

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

**Estudo da viabilidade de produção de esponjas
da liga A2011 a partir do estado semi-sólido**

Autor: Daniel Delbin
Orientadora: Maria Helena Robert

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

Estudo da viabilidade de produção de esponjas da liga A2011 a partir do estado semi-sólido

Autor: Daniel Delbin

Orientadora: Maria Helena Robert

Curso: Engenharia Mecânica

Área de Concentração: Engenharia de Fabricação

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

Campinas, 2006
SP – Brasil

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

D376e Delbin, Daniel
Estudo da viabilidade de produção de esponjas da liga A2011 a partir do estado semi-sólido / Daniel Delbin. -- Campinas, SP: [s.n.], 2006.

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

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

Titulo em Inglês: Study of the feasibility of production of A2011 sponges from the alloy in semi-solid state

Palavras-chave em Inglês: Cellular materials, Metallic sponges, Thixoforming, Semi-solid, Aluminium

Área de concentração: Materiais e Processos de Fabricação

Titulação: Mestre em Engenharia Mecânica

Banca examinadora: Roseana da Exaltação Trevisan e Marcos Valério Ribeiro

Data da defesa: 23/02/2006

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

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO ACADEMICO

**Estudo da viabilidade de produção de esponjas
da liga A2011 a partir do estado semi-sólido**

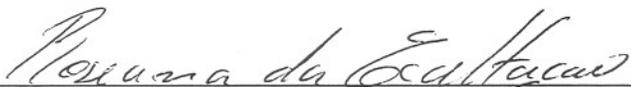
Autor: Daniel Delbin

Orientadora: Maria Helena Robert

A Banca Examinadora composta pelos membros abaixo aprovou esta Dissertação:



**Prof^a. Dr^a. Maria Helena Robert , Presidente
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP**



**Prof^a. Dr^a. Roseana da Exaltação Trevisan
Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP**



**Prof. Dr. Marcos Valério Ribeiro
Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá - UNESP**

Campinas, 23 de fevereiro de 2006

Dedicatória:

Dedico, de coração, este trabalho a um sentimento que é a verdadeira fonte de toda minha felicidade e realização. Dele tiro força para transpor as maiores barreiras que encontro nas minhas caminhadas e busco energia para me levantar das grandes e dolorosas quedas da vida.

O AMOR a Deus, a “luz” capaz de levar esperança a escuridão e a “energia” da qual busco forças até mesmo nos piores momentos, o AMOR a minha família que todo momento acreditou nesse sonho, me dando a mão nas horas mais difíceis para que caminhássemos juntos, sabendo ou não como deveríamos transpor as barreiras e o AMOR ao sonho de deixar o mundo um pouco melhor do que pude receber.

Sentimento esse que é meu maior tesouro: Jesus (amigo), Cristiane (companheira), Bina (pai), Carol (mãe), Na (irmã) e o sonho (motivação)...

“... eu AMO vocês”.

Agradecimentos:

À minha orientadora e amiga Maria Helena Robert, pela confiança com que acreditou nesse projeto e mais, pela presença, atenção e conselhos oportunos e necessários.

Ao Consórcio de Alumínio do Maranhão, pela parceria, pelo financiamento da pesquisa, pela oportunidade de desenvolver meus conhecimentos e habilidades, mas sobre tudo, pelos momentos de convivência com a família ALUMAR.

Aos amigos Beethoven, Mônica, André, Fabio Gatamorta, Miro, Luciano, Jaime, Guilherme, Fernando, Flávio e todos que me acompanharam nessa caminhada.

Ao Dr. Sérgio Luís Marques dos Santos do Departamento de Radiologia da UNICAMP pela orientação e dedicação na realização das tomografias computadorizadas e análise de seus resultados.

A todos os funcionários da FEM/UNICAMP.

Por último, a todos aqueles que, de uma forma ou de outra, participaram desta jornada para realização deste trabalho.

*“Ando devagar
porque já tive pressa
levo esse sorriso
porque já chorei demais.*

*Hoje me sinto mais forte
mais feliz quem sabe
só tenho a certeza
de que muito pouco eu sei
eu nada sei”.*

Almir Sater / Renato Teixeira

Índice:

Resumo	ix
Abstract	x
Lista de Figura	xi
Lista de tabelas	xix
Nomenclaturas	xxi

Capítulo 1 – Introdução e objetivos

1.1. Introdução	1
1.2. Objetivos	3

Capítulo 2 – Fundamentos teóricos

2.1. Definições básicas e aplicações de materiais celulares	5
2.1.1. Definições	5
2.1.2. Aplicações	7
2.1.2.1. Aplicações funcionais	8
2.1.2.2. Aplicações estruturais	9
2.2. Caracterização de materiais celulares	12
2.2.1. Arquitetura de poros	13
2.2.2. Propriedades físicas	14
2.2.3. Propriedades mecânicas	17
2.2.4. Técnicas de caracterização de metais celulares.....	19
2.2.4.1. Testes não destrutivos	19
2.2.4.2. Testes destrutivos	21
2.3. Processos de fabricação de metais celulares	22

2.3.1. Deposição de vapor metálico	23
2.3.2. Espumagem direta com borbulhamento de gás	25
2.3.3. Espumagem direta pela adição de agente espumante	26
2.3.4. Fundição	27
2.3.4.1. Fundição em molde removível	27
2.3.4.2. Fundição em agentes bloqueadores	29
2.3.5. Espumagem de mistura de pós compactados.....	30

Capítulo 3 – Procedimentos experimentais

3.1. Liga utilizada	34
3.1.1. Composição química	35
3.1.2. Diagrama de fases	35
3.1.3. Intervalo de solidificação	36
3.1.4. Microestrutura	39
3.2. Caracterização do agente bloqueador utilizado	40
3.2.1. Classificação granulométrica	41
3.2.2. Morfologia das partículas	42
3.3. Produção de material celular por tixoforjamento	43
3.3.1. Equipamentos utilizados	43
3.3.2. Ferramentas de tixoforjamento empregadas	46
3.3.3. Procedimento para o tixoforjamento	48
3.3.4. Parâmetros variados no processo de tixoforjamento	50
3.4. Técnicas para análise dos resultados	52
3.4.1. Remoção das partículas do agente bloqueador	53
3.4.2. Medida da densidade aparente	53
3.4.3. Caracterização da arquitetura dos poros	54
3.4.4. Caracterização da microestrutura	55

Capítulo 4 – Resultados e discussões

4.1. Microestrutura da liga utilizada	57
4.2. Aspectos gerais do processo	58

4.2.1. Aquecimento do conjunto molde/material	59
4.2.2. Forças de tixoforjamento	65
4.3. Aspectos gerais do produto obtido	69
4.3.1. Aparência do material celular	69
4.3.2. Capacidade de penetração da pasta na camada de agente bloqueador	72
4.3.3. Defeitos mais comuns observados nos produtos obtidos	74
4.4. Caracterização metalúrgica do produto	76
4.4.1. Caracterização qualitativa da arquitetura de poros	76
4.4.2. Caracterização quantitativa da arquitetura dos poros	80
4.4.3. Caracterização de microestrutura	86
4.5. Caracterização da densidade do produto celular obtido	100
Capítulo 5 – Conclusões	
Conclusões gerais	103
Referências Bibliográficas	106

Resumo

DELBIN, Daniel, *Estudo da viabilidade de produção de esponjas da liga A2011 a partir do estado semi-sólido*, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2006. 110 p. Dissertação (Mestrado)

Neste trabalho é estudada a viabilidade de produção de esponjas metálicas pela conformação de pasta tixotrópica da liga A2011, sobre camada de agente bloqueador (NaCl) posteriormente removido para formação da porosidade. Investiga-se a influência da temperatura de tratamento térmico, para obtenção da pasta semi-sólida, e da granulometria do agente bloqueador, na estrutura formada do material celular (aspecto geral, caracterização qualitativa e quantitativa dos poros, microestrutura da parede celular e densidade) e nas características de processo (forças de tixoforjamento e capacidade de penetração da pasta). São produzidos cilindros de material poroso metálico tipo sanduíche, compostos de camada porosa entre camadas maciças da liga, com três diferentes classes de porosidade: fina, média e grosseira. As esponjas foram submetidas à tomografia computadorizada e à análise metalográfica para sua caracterização estrutural. Os resultados obtidos mostram a viabilidade de obtenção de esponjas metálicas utilizando a tecnologia de semi-sólidos e o tipo de bloqueador utilizado. O sucesso do processo depende da fração líquida presente na pasta metálica tixotrópica, reduzida fração líquida pode resultar em incompleta infiltração e compressão das partículas do agente bloqueador. Nas condições analisadas a granulometria do agente bloqueador não teve influência sensível na qualidade do produto. A densidade do material poroso aumenta com o aumento da temperatura de processo, devido ao aumento da espessura de paredes metálicas na estrutura porosa.

Palavras Chave: materiais celulares, esponjas metálicas, tixoforjamento, semi-sólido, alumínio.

Abstract

DELBIN, Daniel, Study of the feasibility of production of A2011 sponges from the alloy in semi-solid state, Campinas, Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, 2006. 110 p. Dissertação (Mestrado)

The work analyses the possibility of the production of cellular material by pressing the A2011 alloy in the thixotropic semi-solid state, into a space holder pre-form. Space holder particles used are NaCl, which are removed from the product after the forming operation, resulting the porous material. It is investigated the influence of the thixoforming temperature and the size of space holder particles, in the structure of the obtained porous material (general aspect, quantitative and qualitative characterization of porosity, microstructure of cell walls and density of the product), as well as in the processing characteristics (required forces for infiltration, penetration ability of the slurry in the salt pre-form). Cylindrical samples, sandwich type, with a porous layer inserted between layers of compact alloy are produced, presenting three different ranges of porosity. The cellular material obtained contains opened porosity, being characterized as sponge. Products were analyzed by tomography and metallographic techniques. Results show that the proposed process is able to produce acceptable porous material, with a simple and low cost technique. The quality of the product depends rather on the processing temperature than on the size of space holder particles. Low liquid fraction in the thixotropic slurry can lead to incomplete infiltration and deformation of the pre-form. In the analyzed conditions, influence of the size of space holder particles could be observed neither in the processing ability nor in the quality of the product. Density of produced porous material increases as processing temperature increases, due to the increase of thickness of cell walls.

Key Words: cellular materials, metallic sponges, thixoforming, semi-solid, aluminium.

Lista de Figuras

2.1 – Esquema representativo da nomenclatura do produto obtido pela dispersão de uma fase em outra, que pode ser quaisquer dos três estados da matéria (Banhart, 2001)	6
2.2 – Esquema representativo da aplicação de materiais celulares agrupados de acordo com o tipo necessário de poros (Banhart, 2001)	8
2.3 – Esquema representativo dos principais campos de aplicações automotivas para espuma metálica com função estrutural (Banhart, 2001)	10
2.4 – Típica estrutura do corpo do automóvel (Audi A8): uso de materiais celulares como reforço estrutural (Degischer, 2002)	11
2.5 – Unidade espacial de uma estrutura ideal (célula de Kevin) mostrando as faces, arestas e vértices (Degischer, 2002)	13
2.6 – Representação esquemática da técnica de tomografia computadorizada de raios-X para análise de materiais celulares (Sypeck, 1998)	21
2.7 – Esquema representativo de famílias de processos para produção de material celular metálico (Banhart, 2001)	23
2.8 – Ilustração esquemática do processo CVD, utilizado para produzir espumas de células abertas de Níquel – Processo INCO - Ltd (Ashby, 2000)	24
2.9 – Foto ilustrativa de uma espuma típica de Níquel com células abertas obtidas pelo processo INCO - Ltd (INCO, 2005)	24

2.10 – Esquema ilustrativo do processo de espumagem direta do líquido pela injeção de gás (Asholt, 1999)	25
2.11 – Aspecto geral do produto obtido pela espumagem direta de gás dentro do metal líquido (NPL, 2000)	26
2.12 – Esquema simplificado do processo de produção de material celular pela adição de agente espumante (Miyoshi, 1998)	27
2.13 – Esquema ilustrativo da fundição em molde removível, utilizada para a produção de espumas de células abertas – processo “Duocel” (Ashby 2000)	28
2.14 – (a) estrutura típica de um material celular e (b) aspecto geral dos produtos produzidos pela fundição em molde removível (ERG, 2005)	29
2.15 – Esquema representativo de processo de produção de material celular utilizando bloqueadores (Banhart, 2001)	30
2.16 – Ilustração da seqüência de produção de espumas metálicas pelo aquecimento do agente precursor (compactado de pó metálico com pó do agente espumante) dentro do molde desejado – processo do Instituto Fraunhofer e “Alulight” (Ashby, 2000)	31
2.17 – Comparação das etapas de produção de material celular pela compactação do pó e extrusão, rota I, e tixofundição, rota II (Weise, 2003)	32
2.18 – Formas complexas obtidas pela utilização da tixofundição, em detalhe a uniformidade dos poros obtidos (Weise, 2003)	33
3.1 – (a) Diagrama de fases completo da liga Al-Cu; (b) detalhe para a liga utilizada A2011 (Infomet, 2005)	36
3.2 – Curva de análise térmica diferencial da liga A2011 utilizada, feita por Rovira (2001)	37

3.3 – Ampliação dos picos da curva obtida como resultado da análise térmica diferencial da liga Al-5,3%Cu, velocidade de aquecimento/resfriamento 5°C/min; (a) pico endotérmico; (b) pico exotérmico	38
3.4 – Curva de resfriamento da liga Al-5,3%Cu utilizada, feita por Rovira (2001)	39
3.5 – Aspecto geral das peneiras rotativas utilizadas para classificação granulométrica e detalhe das malhas utilizadas	41
3.6 – Fotos dos cristais de NaCl obtidos por MEV: (a) - de granulometria fina; em (b) - de granulometria média; em (c) de com granulometria grosseira	42
3.7 –Aspecto geral dos equipamentos utilizados para tixoconformação (a) prensa hidráulica, (b) forno resistivo, (c) controlador de aquecimento do forno, (d) célula de carga e (e) sistema de aquisição/processamento de dados	43
3.8 – Aspecto geral do forno de aquecimento	44
3.9 – Desenho do ferramental de tixoforjamento: (a) matriz ou molde, (b) bucha e (c) punção ..	46
3.10 – Desenho do dispositivo prolongador utilizado	47
3.11 – Desenho da base de fixação da matriz na mesa da prensa	48
3.12 – Esquema de montagem do sistema para ensaio	49
3.13 – Representação dos experimentos efetuados (t=5min), onde: E – indica “ensaio”	52
3.14 – Aspecto geral do tomógrafo helicoidal utilizado com gantry de 500mm, em detalhe as amostras posicionadas	55

4.1 - Microestrutura da liga A2011 utilizada como matéria prima para a produção de material celular, em regiões distintas de sua seção transversal: (a) superfície, (b) ½ do raio e (c) centro da barra	58
4.2 – Curvas características T x t durante ensaios de tixoforjamento sobre camadas de NaCl de diferentes granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira. Temperatura de tixoforjamento: 620°C. Curva verde: bolacha superior; vermelho: bolacha inferior	61
4.3 – Curvas características T x t durante ensaios de tixoforjamento sobre camadas de NaCl de diferentes granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira. Temperatura de tixoforjamento: 630°C. Curva verde: bolacha superior; vermelho: bolacha inferior	62
4.4 – Curvas características T x t durante ensaios de tixoforjamento sobre camadas de NaCl de diferentes granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira. Temperatura de tixoforjamento: 635°C. Curva verde: bolacha superior; vermelho: bolacha inferior	63
4.5 – Curvas características T x t durante ensaios de tixoforjamento sobre camadas de NaCl de diferentes granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira. Temperatura de tixoforjamento: 640°C. Curva verde: bolacha superior; vermelho: bolacha inferior	64
4.6 – Curva F x t durante a tixoconformação da liga A2011, à temperatura de 620°C, sobre camada de NaCl de diferentes granulometrias	66
4.7 – Curva F x t durante a tixoconformação da liga A2011, à temperatura de 630°C, sobre camada de NaCl de diferentes granulometrias	66
4.8 – Curva F x t durante a tixoconformação da liga A2011, à temperatura de 635°C, sobre camada de NaCl de diferentes granulometrias	67

4.9 – Curva F x t durante a tixoconformação da liga A2011, à temperatura de 640°C, sobre camada de NaCl de diferentes granulometrias	67
4.10 – Valores máximos da força de tixoconformação da liga A2011 sobre a camada de bloqueadores para todos os parâmetros estudados	68
4.11 – Fotos do material celular típico obtido por tixoforjamento da liga A2011 sobre camada de NaCl. Agente bloqueador ainda não removido	70
4.12 – Fotos do material celular obtido para tixoforjamento da liga A2011, em diferentes temperaturas, sobre camada de NaCl de granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira	71
4.13 – Exemplos típicos de produtos obtidos, ilustrando a tomada de referência para medida de espessuras da camada superior da liga metálica e da região porosa	72
4.14 – Valores da espessura da camada de material poroso dos produtos obtidos para cada condição de ensaio	74
4.15 – Aspecto geral de produto obtido com dimensões excessivas de poros. Condição de tixoconformação: temperatura 620°C, granulometria grosseira	75
4.16 – Aspecto geral de produto obtido com preenchimento incompleto da camada de sal. Condição de tixoconformação: temperatura 620°C, granulometria média	75
4.17 – Aspecto geral de produto obtido com fragilidade da região porosa. Condição de tixoconformação: temperatura 620°C, granulometria fina	76
4.18 – Imagens de seções paralelas, obtidas por tomografia, de material celular produzido por tixoforjamento a 620°C, sobre camada de bloqueadores com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média, (c) grosseira. Distância entre planos: 2mm	77
4.19 – Imagens de seções paralelas, obtidas por tomografia, de material celular produzido por tixoforjamento a 630°C, sobre camada de bloqueadores com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média, (c) grosseira. Distância entre planos: 2mm	78

4.20 – Imagens de seções paralelas, obtidas por tomografia, de material celular produzido por tixoforjamento a 635°C, sobre camada de bloqueadores com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média, (c) grosseira. Distância entre planos: 2mm	79
4.21 – Imagens de seções paralelas, obtidas por tomografia, de material celular produzido por tixoforjamento a 640°C, sobre camada de bloqueadores com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média, (c) grosseira. Distância entre planos: 2mm	80
4.22 – Seção longitudinal dos produtos porosos, obtidos por tixoforjamento a diferentes temperaturas, da liga A2011 sobre camada de NaCl com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira	81 e 82
4.23 – Estrutura dos metais celulares obtidos por tixoforjamento da liga A2011, em diferentes temperaturas, sobre camada de partículas de NaCl com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira	84
4.24 – Indicação das regiões utilizadas para análise microestrutural das amostras. Regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) - interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) – centro da camada porosa, (4) – interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) – centro da bolacha inferior	86
4.25 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 620°C, sobre camada de NaCl com granulometria grosseira, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	90
4.26 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 630°C, sobre camada de NaCl com granulometria fina, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	91
4.27 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 630°C, sobre camada de NaCl com granulometria média, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) –	

interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	92
4.28 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 630°C, sobre camada de NaCl com granulometria grosseira, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	93
4.29 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 635°C, sobre camada de NaCl com granulometria fina, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	94
4.30 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 635°C, sobre camada de NaCl com granulometria média, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	95
4.31 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 635°C, sobre camada de NaCl com granulometria grosseira, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	96
4.32 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 640°C, sobre camada de NaCl com granulometria fina, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	97
4.33 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 640°C, sobre camada de NaCl com granulometria média, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	98

4.34 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 640°C, sobre camada de NaCl com granulometria grosseira, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior	99
4.35 – Densidade do material celular obtido por tixoforjamento da liga A2011, a diferentes temperaturas, sobre camada de sal com distintas granulometrias	101
4.36 – Variação da densidade média do material celular obtido por tixoforjamento da liga A2011, sobre camada de sal com distintas granulometrias, em função da temperatura de processo	101
4.37 – Porcentagem de vazios em material celular obtido por tixoforjamento sobre camadas de sal com diferentes granulometrias	102

Lista de Tabelas

2.1 – Exemplos de porosidades típicas obtidas em metais celulares produzidos por diferentes processos (Banhart, 2001)	15
2.2 – Valores das propriedades térmicas para algumas espumas metálicas encontradas no mercado (ligas de Alumínio) (Ashby, 2000)	17
2.3 - Valores das propriedades mecânicas de espumas comerciais (Ashby, 2000)	19
3.1. – Composição química da liga A2011 utilizada (% em peso)	35
3.2 – Parâmetros de tratamento térmico utilizados	51
4.1 – Dimensões médias dos grãos da liga A2011 utilizada para produção de material celular, para cada região analisada	57
4.2 – Valor médio aproximado do tempo de aquecimento e manutenção a $T > T_{solidus}$ da liga nos diferentes ensaios	60
4.3. Valores médios da força máxima requerida para tixoforjamento a diferentes temperaturas, da liga A2011 sobre camada de NaCl	69
4.4 – Valores aproximados das espessuras das camadas de material poroso e superior de liga metálica, dos produtos obtidos	73
4.5 – Espessuras das paredes de materiais celulares produzidos a partir da liga A2011 no estado semi-sólido, por tixoforjamento em diferentes temperaturas, sobre camada de partículas de agente bloqueador de distintas granulometrias	85

4.6 – Tamanho médio de glóbulos nas pastas tixotrópicas obtidas por FPC da liga A2011, nas diferentes temperaturas analisadas	87
4.7 – Densidade do material celular produzido por tixoforjamento da liga A2011, em diferentes condições	100
4.8 – Porcentagem de vazios do material celular produzido por tixoforjamento da liga A2011, em diferentes condições	102

Nomenclatura

Letras Latinas

A/D – analógico/digital

AISI – *American Iron and Steel Institute*

ATD – análise térmica diferencial

c_p – calor específico [J/kg*K]

CVD – deposição química de vapor

d – densidade [g/cm²]

d_{liga} – densidade da liga A2011 [g/cm²]

d_{esponja} – densidade da esponja metálica [g/cm²]

E – ensaio

E – módulo de elasticidade [GPa]

E_f – módulo de flexão [GPa]

EUA – Estados Unidos da América

ERG – Corporação Aeroespacial e de Materiais

f_s – fração sólida [%]

F – força [kN]

FPC – fusão parcial controlada

G – módulo de cisalhamento [GPa]

h – espessura [mm]

h_1 – espessura da camada maciça de liga superior [mm]

h_p – espessura da camada porosa [mm]

HC – Hospital das Clínicas

k – coeficiente de participação

L – calor latente [kJ/kg]

m_p – massa da camada porosa [g]
 m_i – massa da bolacha inferior [g]
 m_T – massa total da amostra produzida após remoção do agente bloqueador [g]
 t – tempo [s]
 T – temperatura [°C]
 T_f – temperatura de fusão [°C]
 T_l – temperatura *liquidus* [C]
 $T_{solidus}$ – temperatura *solidus* [°C]
 V – volume [cm³]

Letras Gregas

α - fase primária
 α - expansão térmica [$10^{-6}/K$]
 ε - deformação [m]
 ϕ_1 – partículas com granulometria fina
 ϕ_2 – partículas com granulometria média
 ϕ_3 – partículas com granulometria grosseira
 ϕ_a – diâmetro externo da amostra produzida [mm]
 $\phi_{médio}$ – diâmetro médio
 ϕ_p – diâmetro externo da camada porosa [mm]
 λ - condutividade térmica [W/m*K]
 ν - coeficiente de Poisson
 θ - fase secundária da liga A2011 - intermetálico
 σ - tensão [MPa]
 σ_c – tensão compressiva [MPa]

Capítulo 1

Introdução e objetivos

1.1. Introdução

Sólidos celulares, em particular espumas e esponjas metálicas, têm encontrado crescente aplicação industrial na última década, emergindo como uma nova classe de materiais para engenharia, dada a interessante combinação de propriedades que apresentam: reduzido peso específico, elevada rigidez, grande capacidade de absorção de energia, isolamento térmico e acústico, entre outras.

O interesse em espumas metálicas data dos anos 40, quando Sosnick depositou a patente de um método de produção envolvendo a vaporização de ligas metálicas de baixo ponto de fusão sobre pré-formas porosas (Sosnick, 1948)

A maioria das propriedades mecânicas de espumas metálicas pode ser obtida com outros materiais, algumas vezes até com maior eficiência, mas as espumas oferecem uma combinação única de muitas, e aparentemente contraditórias, propriedades que não se consegue obter com um único material de uma só vez, como ultra-baixa densidade aliada à alta rigidez, a capacidade de absorver choque e bom amortecimento de vibrações. Metais celulares são, portanto, promissores em diversas aplicações, onde estas muitas funções podem ser combinadas (Degischer, 2002).

Diferentes tipos de metais podem ser utilizados na forma de espumas, esponjas, elementos porosos e celulares, como Al, Cu, Sn, Pb, Zn e suas ligas, sendo predominante até o momento a utilização de Al e suas ligas.

Na indústria automotiva, espumas e esponjas de ligas de Al têm encontrado aplicação devido à sua capacidade de absorção de energia em impactos, para uso em partes estruturais e pára-choques, por exemplo, (Banhart, 2002; Jancek, 2003); ao seu reduzido peso, o que possibilita o aumento do desempenho do automóvel, e ainda devido ao isolamento acústico e térmico que possibilitam, proporcionando maior conforto ao passageiro (Berg, 2003; Babcsan, 2003).

Também na indústria aeronáutica os materiais celulares a base de ligas de Al, em particular as espumas (Leyda, 2003), encontram utilização na fabricação de painéis estruturais. Ainda na construção civil esta classe de materiais encontra aplicações promissoras dada a capacidade de isolamento térmico e acústico que proporcionam.

Dentre os processos de fabricação de materiais metálicos celulares (Wadley, 2002), os mais conhecidos envolvem a compactação de misturas de pós da liga e de agentes espumantes, em geral TiH_2 , aquecimento do compactado para a fusão da liga e sua espumagem pela gaseificação controlada do agente espumante; ou ainda evolução controlada de elementos que formam gases *in situ*, quando submetidos a elevadas temperaturas. Espumas são sistemas instáveis devido a sua grande área superficial. Dois fatores básicos comandam o sucesso da operação de espumagem e a qualidade da espuma obtida: a retenção do elemento gasoso no interior do líquido e a estabilização do sistema. O primeiro fator é determinado pelo controle da viscosidade do líquido, enquanto o segundo pela adição de agentes estabilizadores. Por exemplo, no processo Hydro-Alcan (Banhart, 2000), partículas SiC são adicionadas ao banho, aumentando a sua viscosidade e supostamente auxiliando a estabilização de superfícies de bolhas.

As dificuldades de controle de parâmetros de processos de espumagem levaram ao desenvolvimento de processos alternativos, como a solidificação de líquidos em espaços

confinados entre partículas ou reticulados de material não reagente com o metal, o qual é retirado após o processamento; estes materiais são chamados bloqueadores (San Marchi, 2002). O processo pode ser mais facilmente controlado, possibilitando maior reprodutibilidade da qualidade do produto. O produto obtido é caracterizado como material celular de poros abertos.

Apesar da enorme potencialidade de utilização de materiais metálicos celulares, esta classe de materiais constitui tema ainda negligenciado no país, embora distintos processos de fabricação já tenham sido patenteados em diferentes países como EUA, Japão, Alemanha, Áustria, reservando produtos com nomes comerciais como Alporas, Aluligth, Foaminal, entre outros (www.Cymat.com; www.metalfoam.de).

O forte mercado automobilístico brasileiro, entre outros setores, não pode deixar de olhar com interesse para esta classe de materiais, tendo em vista as perspectivas de aumento de desempenho e aumento de segurança veicular que podem representar. Estas perspectivas demandam a pesquisa e desenvolvimento desta classe de materiais.

1.2. Objetivos

É objetivo geral deste trabalho contribuir para o desenvolvimento da tecnologia de fabricação, em nosso país, de materiais metálicos celulares, ao propor e testar um novo processo de fabricação, que seja de alta operacionalidade, baixo custo e de fácil controle.

O processo proposto e testado faz uso das propriedades reológicas de pastas metálicas tixotrópicas obtidas em processos de reo ou tixofundição, para a infiltração de pré-formas porosas pelo metal semi-sólido. Assim, o processo proposto se constitui do tixoforjamento de uma liga de Al de ampla utilização comercial, como a liga A2011, sobre pré-formas de um agente não reagente com o metal, que é posteriormente removido do produto final. É proposta a utilização de um agente bloqueador de alta disponibilidade no mercado e de reduzido custo, ou seja, partículas de NaCl.

A infiltração de pastas ao invés de líquidos pode significar a redução de custos devido à não necessidade da fusão total do metal e o aumento da operacionalidade do processo, uma vez que o manuseio do metal neste estado é mais simples e segura do que no estado líquido. A viabilidade da utilização de pastas semi-sólidas também pode significar redução de custos operacionais, quando comparados com processos de fabricação de metais celulares por processos de espumagem de pré-formas de pós compactados por extrusão a frio ou por compactação isostática, processos estes atualmente os mais populares na obtenção destes produtos.

Portanto, a viabilização do novo processo pode significar um alternativo e vantajoso método de fabricação de metais celulares, ainda não disponível no mercado, que pode impulsionar a utilização da tecnologia de metais porosos no país.

Estes objetivos gerais serão perseguidos através das etapas de trabalho:

- desenvolvimento da técnica propriamente dita – análise da viabilidade de obtenção de amostras porosas pelo tixoforjamento da liga A2011 sobre pré-formas de NaCl;
- estudo das variáveis de processo – análise do efeito das variáveis (temperatura de tixoforjamento e granulometria do agente bloqueador NaCl), no processo e na qualidade do produto obtido, através dos seguintes parâmetros:
 - força requerida para o tixoforjamento;
 - capacidade de penetração da pasta na camada de sal.
- caracterização do produto obtido, através da análise dos seguintes parâmetros:
 - arquitetura de poros (análise quantitativa e qualitativa),
 - microestrutura de paredes metálicas,
 - densidade.

Capítulo 2

Fundamentos Teóricos – Metais celulares

Uma grande variedade de metais celulares é produzida no mundo por laboratórios de pesquisa e departamentos de desenvolvimento industrial. Algumas empresas como Hydro Aluminium, Noruega, e Cymat/Alcan, Canadá, já dispõem de grande diversidade de produtos para comercialização e algumas marcas já estão estabelecidas no mercado como por exemplo: “Alporas” – comercializada pela Companhia Shinko Wire, Japão; “Duocel” – comercializada pela ERG Co, “Incofoam” – comercializada pela INCO - Ltd, Reino Unido; “Alulight” – comercializada pela MEPURA, Áustria, e “Foaminal” – denominação de produtos celulares do Instituto Fraunhofer, Alemanha.

Nos itens que se seguem são apresentadas definições e conceitos importantes para a caracterização e produção de materiais celulares metálicos, bem como um breve histórico sobre os processos já desenvolvidos para sua fabricação.

2.1. Definições básicas e aplicações de materiais celulares

2.1.1. Definições

De maneira geral, os materiais celulares sólidos são conhecidos popularmente como “espumas sólidas”. No entanto, o conceito de espuma precisa ser melhor definido. A Figura 2.1 lista a designação para todas dispersões possíveis de uma fase em uma segunda (onde cada fase pode ser um dos três estados da matéria); são consideradas espumas as dispersões uniformes de uma fase gasosa em um líquido ou um sólido (Banhart, 1999).

A simples inclusão de gás em um material líquido ou sólido resulta em produtos distintos com células inteiramente cercadas pelo líquido ou sólido e, portanto, não interconectadas. O termo “espuma” em seu sentido original é reservado para a dispersão de bolhas de gás em um líquido, no entanto a morfologia de tal espuma pode ser preservada fazendo com que o líquido se solidifique, obtendo assim o que é chamado de “espuma sólida”.

No caso de espumas metálicas, um caso particular de sólido celular, a espuma líquida é apenas um estágio da fabricação da espuma sólida final. Como a tensão superficial do líquido permite apenas certa morfologia às bolhas gasosas em seu interior, a espuma sólida terá a mesma morfologia. No entanto, sólidos celulares podem ser produzidos por outros métodos que não a partir de espumas, e se caracterizarem por diferentes morfologias de poros e mesmo possibilidade de interconexão entre eles. Nestes casos podem ser denominados sólidos celulares de poros abertos e, embora sejam também chamados de “espumas”, o termo “esponjas” é mais apropriado (Banhart, 2001).

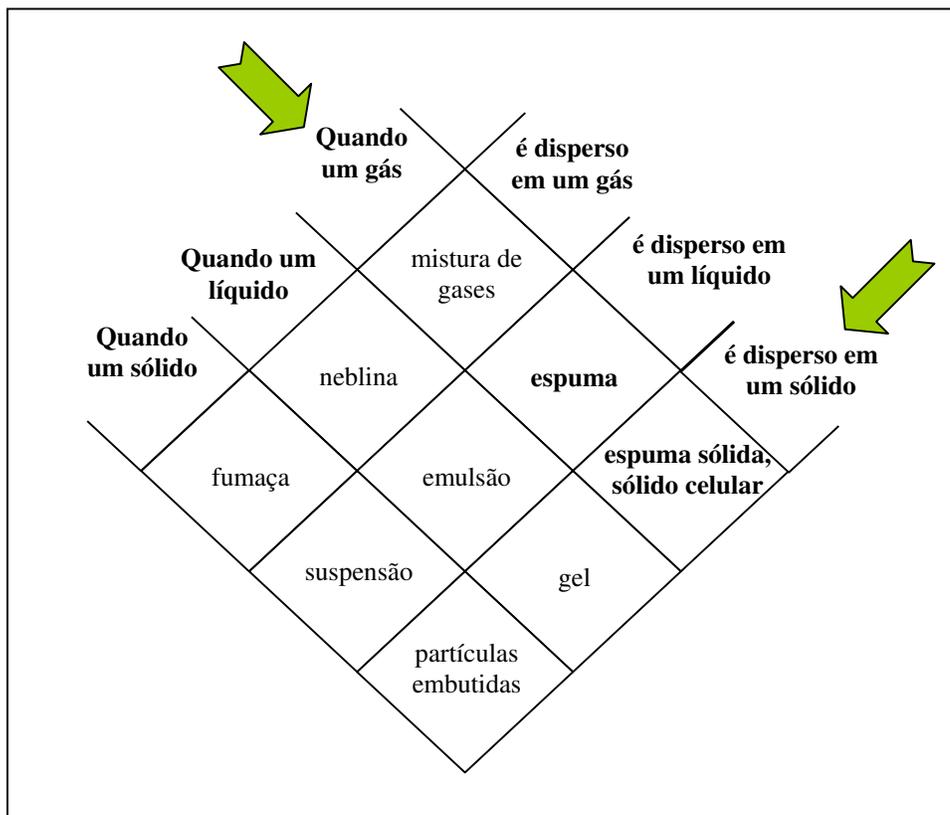


Figura 2.1 – Esquema representativo da nomenclatura do produto obtido pela dispersão de uma fase em outra, que pode ser quaisquer dos três estados da matéria (Banhart, 2001).

Gibson (1997) considera estruturas celulares aquelas com um valor de densidade relativa à do material maciço menor que 0,3. Materiais com maiores densidades relativas são chamados simplesmente de materiais com excessiva porosidade (por exemplo, compactado não sinterizado de pós). Os metais celulares mais largamente desenvolvidos e investigados são o alumínio e suas ligas (Degischer, 2002).

Metais celulares são materiais heterogêneos, formados, portanto, por matrizes metálicas e poros contendo gases ocupando mais de 70% do volume; podem ser classificados segundo distintos critérios (Degischer, 2002):

- Condição do metal durante a produção da porosidade: líquido, solução ou emulsão e sólido;
- O processo de conformação envolvido: fundição, espumação, deposição, sinterização;
- O método de formação dos poros: incorporação de substratos ociosos, remoção de substratos ou gás (tanto por adição direta como por meio de sua formação *in situ* a partir de um agente que se dissocia):

2.1.2. Aplicações

Estudos evidenciam aumento na variedade das aplicações dos materiais celulares. A possibilidade de desenvolvimento de um adequado material celular para uma aplicação específica depende de muitas condições, resumidas pelas seguintes palavras-chaves (Banhart, 2001):

- Morfologia: tipo de poros (abertos ou fechados), quantidade de poros, dimensões dos poros, área total da superfície interna do material celular desejado;
- Metalurgia: metal, liga ou estado da microestrutura exigida;
- Processo: possibilidade de produção de componentes, perfis, placas constituídos somente do material celular ou compostos com material maciço;
- Economia: custo de produção, conveniência para produção do volume requerido.

Na Figura 2.2, são apresentadas algumas aplicações de materiais celulares agrupados de acordo com o tipo de porosidade e o tipo de aplicação (funcional ou estrutural); nota-se que a utilização como trocadores de calor (aplicação funcional) requer poros abertos, já uma aplicação estrutural como absorvedores de energia, requer poros fechados. Também são apresentados na figura os tipos de aplicações intermediárias como: filtros, silenciadores, implantes biomédicos, e outros.

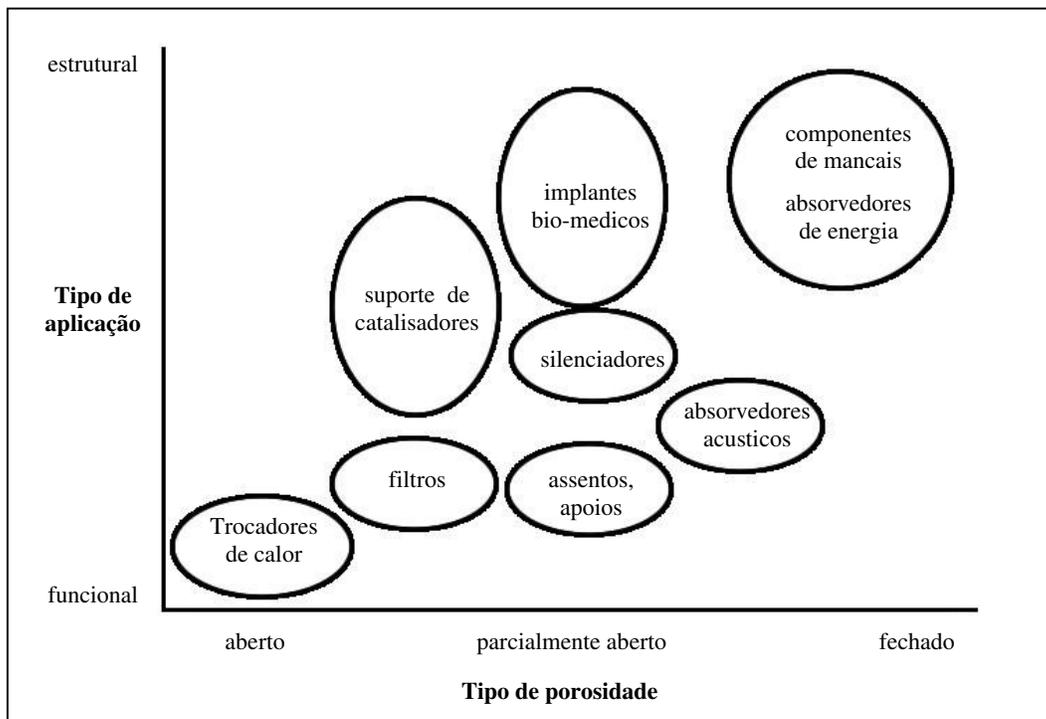


Figura 2.2 – Esquema representativo da aplicação de materiais celulares agrupados de acordo com o tipo necessário de poros (Banhart, 2001).

Por apresentarem comportamentos especiais para algumas propriedades mecânicas muito importantes na engenharia, como tensão de impacto e resistência à compressão, e pelo seu bom desempenho na absorção e isolamento acústico, os materiais celulares vêm sendo cada vez mais empregados. A seguir são mostrados alguns exemplos dessas aplicações.

