curva de transformação (entre  $T_i$  e  $T_f$ ), delimitada pela linha basal, e a área parcial definida pelas temperaturas de início de transformação ( $T_i$ ) e a temperatura desejada ( $T_n$ ) e a mesma linha basal, segundo indicado esquematicamente pela Figura 4.6. (LECOMTE-BECKERS, 2006).

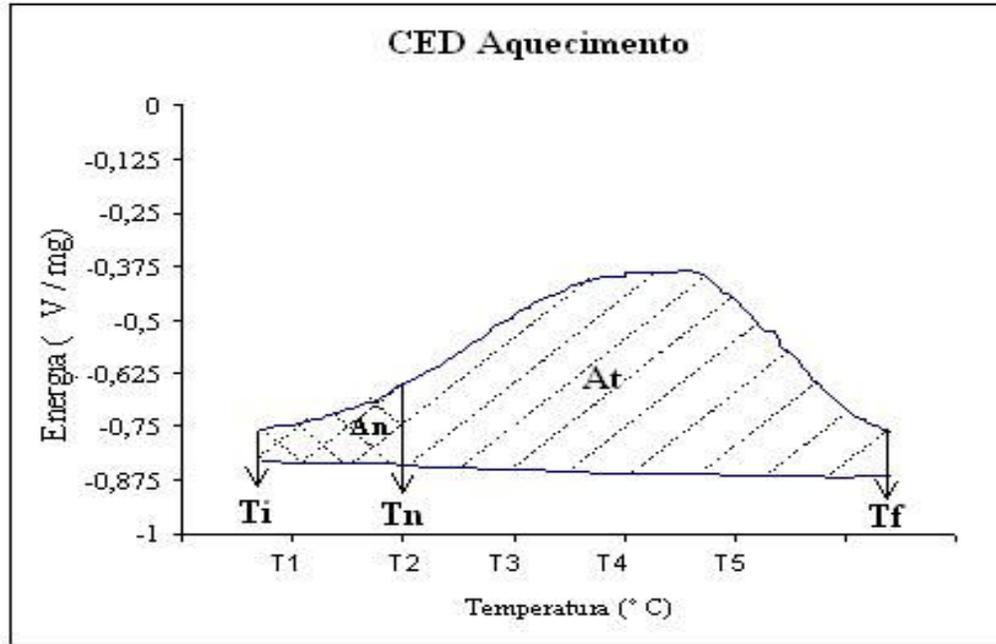


Figura 4.6. Esquema representativo de método para determinação da evolução de uma transformação de fase em função da temperatura em uma curva obtida por calorimetria exploratória diferencial. A = área total indica a transformação completada; An indica a fração transformada a  $T_n$ .

A fração de fase formada a  $T_n$  é dada, pela equação (4.1) portanto, por (LECOMTE-BECKERS, 2006):

$$F_{\text{fase 2}} = \frac{A_n}{A_T} = \frac{\text{área parcial } A_n \text{ (entre } T_i \text{ e } T_n)}{\text{área total } A_T \text{ (entre } T_i \text{ e } T_f)} \quad (4.1)$$

Onde:

$f_{\text{fase 2}}$  = fração da nova fase já formada a  $T_n$

$A_n$  = área sob a curva, entre  $T_i$  e  $T_n$

$A_T$  = área total sob a curva, entre  $T_i$  e  $T_f$

$T_i$  = temperatura de início da transformação

$T_f$  = temperatura de final da transformação

$T_n$  = uma temperatura particular entre  $T_i$  e  $T_f$

Os resultados obtidos são apresentados na Figura 4.7, onde é mostrada a curva de variação da fração líquida com a temperatura.

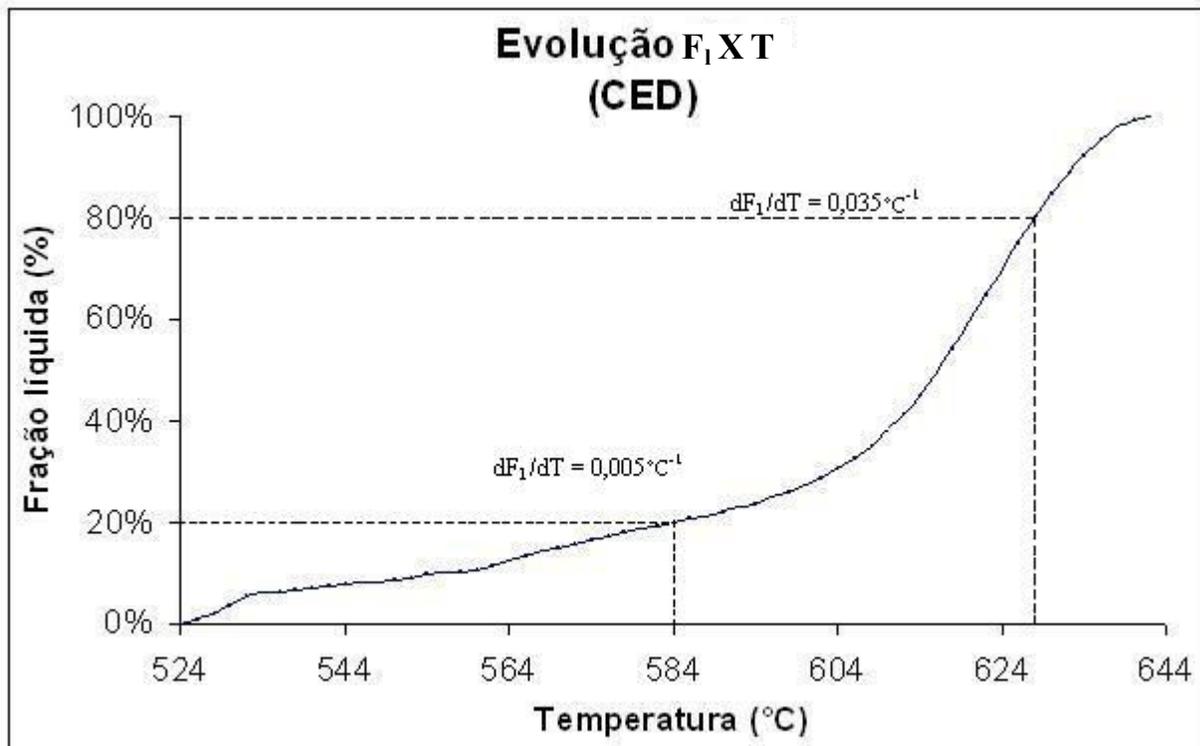


Figura 4.7. Curva fração líquida pela temperatura obtida para a liga AA2011 a partir de resultados de ensaios de calorimetria exploratória diferencial (ciclo de resfriamento, taxa de transferência de calor de 5°C/min).

Pode-se observar, de maneira semelhante à observada nos cálculos termodinâmicos feitos por simulação, reduzida inclinação da curva fração líquida pela temperatura para elevados valores de fração sólida e aumento significativo da inclinação para altos valores de fração líquida. Deste modo, pequenas variações na temperatura podem levar a elevada alteração da fração líquida, no caso de altas frações líquidas (altas temperaturas estarem presentes). Para, por exemplo, valores de fração líquida de 20% ( $F_1 = 0,2$ ) e fração líquida de 80% ( $F_1 = 0,8$ ), os valores de  $dF_1/dT$  são, respectivamente 0,005 e  $0,035 \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ . Isto significa que o aumento de 1 grau na pasta contendo 20% de líquido promove o aumento desta fração a 20,5% e, para o caso da pasta contendo 80% de líquido ao aumento desta fração para 83,5%. Portanto, a novamente se observa que tixohabilidade da liga AA2011 é maior quando menores frações líquidas estiverem presentes.

### 4.2.3. Curvas de resfriamento simples temperatura por tempo

A avaliação da tixohabilidade da liga AA2011 também foi feita através dos resultados de curvas de resfriamento obtidas em condições práticas de solidificação. Foi também neste caso utilizada a taxa de resfriamento de  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . A curva obtida é apresentada na Figura 4. 8.

A curva realizada apresenta inflexões que ocorrem quando a liga inicia a mudança de estado. Por se tratar de uma liga praticamente binária, contendo dois elementos principais, a transformação principal que ocorre no resfriamento é a formação da fase  $\alpha$  a partir do líquido. Assim, é possível detectar claramente o início da solidificação a  $638^{\circ}\text{C}$  (Temperatura *liquidus*) e o final a  $524^{\circ}\text{C}$  (Temperatura *solidus*).

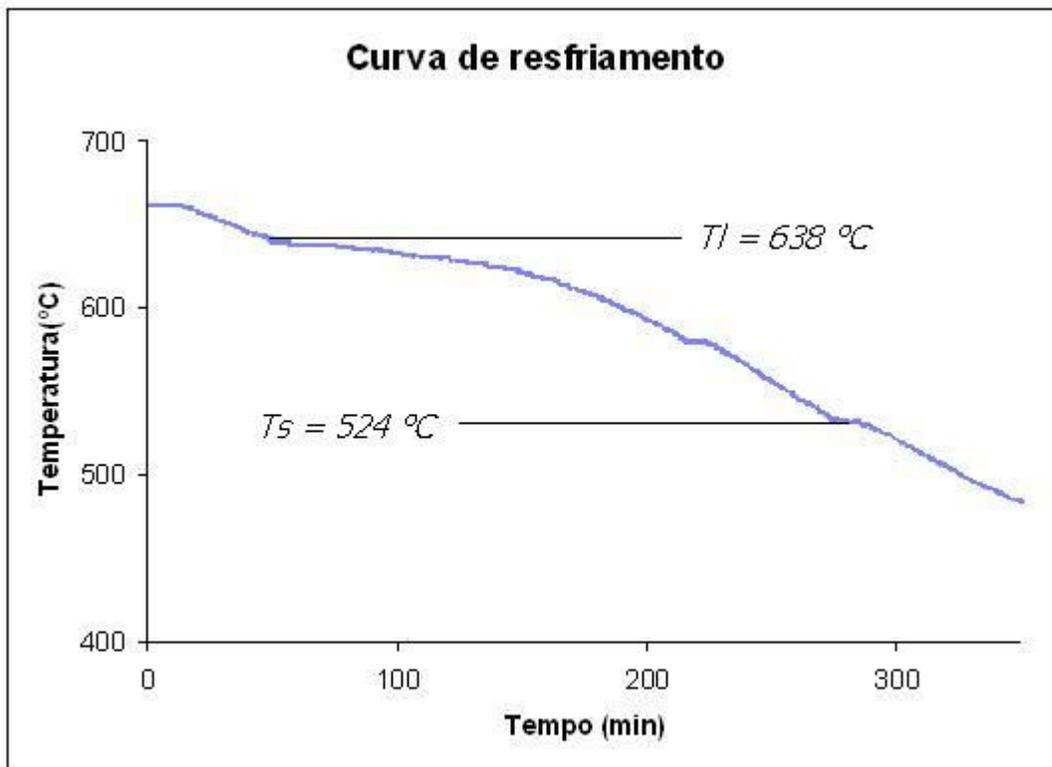


Figura 4.8. Curva Temperatura por tempo obtida a partir de resfriamento simples, em cadinho, da liga AA2011. Taxa de resfriamento:  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ .

Com os dados experimentais gerados a partir da curva de resfriamento foi construído um gráfico que relaciona a fração líquida em função da temperatura. O resultado obtido é apresentado na Figura 4.9.

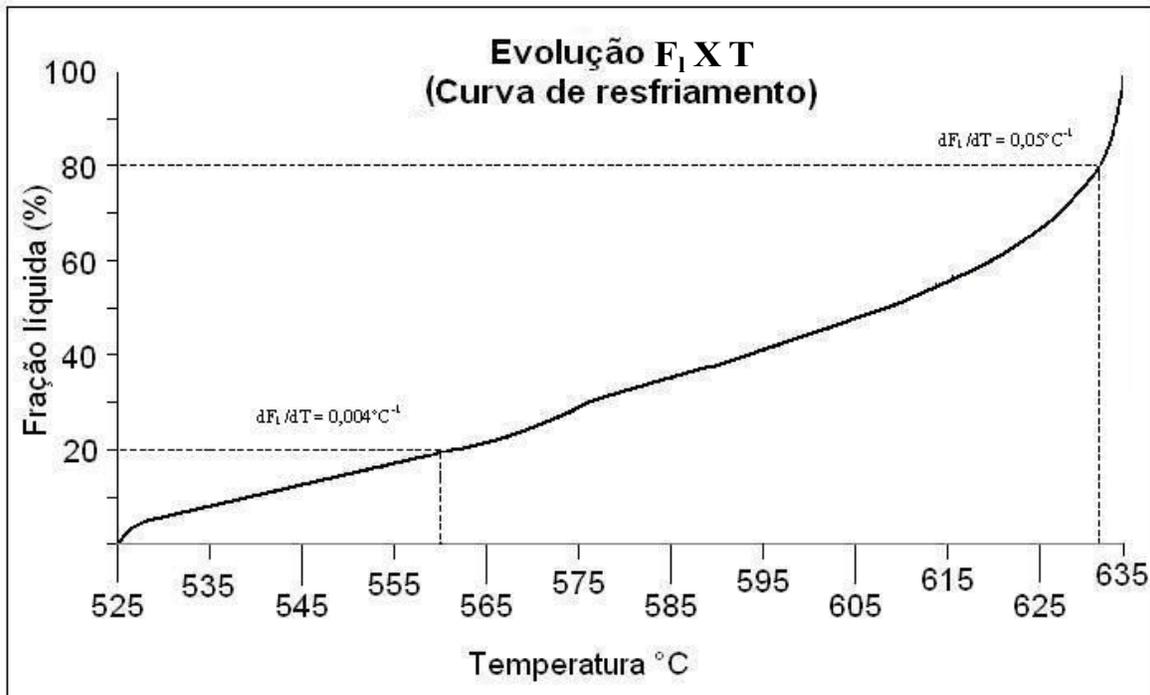


Figura 4.9. Curva de evolução fração líquida por temperatura ( $F_l$  X T) da liga AA2011, obtida a partir da curva de resfriamento simples.

De maneira semelhante às curvas de fração líquida por temperatura obtidas por técnicas diferentes e apresentadas nos itens anteriores, pode-se observar maior sensibilidade da fração líquida com a temperatura quando elevadas frações líquidas estão presentes, isto é, no final da solidificação. Para os valores de fração líquida de 20% ( $F_l = 0,2$ ) e fração líquida de 80% ( $F_l = 0,8$ ), por exemplo, os valores de  $dF_l/dT$  encontrados são respectivamente 0,004 e  $0,05^{\circ}\text{C}^{-1}$ . Isto significa que o aumento de 1 grau na pasta contendo 20% de líquido leva ao aumento desta fração de 20% para 20,4% e, para o caso da pasta contendo 80% de líquido leva ao aumento desta fração de 80% para 85%.

O controle da fração líquida na pasta tixotrópica no processo de infiltração investigado para produção de espumas sintáticas deve possuir um bom controle, uma vez que pode ter papel fundamental na capacidade de infiltração da liga metálica na pré-forma e nas forças necessárias

para essa infiltração. Frações líquidas muito baixas podem acarretar baixa fluidez do metal, com conseqüente dificuldade de infiltração e necessidade de maiores forças que, se forem excessivas, podem provocar dano na pré-forma. Por outro lado, frações líquidas elevadas dificultam o manuseio da pasta pela perda de sua integridade, além do consumo excessivo de energia utilizada para o seu aquecimento.

A Tabela 4.3. apresenta os valores de Temperatura *solidus* e Temperatura *liquidus* para a liga AA2011 obtidos pelos diferentes técnicas utilizadas, bem como as variações da fração líquida com a temperatura ( $dF_l/dT$ ) para diferentes temperaturas. Pode-se observar semelhança nos valores nas temperaturas para diferentes frações líquidas, obtidas pelos três métodos. As variações observadas podem ser atribuídas à imprecisão de leitura e pequenas variações nas condições dos ensaios. Os valores de Temperatura *solidus* e Temperatura *liquidus* obtidos nos diferentes ensaios são bastante concordantes entre si.

Tabela 4.3. Temperaturas de transformação e sensibilidade da variação da fração líquida com a temperatura, para a liga AA 2011, obtidas por diferentes técnicas de análise.

	Curva CED (resfriamento)	$dF_l/dT$ ( $^{\circ}C^{-1}$ )	Curva de Resfriamento simples	$dF_l/dT$ ( $^{\circ}C^{-1}$ )	Thermocalc <sup>®</sup>	$dF_l/dT$ ( $^{\circ}C^{-1}$ )
$F_l = 100\%$	643 $^{\circ}C$	-	638 $^{\circ}C$	-	644 $^{\circ}C$	-
$F_l = 80\%$	628 $^{\circ}C$	0,035	632 $^{\circ}C$	0,05	639 $^{\circ}C$	0,05
$F_l = 60\%$	621 $^{\circ}C$	0,025	619 $^{\circ}C$	0,016	632 $^{\circ}C$	0,038
$F_l = 40\%$	609 $^{\circ}C$	0,013	593 $^{\circ}C$	0,009	620 $^{\circ}C$	0,011
$F_l = 20\%$	584 $^{\circ}C$	0,005	560 $^{\circ}C$	0,004	586 $^{\circ}C$	0,0033
$F_l = 0\%$	524 $^{\circ}C$	-	524 $^{\circ}C$	-	523 $^{\circ}C$	-

Os valores de  $dF_l/dT$  observados indicam, para qualquer método utilizado para sua medida, maior sensibilidade da fração líquida com a temperatura para elevadas frações líquidas. No entanto, mesmo os valores relativos às maiores frações líquidas, isto é, em condições de menor tixohabilidade, podem ainda indicar a possibilidade da tixoconformação da liga.

