

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
DIRETORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

JOÃO PAULO DE OLIVEIRA PASCHOAL

**PRODUÇÃO E ANÁLISE DE ESPUMAS SINTÁTICAS VIA
TIXOINFILTRAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO AA6351 EM BALÕES
*FLY ASH***

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

CORNÉLIO PROCÓPIO – PR

2020

JOÃO PAULO DE OLIVEIRA PASCHOAL

**PRODUÇÃO E ANÁLISE DE ESPUMAS SINTÁTICAS VIA
TIXOINFILTRAÇÃO DA LIGA DE ALUMÍNIO AA6351 EM BALÕES *FLY
ASH***

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica da Universidade Tecnológica Federal do Paraná como requisito para obtenção do título de “Mestre em Engenharia Mecânica” – Área de Concentração: Ciências Mecânicas.

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Henriques Lopes da Silva

Coorientador: Prof. Dr. Romeu Rony Cavalcante da Costa

CORNÉLIO PROCÓPIO – PR

2020

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

P262 Paschoal, João Paulo de Oliveira

Produção e análise de espumas sintáticas via tixoinfiltração da liga de alumínio AA6351 em balões *Fly Ash* / João Paulo de Oliveira Paschoal. – 2020.
98 p. : il. color. ; 31 cm.

Orientador: Rodrigo Henriques Lopes da Silva.

Coorientador: Romeu Rony Cavalcante da Costa.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. Cornélio Procópio, 2020.

Bibliografia: p. 95-98.

1. Morfologia. 2. Pesquisa metalúrgica. 3. Alumínio - Metalurgia. 4. Engenharia Mecânica – Dissertações. I. Silva, Rodrigo Henriques Lopes da, orient. II. Costa, Romeu Rony Cavalcante da, coorient. III. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. IV. Título.

CDD (22. ed.) 620.1

Biblioteca da UTFPR - Câmpus Cornélio Procópio

Bibliotecário/Documentalista responsável:

Romeu Righetti de Araujo – CRB-9/1676



Título da Dissertação Nº 040:

“Produção e Análise de Espumas Sintáticas Via Tixoinfiltração Da Liga De Alumínio AA6351 Em Balões Fly Ash”.

Por

João Paulo de Oliveira Paschoal

Orientador: **Prof. Dr. Rodrigo Henriques Lopes da Silva**

Esta dissertação foi apresentada como requisito parcial à obtenção do grau de **MESTRE EM ENGENHARIA MECÂNICA** – Área de Concentração: **Ciências Mecânicas**, linha de pesquisa: **Caracterização dos Materiais**, pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica – PPGEM – da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR – Câmpus Cornélio Procópio, às 09h00 do dia 28 de FEVEREIRO de 2020. O trabalho foi aprovado pela Banca Examinadora, composta pelos professores:

Prof.Dr. Rodrigo Henriques Lopes da Silva
(Orientador – UTFPR-CP)

Prof. Dr. João Roberto Sartori Moreno
(UTFPR-CP)

Prof. Dr. Fábio Gatamorta
(UNICAMP)

AGRADECIMENTOS

Toda glória a Deus, por abrir as portas necessárias, me dar sabedoria e fé para que eu alcance minha vitória.

Agradeço aos meus pais Francisco e Meire, e irmãs Paula e Ana Clara pelo amor e apoio incondicional que foram tão importantes em minha jornada.

A Juliana por todo amor, paciência e cuidado.

Aos meus avós, “Minha tia” e tio Dirção pelos conselhos e carinho.

Ao meu primo Rafael que sempre esteve presente nessa caminhada contribuindo em todo o trabalho e ideias mirabolantes.

Aos meus amigos Alan, Andrei, Ênio, Fábio, Gil, Isabela, “Calabresa”, Vilaça e a todos da República Kamikaze e República 50 Tons de Pinga.

Aos professores, técnicos e funcionários da UTFPR, em especial a meus mestres e amigos Prof. Rodrigo, Prof. Romeu, Prof. João e Prof. Paulo Túlio.

Ao Prof. Fábio por todos ensinamentos, companheirismo e amizade.

Ao Prof. Emin pelas oportunidades.

As instituições FEM-Unicamp, POLI-USP, CNPEM e Supméca pelo apoio técnico.

RESUMO

PASCHOAL, João Paulo de Oliveira. Produção e Análise de Espumas Sintáticas via Tixoinfiltração da Liga de Alumínio AA6351 em Balões Fly Ash. 112 f. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Cornélio Procópio, 2020.

Metais celulares vêm sendo amplamente estudados por apresentarem grande potencial para diversas aplicações na engenharia da mobilidade, pois possibilitam que sejam combinadas diferentes características em um só material, como, por exemplo, baixa densidade aliada à alta rigidez específica, capacidade de absorção de energia em impactos e de amortecimento de vibrações e, até mesmo, isolamentos térmico e acústico. Nesse sentido, o objetivo desse trabalho foi desenvolver uma metodologia de produção de espumas sintáticas com matriz de alumínio (*Aluminum Matrix Syntactic Foam*, AMSF); uma subdivisão dos metais celulares onde os poros na matriz metálica são provenientes de partículas ocas; sendo posteriormente analisadas quanto às suas características morfológicas, metalúrgicas, físicas e mecânicas. Para a produção da AMSF, balões *Fly Ash* de três diferentes malhas foram devidamente posicionados entre dois discos da liga de alumínio AA6351 no interior de um molde de aço, que após passar por um tratamento de fusão parcial controlada até 645°C e estando com aproximadamente 80% de fração líquida segundo ensaios de Calorimetria Exploratória Diferencial (CED) e simulações termodinâmicas (Thermo-Calc), a liga foi impelida a se infiltrar na pré-forma contendo balões *Fly Ash* soltos por meio da ação de uma prensa hidráulica. O compósito gerado foi um painel sanduíche com inserto de AMSF, cuja morfologia foi investigada por microtomografia computadorizada de raios-x e microscopias óptica e eletrônica, propriedades mecânicas avaliadas por ensaios de compressão quase-estático e testes de dureza por micro endentação Vickers. Assim sendo, foi possível observar que o processo de fabricação foi bem sucedido para a produção de AMSFs com os balões das três diferentes malhas. Porém, os da malha 60 se destacaram por possibilitarem a produção de camadas de espuma mais espessas, com cerca de 7,5 mm, adicionando 5% em massa de balões com relação a porção do disco superior da liga de alumínio. Não obstante, devido às suas características de integridade estrutural, a espuma sintática com balões da malha 60 foi o principal foco das análises. Portanto, com distribuição homogênea de balões na matriz e com valores médios de 42% de porosidade, microestrutura refinada com dureza de 65 HV₁₀₀, tensão *offset* de 37 MPa e absorção de energia (W) com 25 % de deformação de 18 MJm⁻³, conclui-se que a rota de produção de AMSFs por tixoinfiltração foi bem sucedida. Finalmente, espumas sintáticas com matriz de alumínio já estudadas possuíam balões inteiramente ociosos e sem estrutura interna, diferentemente dos utilizados neste trabalho, cujos balões possuíam paredes internas e fibras que possibilitaram maior resistência à compressão. Isso propiciou a permanência de vazios internos na estrutura do compósito, mesmo em altas deformações.

Palavras chave: Espuma Sintática, Metal Celular, Tixoinfiltração, Balões *Fly Ash*.

ABSTRACT

PASCHOAL, João Paulo de Oliveira. Produção e Análise de Espumas Sintáticas via Tixoinfiltração da Liga de Alumínio AA6351 em Balões Fly. 112 f. Dissertação de Mestrado. Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Cornélio Procópio, 2020.

Cellular metals have demonstrated great potential for several applications in mobility engineering. They allow different characteristics in a single material, such as low density with high specific rigidity, energy absorption capacity in impacts and vibration dampening, and even thermal and acoustic insulation. In this sense, this work aims to develop a methodology for syntactic foams with an aluminum matrix (Aluminum Matrix Syntactic Foam, AMSF) production, a subdivision of cellular metals wherein the pores in the metallic matrix come from hollow particles, with subsequent analyses of the material's morphological, metallurgical, physical and mechanical characteristics. For the production of AMSF, Fly Ash balloons of three different meshes were positioned between two AA6351 aluminum alloy discs inside a steel mold, which after undergoing a controlled partial melting treatment up to 645 °C and approximately 80% of liquid fraction, according to Differential Exploratory Calorimetry (DEC) and thermodynamic simulations (Thermo-Calc). Then, the alloy was driven to infiltrate the preform containing loose Fly Ash balloons through the action of a hydraulic press. The manufactured composite was a sandwich panel with an AMSF insert whose morphology was investigated by X-ray computed microtomography and optical and electronic microscopy, and mechanical properties evaluated by quasi-static compression tests and Vickers micro-indentation hardness tests. Therefore, it was possible to observe that the manufacturing process was suitable for the production of AMSFs using the balloons of the three different meshes. However, those of mesh 60 stood out for allowing thicker foam layers, about 7.5 mm, adding 5% by mass of balloons concerning the upper disk portion of the aluminum alloy. However, because of their structural integrity characteristics, syntactic foam with balloons from mesh 60 was the main focus of the analyses. Therefore, with a homogeneous distribution of balloons in the matrix and with average values of 42% porosity, refined microstructure with 65 HV₁₀₀ hardness, 37 MPa offset strain and 18 MJm⁻³ energy absorption (W) with 25% deformation, we concluded that the AMSFs production route by infiltration was successful. Finally, syntactic foams with an aluminum matrix already studied had entirely hollow balloons and no internal structure, unlike those used in this work, whose balloons had inner walls and fibers that enabled higher compression resistance. The inner walls and fibers allowed internal voids to remain in the composite structure, even in high deformations.

Keywords: Syntactic Foams, Cellular Metals, Tixoinfiltration, Fly Ash Balloons.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Suporte de fixação do motor de um protótipo BMW fabricado pela LKA.	2
Figura 2 -Viga transversal de uma máquina com detalhe de sua seção transversal.	3
Figura 3 - Espumas metálicas com diversas morfologias. a) Espuma de alumínio produzida por borbulhamento de gases. b) Espuma híbrida de poros gasosos com paredes metálicas contendo balões cerâmicos. c) Espuma metálica sintática bimodal. d) Espuma sintática híbrida.	6
Figura 4 - Diagrama esquemático do processo squeeze casting infiltration.	10
Figura 5 - Micrografia por elétrons retroespalhados (backscattering electron – BSE) de: (a) Estrutura típica de cenosferas Fly Ash e (b) seção transversal de uma partícula oca denominada cenosfera Fly Ash e (c) partícula amorfa irregular.	11
Figura 6 - - Variação de frações volumétricas de cristalinidade total composta por mulita e quartzo nas partículas ocas de Fly Ash, mostrando a diminuição de fases cristalinas com o aumento do tamanho das partículas.	13
Figura 7 - Gráficos tensão de engenharia versus deformação de engenharia de espumas sintáticas com esferas ocas cerâmicas com matrizes de (a) Al99,5 e (b) AlSi12 apresentando comportamentos de platô distintos devido a relações de resistência a compressão entre matriz e partículas ocas.	14
Figura 8 - Mecanismo de deformação de uma AMSF com matriz de Al99,5: (a-c) exemplos e (d-f) processo esquemático.	15
Figura 9 - Mecanismo de deformação da AMSF com matriz de AlSi12.	16
Figura 10 - AMSF com balões de diâmetro médio de 80 µm, produzida pelo método “squeeze casting”. (a) Vista macroscópica da amostra após ensaio de compressão quase-estático. (b) Região “corner”. (c) Parte central ou “center”. (d) Região lateral, ou “edge”, com balões íntegros.	19
Figura 11 - Espuma híbrida, com poros macroscópicos puramente gasosos, e poros microscópicos provenientes de balões Fly Ash ocas, com densidades relativa de 0,19 e porcentagens de balões Fly Ash como segue: HF1:18 %vol, HF2:25 %vol, HF3:30 %vol e HF4:35 %vol.	20
Figura 12 - Evolução cumulativa no tempo do número de eventos dos grupos de Emissão Acústica assinalados como Ruídos (linha azul), Plasticidade das Paredes Metálicas (linha preta), Fratura das Esferas(linha vermelha), Colapso das Paredes Metálicas(linha verde) e Curva de Deformação da espuma(linha tracejada rosa).	22
Figura 13 - Esquema geral dos experimentos realizados no atual trabalho.	27
Figura 14 - Sistema pseudo binário do sistema Al-Mg-Si.	28
Figura 15 - - MEV da liga AA6351 apresentando quatro pontos onde foram realizadas análises pontuais de EDS.	29
Figura 16 - - Medição das dimensões A(371,1µm) e B(323,3µm) de um balão Fly Ash da malha 60 através do MEV.	32
Figura 17 - Gráfico de barras com desvio padrão das medidas de comprimento A e diâmetro B dos balões das malhas 48, 60 e 100.	33
Figura 18 - Diagrama esquemático do processo de tixoinfiltração da liga de alumínio AA6351 no estado semissólido nos balões cerâmicos Fly Ash através de prensa hidráulica.	34
Figura 19 - Curva de evolução da fração mássica de líquido versus Temperatura da liga AA6351 com base na simulação termodinâmica via software Thermo-Calc.	39
Figura 20 - Análise das temperaturas Tsolidus (554,8°C), Tliquidus (655,1°C) e ponto eutético (628,5°C) através dos pontos de inflexão da segunda derivada da curva de Energia/Temperatura proveniente do ensaio de CED no resfriamento da liga AA6351.	40
Figura 21 - Análise das frações líquidas através da integral da curva de Energia/Temperatura proveniente do ensaio de CED no resfriamento da liga AA6351 entre as temperaturas 640°C e 650°C.	41
Figura 22 - Micrografia eletrônica de (a) balões Fly Ash da malha 60 e (b) exemplo de medição de um único balão Fly Ash da malha 60 com diâmetro máximo de 264,6 µm e comprimento de 443,2 µm .	42
Figura 23 - Micrografia eletrônica de varredura de (a) um micro balão Fly Ash malha 60 e (b) detalhe interno da parede de outro balão da mesma malha 60 revelando tendência à formação de estrutura de favo de mel.	43