2.1.2.1. APLICAÇÕES FUNCIONAIS

- Filtração e separação: existem dois tipos de filtros – filtros de retenção de partículas sólidas ou líquidas dispersas em um gás e filtros de separação de partículas sólidas ou

fibras dispersas em um líquido. Possíveis aplicações para o primeiro tipo incluem a filtração de fumaça de diesel ou a remoção de água em linhas de ar e para o segundo a remoção de levedo de cerveja ou óleo contaminado. As propriedades importantes para filtros são: fina capacidade de filtração, boa retenção de partículas, capacidade de limpeza, propriedades mecânicas adequadas, resistência à corrosão e reduzido custo. Metais celulares possuem uma combinação dessas propriedades, não apresentadas pelos materiais utilizados tradicionalmente (Banhart, 2001).

- Controle do fluxo de fluídos: segundo Essenmann (1998), materiais porosos podem ser usados para controle de fluxo de líquido e gases. Sabe-se que limitadores de fluxo produzidos pela metalurgia do pó são mais seguros e precisos que válvulas convencionais. Devido a grande variedade de dimensões e tipos de porosidade em que os materiais celulares são disponíveis, a conveniente seleção do material celular permite soluções para várias aplicações. Espumas metálicas já estão sendo utilizadas como orientadores de fluxo em túnel de vento (ERG, 1996) ou distribuição de fluxo em válvulas (SEAC, 1998).
- Purificadores de água: materiais celulares metálicos podem ser usados para reduzir as concentrações de íons indesejáveis dissolvidos na água. Nessa aplicação um fluxo de água contaminada passa através de um material celular altamente poroso de células abertas; os íons reagem com o metal da matriz de estrutura celular em uma reação de redução (Degischer, 2002).
- Controle acústico: o controle de onda de som pode ser obtido por um instrumento em forma de lente ou prisma, produzido a partir de um rígido material de célula aberta. As ondas de som serão guiadas e redirecionadas por esse instrumento acústico (Iida, 1988).

2.1.2.2. APLICAÇÕES ESTRUTURAIS

- Indústria automotiva: a necessidade do aumento da segurança dos automóveis tem levado em muitos casos ao aumento do peso do veículo. Em contraste, a demanda por

um veículo de baixo consumo de combustível requer medidas extras para a redução de seu peso. Em particular na Europa e Japão, são desejados carros com menores dimensões, sem que haja redução do compartimento de passageiros; assim foi desenvolvido um novo motor compacto, que, no entanto apresentou problemas quanto à dissipação de calor, por se encontrar em um espaço confinado. Outra solução pensada foi a redução da estrutura, mas mantendo o conforto do passageiro, o que no entanto resultou em estruturas com menor segurança em caso de colisão, devido ao reduzido comprimento das zonas de choque do automóvel. Finalmente, a necessidade de reduzir as emissões acústicas dos carros tem conduzido a uma demanda de novos absorvedores de som. A espuma metálica oferece a possibilidade para a solução de alguns desses problemas. A Figura 2.3 apresenta as possíveis áreas de utilização de materiais celulares na indústria automobilística.

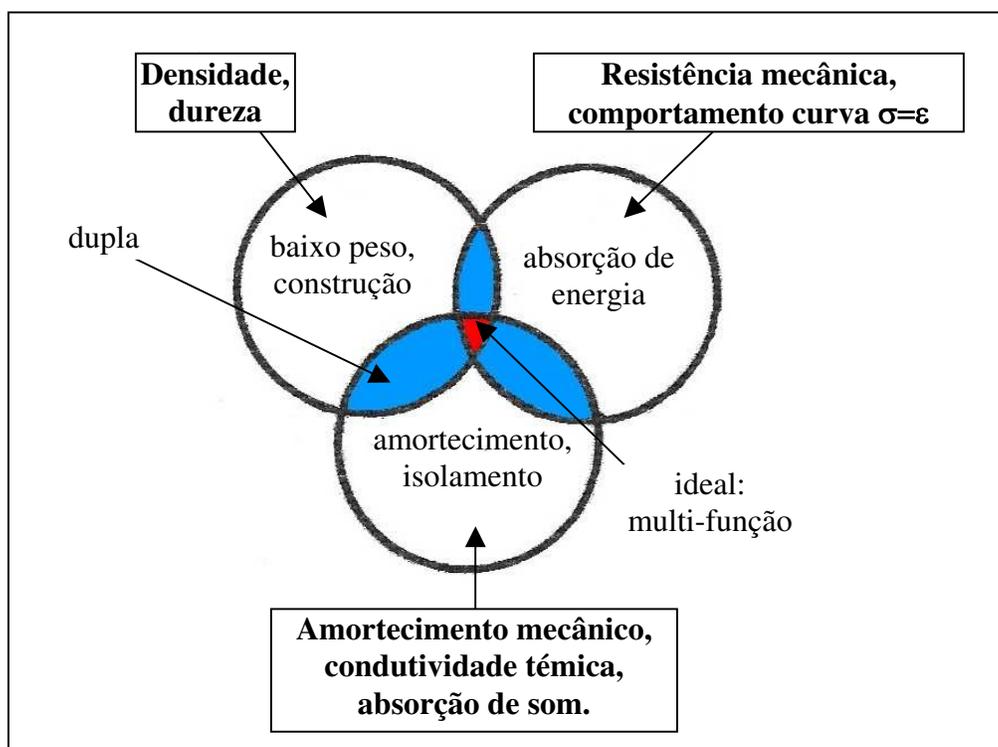


Figura 2.3 – Esquema representativo dos principais campos de aplicações automotivas para espuma metálica com função estrutural (Banhart, 2001).

Na Figura 2.4, são apresentados exemplos de aplicação de materiais celulares em um automóvel, buscando proporcionar uma maior segurança para os passageiros em caso de colisões e a redução do peso do automóvel sem perda de espaço interno.

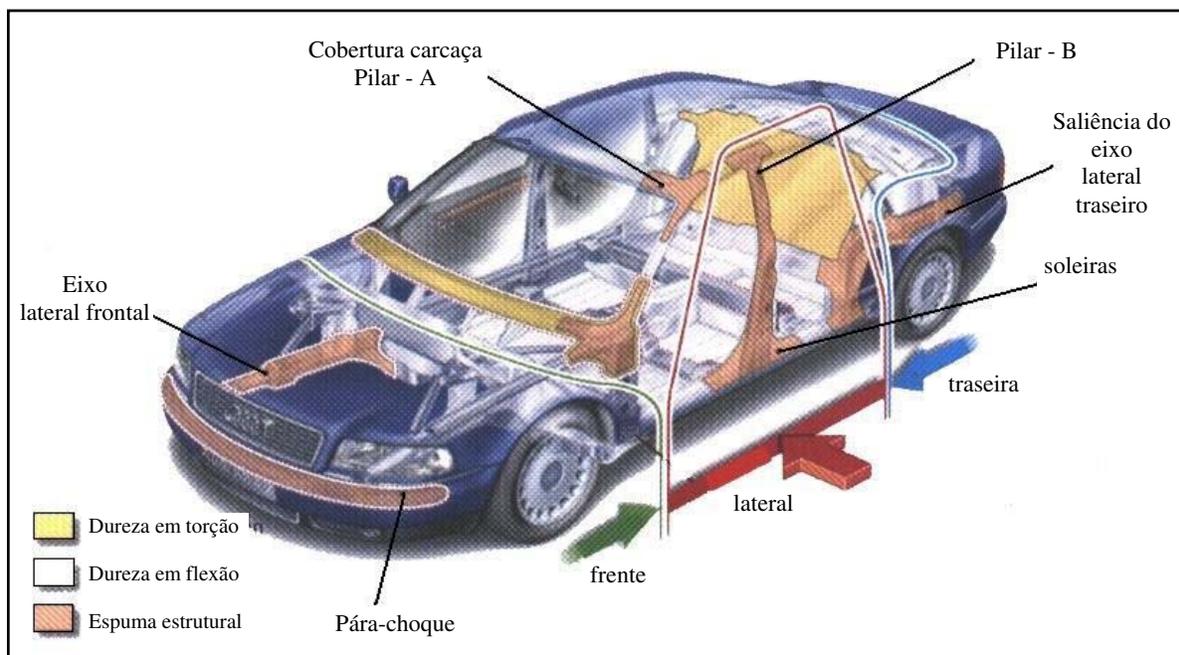


Figura 2.4 – Típica estrutura do corpo do automóvel (Audi A8): uso de materiais celulares como reforço estrutural (Degischer, 2002).

- Absorção de energia: muitos materiais celulares são excelentes absorvedores de energia; este comportamento é evidenciado pela apresentação, na curva $\sigma \times \epsilon$, de um extenso patamar de deformação plástica (Gibson, 1997). O que faz da espuma de alumínio um material mais atrativo que a usualmente utilizada espuma de poliuretano é seu baixo rebote em situações de colisão, com valores menores a 3% quando comparado com 15% para uma espuma de poliuretano (Niebyski, 1972). Por isso, um importante campo de aplicação para materiais celulares metálicos em geral é na fabricação de componentes para a absorção de energia de impacto.
- Controle de ruído: espumas de alumínio encontram aplicações como componentes para proteção acústica. Como o módulo de Young da espuma metálica é inferior comparado com a maior parte dos metais comuns, a frequência de ressonância de uma estrutura de

material celular é geralmente deslocada para baixas frequências em comparação com a utilização de um material convencional, reduzindo ruídos de vibrações de máquinas, veículos etc. Também o fator de perda da espuma é maior que o fator de perda dos metais comuns, o que contribui para o amortecimento de vibrações (Banhart, 1996). Espumas do tipo “Alporas” são utilizadas como absorvedores de som em rodovias para redução de ruído e em túneis de estradas de ferro de trens de alta velocidade, no Japão, para atenuar o choque de ondas sonoras (Shinko, 1998).

- Indústria biomédica: titânio ou ligas de cromo-cobalto são utilizados como próteses ou implantes devido a sua bio-compatibilidade. Conhecendo a relação entre o módulo de Young (dental ou ósseo) e a densidade da espuma metálica, um implante pode ser facilmente produzido com o módulo adaptado. Assegurar a bio-compatibilidade e estimular o crescimento do osso dentro de uma porosidade aberta são as vantagens da utilização de materiais celulares (Wheeler, 1983). Espumas de magnésio também podem ser usadas como implantes bio-degradáveis, servindo como estrutura básica para o crescimento ósseo, sendo gradualmente absorvido pelo organismo com o passar do tempo (Niemeyer, 1999).

2.2. Caracterização de materiais celulares

Materiais celulares são caracterizados quanto à sua estrutura, que compreende a arquitetura de poros e microestrutura de paredes metálicas e quanto às suas propriedades físicas e mecânicas.

A estrutura celular das espumas metálicas requer a tomada de precauções especiais para sua caracterização e ensaio uma vez que, em geral, apresenta paredes de células frágeis. A estrutura é geralmente examinada por microscópio óptico, microscópio eletrônico de varredura (MEV) e tomografia de raios-X (Ashby, 2000).

Estruturas celulares nas quais células adjacentes são separadas por paredes ou faces são chamadas de espumas ou metais de célula fechada; esponjas ou metais de células abertas são

permeáveis. Esta classificação não deve ser tomada ao pé da letra, pois espumas podem conter células abertas por rompimento de suas paredes e, por outro lado, esponjas podem conter células fechadas por colapso de suas paredes. Para modelo da caracterização de células, é conceitualizada uma unidade espacial de uma estrutura ideal, como apresentado na Figura 2.5. Do ponto de vista geométrico, a estrutura celular é formada por um esqueleto de arestas de células que se unem em vértices (Degischer, 2002).

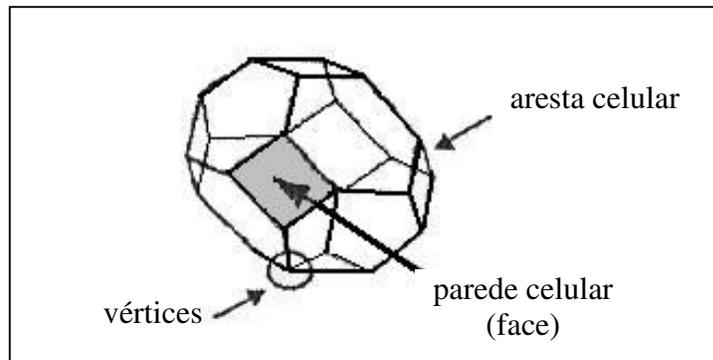


Figura 2.5 – Unidade espacial de uma estrutura ideal (célula de Kevin) mostrando as faces, arestas e vértices (Degischer, 2002).

Métodos típicos de metalografia são utilizados para a caracterização estrutural de células em metais porosos. Métodos ordinários como microscopia ótica e análise quantitativa de imagens dão informações sobre tamanho de poros, espessuras das paredes das células e correlação com as vizinhanças. Pode-se concluir que a análise estrutural é um fator chave para a determinação de suas propriedades e a base da pesquisa com metais celulares. São procuradas relações entre sua estrutura e a técnica de processamento utilizada (Degischer, 2002).

2.2.1. Arquitetura de poros

Segundo Degischer (2002), a forma e o arranjo das células são chamados de estrutura geométrica ou arquitetura. Em alguns metais celulares a arquitetura geométrica pode ser observada visualmente, uma vez que a escala das dimensões das células pode variar de alguns décimos de milímetro a alguns centímetros. Para a aquisição de imagens da aparência externa

da estrutura geométrica pode-se utilizar de câmera de vídeos a escaneamento comum. Mesmo se o tamanho dos poros ou células for uniforme e os poros arranjados regularmente, esta informação não é suficiente para descrever um metal celular. Além disso, os poros podem ter orientações preferenciais.

Devido às características estruturais discutidas anteriormente, dois conjuntos de parâmetros devem ser definidos, na caracterização da arquitetura de um material celular. Um descreve as características de cada poro individualmente, tais como tamanho, forma ou orientação e o outro caracteriza as propriedades topológicas do material celular, tais como: arranjo e relação com a vizinhança. Para cada um destes conjuntos de características é possível definir certo número de quantidades estruturais (Degischer, 2002).

O impacto nas propriedades mecânicas é diferente para cada característica estrutural. Foi mostrado que o tamanho das células em espumas de carbono tem influência no esforço de compressão, mas não na rigidez ou resistência a fratura (Brezny, 1990).

2.2.2. Propriedades físicas

Os materiais celulares possuem algumas propriedades físicas importantes, tais como: densidade aparente, comportamento acústico e comportamento térmico.

- DENSIDADE APARENTE:

Uma das características estruturais mais significativas de materiais celulares parece ser a distribuição dos poros. Há uma clara relação entre densidade relativa (densidade do material celular/ densidade do material maciço), módulo de rigidez e o comportamento em compressão (Gibson, 1997).

Segundo Degischer (2002), a base para qualquer especificação de um material celular é o valor de sua densidade aparente, que pode ser obtida em uma estimativa simples pela

pesagem de uma amostra de volume conhecido; já um resultado mais apurado pode ser obtido usando o princípio de Arquimedes.

Estudos mostram que quanto maior a fração do volume dos poros num material celular, menor será a densidade do material. Portanto, a fração do volume dos poros parece ser uma medida significativa, mas que não fornece informações relevante sobre o arranjo, tamanho ou forma dos poros. Por exemplo, dois tipos de materiais celulares podem ter a mesma densidade, mas um deles pode apresentar um ou dois poros grandes, que representa a maior parte do volume da fração gasosa, enquanto o outro, fabricado, por exemplo, pelo método da replicação, pode consistir de uma rede quase uniforme de pequenos poros (Degischer, 2002).

A Tabela 2.1 apresenta valores típicos de porosidade obtidos em metais celulares produzidos por diferentes processos.

Tabela 2.1 – Exemplos de porosidades típicas obtidas em metais celulares produzidos por diferentes processos (Banhart, 2001).

Categoria	Processo	Porosidade oferecida [%]	Metais (exemplo)	Disponível comercialmente
Processo no estado líquido	Espumagem direta pela injeção de gás	80 - 97,5	Al, Zn	Sim
	Espumagem direta com agente espumante	91 - 93	Al, Zn	Sim
	Fundição em molde removível	80 - 97	Al, Zn	Sim
	Fundição com uso de agente bloqueador	< 65	Al, Zn, Pb, Cu	Sim
	Fundição de pós compactados	60 - 90	Al, Zn, Pb	Sim
Deposição de vapor	Deposição de vapor	93 - 97,5	Ni, Ni-Cr, Cu	Sim

- COMPORTAMENTO ACÚSTICO:

A presença de grande quantidade de vazios cercados por paredes não orientadas, torna o material celular interessante para aplicações de proteção acústica.

As propriedades de absorção acústica para espumas de alumínio poroso dependem principalmente de propriedades como: porosidade, morfologia dos poros, tamanho dos poros e resistência ao fluxo de ar (Han, 2003). Podem ser distinguidos três casos básicos de aplicação:

- Como material para isolação de sons;
- Como material para absorção de sons;
- Como material para amortecimento de sons.

- COMPORTAMENTO TÉRMICO:

Materiais celulares também apresentam interessantes propriedades térmicas. A Tabela 2.2 apresenta estas propriedades para algumas espumas metálicas disponíveis no mercado.

Pode-se observar pela gama de materiais celulares disponíveis no mercado que os mesmos podem apresentar propriedades semelhantes, quanto ao seu valor, a da liga A2011 em sua forma maciça, com uma grande diferença para a condutividade térmica, onde o material celular pode apresentar uma redução nesse valor de 93 e 99,9%, o que mostra o grande potencial que esse produto tem para utilização com isolante térmico.

Tabela 2.2 – Valores das propriedades térmicas para algumas espumas metálicas encontradas no mercado de ligas de Alumínio (Ashby, 2000).

Propriedade [unid], símbolo	<i>Cymat</i>	<i>Alulight</i>	<i>Alporas</i>	<i>ERG</i>	<i>Inco</i>	<i>Al-liga (A2011)</i>
Material	Al-SiC	Al	Al	Al	Ni	Al-Cu
densidade relativa [-]	0,02-0,2	0,1-0,35	0,08-0,1	0,05-0,1	0,03-0,04	1 ($d=2,82\text{g/cm}^3$)
Estrutura	célula fechada	célula fechada	célula fechada	célula aberta	célula aberta	maciça
Calor específico [J/kg*K], cp	830-870	910-920	830-870	850-950	450-460	864
Condutividade térmica [W/m.K], λ	0,3-10	3,0-35	3,5-4,5	6,0-11	0,2-0,3	152-173
Expansão térmica [$10^{-6}/\text{K}$], α	19-21	19-23	21-23	22-24	12-14	23
Calor latente [kJ/kg], L	355-385	380-390	370-380	380-395	280-310	

2.2.3. Propriedades mecânicas

- COMPORTAMENTO EM COMPRESSÃO:

Em compressão os metais celulares apresentam comportamento bastante típico: sua curva $\sigma \times \epsilon$ apresenta ampla faixa de deformação 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).

- COMPORTAMENTO EM TRAÇÃO:

O modo de deformação inicial do material celular sob esforço de tração é muito similar ao modo de deformação sob compressão, e consiste de flexão das arestas das células, em espumas de células abertas, e pela extensão e compressão das paredes das células, em espumas

de células fechadas. No estágio pós-escoamento, o mecanismo de deformação em tração diferencia significativamente do comportamento em compressão: a deformação é concentrada em regiões fracas do material celular e não são formadas bandas de deformação, exceto durante o estágio final de fratura. O mecanismo final de fratura depende da ductilidade do material do qual a espuma foi produzida (Degischer, 2002).

- COMPORTAMENTO EM IMPACTO:

Para a aplicação de metais celulares como absorvedores de impacto em sistemas de transporte, não é apenas importante sua capacidade de absorver energia, mas também, o seu comportamento em impacto. Nas altas taxas de deformações que podem ocorrer em situações de choque, as propriedades mecânicas da espuma podem ser distintas do comportamento em taxas de deformação mais convencionais. Neste caso, dois fatores devem ser levados em consideração: a massa de inércia das arestas e paredes celulares, bem como a pressão e o fluxo do gás dentro das células, no caso de células fechadas. Ambos os efeitos podem aumentar a tensão aplicada no sistema, e por isso, o patamar de tensão provocando um aumento na taxa de deformação. Em estruturas de células abertas nenhum aumento significativo da tensão é observado para altas taxas de deformação em situação de choque, o que sugere a ausência de contribuição desse fator na tensão resultante (Dannemann, 2000).

A situação é diferente para espumas de células fechadas, porque algumas mostram um aumento da taxa de deformação. Na realidade, espumas de células fechadas são, em geral, estruturas não completamente fechadas porque frequentemente contêm alguns defeitos nas paredes celulares, ocasionados pelo processo de produção, ou gerados durante o processo de deformação, pelo rompimento das paredes celulares. O fluxo de gás entre as células passa por esses defeitos, dependendo da taxa de deformação; assim, a pressão de gás dentro da célula aumenta para uma alta velocidade de deformação e contribui para o aumento da tensão resultante no sistema (Paul, 2000).

Na Tabela 2.3 são apresentados valores de propriedades mecânicas importantes obtidas para materiais celulares encontradas comercialmente.

Tabela 2.3 - Valores das propriedades mecânicas de espumas comerciais (Ashby, 2000).

Propriedade [unid], símbolo	<i>Cymat</i>	<i>Alulight</i>	<i>Alporas</i>	<i>ERG</i>	<i>Inco</i>	<i>Al-liga (A2011)</i>
Material	Al-SiC	Al	Al	Al	Ni	Al-Cu
densidade relativa [-]	0,02-0,2	0,1-0,35	0,08-0,1	0,05-0,1	0,03-0,04	1 ($d=2,82\text{g/cm}^3$)
Estrutura	célula fechada	célula fechada	célula fechada	célula aberta	célula aberta	maciça
Módulo de elasticidade [GPa], E	0,02-2,0	1,7-12	0,4-1,0	0,06-0,3	0,4-1,0	26-70
Módulo de cisalhamento [GPa], G	0,001-1,0	0,6-5,2	0,3-0,35	0,02-0,1	0,17-0,37	0,22-0,24
Módulo de flexão [GPa], E_f	0,03-3,3	1,7-12,0	0,9-1,2	0,06-0,3	0,4-1,0	
Coefficiente de Poisson [-], ν	0,31-0,34	0,31-0,34	0,31-0,34	0,31-0,34	0,31-0,34	0,33
Tensão compressiva [Mpa], σ_c	0,04-7,0	1,9-14	1,3-1,7	0,9-3,0	0,6-1,1	

Observa-se pelos valores das propriedades obtidas para os materiais celulares disponíveis no mercado um comportamento parecido com o da liga A2011 em sua forma maciça, com uma grande diferença para o módulo de elasticidade, razão entre a tensão e a deformação quando a deformação é totalmente elástica, chegando a uma redução de 54 a 99,9% dependendo do material utilizado, o que leva a uma grande aplicação desse tipo de material para a absorção de impacto em diferentes situações.

2.2.4 – Técnicas de caracterização de metais celulares

2.2.4.1 – TESTES NÃO DESTRUTIVOS

Uma larga extensão de métodos não destrutivos são utilizados para caracterização de materiais e componentes celulares (Bray, 1997).

- Medidas de densidade: pode ser determinada pela pesagem da amostra e obtenção do seu volume usando o princípio de Arquimedes. Se a amostra a ser caracterizada não tiver a superfície externa fechada, a penetração do líquido dentro dos poros deve ser evitada pelo revestimento dessa superfície, por exemplo, com um filme de polímero. (Banhart, 2001).
- Penetração de corante: na prática ocorrem imperfeições da estrutura celular como consequência do processo de produção, como por exemplo, durante o resfriamento após a espumagem. Estas imperfeições podem abranger pequenos orifícios ou fendas na parede das células ou em sua superfície externa maciça. As técnicas de análise por líquido penetrante são ideais para detectar tais superfícies defeituosas (Bray, 1997).
- Tomografia computadorizada de raios-X: as imagens de uma amostra são tiradas em um grande número de direções, freqüentemente pela rotação e translação da fonte e do detector em volta da amostra, como apresentado na Figura 2.5. Das várias imagens obtidas para qualquer ponto do objeto, pode-se reconstruir matematicamente a densidade local (Sypeck, 1998). Tomógrafo médico ou técnico são obviamente muito mais limitados em tolerâncias de resolução, que os utilizados para microtomografia, que são cerca de 0,7 ou 0,1mm, respectivamente. Essa baixa resolução, entretanto, é suficiente para o controle da qualidade do componente celular ou simplesmente para detectar regiões sólidas e vazias de espumas metálicas (Degischer, 1999).

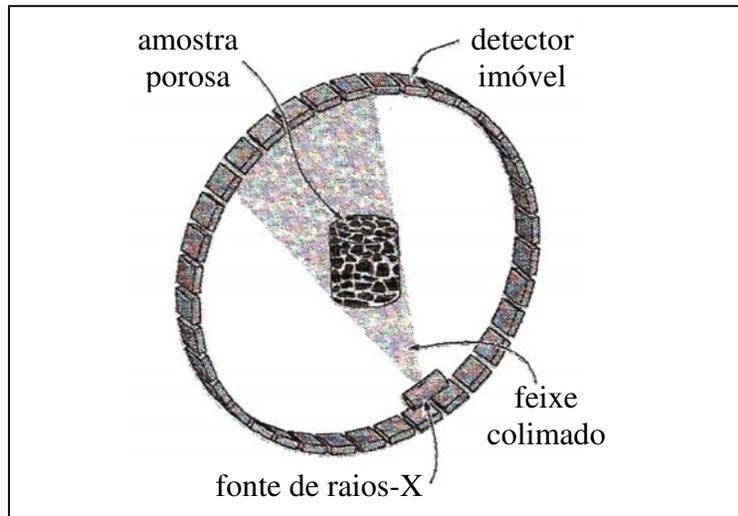


Figura 2.6 – Representação esquemática da técnica de tomografia computadorizada de raios-X para análise de materiais celulares (Sypeck, 1998).

- Medida acústica: a capacidade de absorção de som em materiais porosos é geralmente medida em um tubo de impedância, que permite uma rápida e precisa medida. Uma amostra circular do material a ser ensaiado é colocada numa das extremidades do tubo de impedância. Um emissor/detector sonoro é posicionado na outra extremidade para a medição relativa do som emitido e som recebido de volta após atingir a amostra. Para a frequência acústica habitual é necessário o uso de um tubo com aproximadamente 60 cm de comprimento e 30 ou 100 mm de diâmetro, usados para alta ($\geq 0,8$ kHz) e baixa frequência ($\leq 1,6$ kHz), respectivamente (DIN, 1963).

2.2.4.2 – TESTES DESTRUTIVOS

- Testes de corrosão: segundo Von Hagen (1999) componentes celulares ou painéis mistos de material celular e material maciço, tipo sanduíches, são caracterizados em um programa de testes que consistem de 10 ciclos de 7 dias: inicialmente a amostra passa por um turno de 24 horas de exposição à espuma de sal, seguindo para 96 horas em umidade variável e por fim 48 horas em temperatura ambiente e umidade normal (23°C, 50%).

- Testes mecânicos: são indispensáveis para a caracterização de materiais celulares para aplicações estruturais. Os métodos de caracterização são, em princípio, os mesmos utilizados para outros materiais não celulares. Entretanto, algumas vezes modificações no procedimento do teste devem ser necessárias, por conta da específica natureza do material celular (Banhart, 2001), como por exemplo, a fragilidade de paredes de células.

2.3. Processos de fabricação de metais celulares

Segundo Ashby (2000), apenas cinco processos de produção de metais celulares são explorados em escala comercial. Cada método pode ser usado para uma pequena gama de metais, na produção de um material poroso com limitada variedade de densidades relativas e tamanho de poros. Estes métodos comerciais são:

- Borbulhamento direto do gás através do metal fundido (Al, Mg);
- Mistura de agente espumante à liga líquida e o controle da pressão no produto durante o resfriamento (Al);
- Aquecimento do agente precursor (compactado de pó metálico com pó do agente espumante) até temperaturas próximas da temperatura de fusão do metal, quando o agente espumante libera hidrogênio, expandindo o material (Al, Zn, Fe, Pb, Au);
- Fabricação de um molde cerâmico a partir de uma espuma de cera ou polímero, aquecimento do molde para eliminação da espuma precursora e infiltração com pressão do metal líquido (Al, Mg, Ni-Cr, aço inoxidável, Cu);
- Deposição da fase vapor do metal em uma espuma precursora de polímero que é subsequentemente queimada, obtendo um material celular de arestas ocas (Ni, Ti).

Além dos processos comerciais, existem várias maneiras de se produzir materiais celulares, que podem ser classificadas de acordo com o estado em que o metal é processado.

Podem ser definidas quatro “famílias” de processos, segundo apresentado esquematicamente na Figura 2.7 (Banhart, 2001).

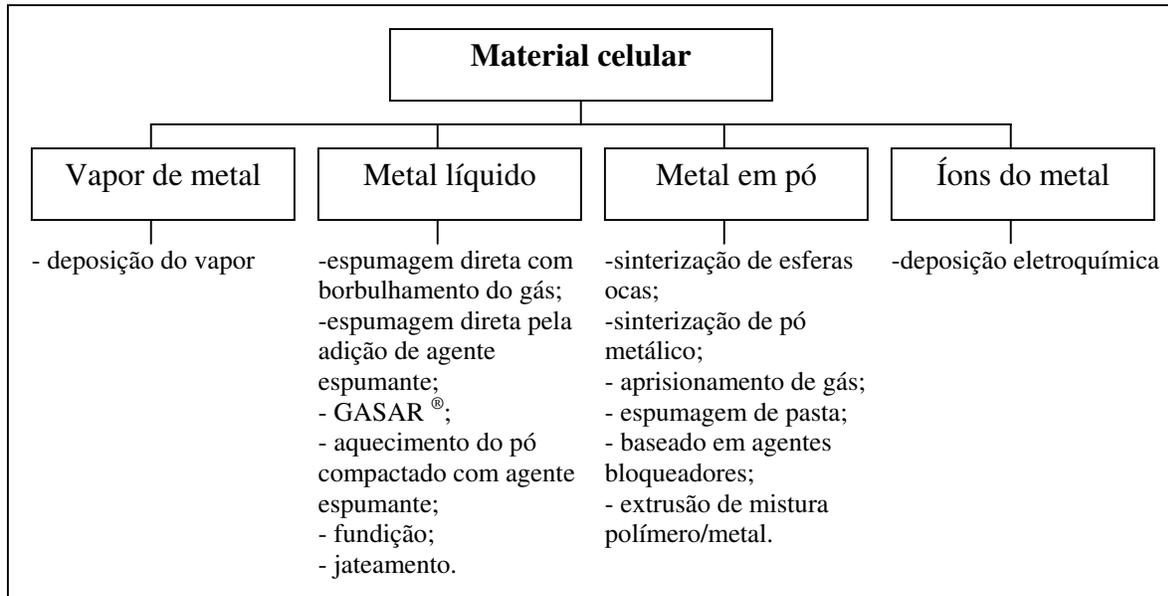


Figura 2.7 – Esquema representativo de famílias de processos para produção de material celular metálico (Banhart, 2001).

Em seguida são apresentados os processos mais conhecidos e investigados.

2.3.1. Deposição de vapor metálico

Uma espuma de material polimérico pode servir como modelo sobre o qual a liga metálica pode ser depositada pela decomposição química do vapor (CVD), pela evaporação ou eletrodeposição. No processo INCO, níquel é depositado pela decomposição de carbonilo de níquel, $Ni(CO)_4$, sobre uma espuma polimérica. Uma ilustração esquemática do processo é mostrada na Figura 2.8: um polímero com células abertas é passado em um reator CVD onde o carbonilo de níquel é introduzido. Esse gás se decompõe em monóxido de carbono e Ni, a uma temperatura próxima de 100°C, recobrando toda a superfície do polímero. Após a deposição o conjunto, a casca de metal, com várias dezenas de micrômetros (μm) + polímero, é removido do reator e o polímero é removido por pós-aquecimento ao ar. Isso resulta em uma estrutura de material celular com paredes ocas. Uma subsequente etapa de sinterização é utilizada para adensar estas paredes (Ashby, 2000).

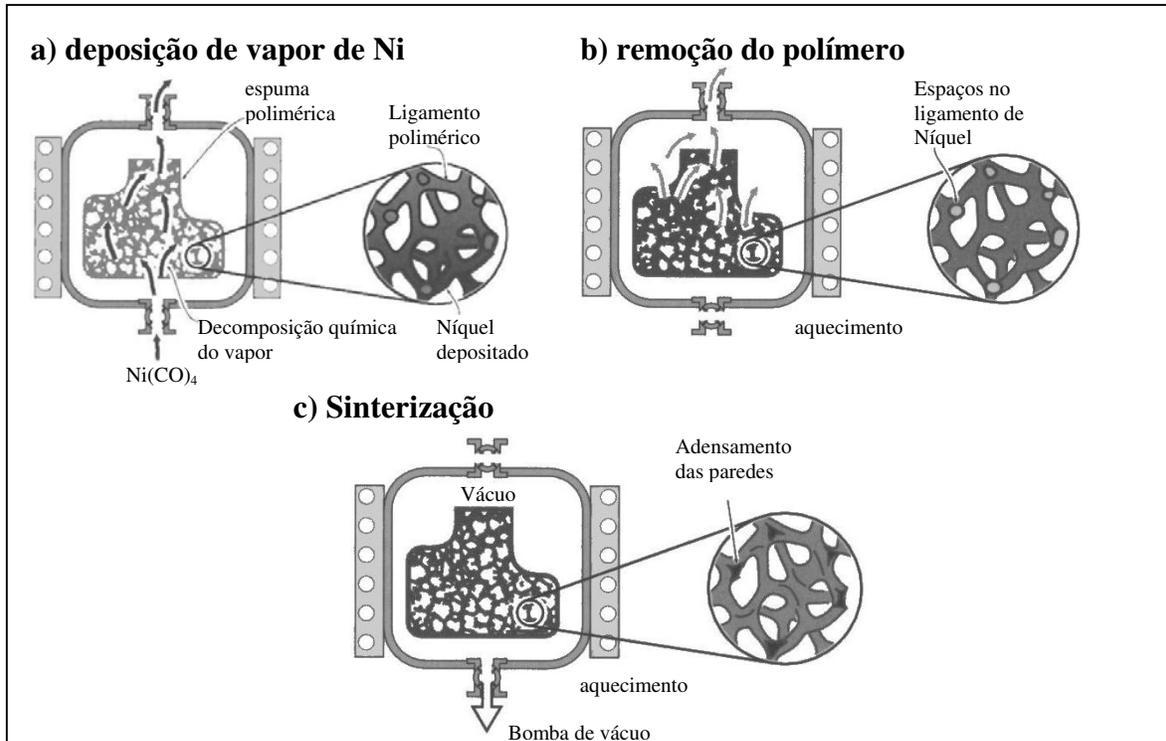


Figura 2.8 – Ilustração esquemática do processo CVD, utilizado para produzir espumas de células abertas de Níquel – Processo INCO (Ashby, 2000).

A espuma de Níquel produzida dessa maneira é comercializada pelo nome “Incofoam” em folhas com espessura acima de 3,3mm e morfologia como apresentada na Figura 2.9. A faixa de densidades obtida está entre $0,2-0,6g/cm^3$, com uma alta pureza - 99,97% (INCO, 2005).

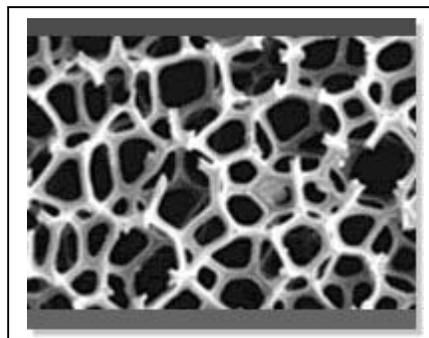


Figura 2.9 – Foto ilustrativa de uma espuma típica de Níquel com células abertas obtidas pelo processo INCO (INCO, 2005).

2.3.2. Espumagem direta com borbulhamento de gás

Segundo Jin (1999) a espumagem por borbulhamento de gás em ligas de Al líquido é atualmente explorada pela Hydro Aluminium, na Noruega, e pela Cymat Aluminium, no Canadá (o último usa o método e patente originalmente desenvolvida pela Alcan International).

A Figura 2.10, apresenta ilustrativamente o processo onde são utilizadas partículas de carboneto de silício, óxido de alumínio, óxido de magnésio para aumentar a viscosidade do líquido, por isso, a primeira etapa do processo requer a preparação do líquido contendo uma dessas substâncias. Nesta etapa podem ocorrer dificuldades relacionadas ao molhamento das partículas pelo líquido e a sua dispersão (Lloyd, 1991). O líquido é espumado, em uma segunda etapa, pela injeção de gases (ar, nitrogênio, argônio) utilizando um rotor especialmente projetado para criar finas bolhas de gás distribuídas uniformemente. É necessária a presença de fina dispersão de bolhas para a obtenção de produto com qualidade satisfatória. A mistura viscosa, composta pelas bolhas de gás e o pelo metal líquido, flutuam, formando uma espuma relativamente estável devido à presença de partículas cerâmicas. Esta espuma pode ser extraída da superfície do líquido por uma correia transportadora, e é então permitido seu resfriamento e solidificação. (Banhart, 2001).

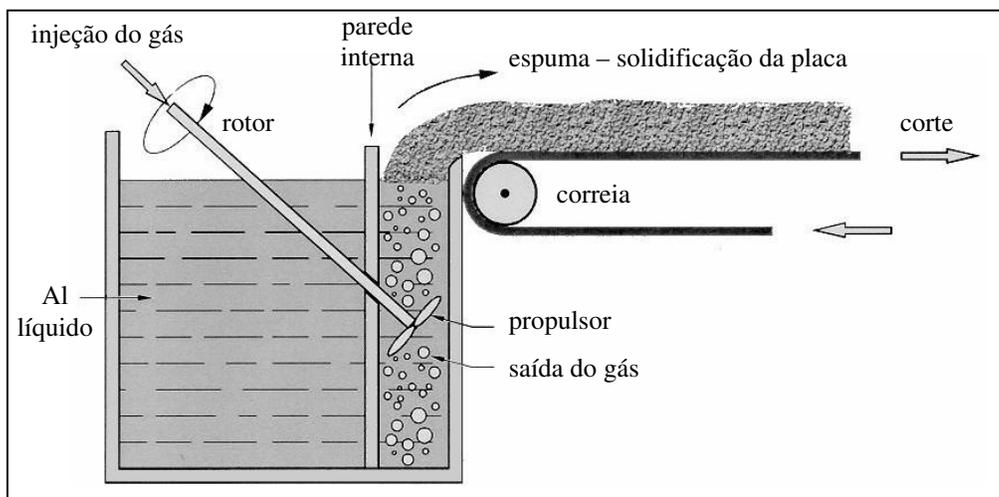


Figura 2.10 – Esquema ilustrativo do processo de espumagem direta do líquido pela injeção de gás (Asholt, 1999).

Segundo Wood (1997) esse processo é capaz de produzir placas com uma densidade relativa entre 2 e 20% ($0,05 - 0,55 \text{ g/cm}^3$) e seu aspecto geral pode ser observado na Figura 2.11. A companhia canadense Cymat - Co conta com instalações para a produção de 1000kg de espuma por hora, em placas de 1,5m de largura por espessuras entre 2,5 e 15 cm (Cymat, 1998). Hydro Aluminium produz pranchas com 70 cm de largura, 8 – 12 cm de espessura e comprimento maior que 2m, em uma linha de produção com capacidade de 500/600 Kg/h (Asholt, 1999).