Para efeito de comparação, podem ser citados resultados referentes ao estudo da tixohabilidade de ligas Al-Si-Cu, que mostram valores de  $dF_1/dT$  para fração líquida de 40% variando de elevados  $0,133K^{-1}$ , na ausência de Cu, a  $0,007K^{-1}$  na liga contendo 10% deste elemento. No primeiro caso o processamento no estado semi-sólido é de difícil controle de (LIU, 2005; TZIMAS,1999). Foi atestada a boa tixohabilidade também de ligas Al-Si-Cu apresentando  $dF_1/dT$  na fração líquida de 40% da ordem de  $0,06K^{-1}$  a  $0,005K^{-1}$  (ATKINSON, 2005)

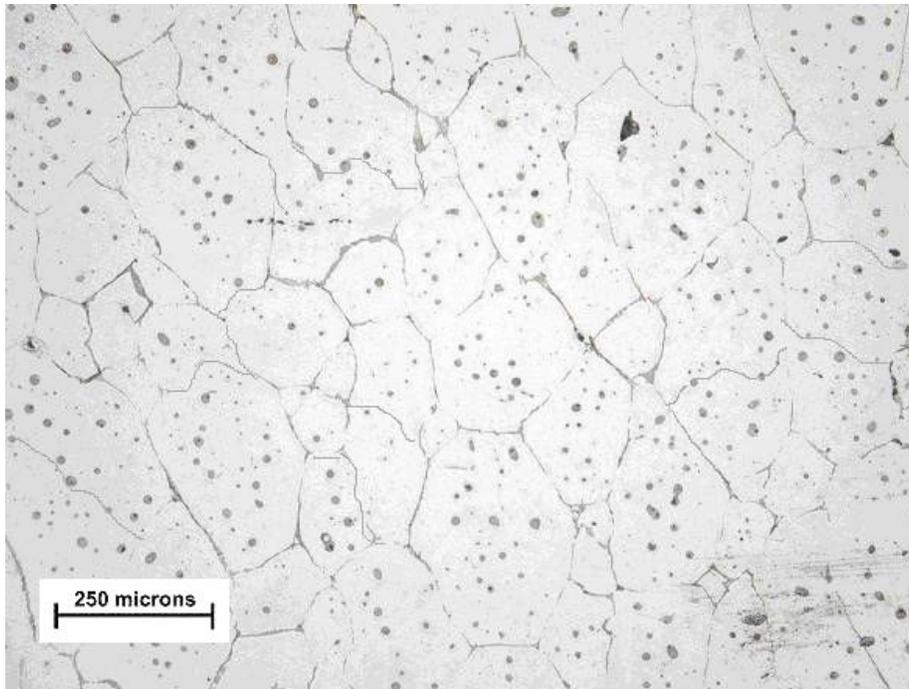
Levando em conta que os fenômenos de transformação de fases em um sistema metálico envolvem condições termodinâmicas e cinéticas dependentes das condições de ensaios, o que, aliado às limitações das técnicas de medida de variações de energia envolvidas nestas transformações, o estabelecimento das Temperaturas *solidus* e Temperaturas *liquidus*, bem como o mapeamento do progresso da formação de líquido no aquecimento, são tarefas cujos resultados dificilmente são precisos. No estudo da tixohabilidade de ligas, procura-se, portanto, a determinação da tixohabilidade em condições próximas às de tixoconformação a serem utilizadas. (LOURENÇATO, 2008; DHINDAW, 2005).

A partir dos resultados de tixohabilidade foram determinadas as condições de obtenção de pastas para a infiltração nas pré-formas e produção de espumas. Foram estabelecidas as temperaturas: 628 e 623°C, correspondentes a fração líquida aproximada de 60% e 80 % respectivamente.

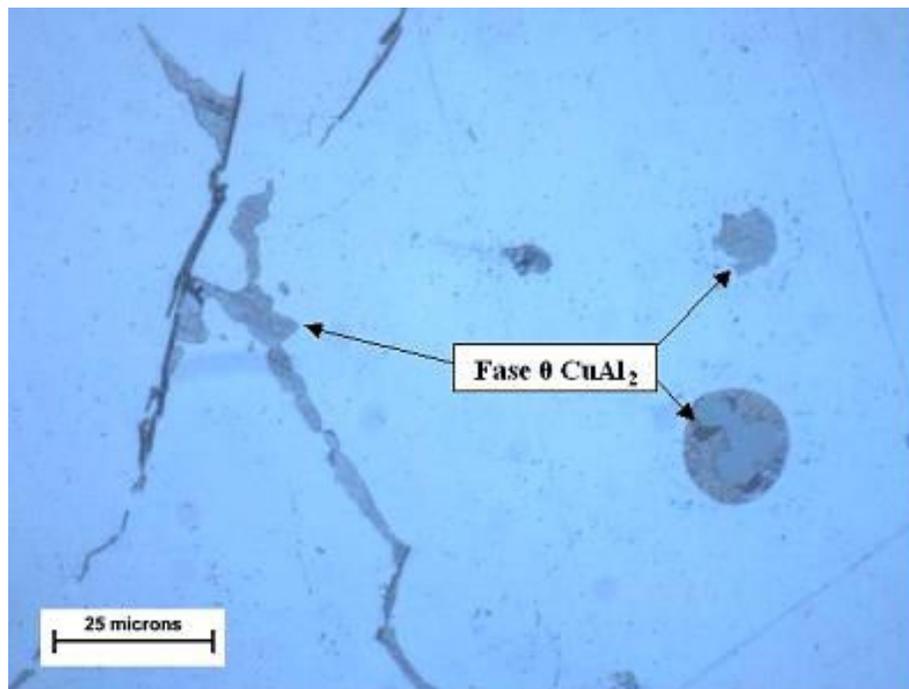
### **4.3. Pastas tixotrópicas obtidas**

Para a obtenção de pastas tixotrópicas a serem utilizadas no processo de infiltração, foi utilizada técnica de fusão parcial controlada (FPC), com taxa de aquecimento idêntica à utilizada na determinação da tixohabilidade da liga empregada. Foram avaliados os parâmetros: temperatura de tratamento de fusão parcial controlada e o efeito da deformação a frio prévia no metal, no tamanho de glóbulos na pasta.

Os resultados obtidos são apresentados a seguir. A Figura 4.10 apresenta em (a) microestrutura geral da liga AA2011 estado extrudado “como recebido” e em (b) detalhe com maior ampliação da mesma região, enquanto a Figura 4.11 apresenta microestruturas da liga estado extrudado e submetido à deformação adicional a frio.

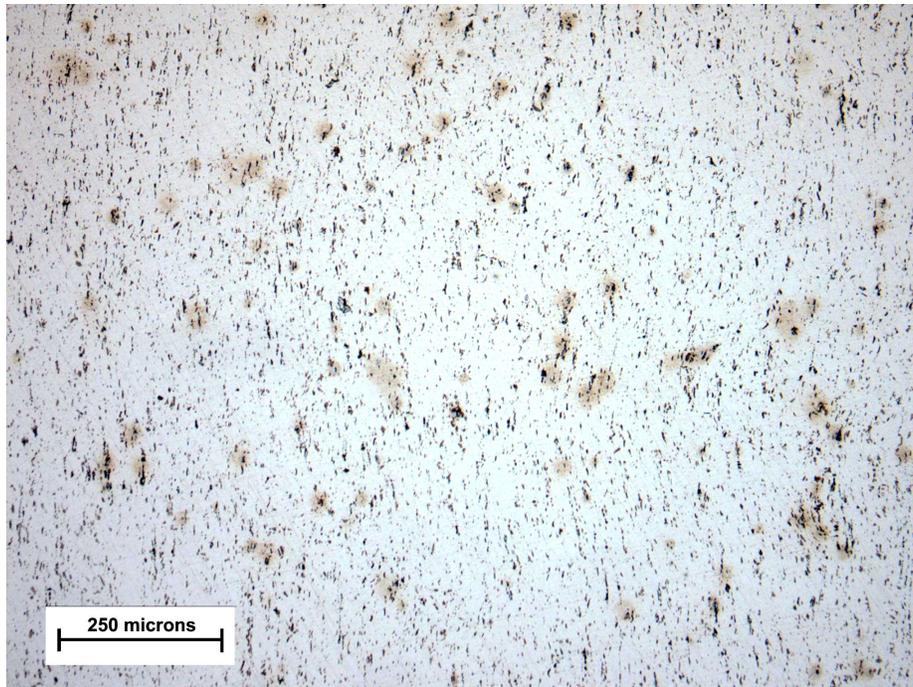


a)

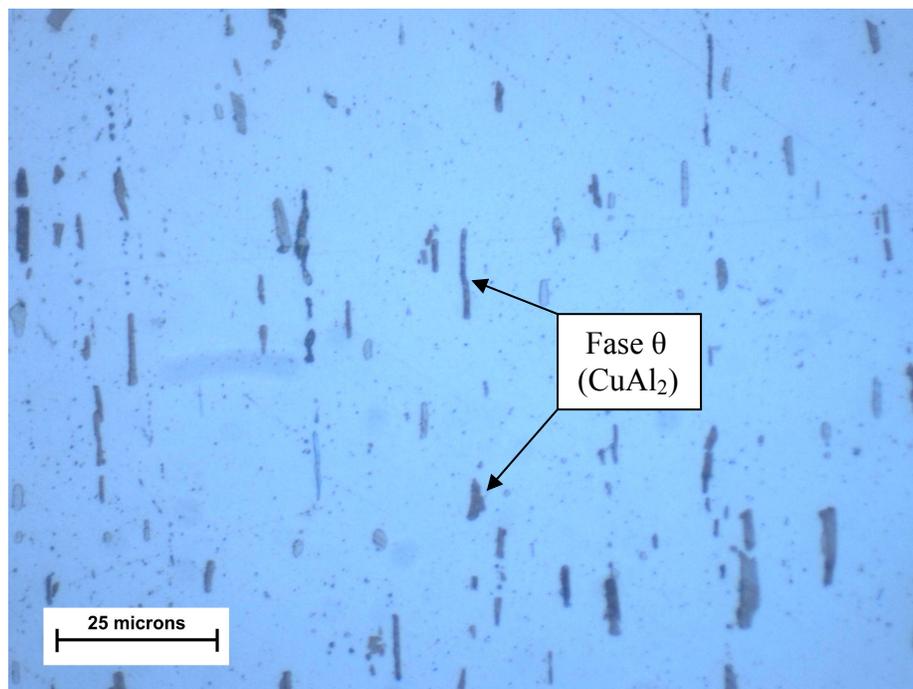


b)

Figura 4.10. Microestrutura da liga AA2011 na condição extrudada: (a) geral; (b) detalhe mostrando a presença da fase  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ). Imagens por MO.



a)



b)

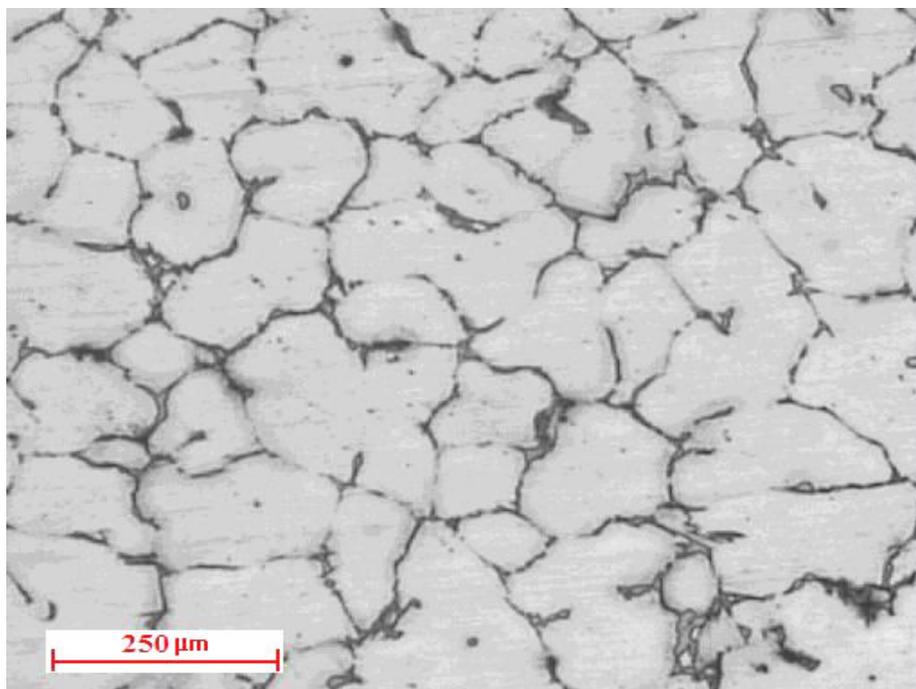
Figura 4.11. Microestrutura da liga AA2011 na condição extrudada mais deformada a frio (80%):  
(a) geral; (b) detalhe mostrando a distribuição da fase  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ). Imagens por MO.

Nota-se, em ambos os casos, a presença das duas fases principais da liga: a fase primária  $\alpha$  e em destaque a presença da fase  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ). As estruturas não apresentam a típica formação dendrítica característica do estado bruto de fusão; na situação “como extrudado” (Figura 4.10), apresenta grãos equiaxiais e não alongados na direção de extrusão, indicando que durante o processamento de extrusão a quente houve recristalização dos grãos. A fase secundária  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ) se apresenta principalmente no interior dos grãos, indicativo de precipitação no estado sólido a partir de uma solução saturada em Cu, e em menor quantidade em contornos de grãos, indicativo da formação de algum eutético a partir do estado líquido.

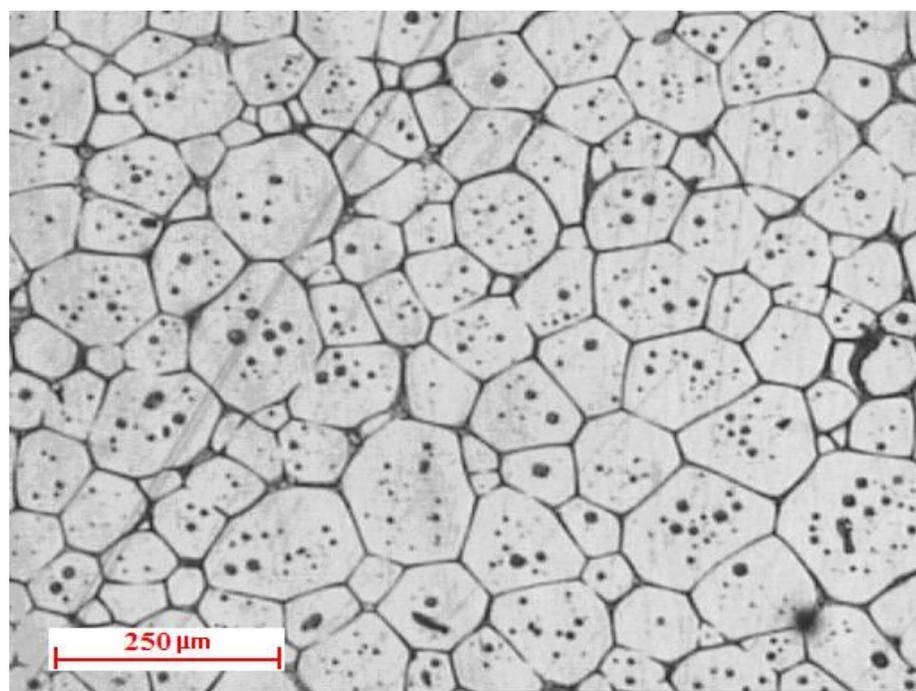
Diferentes regiões da amostra analisadas apresentaram distintos tamanhos de grãos, com diâmetro variando da superfície externa para o centro da seção transversal da barra, de cerca de 20  $\mu\text{m}$  até cerca de 170  $\mu\text{m}$ , devido a diferentes taxas de crescimento dos grãos recristalizados imposta nas distintas regiões, durante a extrusão. (As microestruturas apresentadas nas figuras se referem à região intermediária da seção transversal da barra). A camada de grãos finos periféricos apresenta reduzida espessura, não sendo considerada representativa da estrutura geral do material.

Na estrutura extrudada submetida a adicional deformação a frio (Figura 4.11) pode-se observar significativa orientação da fase secundária e, portanto, dos grãos. A deformação também causou fragmentação da fase  $\text{CuAl}_2$ , que apresenta, nestas condições, dimensões menores que as apresentadas no material na condição somente extrudado.