Figura 24 - Micrografia eletrônica de varredura de balões Fly Ash das malhas (a) 100 com medição de espessura da parede externa de 2,48 μm e (b) 250 com medição de espessura de parede externa de 2,15 μm . Ambas apresentam tendência de estrutura interna de favos de mel.	44
Figura 25 – Exemplos de precursores gerados durante ajustes no processo de fabricação e equipamentos.	45
Figura 26 - Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da mesh 48. Podemos observar balões parcialmente infiltrados e boa molhabilidade.	47
Figura 27 - Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da mesh 48 onde é possível observar mudanças na microestrutura na interface entre a espuma e matriz sólida.	47
Figura 28 -- Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da malha 60 mostrando a interface da espuma com o disco inferior da liga AA6351.	48
Figura 29 - Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da malha 60. Região central da espuma.	49
Figura 30 - Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da malha 60. Interface da espuma com o disco superior da liga AA6351.	49
Figura 31 - Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da malha 60. Região do disco superior da liga AA6351. Círculos indicam rosetas tendendo a se transformarem em glóbulos e setas indicando uma fronteira entre duas microestruturas diferentes.	50
Figura 32 - Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da malha 100. (a) Interface da espuma com o disco inferior da liga AA6351. (b) Detalhes de parede metálica entre balões e partículas de segunda fase.	51
Figura 33 - Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da malha 100. Detalhes de parede metálica entre balões e partículas de segunda fase (apontadas pelas setas).	51
Figura 34 - Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da malha 60.	52
Figura 35 - Micrografia eletrônica da espuma com balões Fly Ash malha100.	54
Figura 36 - Micrografia eletrônica da espuma com balões Fly Ash malha 100 com detalhes de fazes escuras e trinca entre balões.	54
Figura 37 - Micrografia eletrônica da espuma com balões Fly Ash malha 100 destacando detalhe de trinca na parede do balão.	55
Figura 38 - Micrografia eletrônica da espuma com balões Fly Ash malha100 destacando detalhes de porosidade nas paredes do balão e regiões de EDS pontual.	56
Figura 39 - Resultado da análise de EDS 001 da Figura 38.	56
Figura 40 - Resultado da análise de EDS 002 da Figura 38.	57
Figura 41 - MEV por elétrons retroespalhados da AMSF com balões da malha 48.	58
Figura 42 - - MEV da AMSF com balões da malha 48 destacando pontos onde foram realizadas análises de EDS, e círculos numerados apontando balões com estruturas divergentes.	59
Figura 43 - MEV destacando pontos de análises pontuais de EDS em uma AMSF com balões da malha 60.	60
Figura 44 - MEV da AMSF com balões da malha 60.	62
Figura 45 - SE da AMSF com balões da malha 60.	63
Figura 46– (a) Análises pontuais de EDS, (b) SE e mapeamentos de concentração dos elementos (c) alumínio e (d) silício de duas partículas finas e circulares presentes nas paredes metálicas das AMSFs.	64
Figura 47 - MEV da porção de alumínio que remanesceu sólida durante o processo de tixoinfiltração onde foi realizado EDS.	65
Figura 48 - Resultado EDS da porção de alumínio que remanesceu sólida durante o processo de tixoinfiltração.	66
Figura 49 - Microtomografia computadorizada de raios-x de uma amostra da espuma sintática com malha 60. (a) Matriz globular sólida, e visão superior de espumas à aproximadamente (b) 1 mm, (c) 3 mm e (d) 5 mm do disco sólido superior.	68
Figura 50 - (a) Visão frontal da amostra de espuma com balões Fly Ash malha 60 com região analisada entre linhas vermelhas. (b) Visão superior da amostra de espuma com balões Fly Ash malha 60 com destaque para região central analisada.	69
Figura 51 - Microtomografia computadorizada de raios-x de AMSFs de malha (a) 100 e (b) 48.	70

Figura 52 - Micrografia óptica das endentações geradas pelo ensaio de micro dureza Vickers das paredes das espumas das malhas 48(a:57 HV e b:65 HV), 60(c:60 HV e d:70 HV) e 100(e:70 HV e f:55 HV).	72
Figura 53 - Gráfico de tensão de engenharia versus deformação compressiva comparando os painéis sanduíche das diversas malhas com a liga de alumínio AA6351 T6.....	74
Figura 54 - Absorção de energia versus deformação dos painéis sanduíche das malhas 100, 60 e 48.	76
Figura 55 - - Imagem obtida por análise de correlação de imagem via software GOM Correlate de uma amostra contendo uma camada de AMSF da malha 60, com uma deformação total de 24.117%, apresentando extensômetros virtuais nas direções X e Y.	80
Figura 56 - Amostras dos painéis sanduíche de malha 48(a) e malha 100(b) deformadas em 36,14% e 29,39%, respectivamente.	81
Figura 57 - Mapeamento de deformações localizadas via software GOM Correlate da região de AMSF de malha 60 do corpo de prova CDP1, com escala de deformação variando de 0% a 100% no canto direito, em diversos instantes do ensaio de compressão quase-estático: (a) $\epsilon=0\%$, (b) $\epsilon=4.74\%$, (c) $\epsilon=9.98\%$, (d) $\epsilon=25.76\%$, (e) $\epsilon=36.26\%$ e (f) $\epsilon=49.41\%$	83
Figura 58 - Gráfico tensão de engenharia versus deformação compressiva de três corpos de prova (CDP) com espuma sintática com matriz da liga AA6351 e balões Fly Ash da malha 60, com diversas porcentagens de deformação.....	84
Figura 59 - SE da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP2 com 3,35% de deformação compressiva.	85
Figura 60 - Microtomografia computadorizada de raios-x de uma amostra da espuma sintática com balões malha 60, com $\epsilon=3,35\%$ de deformação compressiva.	86
Figura 61 - - SE da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP1 com 30,9% de deformação compressiva.	87
Figura 62 - MEV da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP1 com 30,9% de deformação compressiva.	88
Figura 63 - Microtomografia computadorizada de raios-x de uma amostra da espuma sintática com balões malha 60, com $\epsilon=30,90\%$ de deformação compressiva. (a) Região da interface da espuma com a liga de alumínio sólida. (b) Região da espuma próxima a interface em contato com o prato inferior da máquina de ensaio compressivo.....	89
Figura 64 - MEV da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP3 com 81,87% de deformação compressiva.	90
Figura 65 - Mapeamento da concentração de alumínio via EDS da região da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP3 com 81,87% de deformação compressiva demonstrada na Figura 63... ..	91
Figura 66 - SE da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP3 com 81,87% de deformação compressiva.	91
Figura 67 - Microtomografia computadorizada de raios-x de uma amostra da espuma sintática com balões malha 60, com $\epsilon=81,89\%$ de deformação compressiva.	92

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Características compressivas investigadas das espumas com matrizes de Al99,5 e AlSi12 e esferas ocas. _____	17
Tabela 2-Composição química da liga AL6351 utilizada no trabalho e obtida por espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado indutivamente no laboratório de materiais do câmpus da UTFPR em Cornélio Procópio. _____	29
Tabela 3 - Porcentagem em massa dos elementos químicos provenientes da análise de EDS da liga AA6351. Os pontos 3 e 4 são referentes a fases mais escuras. _____	30
Tabela 4 - Comparação dos valores das temperaturas Tsolidus e Tliquidus da simulação termodinâmica via software Thermo-Calc, CED e referência bibliográfica. _____	31
Tabela 5 - Descrição das dimensões de altura (h) e arestas da base (w, t) e espessura da camada de espuma, com tolerâncias nominais de 0,05 mm, das amostras de painel sanduíche submetidas aos ensaios de compressão quase-estática. _____	37
Tabela 6-Composição química, em porcentagem de massa, da liga AA6351 utilizada no trabalho e obtida por espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado indutivamente no laboratório de materiais do câmpus da UTFPR em Cornélio Procópio comparada a composição da mesma liga referenciada na norma ISO R 209. _____	38
Tabela 7 – Média em micrometros das medidas de comprimento A, diâmetro B e espessura de parede externa dos balões das malhas 100, 60 e 48 obtidas através de medições realizadas por MEV. ____	43
Tabela 8 - Composição de fases em porcentagem de massa dos balões Fly Ash. _____	57
Tabela 9 - Porcentagem em massa dos elementos químicos que compõem as fases presentes na AMSF com balões da malha 48 analisadas por EDS a região mostrada pela Figura 42. _____	60
Tabela 10 – Composição química em % de massa dos pontos da Figura 42. _____	61
Tabela 11 - Composição química das fibras proveniente das análises de EDS contidas em AMSF com balões das malhas 48 e 60. _____	62
Tabela 12 – Composição química em porcentagem de massa resultante das análises pontuais de EDS da Figura 45(a). _____	64
Tabela 13 - Porcentagem em massa dos elementos químicos presentes na porção de alumínio que permaneceu sólida durante o processo de tixoinfiltração segundo análise de EDS. _____	66
Tabela 14 - Resultados da análise de micro tomografia das AMSFs de malha 100, 60 e 48, contendo a porcentagem de poros e a espessura média das paredes metálicas que separam os balões. ____	69
Tabela 15 - Medição da dureza Vickers por microindentação da matéria-prima como extrudado, da zona globular superior da espuma no disco tixoinfiltrado e das paredes que separam os poros, contendo a matriz dendrítica refinada e paredes vidro/cerâmicas dos balões malha 100, 60 e 48. _____	73
Tabela 16 – Resultados da análise do ensaio de compressão contendo a média aritmética das propriedades das amostras sanduíche de AMSFs com balões das malhas 100 e 48, e dos corpos de prova (CDP) 1, 2 e 3 com faixa de AMSF com balões da malha 60 deformados em diferentes proporções. Na tabela estão demonstrados valores das arestas da base(w e t) e altura(h) das amostras, Tensão e deformação Off-set(σ_{offset} e $\epsilon_{offset}(\%)$), módulo de elasticidade(E), deformação total da camada de AMSF(ϵ_{espuma}) e deformação total da amostra(ϵ_{total}). _____	74
Tabela 17 - Média dos valores de absorção de energia dos painéis sanduíche com AMSFs das malhas 100, 60 e 48 com uma deformação de 25%, e da liga AA6351 T6 deformada a uma tensão de 149,83MPa. _____	76
Tabela 18 - Comparação de propriedades de AMSFs, como material da matriz metálica(Matrix), o tipo de balão, a espessura de parede do balão(P. B.), as dimensões dos balões(Dim. Balão), a densidade da AMSF(ρ), a resistência a compressão(σ_c) e a absorção de energia em determinada deformação(W/ ϵ). _____	78
Tabela 19 - Resultados da análise de micro tomografia das AMSFs de malha 60, com diversas porcentagens de deformação, contendo a porcentagem de poros e a espessura média das paredes metálicas que separam os balões. _____	86

LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS

AMSF – *Aluminum matrix Syntactic Foam*.

CDP – Corpo de prova.

CED – *Differential Scanning Calorimetry*.

EA – Emissão acústica.

EDS – *Energy Dispersive X-ray*.

MEV – Microscopia eletrônica de varredura.

SE – *Secondary electron*.

E – Módulo quase-elástico.

W – Absorção de energia.

We – Eficiência da absorção de energia.

ε – Deformação.

$\varepsilon_{\text{offset}}$ – Deformação *off-set*.

σ_c – Limite de resistência a compressão.

σ_{offset} – Tensão *off-set*, equivalente a tensão de escoamento.