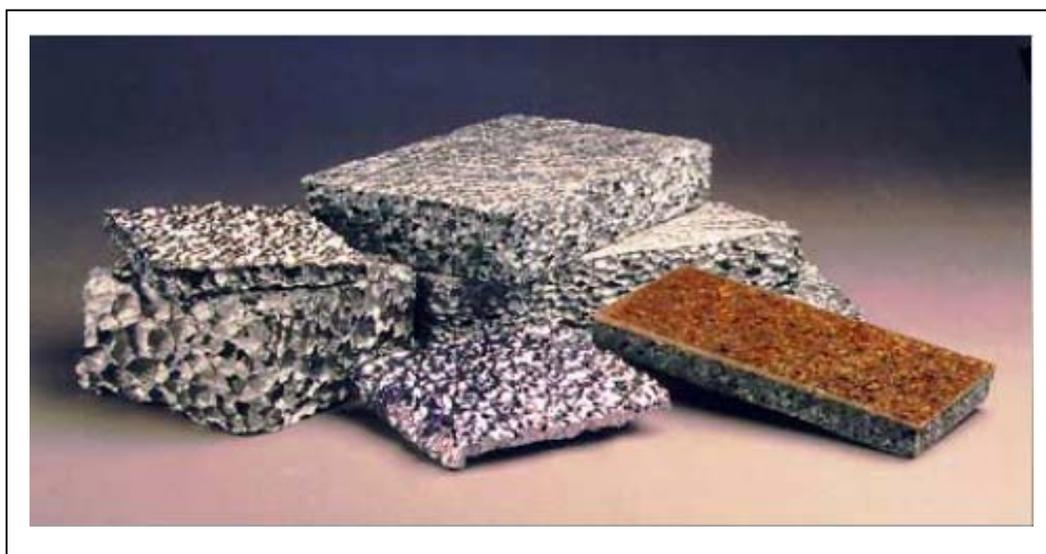


Figura 2.11 – Aspecto geral do produto obtido pela espumagem direta de gás dentro do metal líquido (NPL, 2000).

2.3.3. Espumagem direta pela adição de agente espumante

Segundo Elliot (1961) uma alternativa para espumagem de líquidos é a adição de agentes espumantes, substituindo a utilização do gás.

O agente espumante, sob a influência do calor, libera gases que provocam o processo de espumagem. O processo, é apresentado esquematicamente na Figura 2.12, tem sido utilizado em escala comercial desde 1986 pela Shinko Wire, Amagasaki, Japão, com volume de produção superior a 1.000Kg por dia. Nesta técnica, metal cálcio é adicionado ao banho de alumínio a 680°C , que é agitado durante vários minutos. A viscosidade do líquido aumenta

continuamente podendo chegar a 5 vezes sua viscosidade original, devido à formação de óxido de cálcio (CaO), óxido de alumínio-cálcio (CaAl_2O_4) ou mesmo intermetálicos (Al_4Ca). Teores entre 1,5 – 3% em peso de Ca são adicionados. Após a viscosidade ter alcançado o valor desejado, hidreto de titânio (TiH_2) é adicionado (tipicamente 1,6% em peso) como agente espumante, o qual se decompõe liberando gás hidrogênio. O líquido sofre expansão lenta e gradualmente formando espuma à pressão constante. Após lento resfriamento, é obtida a espuma sólida de alumínio, que pode ser retirada do molde. O processo de espumagem pode levar 15 minutos para uma partida típica (Miyoshi, 1998).

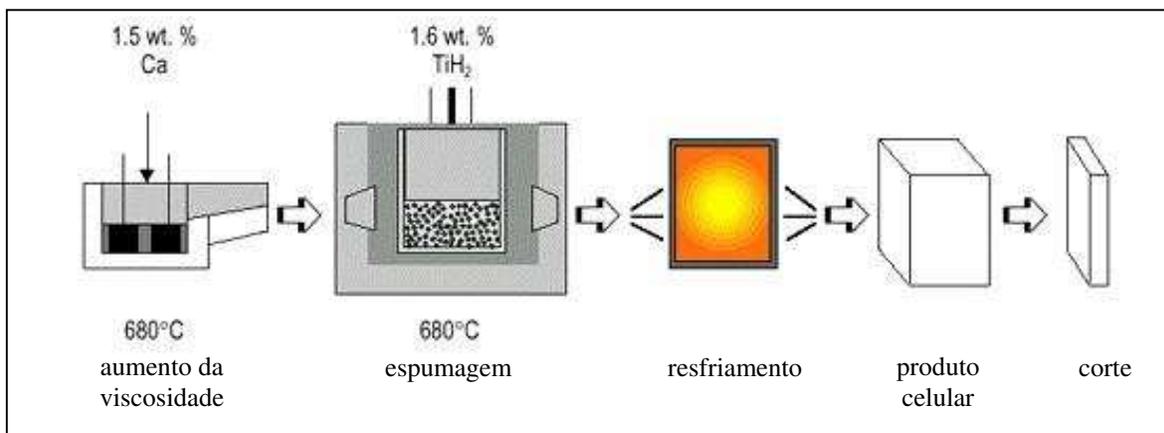


Figura 2.12 – Esquema simplificado do processo de produção de material celular pela adição de agente espumante (Miyoshi, 1998).

A espuma produzida por esse processo, de nome comercial “Alporas”, parece ser a mais homogênea espuma de alumínio correntemente utilizada, mas apresenta custo mais elevado que a obtida por adição direta de gás (Banhart, 2001). É um material ultra-leve com uma arquitetura de poros fechados e densidade entre $0,18 - 0,24 \text{ g/cm}^3$ (Degischer, 2002).

2.3.4. Fundição

2.3.4.1. FUNDIÇÃO EM MOLDE REMOVÍVEL

Esse processo, apresentado esquematicamente na Figura 2.13, utiliza espuma polimérica como modelo. A espuma polimérica de poros abertos é inicialmente preenchida com uma pasta de material refratário. Após a secagem do refratário, a espuma de polímero é removida

por aquecimento e o metal líquido é vazado no molde formado, produzindo uma réplica da estrutura original de espuma de polímero. A aplicação de pressão e o aquecimento do molde podem ser necessários para garantir o preenchimento completo das estreitas cavidades com o metal líquido. Após solidificação, o molde é rompido obtendo-se a estrutura metálica desejada, sendo uma réplica da espuma original. As dificuldades desse processo são: o completo preenchimento dos filamentos, controle da direção de solidificação e a remoção do material do molde sem danificar as finas paredes do material celular obtido (Banhart, 2001). É um processo laborioso e requer mão de obra especializada.

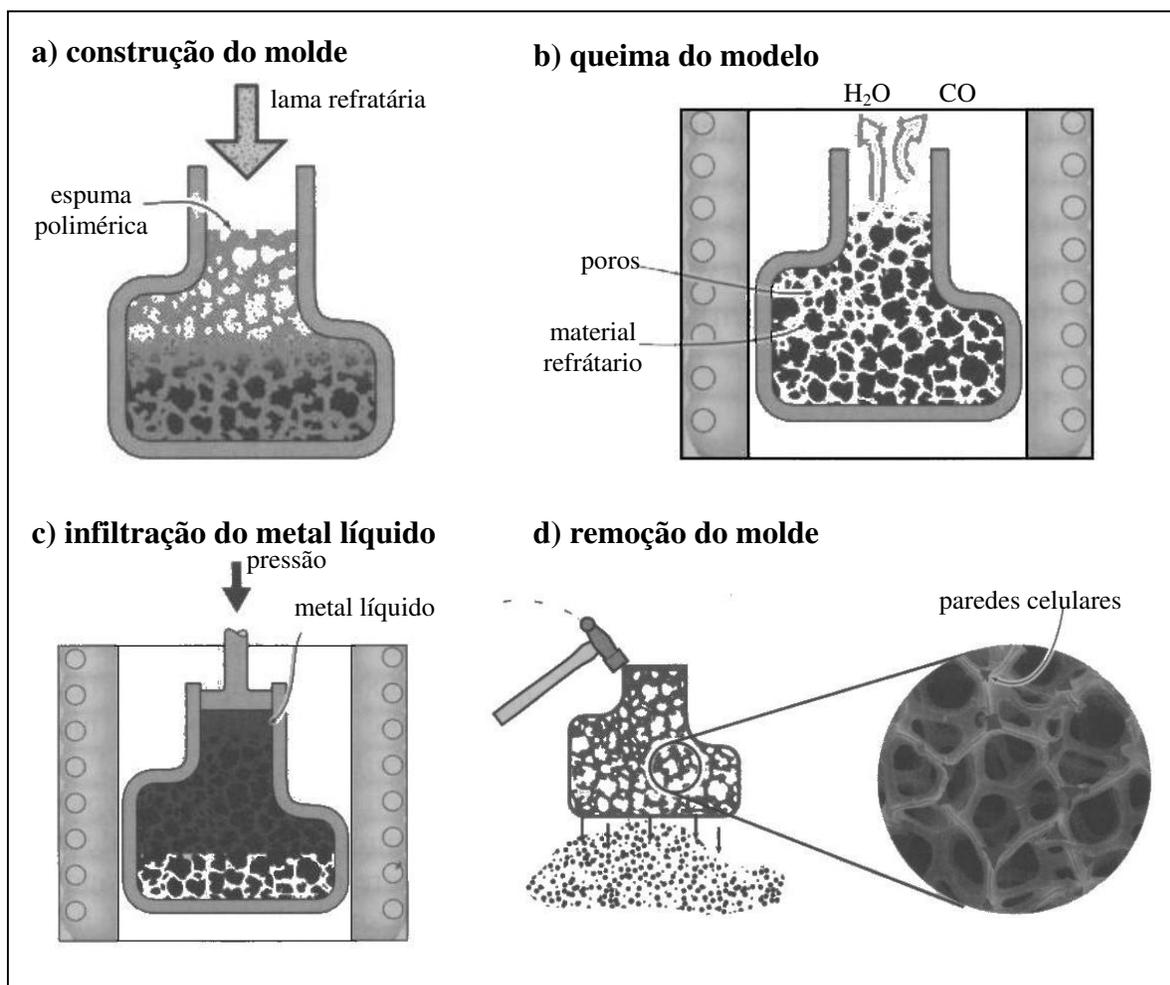


Figura 2.13 – Esquema ilustrativo da fundição em molde removível, utilizada para a produção de espumas de células abertas – processo “Duocel” (Ashby 2000)

A Figura 2.14 (a) apresenta estrutura típica de um alumínio celular produzido pela fundição em molde removível e em (b) produtos comercializados, pela ERG Co em Oakland, USA, com a marca “Duocel”.

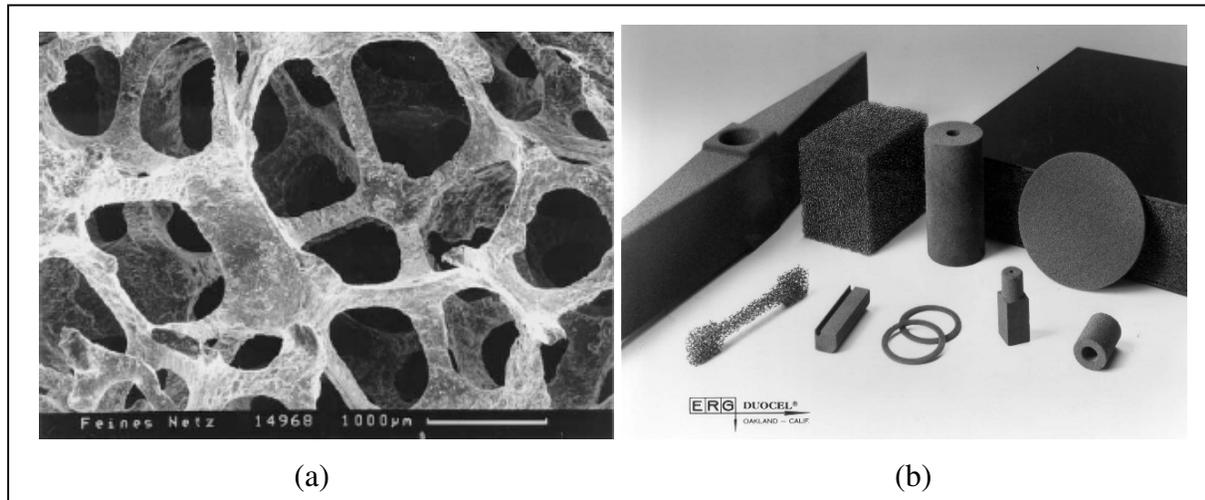


Figura 2.14 – (a) estrutura típica de um material celular e (b) aspecto geral dos produtos produzidos pela fundição em molde removível (ERG, 2005).

2.3.4.2. FUNDIÇÃO EM AGENTES BLOQUEADORES

Metais porosos podem ser produzidos pela solidificação do metal líquido ao redor de grãos ou esferas de materiais orgânicos ou inorgânicos, por processos conhecidos como fundição com agentes bloqueadores. A Figura 2.15 ilustra o processo. Se o bloqueador permanecer no produto metálico após a solidificação, o produto é chamado de “*syntactic foam*”; é o caso de metais porosos contendo pequenas esferas ocas de vidro em seu interior. Na maioria dos casos, no entanto, o agente bloqueador é removido do produto final por lavagem em solvente apropriado ou por volatilização.

Nesse processo, o sucesso do completo preenchimento do espaço entre bloqueadores, pelo metal líquido, depende da interconexão deste espaço, e da pressão imposta ao líquido. Esferas de argila, areia, vidro, óxidos, polímeros, sais solúveis, podem ser utilizados como partículas bloqueadores para a produção de metal poroso, por fundição.

No processo, a porosidade máxima possível de obtenção é limitada a valores abaixo de 80%. (Banhart, 2001).

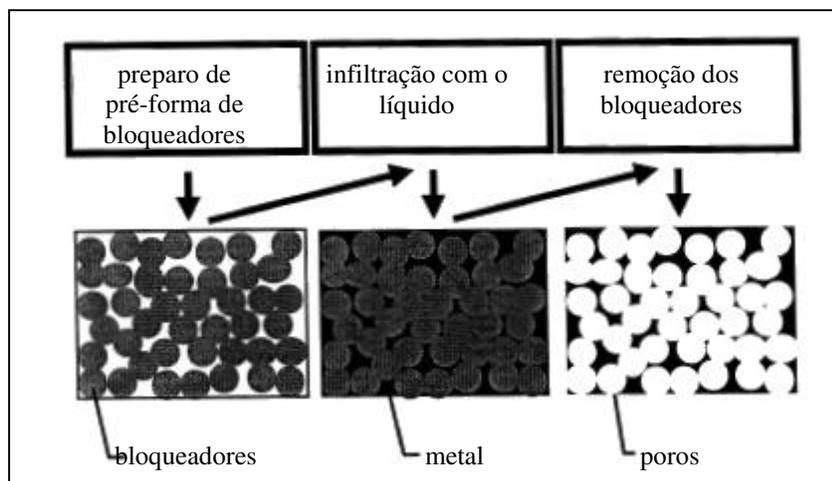


Figura 2.15 – Esquema representativo de processo de produção de material celular utilizando bloqueadores (Banhart, 2001).

2.3.5. Espumagem de mistura de pós compactados

Metais espumados podem ser produzidos por um método desenvolvido pelo Instituto Fraunhofer em Bremen, Alemanha (IFAM, 1999). A idéia fundamental para o processo é relativamente antiga, mas o método chegou a um nível de sofisticação somente recentemente, permitindo a produção de espumas ou componentes porosos com satisfatória qualidade (Banhart, 2001).

No processo, o agente espumante e o metal, ambos na forma de pós, são misturados e compactados em pré-forma que são posteriormente aquecidas. No aquecimento se processa a espumagem.

A técnica é apresentada esquematicamente na Figura 2.16: os pós do agente espumante e do metal ou liga são misturados, compactados por extrusão a frio, resultando em barras cilíndricas. Este material precursor é cortado em porções com volumes apropriados e aquecido dentro de moldes, à temperaturas superiores à *solidus*. Com o aumento da temperatura há

dissociação do agente espumante, liberando gases que se expandem no interior do líquido, originando o produto poroso. A espuma ocupa todo o volume do molde, resultando em componentes com a mesma geometria do molde e densidade relativa próxima de 0,08. A espuma apresenta células fechadas com diâmetros da ordem de 1 – 5mm (Ashby, 2000).

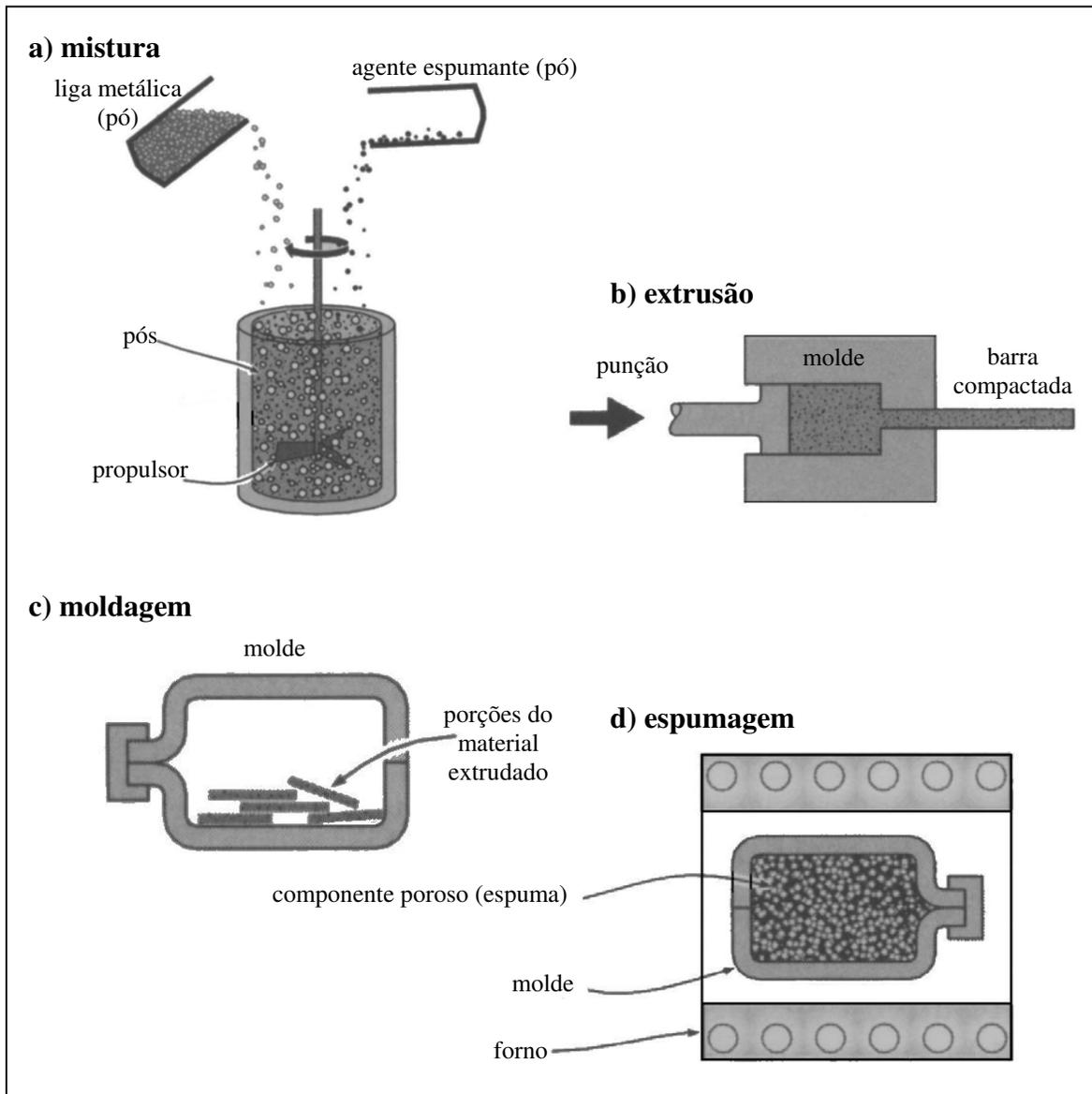


Figura 2.16 – Ilustração da seqüência de produção de espumas metálicas pelo aquecimento do agente precursor (compactado de pó metálico com pó do agente espumante) dentro do molde desejado – processo do Instituto Fraunhofer e “Alulight” (Ashby, 2000).

O agente espumante mais utilizado na fabricação de espumas de Al e ligas é o hidreto de titânio, TiH_2 ; sua decomposição em Ti e H_2 é iniciada a aproximadamente $465^\circ C$. O gás formado se expande, criando regiões de elevada pressão no interior do metal em fusão; a estabilidade das bolhas formadas depende de inúmeros fatores como a viscosidade do líquido e sua tensão superficial, pressão externa etc.

Para a produção de peças complexas Weise (2003) utiliza a tixofundição para a obtenção de material precursor com dimensões próximas das desejadas, como apresentado na Figura 2.17 - rota II. Neste caso, após a obtenção do compactado de pós pela aplicação de pressão isostática a frio, o mesmo passa por um aquecimento em forno de indução até atingir o estado semi-sólido e é então injetado em molde com geometrias complexas.

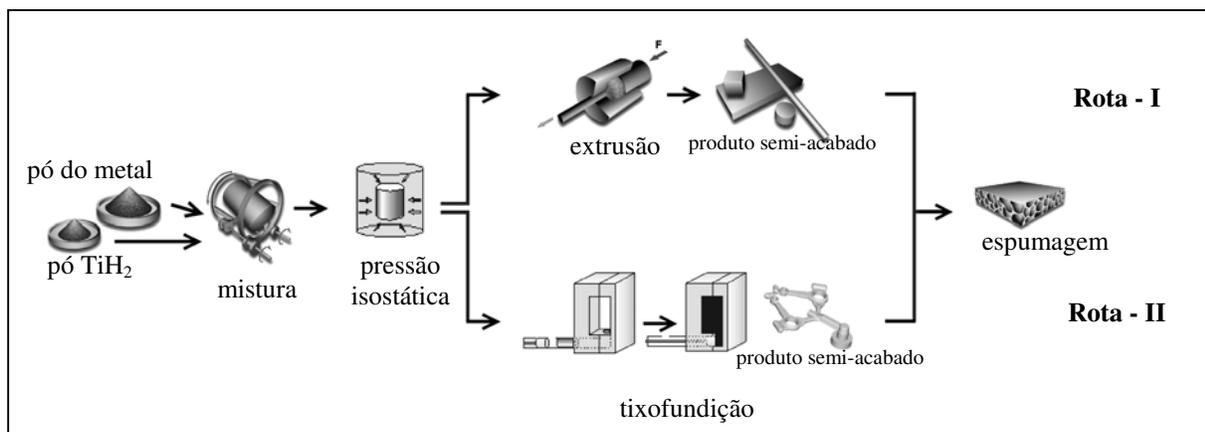


Figura 2.17 – Comparação das etapas de produção de material celular pela compactação do pó e extrusão, rota I, e tixofundição, rota II (Weise, 2003)

Segundo Weise (2003) a tixofundição produz um agente precursor com isotropia microestrutural que resulta em uma melhor uniformidade na dispersão do agente espumante. É apresentado na Figura 2.18 a estrutura dos poros formados, que é semelhante aos obtidos pela espumagem de precursor extrudado, mas nesse caso o produto obtido está próximo de suas dimensões finais (*near net shape*).



Figura 2.18 – Formas complexas obtidas pela utilização da tixofundição, em detalhe a uniformidade dos poros obtidos (Weise, 2003).

Como visto, a tecnologia de metais celulares é bastante recente e, embora já existam produtos comerciais no mercado, os processos de fabricação envolvidos são muitas vezes complexos e de difícil controle. No entanto, as atuais e potenciais aplicações de metais celulares justificam maiores pesquisas e desenvolvimentos que possibilitem a sua produção e utilização de maneira a explorar com eficiência suas propriedades.

Capítulo 3

Procedimentos Experimentais

Os itens que se seguem apresentam os procedimentos experimentais, bem como os materiais e equipamentos utilizados no desenvolvimento da pesquisa.

3.1. Liga utilizada

O material utilizado foi a liga de alumínio comercial A2011, cuja composição química básica, segundo o Metals Handbook (ASM, 1993), é Al-5,5% em peso de Cu. Para a seleção desta liga foram considerados alguns fatores essenciais, levando em consideração os objetivos desse trabalho. Os fatores essenciais que justificam a utilização da liga são:

- a) apresenta um razoável intervalo de temperaturas entre as linhas *solidus* e *liquidus*, valor que permite um adequado controle dos parâmetros operacionais durante o processo no estado semi-sólido;
- b) apresenta fases de fácil identificação, o que permite uma melhor caracterização metalúrgica do produto;
- c) apresenta utilização comercial, principalmente na indústria automobilística, por apresentar boa característica de usinagem (Polmear, 1981) e propriedades mecânicas;
- d) apresenta boa resposta ao tratamento de solubilização e envelhecimento, que permite melhoria em suas propriedades.

A liga foi adquirida no mercado, como barras extrudadas com diâmetro de 44,5mm.

3.1.1. Composição química

A análise química da liga utilizada, feita por espectrometria de emissão atômica, foi realizada pela empresa ALCOA DO BRASIL S/A. Os valores obtidos estão apresentados na Tabela 3.1.

Tabela 3.1. – Composição química da liga A2011 utilizada (% em peso)

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

3.1.2. Diagrama de fases

O diagrama de fases completo da liga Al-Cu é apresentado na Figura 3.1 (a), enquanto em (b) é apresentado detalhe para elevado teor de Al. Pode-se observar a presença de uma reação eutética para o teor de 33,2%Cu; observa-se também que a liga utilizada apresenta teor de Cu muito próximo ao limite de solubilidade do Cu no Al, ou seja, 5,65%, em condições de equilíbrio.

A liga de trabalho deve apresentar, à temperatura ambiente, em condições de solidificação em equilíbrio, as fases primárias α , contendo no máximo 0,19%Cu e a segunda fase do intermetálico CuAl_2 , denominado fase θ , contendo 53,2%Cu, formado por precipitação no estado sólido.

Durante a solidificação, a liga deve apresentar somente a fase primária α , usualmente com morfologia dendrítica.

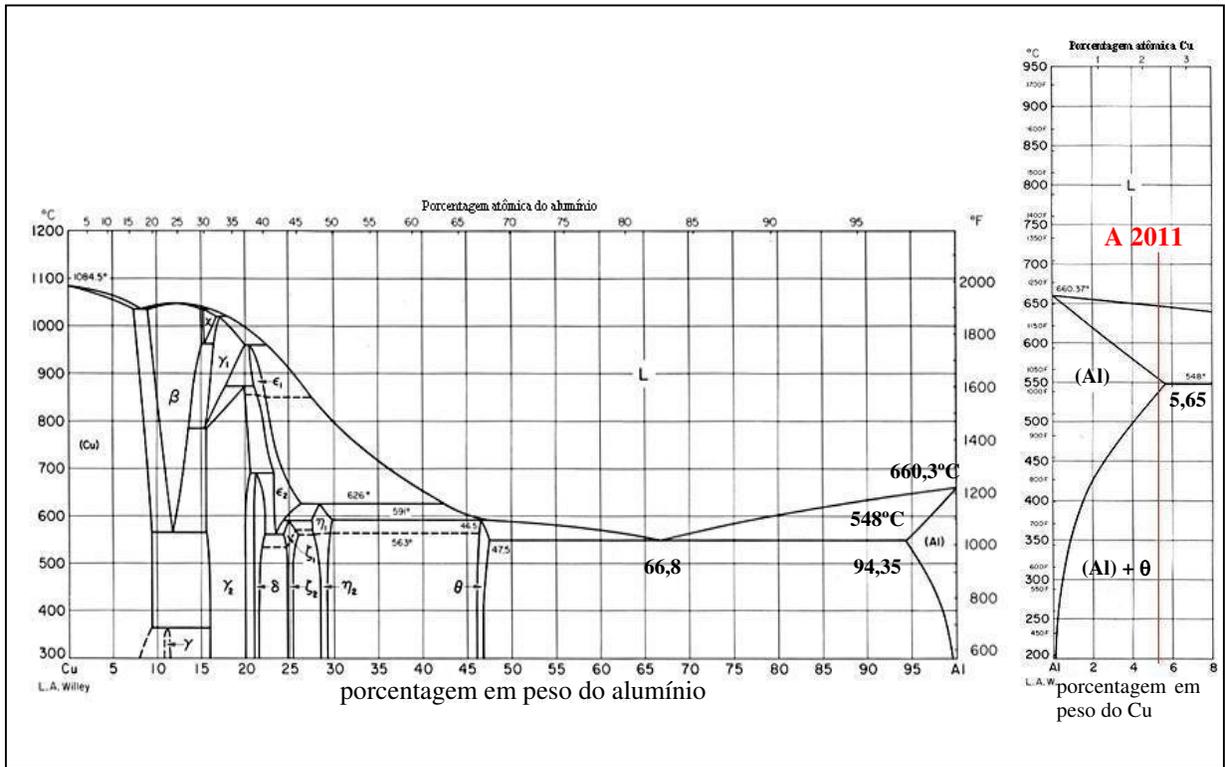


Figura 3.1 – (a) Diagrama de fases completo da liga Al-Cu; (b) detalhe para a liga utilizada A2011 (Infomet, 2005).

3.1.3. Intervalo de solidificação

Para o trabalho no estado semi-sólido, é fundamental que se conheça previamente os limites de temperatura correspondentes às linhas *liquidus* e *solidus* da liga; para tanto foram utilizados os ensaios: curva de resfriamento durante a solidificação convencional e curva de resfriamento e aquecimento por Análise Térmica Diferencial (ATD). A realização do ATD tem como finalidade uma apuração precisa das temperaturas de transformações de fases da liga. O ensaio foi feito em um equipamento da marca NETZCH modelo STA 409, um controlador modelo TASC 414/x acoplado a placa analógica digital modelo IEEE 488, que permite o processamento automático dos dados dos sinais de diversos ensaios através do software NETZSH TA. Os ensaios foram realizados com duas distintas taxas de aquecimento e resfriamento, repetidos três vezes em cada condição.

A Figura 3.2 apresenta um gráfico típico dos resultados desta análise, onde a curva 1 corresponde aos ciclos térmicos realizados e a curva 2 corresponde ao histograma energético ou de variação de fluxo de calor \times temperatura, durante o aquecimento e o resfriamento da liga. Podem ser observados na curva 2 os picos endotérmicos e exotérmicos indicativos de absorção e liberação de energia em cada ciclo realizado.

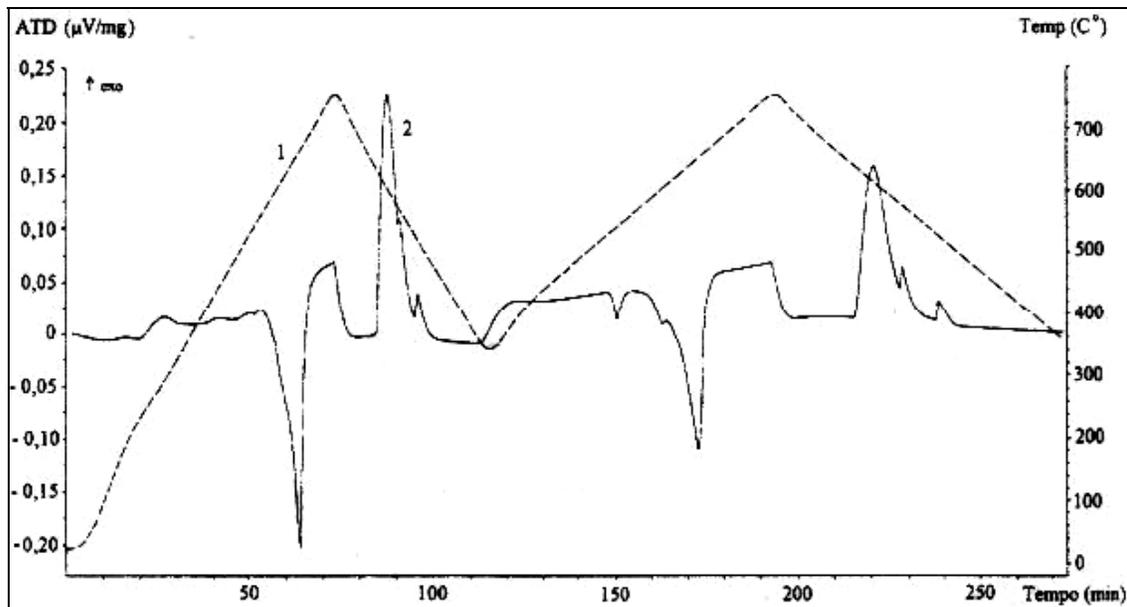


Figura 3.2 – Curva de análise térmica diferencial da liga A2011 utilizada, feita por Rovira (2001).

Para maior precisão dos resultados das temperaturas de transição de fase, foram ampliados os intervalos correspondentes aos picos endotérmicos e exotérmicos das curvas obtidas na análise térmica diferencial, como mostra a Figura 3.3, dos quais se obtém temperatura *solidus* de $612 \pm 2^\circ\text{C}$ e temperatura *liquidus* de aproximadamente $638 \pm 2^\circ\text{C}$.

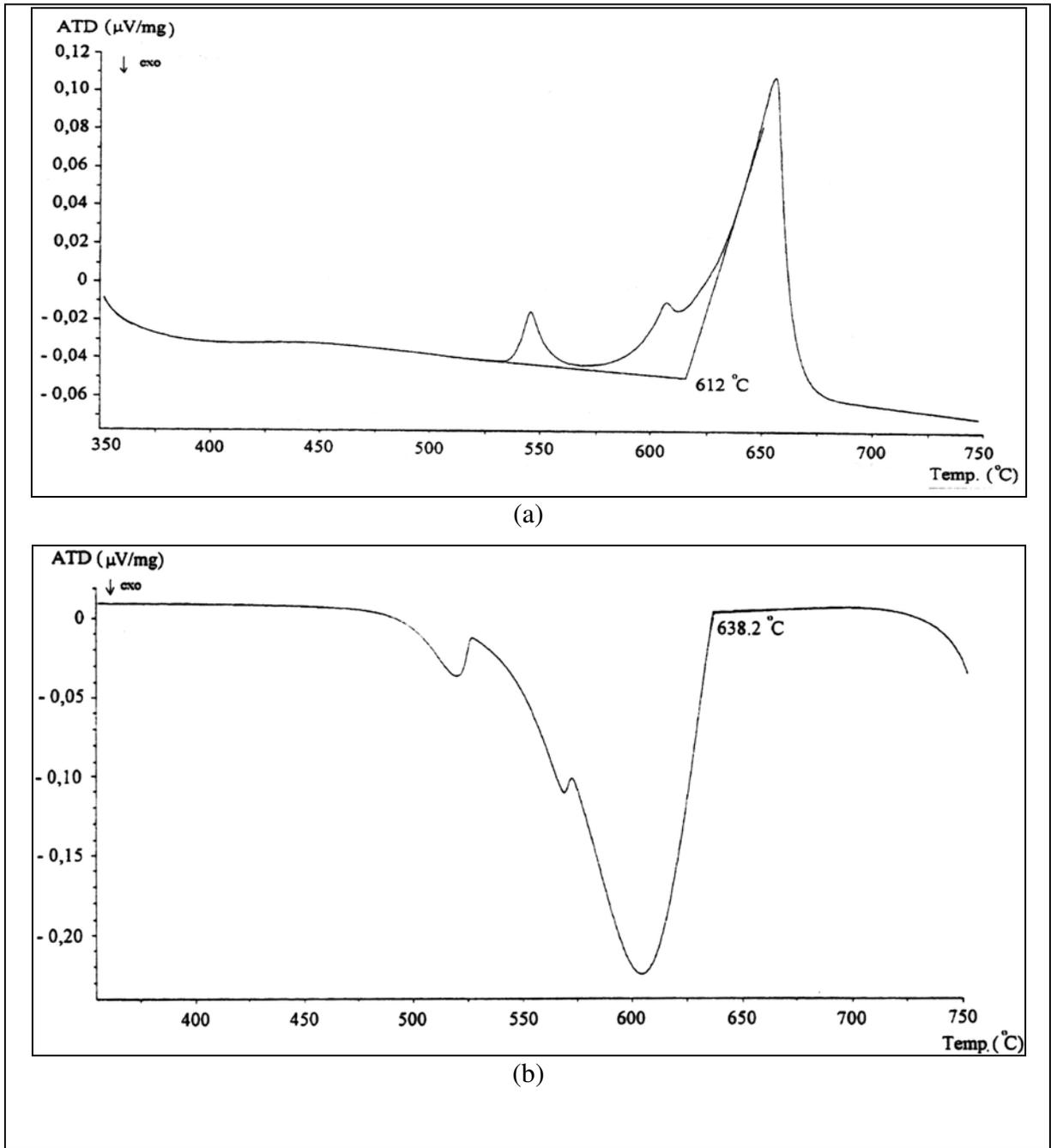


Figura 3.3 – Ampliação dos picos da curva obtida como resultado da análise térmica diferencial da liga Al-5,3%Cu, velocidade de aquecimento/resfriamento 5°C/min; (a) pico endotérmico; (b) pico exotérmico.

A curva de resfriamento simples (Temperatura *versus* tempo) durante a solidificação fornece, no entanto, resultados mais próximos às condições normais de resfriamento. A curva T_{xt} é apresentada na Figura 3.4; observa-se uma temperatura *liquidus* de aproximadamente 638°C e uma temperatura *solidus* de 614°C.

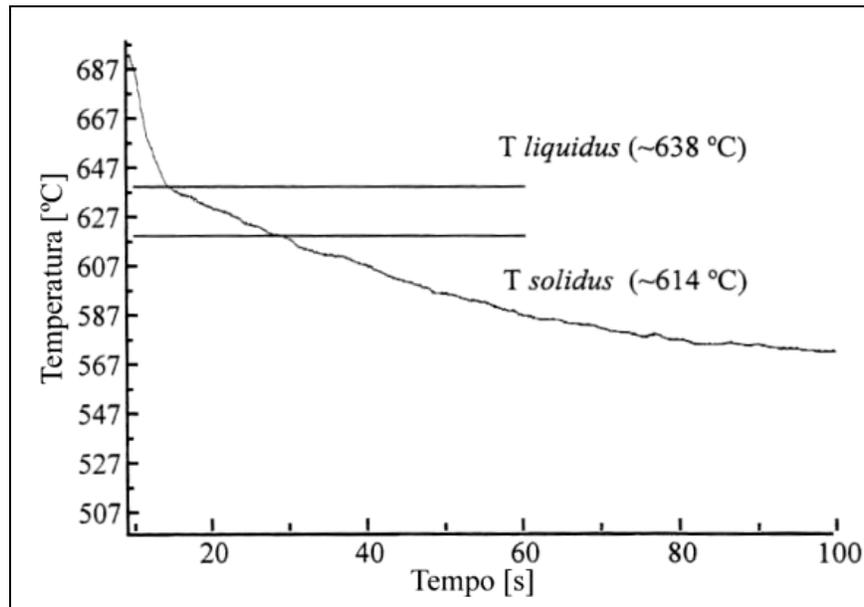


Figura 3.4 – Curva de resfriamento da liga Al-5,3%Cu utilizada, feita por Rovira (2001).

Percebe-se que os valores obtidos através da curva de solidificação Temperatura *versus* tempo e o ensaio ATD, são similares, mas não exatamente iguais. Isso se deve ao fato da análise térmica diferencial ser realizada em condições de aquecimento e resfriamento lentas, ou seja, em condições próximas ao equilíbrio, enquanto a solidificação na prática ocorre em condições distintas.

3.1.4. Microestrutura

Foi analisada a microestrutura da liga de alumínio A2011 utilizada como matéria prima para obtenção de material celular, no seu estado como recebido, isto é, extrudado.

A situação original da microestrutura deve ser conhecida para definição dos parâmetros de tixofundição a serem utilizados. Se a estrutura é grosseira, deve-se minimizar o tempo de

aquecimento e retenção à elevada temperatura, para evitar excessivo crescimento de glóbulos na pasta tixofundida. Também é importante a análise da homogeneidade da microestrutura original, para a avaliação de possíveis heterogeneidades na estrutura tixofundida a ser produzida.

A barra utilizada para confeccionar as amostras foi seccionada no sentido transversal para observar o tamanho de grãos nesta seção e sua dispersão ao longo da amostra em três regiões: (a) próximo à superfície, (b) região intermediária, (c) no centro geométrico do cilindro. Essas seções foram preparadas por lixamento com seqüência de lixas de carboneto de silício, utilizando água como lubrificante, nas granulometrias 180, 220, 320, 400, 600, 800, 1200. Na transição entre cada lixa, as amostras foram lavadas com água e sabão e rotacionadas de 90°. Para o polimento as amostras foram lavadas em água e sabão e submetidas à limpeza em ultra-som por 1 minuto, polidas com pasta de diamante com granulometria de 6 micrômetros, seguido de um acabamento em granulometria de 1 micrômetro. Entre cada etapa de polimento as amostras também foram submetidas à limpeza com água, sabão e ultra-som.