Estas estruturas foram submetidas à fusão parcial controlada por 4 min a 628°C e 623°C para obtenção de pastas tixotrópicas e o resultado obtido para a primeira condição térmica é apresentada na Figura 4.12. Em a) é apresentada a estrutura da pasta, solidificada rapidamente, obtida a partir da liga no estado extrudado, por fusão parcial controlada a 628°C. Pode-se observar a fase primária com morfologia arredondada, semelhante à morfologia equiaxial dos grãos da fase  $\alpha$  na matéria prima que lhe deu origem, e de dimensões equivalentes. Nota-se o aumento da espessura de contornos de glóbulos, com maior teor da fase secundária nesta região; a presença de fase  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ) no interior dos glóbulos é raramente observada. Resultados semelhantes são obtidos para tratamentos a 623°C: glóbulos de semelhantes dimensões e morfologia, apenas variando o teor da fração líquida na pasta.



a)



b)

Figura 4.12. Microestruturas obtidas por tratamento de FCP a 628°C, da liga AA2011, a partir dos estados: a) extrudado; b) extrudado com deformação a frio. Imagens por MO.

A evolução da estrutura extrudada na estrutura observada ocorreu por efeito de difusão no estado sólido (no aquecimento da temperatura ambiente até a Temperatura *solidus*), seguido de fusão de eventual fase eutética presente em contornos de grãos e de alguma porcentagem da própria fase  $\alpha$  (no aquecimento de Temperatura *solidus* até 628°C). Assim, na temperatura de tratamento, a estrutura é constituída de fase  $\alpha$  em meio líquido; a fase  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ) presente no interior dos grãos originais provavelmente sofre total dissolução.

A manutenção do material à temperatura de tratamento promove a globularização da fase sólida, fenômeno que ocorre espontaneamente buscando a redução de tensões superficiais (sólido/líquido). É assim produzida a pasta tixotrópica empregada em processos de tixoconformação.

A globularização da fase  $\alpha$  observada não foi completada no tempo de tratamento empregado; como se observa, os glóbulos na pasta apresentam fator de forma diferente da unidade (o fator de forma pode ser considerado como uma relação entre a área de um círculo e a área da seção observada do glóbulo).

O resfriamento rápido do material a partir da temperatura de tratamento promove a solidificação, em condições fora de equilíbrio, de uma maior quantidade de fase eutética em contornos da fase primária globular. Como consequência, a menor quantidade de Cu em solução na fase  $\alpha$  previne a precipitação da fase  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ) no estado sólido, no subsequente resfriamento, como observado.

No caso da fusão parcial controlada do material no estado deformado a frio, pode-se observar, na Figura 4.12 b), que a estrutura final obtida apresenta fase primária com morfologia mais perfeitamente globular, típica de pastas tixotrópicas, e com dimensões significativamente superiores aos da estrutura que lhes deu origem. Os contornos de glóbulos são formados também pela fase eutética do sistema Al-Cu e no interior da fase  $\alpha$  se nota a presença de precipitados da fase  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ).

Neste caso, durante o primeiro estágio de aquecimento, além da dissolução da fase  $\theta$  ( $\text{CuAl}_2$ ) por difusão no estado sólido, ocorre também a recristalização da fase  $\alpha$ , dada a energia de deformação armazenada. O surgimento desse conjunto de novos grãos ocorre em regiões do material com maior densidade de energia livre, como nos contornos de grãos originais, precipitados, etc. A força motriz para produzir essa nova estrutura de grãos é a diferença na energia interna do material em seus estados deformado e não deformado; a nova situação ocorre pela eliminação das discordâncias. A partir de um grão deformado surgem, portanto, um conjunto de novos grãos menores que o grão original.

Ao ser atingida Temperatura *solidus*, com o surgimento de fase líquida há possibilidade de penetração do líquido em contornos recristalizados e com isto a sua separação, constituindo assim os glóbulos da pasta tixotrópica. A presença de precipitados  $\text{CuAl}_2$  no interior dos glóbulos pode ser atribuída a maior saturação da fase recristalizada no elemento Cu, dada a melhor distribuição da fase  $\text{CuAl}_2$  pela matriz  $\alpha$ , na estrutura original.

Pastas tixotrópicas obtidas por fenômenos de recristalização tendem a apresentar grãos e glóbulos de pequenas dimensões quando comparados com glóbulos em pastas obtidas por simples globularização, por fenômenos de engrossamento, de estruturas dendríticas. Portanto, o objetivo da deformação imposta previamente ao material foi o refino da estrutura da pasta tixotrópica e, com isto, facilitar a sua infiltração na pré-forma porosa (CHANGMING, 2003)..

As pastas obtidas em todas as condições foram caracterizadas quanto ao diâmetro médio de glóbulos da fase  $\alpha$ . Os resultados são apresentados na Tabela 4.4.

Pode-se observar, em primeiro lugar, variação nos valores de diâmetro médio dos grãos nas amostras da liga nos estados iniciais, sem serem submetidos à fusão parcial controlada, ao longo da seção analisada: os grãos na região periférica são de reduzidas dimensões e apresentam aumento de tamanho em regiões mais centrais. Como comentado anteriormente, esta variação é consequência do processo de extrusão a quente a que o material foi submetido. A mesma tendência de variação é mantida nas amostras submetidas à fusão parcial controlada.

Tabela 4.4. Variação do tamanho médio de grãos e glóbulos da liga AA2011 em diferentes condições, em três regiões ao longo da secção transversal de amostras cilíndricas.

Condição →	Extrudado		Extrudado com fusão parcial controlada (628°C)		Extrudado mais deformado a frio com fusão parcial controlada (628°C)	
	Ø médio [µm]	Desvio Padrão [µm]	Ø médio [µm]	Desvio Padrão [µm]	Ø médio [µm]	Desvio Padrão [µm]
Região aresta	16	11	18	9	14	5
Região intermediária	70	23	73	20	57	8
Região Central	120	56	128	55	98	13

Pode-se observar que o material obtido por tixofundição de amostras extrudadas apresenta dimensões de glóbulos semelhantes à dos grãos do material na condição original; há mesmo uma tendência ao aumento do tamanho das partículas da fase  $\alpha$  por efeito do tratamento de fusão parcial controlada. Por outro lado, a estrutura do material tixofundido a partir de material original deformado a frio apresenta glóbulos de menores dimensões que os grãos dos quais foram formados, por efeito de recristalização.

Os resultados mostram ainda valores de desvios padrão elevados em todos os casos, evidenciando heterogeneidade das dimensões dos grãos e glóbulos; no entanto, a estrutura tixofundida obtida por recristalização apresenta maior homogeneidade, indicada pela menor dispersão nos valores de diâmetro médio de partículas da fase  $\alpha$  no líquido. Uma estrutura de glóbulos finos pode permitir uma maior fluência da pasta tixotrópica na pré-forma, diminuindo as forças necessárias para a infiltração. Em adição, a maior homogeneidade da estrutura apresentada com relação à estrutura produzida a partir da matéria-prima em seu estado comercial extrudado pode significar a redução de ocorrência de regiões com estruturas grosseiras que poderiam interferir negativamente no processo de infiltração.

As dimensões médias de glóbulos da fase primária nas pastas obtidas são, de um modo geral, compatíveis (exceto pela região central das amostras) com as dimensões dos espaços vazios nas pré-formas, os quais são da ordem de 50  $\mu\text{m}$  como visto anteriormente. Além disso, o material sólido presente na pasta pode apresentar alta plasticidade à elevada temperatura, facilitando sua infiltração nos espaços vazios entre esferas de vidro da pré-forma.

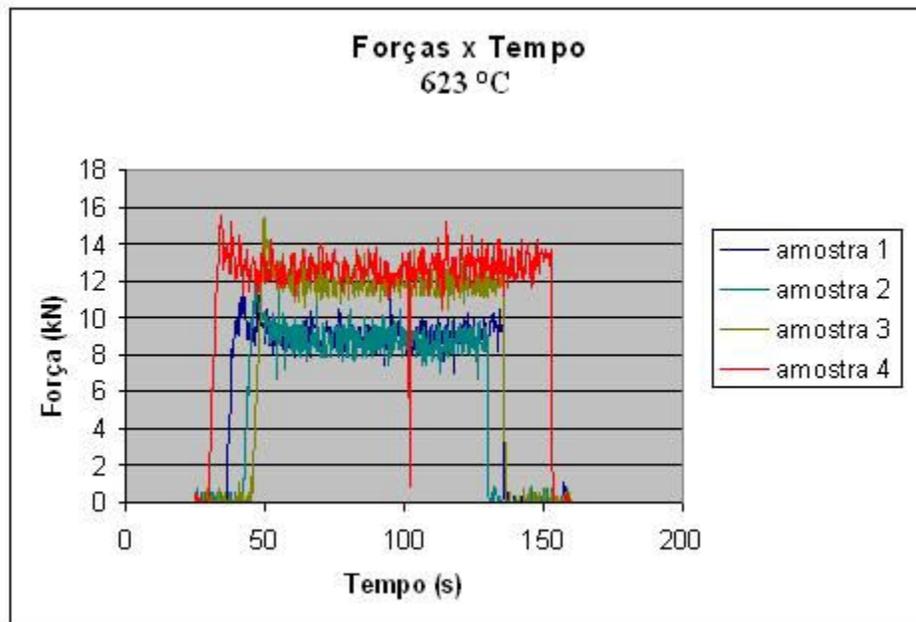
#### **4.4. Processo de infiltração**

Uma vez obtidas as condições para a produção de pastas tixotrópicas potencialmente aptas à infiltração nas pré-formas, foram feitos os testes de obtenção do material celular. Os testes foram monitorados e os resultados de variação da força aplicada com o tempo de ensaio são apresentados na Figura 4.13, para todas as condições onde produtos aceitáveis foram obtidos.

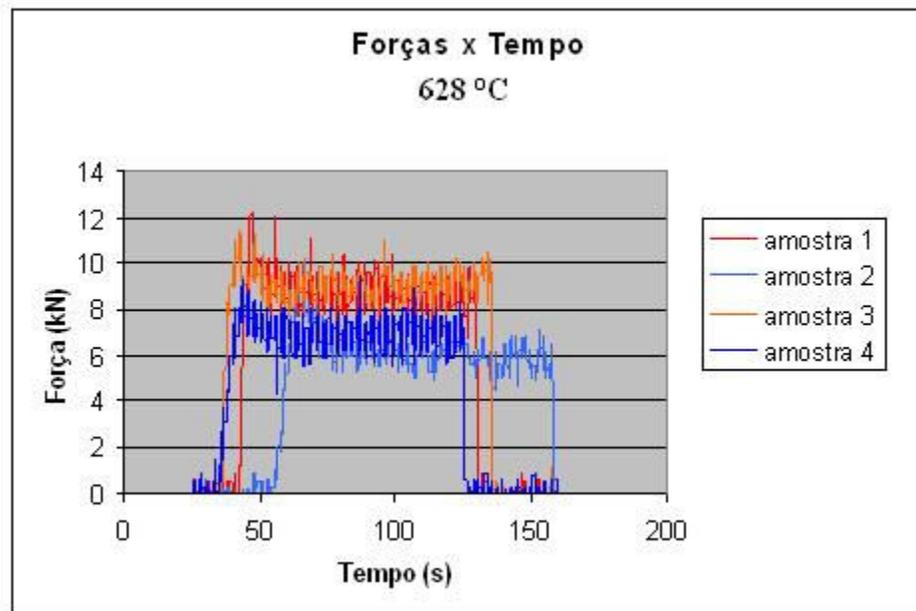
São apresentadas as curvas força por tempo para os ensaios de infiltração das pré-formas com pastas obtidas por tratamento de fusão parcial controlada a 623°C e a 628°C da liga AA2011 submetida previamente à deformação a frio em 80%. Foram feitos 4 ensaios em cada condição.

Pode-se observar valores constantes de forças aplicadas com o tempo, indicando o processo de infiltração sem resistência da pasta. Os valores máximos de força utilizada são da ordem de 9 kN a 13 kN, para o caso da infiltração a 623°C, enquanto valores inferiores, da ordem de 7 kN e 9 kN, são necessários para a infiltração da pasta a 628°C, isto é, da pasta contendo maior fração líquida. Em todos os casos, as forças utilizadas são inferiores aos valores de força que causam o colapso das microsferas, as quais, conforme item 4.1.4, são da ordem de 20 kN.

Esses valores de força são bastante reduzidos e facilmente praticáveis, não requerendo equipamentos potentes para a sua execução e tampouco excessivo dispêndio de energia. Esses valores são dependentes da relação entre as propriedades da pasta e da pré-forma, principalmente no que se refere às dimensões dos vazios a serem preenchidos; por exemplo, resultados mostram valores inferiores de forças para a infiltração de pastas tixotrópicas em pré-formas de bloqueadores pós-removíveis contendo vazios de maiores dimensões que as apresentadas pela pré-forma aqui utilizada (DELBIN, 2006).



a)



b)

Figura 4.13. Variação da força aplicada com o tempo de ensaio, nos testes de infiltração da pasta tixotrópica da liga AA2011 obtida a partir da liga deformada a frio, em diferentes temperaturas:

a) 623°C; b) 628°C.

## 4.5. Material celular obtido

### 4.5.1. Aspectos gerais

Nem todas as condições de infiltração utilizadas resultaram em produtos celulares aceitáveis. A Figura 4.14 apresenta resultado típico obtido na tentativa de infiltração de pasta produzida a partir da liga na condição extrudada, por fusão parcial controlada a 623°C (fração líquida de 60%), isto é, a condição mais crítica da pasta: menor fração líquida e maior tamanho de glóbulos, entre todas as condições testadas. A força de infiltração utilizada foi de 12 kN.



Figura 4.14. Foto de material típico obtido por tentativa de infiltração, a 623°C, de pasta da liga AA2011 obtida a partir da condição extrudada.

Pode-se observar o insucesso do preenchimento e o rompimento da pré-forma. O insucesso da infiltração neste caso pode ser atribuído tanto à insuficiente fração líquida na pasta metálica quanto ao elevado diâmetro médio de glóbulos sólidos nela presentes (variando de 16 a 120  $\mu\text{m}$ ). O ensaio foi realizado 3 vezes com insucesso em todos os casos. O aumento da força aplicada não seria viável pois há, já na condição utilizada, o rompimento da pré-forma.

O aumento da temperatura da pasta para 628 °C e, portanto, da sua fração líquida para 80%, também não resultou em produto aceitável, conforme apresentado na Figura 4.15. A força utilizada neste caso é igual à usada no teste a menor temperatura, ou seja, 12 kN.

É possível observar ruptura da pré-forma e infiltração metálica na trinca. Em processos de tixoconformação, é comum a separação das fases líquida e sólida presentes na pasta tixotrópica, com o líquido avançando na frente de escoamento. Provavelmente este fenômeno levou ao preenchimento da trinca pelo líquido da pasta (ROVIRA, 2001).

É possível observar também um início de infiltração. A ausência de significativa infiltração pode ser novamente atribuída à elevada viscosidade da matéria prima pastosa, com diâmetro de glóbulos elevados em comparação com o tamanho dos vazios entre as esferas da pré-forma. Mesmo a maior quantidade de líquido presente na pasta não produziu a fluidez necessária para o sucesso da infiltração.

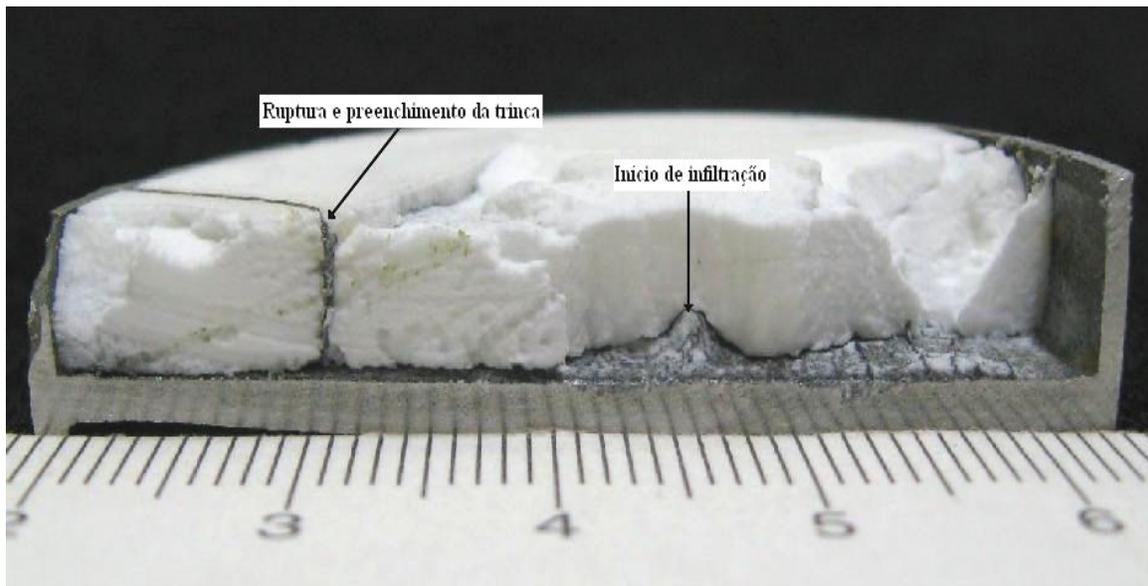


Figura 4.15. Foto de material típico obtido por tentativa de infiltração, a 628°C, de pasta da liga AA2011 obtida a partir da condição extrudada.