σ_{pl} – Tensão de platô.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Objetivos específicos	3
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
2.1 Espumas metálicas	5
2.1.1 Processamento	8
2.1.2 Partículas ocas	11
2.1.3 Comportamento sob deformação compressiva e mecanismos de falha das espumas sintáticas	13
2.2 Tecnologia de semissólidos	24
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	26
3.1 A liga utilizada	27
3.1.1 Composição química da liga utilizada.....	29
3.1.2 Microestrutura.....	29
3.1.3 Propriedade mecânica.....	30
3.1.4 Análise da tixohabilidade da liga AA6351	30
3.2 Balões cerâmicos.....	31
3.2.1 Composição química	31
3.2.2 Análise das dimensões dos balões e morfologia	32
3.3 Produção da espuma	33
3.4 Produtos Obtidos	34
3.4.1 Caracterização metalúrgica	35
3.4.2 Caracterização de arquitetura dos poros	35
3.4.3 Análise de propriedade mecânicas.....	36
3.5 Análise do comportamento sob deformação compressiva das AMSFs	37
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	38
4.1 Estudo da Tixohabilidade.....	38
4.2 Balões vidro/cerâmicos <i>Fly Ash</i>	42
4.3 Aspecto geral dos produtos	45
4.3.1 Microscopia óptica	46
4.4 Microscopia eletrônica de varredura	53
4.5 Microtomografia computadorizada de raios-x	67
4.6 Propriedades Mecânicas.....	71

4.6.1 Ensaio de dureza por micro endentação Vickers.....	71
4.6.2 Ensaio de compressão quase-estática	73
4.6.3 Comparação entre as AMSFs e as referências.....	77
4.7 Mecanismos de deformação/colapso estrutural	79
4.7.1 Colapso estrutural da AMSF com balões da malha 60	82
5. CONCLUSÕES	93
6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	95

1. INTRODUÇÃO

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

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

Espumas metálicas são novas e ainda imperfeitamente caracterizada classe de materiais. Essa classe de materiais, em geral, possui baixa densidade e inovadoras propriedades físicas, mecânicas, térmicas, elétricas e acústicas, pois permitem a combinação de características presentes em seus constituintes. Além disso, sua gama de aplicação é extensa e engloba a produção de painéis estruturais sanduíche, filtros, isoladores (térmicos, acústicos e de vibração), madeira artificial, bio-enxertos, blindagem elétrica, eletrodos, transportadores de catalisadores, e outros (ASHBY, 2000).

Suas principais funcionalidades consistem em (ASHBY, 2000):

- Construção de baixo peso: espumas metálicas aperfeiçoam a rigidez à flexão em relação ao peso específico de componentes de engenharia, uma vez que a construção de baixo peso explora a zona elástica do gráfico tensão-deformação do material. A rigidez à flexão de painéis planos de espuma metálica é proporcional à sua densidade.

- Absorção de energia: devido à sua elevada porosidade, as espumas de alumínio podem absorver uma grande quantidade de energia mecânica quando são deformadas. Por possuírem arquitetura celular, ela apresenta uma compressão que ocorre pelo colapso de camadas, dissipando energia durante o processo. Portanto, as espumas podem atuar como absorvedores de energia de impacto que limitam as acelerações em situações de colisão.
- Controle térmico e acústico: as espumas de alumínio podem amortecer as vibrações e absorver o som em determinadas condições. Sua condutividade térmica é baixa comparada a metais maciços, além de suportarem temperaturas elevadas em relação a espumas poliméricas. Entretanto, essas propriedades não são excepcionais, sendo as espumas poliméricas melhores isoladoras de ondas sonoras por exemplo, mas podem ser úteis em combinação com outras características da espuma.

Compósitos com matriz metálica reforçados com partículas cerâmicas podem apresentar altas resistência específica, rigidez, resistência ao desgaste, à fadiga, à corrosão e à fluência, a depender do tipo de partículas de reforço e de suas frações volumétricas no material. Esses materiais, como as espumas sintáticas, têm ganhado um importante espaço nas indústrias aeroespacial, de defesa, automobilística, além de aplicações em estruturais leves. (KANTH, RAO, & KRISHNA, 2018).

Como um exemplo de aplicação, a Figura 1 apresenta os núcleos do suporte de fixação do motor de um protótipo BMW, que foram feitos de espumas de alumínio. A fabricante alemã de automóveis e a LKA, empresa austríaca, projetaram o componente em conjunto, devido à capacidade do compósito de absorver vibrações e sua alta resistência mecânica.

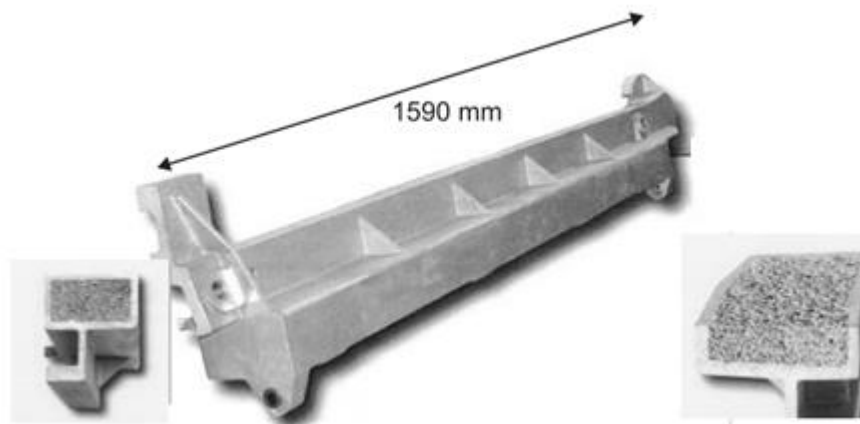
Figura 1 - Suporte de fixação do motor de um protótipo BMW fabricado pela LKA.



Fonte: Banhart (2007).

Também com o propósito de absorver vibrações e diminuir ruídos, a *AAA Light Construction Berlin* está produzindo vigas transversais de máquinas. Como mostra a Figura 2, sua estrutura consiste em um núcleo composto onde a espuma é envolvida com uma densa camada feita a partir da liga AlZn10Si8Mg , enquanto a espuma é composta por uma liga AlCa1.5Ti1.5 .

Figura 2 -Viga transversal de uma máquina com detalhe de sua seção transversal.



Fonte: Adaptado de Banhart (2007).

Portanto, o presente trabalho visa obter espumas metálicas sintáticas de alumínio reforçadas com microbalões *Fly Ash*, por meio do método denominado tixoinfiltração, sendo esse método ainda pouco explorado na produção de espumas sintáticas utilizando uma pré-forma de balões soltos. Por conseguinte, caracterizar sua microestrutura e analisar o comportamento de deformação sob compressão quase-estática.

1.1 Objetivos específicos

1. Caracterização da liga de alumínio AA6351 quanto a sua composição química e tixohabilidade.
2. Estudo da morfologia dos balões e de suas dimensões nas diferentes malhas.

3. Definir parâmetros do processo de tixoinfiltração para a produção de espumas metálicas sintáticas.
4. Analisar a qualidade do compósito produzido através de análises de microestrutura, visando identificar a distribuição das partículas de reforço na matriz do compósito, bem como o total envolvimento dessas partículas pelo metal de base.
5. Estudar a espessura de paredes e porosidade das espumas via microtomografia computadorizada de raios-X.
6. Identificar propriedades mecânicas realizando ensaios de dureza, por micro-endentação, e de compressão.
7. Avaliar comportamento sob compressão da espuma produzida com melhor qualidade nas escalas macro e microscópica.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O alumínio é o segundo elemento metálico mais abundante da Terra, tornando-se um concorrente econômico para aplicações de engenharia no final do século XIX. Assim, dentre as características mais marcantes do alumínio, se destaca sua versatilidade, pois uma gama de propriedades físicas e mecânicas podem ser desenvolvidas, do alumínio refinado de alta pureza às ligas mais complexas. Esse material, tem uma densidade de apenas $2,7 \text{ g/cm}^3$, aproximadamente um terço do aço ($7,83 \text{ g/cm}^3$), cobre ($8,93 \text{ g/cm}^3$) e latão ($8,53 \text{ g/cm}^3$). Além disso, pode exibir excelente resistência à corrosão na maioria dos ambientes, possui excelente condutividade elétrica e térmica, não é inflamável e paramagnético, e algumas de suas ligas possuem resistência mecânica mais elevada que alguns aços estruturais (METALS HANDBOOK, 1990).

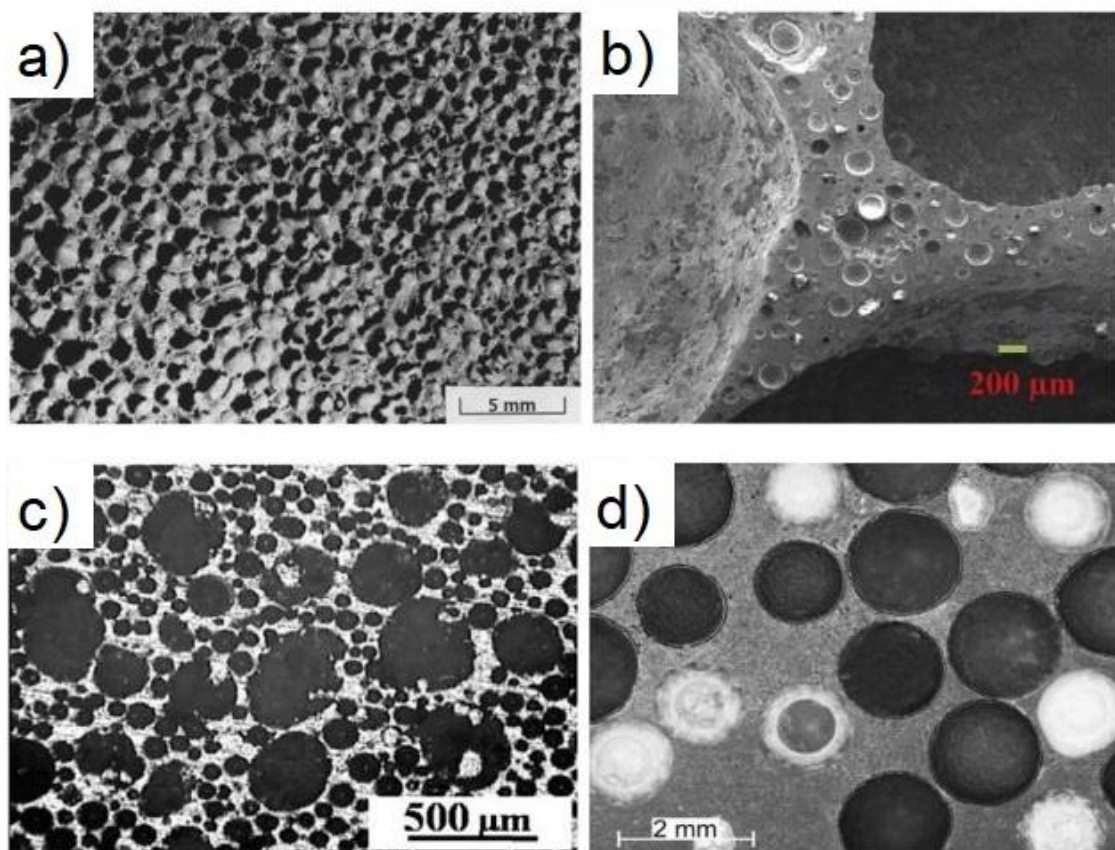
2.1 Espumas metálicas

Para as classificações de espumas metálicas, que são uma subdivisão dos metais celulares, os seguintes pontos devem ser analisados (BANHART, 2001):

- *Metais celulares*: o termo mais geral, se referindo a um corpo metálico contendo qualquer tipo de vazios gasosos dispersos. A fase metálica envolve os vazios formando células fechadas que contém os gases.
- *Metais porosos*: um tipo especial de metal celular contendo vazios que apresentam uma forma esférica estando estes isolados uns dos outros.
- *Espumas metálicas*: uma classe especial de metais celulares originados através de uma espuma metálica no estado líquido (processos de espumagem), possuindo uma morfologia definida. As células são fechadas e separadas umas das outras por um fino filme, como pode ser observado na Figura 3(a).
- *Esponjas metálicas*: possui a morfologia de um metal celular, usualmente com poros interconectados.

Como uma classe especial das espumas de alumínio, surgem as espumas sintáticas com matriz de alumínio (*aluminum matrix syntatic foams – AMSFs*), que podem ser definidas como materiais estruturais com poros, nos quais a porosidade é garantida pela incorporação de esferas ou balões ocios e homogênea dispersos na matriz metálica (KATONA *et al.*, 2019).

Figura 3 - Espumas metálicas com diversas morfologias. a) Espuma de alumínio produzida por borbulhamento de gases. b) Espuma híbrida de poros gasosos com paredes metálicas contendo balões cerâmicos. c) Espuma metálica sintática bimodal. d) Espuma sintática híbrida.



Fonte: Adaptadas de a) (BANHART, 2001), b) (PANDEY, BIRLA, MONDAL, DAS, & CH, 2018), c) (TAO, ZHANG, & ZHAO, 2009) e d) (MÁJLINGER & ORBULOV, 2014).