O reagente utilizado para ataque químico e visualização ao microscópio foi o KELLER, solução 1% de ácido fluorídrico (HF), 1,5% de ácido clorídrico (HCl), 2,5% de ácido nítrico (HNO₃) e 95% de água destilada (H₂O), durante 45 segundos. As imagens foram feitas utilizando um microscópio óptico NEOPHOT 55 e digitalizadas através do *software* residente LEICA Q 500 MC.

O diâmetro médio dos grãos foi medido usando o *software* IMAGE TOOL 3.0, em três direções, obtendo a média aritmética entre eles.

3.2. Caracterização do agente bloqueador utilizado

O agente bloqueador utilizado no trabalho foi o cloreto de sódio iodado (NaCl) comum, adquirido no mercado.

3.2.1. Classificação granulométrica

As partículas do agente bloqueador utilizado foram classificadas e separadas em 3 grupos de valores de granulometria.

Para a classificação granulométrica utilizou-se de um jogo de peneiras rotativas do fabricante IGV, apresentada na Figura 3.5. A mesma possui as seguintes malhas de seleção de dimensões de partículas: 3,15mm, 1,6mm, 1,0mm, 0,63mm, 0,4mm, 0,315mm, 0,2mm, 0,16mm, 0,1mm, 0,071mm, 0,063mm.

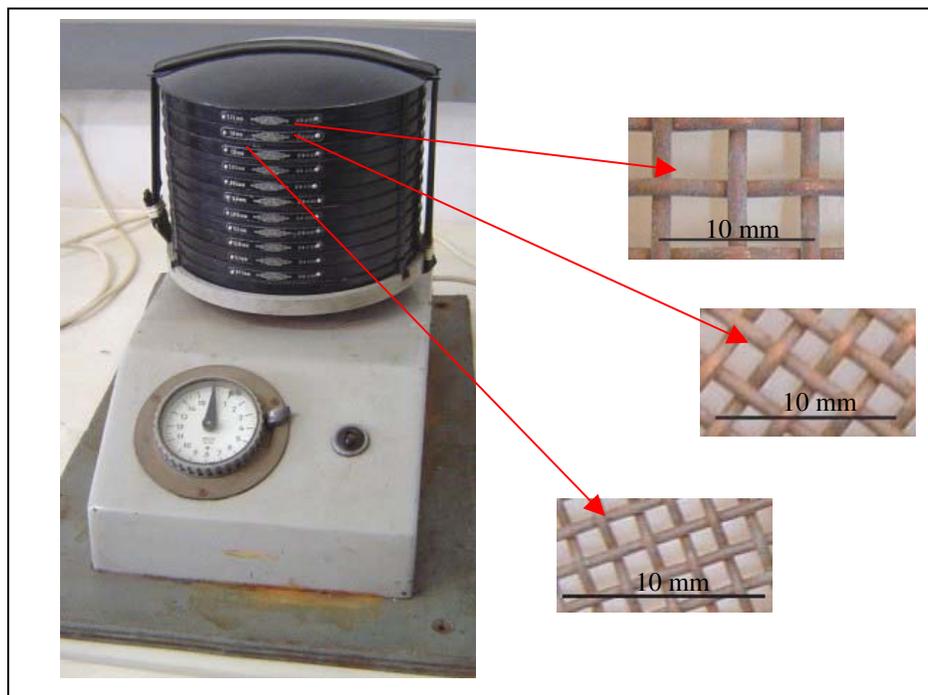


Figura 3.5 – Aspecto geral das peneiras rotativas utilizadas para classificação granulométrica e detalhe das malhas utilizadas.

O ensaio foi feito por um tempo de 120 segundos. Após ensaio, foram separadas porções de sal com três faixas granulométricas:

- fina (ϕ_1) – partículas com diâmetro entre 1,0mm e 1,6mm;
- média (ϕ_2) – partículas com diâmetro entre 1,6mm e 3,15mm;
- grosseira (ϕ_3) – partículas com diâmetro maior que 3,15mm.

3.2.2. Morfologia das partículas

Para caracterização da morfologia das partículas do agente bloqueador foi utilizado microscópio eletrônico.

Na Figura 3.6 observa-se a morfologia dos cristais de NaCl para as três faixas de granulometria utilizadas: em (a) partículas com granulometria fina, apresentam geometrias retangular e triangular dos cristais com arestas planas e regulares, em (b) partículas com granulometria média, apresentam arestas planas e regulares, ângulos de vértices mais definidos com geometria predominantemente retangular; em (c) bloqueador grosseiro, geometria retangular bem definida, ângulos retos e arestas planas e regulares.

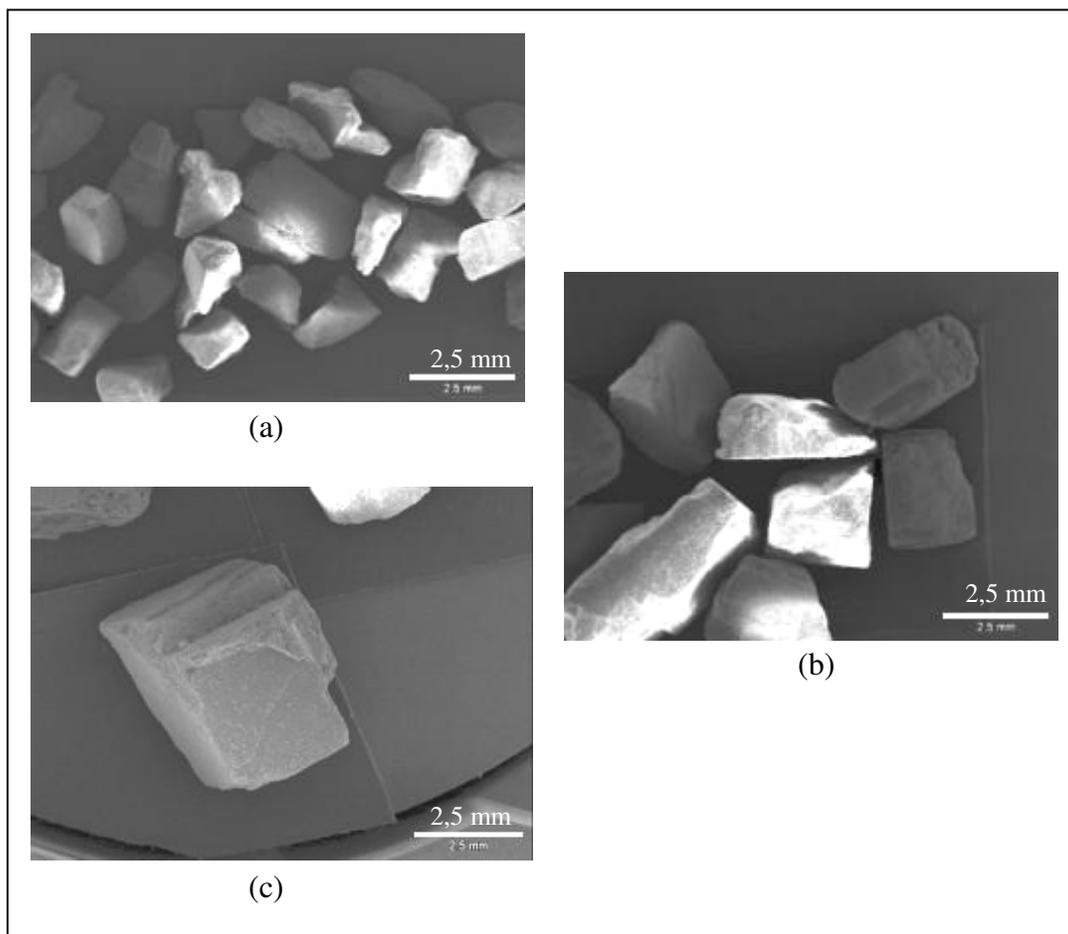


Figura 3.6 – Fotos dos cristais de NaCl obtidos por MEV: (a) - de granulometria fina; em (b) - de granulometria média; em (c) de com granulometria grosseira.

3.3. Produção de material celular por tixoforjamento

Foram feitos ensaios para o estudo da viabilidade de produção de material celular por forjamento da liga A2011 no estado semi-sólido (tixoforjamento), sobre uma camada de partículas do agente bloqueador.

3.3.1. Equipamentos utilizados

Para os ensaios de tixoforjamento foi utilizado sistema compreendido pelos seguintes equipamentos: prensa equipada com sistema de aquisição de dados, para monitoramento de força e temperatura; forno de aquecimento posicionado na mesa da prensa e ferramental para tixoforjamento – moldes e punção. Este sistema é apresentado na Figura 3.7.

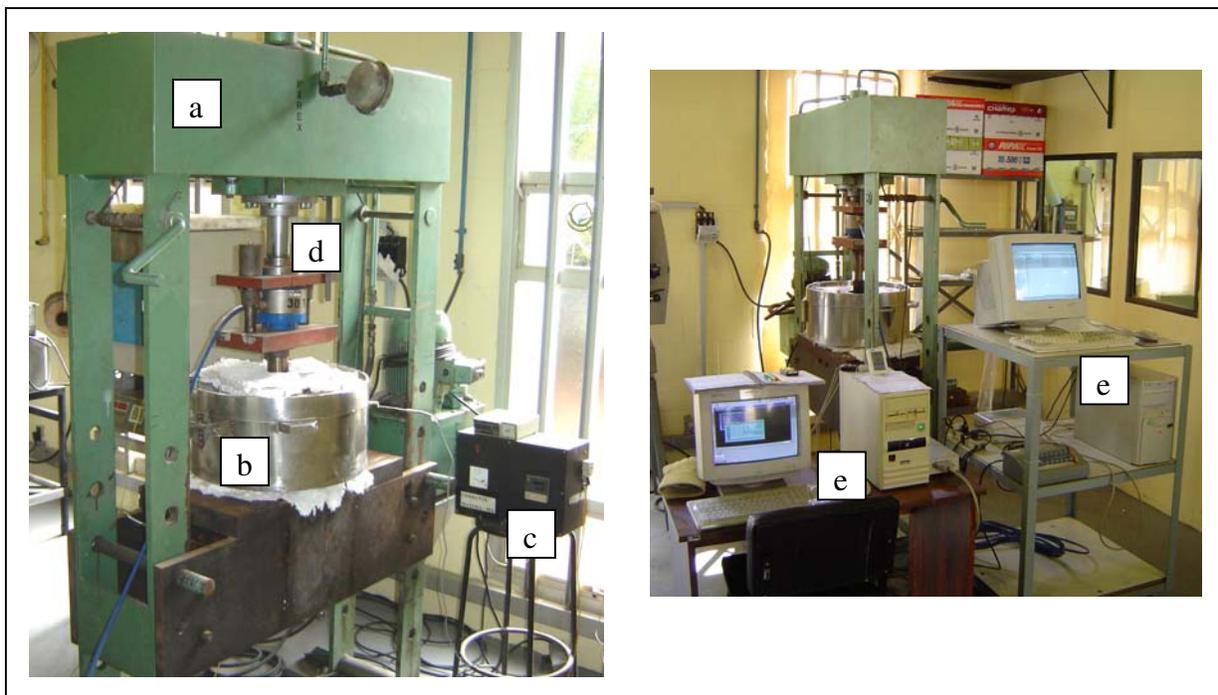


Figura 3.7 –Aspecto geral dos equipamentos utilizados para tixoforjamento (a) prensa hidráulica, (b) forno resistivo, (c) controlador de aquecimento do forno, (d) célula de carga e (e) sistema de aquisição/processamento de dados.

A seguir são descritos, de maneira mais detalhada, os diferentes componentes do sistema de tixoforjamento empregado.

- ✓ prensa hidráulica da marca FAREX, com capacidade de carga máxima de 300 kN, dotada de um manômetro com uma precisão de 5×10^{-3} Pa e avanço do punção de 2,5 mm/s; dotada de uma mesa de ajuste da altura para apoiar o conjunto matriz e forno. Foi colocada na base da mesa uma manta refratária para evitar que o calor gerado pelo forno fosse transferido para a prensa. A necessidade de instalação dessa mesa deveu-se à exigência de uma melhor centralização da matriz em relação ao pistão hidráulico da prensa, posicionado verticalmente sobre a matriz.
- ✓ forno resistivo, como apresentado na Figura 3.8, em chapa de aço inox com espessura de 1,5 mm, com 2,5kW de potência máxima, diâmetro externo de 480 mm e altura de 215 mm, apresentando uma câmara interna cilíndrica com diâmetro de 98 mm cujo isolamento com o ambiente externo é feito por flocos cerâmicos. Para controle da temperatura do forno foi utilizado um termopar, tipo K, ligado a um controlador microprocessado da marca OMRON, com precisão de ± 1 K, que permite o cálculo proporcional diferencial. O forno não é fixo, podendo ser colocado e retirado da mesa da prensa quando necessário, facilitando assim seu transporte e instalação na prensa de tixoforjamento.

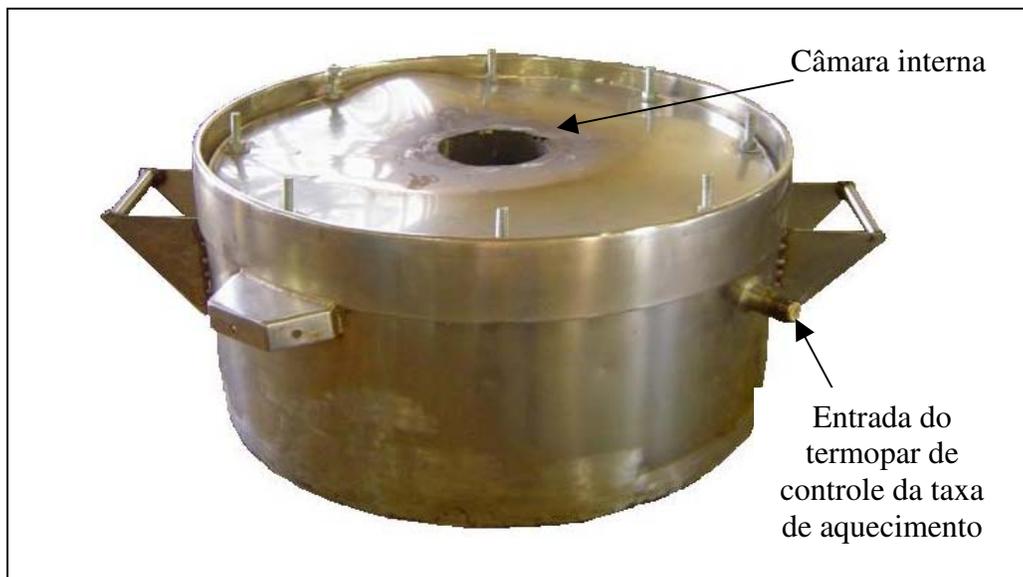


Figura 3.8 – Aspecto geral do forno de aquecimento

O forno foi utilizado para aquecimento da amostra de metal a ser tixoforjado, até a temperatura necessária para a obtenção da pasta tixotrópica requerida, e para aquecimento da

matriz de forjamento. A matriz foi aquecida simultaneamente à amostra, para evitar perda de calor no metal e, portanto, sua fluidez no processo de tixoforjamento.

- ✓ módulo de aquisição de dados (através do qual é monitorada a força) constituído de célula de carga, módulo indicador transmissor de pesagem, cartão conversor analógico/digital (A/D) e um computador com o *software* apropriado para leitura e processamento de dados. A célula de carga utilizada foi o modelo W, da ALFA Instrumentos. A célula é fabricada em aço de alta resistência, revestido com níquel, com proteção IP67 à prova de água. Possui 4 sensores (extensômetros elétricos) ligados em ponte de Wheatstone, permitindo compensação da temperatura entre 0 e 50 °C. A célula de carga é ligada ao indicador transmissor de pesagem modelo 3103, também da ALFA Instrumentos, destinado à leitura direta da força e ao fornecimento da saída analógica entre 4 a 20mA, cujo indicador também trabalha como fonte de excitação. Este indicador possui calibração, tara e busca automática de zero, o que facilita o desenvolvimento dos experimentos e garante a repetibilidade dos testes. A placa de aquisição de dados, ou cartão conversor analógico/digital, utilizado é do tipo AQB11/12 para instalação em PCs com slot do tipo ISA de 16 bits. O registro de dado e controle de processo é orientado nas áreas científica e industrial e sua biblioteca de funções de controle torna sua utilização excepcionalmente simples, particularmente em ambiente Windows. Para o processamento dos dados foi utilizado o software Forja, da T&S EQUIPAMENTOS ELETRÔNICOS. Este programa permite a aquisição do sinal gerado pelo cartão A/D, escolhendo qual a faixa de força e quantidade de pontos por segundos que se deseja coletar, isto é, o software permite escolher, se necessário, um intervalo de medição de força dentro do espectro gerado pelo sinal da célula de carga, ainda podendo ser escolhida a frequência de aquisição num intervalo entre 1 e 1000 pontos por segundo. O monitoramento da temperatura e o registro dos ciclos térmicos foram realizados por um sistema composto por um microcomputador Pentium, um *software* AqDados da Lynx Tecnologia Eletrônica LTDA, com uma placa de conversão A/D (cad 1232) com oito canais de leitura.

3.3.2. Ferramentas de tixoforjamento empregadas

Visando a produção de material celular por conformação de semi-sólido obtido por tratamento térmico de fusão parcial controlada (FPC), a geometria adotada para as matrizes foi dimensionada para se obter um fluxo radial de calor com simetria de seus gradientes de temperatura ao longo da direção radial da amostra. Dessa forma, as matrizes possuem uma geometria cilíndrica, como apresentado na Figura 3.9. O produto esperado deve apresentar, portanto, geometria cilíndrica.

Para otimizar o tempo de ensaio utilizou-se de um dispositivo prolongador para aumentar a altura do conjunto matriz + amostra em relação à base do forno, para possibilitar a sua localização na região mais quente da câmara interna do forno. Este dispositivo é apresentado na Figura 3.10.

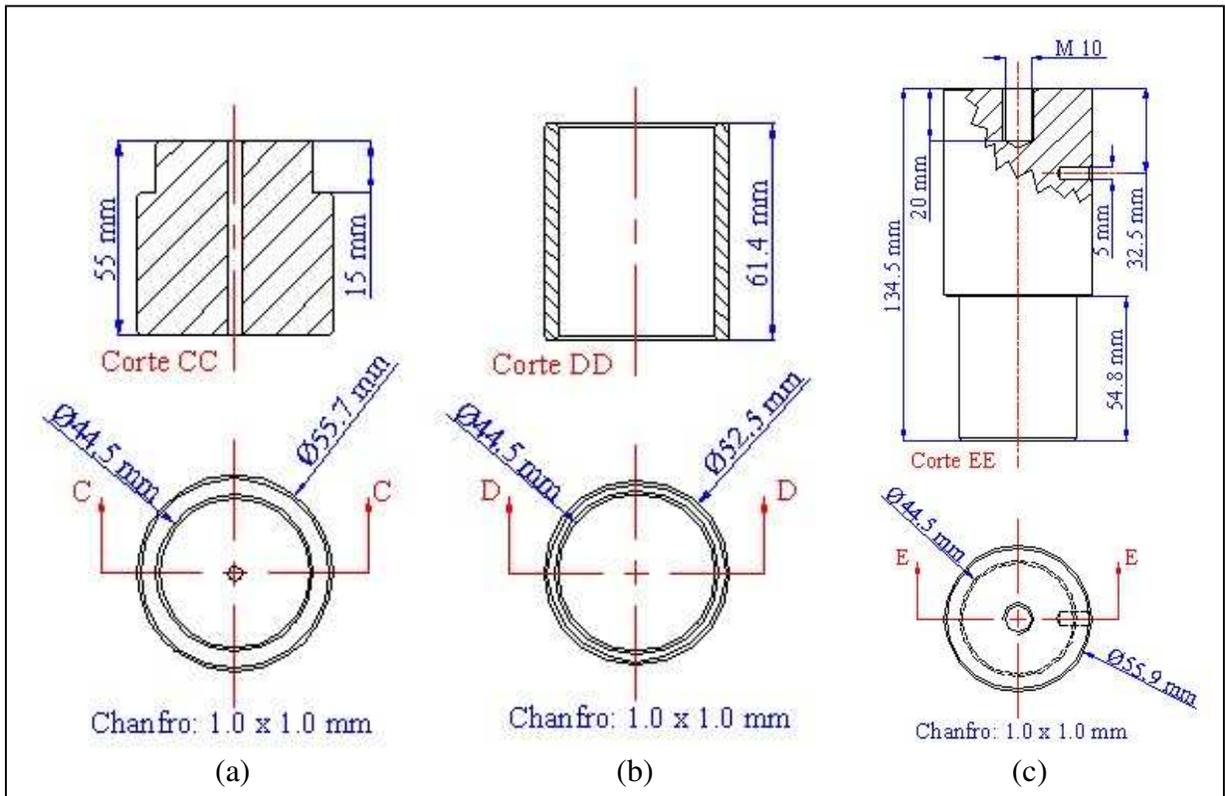


Figura 3.9 – Desenho do ferramental de tixoforjamento: (a) matriz ou molde, (b) bucha e (c) punção.

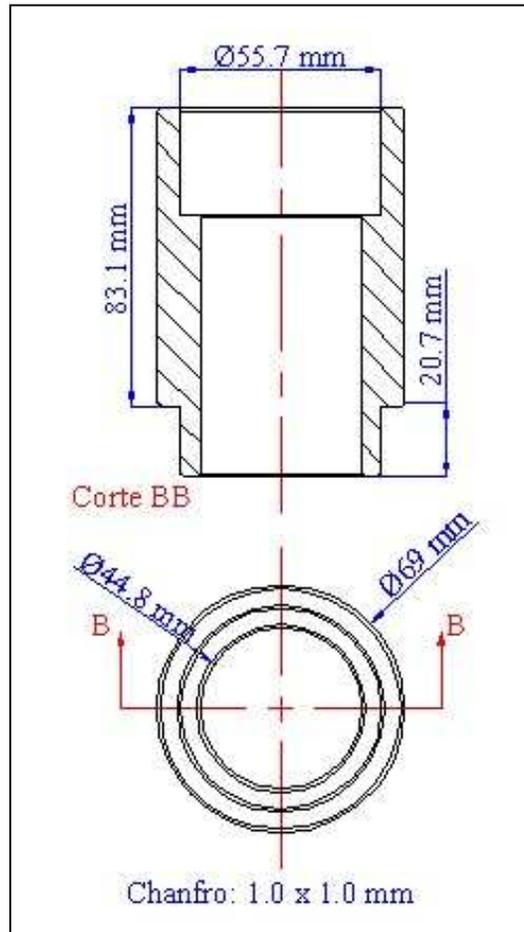


Figura 3.10 – Desenho do dispositivo prolongador utilizado.

Foi também construído um dispositivo para fixação do conjunto matriz, bucha e prolongador, na base da prensa, com o objetivo de evitar seu deslocamento quando da aplicação de força. Esta base é apresentada na Figura 3.11.

Todo o ferramental foi construído por usinagem, a partir do aço inoxidável AISI 304.

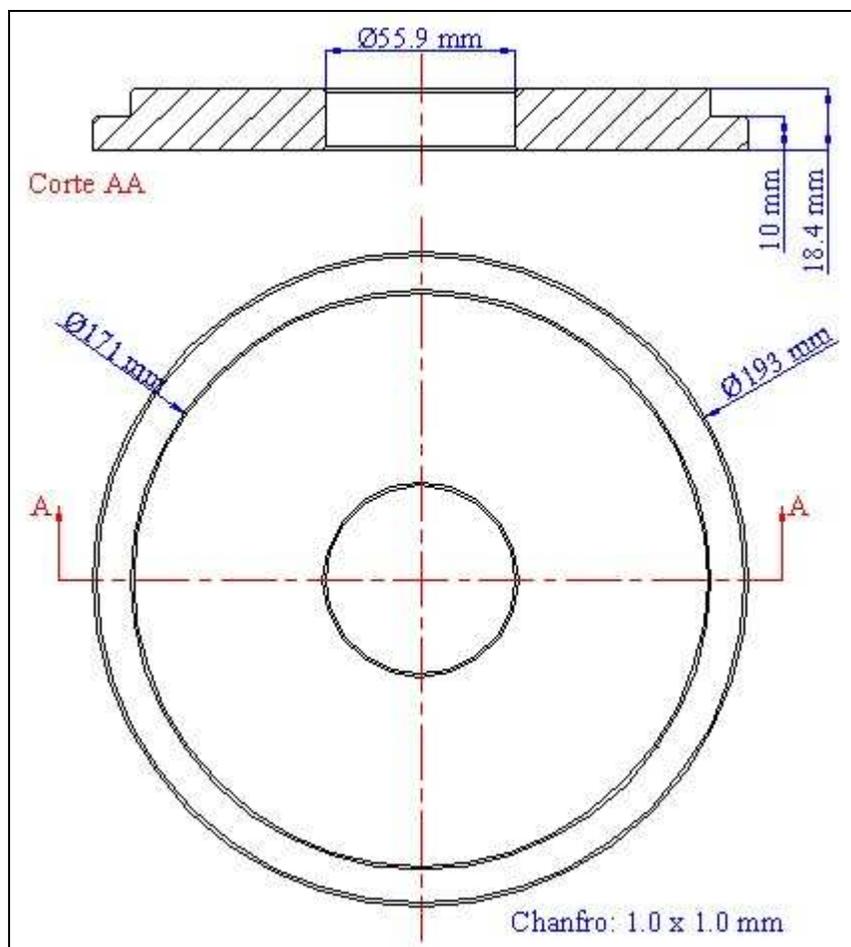


Figura 3.11 – Desenho da base de fixação da matriz na mesa da prensa.

3.3.3. Procedimento para o tixoforjamento

Para os ensaios de produção de bolachas de material celular, foi inicialmente posicionada no interior do molde uma amostra cilíndrica da liga A2011, de dimensões 44,5mm de diâmetro por 10mm de altura, seguida de uma camada de 20mm (38g) de espessura do agente bloqueador e em seguida outra amostra da liga, de mesmas dimensões que a amostra colocada como base.

O molde foi posicionado sobre o dispositivo alongador, no interior do forno, já instalado na mesa da prensa. Termopares de controle (tipo K) foram inseridos, tanto no forno, próximo à resistência, quanto nas bolachas da liga de alumínio a serem tixofundidas. Os termopares foram conectados ao sistema de aquisição de dados, para construção de curvas Txt e monitoramento do processo.

Na Figura 3.12 é apresentado o esquema de montagem do sistema para o ensaio; pode-se observar o posicionamento das amostras de alumínio, bem como das partículas do bloqueador e o correto posicionamento dos termopares utilizados para controle de todo o processo.

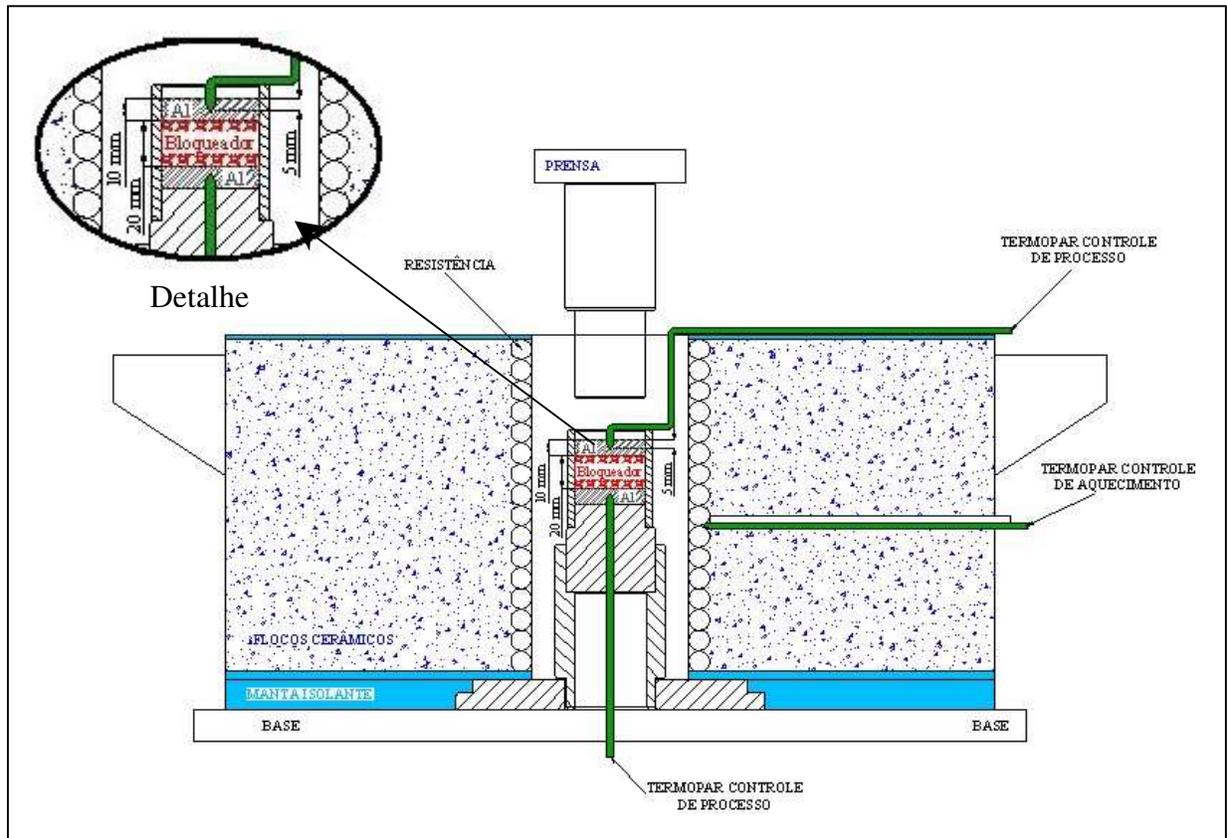


Figura 3.12 – Esquema de montagem do sistema para ensaio.

A operação de tixoforjamento foi realizada em duas etapas: na primeira com o aquecimento do conjunto matriz, punção, corpo de prova e bloqueadores até a temperatura de fusão parcial controlada da liga e, na segunda, aplicação de carga para tixoconformação.

Na primeira etapa, o conjunto matriz, punção, corpos de prova e bloqueadores foram aquecidos a diferentes temperaturas no interior da zona *solidus/liquidus* da liga, para a promoção da modificação da sua estrutura e obtenção do estado pastoso tixotrópico. O tempo de aquecimento, da temperatura ambiente até a temperatura de trabalho foi, em média de 3 horas, para uma taxa de aquecimento inicial de 5,5°C/min (durante cerca de 80 minutos) e final de 0,4°C/min (durante cerca de 90 minutos).

Depois de atingida a temperatura especificada, esta foi mantida constante por 5 minutos para garantir a completa globularização da fase primária da pasta e da homogeneização da temperatura. Após a manutenção de 5 minutos, foi retirado o termopar de controle superior e acionada a prensa, fazendo descer o punção a uma velocidade de 2,5mm/s. Foi monitorada a força aplicada com o uso de célula de carga e sistema de aquisição de dados, numa frequência de aquisição de 5Hz e total de 300pontos.

O final do processo foi determinado pelo final do curso do punção, pré-determinado de modo a produzir um produto final de 30mm de espessura.

Finalizada a operação de forjamento, a matriz foi retirada e resfriada, sendo coletado o produto obtido.

Foram assim produzidas amostras cilíndricas de material celular, de dimensões 44,5mm de diâmetro e altura média da ordem de 30mm, contendo uma camada superior e uma inferior de alumínio não poroso, de dimensões variáveis.

3.3.4. Parâmetros variados no processo de tixoforjamento

Foram analisados os seguintes parâmetros de processo: temperatura (e, portanto, a fração líquida existente na pasta tixofundida) e granulometria do agente bloqueador. Em todos os ensaios foi mantido constante o tempo de tratamento térmico para obtenção da pasta tixotrópica, buscando com isto a obtenção de fase primária de dimensões semelhantes em todos os casos, evitando seu crescimento por fenômenos de aglomeração e coalescência. Foi também mantido constante o teor de partículas do agente bloqueador, 38g.

As temperaturas de processo empregadas foram selecionadas para a obtenção de frações sólidas da ordem de 10 à 50%, segundo cálculos utilizando a equação de Scheil (Equação 3.1). Deve-se lembrar que a referida equação não considera a difusão de soluto no líquido durante a solidificação, portanto não correspondendo à condição de equilíbrio e tampouco à condição

normal de solidificação. É, portanto, somente indicativa da ordem de grandeza da fração sólida esperada na pasta.

$$f_s = 1 - \left(\frac{T_f - T}{T_f - T_l} \right)^{\frac{1}{k-1}} \quad \text{Equação (3.1)}$$

Onde:

f_s - fração sólida

T_f - temperatura de fusão

T - temperatura da amostra

T_l - temperatura *liquidus*

k - coeficiente de participação

As condições de tratamento térmico e respectivas frações sólidas previstas pela equação de Scheil são apresentadas na Tabela 3.2.

Tabela 3.2 – Parâmetros de tratamento térmico utilizados

Condição	Temperatura [°C]	Fração sólida prevista [%]
1	620	49
2	630	29
3	635	13
4	640	0

Quanto à granulometria das partículas do agente bloqueador, foram utilizadas 3 distintas: fina, média e grosseira, representando, respectivamente, partículas de dimensões entre 1,0 e 1,6mm, 1,6 e 3,15mm e superiores a 3,15mm, conforme indicado anteriormente.

Foram realizados 2 ensaios para cada condição (temperatura de tixoforjamento e granulometria do agente bloqueador). A Figura 3.13 apresenta esquema representativo dos experimentos efetuados.

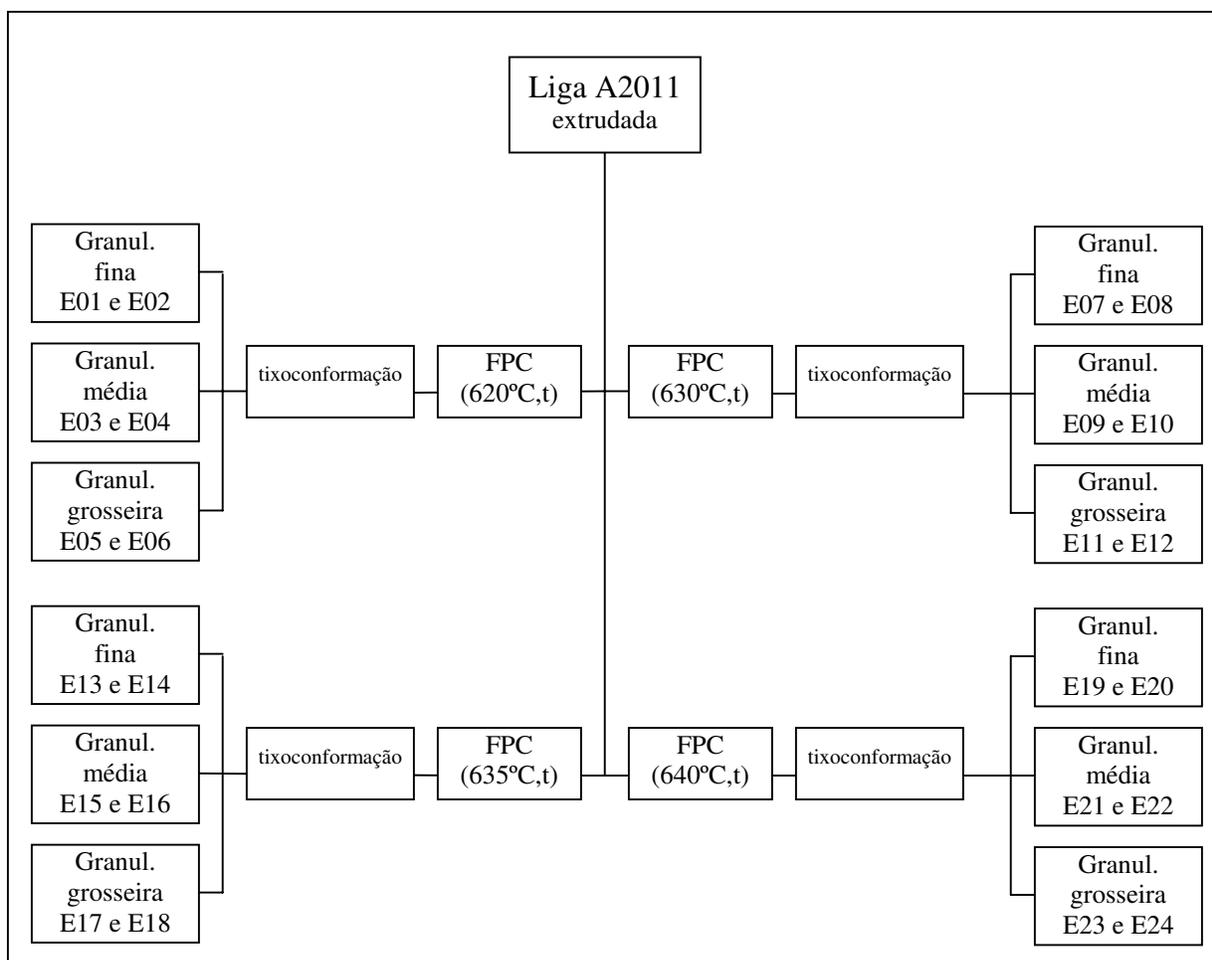


Figura 3.13 – Representação dos experimentos efetuados (t=5min), onde: E – indica “ensaio”.

3.4. Técnicas para análise dos resultados

As amostras de material celular produzidas foram preparadas para análise da influência dos parâmetros de processo utilizados, nas seguintes características: arquitetura dos poros, microestrutura da parede das células e densidade relativa. Foi também analisada a influência dos parâmetros de processo na força requerida para o tixoforjamento.

Para o preparo de amostras para as diferentes análises, o material celular passou por distintas operações, conforme descrito a seguir.

3.4.1. Remoção das partículas do agente bloqueador

O material celular obtido após o ensaio possuía em seu interior as partículas do agente bloqueador e apresentava acabamento com rebarbas. Para a retirada do sal o material foi colocado em banho com água à temperatura de 100°C durante 2 horas com a mesma sendo trocada a cada 20 minutos. Transcorrido este tempo o material foi submetido a um banho em água à temperatura ambiente, sendo agitada em ultra-som por quatro horas, sendo esta trocada a cada 10 minutos. Após este tempo, o material foi aquecido à temperatura de 200°C para remoção completa da água para evitar sua oxidação. Com a retirada completa do sal e secagem, foi efetuada a remoção de rebarbas.

3.4.2. Medida da densidade aparente

A medida da densidade aparente do material celular produzido foi obtida pesando uma amostra de volume conhecido. Como o produto tixoforjado é constituído de uma camada porosa central e seções maciças nas superfícies, foi necessário estimar, em cada caso, as dimensões das camadas maciças. Para tanto as amostras foram cortadas longitudinalmente; para o corte das amostras foi necessário seu embutimento em resina poliéster, para preenchimento dos vazios na região porosa e evitar que as finas paredes celulares sofressem colapso. O corte foi feito utilizando disco de diamante, a baixa velocidade. Após corte, a superfície foi lixada em lixas de carboneto de silício, utilizando água como lubrificante, nas granulometrias 180, 200, 320, 400. Em cada etapa do lixamento as amostras foram lavadas com água e sabão.