As tentativas de obtenção de produtos celulares pela infiltração de pastas metálicas produzidas a partir da liga em condição extrudada não foram bem sucedidas; tal insucesso na

infiltração está relacionado ao tamanho médio de glóbulos da pasta que não é compatível com o tamanho de vazios da pré-forma.

Os resultados de testes de infiltração de pastas com menores dimensões de glóbulos (pastas obtidas a partir da liga com estrutura extrudada mais deformada a frio) são apresentados nas Figuras 4.16 e 4.17. As pastas obtidas nestas condições apresentam tamanho médio de glóbulo variando de 14 a 98  $\mu\text{m}$ , valor mais compatível com o tamanho de vazios da pré-forma.

A Figura 4.16 apresenta resultado típico obtido em testes de infiltração a 623°C, portanto, com pasta contendo 60% de fase líquida. A força empregada foi de 12 kN. É apresentada em a) montagem para o teste de infiltração, com a pré-forma entre os discos da liga metálica deformada a frio e, em (b), o produto típico obtido.

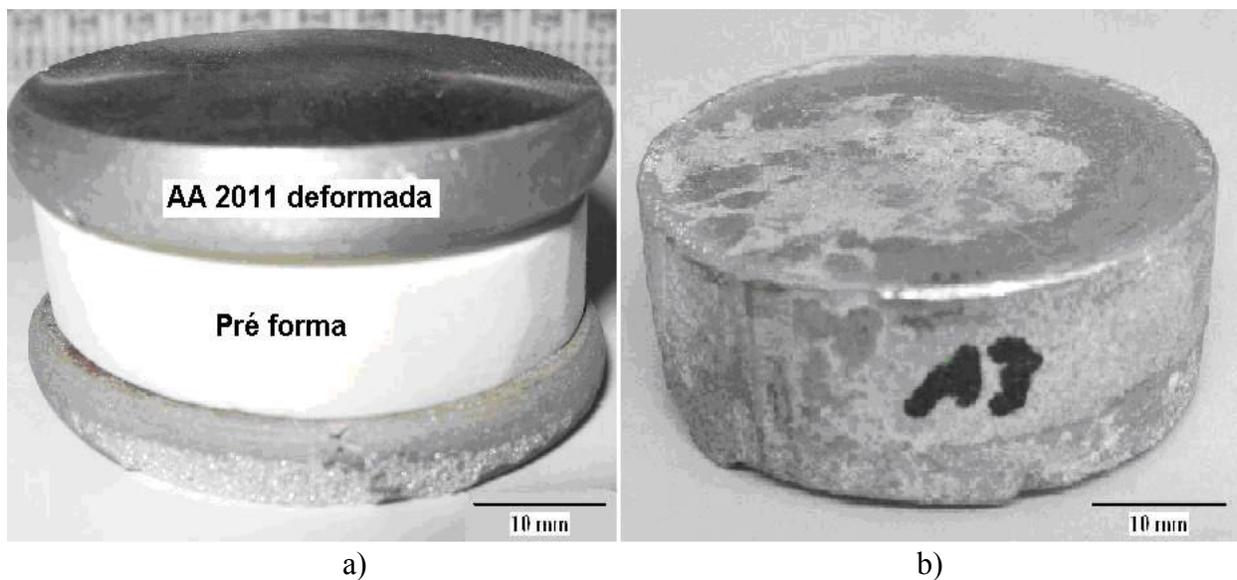


Figura 4.16. Fotos apresentando: a) montagem para ensaio de infiltração; b) produto típico obtido por infiltração, a 623°C, de pasta da liga AA2011 produzida a partir da condição extrudada mais deformada a frio.

Pode-se observar, no aspecto geral da amostra produzida, total infiltração da camada superior da liga metálica na pré-forma. Foram realizados 3 ensaios nas mesmas condições, com resultados semelhantes.

Pode-se observar que a camada inferior da liga não sofreu infiltração significativa, permanecendo no produto como uma camada sólida maciça. Com a retirada dessa camada foi observada falha de preenchimento na região inferior da espuma produzida. A não participação da camada inferior da liga pode ser atribuída a dois fatores: gradientes térmicos e gradientes de tensão no processamento, levando a menor fração líquida e menor tensão aplicada nesta região inferior.

Resultado típico de testes de infiltração de pastas com menores dimensões de glóbulos (pastas obtidas a partir da liga com estrutura extrudada mais deformada a frio) e também maiores frações líquidas é apresentado na Figura 4.17. Foram realizados 3 ensaios utilizando forças de 9 kN e 3 ensaios utilizando força de infiltração de 7 kN.

Também neste caso foi observada a total infiltração da camada superior da liga metálica na pré-forma e ausência de infiltração da camada inferior (a figura apresenta o material celular após a retirada da camada maciça inferior). Não são notadas falhas de preenchimento mesmo na região inferior das amostras produzidas.

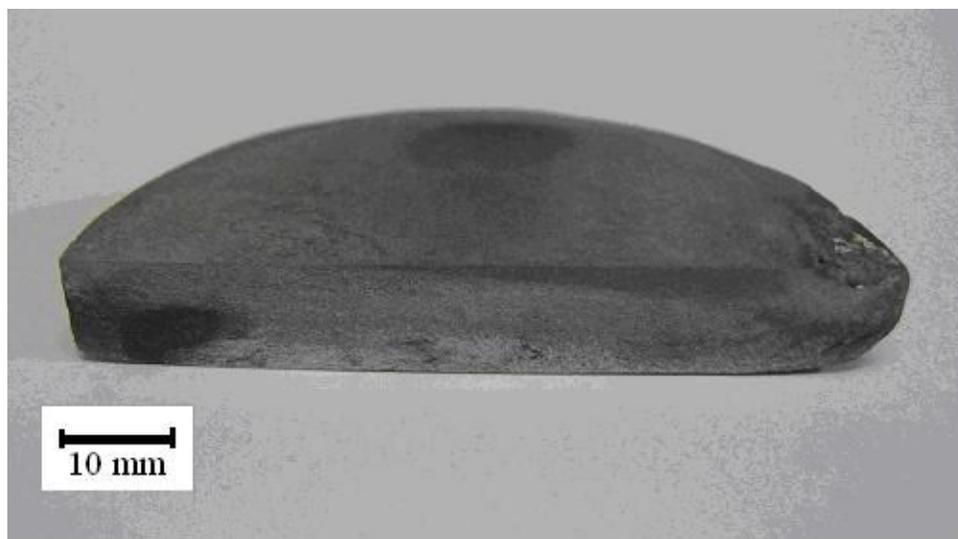


Figura 4.17. Produto típico obtido por infiltração, a 628°C, de pasta da liga AA2011 produzida a partir da condição extrudada mais deformada a frio.

#### 4.5.2. Observação da estrutura interna

Os materiais celulares obtidos foram avaliados quanto à sua qualidade interna por meio de tomografia de raios-X. Mesmo com baixa resolução, esse método é eficiente para a observação da qualidade do componente celular, uma vez que pode detectar regiões sólidas e vazias de espumas metálicas (DEGISCHER, 1999).

Foram realizadas imagens de tomografia de todas as amostras obtidas nas condições que permitiram o aparente sucesso da infiltração, isto é, a partir da matéria prima submetida à deformação adicional de 80%, nas duas temperaturas de processamento testadas. Estas condições fornecem pastas constituídas por glóbulos de pequenas dimensões e fração líquida dependente da temperatura utilizada.

As imagens geradas por tomografia apresentam planos paralelos equidistantes em 1 mm e revelam a estrutura interna no produto. As imagens geradas apresentam tonalidades de cinza em função da densidade do material: tons mais claros são indicativos de alta densidade (metal maciço) enquanto tons escuros são indicativos de baixa densidade (tons característicos das amostras das pré-formas). Dessa maneira, imagens de planos sucessivas podem revelar defeitos volumétricos como falhas de preenchimento ou outros defeitos internos, pela variação na coloração da imagem.

No material celular produzido a partir de pastas à temperatura de 623°C (menor fração líquida) foi observada a ocorrência de falhas de preenchimento em todas as amostras. Exemplo típico é apresentado na Figura 4.18.

Observa-se, em todos os planos seqüenciais de 2 até 9 apresentados, diferenças na coloração na seção mostrada, com tons mais escuros (menor densidade) na região central. Essa coloração revela a presença da pré-forma isolada sem o preenchimento pelo metal. A deficiência de preenchimento observada deve ser atribuída pela baixa fluidez da pasta metálica decorrente de sua insuficiente fração líquida (60%), uma vez que as dimensões dos glóbulos sólidos presentes na pasta são compatíveis com as dimensões dos vazios na pré-forma.

A coloração clara e brilhante do primeiro plano apresentado se refere a uma camada de metal maciço na superfície da amostra do material celular obtido.

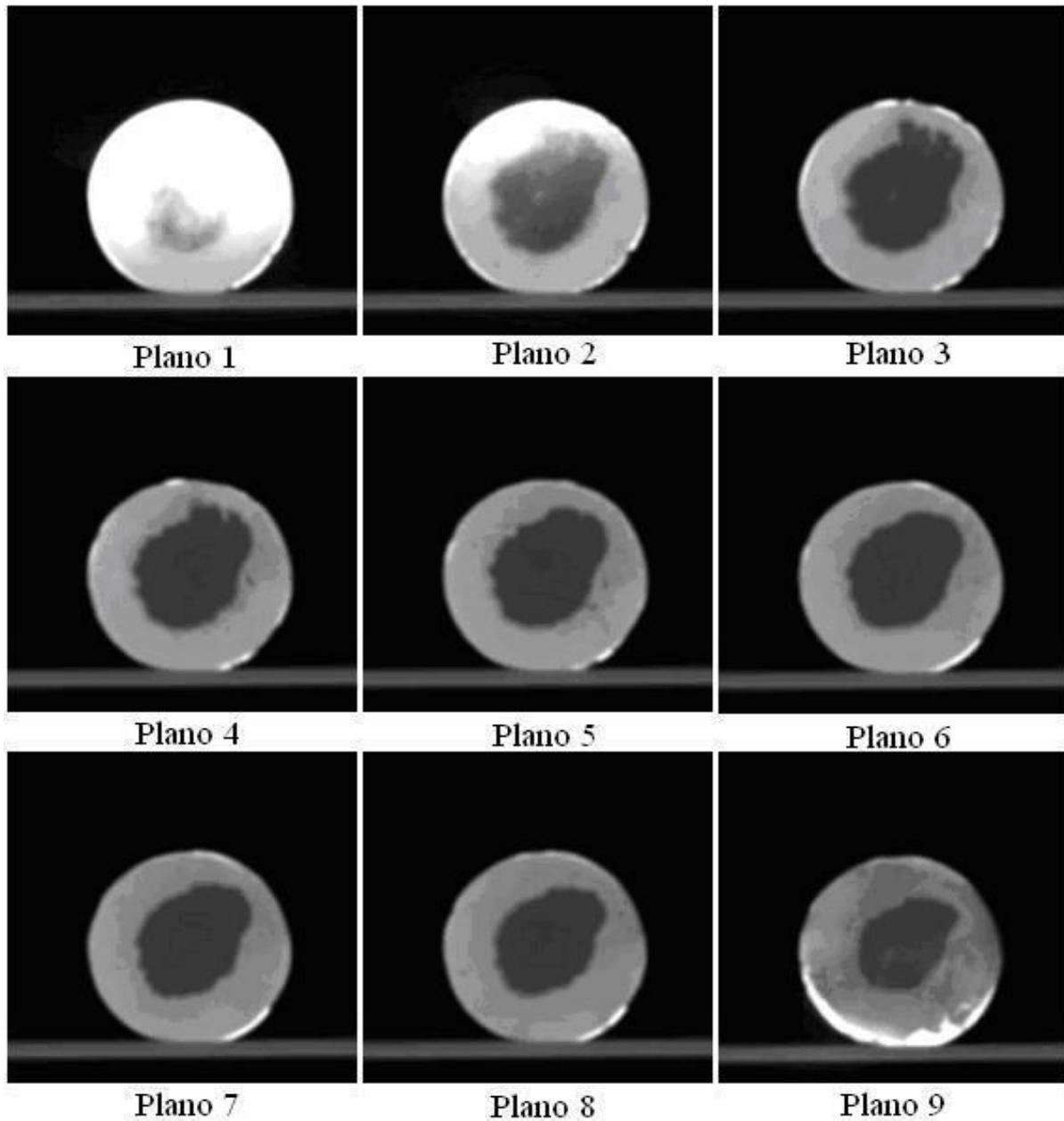


Figura 4.18. Imagens obtidas por tomografia de raios X de 9 planos seqüenciais da secção transversal de amostra típica de material celular produzido por infiltração de pasta da liga AA2011 em pré-forma de esferas ocas de vidro. Pasta tixotrópica obtida a 623°C a partir da liga submetida à deformação a frio. Força de infiltração: 12 kN.

Resultados obtidos para o material celular produzido a partir de pastas à temperatura de 628°C (maior fração líquida) mostram perfeito preenchimento das pré-formas, em todas as amostras produzidas nesta condição. Resultado típico é apresentado na Figura 4.19.

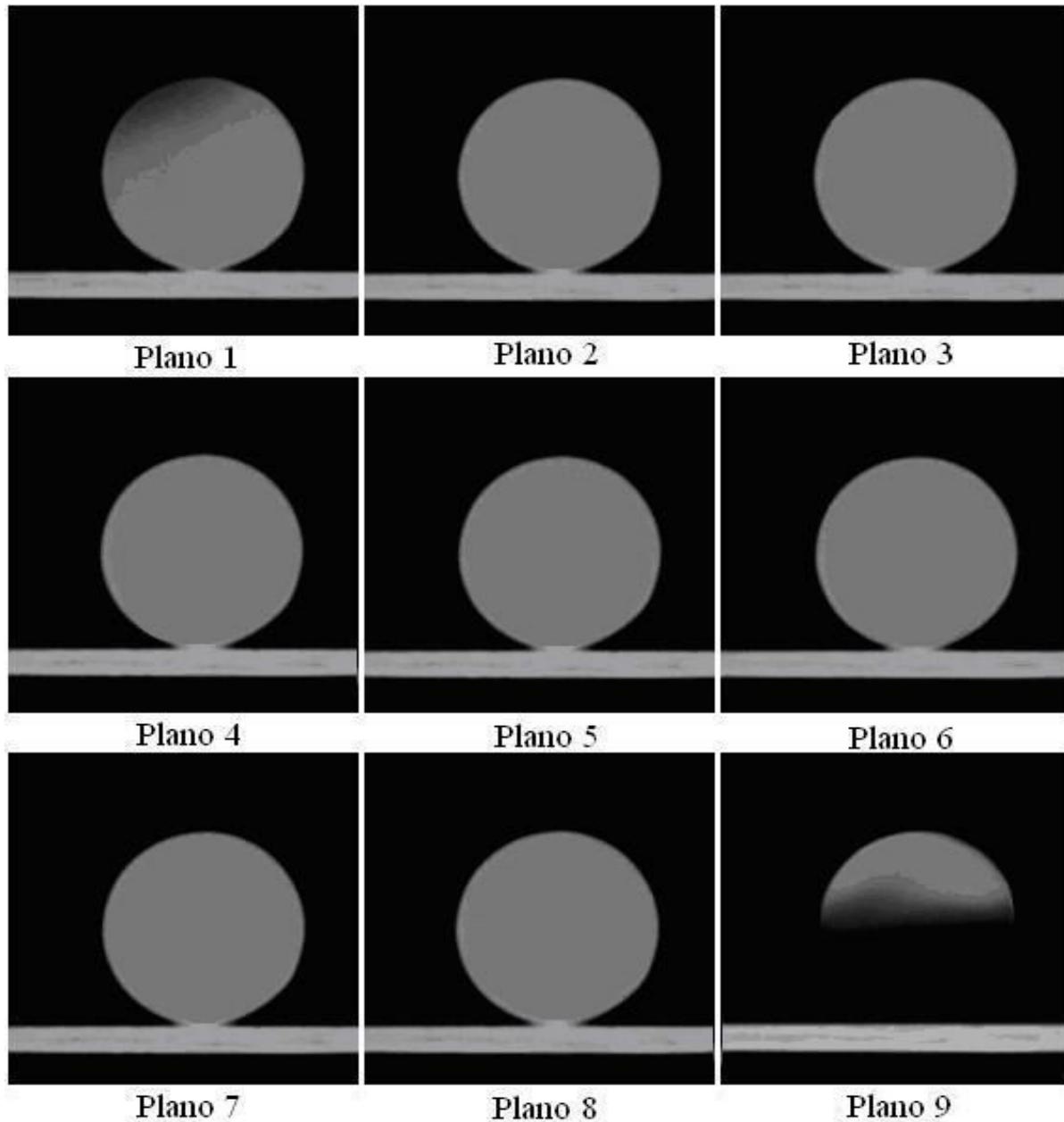


Figura 4.19. Imagens obtidas por tomografia de raios X de 9 planos seqüenciais da secção transversal de amostra típica de material celular produzido por infiltração de pasta da liga AA2011 em pré-forma de esferas ocas de vidro. Pasta tixotrópica obtida a 628°C a partir da liga submetida à deformação a frio. Força de infiltração: 7 kN.