Por consequência, entre a matriz de alumínio e balões uma interface pode ser formada, sendo ela coesa, caso haja reação química entre esses constituintes ou adesiva fornecendo ancoramento mecânico. Essa camada de interface permite a transferência de carga entre a matriz do composto e as esferas ocios. As AMSFs apresentam como atraente característica, a possibilidade de variar em amplas faixas

as propriedades mecânicas do produto, por meio da seleção do material da matriz e da fração volumétrica, dimensões e composição dos balões ocios. Além disso, como outras espumas metálicas, as AMSFs têm boas propriedades mecânicas específicas e são isotrópicas, ao contrário das espumas metálicas convencionais produzidas no estado líquido, devido à falta de efeitos da força gravitacional, que têm papel crucial na geometria dos poros puramente gasosos (KATONA *et al.*, 2019).

Além do mais, partículas como microbalões quando presentes em matrizes metálicas podem ser consideradas como estruturas porosas em metais celulares, bem como reforços em compósitos de matriz metálica. Esses materiais apresentam como vantagens baixa densidade, alta resistência e rigidez específica, propriedades mecânicas isotrópicas e alta tolerância à deformação, o que resulta em excelente capacidade de absorção de energia mecânica. Como resultado, partículas cerâmicas vem sendo amplamente utilizadas com essa função, cujas composições comumente variam entre Al_2O_3 , SiO_2 e SiC (ZHANG, LIN, LI, ZHAI, & WU, 2016).

Uma variação das espumas sintéticas, são as espumas sintéticas híbridas, cujos reforços são a combinação de mais de uma classe de partículas ocios. Essas classes podem divergir quanto a sua composição química, dimensões, propriedades físicas e outros. Nesse sentido, a Figura 3(d) apresenta uma espuma sintética híbrida obtida pelo processo de *Pressure Infiltration*. Nela, é possível observar a matriz em liga Al4047, balões cerâmicos (com aparência mais clara e compostos por alumina e óxido de silício apresentando um diâmetro médio e parede de 1425 μm e 60 μm , respectivamente) e balões metálicos (com aparência mais escura, cuja composição é de ferro puro e com dimensões similares aos balões cerâmicos). Essa espuma foi produzida mantendo 64 %vol total de balões, variando a porcentagem de cada um deles na mistura. Por meio de análises, foi constatado que houve difusão atômica entre a matriz de ambos balões, cerâmico e metálico, podendo esse fenômeno provocar a infiltração da fase líquida da liga de alumínio no interior dos balões. Além do mais, os autores também observam que as resistências à compressão, escoamento e rigidez estrutural aumentaram quando a porção de balões cerâmicos era maior que a de balões metálicos (MÁJLINGER E ORBULOV, 2014).

No que diz respeito à ocorrência de difusão entre a matriz metálica e os balões cerâmicos, que possuíam como constituinte o óxido de silício, há a indicação de formação de uma ligação coesa entre ambas fases e que garante a transferência de

tensões da matriz para as partículas, conforme Májlinger (2015), Májlinger *et al.* (2016) e Orbulov e Májlinger (2015).

Sendo outra variação de espumas, as AMSF bimodais (Figura 3 (c)) se caracterizam pelo emprego de duas malhas de balões, ou seja, divergentes apenas em suas dimensões. Esse tipo de espuma foi estudada, por exemplo, por Tao *et al.* (2009), em que duas malhas que englobavam balões cerâmicos, com diâmetros de 75 a 125 μm e de 250 a 500 μm foram avaliadas. A partir dessas morfologias, foi constatado que as espumas sintáticas bimodais estudadas obtiveram um ganho médio na tensão de platô de 8% e 10% em porosidade, apresentando um comportamento dúctil e assim se mostrando uma boa opção para aplicações de absorção de energia de deformação compressiva.

Analisando previamente as propriedades das espumas compostas exclusivamente por um tamanho ou malha de balões, as propriedades mecânicas das espumas sintáticas bimodais podem ser ainda previstas através da regra das misturas, de acordo com a porcentagem de balões de diferentes tamanhos que as compõem (ORBULOV *et al.*, 2019).

Por fim, outra possibilidade quanto à estrutura de espumas metálicas, existem as espumas híbridas (PANDEY *et al.*, 2018), cujos poros são resultantes da junção de poros gasosos e de poros provenientes de balões cerâmicos. Tais espumas são distintas das espumas sintáticas híbridas citadas anteriormente e podem ser observadas na Figura 3(b), em que os balões cerâmicos estão contidos na parede metálica que separa os poros gasosos.

2.1.1 Processamento

Até o início dos anos 2000, espumas metálicas eram sintetizadas com base em processos que envolviam a espumagem a partir de um agente gerador de gás, ou pelo uso de agentes bloqueadores (*Space Holders*) (ASHBY, 2000):

1. Borbulhando gases em ligas fundidas de alumínio contendo partículas cerâmicas que irão ajudar na coalescência das bolhas na liga.

2. Mixando um agente espumante em uma liga metálica fundida, cujo liberará bolhas gasosas. Muitas vezes a pressão é controlada durante o resfriamento afim de restringir o tamanho dos poros.
3. Compactação de um pó metálico com um agente espumante particulado, seguido de um aquecimento até a fusão do material metálico, se expandindo assim com a liberação de gases.
4. Dissolução de um gás (normalmente hidrogênio) em um metal líquido sob pressão, permitindo sua liberação de forma controlada durante a solidificação.
5. Aprisionamento de gases inertes em alta pressão em poros por “*Powder hot isostatic pressing (HIPing)*”, seguida pela expansão dos gases em temperaturas elevadas.
6. Deposição de vapor ou eletrodeposição de metais nos poros abertos de uma espuma polimérica que é sequencialmente queimada.
7. Sinterização de esferas ocas através da deposição de vapor de metal sobre esferas de polímeros.
8. Manufatura de um molde cerâmico a partir de um precursor de cera ou espuma a base de polímeros, seguido pela queima do precursor com a infiltração por pressão de uma liga fundida ou de uma pasta constituída por pós metálicos que posteriormente é sinterizada.

Outras técnicas de produção de espumas metálicas consistem na adição de partículas cerâmicas ocas em ligas metálicas, originando assim as espumas metálicas sintáticas.

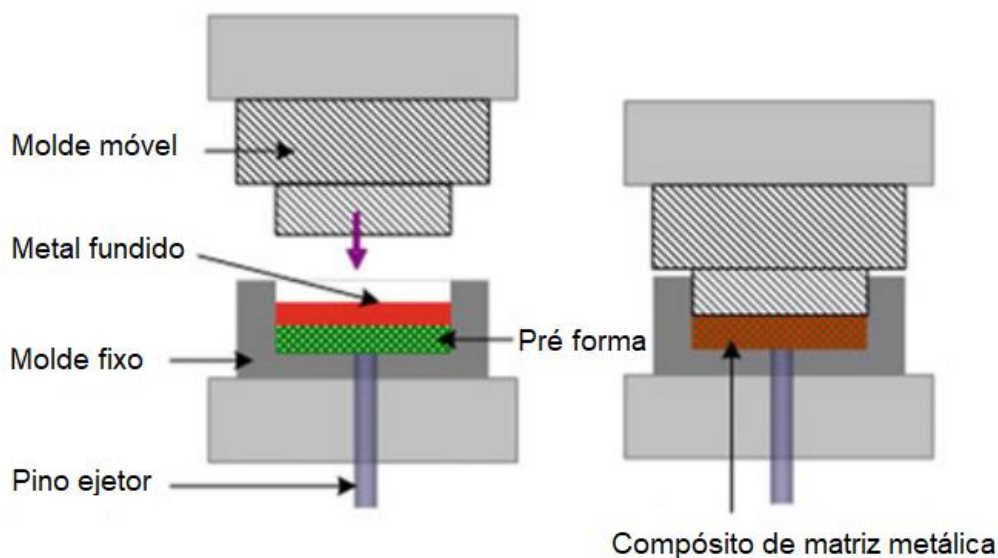
Como exemplo de produção de espumas metálicas sintáticas, podemos citar o método denominado *Stir Casting*, onde um misturador mecânico é utilizado para mixar e homogeneizar partículas sólidas em uma liga fundida (CHANDRA KANDPAL, KUMAR, e SINGH, 2018).

Outra dessas técnicas é denominada por *Pressure infiltration* ou Infiltração por pressão, onde o metal fundido é forçado a adentrar em um molde com a assistência de uma atmosfera com alta pressão e/ou vácuo, cujo interior é formado por uma pré-forma ou cama de partículas ocas e livres (ORBULOV e DOBRÁNSZKY, 2008).

Também podem essas espumas serem produzidas via metalurgia do pó, sendo partículas ocas e pó metálico misturados, compactados e sinterizados (VOGIATZIS *et al.*, 2015; GATAMORTA *et al.*, 2015).

A técnica que deu origem a metodologia denominada tixoinfiltração (ROBERT *et al.*, 2010; ROBERT *et al.*, 2012), que foi empregada no atual trabalho, é chamada *squeeze casting infiltration*, ou infiltração por compressão. O que difere essas duas técnicas é o estado da liga metálica processada, a qual na primeira metodologia é utilizada no estado semissólido, e na segunda no estado líquido.

Figura 4 - Diagrama esquemático do processo *squeeze casting infiltration*.



Fonte: Adaptado de L. Natrayan (2018).

O método de fabricação de materiais compósitos de matriz metálica, conhecido como *squeeze casting infiltration*, é derivado da junção de métodos de forjamento em molde e fundição e consiste na compressão de uma liga metálica no estado líquido contida em um molde. Essa técnica vem sendo utilizada para a fabricação de compósitos metálicos reforçados por partículas. Logo, através da pressão imposta por um molde móvel, a liga fundida é impelida a infiltrar em uma pré-forma de reforços, conforme mostra a Figura 4. Assim sendo, várias vantagens podem ser citadas, como baixo custo de operação, baixo nível de defeitos de porosidade gasosas, ótimo acabamento superficial, estrutura refinada no produto e curtos ciclos de processamento (NATRAYAN, 2018).

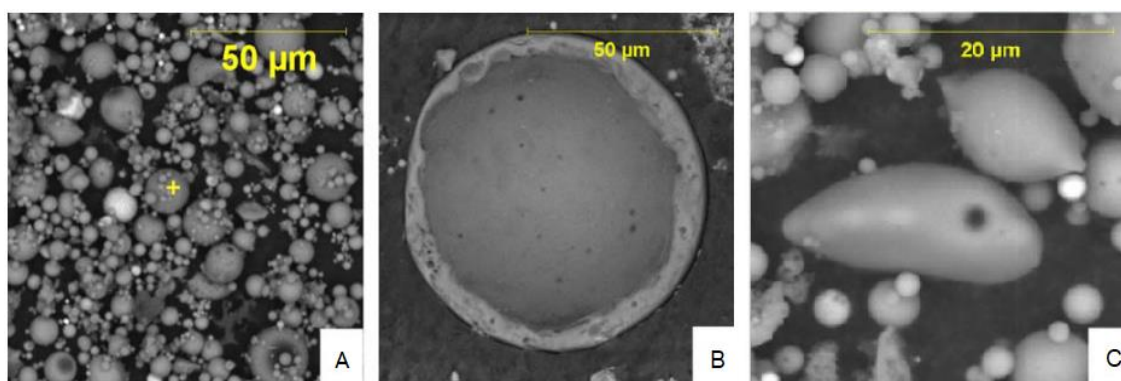
2.1.2 Partículas ocas

Existem diversos tipos de partículas ocas empregadas na produção de espumas metálicas sintáticas, como *Glass Bubbles* (GATAMORTA *et. al.*, 2009; ENGINSOY *et. al.*, 2019), cenosferas puramente cerâmicas, esferas metálicas, e balões vidro/cerâmicos *Fly Ash*.

Partículas cerâmicas de parede fina são benéficas para a produção de espumas sintáticas de baixa densidade, e geralmente uma das partículas mais empregadas para a sintetização desses materiais são os balões provenientes do substrato *Fly Ash* (Rohatgi *et. al.*, 2011).

Durante a combustão, minerais presentes no carvão se tornam fluidos em temperaturas elevadas. Em caldeiras a carvão pulverizadas, a fornalha opera tipicamente em temperaturas acima de 1400 °C, e nessas temperaturas o conteúdo mineral presente no carvão pode oxidar, se decompor, fundir, desintegrar ou aglomerar. Conseqüentemente, o rápido resfriamento na zona pós combustão resulta na formação de partículas com estrutura cerâmicas/amorfas representadas pela Figura 5, conhecidas como cenosferas ou balões *Fly Ash* (KUTCHKO e KIM, 2006). Partículas as quais, em um compósito de matriz de alumínio, quando em contato com o metal fundido exercem função de refinadoras de grão (KANTH *et al.*, 2018).