Após preparo, a seção foi submetida à análise de imagem, utilizando o software IMAGE TOOL 3.0, para determinação de valores da espessura da camada maciça de liga superior (h_1) e da camada porosa (h_p). Com estes valores foram estimados: a massa da camada porosa (m_p) pela Equação 3.2 e a densidade da esponja produzida (d_{esponja}) pela Equação 3.3.

$$m_p = m_T - m_i - \left[\frac{\pi}{4000} * (d_{\text{liga}} * \phi_{\text{amostra}}^2 * h_1) \right] \quad \text{Equação (3.2)}$$

$$d_{\text{esponja}} = \frac{4000}{\pi} * \left(\frac{m_p}{\phi_p^2 * h_p} \right) \quad \text{Equação (3.3)}$$

Onde:

m_p – massa da camada porosa [g]

m_T – massa total da amostra produzida após remoção do agente bloqueador [g]

m_i – massa da bolacha inferior [g]

d_{liga} – densidade da liga A2011 [2,82g/cm³]

ϕ_{amostra} – diâmetro externo da amostra produzida [mm]

ϕ_p – diâmetro externo da camada porosa [mm]

h_1 e h_p – valores da espessura em milímetro [mm]

3.4.3. Caracterização da arquitetura dos poros

Entende-se por arquitetura dos poros o conjunto de características que os definem no espaço: suas dimensões, distribuição, homogeneidade de dimensões, interconexão dos vazios, comprimento e espessura de paredes das células, número de arestas, etc. É, portanto, a arquitetura dos poros que define o esqueleto sólido num material poroso.

No trabalho foi feita análise qualitativa da arquitetura dos poros utilizando tomografia de raios-X. Por esta técnica observou-se a capacidade de penetração da liga semi-sólida na camada de partículas do bloqueador, a dispersão e interconexão de poros nas amostras de material poroso produzidos.

Foi utilizado um tomógrafo helicoidal, do fabricante ELSCINT, modelo HELICAT FLASH, com campo de visão (região de gantry) de 500mm e matriz de tamanho 512 x 512 pixels. A espessura dos cortes foi de 1,0mm com cortes a cada 1,0mm. As imagens foram visualizadas pelo Microsoft Photo Editor. O tomógrafo utilizado é apresentado na Figura 3.14; os ensaios foram gentilmente feitos pelo Departamento de Ciências Médicas do HC – UNICAMP.

Para análise quantitativa da arquitetura dos poros as amostras tixoforjadas foram infiltradas com resina Epóxi para possibilitar seu corte, e as seções transversais obtidas foram observadas

em microscópio óptico, utilizando pequenos valores de aumento. Para melhorar o contraste das imagens foi necessário queimar as seções do material já embutido em resina para que sua coloração, transparente, fosse escurecida. Foram então avaliadas as dimensões das paredes das células, com auxílio de *software* de análise de imagem.



Figura 3.14 – Aspecto geral do tomógrafo helicoidal utilizado com gantry de 500mm, em detalhe as amostras posicionadas.

3.4.4. Caracterização da microestrutura

Para caracterização da microestrutura das paredes metálicas das células dos produtos porosos obtidos, foram preparadas amostras para a análise metalográfica.

As amostras tixoforjadas foram infiltradas com resina poliéster, para preenchimento dos vazios, a fim de evitar colapso dos poros durante corte, como indicado no item 3.4.2. As seções foram então preparadas conforme descrito no item 3.1.4. e observadas em microscópio óptico.

As micrografias obtidas foram comparadas com as micrografias da liga no seu estado como recebido, isto é, extrudado, para observação do efeito do tratamento térmico de fusão parcial controlada na estrutura.

Capítulo 4

Resultados e Discussões

Para produção de material celular, utilizou-se a liga de alumínio A2011 na condição microestrutural conforme fornecida pelo fabricante, isto é, extrudada. Foi necessária a utilização de bloqueadores para a formação dos poros no material metálico, em três diferentes granulometrias: fina, média e grosseira. O processo empregado no trabalho foi o tixoforjamento e para isso a liga foi submetida a tratamento térmico de fusão parcial controlada (FPC), para obtenção de pasta tixotrópica, em quatro temperaturas: 620°C, 630°C, 635°C, 640°C, e tixoforjada em matriz metálica. Foi realizado monitoramento do tempo de aquecimento e de tratamento térmico, bem como da temperatura da amostra. Durante a conformação da pasta tixotrópica foi obtida a curva de força *versus* tempo. O agente bloqueador foi então removido e o material celular produzido foi seccionado e submetido a análises macro e microestruturais ao longo do seu comprimento. Foram analisados e discutidos os parâmetros:

- aspecto geral;
- forças de tixoforjamento;
- capacidade de penetração da pasta metálica;
- caracterização qualitativa da arquitetura de poros;
- caracterização quantitativa da arquitetura de poros;
- microestrutura de paredes de células;
- densidade.

Os resultados obtidos são apresentados nos itens que se seguem.

4.1. Microestrutura da liga utilizada

A condição inicial da microestrutura da matéria prima é um parâmetro primordial para a qualidade e características de escoamento do semi-sólido obtido através do tratamento térmico de FPC, o que por sua vez, deve interferir no processo de tixoforjamento e na qualidade do produto obtido.

A microestrutura inicial da liga é apresentada na Figura 4.1, em corte transversal da barra extrudada. Três distintas regiões são analisadas para observação da homogeneidade da estrutura ao longo do raio da barra. Pode-se observar em toda a seção que a microestrutura se apresenta não dendrítica, com pequenos grãos aproximadamente equiaxiais. Esta não é uma estrutura típica de fundição da liga A2011, e sim é indicativa do resultado de um processo de recristalização que acontece durante o processo de extrusão. Podem-se observar variações de dimensões dos grãos, menores na superfície (a) e crescentes em direção ao centro da barra (c). As dimensões médias medidas são apresentadas na Tabela 4.1. O visível gradiente de dimensões dos grãos na seção da barra extrudada é resultado do regime térmico a que foi submetida na conformação, onde o interior tende a resfriar mais lentamente, resultando no crescimento dos grãos recristalizados.

Tabela 4.1 – Dimensões médias dos grãos da liga A2011 utilizada para produção de material celular, para cada região analisada.

Região	$\phi_{\text{médio}}$ [μm]
superfície	13
1/2 do raio	27
centro	71

Também é observada uma grande dispersão nos valores dos diâmetros de grãos: uma seção pode apresentar grãos de dimensões tão pequenas como 10 μm e tão grandes como 130 μm .

É observada no interior da fase primária α , a presença da fase θ (CuAl_2), formada por precipitação durante resfriamento até a temperatura ambiente.

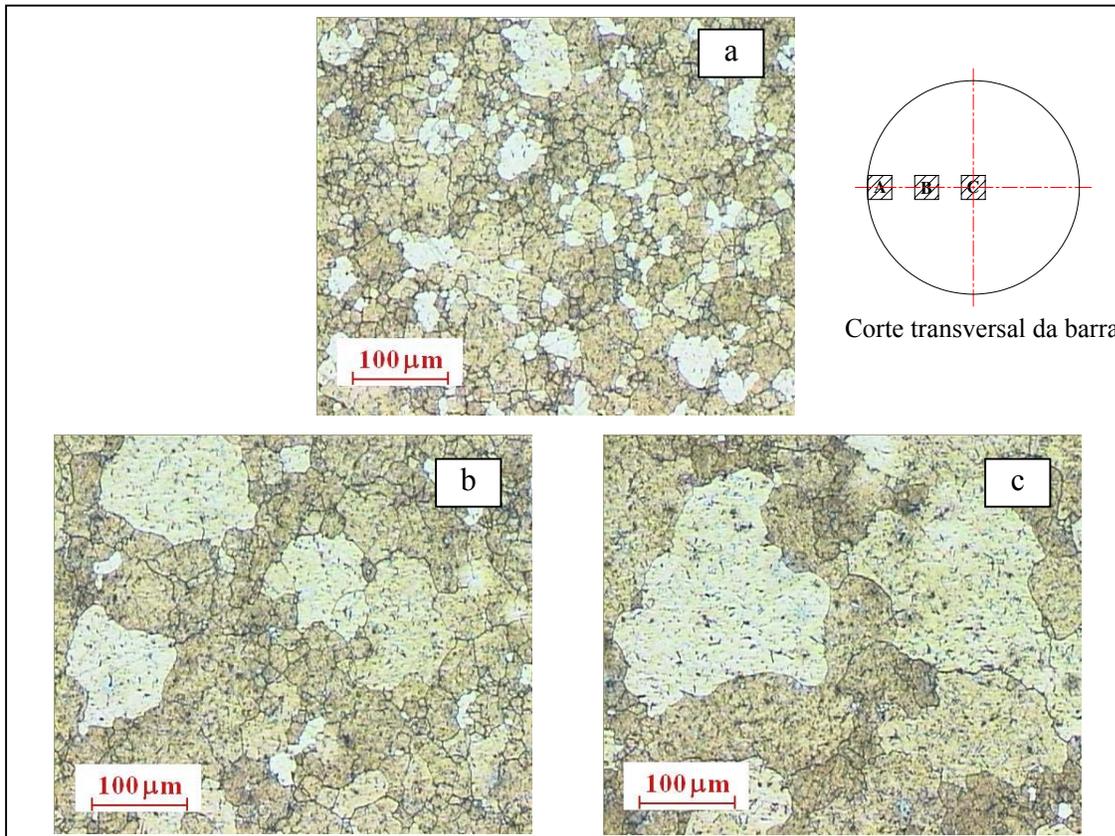


Figura 4.1 - Microestrutura da liga A2011 utilizada como matéria prima para a produção de material celular, em regiões distintas de sua seção transversal: (a) superfície, (b) $\frac{1}{2}$ do raio e (c) centro da barra.

4.2. Aspectos gerais do processo

O processo de produção de esponja metálica se baseou na penetração de pasta metálica, no estado tixotrópico, em camada de partículas bloqueadoras removidas posteriormente. A pasta, por apresentar sólido globular, tem um comportamento de escoamento não-Newtoniano, isto é, sua viscosidade é fortemente dependente da tensão aplicada seguindo uma relação não linear: para tensões pequenas se comporta como sólido apresentando elevada viscosidade; a partir de uma determinada tensão, passa a escoar como líquido viscoso.

A penetração do metal pastoso nos espaços vazios entre as partículas do agente bloqueador depende da fração líquida presente na pasta, bem como da relação entre as dimensões dos glóbulos formados da fase sólida e os espaços a serem preenchidos. A fração líquida por sua

vez é dependente da temperatura de trabalho; portanto, o sucesso e a repetibilidade da operação de infiltração depende do seu adequado controle. Já o tamanho dos glóbulos formados da fase sólida depende do tempo de permanência da amostra à temperaturas maiores que a temperatura *solidus* (612°C).

Assim, previamente ao início dos testes de produção do material poroso, foi analisado o comportamento térmico das amostras no aquecimento até a temperatura de tixoforjamento.

4.2.1 – Aquecimento do conjunto molde/material

O comportamento no aquecimento das bolachas da liga metálica foi registrado em todos os ensaios. As curvas obtidas de $T \times t$ para cada condição de ensaio são apresentadas na Figuras 4.2 a 4.5.

Nota-se um gradiente de temperatura entre as bolachas superior e inferior da liga, de aproximadamente 50°C; este valor é bastante elevado e pode comprometer a obtenção de pasta na bolacha inferior. É notado um pequeno incremento da temperatura (no final da curva $T \times t$), devido ao possível contato com a pasta metálica da bolacha superior, à maior temperatura, infiltrada através da camada de sal. No entanto, não foi atingida a temperatura *solidus* de 612°C em nenhum dos casos, na região inferior da amostra. A curva da bolacha superior, em verde, é interrompida no momento da aplicação da força de tixoforjamento, devido à necessidade de retirada do termopar desta região.

A Tabela 4.2 apresenta o tempo médio aproximado de aquecimento das amostras, bem como o tempo de permanência a $T > T_{solidus}$, durante ensaio. Pode-se observar que não é possível diferenciar o tempo de aquecimento das amostras em função da temperatura final requerida ou granulometria do agente bloqueador utilizado. Elevados tempos foram requeridos em todos os casos. Quanto ao tempo de permanência à temperaturas superiores à *solidus*, isto é, já com presença de líquido no material, pode-se observar que este aumenta com o aumento da temperatura final requerida.

Tabela 4.2 – Valor médio aproximado do tempo de aquecimento e manutenção a $T > T_{solidus}$ da liga nos diferentes ensaios.

Condições de aquecimento		Tempo médio de aquecimento [min]	Tempo médio a $T > T_{solidus}$ [min]
Temperatura [°C]	tipo de bloqueador		
620	fino	180	25
	médio	160	15
	grosseiro	190	20
630	fino	160	35
	médio	160	50
	grosseiro	190	35
635	fino	190	60
	médio	180	45
	grosseiro	160	45
640	fino	150	65
	médio	190	65
	grosseiro	170	65

Os resultados obtidos mostram que no processo proposto e testado, foram encontradas dificuldades de controle da temperatura da liga metálica, dada a necessidade de aquecimento do ferramental à temperatura de tixoforjamento. No entanto, a otimização futura do processo, pelo aquecimento separado do ferramental e do material a ser tixoforjado (por exemplo, utilização de dois sistemas de aquecimento separados e de princípios distintos, um resistivo para o ferramental e outro indutivo para a liga), poderá sanar a dificuldade. Deve ser lembrada a dificuldade de posicionar o material pastoso no interior do molde – apesar de ser auto-sustentável, é facilmente deformável e perde sua geometria com o aquecimento para a FPC: deve, portanto, ser aquecido ao estado semi-sólido no interior do molde, evitando assim seu manuseio no estado pastoso.

Apesar da dificuldade no controle de temperatura da liga a ser tixoforjada, os resultados obtidos quanto à repetibilidade dos ensaios para os mesmos parâmetros de processo podem ser considerados bons em relação ao aspecto geral do material obtido, bem como nas particularidades negativas (formação incompleta e fragilidade) e positivas (boa dispersão dos bloqueadores, poros bem definidos), como apresentado nos itens que se segue.

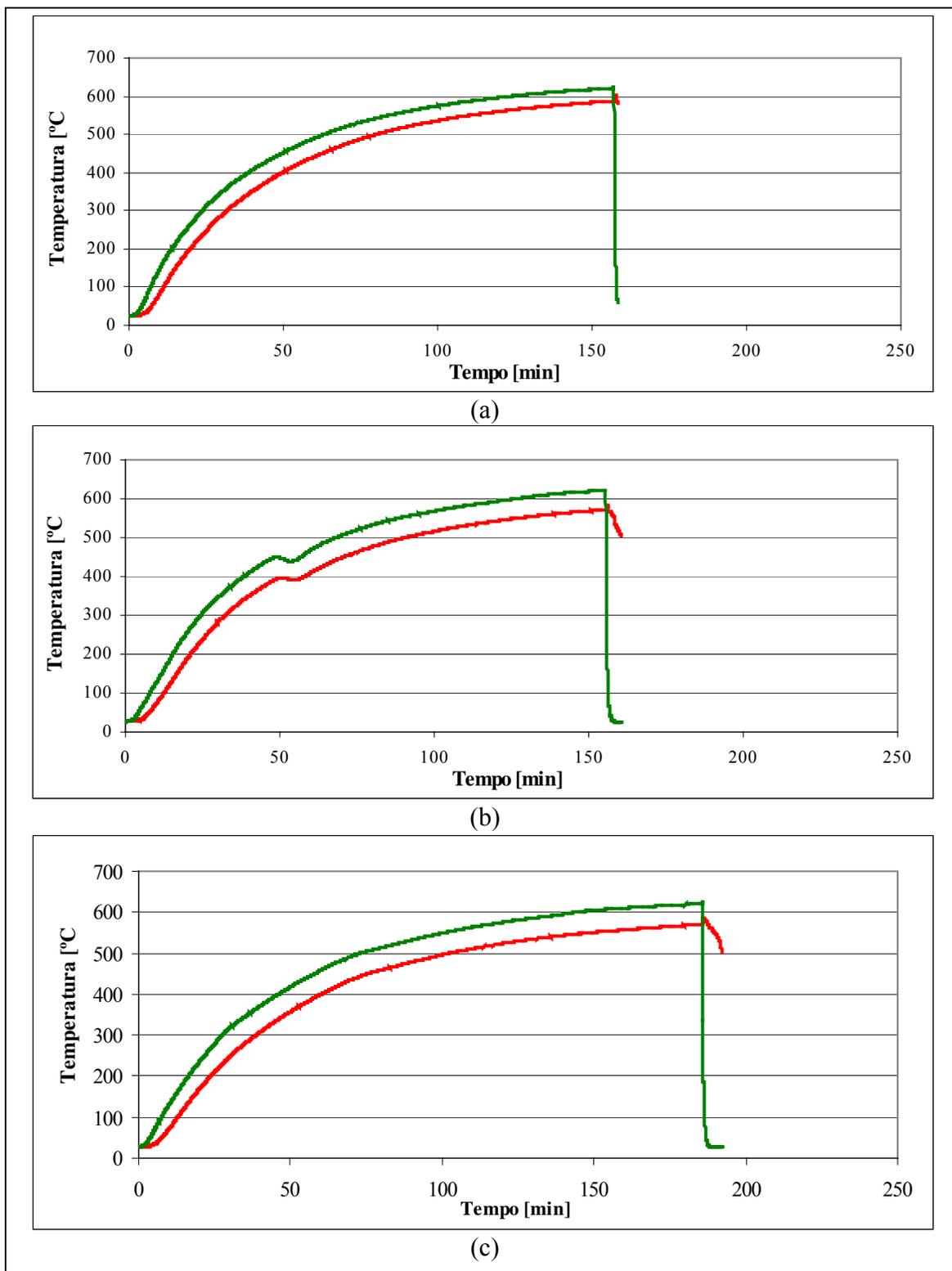


Figura 4.2 – Curvas características T x t durante ensaios de tixoforjamento sobre camadas de NaCl de diferentes granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira. Temperatura de tixoforjamento: 620°C. Curva verde: bolacha superior; vermelho: bolacha inferior.

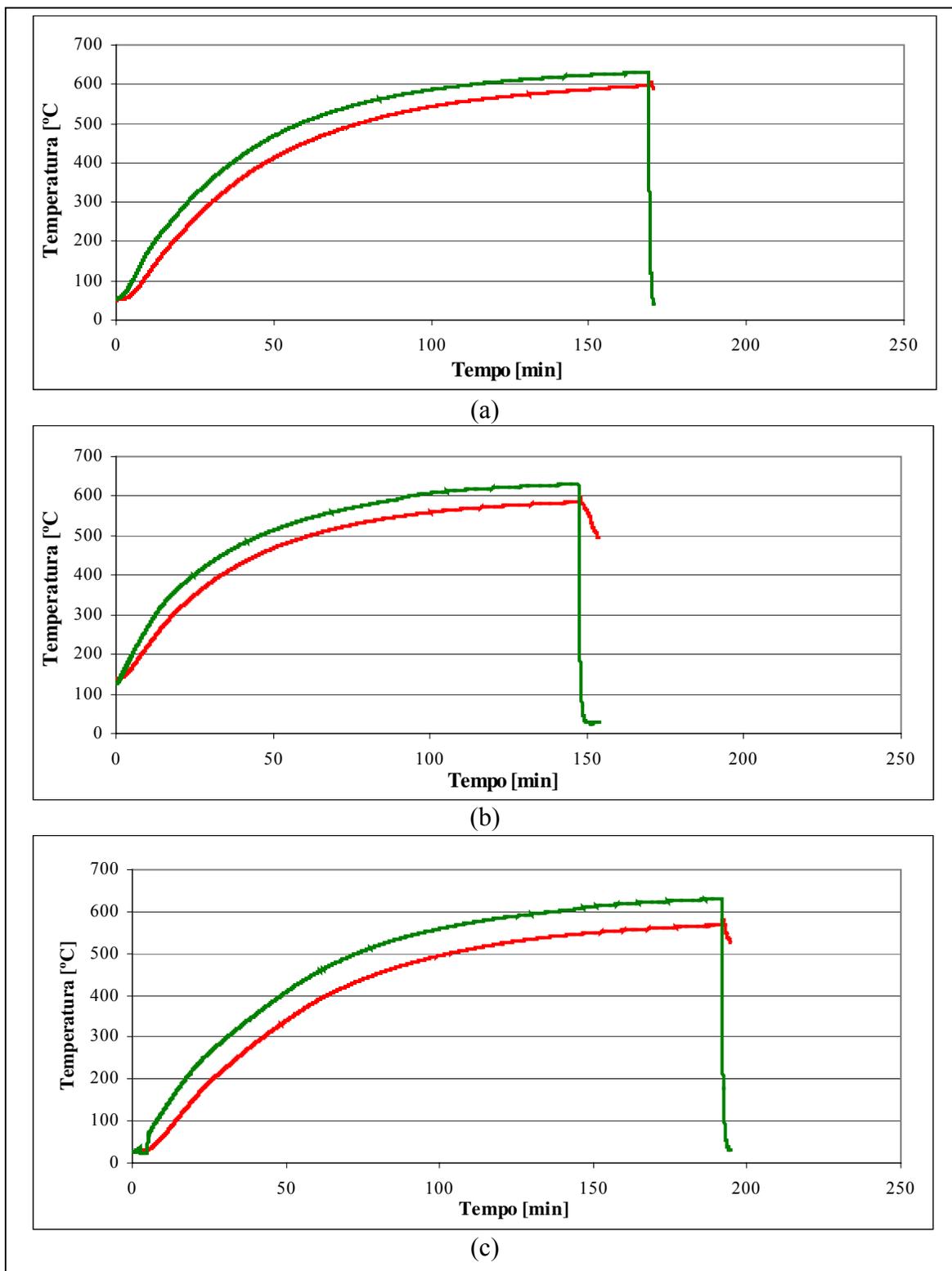


Figura 4.3 – Curvas características T x t durante ensaios de tixoforjamento sobre camadas de NaCl de diferentes granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira. Temperatura de tixoforjamento: 630°C. Curva verde: bolacha superior; vermelho: bolacha inferior.

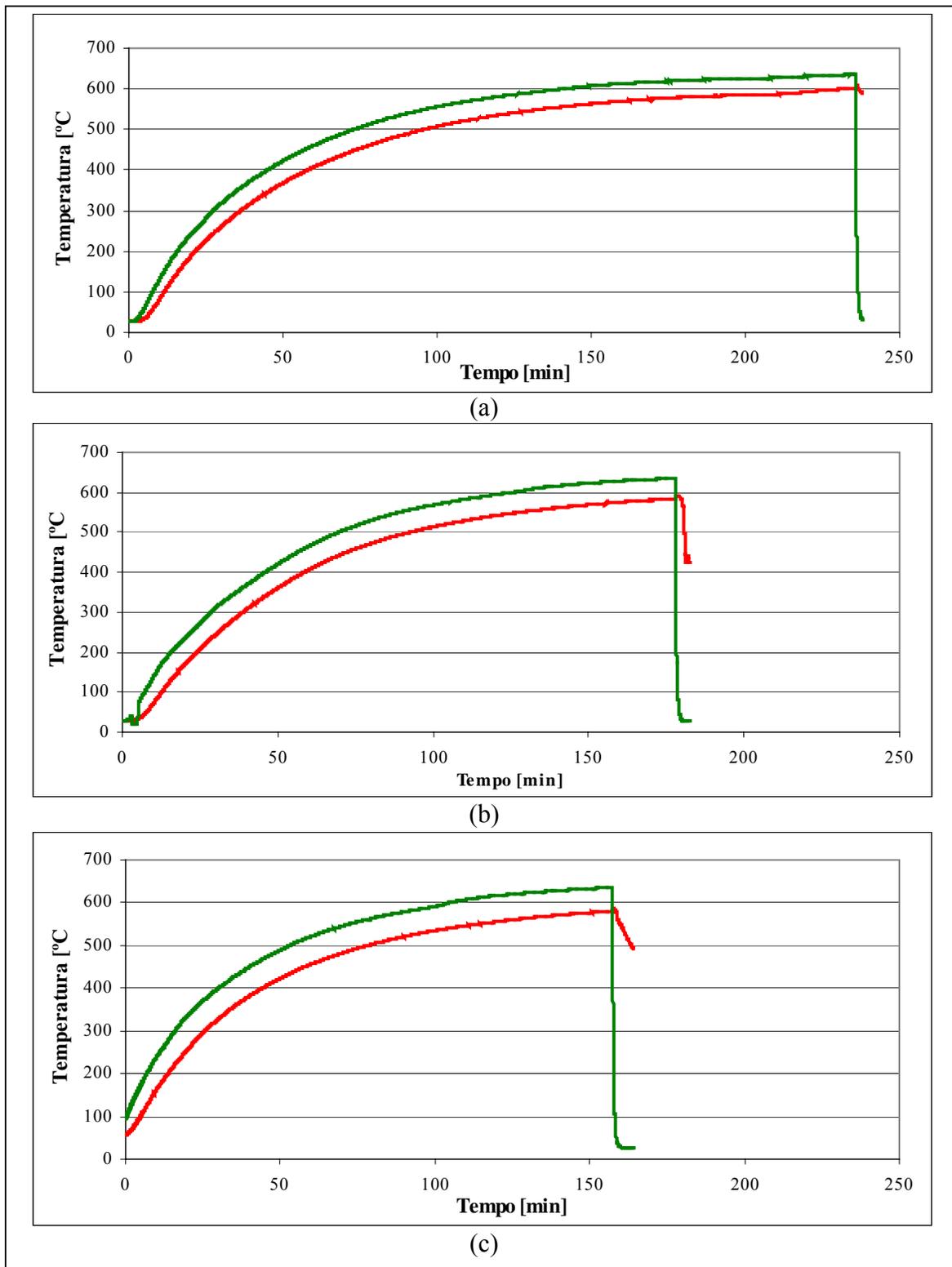


Figura 4.4 – Curvas características T x t durante ensaios de tixoforjamento sobre camadas de NaCl de diferentes granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira. Temperatura de tixoforjamento: 635°C. Curva verde: bolacha superior; vermelho: bolacha inferior.

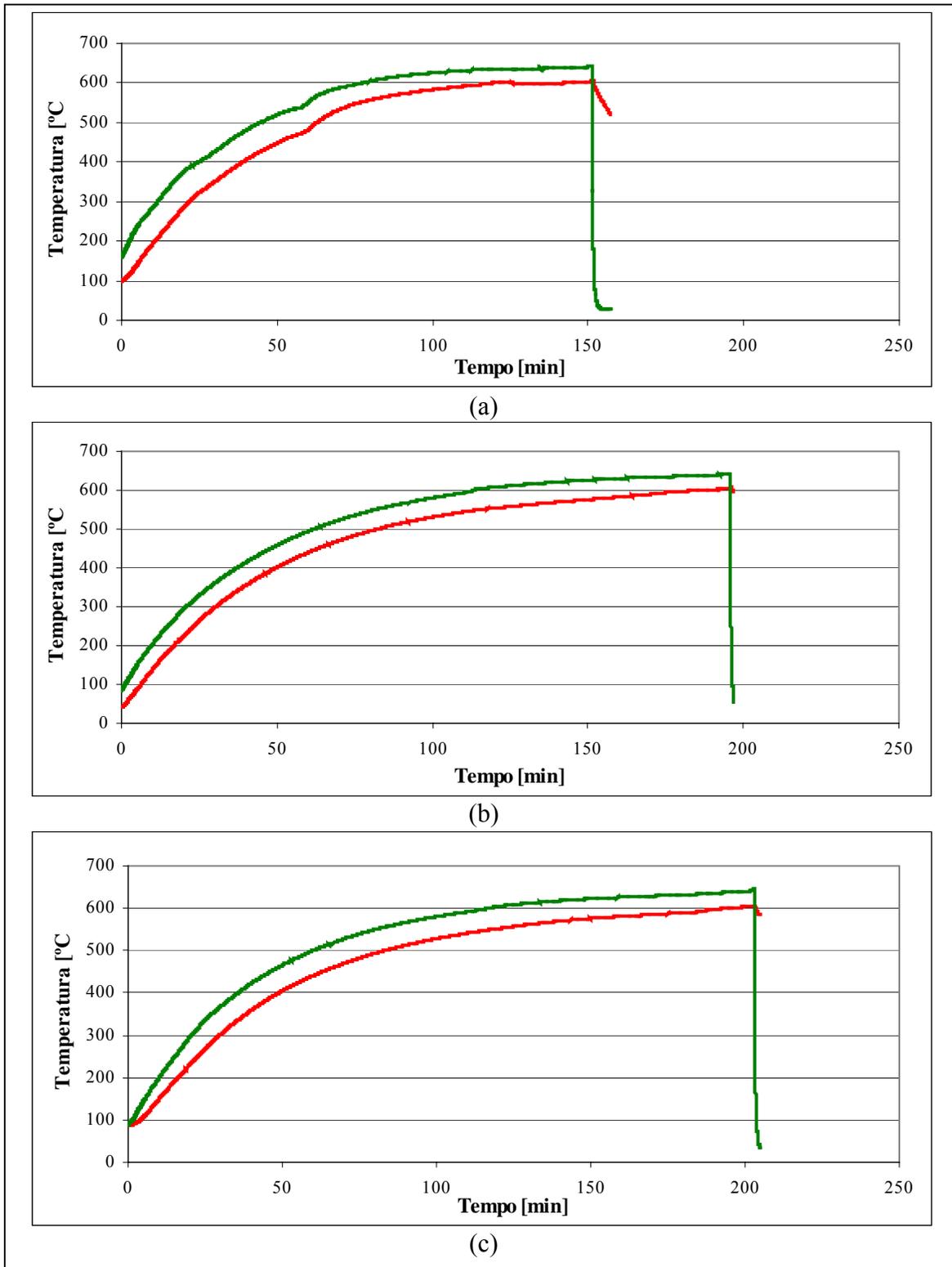


Figura 4.5 – Curvas características T x t durante ensaios de tixoforjamento sobre camadas de NaCl de diferentes granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira. Temperatura de tixoforjamento: 640°C. Curva verde: bolacha superior; vermelho: bolacha inferior.

4.2.2. Forças de tixoforjamento

A variação das forças requeridas com o tempo de sua aplicação, para as diferentes condições de tixoforjamento analisadas, são apresentadas nas Figuras 4.6 a 4.9. São apresentados resultados para dois ensaios em cada condição, para análise da repetibilidade do processo.

Pode-se observar, na maioria dos casos, boa repetibilidade do comportamento do material em dois ensaios de tixoforjamento para as mesmas condições operacionais.

Utilizando o procedimento de *Chauvenet* como critério para descartar um valor (Button, 2004) os valores 17,8kN (para temperatura de 620°C), 2,3kN e 10,1kN (para temperatura de 640°C) podem ser rejeitados para a análise dos resultados para forças obtidas no tixoforjamento.

A Figura 4.6 apresenta os resultados obtidos para tixoforjamento a 620°C. Pode-se observar um comportamento semelhante da força com o tempo de sua aplicação, para todas as granulometrias do agente bloqueador: as curvas apresentam leve tendência a uma maior inclinação nos estágios finais da conformação. Este aumento da força nos estágios finais pode ser atribuído à compactação da amostra, após a penetração do semi-sólido na camada de sal.

Com relação a influência da granulometria das partículas do agente bloqueador, não é possível a observação do seu efeito na força de tixoforjamento, pela realização de 2 ensaios para cada situação.

Os valores da força requerida, em todos os casos, são bastante reduzidos, da ordem de 10 a 15kN, que equivalem a pressões de 6,5 a 10MPa.

A análise das Figuras 4.7 a 4.9 leva às mesmas observações: não é possível diferenciar as curvas obtidas para o tixoforjamento sobre partículas de sal de diferentes granulometrias, e os valores das forças requeridas no processo são bastante reduzidas quando comparadas com processos de conformação no estado sólido. Por outro lado, é possível observar claramente o efeito da temperatura na força requerida para o tixoforjamento: o aumento da temperatura, por

promover o aumento da fração líquida na pasta tixotrópica, reduz a força necessária para a sua conformação.

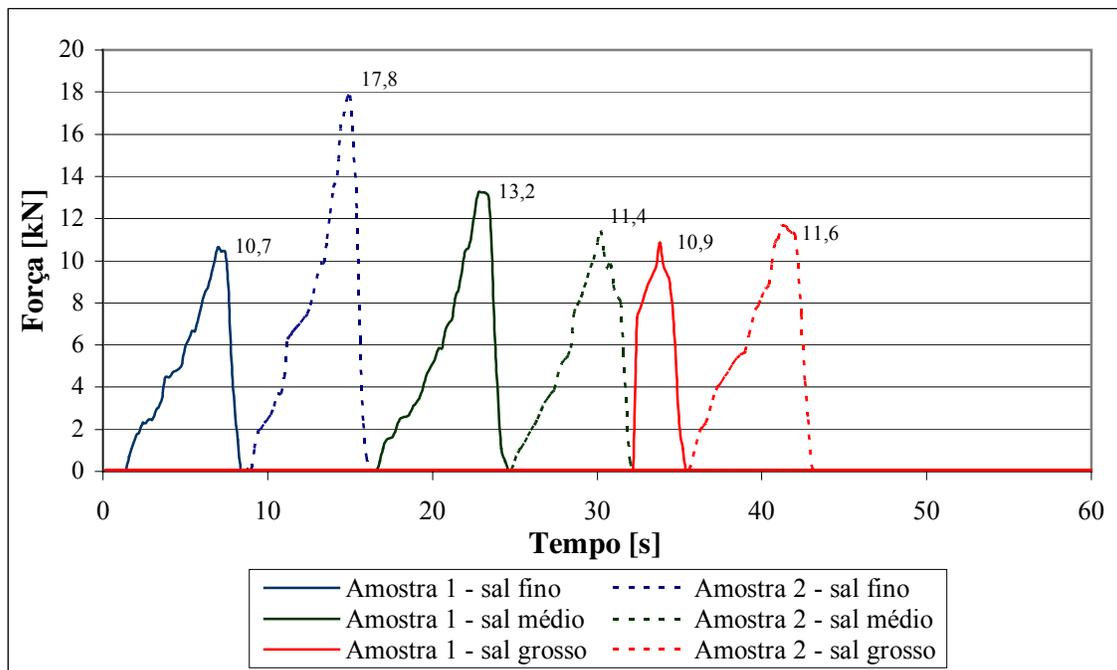


Figura 4.6 – Curva F x t durante a tixoconformação da liga A2011, à temperatura de 620°C, sobre camada de NaCl de diferentes granulometrias.

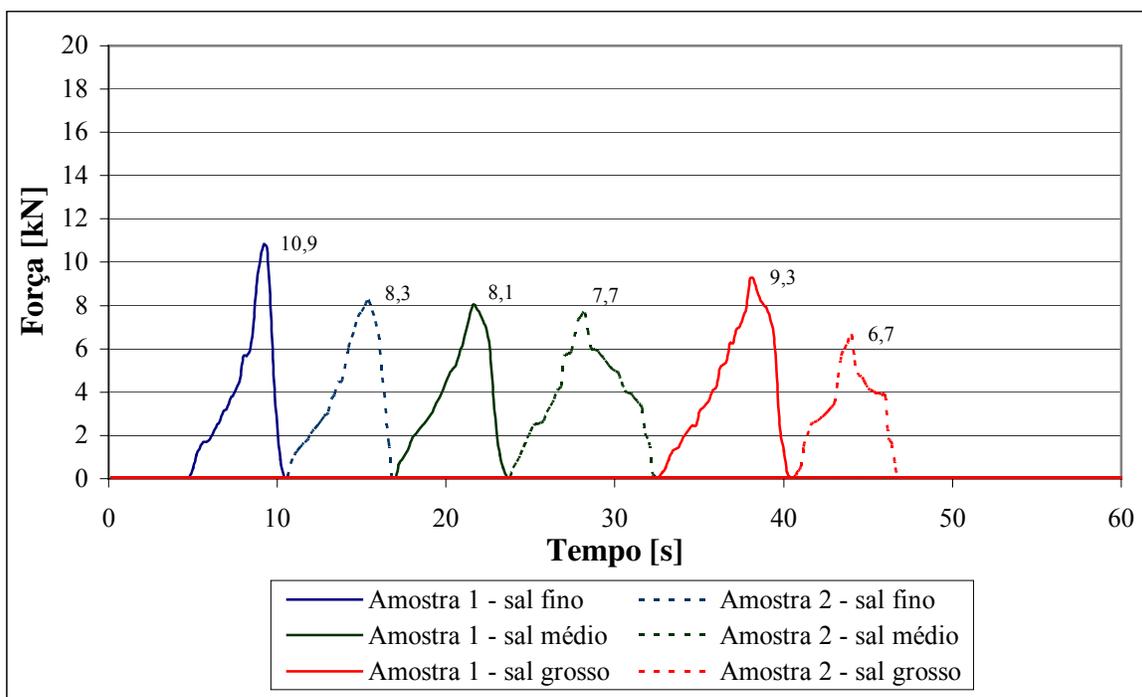


Figura 4.7 – Curva F x t durante a tixoconformação da liga A2011, à temperatura de 630°C, sobre camada de NaCl de diferentes granulometrias.

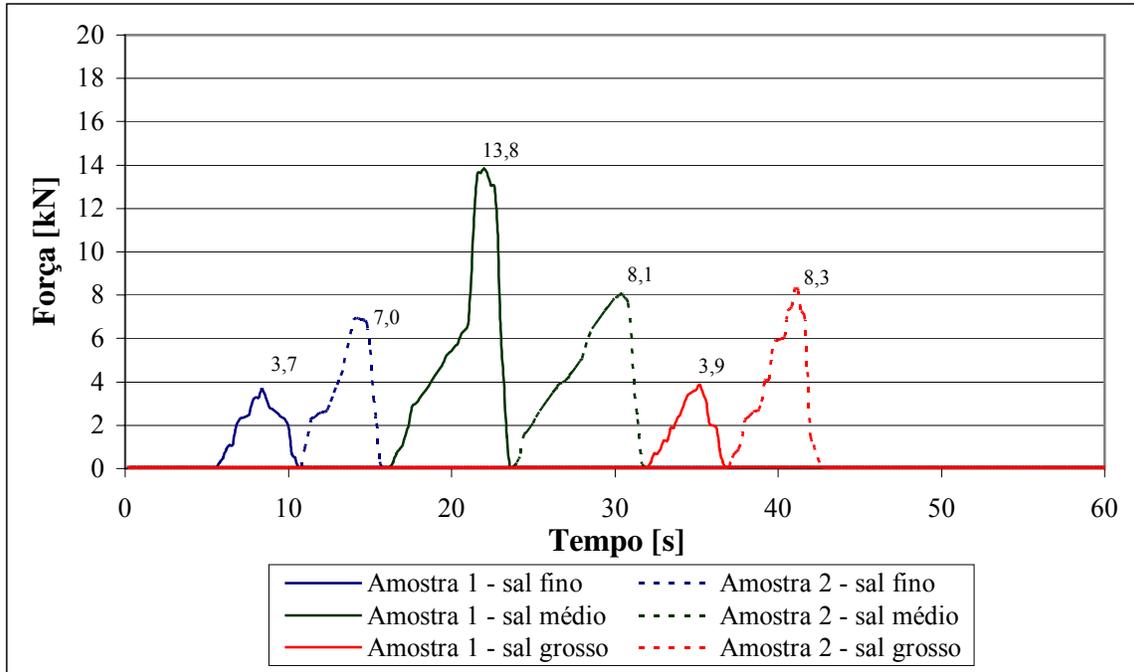


Figura 4.8 – Curva F x t durante a tixoconformação da liga A2011, à temperatura de 635°C, sobre camada de NaCl de diferentes granulometrias.