Observa-se, em todos os planos seqüenciais de 2 até 8 apresentados, coloração cinza-claro homogênea em toda a seção. A uniformidade na coloração e a semelhança entre os planos apresentados revelam a total e homogênea infiltração da pasta tixotrópica. As imagens dos planos 1 e 9 também apresentam uniformidade na coloração mas, devido ao incorreto posicionamento da amostra no tomógrafo não revelam completamente os planos analisados.

Neste caso, portanto, a elevada fração líquida associada com a reduzida dimensão dos glóbulos da pasta tixotrópica proporcionou as condições ideais para a total infiltração da pasta na pré-formas e obtenção de espumas sintáticas de qualidade.

De modo geral os resultados mostram, portanto, que a compatibilidade das dimensões de glóbulos na pasta tixotrópica, com as dimensões dos vazios da pré-forma a ser infiltrada, tem papel fundamental no sucesso da operação. Dimensões não compatíveis não permitem a infiltração, mesmo na presença de altas frações líquidas na pasta. Neste caso, mesmo que a tensão aplicada seja suficiente para promover o rompimento de interações entre glóbulos na pasta, a fase a ser infiltrada seria somente a líquida, não suficiente para o total preenchimento dos vazios.

Como comentado anteriormente, as forças requeridas para a infiltração são, em todos os casos, bastante reduzidas. O controle do limite superior deste parâmetro é essencial para prevenir a ruptura da frágil pré-forma. Nos testes efetuados, a definição das forças máximas a serem empregadas levou em conta a resistência à compressão que a pré-forma suporta isoladamente, sendo estabelecido o valor limite da ordem de 20 kN (item 4.1.4).

O descuido no controle deste importante parâmetro pode levar a resultados catastróficos, como pode ser observado na Figura 4.20, onde são apresentadas imagens tomográficas de amostra obtida pela infiltração de pasta com estrutura refinada e alta fração líquida. No entanto, no início do processo o valor da força empregada atingiu 15 kN, conforme observado na Figura 4.21, provocando a ruptura da pré-forma.

Pode ser observada a penetração de líquido nas trincas da pré-forma e a perda total do produto.

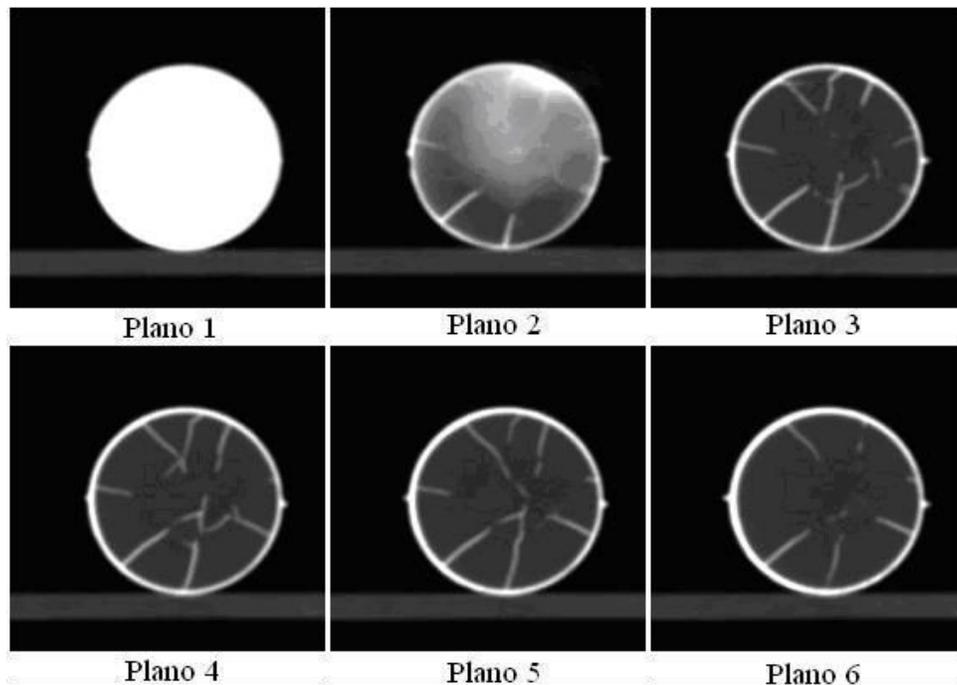


Figura 4.20. Imagens obtidas por tomografia de raios X de planos seqüenciais da secção transversal de amostra de material celular produzido por infiltração de pasta da liga AA2011 em pré-forma de esferas ocas de vidro. Pasta tixotrópica obtida a 628°C a partir da liga submetida à deformação a frio. Força de infiltração: 15 kN.

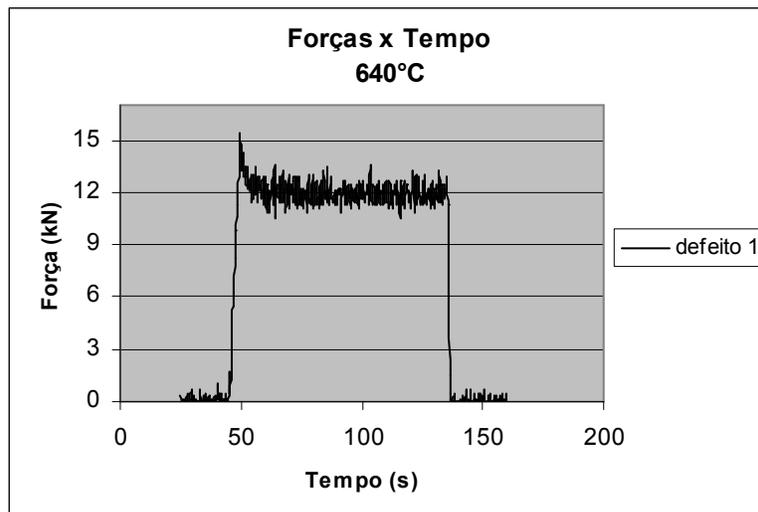


Figura 4.21. Variação da força aplicada com o tempo de ensaio, em teste de infiltração a 628°C, de pasta tixotrópica da liga AA2011 obtida a partir da liga deformada a frio, revelando excesso de força de infiltração utilizada.

### 4.5.3. Caracterização física - densidades aparente

As amostras de material celular obtidas com qualidade aceitável foram caracterizadas quanto à densidade aparente pelo cálculo a partir da massa e volume da amostra (A) e pelo método de Arquimedes (B). Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5. Valores de densidade aparente, medidas por dois métodos, de espumas sintáticas produzidas por infiltração da liga AA2011 em pré-formas de esferas ocas de vidro.

Amostra*	Densidade aparente (A) (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade aparente (B) (g/cm <sup>3</sup> )
1	1,57 ± 0,1	1,77 ± 0,01
2	1,56 ± 0,1	1,76 ± 0,01
3	1,57 ± 0,1	1,76 ± 0,01
4	1,58 ± 0,1	1,77 ± 0,01
5	1,56 ± 0,1	1,76 ± 0,01
6	1,57 ± 0,1	1,77 ± 0,01
7	1,56 ± 0,1	1,77 ± 0,01

\* todas as amostras foram obtidas por processamento na mesma condição: pasta tixotrópica com glóbulos de pequenas dimensões; temperatura de 628°C.

Pode-se observar a semelhança dos valores obtidos para 7 amostras analisadas, tanto para a densidade aparente. Em geral os valores de densidade medidos por Arquimedes são levemente superiores aos valores medidos para a densidade aparente pelo cálculo da massa pela volume, e mais precisos, apresentando menor valor de desvio padrão.

Os valores de densidades relativa encontrados estão entre à densidade da liga maciça e a densidade aparente da pré-forma, as quais são, respectivamente 2,82 g/cm<sup>3</sup> e 0,46 g/cm<sup>3</sup> conforme resultado apresentado no item 4.1.3. A densidade aparente relativa do material produzido ao do metal maciço, é da ordem de 0,55 a 0,62. Estes valores não são típicos para um material celular, cuja densidade é em geral considerada ideal até 0,3 da densidade do metal

maçico; mas não são incomuns em espumas sintáticas (BRAY, 1992). Resultados encontrados em espumas sintáticas da liga  $AlSi9Cu3$ , pela infiltração do metal líquido apresentam densidade da ordem de 50% da densidade do metal maciço. Portanto, o material celular produzido deve ser caracterizado como espuma metálica, pois apresenta células fechadas, de alta densidade (para uma espuma), ou espuma sintática. Esse fator é importante para a determinação de áreas de aplicação mais apropriadas para o material em questão (WEISE, 2007).

#### **4.5.4. Caracterização metalúrgica**

As espumas sintáticas obtidas foram seccionadas e preparadas por técnicas de metalografia para observação de sua estrutura interna. Resultados típicos são apresentados na Figura 4.22. Podem ser observados, por microscopia óptica, 3 regiões distintas da seção transversal dos discos de espuma produzidos.

As figuras mostram estruturas semelhantes entre si, não sendo possível estabelecer diferenças significativas entre as três regiões da amostra. Podem ser observadas esferas ocas, esferas preenchidas com metal e metal completando os interstícios entre as esferas. Não são observadas regiões sem preenchimento. Portanto, pode ser afirmado que a estrutura apresenta homogeneidade interna, como observado nos resultados obtidos nas tomografias de raios-X.

As esferas preenchidas com metal indicam a possibilidade de sua ruptura no processo de infiltração, o que ocorre com acentuada frequência. Este fato deve ser responsável pelo inesperado elevado valor de densidade do material celular, como observado.

Nas micrografias com maiores aumentos da Figura 4.23 pode-se observar que o metal no interior das esferas rompidas apresentam estrutura que pode se assemelhar aos glóbulos da pasta tixotrópica, com contornos de fase  $CuAl_2$ . O metal no interior das esferas preenchidas apresenta contornos externos (junto às paredes da esfera) constituídos da fase  $CuAl_2$ , indicando provavelmente a presença de líquido nesta região durante a infiltração. Este líquido atuaria de modo a facilitar o deslocamento dos glóbulos sólidos para o interior da esfera rompida.

As imagens obtidas por microscópio eletrônico de varredura (MEV), apresentadas na Figura 4.24, apresentam mais claramente a estrutura. Em a) pode-se observar a presença da liga metálica

preenchendo as regiões entre as esferas, em alguns casos as próprias esferas, esferas vazias íntegras e ainda algum poro resultante do rompimento e arrancamento de esferas durante o corte e polimento da amostra. Em b) pode ser observada a presença de supostos contornos de glóbulos no interior de uma esfera preenchida com a liga metálica.

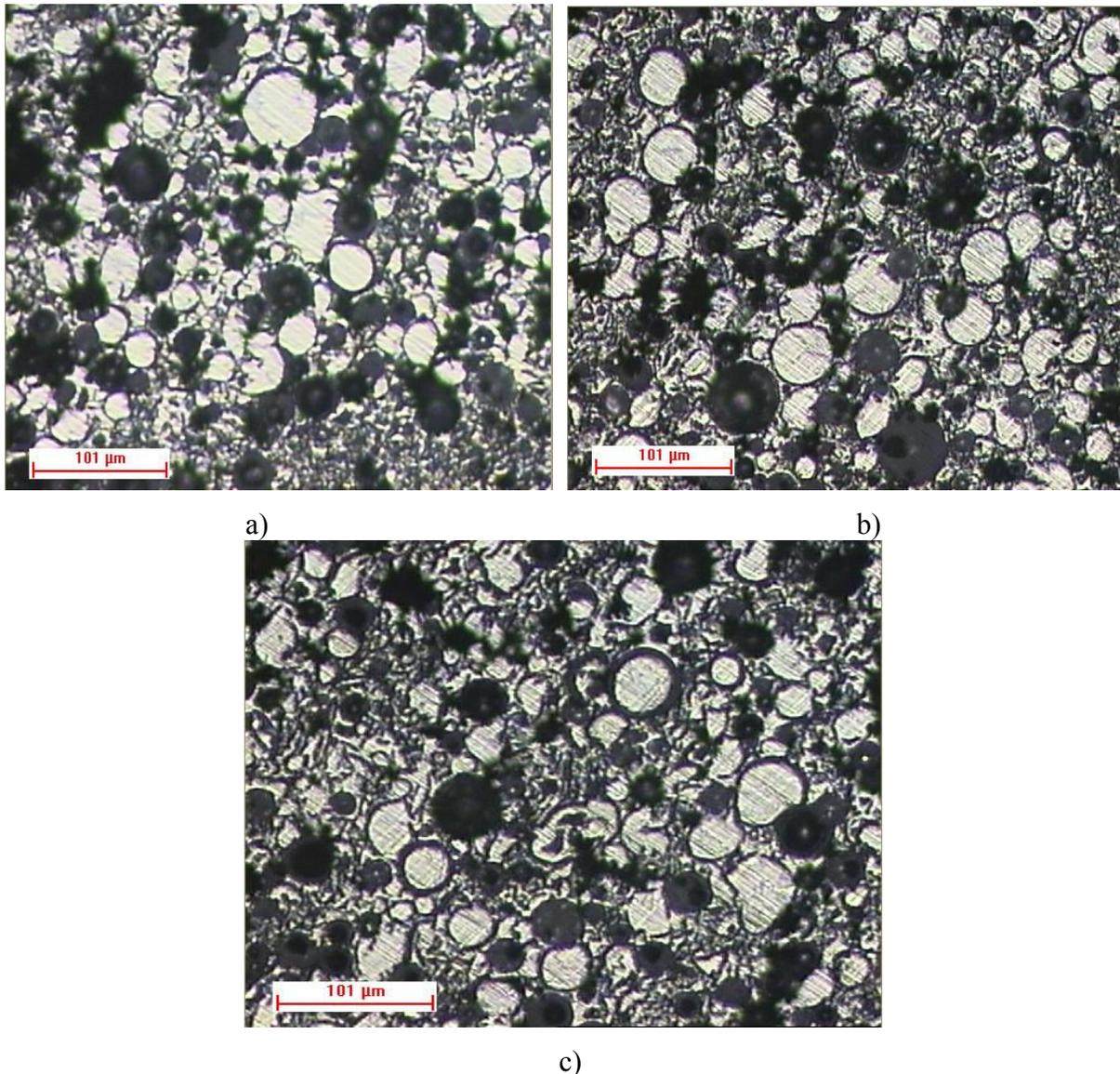


Figura 4.22. Micrografias típicas de espumas sintáticas obtidas pela infiltração de pasta tixotrópica da liga AA2011 em pré-formas de esferas ocas de vidro. Condições de infiltração: pasta com glóbulos de pequenas dimensões;  $T = 628^{\circ}\text{C}$ . a) região próxima à aresta; b) região intermediária; c) região central da seção. Imagens por MO.

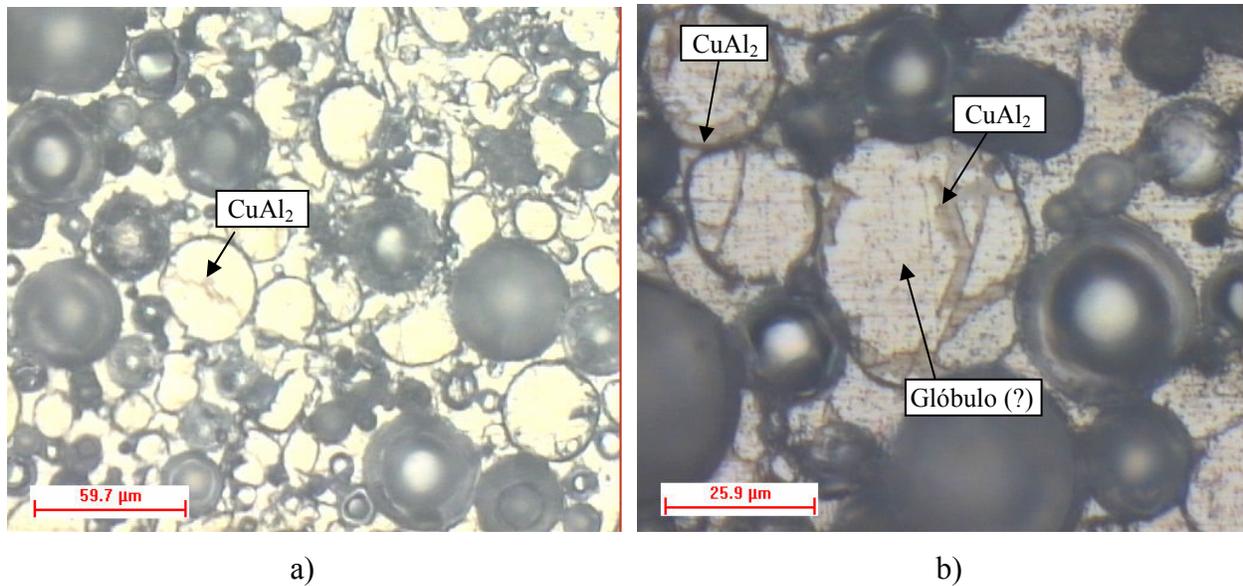


Figura 4.23. Micrografia típica de espumas sintáticas obtidas pela infiltração de pasta tixotrópica da liga AA2011 em pré-formas de esferas ocas de vidro. Condições de infiltração: pasta com glóbulos de pequenas dimensões;  $T = 628^{\circ}\text{C}$ . a), b) diferentes aumentos. Imagens MO.