Figura 5 - Micrografia por elétrons retroespalhados (*backscattering electron* – BSE) de: (a) Estrutura típica de cenosferas *Fly Ash* e (b) sessão transversal de uma partícula oca denominada cenosfera *Fly Ash* e (c) partícula amorfa irregular.



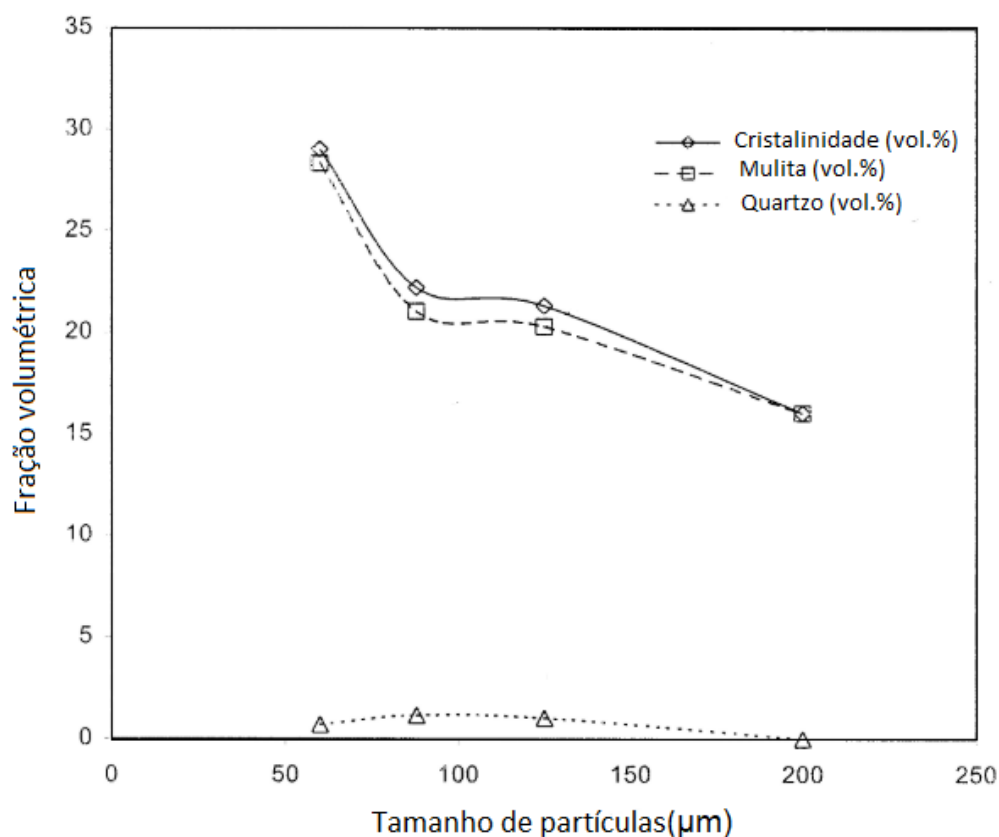
Fonte: Kutchko (2006).

Os balões *Fly Ash*, podem ser classificados entre dois tipos, correspondendo a precipitados sólidos ou partículas ocas. A morfologia desses balões é variada, complexa e tende ao formato esférico devido a tensões superficiais. Ademais, sua estrutura é dependente do tamanho da partícula, que influencia a taxa de resfriamento durante a formação dos balões, podendo gerar fases cristalinas e amorfas (MATSUNAGA *et al.*, 2002).

Nas análises de DRX realizadas por Kutcho *et al.* (2006), os resultados mostraram que 65 %vol das partículas analisadas eram compostas por fases amorfas, sendo 50 %vol como fases amorfas de aluminossilicato e uma menor porção de fases ricas em ferro. Além disso, fases contendo cálcio associado a oxigênio, enxofre e fósforo também puderam ser identificadas em pequenas quantidades, sendo essas porcentagens particulares de cada partícula analisada. Por fim, embora o autor afirmar que elementos voláteis que entrem em estado de vapor durante a combustão possam formar uma espécie de revestimento nas superfícies externas das partículas ocas ou balões, indícios desse fenômeno não foram identificados.

Em seu trabalho, Matsunaga *et al.* (2002) utilizaram técnicas de peneiramento para separar o substrato *Fly Ash* em diferentes malhas e estudar a morfologia das partículas por microscópio eletrônico de varredura (MEV), identificando tendências na formação de fases cristalinas ou amorfas via DRX influenciada pelo tamanho das partículas conforme Figura 6. Assim sendo, identificaram uma diminuição na cristalinidade das partículas ocas de 28,4 para 16,0 %vol, quando com diâmetros de 60 μm e 200 μm respectivamente, não ocorrendo variação na densidade relativa, que em ambos casos foi de 0,7 g/cm^3 .

Figura 6 - - Variação de frações volumétricas de cristalinidade total composta por mulita e quartzo nas partículas ocas de *Fly Ash*, mostrando a diminuição de fases cristalinas com o aumento do tamanho das partículas.



Fonte: Matsunaga (2002)

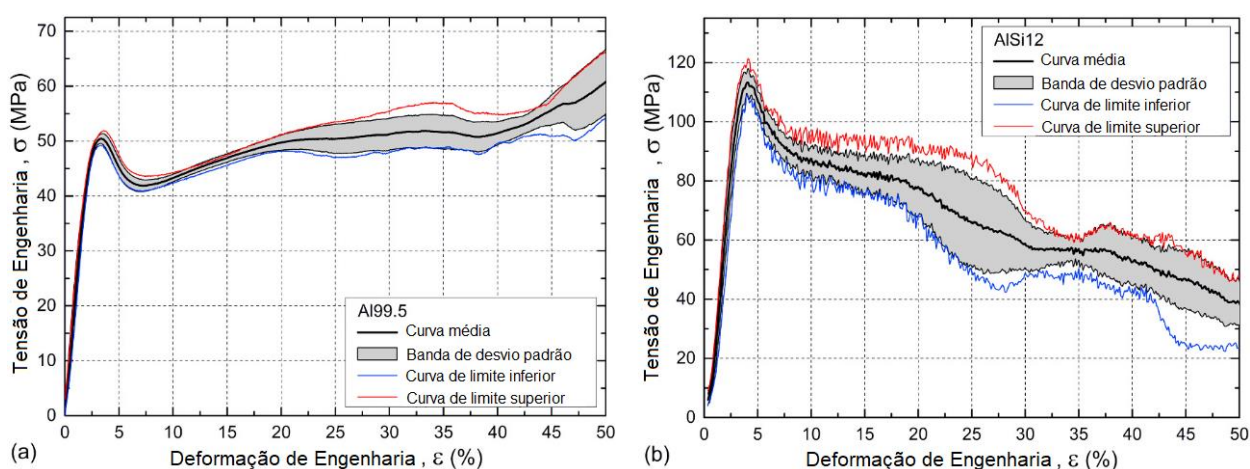
2.1.3 Comportamento sob deformação compressiva e mecanismos de falha das espumas sintáticas

Para o entendimento do comportamento sob deformação compressiva de espumas sintáticas, além de avaliações de gráficos tensão versus deformação é necessário observar como a amostra se comporta ao longo do ensaio em diversas porcentagens de deformação. Mesmo que padrões possam ser notados em gráficos dessa natureza, as AMSF podem trazer comportamentos distintos.

Comumente, as curvas de tensão versus deformação podem ser divididas em três partes. A primeira parte exibe uma relação linear entre a tensão de engenharia e a deformação de engenharia, que termina em um pico local que corresponde à resistência à compressão. O pico de compressão é seguido por uma queda de tensão

devido ao aparecimento da primeira trinca na amostra, que gera um certo relaxamento de esforços na amostra. Posteriormente, uma região de platô se desenvolve de acordo com o mecanismo de falha real da amostra. Dessa forma, as regiões de platô podem mostrar tendências ascendentes ou descendentes, conforme Figura 7, a depender da relação de limites de resistências da matriz e das partículas de reforço como será discutido adiante (KATONA *et al.*, 2019).

Figura 7 - Gráficos¹ tensão de engenharia versus deformação de engenharia de espumas sintéticas com esferas ocas cerâmicas com matrizes de (a) Al99,5 e (b) AlSi12 apresentando comportamentos de platô distintos devido a relações de resistência a compressão entre matriz e partículas ocas.

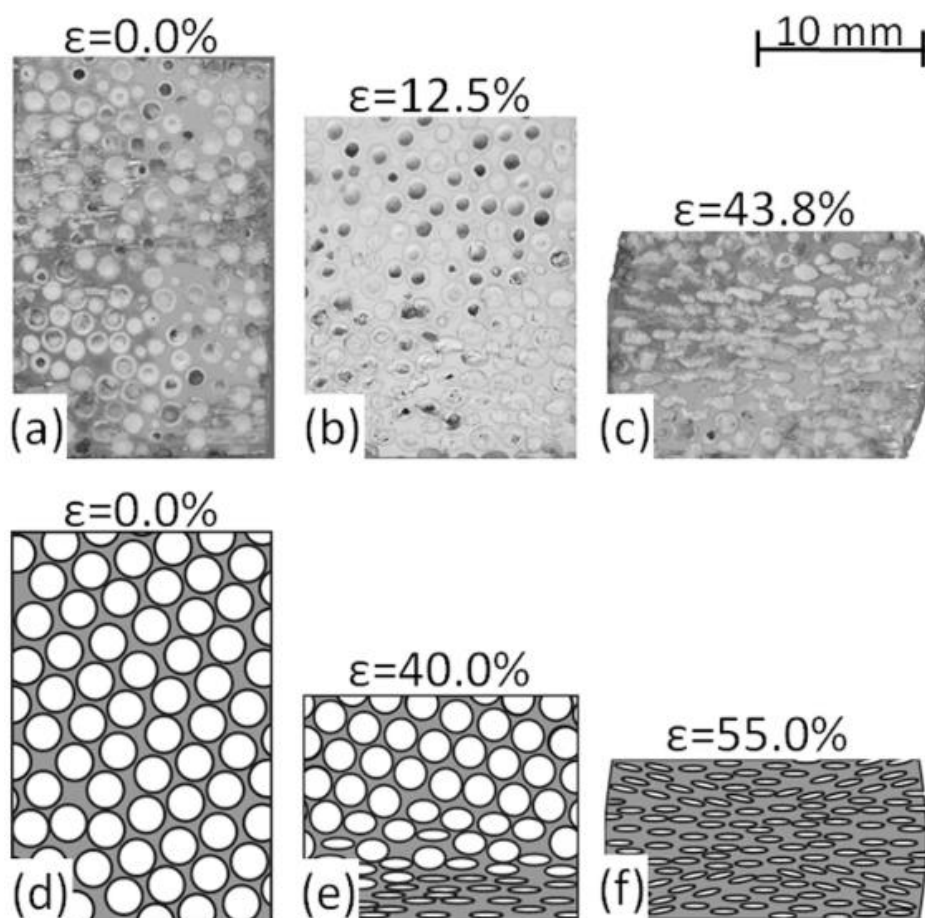


Fonte: Katona et al.(2019).

A começar pela Figura 7(a) com matriz de Al99,5, inicialmente a tensão imposta na amostra era menor que a resistência a compressão dos balões cerâmicos, que se comportaram como corpos rígidos e permitiram uma deformação homogênea em toda porção de material avaliado, até que o primeiro balão se fraturasse no meio da amostra devido ao mais complexo estado de deformação, momento esse que demarcou o ponto de resistência a compressão da espuma (KATONA *et al.*, 2019).

¹ A escala dos eixos Y é diferente em cada gráfico.