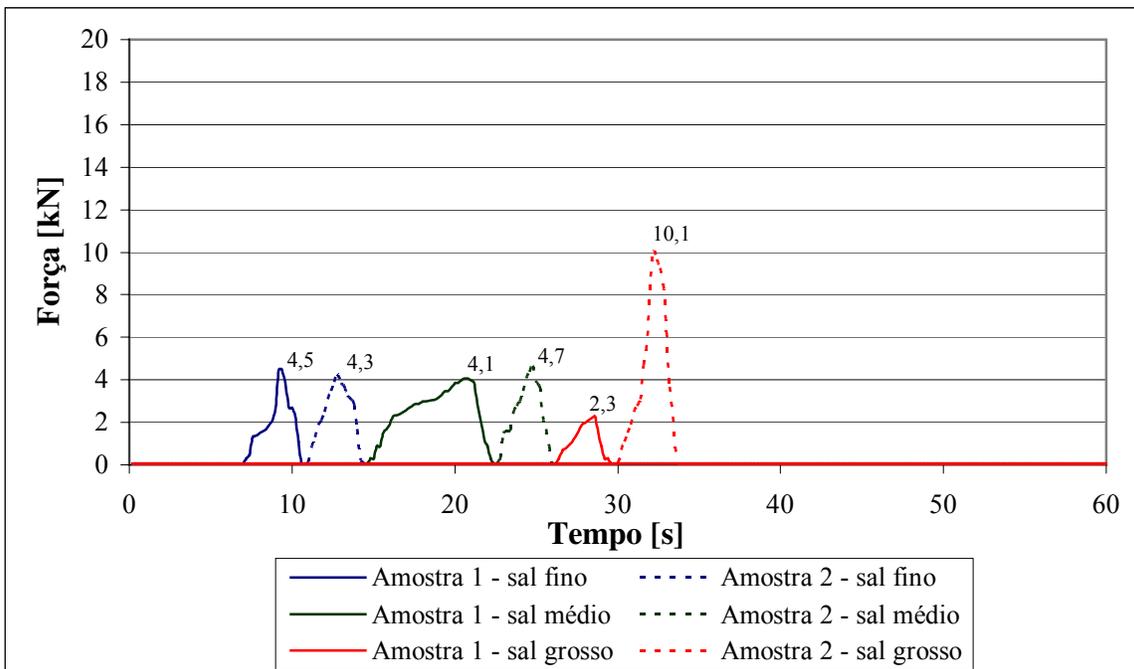


Figura 4.9 – Curva F x t durante a tixoconformação da liga A2011, à temperatura de 640°C, sobre camada de NaCl de diferentes granulometrias.

Para melhor efeito comparativo, os valores da força máxima requerida para o tixoforjamento em todas as condições analisadas são apresentados na Figura 4.10.

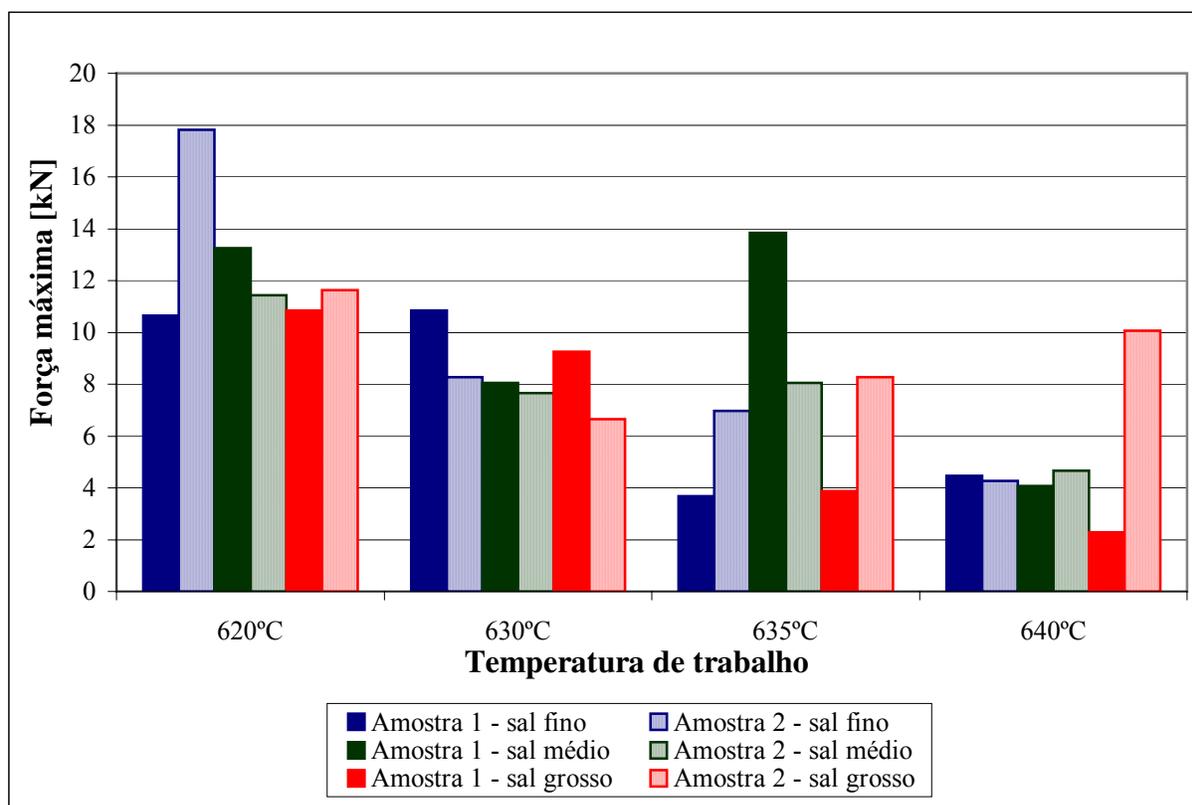


Figura 4.10 – Valores máximos da força de tixoconformação da liga A2011 sobre a camada de bloqueadores para todos os parâmetros estudados.

É evidente a influência sensível da temperatura da pasta tixotrópica na força requerida e a dificuldade de se achar uma relação entre esta e a granulometria do sal empregado, nas condições de processo estudadas.

A Tabela 4.3 apresenta valores médios da força máxima requerida para a obtenção do material celular, nas diferentes temperaturas de trabalho, independentemente da granulometria do sal utilizado, uma vez que o efeito deste parâmetro foi considerado negligenciável.

Tabela 4.3. Valores médios da força máxima requerida para tixoforjamento a diferentes temperaturas, da liga A2011 sobre camada de NaCl.

Temperatura de tixoforjamento [°C]	Força [kN]	Pressão [MPa]
620	11,6 ± 1,0	7,5 ± 0,6
630	8,5 ± 1,3	5,5 ± 0,8
635	7,5 ± 3,7	4,8 ± 2,4
640	4,4 ± 0,3	2,8 ± 0,2

Os reduzidos valores de pressão requerida para a infiltração da pasta semi-sólida na camada de bloqueadores é um fator de extrema importância para a aplicação comercial do processo na fabricação de materiais celulares, pois significa reduzidos custos de maquinário e operacionais.

4.3. Aspectos gerais do produto obtido

4.3.1. Aparência do material celular

Na Figura 4.11 são apresentados produtos típicos obtidos ainda contendo as partículas do agente bloqueador.

Pode-se notar a presença de rebarba na parte superior do produto, formada devido à folga entre o punção e a parede interna da matriz, atestando a alta fluidez da liga no estado pastoso. Pode também ter havido separação do líquido da pasta, durante a aplicação da força para conformação, levando à sua penetração na região e à formação da rebarba observada. A separação do líquido durante conformação de pastas tixotrópicas é fenômeno já observado anteriormente (Rovida, 2000).

A bolacha inferior da liga metálica é mantida aparentemente íntegra, não sendo infiltrada na camada do agente bloqueador. Pela análise das curvas de resfriamento apresentadas no item 4.2.1 pode-se observar que não há formação de semi-sólido nesta região. A bolacha metálica inferior se mantém agregada ao conjunto somente por efeito da força aplicada.



Figura 4.11 – Fotos do material celular típico obtido por tixoforjamento da liga A2011 sobre camada de NaCl. Agente bloqueador ainda não removido.

Na Figura 4.12 são apresentados os produtos obtidos para cada condição analisada, depois de removidas as rebarbas e as partículas de NaCl.

Pode-se observar, nos seus aspectos gerais, que todos os produtos apresentam um bom acabamento externo, com cavidades porosas bem definidas; nota-se a presença de poros interconectados ao longo de todo o material, caracterizando assim uma esponja metálica, em todos os casos. A distribuição de poros pode ser considerada relativamente homogênea em toda a região externa visível das amostras, com tendência à aglomeração de poros nos casos onde foram utilizadas partículas de NaCl mais grosseiras. Para todos os casos verifica-se a completa penetração do metal na camada de sal.

Quanto ao efeito dos parâmetros analisados, temperatura de tixoforjamento e granulometria do sal, os resultados mostram que estruturas mais homogêneas são obtidas para as menores granulometrias e maiores temperaturas de processo. À maior temperatura de tixoforjamento, onde maior fração líquida está presente, permite melhor infiltração da pasta (o que pode ser visto pela redução da camada maciça superior remanescente da liga), obtém-se estruturas mais homogêneas. Frações líquidas maiores também exigem menores forças para infiltração, prevenindo a compactação da camada de sal e, portanto, melhorando a distribuição dos poros resultantes.

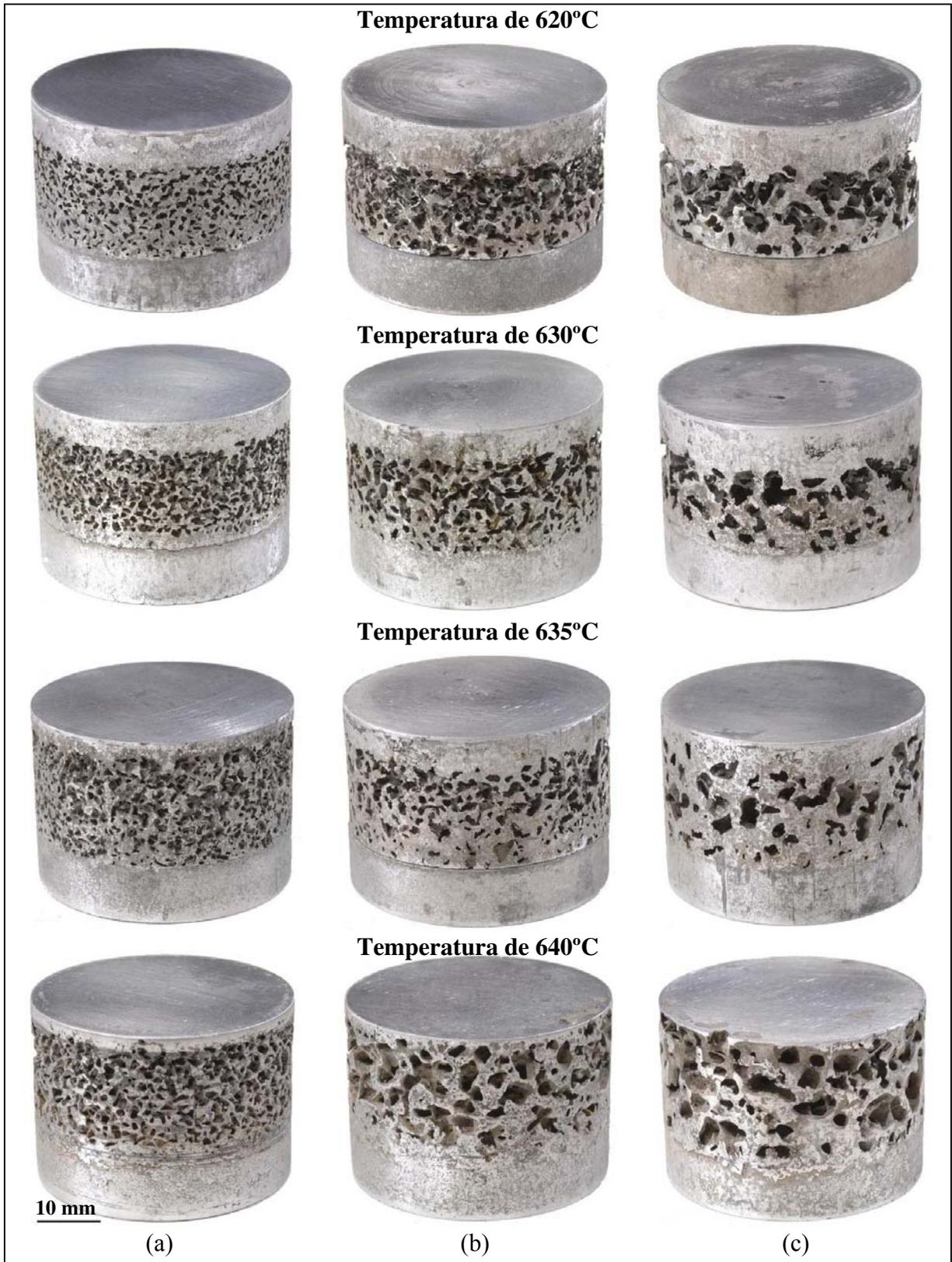


Figura 4.12 – Fotos do material celular obtido para tixoforjamento da liga A2011, em diferentes temperaturas, sobre camada de NaCl de granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira.

De maneira geral, pode-se comprovar a possibilidade de infiltração da pasta tixotrópica na camada de agente bloqueador; foram obtidos produtos porosos aceitáveis em todas as condições de tixoforjamento testadas.

4.3.2 – Capacidade de penetração da pasta na camada de agente bloqueador

A avaliação da capacidade de infiltração da liga semi-sólida na camada de partículas de sal foi feita pela medida da espessura de material poroso obtido, em cortes longitudinais das amostras produzidas.

A Figura 4.13 apresenta exemplos típicos, ilustrando a tomada de referência para a medida da espessura da camada superior (h_1) da liga de alumínio, e da camada (h_p) do material poroso. Como explicado anteriormente, em nenhum caso houve formação de semi-sólido na bolacha inferior da liga.

Os resultados são apresentados numericamente na Tabela 4.4. Nota-se uma maior penetração, isto é, maior valor da espessura da camada porosa, para a temperatura de 640°C devido à maior fração líquida na pasta metálica. Como consequência, com relação à espessura da liga residual superior, observa-se a obtenção de valores menores quanto maior é a temperatura de processo.

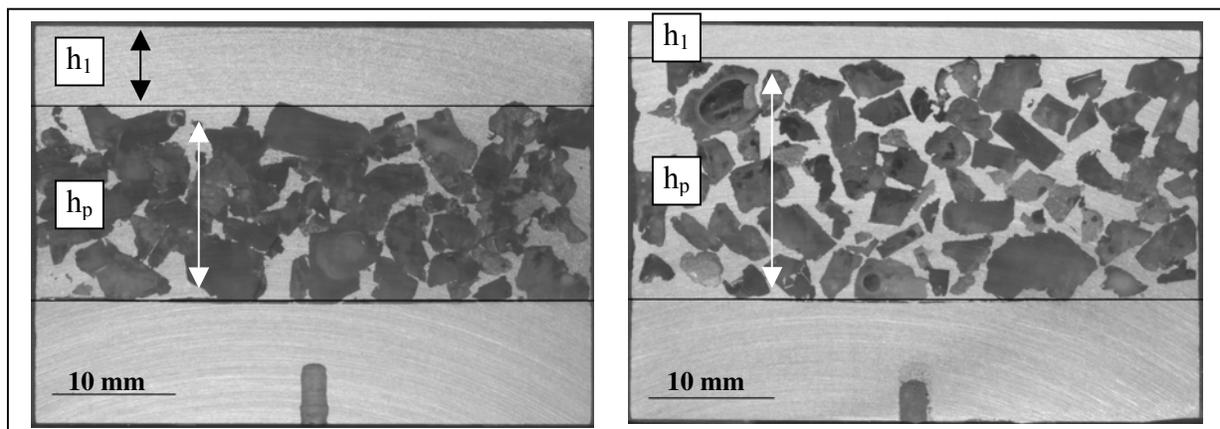


Figura 4.13 – Exemplos típicos de produtos obtidos, ilustrando a tomada de referência para medida de espessuras da camada superior da liga metálica e da região porosa.

Tabela 4.4 – Valores aproximados das espessuras das camadas de material poroso e superior de liga metálica, dos produtos obtidos.

Temperatura de tixoforjamento [°C]	Granulometria do agente bloqueador	Espessura da camada porosa (h_p) [mm]	Espessura da camada superior (h_1) [mm]
620	grosseira	15	8
630	fina	15	7
	média	16	7
	grosseira	16	7
635	fina	16	6
	média	15	7
	grosseira	16	6
640	fina	19	4
	média	19	4
	grosseira	19	2

Não são apresentados os valores relativos aos produtos obtidos a 620°C, com sal fino e médio, por estes apresentarem fragilidade excessiva, o que não permitiu o preparo de amostras para análise.

A Figura 4.14 apresenta esses valores em forma de gráfico. Observa-se uma espessura da ordem de 15 a 20mm para a região porosa em todos os casos e fica visível o aumento da sua espessura com o aumento da temperatura de trabalho. Por outro lado, não parece haver influência sensível da granulometria do sal na capacidade de penetração da pasta tixotrópica, nas condições testadas.

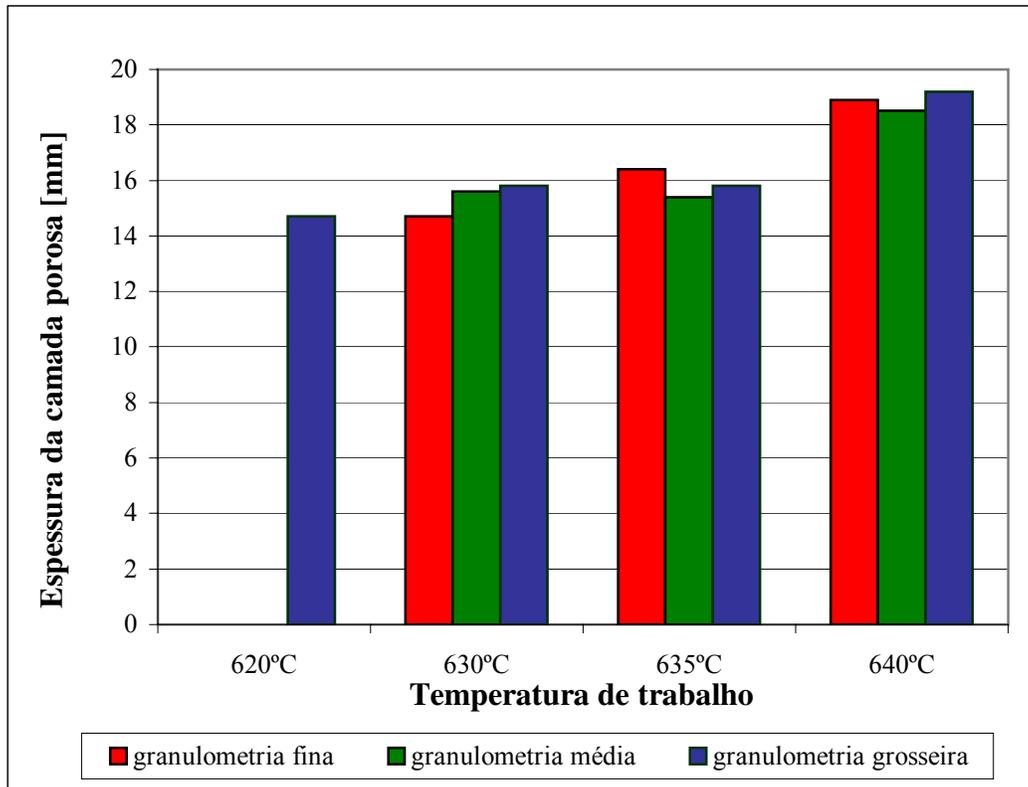


Figura 4.14 – Valores da espessura da camada de material poroso dos produtos obtidos para cada condição de ensaio.

Durante o processo pode haver compressão da camada de sal, reduzindo a espessura da região porosa prevista (a camada de sal inicial de 20 mm de espessura). O efeito é mais suscetível de ocorrência no tixoforjamento de pastas com menores frações líquidas, como observado no tixoforjamento a 620°C.

4.3.3. Defeitos mais comuns observados nos produtos obtidos

Alguns defeitos puderam ser observados em determinados produtos obtidos: dimensão excessiva de poros; preenchimento incompleto da camada de sal; e fragilidade da região porosa.

O primeiro caso é consequência da possibilidade de compactação da camada de sal pela ação da força aplicada para a conformação. Ocorre para a menor temperatura de tixoforjamento onde a resistência à deformação da liga metálica é maior devido a maior fração sólida na pasta

tixotrópica, não sendo aparentemente influenciada pela granulometria. Exemplo típico é apresentado na Figura 4.15.



Figura 4.15 – Aspecto geral de produto obtido com dimensões excessivas de poros. Condição de tixoconformação: temperatura 620°C, granulometria grosseira.

O segundo caso, preenchimento incompleto da camada de sal, ocorre também para a menor temperatura de tixoforjamento, pela dificuldade de escoamento da pasta, com alta fração sólida, nos espaços entre as partículas de sal. Um exemplo típico é apresentado na Figura 4.16.



Figura 4.16 – Aspecto geral de produto obtido com preenchimento incompleto da camada de sal. Condição de tixoconformação: temperatura 620°C, granulometria média.

O terceiro caso, fragilidade da região porosa, só foi observado para a menor temperatura de processo, e é também resultado da maior fração sólida no semi-sólido. Exemplo típico é apresentado na Figura 4.17.

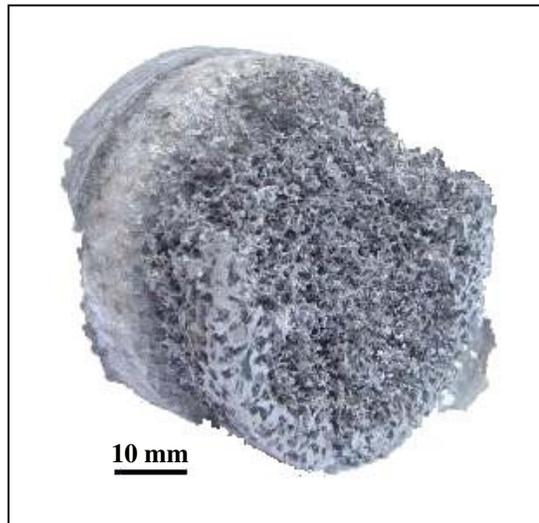


Figura 4.17 – Aspecto geral de produto obtido com fragilidade da região porosa. Condição de tixoconformação: temperatura 620°C, granulometria fina.

De maneira geral, pode-se observar que a dificuldade de fabricação de produtos porosos é mais dependente da fração líquida presente na pasta metálica do que da granulometria do agente bloqueador utilizado, pelo menos nas condições de ensaios empregadas. No entanto, é de se supor que para condições de ensaios mais críticas, como por exemplo mais elevadas frações sólidas na pasta, a granulometria do sal seja um fator fundamental para o sucesso da infiltração.

4.4 – Caracterização metalúrgica do produto

4.4.1 – Caracterização qualitativa da arquitetura de poros

Para a observação interna do material celular produzido, foram feitas tomografias computadorizadas de todas as amostras obtidas. Os resultados são apresentados nas Figuras 4.18 a 4.21. Pode-se observar que para todos os casos o produto apresenta poros interconectados em todo o seu volume, o que o caracteriza como esponja metálica; nota-se também uma dispersão razoavelmente homogênea de poros ao longo das seções estudadas, com pequenas regiões particulares apresentando aglomeração e formação incompleta da esponja metálica.

Pode-se observar também, em todos os casos, a completa remoção do agente bloqueador.

Devido à pequena dimensão da amostra em comparação com as dimensões da câmara de análise, não foi possível a obtenção de imagens de melhor resolução. Microtomografia não foi utilizada pois não caracterizaria todo o volume do material celular produzido.

A Figura 4.18 apresenta imagens de planos paralelos obtidos para os materiais produzidos por tixoforjamento a 620°C. Observa-se que no produto produzido a partir de sal com granulometria média (b) ocorre a formação incompleta da região porosa, por não apresentar um total preenchimento da camada de sal, o que é evidenciado pela região central escura mostrada nas seqüências (6), (7) e (8); já o produto produzido utilizando sal com granulometria grosseira (c) não apresentou uma dispersão uniforme da porosidade, com a presença de regiões com maior concentração de porosidade, como observado no plano (8).

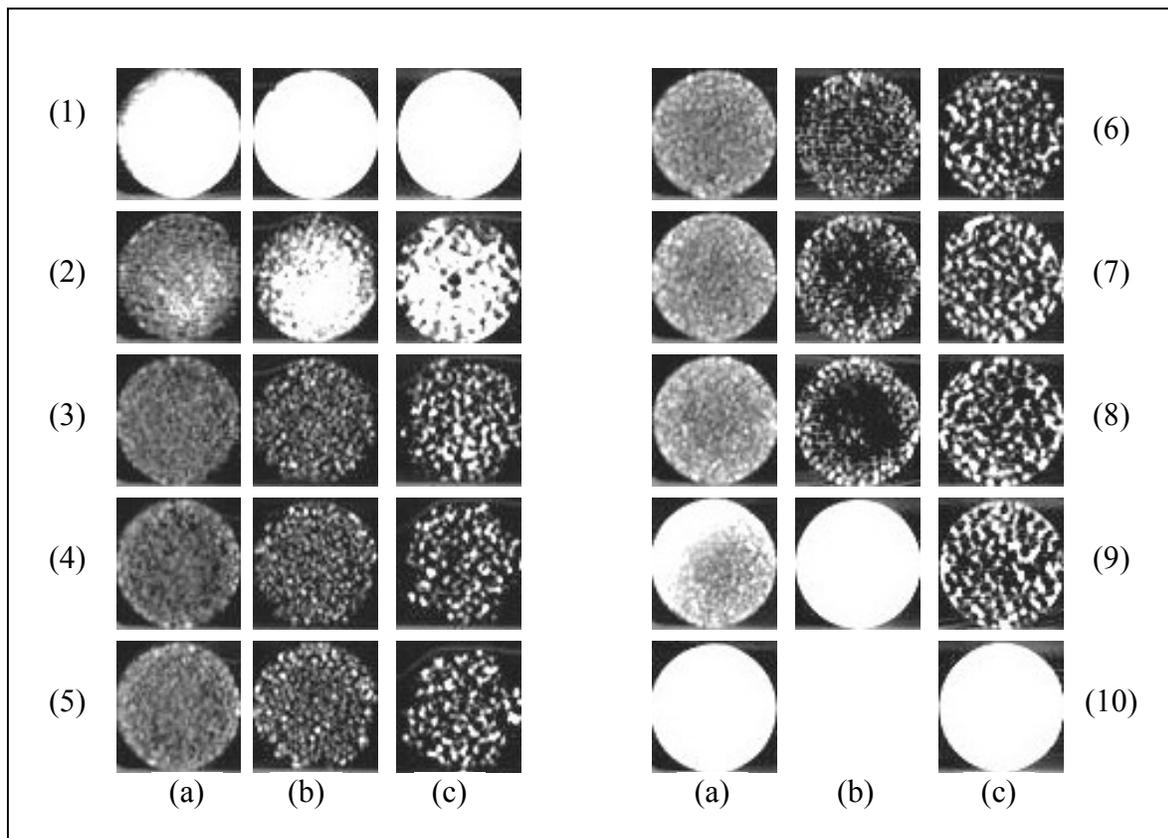


Figura 4.18 – Imagens de seções paralelas, obtidas por tomografia, de material celular produzido por tixoforjamento a 620°C, sobre camada de bloqueadores com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média, (c) grosseira. Distância entre planos: 2mm.

Nos produtos obtidos por tixoforjamento a 630°C, apresentados na Figura 4.19, pode-se observar pelas seqüências de planos mostrados: uma possível compressão da camada de sal de granulometria fina (a), com a formação de uma região pouco porosa, observada no plano (8); uma dispersão uniforme dos poros formados no material celular produzido pela infiltração na camada de sal de granulometria média (b); e novamente a formação de regiões com maior concentração de poros no produto obtido com a utilização de bloqueadores grosseiros (c), observadas em suas seções.

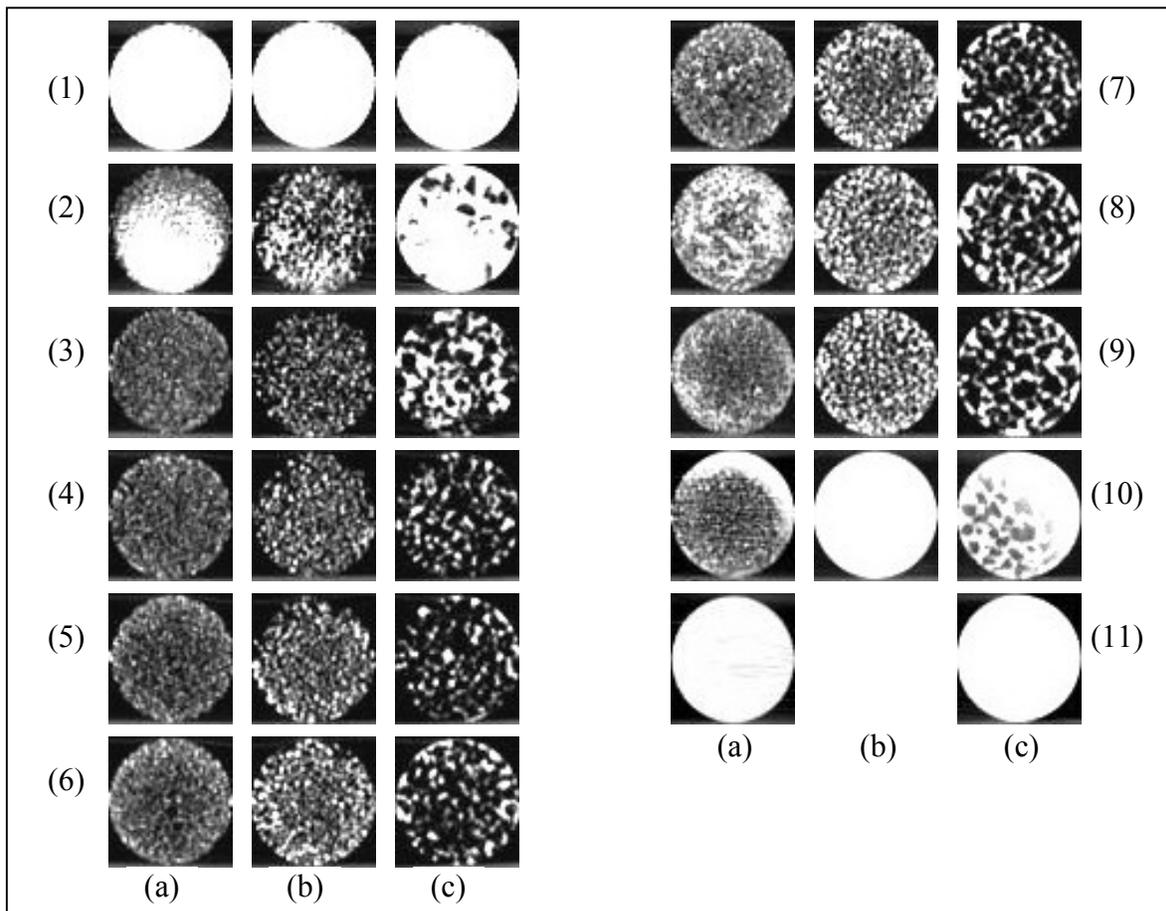


Figura 4.19 – Imagens de seções paralelas, obtidas por tomografia, de material celular produzido por tixoforjamento a 630°C, sobre camada de bloqueadores com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média, (c) grosseira. Distância entre planos: 2mm.

Nos produtos obtidos por tixoforjamento a 635°C, apresentados na Figura 4.20, observa-se formação do material celular com boa uniformidade na distribuição dos poros ao longo de todas as seções, para as granulometrias: fina (a) e média (b). E a mesma tendência de formação de

regiões com maior concentração de poros para o produto obtido com a utilização de granulometria grosseira (c), como se observa nas posições: (4), (5), (8) e (9).

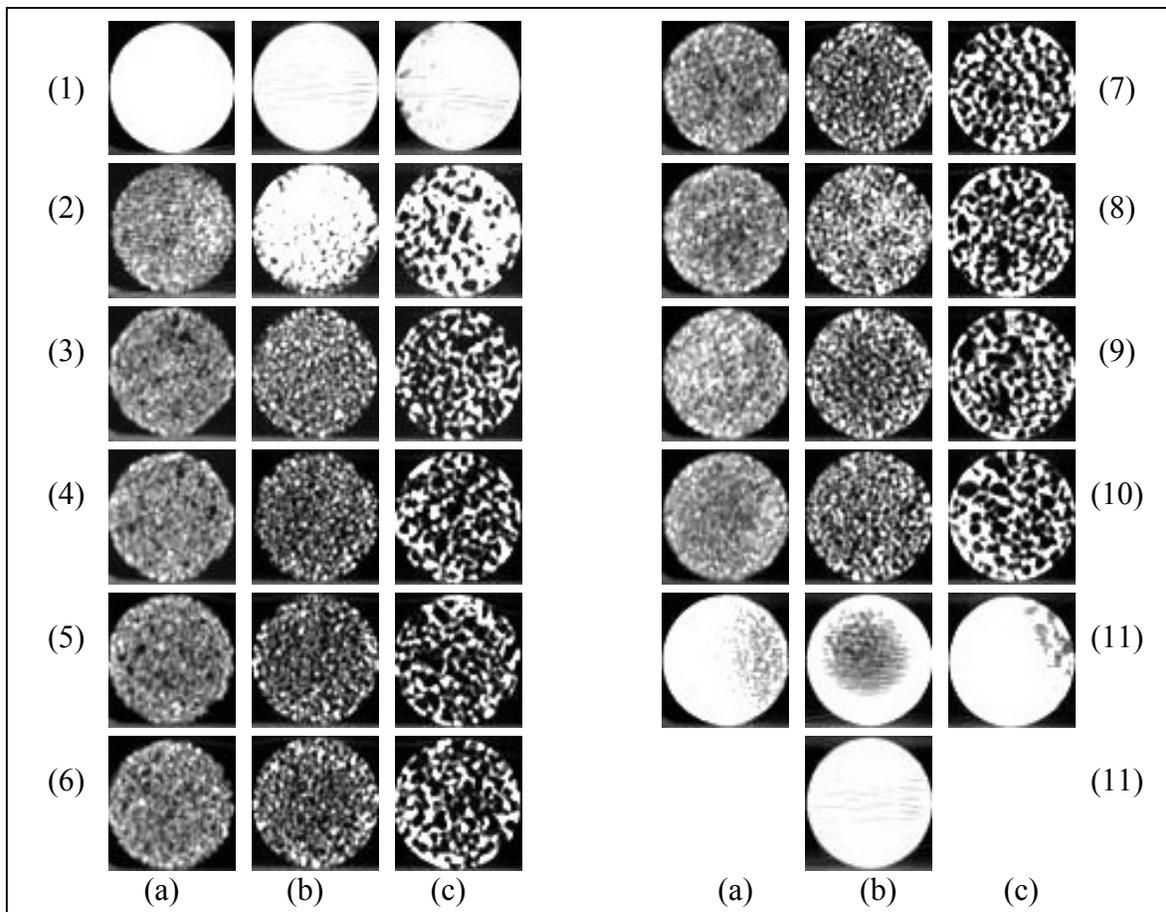


Figura 4.20 – Imagens de seções paralelas, obtidas por tomografia, de material celular produzido por tixoforjamento a 635°C, sobre camada de bloqueadores com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média, (c) grosseira. Distância entre planos: 2mm.

Nos produtos obtidos por tixoforjamento a 640°C, apresentados na Figura 4.21, pode –se observar regiões de pouca porosidade nas amostras produzidas com sal de granulometria fina, nas seções (9), (10) e (11), evidenciando a possibilidade de compressão da camada de sal pelo metal. Na amostra produzida por infiltração de sal de granulometria média a distribuição da porosidade se apresenta mais homogênea, embora algumas regiões (seções (9), (10) e (11)) apresentem algumas heterogeneidades. Novamente se observa, para o produto obtido pelo uso de sal grosseiro, a presença de regiões com poros irregulares e de grande dimensões, seção (4).

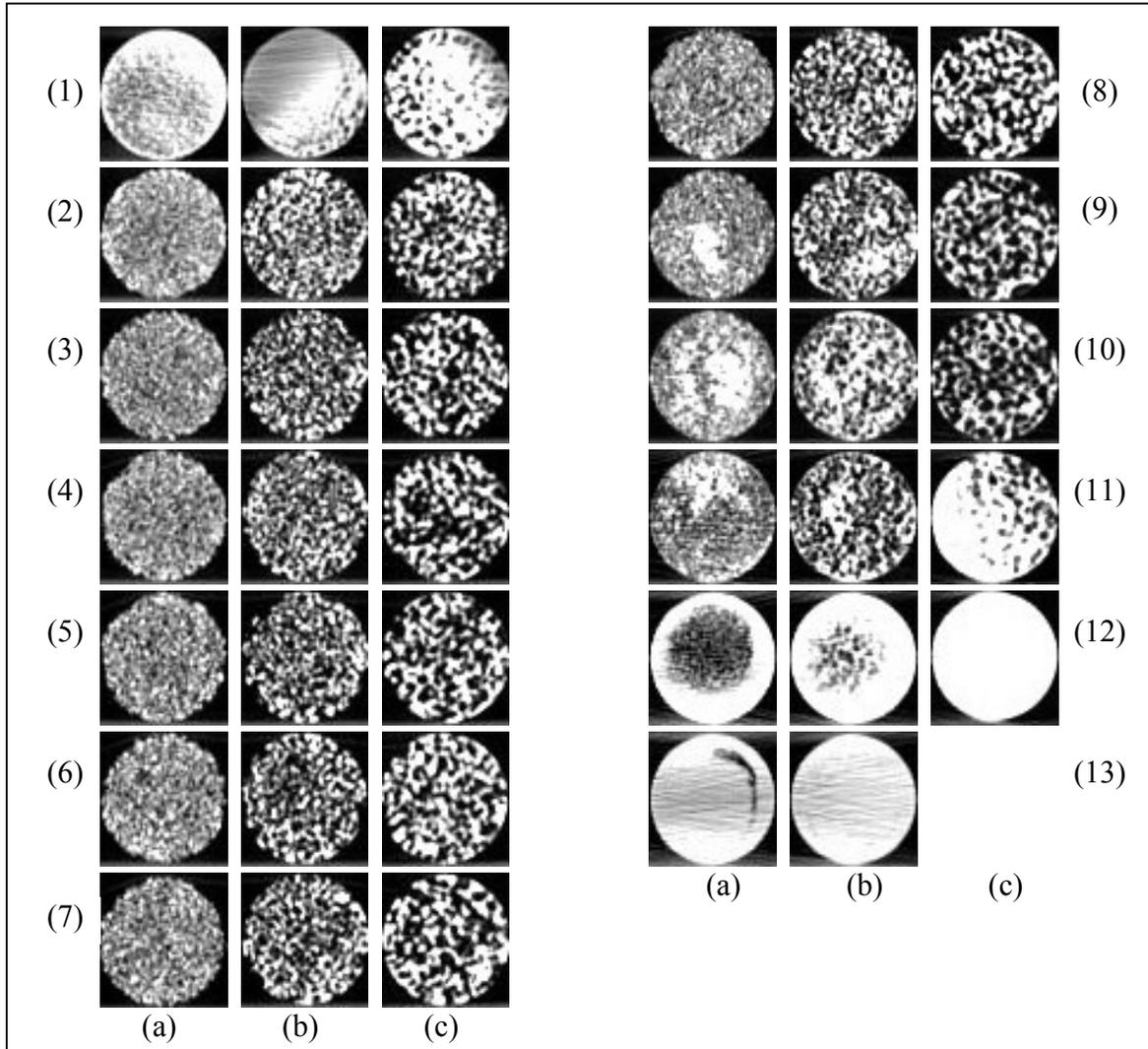


Figura 4.21 – Imagens de seções paralelas, obtidas por tomografia, de material celular produzido por tixoforjamento a 640°C, sobre camada de bloqueadores com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média, (c) grosseira. Distância entre planos: 2mm.

4.4.2. Caracterização quantitativa da arquitetura dos poros

A arquitetura dos poros presentes nos produtos porosos obtidos nas diferentes condições de ensaio foram analisadas quantitativamente, através da medida de espessura de paredes de células. Para tanto foram utilizadas fotos da seção longitudinal das amostras cilíndricas produzidas.

A Figura 4.22 apresenta as seções dos produtos porosos obtidos em todas as condições de ensaio analisadas.