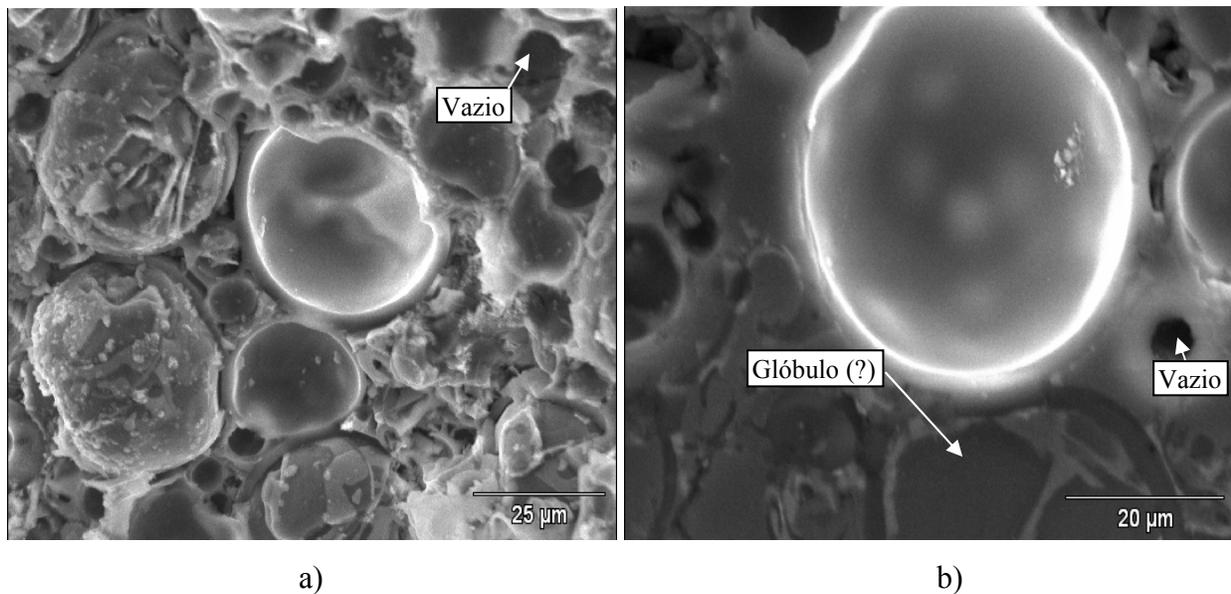


Figura 4.24. Micrografia típica de espumas sintáticas obtidas pela infiltração de pasta tixotrópica da liga AA2011 em pré-formas de esferas ocas de vidro. Condições de infiltração: pasta com glóbulos de pequenas dimensões;  $T = 628^{\circ}\text{C}$ . a), b) diferentes aumentos. Imagens por MEV.

#### 4.5.5. Caracterização mecânica

##### ➤ Testes de compressão (semi-estáticos)

Em compressão materiais celulares apresentam comportamento típico: sua curva tensão por deformação apresenta ampla faixa de deformação plástica para pequenas variações de tensões. Esse comportamento torna o material celular interessante para aplicações em absorção de energia onde, para uma tensão relativamente baixa, uma elevada deformação pode ser obtida (DEGISCHER, 2002).

Os resultados de testes de compressão feitos em ensaios semi-estáticos, nas espumas sintáticas da liga AA2011 obtidas são apresentados na Figura 4.25.

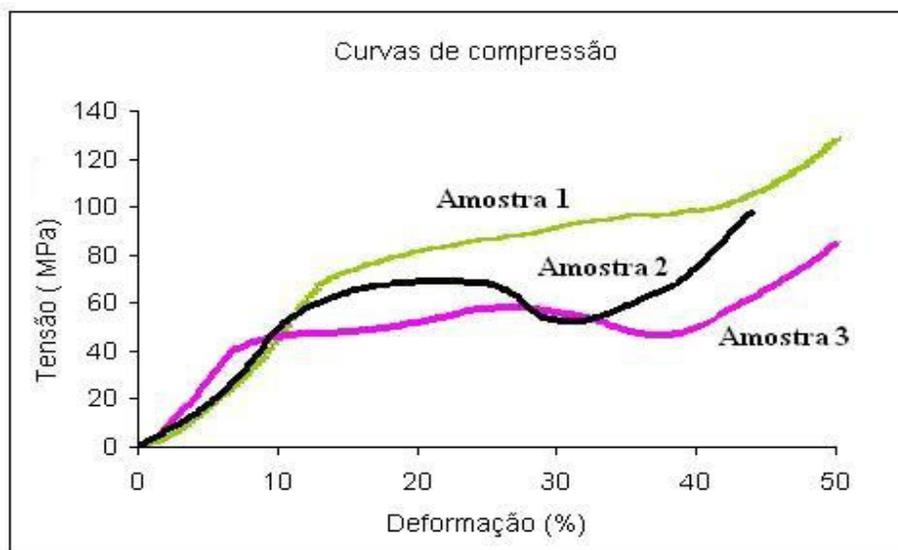


Figura 4.25. Curvas de tensão por deformação obtidas em testes de compressão de três amostras de espumas metálicas sintáticas produzidas, nas mesmas condições, por infiltração da liga AA2011 em microesferas sinterizadas de vidro.

Podem ser observados, para as três amostras testadas, reduzidos valores de tensões de escoamento e alta deformação plástica a baixas tensões. As curvas apresentam comportamentos similares e típicos de materiais celulares: reduzida região elástica e elevada deformação plástica (quase sem alteração da carga), seguida de região de deformação com aumento de carga no final do ensaio. A elevada deformação plástica a baixas tensões sugere características de absorção de energia em impactos.

As curvas apresentadas mostram alguma variação entre elas, com uma das amostras (amostra 1) apresentando maiores valores. Diferenças não muito grandes de comportamento podem ser atribuídas à heterogeneidade intrínseca de materiais celulares, dada a inviabilidade da perfeita reprodução da arquitetura de poros de uma amostra para outra. Também a densidade tem forte influência sobre a tensão requerida para o início da deformação plástica. Variações muito pequenas de densidade podem acarretar diferenças sensíveis no comportamento de materiais celulares segundo (ASHBY, 2000).

O comportamento observado é decorrente da resposta da estrutura do material quando submetido a esforços de compressão: a ocorrência da região elástica inicial com baixos valores de tensão de compressão é consequência da deformação elástica do arranjo das esferas e do componente metálico. A possibilidade de deformação elástica do arranjo de esferas de vidro foi constatada nos testes de compressão da pré-forma (item 4.1.4), onde se observou um limite de deformação elástica da ordem de 15 MPa. Nas esferas frágeis de vidro a deformação elástica ocorre por flambagem de suas paredes. Sob ação de esforços compressivos as esferas se tornam elípticas e se o processo não for interrompido leva à sua ruptura; com a interrupção da compressão as esferas voltam à sua geometria esférica original (QIANG ZHANG, 2009).

A presença da rede metálica preenchendo os espaços vazios entre esferas, permite no produto celular obtido, maiores tensões e maiores deformações no regime elástico.

Na região de deformação plástica ou platô uma elevada deformação é observada, sem significativa alteração da tensão aplicada, comportamento atribuído ao adensamento do material como consequência da ruptura de esferas e pelo surgimento de bandas de deformação plástica na matriz metálica dúctil. Após total adensamento do material, os esforços de compressão são exercidos essencialmente sobre paredes metálicas havendo, portanto, aumento significativo da tensão requerida para o prosseguimento da deformação (DEGISCHER, 2002).

Os mecanismos envolvidos na deformação de um material celular podem ser bastante variáveis, dada a ampla gama de configurações arquitetônicas possíveis nesta classe de materiais e são objeto de inúmeros estudos. Em particular quanto à espumas sintáticas, artigos recentes.

Diversos trabalhos têm tentado explicar os mecanismos de deformação na presença de vazios confinados por paredes de material distinto da matriz metálica (QIANG ZHANG, 2009; TAO, 2009; DOU, 2007).

Com base nos mecanismos propostos, pode-se sugerir distintos estágios para a deformação plástica de espumas sintáticas, os quais são apresentados esquematicamente na Figura 4.26.

Num primeiro estágio (a), a aplicação de tensões acima do limite elástico promove ruptura de esferas de forma aleatória; são fraturadas esferas que apresentam trincas ou defeitos provenientes de etapas anteriores como a própria fabricação das esferas, sua compactação em pré-formas, etc. O aniquilamento de esferas leva ao início da deformação plástica do material.

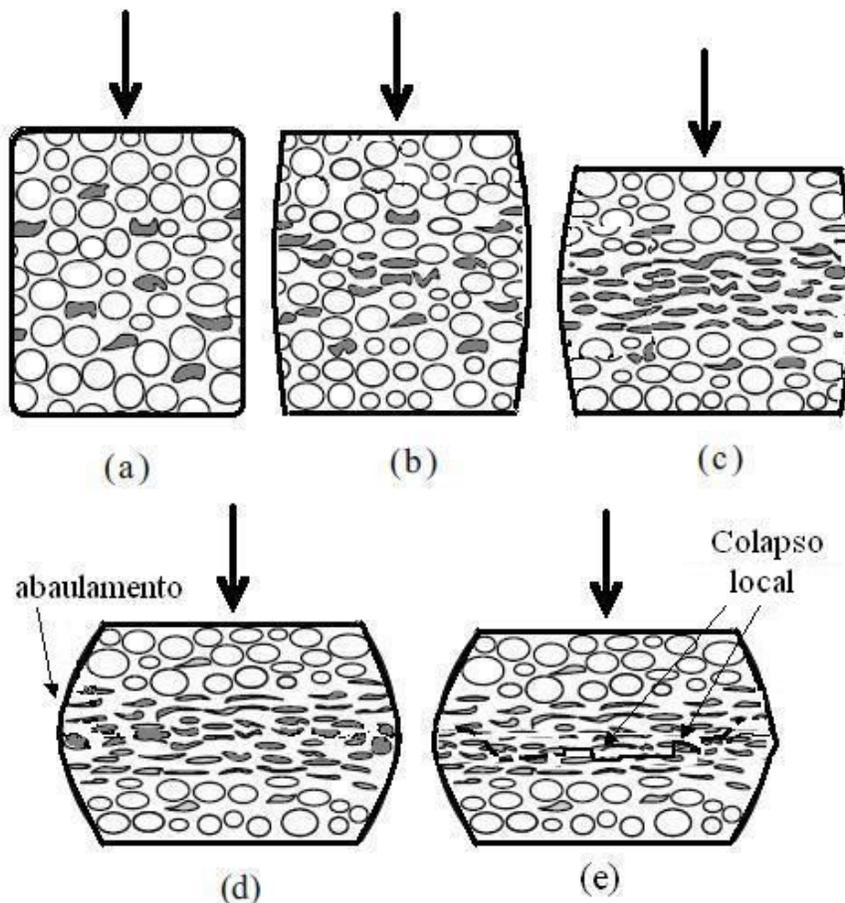


Figura 4.26. Sequência esquemática dos estágios de deformação plástica na região do platô durante o ensaio de compressão (semi-estático).

Após essa etapa inicial passa a ocorrer em (b) a quebra das esferas localizadas na região central da amostra, região submetida às maiores tensões, na configuração do teste de compressão empregado, uniaxial sem restrição lateral. As esferas de maiores dimensões apresentam maior fragilidade quando comparadas com as de diâmetros menores, pois apresentam menor relação entre diâmetro e espessura de parede (que é constante para todas as esferas), sendo rompidas preferencialmente. A ruptura a menores tensões de esferas grosseiras porosas ou ocas de material cerâmico utilizado como constituinte de espumas sintáticas da liga de alumínio AA 6082 são menores quando comparadas com esferas de pequenas dimensões do mesmo material. Nesta etapa, a continuidade da ruptura de esferas leva ao prosseguimento do adensamento e, portanto, da deformação da espuma sem significativo aumento da tensão (TAO, 2009).

Na etapa (c), o adensamento prossegue, agora pela ruptura de esferas de pequenas dimensões na região central da amostra. Há, simultaneamente, o surgimento de bandas de deformação plástica da matriz metálica nesta região (QIANG ZHANG, 2009). A manutenção da força de compressão promove o abaulamento lateral da amostra conforme (d), originando uma força de tração na direção perpendicular à direção da tensão de compressão. Estas forças de tração podem causar pequenos colapsos localizados na estrutura, conforme indicado em (e), resultando em reduções da tensão aplicada como observado em estágios de deformação avançados nas curvas tensão por deformação apresentadas. Este processo pode ocorrer durante toda a deformação plástica, ocasionando oscilações na curva na região do platô (MOTZ, 2002).

A presença de oscilações de tensão na região do platô de deformação plástica de materiais celulares sintáticos é observada por diferentes autores, sendo relacionadas com colapsos locais da estrutura (LI, 2009; TAO, 2009; WEISE, 2007; WEISE, 2007b; YAMADA, 2000).

Estágios mais avançados da deformação levam ao adensamento do material provocado pelo aniquilamento total das esferas ocas, promovendo contacto entre paredes metálicas. A partir deste ponto, o material se comporta como um metal maciço, requerendo aumento de tensões para sua deformação até ruptura por mecanismos que dependem de sua natureza; no caso da liga AA 2011, provavelmente por ruptura dúctil pela formação de *dimples*.

A partir das curvas tensão por deformação obtidas para o material celular produzido, foram determinadas as tensões de início de platô ou tensão de compressão ( $\sigma_c$ ), o módulo de elasticidade ou módulo de Young ( $E$ ), a tensão do platô ( $\sigma_{pl}$ ) e deformação total antes da deformação plástica final ( $\epsilon_D$ ).

A Tabela 4.6 apresenta os valores resultantes. Para comparação são apresentados valores das propriedades obtidas para a liga maciça ensaiada nas mesmas condições e outras espumas sintáticas referenciadas na literatura. As espumas comparadas são: uma espuma sintática constituída de resina epóxi e esferas de vidro e uma espuma metálica sintática com de Al comercialmente puro com esferas ocas de negro de fumo (QIANG ZHANG, 2009; LI, 2009).

Tabela 4.6. Valores das propriedades mecânicas obtidas a partir de curvas tensão por deformação em compressão, da espuma sintática produzida e de espumas sintáticas relacionadas na literatura.

<b>Material Analisado</b>	<b>Autor</b>	<b><math>E</math> (GPa)</b>	<b><math>\sigma_c</math> (MPa)</b>	<b><math>\sigma_{pl}</math> (MPa)</b>	<b><math>\epsilon_D</math> (%)</b>	<b><math>\rho</math> (g/cm<sup>3</sup>)</b>
<b>Liga AA2011 maciça</b>	Ensaio realizado	82	200	-	-	2,82
<b>Espuma sintática Amostra 1</b>	Ensaio realizado	5,3	70	84	41	1,57
<b>Espuma sintática Amostra2</b>	Ensaio realizado	4,8	50	59	38	1,56
<b>Espuma sintática amostra 3</b>	Ensaio realizado	5,9	40	49	43	1,56
<b>Espuma sintática polimérica (resina epóxi mais esferas de vidro)</b>	LI, 2009	0,6	15	13	94	0,96
<b>Espuma sintática metálica (Al CP mais esferas de negro de fumo)</b>	QIANG ZHANG, 2009	14	73	62	47	1,43

Podem ser observadas, em primeiro lugar, as significativas diferenças de propriedades entre as espumas em geral e o metal ou liga maciça. As principais características das espumas são o reduzido módulo de Young e a elevada deformação plástica.

Pode ser observado que os valores da maioria das propriedades (exceto *E*) para as espumas produzidas são da mesma ordem de grandeza dos obtidos para espumas sintáticas de alumínio com valor de densidade aproximado, embora com vazios promovidos por outro tipo de constituinte. Deve ser lembrado que no processo de fabricação da espuma referenciada da literatura é empregada infiltração do metal no estado líquido. Estes resultados mostram a adequação do processo de infiltração do metal no estado semi-sólido e a sua capacidade de produzir espumas de boa qualidade (QIANG ZHANG, 2009).

Resultados de valores de tensão de compressão semelhantes ao do material produzido são encontrados em espumas metálicas sintáticas de Al comercialmente puro e da liga AA6082, com esferas de vidro de 150  $\mu\text{m}$ , também fabricadas por infiltração de metal líquido (TAO, 2008; DOU, 2007).

Espumas sintáticas com esferas de vidro, das ligas AA380 e ZC63, respectivamente, apresentam maiores valores de tensão de compressão; seus resultados são atribuídos às propriedades mais elevadas das ligas utilizadas como matriz metálica (WEISE, 2007; DAOUD, 2006).

É ainda importante destacar que espumas sintáticas em geral apresentam valores de propriedades mecânicas superiores às espumas metálicas não sintáticas, devido à presença de paredes não metálicas (constituídas pelas esferas de vidro) no seu interior (BANHART, 1999; MUKAI, 1999).

Comparando-se ainda as espumas sintáticas metálicas citadas com uma típica espuma sintática com matriz polimérica, pode ser observada a ordem de grandeza da diferença das propriedades mecânicas entre elas, devido às inferiores propriedades do material polimérico em relação ao material metálico.