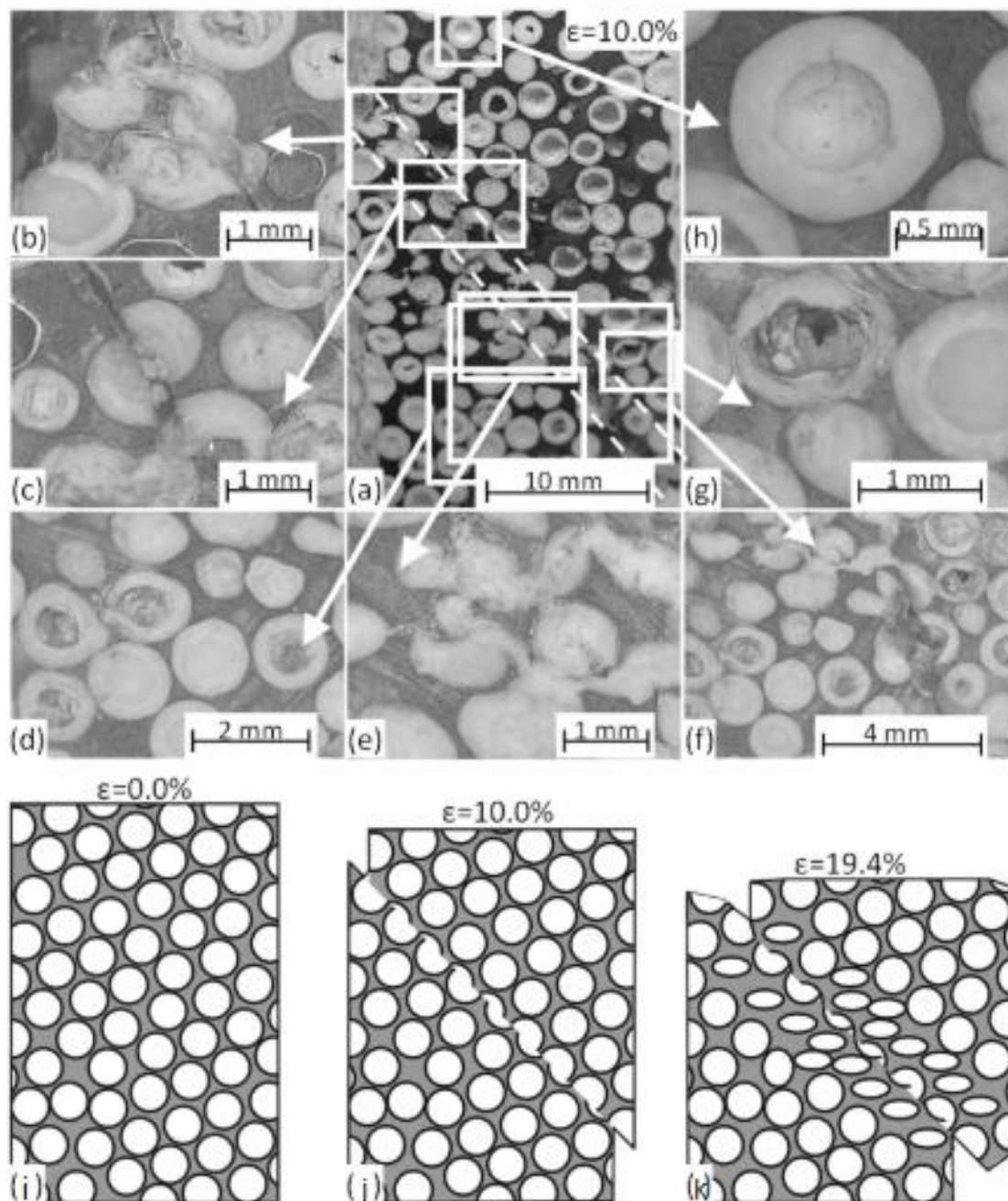
Figura 8 - Mecanismo de deformação de uma AMSF com matriz de Al99,5: (a-c) exemplos e (d-f) processo esquemático.



Fonte: Katona et al.(2019).

A partir daí, pode-se observar um suave decaimento de tensão na vizinhança do pico de resistência formado, indicando um lento mecanismo de deformação. Assim, a subsequente deformação plástica resultou em um aumento moderado de tensão na região de platô e também um fenômeno de falha contínua das esferas ocas (Figura 8b) que termina em uma densificação quase perfeita da amostra (Figura 8c), ou seja, fechamento dos vazios (KATONA et al., 2019).

Figura 9 - Mecanismo de deformação da AMSF com matriz de AlSi12.



Fonte: Katona et al.(2019).

Um comportamento distinto pode ser observado quando a amostra da AMSF com matriz da liga AlSi12 foi submetida ao ensaio de compressão quase-estático. Assim sendo, o fluxo de tensão transferido da matriz para os balões ocos logo no início da deformação excedeu a resistência a compressão deles, resultando em uma diminuição mais acentuada da curva logo após a resistência a compressão da espuma no final da região de linearidade da curva. Essa queda de tensão pode ser conectada

ao aparecimento de uma fratura ao longo de uma linha com ângulo de 45°, em relação à direção de carregamento, conforme pode ser observado pelas linhas pontilhadas na Figura 9a. Desse modo, ao longo da linha de fratura (Figura 9b,9c,9e e 9f) os balões foram quebrados e cisalhados na direção da fratura da superfície. Tal fratura dividiu a amostra em duas metades e seu mecanismo procedeu pelo lento deslizamento relativo entre as duas metades. Por conseguinte, esse fenômeno gerou uma região de platô extensivamente irregular e declinante, enquanto outras partes do material se mantiveram intactas (Figura 9d e 9h), embora em alguns casos esferas na vizinhança da região de fratura tenham sido danificadas (Figura 9g), devido a forças adicionais geradas quando a metade deslizante da amostra entrou em contato com a contraparte da ferramenta de compressão (KATONA *et al.*, 2019).

A composição química das esferas ocas de cerâmica empregadas no trabalho apresentado por Katona *et al.*(2019) foi medida em 33 wt% Al₂O₃, 48 wt% SiO₂ e 19 wt% 3Al₂O₃2SiO₂ (mulita), com diâmetro médio e espessura de paredes de 1425 ± 42,2µm e 60 ± 1,7µm, respectivamente. As propriedades mecânicas aferidas constam na Tabela 1.

Tabela 1 - Características compressivas investigadas das espumas com matrizes de Al99,5 e AlSi12 e esferas ocas.

Propriedade	Unidade	Al99.5	AlSi12
Resistência a compressão (σ_c)	MPa	50,3 ± 0,6	114,4 ± 5,2
Deformação na resistência a compressão (ϵ_c)	%	3,33 ± 0,17	4,25 ± 0,32
Módulo de Young (E)	GPa	21,9 ± 1,2	22,2 ± 2,4
Tensão de platô (σ_{pl})	MPa	51,0 ± 2,2	57,2 ± 1,4
Absorção de energia em $\epsilon=50\%$ (W)	MJm ⁻³	24,5 ± 0,8	32,2 ± 0,6
Eficiência da absorção de energia (We)	%	97,3 ± 2,2	56,4 ± 1,8

Fonte: Adaptado de Katona *et al.* (2019).

No trabalho de Luong *et al.*(2013), esferas ocas de SiC foram adicionadas a uma matriz da liga de alumínio A356 através do método “*Pressure infiltration*”. As partículas possuíam diâmetro médio e espessura de parede de 1 mm e 70 µm, respectivamente, e o comportamento sob compressão dessa espuma foi similar ao

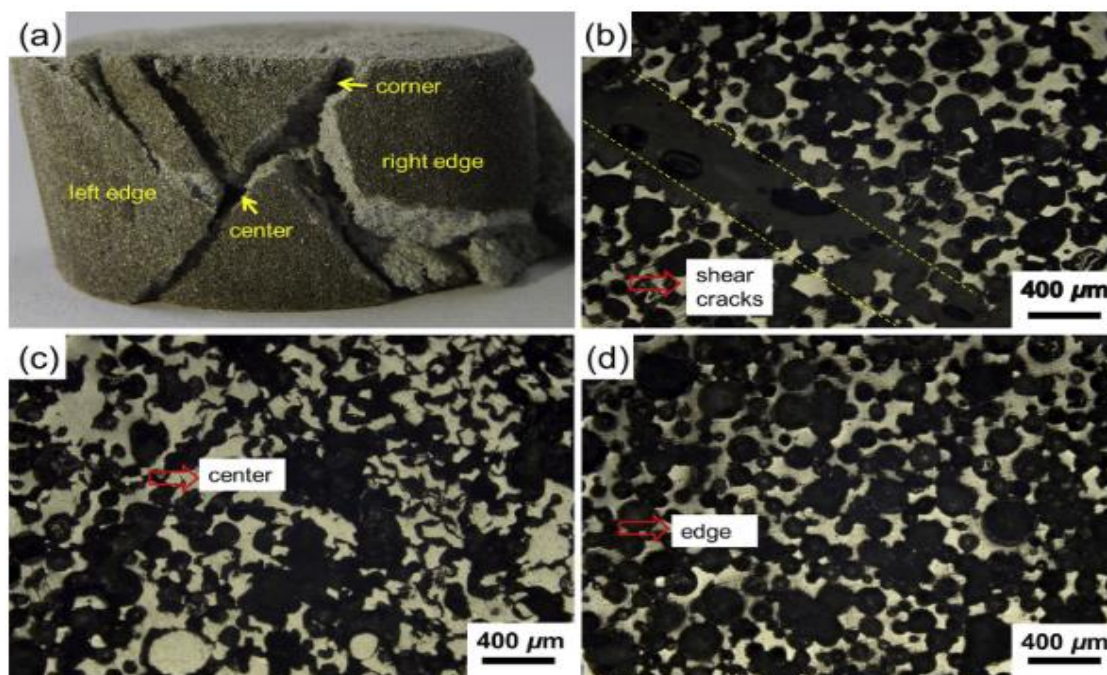
discutido referente à Figura 7(a). Isso posto, os valores de resistência a compressão, tensão de platô e deformação de densificação foram de 163 MPa, 110 MPa e 46%. Segundo a análise realizada no trabalho, a característica destacada no comportamento compressivo desse material foi a grande capacidade de deformação, que é benéfica para a obtenção de elevados níveis de absorção de energia. Além disso, um ponto importante observado pelos autores se refere a boa molhabilidade das partículas na matriz, que pode ser observada em regiões onde esferas de SiC são separadas por finas camadas de metal, as quais providenciam intertravamento mecânico e alta resistência interfacial. Portanto, devido a essa alta resistência, trincas iniciadas nas esferas podem se estender até a matriz, mantendo a direção de propagação.

Outros fatores que contribuem com o mecanismo inicial de falha das esferas durante a compressão são atribuídos à presença de defeitos em suas paredes, como trincas provenientes do processo de fabricação da espuma, paredes relativamente mais finas que propiciam menor resistência a compressão e, por último, concentrações de tensão localizadas como resultado da aglomeração de esferas muito próximas umas das outras (LUONG *et al.*, 2013).

Utilizando o método *squeeze casting*, alumínio puro foi infiltrado em uma pré-forma com balões cerâmicos que foram separados em malhas cujos diâmetros variam entre 70 e 400 μm . Assim, o comportamento sob compressão da AMSF foi analisado e, de forma análoga ao comportamento da espuma representada na Figura 7(b) e Figura 9, a combinação de tensões compressivas e cisalhantes deu origem a zonas de cisalhamento, que resultou na quebra das partículas ocas de cerâmica contidas nessas regiões, mantendo a integridade estrutural dos balões presentes em regiões distantes dessas zonas, conforme Figura 10 (ZHANG *et al.*, 2016).

Para Zhang *et al.* (2016), há evidências de que aumentando o diâmetro dos balões e mantendo a espessura de suas paredes, a resistência à compressão e a tensão de platô das AMSF diminuem. Portanto, os autores afirmam que a relação entre a parede dos balões e seu diâmetro são determinantes para as propriedades desses materiais.

Figura 10 - AMSF com balões de diâmetro médio de 80 μm , produzida pelo método “squeeze casting”. (a) Vista macroscópica da amostra após ensaio de compressão quase-estático. (b) Região “corner”. (c) Parte central ou “center”. (d) Região lateral, ou “edge”, com balões íntegros.



Fonte: Zhang et al. (2016).

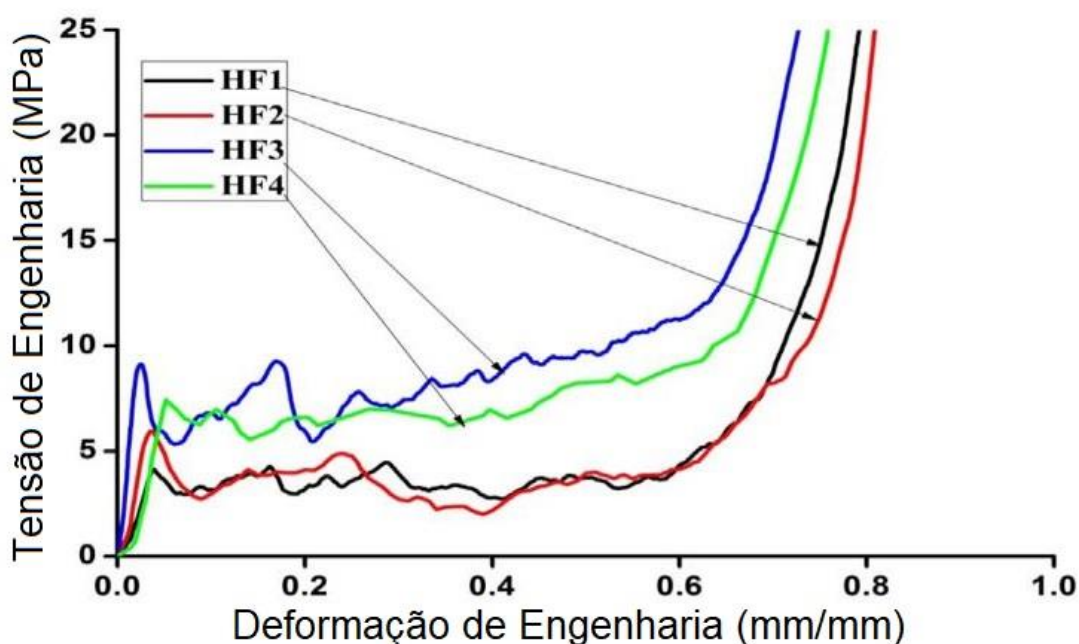
Contudo, existem outros fatores importantes quando diz respeito ao comportamento mecânico das espumas sintáticas, tais como: seus mecanismos de falha (que englobam a estrutura das partículas cerâmicas), seu percentual volumétrico no compósito, a presença de defeitos na matriz metálica na forma de vazios puramente gasosos e também micro porosidade na parede dos balões (que embora diminuam a densidade dessas partículas, comprometem sua resistência à compressão) (ZHANG *et al.*, 2016).