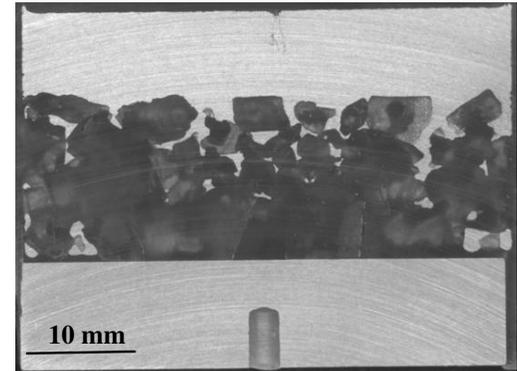
Temperatura de 620°C

(impossível corte)

(a)

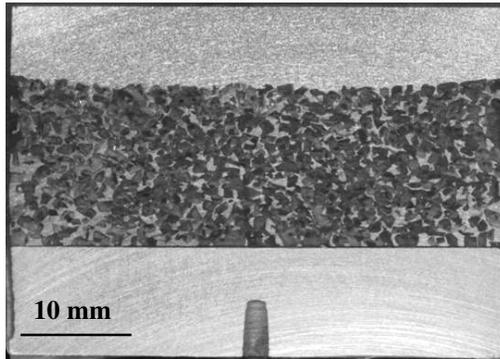
(impossível corte)

(b)

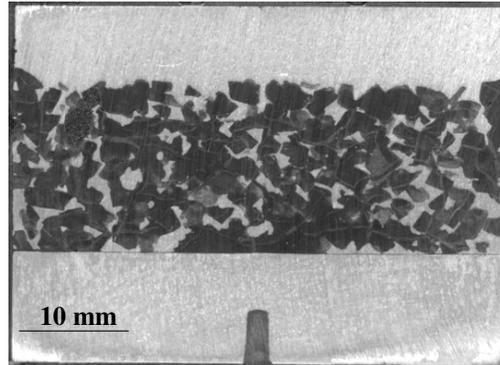


(c)

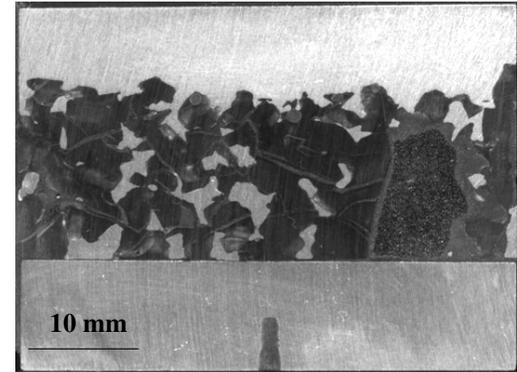
Temperatura de 630°C



(a)



(b)



(c)

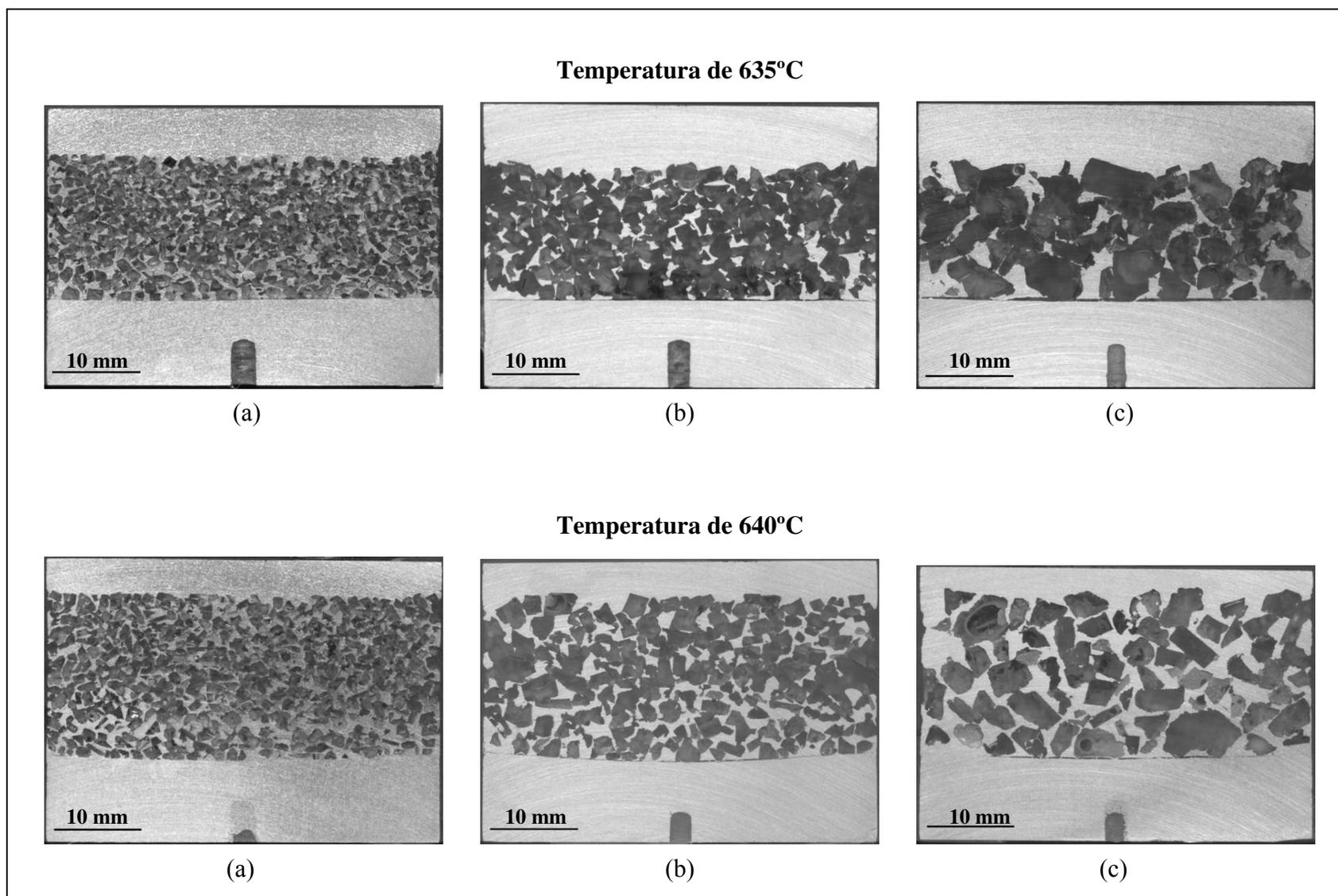


Figura 4.22 – Seção longitudinal dos produtos porosos, obtidos por tixoforjamento a diferentes temperaturas, da liga A2011 sobre camada de NaCl com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira.

Pode-se observar que os poros são interconectados em todos os casos, o que garante total remoção do agente bloqueador. A sua geometria e dimensões são bastante irregulares e similares à geometria e dimensões das partículas de sal utilizadas, apresentadas na Figura 3.6.

Os produtos resultantes da infiltração da liga em camadas de sal de granulometria fina apresentam uma dispersão uniforme de poros para todas as temperaturas, com paredes de células e poros mais definidos para as maiores temperaturas. Para as demais granulometrias observa-se a formação de grandes aglomerados de vazios, para as temperaturas de 620°C e 630°C, principalmente para a maior granulometria, tendo melhor formação do material celular para as temperaturas de 635°C e 640°C com a formação de poros bem definidos.

Pode-se também observar claramente o efeito da temperatura da liga na compressão exercida sobre a camada de sal: à menor temperatura há maior compactação do sal, reduzindo a espessura da camada porosa (já quantificada anteriormente), e aumentando a possibilidade de formação de poros de grandes dimensões.

Para melhor observação das paredes das células, a Figura 4.23 apresenta os resultados em foto com maior aumento. Pode-se notar a melhor distribuição de poros, melhor regularidade de suas dimensões e de dimensões de paredes de células quando o sal de granulometria fina é utilizado, para todas as temperaturas de trabalho, com exceção da menor temperatura, a qual resultou em produtos frágeis.

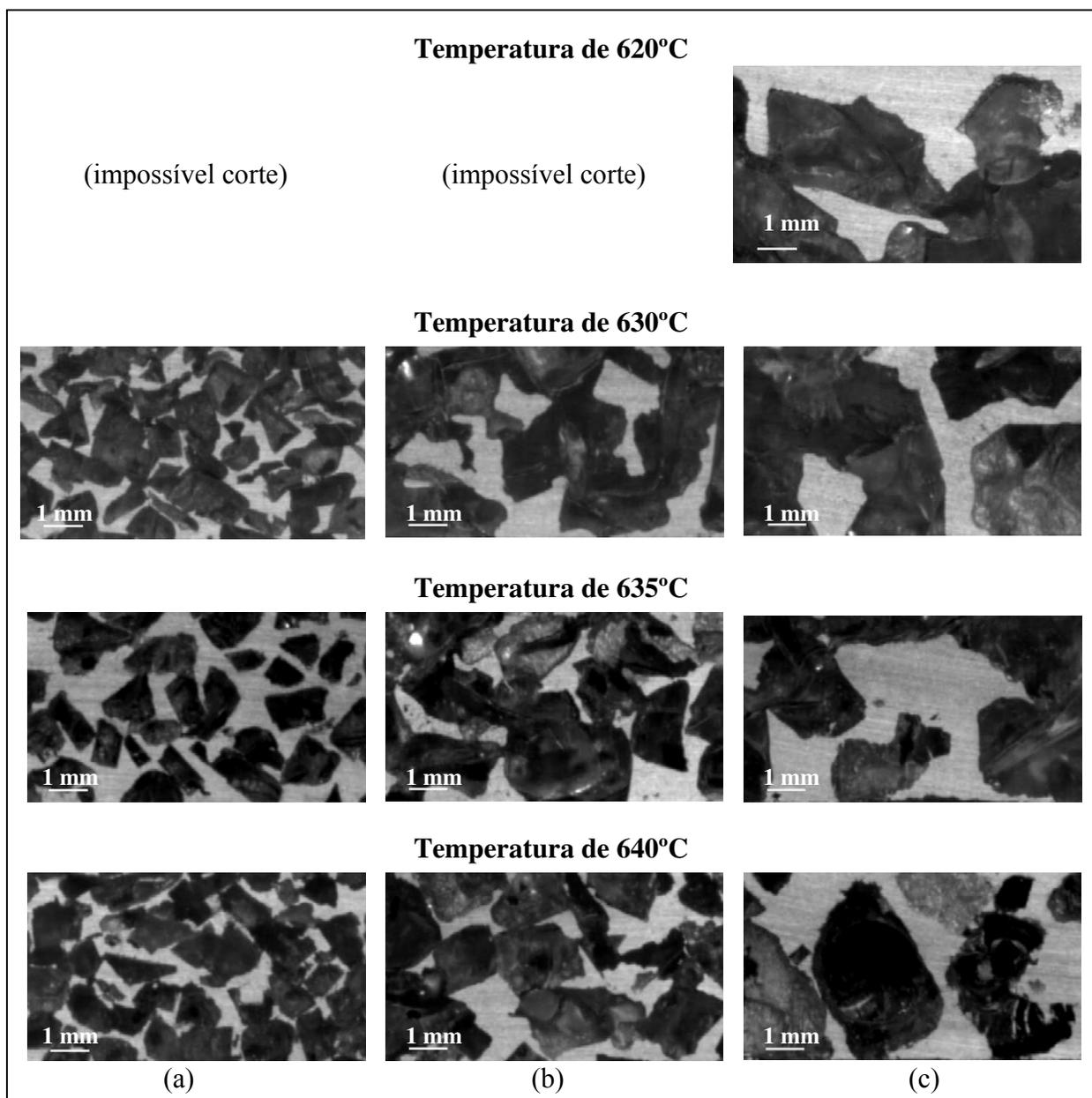


Figura 4.23 – Estrutura dos metais celulares obtidos por tixoforjamento da liga A2011, em diferentes temperaturas, sobre camada de partículas de NaCl com distintas granulometrias: (a) fina, (b) média e (c) grosseira.

A granulometria do agente bloqueador tem uma grande influência no tamanho dos poros obtidos; nota-se que a geometria dos mesmos é poligonal como dos cristais de sal e por se apresentarem na forma de células abertas torna-se difícil a correta definição dos seus limites dimensionais. São observados poros bem definidos, bem como grandes poros formados pelo aglomerado de cristais de sal durante a compactação.

As dimensões para as arestas dos poros obtidos se encontram dentro das dimensões de granulometrias utilizadas para o estudo: fina (ϕ_1) – arestas entre 1,0mm e 1,6mm, média (ϕ_2) – arestas entre 1,6mm e 3,15mm e grosseira (ϕ_3) – arestas maiores que 3,15mm. Para todos os resultados observam-se casos especiais de poros que apresentam suas arestas com dimensões menores que as utilizadas no agente bloqueador, devido a compactação dos cristais de sal durante a conformação da pasta tixotrópica, bem como arestas de poros com dimensões maiores, resultado da aglomeração dos cristais.

Foram medidas a espessura das paredes metálicas entre poros. Esta espessura, bem como a microestrutura que apresenta, são fatores importantes para o comportamento mecânico do material, uma vez que as paredes metálicas são os únicos componentes maciços do material poroso.

As espessuras de paredes são muito irregulares, variando de 0mm, quando os poros se tocam, a 5,0mm, em um mesmo produto. Os valores medidos são apresentados na Tabela 4.5, nota-se uma tendência das mesmas apresentarem valores maiores quanto maior é a granulometria utilizada, fato esse observado para todas as temperaturas de trabalho.

Tabela 4.5 – Espessuras das paredes de materiais celulares produzidos a partir da liga A2011 no estado semi-sólido, por tixoforjamento em diferentes temperaturas, sobre camada de partículas de agente bloqueador de distintas granulometrias.

Temperatura de tixoforjamento [°C]	Granulometria	Espessura da parede [mm]	
		menor valor ($\neq 0$)	maior valor
620	grosseira	0,1	1,6
	fina	0,1	1,0
630	média	0,1	2,3
	grosseira	0,4	2,2
635	fina	0,1	2,2
	média	0,1	1,6
640	grosseira	0,2	5,0
	fina	0,1	0,9
	média	0,1	2,0
	grosseira	0,1	3,3

4.4.3. Caracterização da microestrutura

A microestrutura de uma pasta tixotrópica define as suas propriedades de escoamento e, portanto, no caso da produção de materiais celulares por infiltração em pré-formas porosas, a sua capacidade de escoamento e preenchimento dos espaços vazios.

Além disso, o comportamento mecânico de um metal celular depende da arquitetura de poros e das características mecânicas das paredes metálicas entre eles, as quais por sua vez, dependem de sua microestrutura.

A microestrutura dos produtos celulares obtidos em todas as condições de tixoforjamento testadas foi observada em 5 distintas regiões ao longo do comprimento de sua seção longitudinal, conforme indicado na Figura 4.24. Estas regiões foram escolhidas para avaliação de eficiência da fusão parcial em produzir pastas tixotrópicas em ambas as bolachas da liga utilizada, também do comportamento da pasta durante infiltração na camada de sal e da estrutura resultante da solidificação do metal infiltrado.

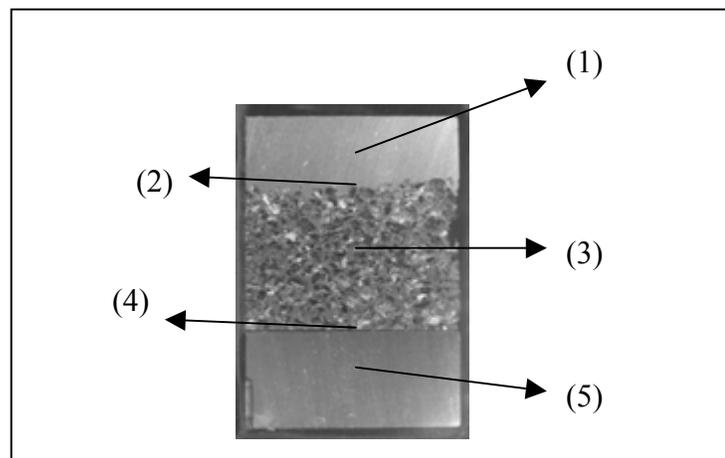


Figura 4.24 – Indicação das regiões utilizadas para análise microestrutural das amostras.
Regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) - interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) – centro da camada porosa, (4) – interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) – centro da bolacha inferior.

Os resultados obtidos são apresentados nas Figuras 4.25 a 4.34. Não são apresentados resultados do tixoforjamento a 620°C, para as granulometrias fina e média devido à impossibilidade do manuseio das amostras para preparo metalográfico, por estas apresentarem alta fragilidade, como já mencionado.

Pode-se observar, em todos os casos, na região superior das amostras estrutura típica resultante da solidificação de pasta tixotrópica: é constituída de fase primária α com morfologia globular e fase secundária (no caso θ - CuAl_2) em contornos de glóbulos, isto é, em regiões ocupadas pelo líquido na temperatura de tixoforjamento utilizada. Pode-se ainda notar a presença de fase θ no interior da fase primária, formada, provavelmente, por precipitação no estado sólido. Portanto, as condições de tratamento térmico utilizadas são adequadas para a produção de pastas tixotrópicas. Pela simples observação visual não é possível diferenciar a fração líquida presente nas pastas tixotrópicas obtidas nas diferentes temperaturas de FPC, apenas uma tendência à maior presença de líquido no interior dos glóbulos da fase primária sólida, nas amostras tratadas à maior temperatura. Este líquido poderia ser libertado por deformação da pasta durante a operação de tixoforjamento, auxiliando o preenchimento da pré-forma de sal e reduzindo a força requerida, como observado.

As dimensões médias dos glóbulos da fase primária sólida na bolacha superior as amostra foram medidas e os resultados são apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 – Tamanho médio de glóbulos nas pastas tixotrópicas obtidas por FPC da liga A2011, nas diferentes temperaturas analisadas.

Temperatura de tixoforjamento [°C]	Diâmetro médio globulos [µm]	Desvio Padrão
620	340	140
630	323	104
635	330	118
640	321	83

Os valores obtidos são elevados e com grande variação em torno do valor médio, evidenciando a heterogeneidade de dimensões dos glóbulos sólidos na pasta. Estas dimensões são maiores que as dimensões dos grãos da estrutura original da liga extrudada (cerca de 9 vezes); houve, portanto, crescimento de grãos no processo de tixofundição o que poderia prejudicar o comportamento da pasta no escoamento. Nos ensaios efetuados, no entanto, em todos os casos houve preenchimento total da camada de sal pela pasta tixotrópica. De qualquer maneira, estruturas tixotrópicas mais refinadas poderiam ser produzidas pela diminuição do tempo requerido para o aquecimento do material.

Pode-se ainda observar que não é possível diferenciar o diâmetro médio de glóbulos em função da temperatura de tratamento. Deste modo, o diferente comportamento no tixoforjamento, medido pela força máxima requerida, deve ser atribuído às diferenças entre as frações líquidas presentes nas pastas obtidas à diferentes temperaturas.

As micrografias apresentadas permitem ainda observar que na região inferior maciça das amostras, não há globularização e formação de quantidade sensível de líquido nas amostras tratadas a 620°C. Nas amostras tratadas a 630°C há indícios da formação de líquido em contornos de grão e de sua globularização, que se tornam mais evidentes com o aumento de temperatura. A 640°C a microestrutura apresenta típicos glóbulos sólidos em meio líquido, isto é, estrutura tixotrópica. No entanto, apresentam glóbulos de grandes dimensões e pequena fração líquida. Estas condições, associadas com a aplicação de forças a partir da extremidade superior do conjunto metal/sal/metal, não permitiram a infiltração a partir da pasta produzida na bolacha inferior do conjunto.

A comparação entre as microestruturas da região (1) – centro da bolacha superior e das regiões (2) – interfaces entre a bolacha de metal maciço superior e a camada porosa, indica que todo o volume de metal apresenta a mesma estrutura tixotrópica, isto é, em todos os casos o metal a ser infiltrado é realmente uma pasta tixotrópica, com alguma diferenciação entre si promovida pelo aumento da temperatura de tratamento para a FPC.

A observação das microestruturas das regiões (3) – centro da camada porosa e (4) – interface entre a camada porosa e a bolacha maciça inferior – mostram estruturas semelhantes entre si e distintas da região maciça inferior, que se destacou da amostra em todos os casos, como comentado anteriormente. Estes fatos indicam que a região porosa foi formada somente pela infiltração da pasta metálica superior, em todo o volume da camada de sal.

As microestruturas da região porosa são, em todos os casos, distintas da microestrutura da pasta tixotrópica presente na camada superior maciça de metal, da qual se originou. Em todos os casos se apresentam mais refinadas, constituídas de rosetas (caso do tixoforjamento a 620°C e 630°C); rosetas + glóbulos + dendritas finas (caso do tixoforjamento a 635°C); rosetas + glóbulos (caso do tixoforjamento a 640°C).

A análise das micrografias obtidas na região porosa dos produtos tixoforjados a diferentes temperaturas leva à suposição da separação do líquido da pasta tixotrópica, durante a conformação. Assim, no caso do tixoforjamento a 620°C, somente líquido seria infiltrado devido à dificuldade de escoamento da pasta com, provavelmente, maior fração sólida. O resultado observado é uma típica microestrutura resultante de processo de solidificação rápida de líquido.

Com o aumento da temperatura, haveria aumento da fluidez da pasta e a da possibilidade de sua infiltração; as microestruturas observadas apresentam teores crescentes de glóbulos semelhantes aos presentes na pasta tixotrópica da bolacha superior metálica, com o aumento da temperatura de tixoforjamento. Assim, para o tixoforjamento a 640°C, haveria infiltração da pasta (sólido + líquido) e não somente da sua fase líquida.

Com relação às propriedades finais do produto poroso obtido por tixoforjamento, provavelmente estas sejam superiores nos casos de estrutura de paredes celulares constituídas de dendritas (rosetas finas).

Pode-se também observar nas microestruturas apresentadas que não há, em nenhum dos casos, contaminação do material pelo agente bloqueador, através de sua difusão, nem mesmo pela sua inclusão durante a tixoconformação: pode-se notar a completa remoção do sal utilizado.

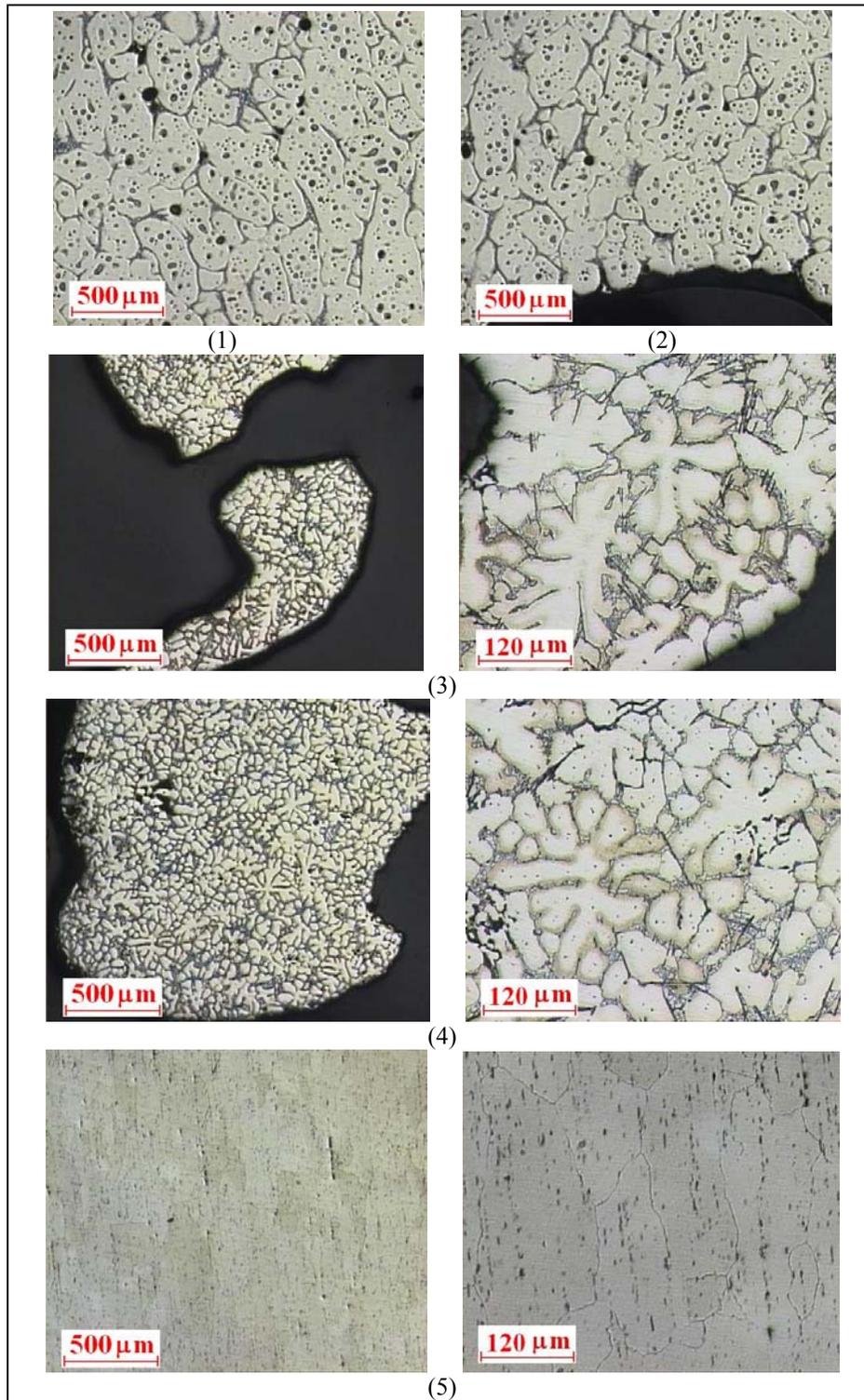


Figura 4.25 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 620°C, sobre camada de NaCl com granulometria grosseira, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

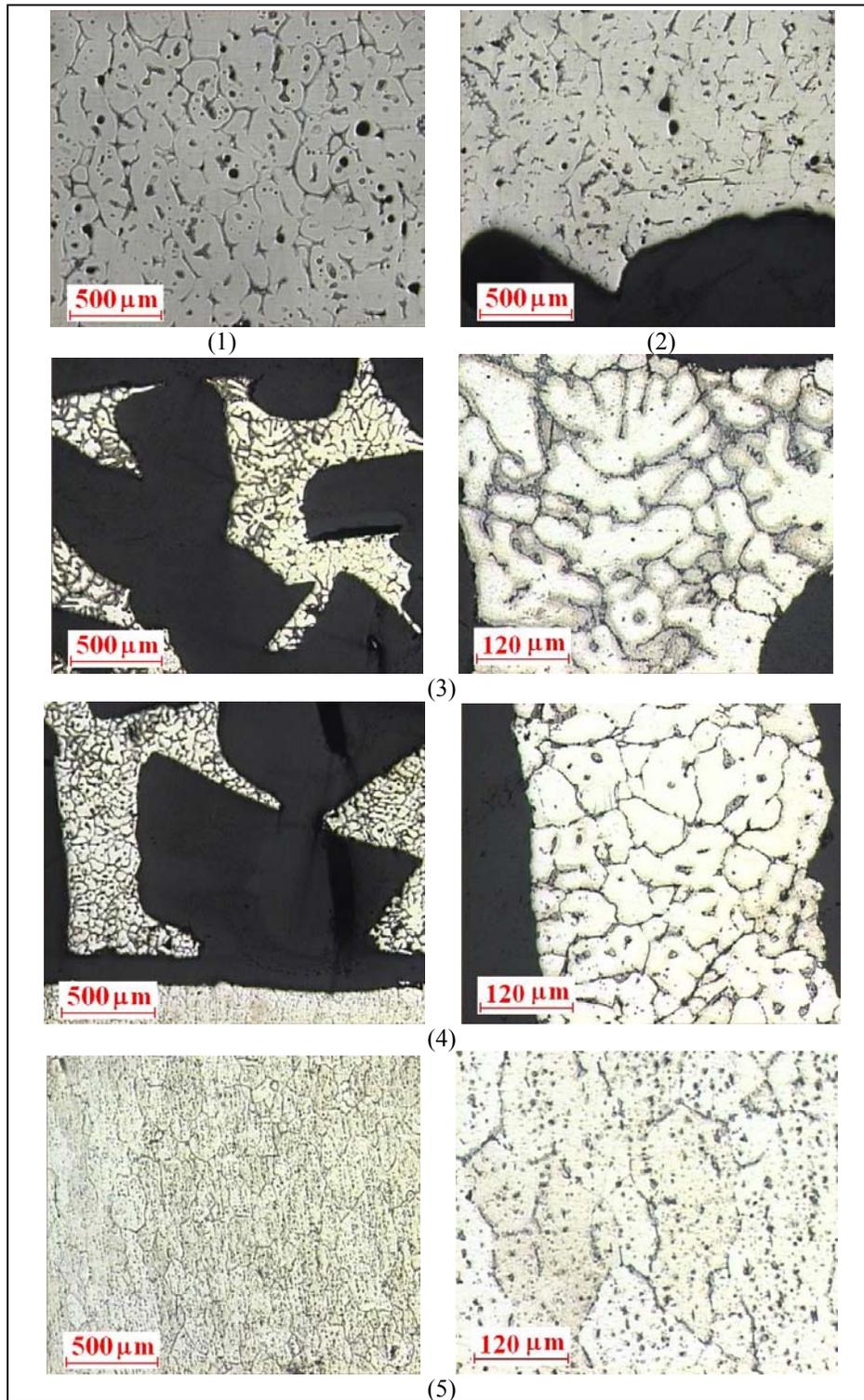


Figura 4.26 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 630°C, sobre camada de NaCl com granulometria fina, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

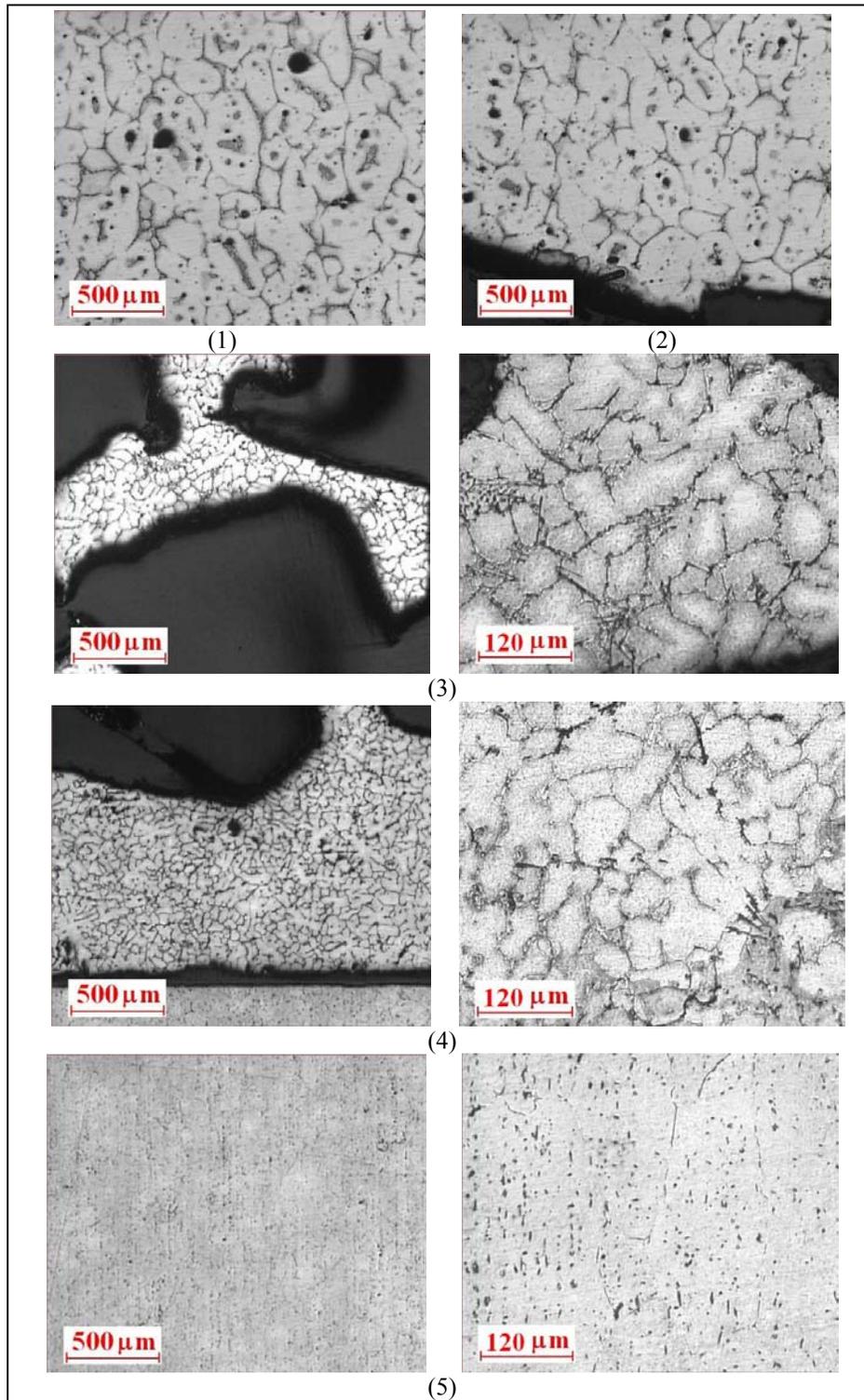


Figura 4.27 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 630°C, sobre camada de NaCl com granulometria média, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

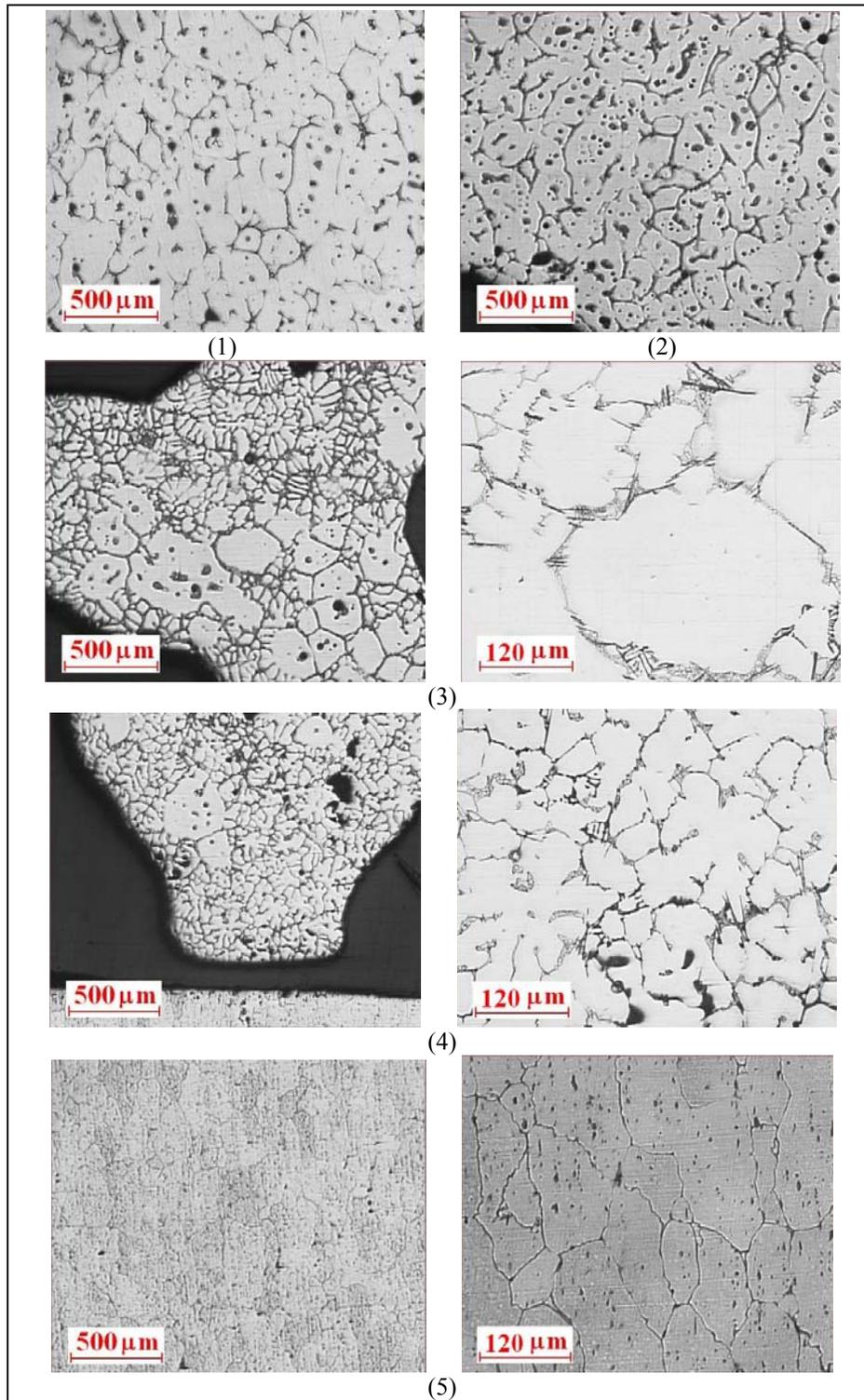


Figura 4.28 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 630°C, sobre camada de NaCl com granulometria grosseira, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

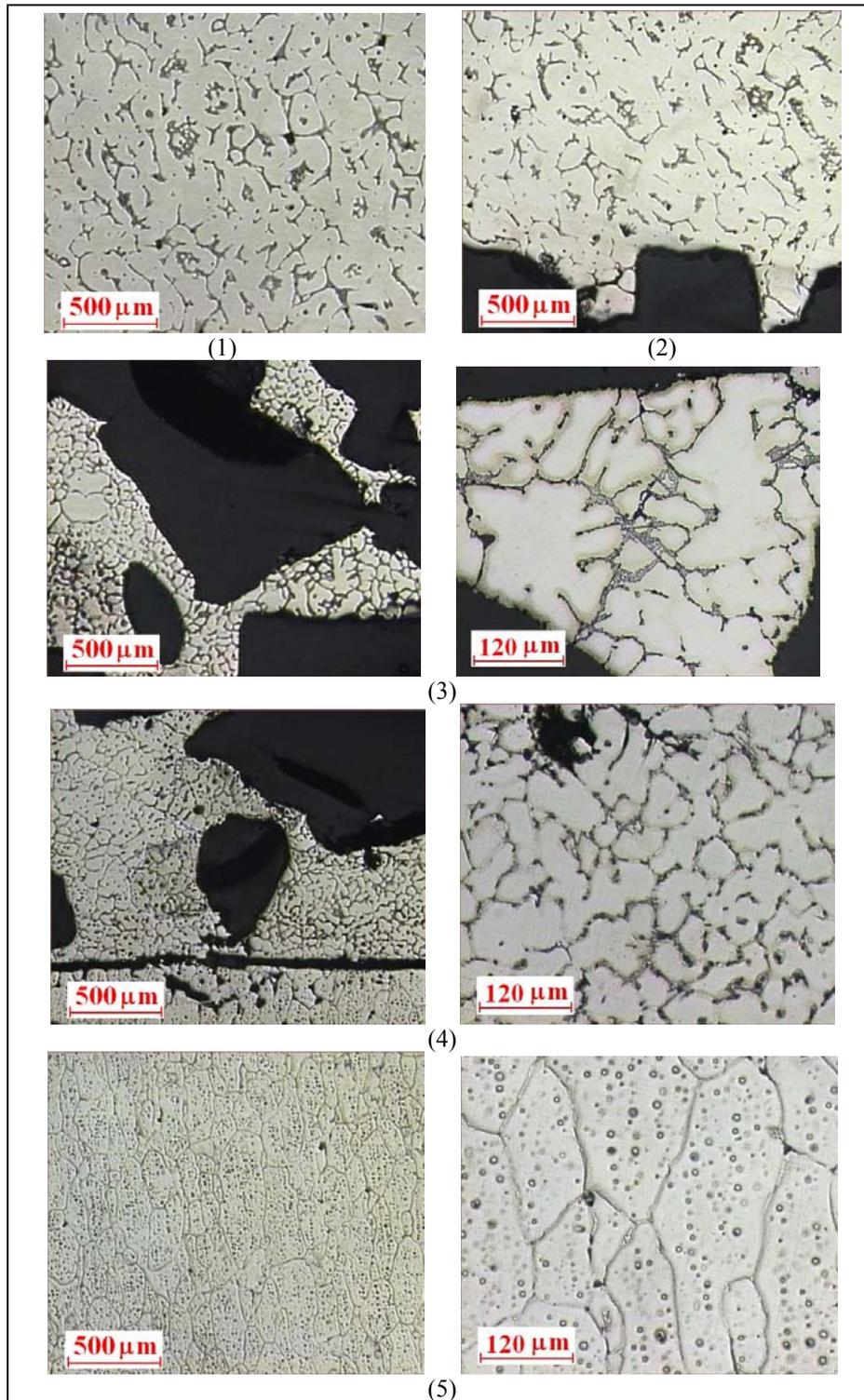


Figura 4.29 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 635°C, sobre camada de NaCl com granulometria fina, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