### ➤ Testes de impacto (dinâmicos)

As espumas sintáticas produzidas foram também submetidas a testes de compressão dinâmicos em altas taxas de deformações, para caracterização de seu comportamento em impactos. Para efeito comparativo foram também testadas amostras da liga maciça.

A Figura 4.27 apresenta as curvas de variação típicas de força por tempo geradas nos ensaios realizados para (a) liga metálica maciça e (b) material celular produzido.

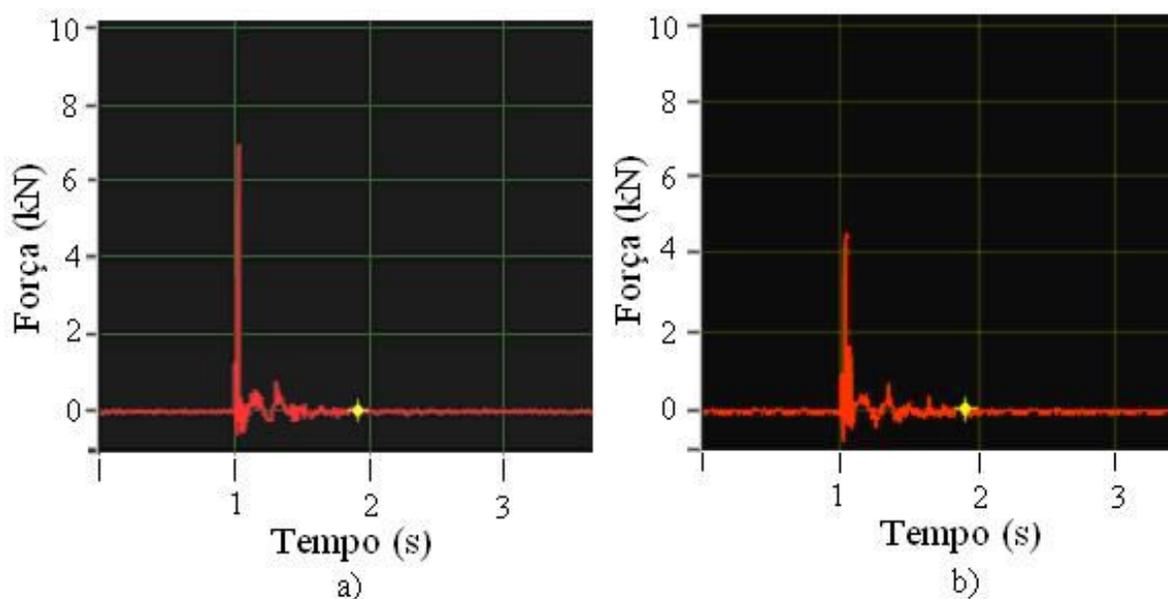


Figura 4.27. Curvas geradas no sistema de aquisição para as condições: a) alumínio maciço e; b) material produzido por infiltração.

Pode-se observar o valor de força registrado pela célula de carga do equipamento utilizado em cada caso: para a amostra maciça este valor é da ordem 7 kN, enquanto para a amostra de espuma o valor de força máxima registrado é de 4,5 kN. O resultado mostra claramente, portanto, uma maior absorção da energia do impacto na amostra de espuma sintática.

Nos ensaios foram também medidos os ângulos de retorno do pêndulo após impacto; a partir destes ângulos é possível calcular a energia residual do pêndulo, utilizando a curva de variação da energia por ângulo apresentada no item 3.4.5. A Tabela 4.7 apresenta os resultados médios obtidos de três testes nas mesmas condições.

Por limitação do tipo de equipamento utilizado não é possível a obtenção de valores de energias dissipadas pelos materiais ensaiados. No caso de um sistema ideal onde não houvesse perdas de energia por atrito ou outros fenômenos, a diferença entre a energia inicial do pêndulo e a residual após o impacto poderia ser assumida como a energia absorvida pelo material. No equipamento empregado, não foi possível isolar o efeito do atrito dos eixos do pêndulo na dissipação da energia, e, portanto, não foi possível o cálculo correto da energia absorvida pelo material. No entanto, a energia residual do pêndulo em cada situação pode ser utilizada para uma avaliação comparativa do comportamento dos distintos materiais testados.

Tabela 4.7. Valores de energia residuais no pêndulo em testes de impacto de amostras da liga AA2011 maciça e espumas sintáticas produzidas.

<b>Amostra</b>	<b>Angulo de Recuo</b>	<b>Energia do recuo (J)</b>
<b>Maciça</b>	<b>4° 30'</b>	<b>9,63</b>
<b>Amostra 1</b>	<b>2° 00'</b>	<b>1,54</b>
<b>Amostra 2</b>	<b>1° 55'</b>	<b>1,52</b>
<b>Amostra 3</b>	<b>2° 05'</b>	<b>1,56</b>

Pode-se observar valores de energia residual semelhantes para as amostras de espumas testadas, os quais são da ordem de 9 vezes menores que o valor encontrado para a liga maciça, ou seja, as espumas apresentam comportamento de absorção de energia acentuado quando comparado com o material sem porosidade. A Figura 4.28 apresenta estes resultados graficamente.

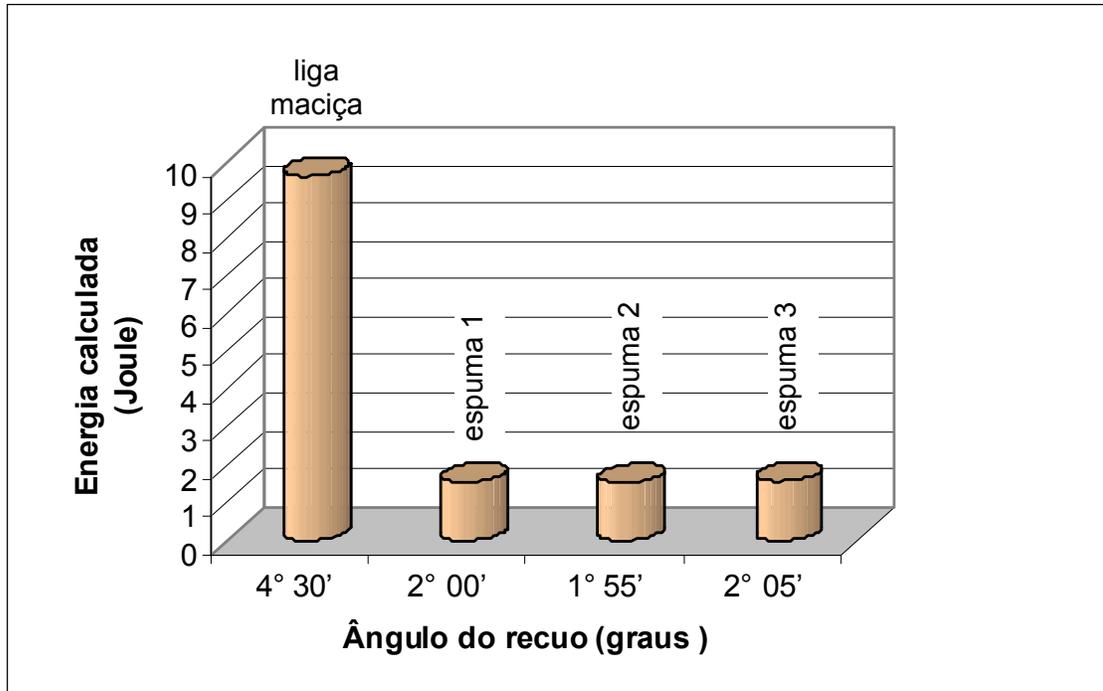


Figura 4.28. Energia calculada a partir do recuo do pêndulo de impacto.

Espumas metálicas em geral apresentam capacidade de absorção da ordem de 60 a 80% da energia total a que foi submetido em impactos, conforme trabalhos relacionados com espumas de alumínio de pureza comercial e com espumas de ligas Al-Si, de semelhantes densidades. (FENG, 2003; KIM, 2003).

As espumas sintáticas obtidas no trabalho apresentam, segundo o ensaio de impacto efetuado, capacidades de absorção da ordem de 90%. Este elevado valor, mesmo considerando a necessidade de sua correção devido à imprecisão do ensaio conforme comentado, ocasionada pelo efeito não isolado de atrito do eixo do equipamento na dissipação da energia, pode comprovar a caracterização das espumas obtidas como elementos potencialmente utilizáveis como absorvedores de impacto.

No entanto, a definição de sua correta aplicação requer uma melhor caracterização por meio de ensaios mais controlados e precisos.

## Capítulo 5

### Conclusões Gerais

Os resultados encontrados nesse trabalho permitem concluir, levando em conta as condições empregadas, que:

- ✓ Para as condições testadas, as que permitiram a total infiltração da pasta e, portanto, a melhor qualidade no produto, foram: pasta contendo glóbulos de pequenas dimensões (menores que 100  $\mu\text{m}$ ) e fração líquida da ordem de 80%;
- ✓ As espumas sintáticas obtidas não apresentaram a mesma qualidade nas diferentes condições utilizadas, apresentando falhas de preenchimento quando utilizadas pastas tixotrópicas com tamanho médio de grão superior a 100  $\mu\text{m}$ . Quando empregadas pastas com tamanho médio de grãos inferiores a 100  $\mu\text{m}$  a qualidade final do produto dependeu do uso adequado da fração líquida (maior fração) Portanto, pode-se deduzir a maior influência das dimensões dos glóbulos na pasta – que devem ser no máximo da mesma ordem de grandeza das dimensões dos interstícios da pré-forma, do que da fração líquida presente na pasta;
- ✓ As tensões utilizadas ao processo de infiltração foram da ordem de 9 a 13kN no caso de pastas com fração líquida de 60% e da ordem de 7 a 9 kN no caso de pastas com fração líquida de 80%; estas forças são inferiores à de ruptura da pré-forma. Nas amostras de espumas sintáticas obtidas com sucesso de preenchimento, foi observado o preenchimento também de uma fração de esferas rompidas durante o processo;

- ✓ A densidade aparente da espuma sintática produzida foi da ordem de  $1,77 \text{ g/cm}^3$ , o que corresponde a uma densidade relativa ao metal maciço igual a 0,6. Apesar do efeito de aumento da densidade pelo preenchimento, com metal líquido, de esferas de vidro rompidas durante o processo, os valores de densidade obtidos caracterizam uma espuma sintática típica;
- ✓ O comportamento em compressão, da espuma sintática obtida, apresentou platô de elevada deformação plástica sob baixas tensões, característico de materiais celulares;
- ✓ O comportamento em testes de impacto, da espuma sintática obtida, apresentou valores de energia residual no pêndulo de ensaio, da ordem de 6 vezes inferiores à resultante no ensaio de metal maciço, indicando sua capacidade de absorção de energia e potencial aplicação como absorvedores de impactos;
- ✓ É viável a obtenção de espumas sintáticas por infiltração de pastas tixotrópicas da liga AA2011 em pré-formas de vidro sinterizadas; se empregadas condições adequadas, o completo preenchimento, pela pasta metálica, dos interstícios entre as microesferas de vidro resulta em produtos porosos de qualidade aceitável.

## Referências Bibliográficas

- AGHAJANIAN, M. K.; HANNON, G. E.; SMITH, R. G.; BIEL, J. P.; BURKE, J. T.; KENENEDY, C. R.; ROCZELLA, M. A.; BECKER, K. J.; HENDERSON, T. J. Methods of forming metal matrix composite bodies by a spontaneous infiltration process. Patent EP0375588, 1989.
- ALLEN, B. C.; MOTE, M. W.; SABROFF, A. M. Method of making foamed metal. US Patent. 3,087,807, 1963.
- ANDERSEN, O.; STEPHANI, G.; Solid-State and Deposition Methods. In: Degischer, H.P.; Kriszt, B. Handbook of Cellular Metals – Production, Processing, Applications. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. p.56-70.
- ASHBY, M. F.; EVANS, A. G.; FLECK, N. A.; GIBSON, L. J.; HUTCHINSON, J. W.; WADLEY, H. N. G. Metal Foams: A Design Guide. Boston: Butterworth-Heinemann, 2000. 250p.
- ATKINSON, H. V. Alloy development for thixoforming. In: 6<sup>th</sup> 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
- BABU, H. N.; TZAMTZIS, S.; BAREKAR, N.; PATEL, J. B.; FAN, Z. Fabrication of metal matrix composites under intensive shearing. 10<sup>th</sup> International Conference On Semi-Solid Processing Of Alloys And Composites Conference Proceedings. Aachen, Germany and Liège. 2008. p. 373- 378.
- BALCH, D. K.; O'DWYER, J. G.; DAVIS, G. R.; CADY, C. M.; GRAY III, G. T.; DUNAND, D. C. Plasticity and damage in aluminum syntactic foams deformed under dynamic and quasi-static conditions Materials. Science. Engineering. v.391. n.1-2. p.408-417, 2005.
- BANHART, J., BRINKERS, W., Fatigue behavior of aluminum foams, Journal of Materials Science Letters. n.18. p. 617-619, 1999.
- BANHART, J. Functional Applications. In: Degischer, H.P.; Kriszt, B. Handbook of Cellular Metals – Production, Processing, Applications. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. p.313-320.
- BANHART, J. Manufacture, Characterization and Application of Cellular Metals and Metal Foam. Journal Progress in Materials Science. n.46, p.559-632, 2001.
- BARMAN, N.; DUTTA, P. Rheological behaviour of semi-solid slurry of A356 alloy at high shear and cooling rates. 10<sup>th</sup> International Conference On Semi-Solid Processing Of Alloys And Composites Conference Proceedings. Aachen, Germany and Liège, 2008. p. 409- 414.
- BENOUALI, A. H.; FROYEN, L.; DELERUE J. F.; WEVERS M. Mechanical analysis and microstructural characterisation of metal foams, Materials Science and Technology, v.18. n. 5. p. 489-494, 2002.

- BERG, A.; MAYSENHOÖLDER, W.; HAESCHE, M. NOISE Reduction by Open-Pore Aluminium Foams. In: BANHART, J.; FLECK, N. A.; MORTENSEN, A. (editors). Cellular Metals: Manufacture, Properties and Applications, Bremen: Verlag MIT Publishing, 2003. p. 487-492.
- BOONYONGMANEERAT, Y.; DUNAND D. C. Ni-Mo-Cr Foams Processed by Casting Replication of Sodium Aluminate Preforms. Journal Advanced Engineering Materials. n.4, v.10, p.379-383, 2008.
- BRAY, J. W. Aluminum Mill and Engineered Wrought Products. In: ASM Handbook v.2 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, ASM International, 1992. p.118-222.
- BUREAU INTERNATIONAL DES POIDS ET MESURES, SI - The International System of Units, Genebra. 8th ed., 2006, p. 142-143
- CALLISTER, W. D. Propriedades Mecânicas dos Metais. In: Ciência e Engenharia de Materiais - Uma Introdução. 5nd ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. cap.6, p.78-106.
- CAMACHO, A. M.; ATKINSON, H. V.; KAPRANOS, P.; ARGENT, B. B. Thermodynamic predictions of wrought alloy compositions amenable to semi-solid processing. Acta Materialia. n.51. p. 2319–2330, 2003.
- CARAM, R.; ROBERT, M. H.; ZOQUI, E. J. Investigation on the production of thixotropic semisolid Ti alloys. In: 5<sup>th</sup> International Conference on Solidification and Gravity, 2008. Berna, Swiss. Proceedings..., 2008, Berna, Swiss Trans Tech Publications Ltd, 2008
- CHANGMING, L.; MAOHUA, Z. Effects of compressing and remelting in SIMA processing on semi-solid structure evolution of an Al-Zn wrought alloy. In: Rare Metals, v.22. n.3. p.185-191, 2003.

- CHEN, C. M.; YANG, C. C.; CHAO, C. G. A new method for thixocasting of gas atomized hypereutectic Al-Si alloy powder. The 7<sup>th</sup> International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites Conference Proceedings, 2002. Tsukuda, Japan, pp. 759-764.
- CRISTOFOLINI, R. Estudo da Obtenção de Compósitos com Matriz Metálica pela Técnica de Reofundição, 1997 93f. Dissertação (Mestrado) - CCT/UEDESC, Joinville.
- CRISTOFOLINI, R. Estudo da Potencialidade da Aplicação do Ferro Fundido Nodular ASTM A536 60-40-18 como Matéria Prima para Processos de Tixoconformação, 2009 181f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- CURRAN, D. C. Aluminium Foam Production using Calcium Carbonate as a Foaming Agent, 2003. 188f. Thesis (Phd) - Department of Materials Science and Metallurgy, University of Cambridge, Cambridge, UK.
- DANNEMANN, K. A.; LANKFORT, J. JR. The Strain Rate Effect of an Open Cell Aluminum Foam. *Materials Science and Engineering A*. v. 293, pp. 157-164, 2000.
- DAOUD A.; ABOU EL-KHAIR A M.T; ABDEL-AZIZ A M; ROHATGI P. Fabrication, microstructure and compressive behavior of ZC63 Mg–microballoon foam composites. *Composite Science Technoly* n. 67. p. 1842–1853, 2007.
- DEGISCHER, H. P., KOTTAR, A., Metal Foams and Porous Metal Structures. In: BANHART, J., ASHBY, M. F., FLECK, N. A. (editors). *International Conference*. Bremen, Germany, 1999. Bremen: MIT Press – Verlag, 1999. p. 213.
- DEGISCHER, H. P.; Kriszt, B. *Handbook of cellular metals – Production, processing, applications*. Weinheim: Ed. Wiley-VCH, 2002, 373p.