Além do mais, é notado que propriedades como a tensão de platô (σ_{pl}) e a absorção de energia (W), em espumas com poros gasosos, são proporcionais às resistências e absorção de energia da liga, referente à matriz metálica do compósito, e também à densidade relativa da espuma (ASHBY, 2000). Contudo, é observado em que se aumentando a fração volumétrica de balões cerâmicos em espumas sintáticas, sua tensão de platô diminui, caso sejam menos resistentes que o metal da matriz (MONDAL *et al.*, 2009).

Variações nominais na região de platô do gráfico tensão versus deformação, tanto de espumas com células fechadas e puramente gasosas, quanto em espumas sintática com balões ocos podem ser identificadas conforme os gráficos da Figura

7a (AMSF) e Figura 11 (Espuma híbrida de poros gasosos e balões cerâmicos). Essas variações se devem ao colapso dos poros, camada por camada, gerados pela flambagem das paredes metálicas, seguida de cisalhamentos e fratura de balões cerâmicos no caso das espumas sintáticas, que permitem o avanço de deformações à menores tensões até o fechamento do poro danificado (BIRLA *et al.*, 2017).

Figura 11 - Espuma híbrida, com poros macroscópicos puramente gasosos, e poros microscópicos provenientes de balões *Fly Ash* ocios, com densidades relativa de 0,19 e porcentagens de balões *Fly Ash* como segue: HF1:18 %vol, HF2:25 %vol, HF3:30 %vol e HF4:35 %vol.



Fonte: Adaptado de (BIRLA *et al.*, 2017).

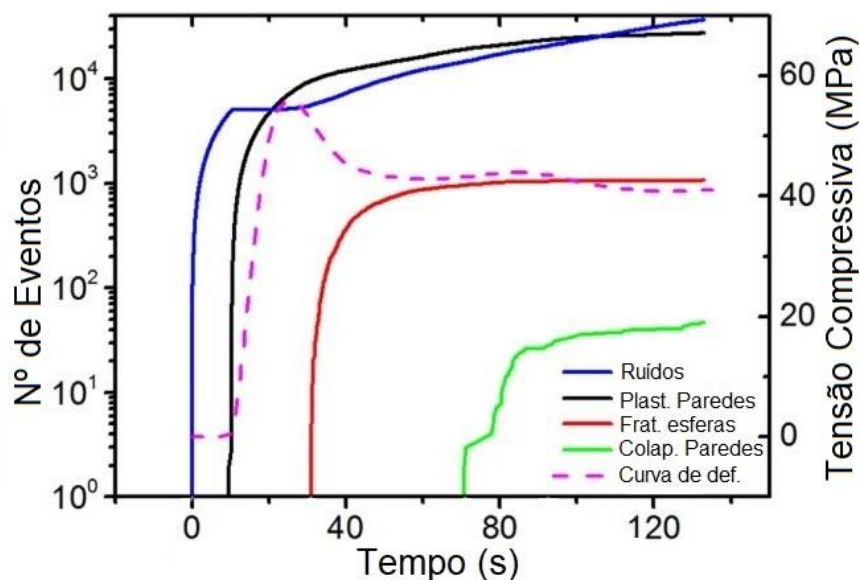
Sendo a absorção de energia da espuma influenciada pela combinação da região de platô com as deformações da espuma híbrida, Birla *et al.* (2017) identificaram aumento na absorção de energia, resistência à compressão e das tensões de platô quando as frações volumétricas de balões *Fly Ash* são elevadas até 30 %vol e a densidade relativa é mantida. As mesmas constatações foram feitas por Daoud (2009) em seu estudo de espumas híbridas com matriz de Zn-Al e balões *Fly Ash* nas porções de 15 %vol e 30 %vol. Dessa forma, considerando resposta semelhante, Xia *et al.* (2014) afirmam que a presença de balões *Fly Ash* em espumas híbridas melhoram suas propriedades mecânicas.

Ainda sobre espumas híbridas, Pandey *et. al.* (2018) estudaram a influência da combinação de diferentes malhas de balões cerâmicos e afirmam que espumas híbridas bimodais e trimodais apresentam maiores resultados de tensão de platô, além de maiores módulos de elasticidade (E), comparadas a espumas híbridas com apenas uma malha de balões cerâmicos. Pontuam, ainda, que apesar da relação média entre a parede do balão e diâmetro do balão diminuir nas configurações bimodais e trimodais, relação esta que tende a diminuir valores de propriedades mecânicas, a média da dimensão das paredes metálicas entre esses balões aumentou e esse fenômeno foi mais determinante para as propriedades da espuma.

Os fenômenos observados nas espumas híbridas são similares aos ponderados nas AMSFs, como a influência da espessura de paredes metálicas entre os balões, porosidade, a relação entre a espessura da parede do balão e seu respectivo diâmetro, além das propriedades da liga utilizada nas propriedades mecânicas do compósito (GATAMORTA, 2017; ORBULOV e GINSZTLER, 2012). Portanto, o estudo do comportamento de espumas híbridas auxilia o entendimento das AMSFs.

Com o objetivo de estudar os mecanismos de falha e a evolução do colapso dos balões em uma AMSF, testes envolvendo análises por macro imagens digitais, tomografia computadorizada de raios-x, difração de nêutrons e termografia por infravermelho já foram realizados e comprovados. Ademais, com o intuito de testar uma nova técnica de análise, testes de emissão acústica (EA) foram executados durante testes de compressão quase-estática por Kádár *et. al.* (2016). Nesse caso, a EA é definida como ondas elásticas transientes geradas no interior do material devido a repentinas mudanças estruturais localizadas, como movimentos coletivos de discordâncias ou nucleações e/ou propagações de trincas. O número de elementos em cada grupo possui caráter cumulativo (KÁDÁR *et al.*, 2016).

Figura 12 - Evolução cumulativa no tempo do número de eventos dos grupos de Emissão Acústica assinalados como Ruídos (linha azul), Plasticidade das Paredes Metálicas (linha preta), Fratura das Esferas (linha vermelha), Colapso das Paredes Metálicas (linha verde) e Curva de Deformação da espuma (linha tracejada rosa).



Fonte: Adaptado de (KÁDÁR *et al.*, 2016).

A Figura 12 mostra o número de eventos nos diversos grupos em função do tempo e cada um deles representam ondas geradas por fontes diferentes, como (KÁDÁR *et al.*, 2016):

1. A curva na cor azul foi assumida como ruídos do ambiente pois foi detectada antes mesmo do início da deformação compressiva da amostra, momento este que o corpo estudado não possuía emissão acústica. Assim sendo, após uma repentina ascensão, essa curva se manteve constante até aproximadamente 30 s, momento marcado pela retomada do seu crescimento, devido ao atrito gerado pelos fragmentos dos balões cerâmicos quebrados com a matriz metálica.
2. A curva na cor preta representa o grupo dos eventos referentes à deformação plástica das paredes metálicas entre os balões, que logo no início da deformação teve um rápido crescimento, sendo esse fenômeno governado pelo movimento de discordâncias. Esse crescimento abrupto, no início da deformação, se deu pelo movimento de um grupo denso de discordâncias, ficando esses movimentos barrados conforme a deformação prosseguiu, não sendo detectados aumentos significativos de eventos desse grupo na região de platô no gráfico tensão versus deformação (curva tracejada rosa).

3. A curva na cor vermelha é devido à quebra das paredes externas dos balões, que se iniciou após alcançado o pico de tensão na curva tensão versus deformação (tracejada rosa), se mantendo também praticamente constante na região de platô. Portanto, isso reforça a ideia de que uma vez alcançado o limite de resistência à compressão dos balões, sendo esse valor mais alto que a resistência das paredes metálicas, os balões em sua maioria são fraturados e dão espaço para deformações, levando à densificação do material sem que ocorra aumentos substanciais na tensão suportada pela amostra.
4. A curva na cor verde ilustra o colapso das paredes da espuma. Assim sendo, seu aumento ocorreu de formas repentinas e em pequenas elevações conforme se deu a evolução da deformação.

De acordo com essa análise foi possível concluir que o principal mecanismo de deformação se caracteriza pela deformação plástica das paredes metálicas, devido a deformações localizadas, que ocorrem desde o início do ensaio de compressão quase-estático até uma deformação de 4% da amostra ou 31 s da **Erro! Fonte de referência não encontrada.** (KÁDÁR *et al.*, 2016).

Outra observação muito importante quando se estuda propriedades mecânicas de espumas sintáticas através de ensaios de compressão diz respeito à rigidez estrutural, que por sua vez é significativamente menor que o Módulo de Young, sendo essa propriedade determinada corretamente por modelos matemáticos e simulações computacionais (SZLANCSIK *et al.*, 2017) ou, ainda, por uma técnica experimental de medição baseada na teoria da barra de Timoshenko, onde são detectadas as frequências naturais da amostra submetida ao ensaio do martelo ou em inglês *Drop Hammer* (MAJKUT, 2009).

2.2 Tecnologia de semissólidos

No início dos anos 70, foram descobertas as ligas metálicas no estado semissólido com microestrutura globular e não dendrítica que possuem propriedades reológicas especiais (FLEMINGS, 1991). Nesse contexto, a tixoconformação é uma tecnologia viável para a formação de ligas no estado semissólido para peças *near net-shape*. Essa técnica consiste basicamente em três fases: a produção de um material com microestrutura globular, o aquecimento do material até a temperatura de trabalho e a aplicação de pressão utilizando uma prensa para moldar o material (LIU, ATKINSON e JONES, 2005).

O processamento no estado semissólido pode ser realizado resfriando o metal líquido até o estado semissólido na operação chamada reofundição (ZOQUI, 2014), ou por aquecimento do metal sólido até a condição semissólida na operação chamada tixoconformação (ATKINSON, 2005), caso a fração de líquido seja abaixo de 50% ou tixoinfiltração, no caso de frações líquidas acima de 50% (GATAMORTA, 2009).

O processo de tixoconformação resulta em vantagens específicas na qualidade do produto como baixa porosidade por aprisionamento de gases, menores retrações e melhores propriedades mecânicas, além de melhorias relacionadas a vida útil do molde em comparação com processos de fundição convencionais devido a temperatura mais baixa do metal (ZOQUI e NALDI, 2011).

Uma mistura sólido-líquido estável (ou seja, uma microestrutura controlável), reologia e fração líquida na presença de variações de temperatura durante o processo, garantem que o processamento no estado semissólido seja reproduzível. Desse modo, alcançar essa mistura estável requer certas características termodinâmicas, que por sua vez dependem da composição química da liga e a cinética do processo de tixoconformação. Portanto, diz-se que uma liga que possua essas características é uma liga com tixohabilidade (ZOQUI *et al.*, 2016).

Alguns critérios de tixohabilidade comumente adotados para materiais no estado semissólido são (LIU *et al.*, 2005):

- O joelho mais alto da curva de fração versus temperatura deve ocorrer entre 30 e 50% de fração de líquido.
- A sensibilidade da fração de líquido na fração de 0,4 de líquido deve ser menor que de 3% de variação da fração por kelvin.
- O intervalo de solidificação, ou seja, o intervalo de temperatura entre a temperatura *liquidus* e *solidus* não deve ser muito grande (menor que 130 K).