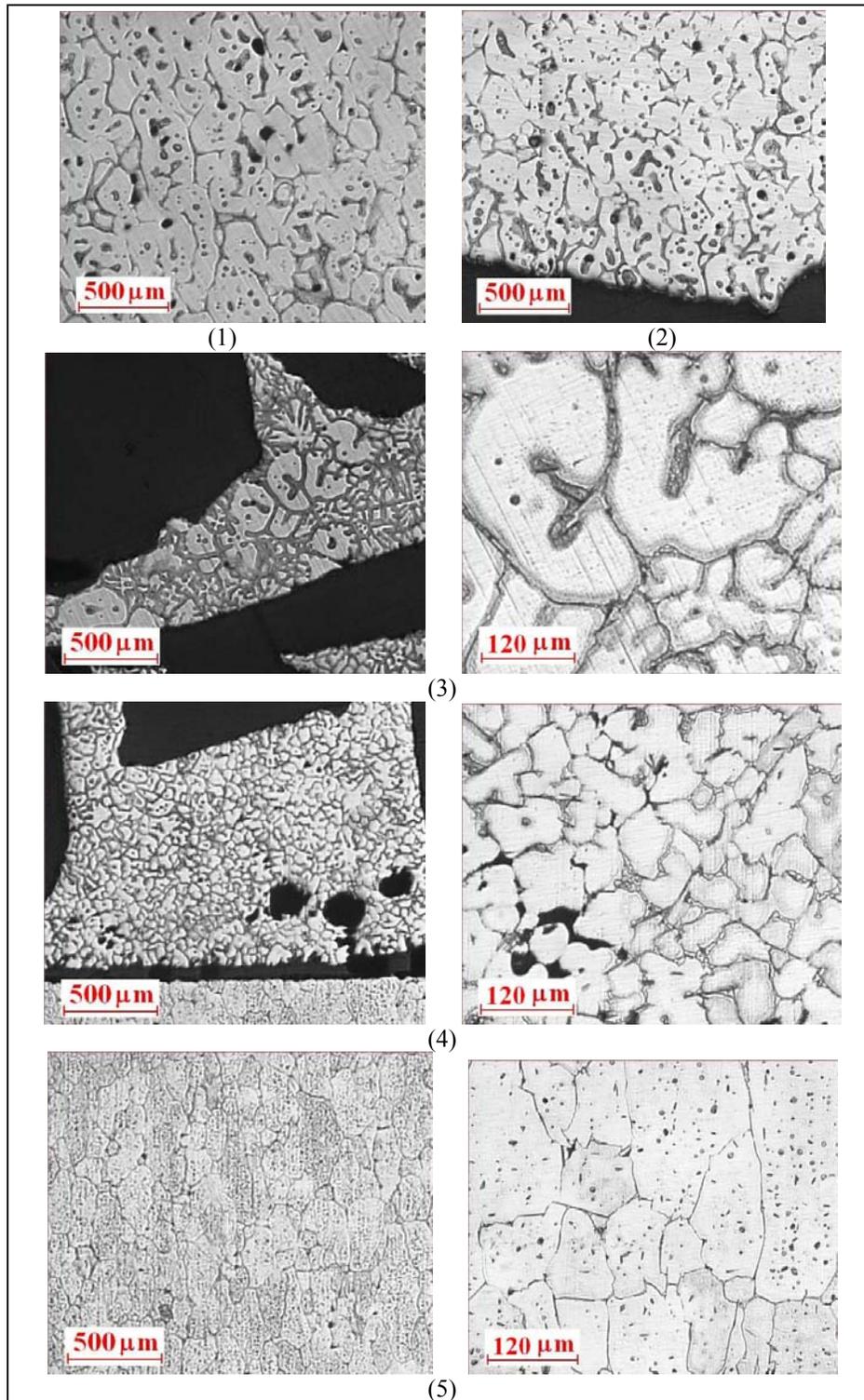


Figura 4.30 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 635°C, sobre camada de NaCl com granulometria média, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

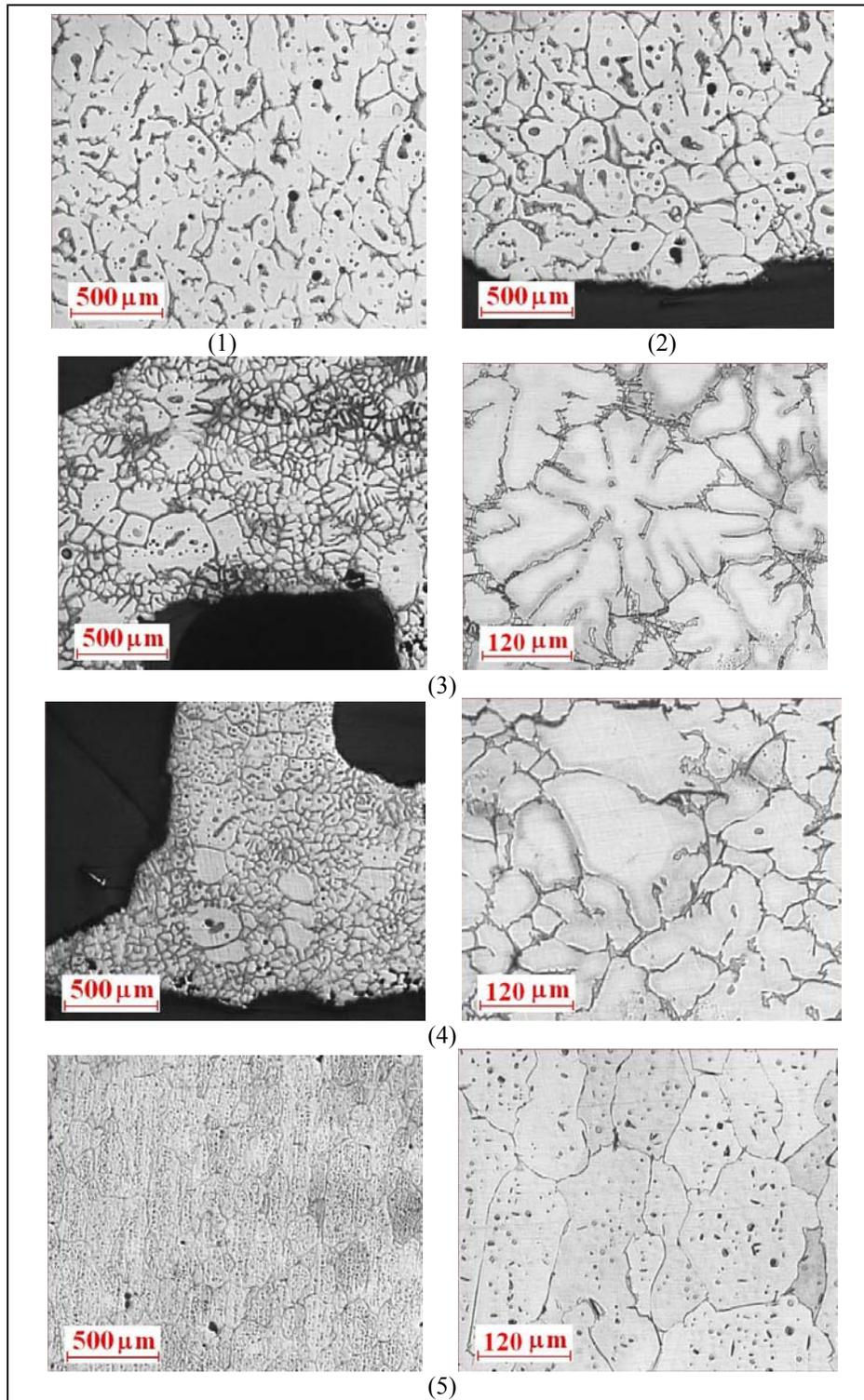


Figura 4.31 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 635°C, sobre camada de NaCl com granulometria grosseira, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

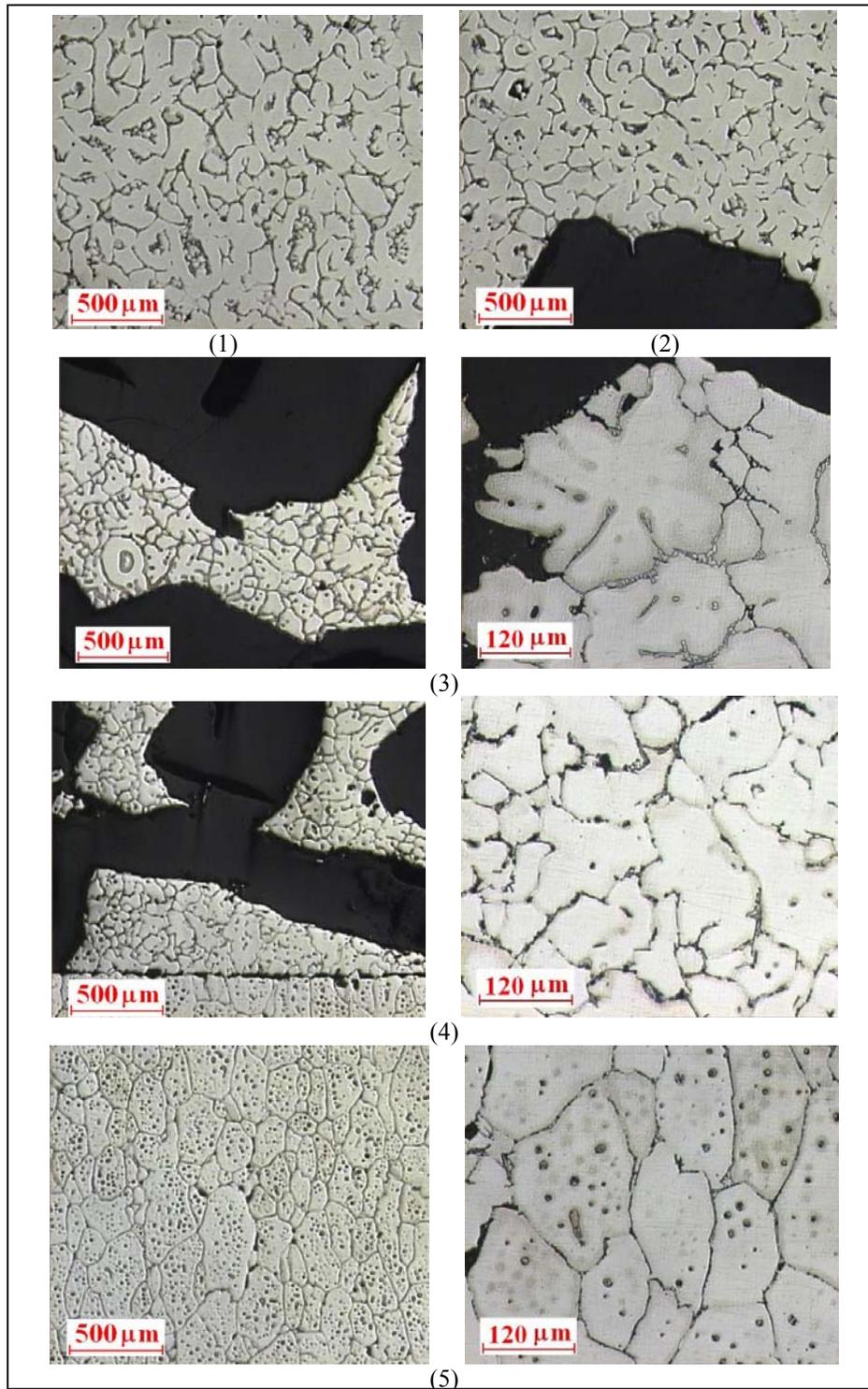


Figura 4.32 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 640°C, sobre camada de NaCl com granulometria fina, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

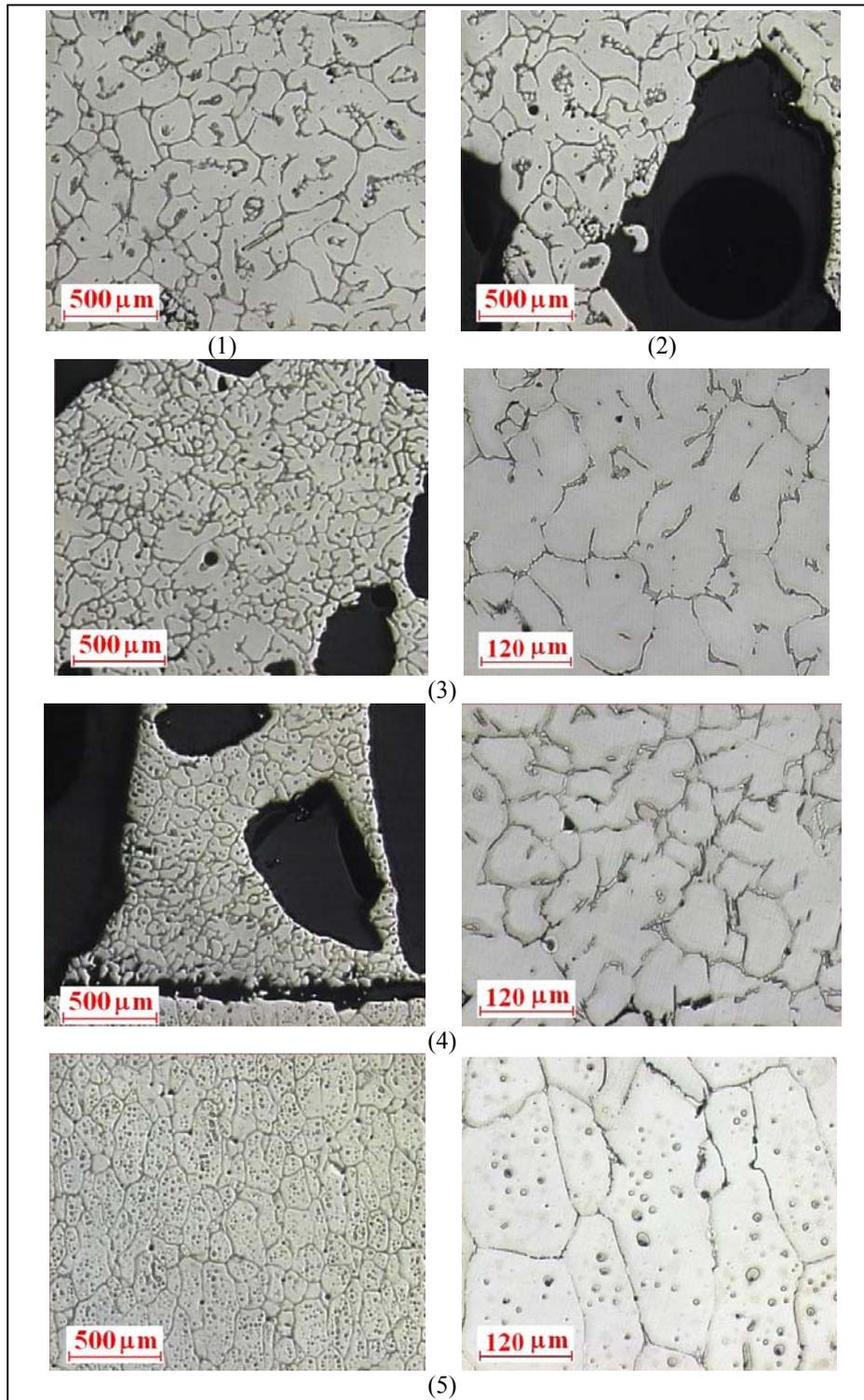


Figura 4.33 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 640°C, sobre camada de NaCl com granulometria média, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

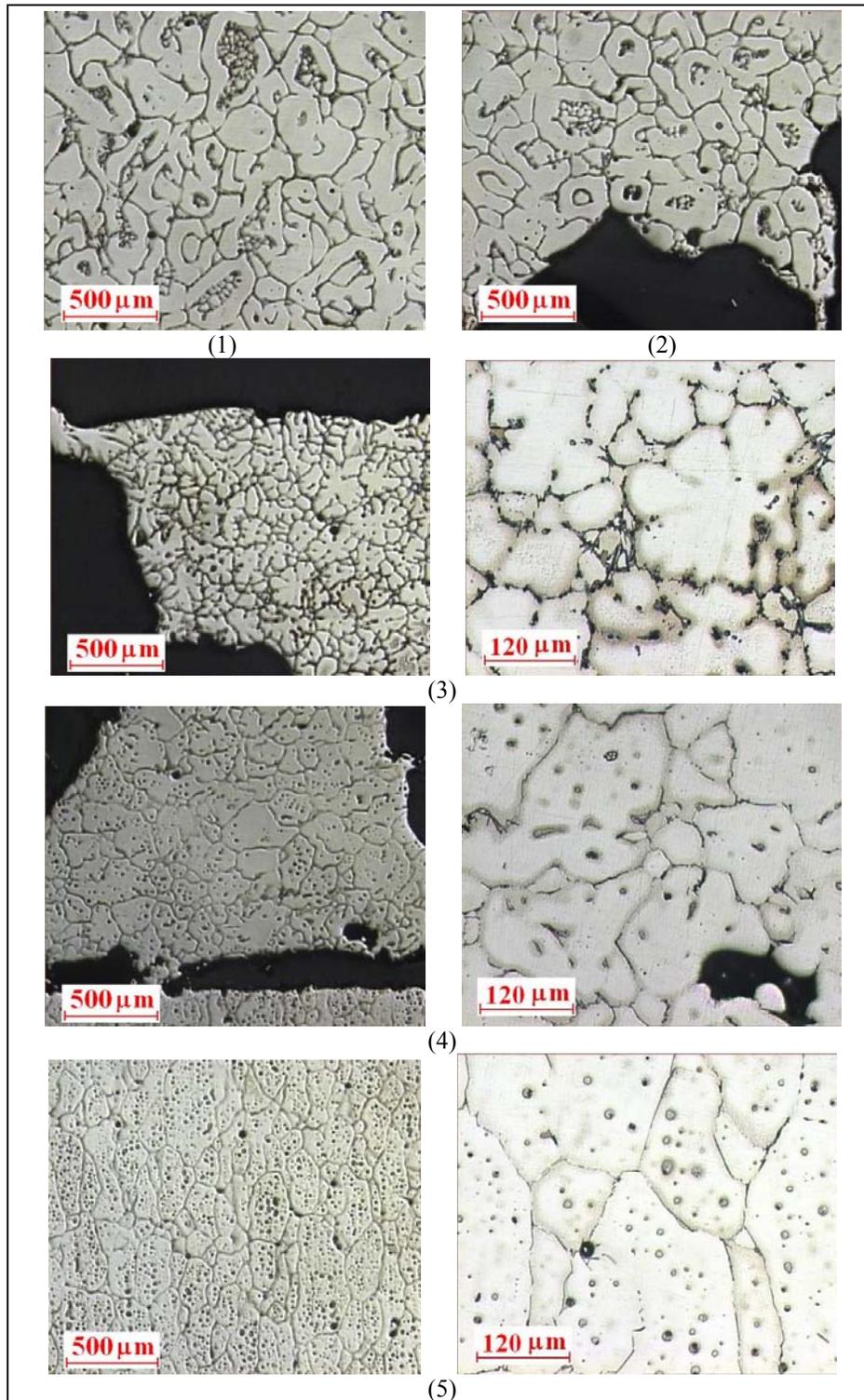


Figura 4.34 – Microestrutura do material celular obtido por tixoforjamento a 640°C, sobre camada de NaCl com granulometria grosseira, nas regiões: (1) – centro da bolacha superior, (2) – interface entre bolacha superior e camada porosa, (3) centro da camada porosa, (4) interface entre camada porosa e bolacha inferior e (5) centro da bolacha inferior.

4.5. Caracterização da densidade do produto celular obtido

A Tabela 4.7 apresenta os valores de densidade dos produtos celulares obtidos nas diferentes condições de ensaio. Os valores encontrados variam na faixa de 0,53 a 1,00 g/cm³ ou, em termos relativos, $d_{\text{esponja}}/d_{\text{liga}}$, da ordem de 0,20 a 0,35. Estes valores são todos da ordem de grandeza convencionada para materiais celulares tipo espumas ou esponjas.

Tabela 4.7 – Densidade do material celular produzido por tixoforjamento da liga A2011, em diferentes condições.

Temperatura de tixoforjamento [°C]	Granulometria do agente bloqueador	Densidade [g/cm ³]	Relação $d_{\text{esponja}}/d_{\text{liga}}$
620	grosseira	0,53 ± 0,04	0,19
	fina	0,61 ± 0,04	0,22
630	média	0,63 ± 0,04	0,22
	grosseira	0,56 ± 0,04	0,20
635	fina	0,73 ± 0,04	0,26
	média	0,57 ± 0,04	0,20
640	grosseira	0,63 ± 0,04	0,22
	fina	0,81 ± 0,03	0,29
	média	0,80 ± 0,03	0,28
	grosseira	1,00 ± 0,03	0,35

Os valores de densidade obtidos são apresentados graficamente na Figura 4.35, em função dos parâmetros de processo analisados. Pode-se observar tendência em se obter produtos com maior densidade para maiores temperaturas de trabalho, influenciados pelo fato dos mesmos apresentarem espessura de paredes de poros com maiores dimensões. Não é possível estabelecer a influência da granulometria do sal utilizado no valor de densidade, nas condições analisadas.

Na Figura 4.36 é evidenciada a tendência do aumento de densidade com o aumento da temperatura de tixoforjamento; são apresentados os valores de densidade em função da temperatura: 620°C - média de 0,53g/cm³; 630°C - média de 0,60 g/cm³ com desvio padrão de 0,04; 635°C - média de 0,64 g/cm³ com desvio padrão de 0,09; 640°C - média de 0,87 g/cm³ com desvio padrão de 0,11.

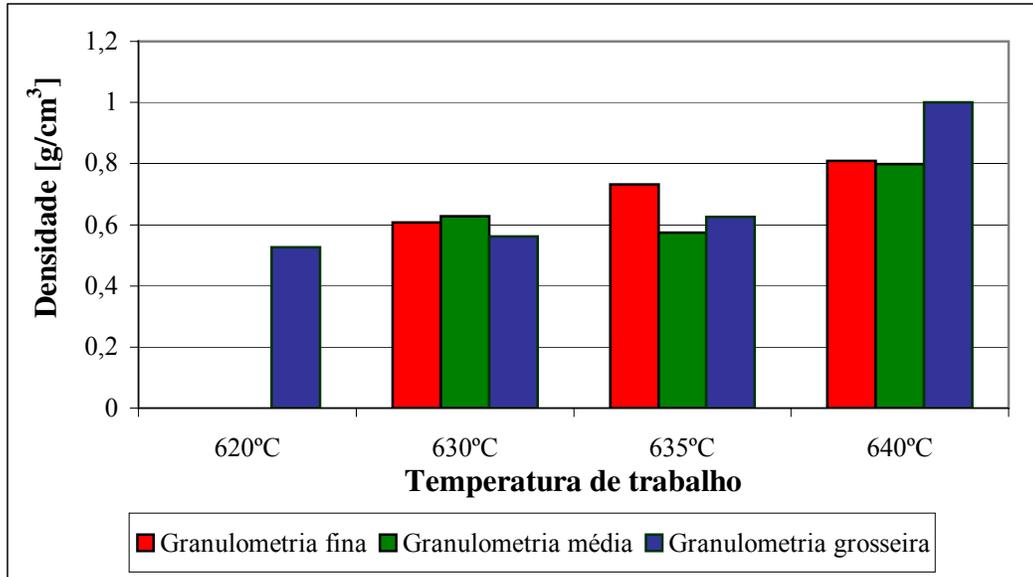


Figura 4.35 – Densidade do material celular obtido por tixoforjamento da liga A2011, a diferentes temperaturas, sobre camada de sal com distintas granulometrias.

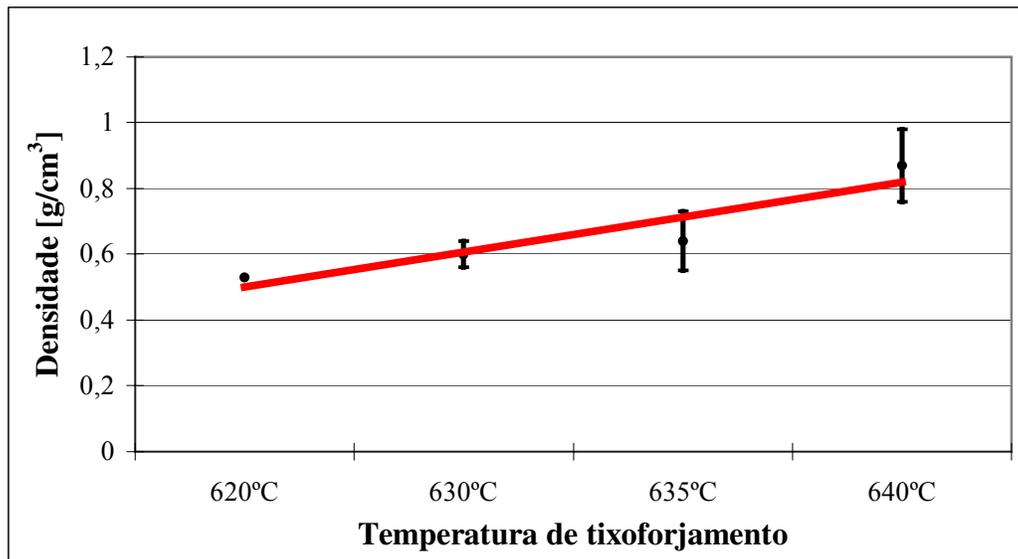


Figura 4.36 – Variação da densidade média do material celular obtido por tixoforjamento da liga A2011, sobre camada de sal com distintas granulometrias, em função da temperatura de processo.

Também foi avaliada a porcentagem de vazios presentes nos produtos obtidos. Os resultados são apresentados numericamente na Tabela 4.8 e graficamente na Figura 4.37.

São obtidos valores da ordem de 64 a 89% de vazios nos produtos porosos fabricados nas diferentes condições. Pode-se observar uma tendência à redução do teor de vazios com o aumento da temperatura de tixoforjamento, esse resultado é consequência do produto obtido com maior temperatura apresentar uma maior densidade, resultado da formação de poros com maior espessura de paredes.

Tabela 4.8 – Porcentagem de vazios do material celular produzido por tixoforjamento da liga A2011, em diferentes condições.

Temperatura de tixoforjamento [°C]	Granulometria do agente bloqueador	Porcentagem de vazio [%]
620	grosseira	89
	fina	77
630	média	82
	grosseira	81
635	fina	70
	média	81
640	grosseira	77
	fina	68
	média	69
	grosseira	64

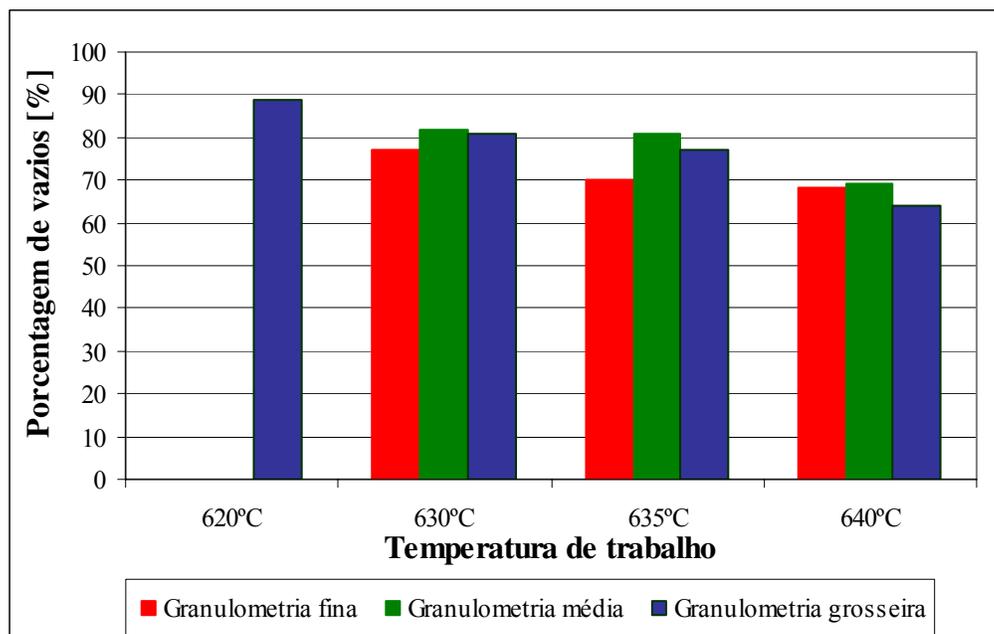


Figura 4.37 – Porcentagem de vazios em material celular obtido por tixoforjamento sobre camadas de sal com diferentes granulometrias.

Capítulo 5

Conclusões gerais

Os resultados obtidos neste trabalho para as condições experimentais analisadas permitem concluir que:

- É viável a produção de liga porosa A2011 utilizando a tecnologia de semi-sólidos, pela conformação da pasta tixotrópica em camada de agentes bloqueadores pós-removíveis. O produto obtido apresenta poros interconectados, caracterizando uma esponja metálica;
- É eficiente a utilização de NaCl como agente bloqueador para obtenção de material celular da liga A2011: sua completa remoção é possível devido à interconexão dos poros na esponja produzida e não é detectada nenhuma contaminação do metal;
- O aspecto geral dos produtos obtidos, seu acabamento e dimensões, podem ser considerados aceitáveis, mas dependem da temperatura de processo. Temperaturas que forneçam frações sólidas elevadas na pasta tixotrópica devem ser evitadas pois prejudicam a sua infiltração na camada de agente bloqueador e podem comprometer a qualidade do produto;
- A fração líquida na pasta a ser conformada determina a capacidade de penetração da mesma na camada de agente bloqueador e o seu completo preenchimento. Frações líquidas reduzidas tendem a promover a compactação da camada do

agente bloqueador durante a conformação, resultando em produtos com poros de grandes dimensões;

- A utilização de bloqueadores de fina granulometria resulta em um material mais homogêneo em relação à distribuição de poros, enquanto o uso de bloqueadores grosseiros tende a resultar em poros de grandes dimensões e paredes espessas;
- Nas condições de ensaio analisadas não foi possível determinar a influência da granulometria das partículas do agente bloqueador na capacidade de infiltração da pasta tixotrópica;
- As microestruturas finais das paredes celulares são dependentes da temperatura de processo, apresentando características típicas de material tixofundido quanto maior é a temperatura utilizada. Reduzidas temperaturas de tixoforjamento tendem a promover separação do líquido da pasta metálica no processo de infiltração, resultando em paredes no produto poroso apresentando estrutura dendrítica fina;
- A densidade do material celular aumenta com o aumento da temperatura de tixoforjamento, mas não é sensível à variação da granulometria do agente bloqueador, nas condições analisadas;
- As forças requeridas para o tixoforjamento sofrem influência da temperatura de tixoforjamento, conseqüentemente da quantidade de fração líquida obtida na pasta, e não da granulometria do agente bloqueador. O aumento da temperatura acarreta redução na força requerida para a infiltração. Em todos os casos os valores da força de tixoforjamento foram bastante reduzidos, demonstrando o elevado potencial do processo proposto para a produção de esponjas metálicas;
- A otimização do processo pode levar à produção de material celular com diferentes arquiteturas de poros e à obtenção de componentes *near net shape*.

Esta otimização passa, necessariamente, pelo melhor controle das temperaturas de processo;

- O estudo do efeito da presença de paredes com estrutura tixofundida nas propriedades mecânicas da esponja produzida pelo processo proposto deve ainda ser realizado, para a avaliação das vantagens do uso da tecnologia semi-sólida para a fabricação de esponjas metálicas, não só em termos de processo como também da qualidade do produto final.

Referências Bibliográficas

Ashby, M. F., Evans, A. G., Fleck, N. A., Gibson, L. J., Hutchinson, J. W., Wadley, H. N. G.,
Metal Foams: A design guide, Ed – Butterworth-Heinemann, 2000.

Asholt, P., Metal foam and porous metal structure. In: Banhart, J., Ashby, M. F., Fleck, N. A.,
editors. In Conf., Bremen, Germany, 14-16 June, Bremen: MIT Press-Verlag, 1999,
p.133.

ASM Metal Handbook – Vol. 2 – Properties and Selecton: Nonferrous Alloys and Special
purpose materials, November, 1993, p. 15-28.

Button, S. T., Metodologia para planejamento experimental e análise de resultados, Campinas,
Faculdade de Engenharia Mecânica de Campinas, UNICAMP, 2004, Apostila.

Banhart, J., Baumeister, J., Weller, M., Mat. Sci. Eng., 1996, pp. 205-221.

Banhart, J., Manufacturing routes for metallic foams, JOM, 52 (12), 2000, pp. 22-27

Banhart, J., Europhys News, 1999; 30:17 in Banhart, J., Manufacture, characterisation and
application of cellular metals and metal foam. Progress in Materials Science, 2001, pp.
559-632.

Banhart, J., Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foam.
Progress in Materials Science, 2001, pp. 559-632.

Berg, A., Maysenhölder, W., Haesche, M., Noise reduction by open-pore aluminium foams, Proceeding of MetFoam, 2003, pp. 487-492.

Bray, D. E., Stanley, R. K., Non-destructive evaluation. Boca Raton, USA: CRC Press, 1997.

Brezny, R., Green, D. J., Acta Metall. Mater., 1990, 38, 2517. In Degischer, H. P., Kriszt, B. Handbook of cellular metals – Production, processing, applications, Ed – Wiley-VCH, Weinheim, 2002, 373p.

Cymat Corp, Canada, Product information sheets and (<http://www.cymat.com>), 1998.

Dannemann, K. A., Lankfort, J. Jr., Mater. Sci. Eng., A 2000, 293, pp. 157-164. In Degischer, H. P., Kriszt, B. Handbook of cellular metals – Production, processing, applications, Ed – Wiley-VCH, Weinheim, 2002, 373p.

Degischer, H. P., Kottar, A., Metal foams and porous metal structures. In: Banhart, J., Ashby, M. F., Fleck, N. A., editors. Int Conf. Bremen, Germany, 14 -16 June. Bremen: MIT Press – Verlag, 1999, p. 213.

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

DIN - German standard – 52,215,1963.

Eisenmann, M., Metal powder technologies and applications. In: ASM Handbook, vol. 7, Materials park, USA: ASM International, 1998, pp.1031.

Elliot, J. C., US Patent 2.983.597, 1961.

ERG Inc. Oakland, USA. Product information of “Duocel” and (<http://www.ergaerospace.com>), 1996. In Banhart, J., Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foam. Progress in Materials Science, 2001, pp. 559-632.

ERG Inc. Oakland, USA, Product information os “Duocel” and (<http://www.ergaerospace.com>), 2005.

Gibson, L. J., Ashby, M. F., Cellular solids: Structure and properties, 2nd ed., Cambridge University Press, Cambridge, 1997.

Han, F., Seiffert, G., Zhao, Y., Gibbs, B., Phys. J. D., Appl. Phys. 36, 2003, pp. 294-302.

IFAM – Fraunhofer Institute, Bremen, Product information sheel of “Foaminal” and (<http://www.ifam.fhg.de>), 1999.

Iida, K., Mizuno, K., Kondo, K., US Patent 4726444, 1998.

INCO, Special products – (<http://www.incosp.com>), 1995.

Infomet ©, (<http://www.infomet.com.br>), 2005.

Jancek, R., Kottar, A., Degischer, H. P., Cellular aluminium for passive crash protection, Proceeding of MetFoam, 2003, pp 19-24.

Jin, I. Kenny, L. D., Sang, H., US Patent Application 4.973.358 (In Patent Application WO 91/03578), 1999.

Leyda, B., Applications for open-cell metallic foams, MRS Bulletin, v.28, n.4, 2003, pp. 292-293.

Lloyd, D. J., McLeod, A. D., Morris, P. L., Jin, I., Int. Patent Application WO 91/19823, 1991.

Miyoshi, T., Itoh, M., Akiyama, S., Kitahara, A., Porous and cellular materials for structural applications. In Schwartz, D. S., Shih, D. S., Evans, A. G., Wadley, H. N. G., editors – MRS Symp. Proc., vol. 521, 1998, p. 133.

Miyoshi, T., Private communication, 1998. In Banhart, J., Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foam. Progress in Materials Science, 2001, pp. 559-632.

Niebylski, L. M., Fanning, R. J., SAE Transactions. New York, USA: Society of Automotive Engineers, Paper 720490, 1972.

Niemeyer, M., 1999, DFG Symposium, 11 – 12 of November, 1999, Bonn, Germany.

NPL – National Physical Laboratory – Workshop on Metal Foams, 22nd March, 2000 (www.npl.co.uk/materials/metal_foams/pdf_files/foamworkshop2b.pdf).

Paul, A., Ramamurty, U., Mater Sci. Eng. A 2000, 281, pp. 1-7. In Degischer, H. P., Kriszt, B. Handbook of cellular metals – Production, processing, applications, Ed – Wiley-VCH, Weinheim, 2002, 373p.

Rovira, M. M., Forjamento da liga A2011 no estado semi-sólido: Estudo do processo e do produto, Campinas: Faculdade de Engenharia Mecânica de Campinas, UNICAMP, Janeiro, 2000, Tese (Doutorado).

San Marchi, C., Mortensen, A., Infiltration and replication process for producing metal sponges, Handbook of cellular metals, production, processing, applications, Wiley-WCH, Germany, 2002.

SEAC International B.V., Krimpen, Netherlands, Product data sheet of “Recemat” and (<http://www.seac.nl>), 1998. In Banhart, J., Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foam. Progress in Materials Science, 2001, pp. 559-632.

Shinko, W., Co., Japan product information “Alporas”, 1998. In Banhart, J., Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foam. Progress in Materials Science, 2001, pp. 559-632.

Sosnick, B. US Patent 2.434.775, 1948

Sypick, D. J., Wandley, H. N. G., Bart-Smith, H., Foehler, S. Evans, A. G., Rev. Prog in Quantitative Non-destructive Evaluation, 1998; 17:1443 in Banhart, J., Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foam. Progress in Materials Science, 2001, pp. 559-632.

Von Hagen, H. Thesis, H., University of Aachen, Aachen, Germany: Shaker-Verlag, 1999.

Wadley, N. G. H., Cellular metals manufacturing. Advanced engineering materials, V.4, n.10, 2002, pp. 726-733.

Weise, J., Stanzick, H., Banhart, J., Semi-solid processing of complex-shaped foamable material. In: Cellular Metals: Manufacture, Properties, Applications, Edited by: Banhart, J., Fleck, N. A., Mortensen, A. and publisher by MIT-Verlag, 2003.

Wheeler, K. R., Karagianes, M. T., Sump, K. R., Conf. titanium alloys in Surgical implants, Philadelphia, USA: American Society for Testing and Materials, 1983, 241p.

Wood, J. T., Production and Application os continuously cast foamed aluminium, in proc. Fraunhofer, USA, Metal Foam Symposium, 1997.