- DEGISCHER, H. P. Material Definitions, Processing, and Recycling. In: Degischer, H. P.; Kriszt, B. Handbook of Cellular Metals – Production, Processing, Applications. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. p.5-7.
- DELBIN, D. Estudo da Viabilidade de Produção de Esponjas da Liga A2011 a Partir do Estado Semi-Sólido. 2006. 110f. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- DHINDAW, B.; KUMAR, L.; ALKARKHI, A.; FREDRIKSSON, H. Microstructure development and solute redistribution in alloy under low and moderate shear rates during rheo processing. Materials Science and Engineering v. 413-414, p. 156-164, 2005.
- DIETER, G. E. Fundamentos da Mecânica. In: Metalurgia Mecânica 2nd ed. Rio de Janeiro: Guanabara dois, 1981. cap 1, p. 2-62
- DOU, Z. Y.; JIANG, L. T.; WU, G. H.; ZHANG, Q.; XIU Z. Y.; CHEN, G. Q. High strain rate compression of cenosphere-pure aluminum syntactic foams. Scripta Materialia. n.57. p.945–948, 2007.
- ELLIOT, J. C.. Method of producing metal foam. US Patent. 2,751,289, 1956
- FENG, Y.; TAO, N.; ZHU, Z.; HU, S.; PAN, Y. Effect of aging treatment on the quasi-static and dynamic compressive properties of aluminium alloy foams. Materials Letters v.57, n. 24-25. p.4058-4063, 2003.
- 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: 6<sup>th</sup> International Conference on the Semi-solid Processing of Alloys and Composites. Proceedings... Turin, Italy, 2000. pp. 11-14.
- FRAIPONT, C.; LECOMTE-BECKERS, J. Influence of alloying elements on the thixoformability of a chromium steel. Lyon, France – The 11<sup>th</sup> Esaform Conference on Material Forming, 2008. Proceedings... Lyon, France, 2008. p.1-4.
- FRISCHMANN, W. European Patent Application. EP, 0666129, 1995.
- GHADIANI, S.; AASHURI, H.; KHOSRAVANI, A.; FOROUGH, A. Viscosity estimation of semi-solid alloys by drop weight backward extrusion test under high speed deformation. 10<sup>th</sup> International Conference On Semi-Solid Processing Of Alloys And Composites Conference Proceedings. Aachen, Germany and Liège, 2008. p. 379-383.
- GOKA, M.; KATO, T.; KIUCHI, M. Integrated development of controlled semi-solid casting technology for super-cooled ductile iron. The 9<sup>th</sup> International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, 2006. Busan. Korea. Proceedings... Busan. Korea, 2006. p. 9-15.
- HARTMANN M, CRÖBMANN I, REINDEL K, SINGER R. F. Microstructure and mechanical properties of cellular magnesium matrix composites. In: Banhart J; Ashby M.F.; Fleck, N.A. (editors). Metal foams and porous metal structures. Bremen: Verlag MIT Publishing; 1999. p. 331–336.
- IFAM. Fraunhofer Institute for Manufacturing Technology and Applied Materials Research. In Bremen, Germany, product information. Disponível em: <[http://www.ifam.fraunhofer.de/2801/leichtbauwerkstoffe/metallschaume/design/design\\_guidelines\\_english\\_V14.pdf](http://www.ifam.fraunhofer.de/2801/leichtbauwerkstoffe/metallschaume/design/design_guidelines_english_V14.pdf)>. Acesso em 22 fevereiro de 2008.

- JANCEK, Y.; KOTTAR, A. DEGISCHER, H. P., Cellular aluminium for passive crash protection. Proceeding of MetFoam, 2003, p 19-24.
- KAMMER, C. Aluminium foam. TALAT – Training in Aluminium Application Technologies. EAA, Germany, 1999, p. 24.
- KANAHASHI, H.; MUKAI, T.; YAMADA, Y.; SHIMOJIMA K.; MABUCHI, M.; NIEH T. G.; HIGASHI, K. Dynamic compression of an ultra-low density aluminium foam. Materials Science and Engineering A. Structural materials: properties, microstructure and processing v.280. n 2. p.349-353, 2000.
- KAZAKOV, A. A. Alloy compositions for semi-solid forming. Advanced Material and Processes, 2000. p.31- 34.
- 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.
- KIM, S. Y.; HUR, B. Y.; KWON, K. C.; CHO, S. H.; LIM, C. Y.; YOO, Y. M. ; LEE, M. H. Mechanical and sound absorption properties of closed cell Al foam by pot furnace method. In: BANHART, J.; FLECK, N. A.; MORTENSEN, A. (editors). Cellular Metals: Manufacture, Properties and Applications, Bremen: Verlag MIT Publishing 2003. p. 469-474.
- KISER M.; HE M. Y.; ZOK F. W. The mechanical response of ceramic microballoon reinforced aluminum matrix composites under compressive loading. Acta Materials. n.47. p. 2685–2694, 1999.
- 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.

- 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.
- KRISZT, B.; MARTIN, U.; MOSLER, U. Characterization of Cellular and Foamed Metals In: DEGISCHER, H. P.; KRISZT, B. Handbook of Cellular Metals – Production, Processing, Applications. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. p.130-145.
- LECOMTE-BECKERS, J.; RASSILI, A; ROBELET, M; PONCIN, C; KOEUNE, R. Determination of solidification parameters used for the prediction of the thixoformability of several steel alloys. The 9<sup>th</sup> International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, 2006. Busan. Korea. Proceedings... Busan. Korea, 2006. p. 54-58.
- LEE, S. M. Embedding, in Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Kroschwitz, J.I. (ed.), Vol.5. 2nd. ed. New York, John Wiley & Sons, 1986
- LEYDA, B., Applications for open-cell metallic foams, MRS Bulletin, 2003. v.28, n.4, p. 292-293.
- LIDA, K.; MIZUNO, K.; KONDO, K. US Patent 4726444, 1998.
- LI, J. Y.; SUGIYAMA, S.; YANAGIMOTO, J. Microstructural evolution and flow stress of semi-solid type 304 stainless steel. Journal of Materials Processing Technology. v 161. n. 3. p. 396-406, 2005.
- LI, P.; PETRINIC, N.; SIVIOUR, C. R.; FROUD, R.; REED, J. M. Strain rate dependent compressive properties of glass microballoon epoxy syntactic foams, Materials Science and Engineering A n. 515. p. 19–25, 2009.

- LIU, D., ATKINSON, H. V., JONES, H., Thermodynamic prediction of thixoformability in alloys based on the Al-Si-Cu and Al-Si-Cu-Mg systems, *Acta Materialia* n.53. p. 3807-3819, 2005.
- LOURENÇATO, L. A., Avaliação da Tixoformabilidade e Tixoforjamento de Ligas Al-Si-0,5%Mg, 2009, 152f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- MAIRE, E.; GIMENEZ, N.; SAVANT-MOYNOT, V.; SAUTEREAU, H.; X-ray tomography and three-dimensional image analysis of epoxy-glass syntactic foams, *Philosophical transactions - Royal Society. Mathematical, physical and engineering sciences*. A v. 364 n. 1838. p. 69-88, 2006.
- MAIRE, E.; SALVO, L. X-ray Tomography Applied to the Characterization of Metal Foam. *Proceeding of MetFoam*, 2003. p.281-287.
- MALCOLMA, A. A.; LEONG H. Y.; SPOWAGE, A. C.; SHACKLOCK A. P. Image Segmentation and Analysis for Porosity Measurement. *Journal of Materials Processing Technology* v.192-193. p.391-396, 2007.
- 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. 1-2. p 149-157, 2003.
- MASSALSKI, T. B, (Ed.) *Binary Alloy Phase Diagrams*. 2nd. ed. Ohio: American Society for Metals, 1992. v.1, p.141-143.
- 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-ICM-International Congress Centre Munich-Alemanha, 2002. p.22-31.
- 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.
- MUENSTERMANN, S.; TELLE, R.; KNAUF, F; HIRT, G. Semi-solid extrusion of complex-shaped steel rods using ceramics dies. 10<sup>th</sup> International Conference On Semi-Solid Processing Of Alloys And Composites Conference Proceedings. Aachen, Germany and Liège, 2008. p. 243- 248.
- MUKAI, T.; KANAHASHI, H. ; MIYOSHI, T.; MABUCHI, M. T.; NIEH, G.; HIGASHI, K. Experimental Study of Energy Absorption in a close-celled aluminium foam under dynamic loading, Scripta Materialia v. 40, n. 8, p. 921–927, 1999.
- MURRAYA, N. G. D.; DUNAND, D. C. Effect of Initial Preform Porosity on Solid-State Foaming of Titanium. Journal Materials Research Society v.21, n.5, p.1175-1188, 2006.
- OH, I. H.; NOMURA, N.; MASAHASHI, N.; HANADA, S. Mechanical Properties of Porous Titanium Compacts Prepared by Powder Sintering. Journal Scripta Materialia. n. 49, p.1197–1202, 2003.
- PAUL, A.; RAMAMURTY. U. Strain rate sensitivity in a closed-cell Al foam. Materials Science and Engineering A v. 281. n. 1-2., p. 1-7, 2000.

- 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. Estudo sobre a Estabilidade, no Estado Sólido, da Liga de Alumínio A5052 Tixofundida e Viabilidade da sua Tixoestampagem, 2005 211f Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- 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. 157158, p. 596-603, 2004.
- QIANG ZHANG, P. D.; LEE, R. S.; GAOHUI W.; TREVOR C. L. Micro-CT characterization of structural features and deformation behavior of fly ash/aluminum syntactic foam . Acta Materialia v. 57. n.10, p 3003-3011, 2009.
- RABIEI, A.; O'NEILL, A. T.; NEVILLE, B. P.; Processing and Development of a New High Strength Metal Foam, MRS fall meeting, 2004. v. 851 p. 517–526.
- RASSILI, A.; ROBELET, M.; BIGOT, R. Thixoforming: Parameters and means for industrialization. 10<sup>th</sup> International Conference On Semi-Solid Processing Of Alloys And Composites Conference Proceedings. Aachen, Germany and Liège, 2008. p. 213-218.
- ROBERT, M. H.; CRISTOFOLINI, R. Analysis of the thixoability of ASTM A536 ductile iron.. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering v. 28. p. 115-122, 2008.
- ROBERT, M. H.; DELBIN, D. Manufacturing of cellular A2011 alloy from semi-solid state. Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering v. 24 n.1. p. 115-122, 2007.

- 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.
- ROHATGI P. K; GUO R. Q; IKSAN, H.; BORCHELT E. J.; ASTHANA, R. Synthesis of aluminum–fly ash particulate composite by pressure infiltration technique. Materials Science and Engineering A. v. 244. n.1. p. 22–30, 1998.
- ROHATGI, P. K.; KIM, J. K.; GUPTA N.; ALARAJ, S.; DAOUD, A. Compressive characteristics of A356/fly ash cenosphere composites synthesized by pressure infiltration technique. Composites: Part A v 37. p 430–437, 2006.
- ROVIRA, M. M. Forjamento da liga AA 2011 no estado semi-sólido: estudo do processo e do produto. 2001. 194f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- SANDERS, T. H.; HURYSZ, K. M.; CLARK, J. L.; NAGEL, A. R.; HARDWICKE, C. U.; LEE, K. J.; COCHRAN, J. K. Steel and Titanium Hollow Sphere Foams in Porous and cellular Materials for Structural Applications, MRS Proceedings, 1998 v. 521, edited by Schwartz, et al., (MRS, Pittsburgh, PA, 1998). p. 191-203.
- SEAC, internacional B. V. Krimpen, Netherlands, product data sheet of “recemat”(wttp://www.seac.nl), 1998. In: BANHART, J.; Manufacture, characterization and application of cellular metals and metal foam. Journal Progress in Materials Science, 2001. p. 559-632.
- SHINKO-WIRE. Disponível em: <<http://www.shinko-wire.co.jp/product/alporas2.html>>. Acesso em 30 de junho de 2009.

- SILVA, B. M. A. Influencia da microestrutura inicial e material de molde na tixoonformação da liga A356. 2004. 147f. Dissertação (Mestrado) - Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas.
- 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.
- SOLÓRZANO, E.; HIRSCHMANN, M.; RODRIGUEZ-PEREZ, M. A.; KÖRNER, C.; SAJA, J. A. Thermal Conductivity of AZ91 Magnesium Integral Foams Measured by the Transient Plane Source Method. Journal Materials Letters. p.1-3, 2008.
- SONG, Y. H; SEON, H. G; SOO, P. H.; JEONG, M. J.; HUR, B. Y. Fabrication of Near Net Shape Metallic Foam via Plaster Mould. Journal Mater Science. Technology v.24. n.3, p.335-329, 2008.
- SOSNICK, B.; Process for Making Foam-like Mass of Metal. US Patent, 2.434.775, 1948.
- SWARS, H. German Patent Application 36 19 360, 1987
- TAO, X. F.; ZHANG, L. P.; ZHAO, Y. Y. Al matrix syntactic foam fabricated with bimodal ceramic microspheres. Materials and Design 30 p. 2732–2736, 2009.
- TOROBIN, L.B. Method for Making Hollow Porous Microspheres. US Patent, 4.671.909, 1987.
- TZIMAS, E.; ZAVALIANGOS, A. Synthesis of lightweight metals III. The Minerals. Metals and Materials Society p 195-203, 1999.

- VANEETVELD, G.; RASSILI, A.; PIERRET, J. C.; LECOMTE-BECKERS, J.  
Improvement thixoforming of 7075 aluminium alloys at high solid fractions. 10<sup>th</sup>  
International Conference On Semi-Solid Processing Of Alloys And Composites  
Conference Proceedings. Aachen, Germany and Liège, 2008. p. 707- 712.
- WEISE, J.; BAUMEISTER, J.; STÖBENER, K.; BUSSE, M.; HAESCHE, M.  
Investigations on 4 new methods for aluminium foam production, Lefebvre, L.P.:  
Porous metals and metallic foams, MetFoam 2007: Proceedings of the Fifth  
International Conference on Porous Metals and Metallic Foams, 2007, Montreal,  
Canada. Lancaster, Pa.: DEStech Publications, 2008, pp. 11-14
- WEISE, J.; ZANETTI-BUECKMANN, V. YEZERSKA, O.; SCHNEIDER, M.  
HAESCHE, M. Processing, Properties and Coating of Micro-Porous Syntactic Foams.  
Advanced Engineering Materials v.9. n 1-2. p. 52 – 56, 2007.
- YAMADA, Y.; WEN, C. E.; MABUCHI, M.; SHIMOJIMA, K.; CHINO, Y.;  
HOSOKAWA, H.; ASAHINA, T. Compression behavior of hollow aluminum spheres.  
In: BANHART, J.; FLECK, N. A.; MORTENSEN, A. (editors). Cellular Metals:  
Manufacture, Properties and Applications, Bremen: Verlag MIT Publishing 2003. p.  
359-362
- YANG, H. L.; ZHANG, Z. L.; OHNAKA, I. Structure evolution and compressive behavior  
of semi-solid Al–Si hypoeutectic alloy with re-melting heat treatment. Journal of  
Materials Processing Technology v. 151, n. 1-3. p. 155-164, 2004.
- YOON, Y. O.; KIM, S. K. Symetry behavior of thixoextruded AZ31 Mg alloy. 10<sup>th</sup>  
International Conference On Semi-Solid Processing Of Alloys And Composites  
Conference Proceedings. Aachen, Germany and Liège, 2008. p. 749-753.

- YOUNG K. P.; RIEK R. G.; FLEMINGS M. C. Structure and Properties of Thixocast Steels. Proceedings on Solidification and Casting of Metals Technology, 1979. p. 130-137.
- ZHAO, C. Y.; LU, T. J.; HODSON, H. P.; JACKSON, J. D. The Temperature Dependence of Effective Engineering. Materials Science and Engineering A. v. 367 n.1-2, p.123–131, 2004.
- ZHAO, C. Y.; TASSOU, S. A.; LU, T. J. Analytical Considerations of Thermal Radiation in Cellular Metal Foams with Open Cells. International Journal of Heat and Mass Transfer v.51, p.929-940, 2008.
- ZOQUI, E. J.; GRACCIOLLI, J. I.; LOURENÇATO, L. A. Thixo-formability of the AA6063 alloy: Conventional production processes versus electromagnetic stirring. Journal of Materials Processing Technology. v. 198, n. 1-3, p.155-161, 2008.
- 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.

## **Anexos**

### **TRABALHOS PUBLICADOS EM CONGRESSOS NACIONAIS**

Trabalho apresentado **18° CBECIMAT - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais** com o título “*Caracterização de espumas metálicas produzidas por infiltração em pré-formas sinterizadas*” em 21/11/2008.

Trabalho apresentado **5° COBEF – Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação** com o título “*Estudo do Processo de Fabricação de Material Celular por Infiltração de Al em Pré-formas porosas*” em 15/04/2009.