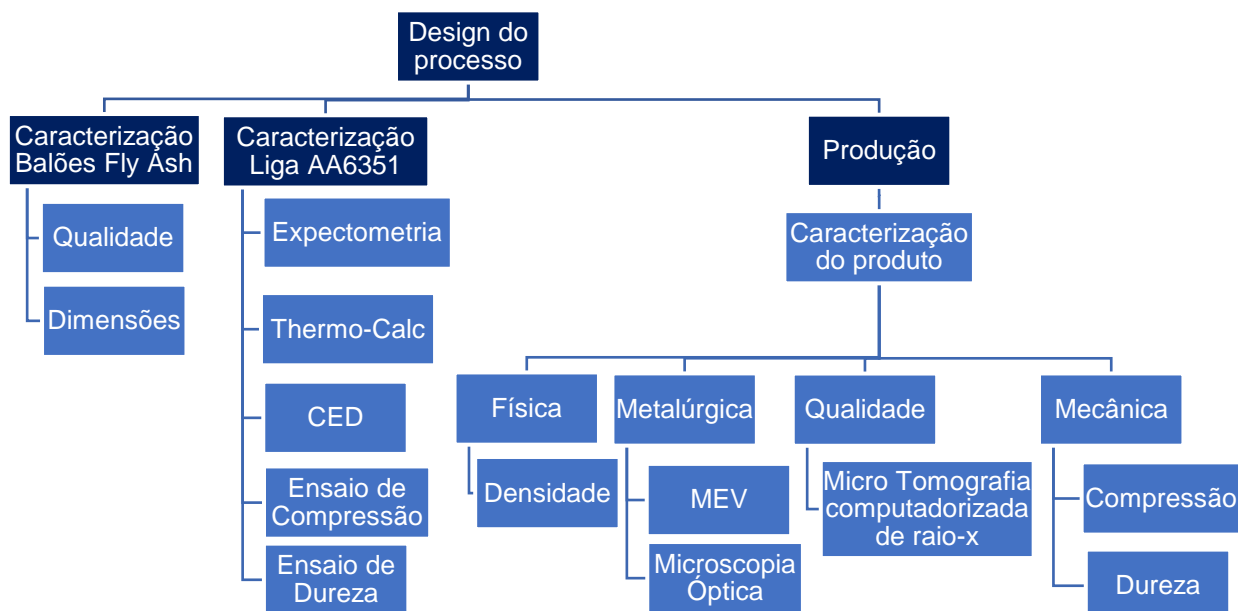
A tixohabilidade pode ser avaliada através de análises de transformações de fase durante o aquecimento ou resfriamento do material, como análise via análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (*Differential Scanning Calorimetry-CED*), ou por simulações termodinâmicas através de *softwares* específicos, como por exemplo o Thermo-Calc. Essas investigações possibilitam a determinação das temperaturas *Tliquidus* e *Tsolidus*, bem como a geração de curvas de variação da fração líquida/sólida em função da temperatura. Além disso, essa propriedade de ligas metálicas pode ser modificada por alguns fatores como, por exemplo, a taxa de aquecimento da liga. Assim, caso a taxa de aquecimento seja alta, haverá diminuição da *Tsolidus* e o aumento da *Tliquidus*, conseqüentemente aumentando a janela de trabalho da liga no estado semissólido. Por fim, a adição de elementos de liga também pode modificar essa janela de trabalho, fração de eutéticos ou temperatura eutética (GATAMORTA, 2009).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

O trabalho desenvolvido trata da produção e análise de espumas sintáticas pela tixoinfiltração da liga de alumínio AA6351 em uma pré-forma de balões *Fly Ash* soltos, e seguiu uma metodologia que envolveu a realização das etapas apresentadas na Figura 13 e descritas a seguir:

1. Verificação da composição química da liga AA6351, com as proporções dos componentes calculados em massa.
2. Estudo termodinâmico da liga AA6351 para determinação das temperaturas $T_{solidus}$, $T_{liquidus}$ e curva de transformação do estado sólido para líquido para o entendimento de sua tixohabilidade.
3. Peneiramento dos balões vidro/cerâmicos *Fly Ash* para a separação e classificação dos mesmos segundo suas dimensões.
4. Estudo morfológico dos balões com caráter qualitativo e quantitativo.
5. Confecção de precursores para estudo e determinação de parâmetros do processo.
6. Confecção de amostras com diferentes malhas de balões para análise.
7. Análise de morfologia das espumas sintáticas através de técnicas de microscopia eletrônica de varredura (MEV), microscopia óptica e microtomografia computadorizada de raios-x.
8. Análise de dureza por microindentação Vickers (“microdureza”) da espuma sintática e da liga AA6351.
9. Análise do comportamento da espuma sintática sob deformação compressiva.

Figura 13 - Esquema geral dos experimentos realizados no atual trabalho.



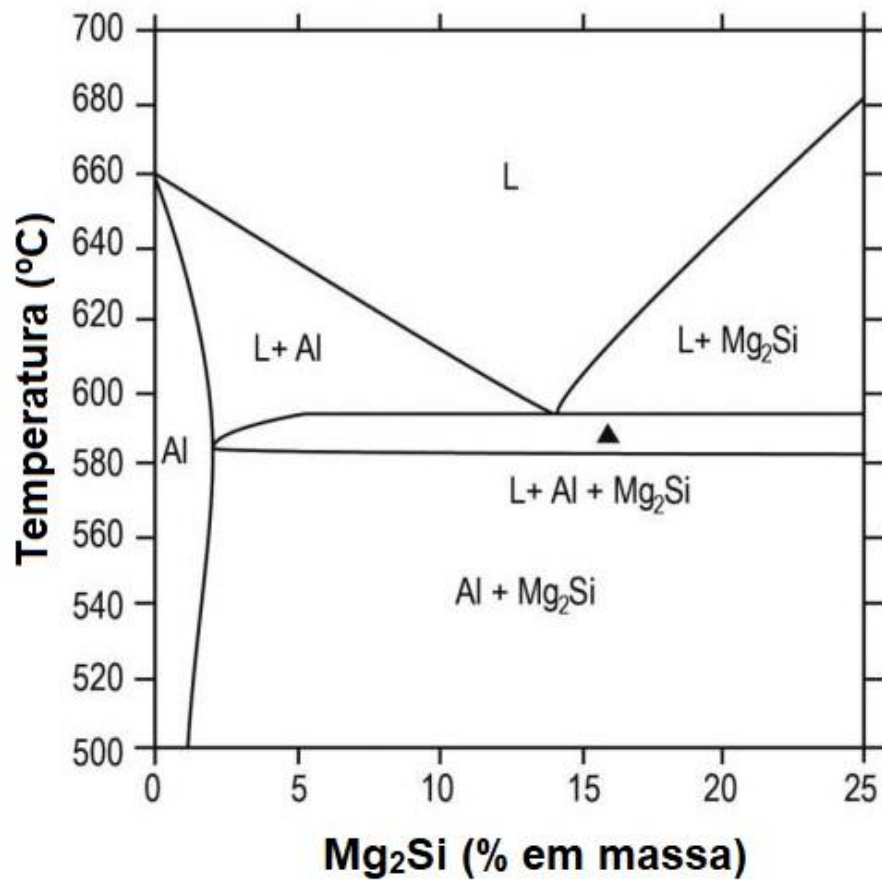
Fonte: Autoria Própria.

3.1 A liga utilizada

A liga utilizada como matriz metálica foi uma liga comercial AA6351 T6, adquirida na forma de tarugos de 45 mm de diâmetro da empresa Alcoa, identificada segundo o *ASM Metals Handbook* (1991) como AlSi1Mg0.5Mn.

A liga de alumínio AA6351 é uma liga endurecível por precipitação coerente do sistema Al-Si-Mg, contendo no total cerca de 2,5% em massa de soluto. Além de Si (0,7 a 1,3%), Mg (0,4 a 0,8%) e Mn (0,4 a 0,8 %), essa liga apresenta frequentemente em sua composição química Fe (máx. 0,5%). O sistema Al-Mg-Si é em geral representado na forma do sistema pseudo binário Al-Mg₂Si (JINAN, WEI e SANTOS, 2017), conforme Figura 14.

Figura 14 - Sistema pseudo binário do sistema Al-Mg-Si.



Fonte: Adaptado de Zhu (2011).

A escolha da liga levou em conta os fatores:

- A liga apresenta um intervalo de temperaturas entre as linhas *solidus* e *liquidus* da ordem de 100°C, indicando potencial tixohabilidade.
- É de ampla utilização comercial, utilizada para construção de estruturas, carrocerias e embarcações.
- É suscetível a tratamentos de solubilização e envelhecimento, permitindo a melhoria de suas propriedades mecânicas.

3.1.1 Composição química da liga utilizada

A liga de trabalho teve sua composição química determinada por espectrometria de emissão atômica, cuja análise foi realizada no laboratório de materiais da UTFPR-CP, conforme Tabela 2.

Tabela 2 - Composição química da liga AL6351 utilizada no trabalho e obtida por expectometria de emissão atômica por plasma acoplado indutivamente no laboratório de materiais do câmpus da UTFPR em Cornélio Procópio.

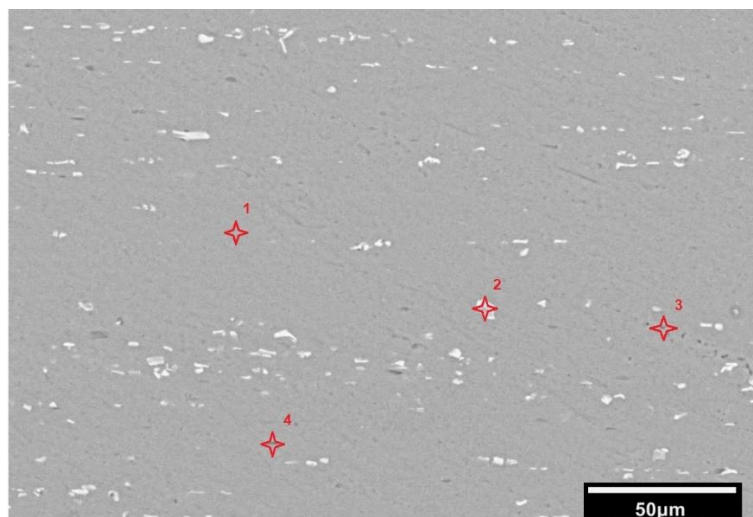
Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Al
% em peso	1.354	0.358	0.063	0.466	0.446	0.032	0.0088	0.042	0.024	Balanço

Fonte: Autoria própria.

3.1.2 Microestrutura

Pode-se observar microestrutura típica de um material fortemente deformado como resultado da laminação do material, com partículas de segunda fase orientadas em uma mesma direção.

Figura 15 - MEV da liga AA6351 apresentando quatro pontos onde foram realizadas análises pontuais de EDS.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 3 - Porcentagem em massa dos elementos químicos provenientes da análise de EDS da liga AA6351. Os pontos 3 e 4 são referentes a fases mais escuras.

Pontos	Fe	O	Mg	Al	Si	Mn	Cu
1	0.12	4.05	0.79	93.33	1.27	0.41	0.03
2	11.35	2.22	0.52	74.61	5.7	5.52	0.08
3	0.35	6.08	13.03	69.06	11.02	0.4	0.05
4	0.63	5.32	7.55	74.49	10.94	0.98	0.09

Fonte: Autoria própria.

Os resultados de EDS da Tabela 3 apresentam a composição química das quatro análises pontuais grifadas na Figura 15 e mostram que a microestrutura da liga AA6351 é composta por diversas partículas de fases intermetálicas refinadas.

3.1.3 Propriedade mecânica

A liga de alumínio AA6351 T6 de acordo com o catálogo do Perfis *Standard* ALCOA possui boa resistência a corrosão e boa conformabilidade, sendo tipicamente aplicada em estruturas, carrocerias e embarcações. Apresenta também um limite de resistência a tração de 290 MPa e um limite de escoamento de 255 MPa.

Já segundo o *ASM Metals Handbook* (1991) possui um limite de resistência a tração de 310 MPa, limite de escoamento de 285 MPa, dureza 95 HB, e módulo de elasticidade de 69 GPa.

3.1.4 Análise da tixohabilidade da liga AA6351

O estudo da tixohabilidade de uma liga metálica é de suma importância para seu possível processamento no estado semissólido, isto é, a capacidade de se controlar a relação entre frações líquida e sólida durante o seu processamento. Essa propriedade está relacionada ao intervalo de solidificação da liga e da sensibilidade da fração líquida em função a temperatura.

No trabalho foram utilizadas duas distintas técnicas para a determinação destes parâmetros para a liga AA6351:

- Simulação de cálculos termodinâmicos via *software* comercial Thermo-Calc utilizando os dados de composição química da liga encontrados pela espectrometria de emissão atômica e o banco de dados TTAL5.
- Análise térmica por calorimetria exploratória diferencial (CED) a uma taxa de 5 °C/min e amostras com 100 g de massa. Para tanto, foi utilizado um equipamento da marca NETZCH modelo STA 409 com controlador modelo TASH 414/x acoplado a placa analógica digital modelo IEEE 488.

Os valores encontrados para os pontos $T_{solidus}$ e $T_{liquidus}$ através das duas técnicas e comparados ao *Metals Handbook* (1991) podem ser observados na Tabela 4.

Tabela 4 - Comparação dos valores das temperaturas $T_{solidus}$ e $T_{liquidus}$ da simulação termodinâmica via software Thermo-Calc, CED e referência bibliográfica.

Técnica	Metals Handbook	Thermo-Calc	CED
$T_{solidus}$ (°C)	555	556	555
$T_{liquidus}$ (°C)	650	649	655

Fonte: Autoria própria.

3.2 Balões cerâmicos

Os balões utilizados no estudo são oriundos do produto AW-420 da empresa “Só Esferas Comércio de Esferas LTDA”.

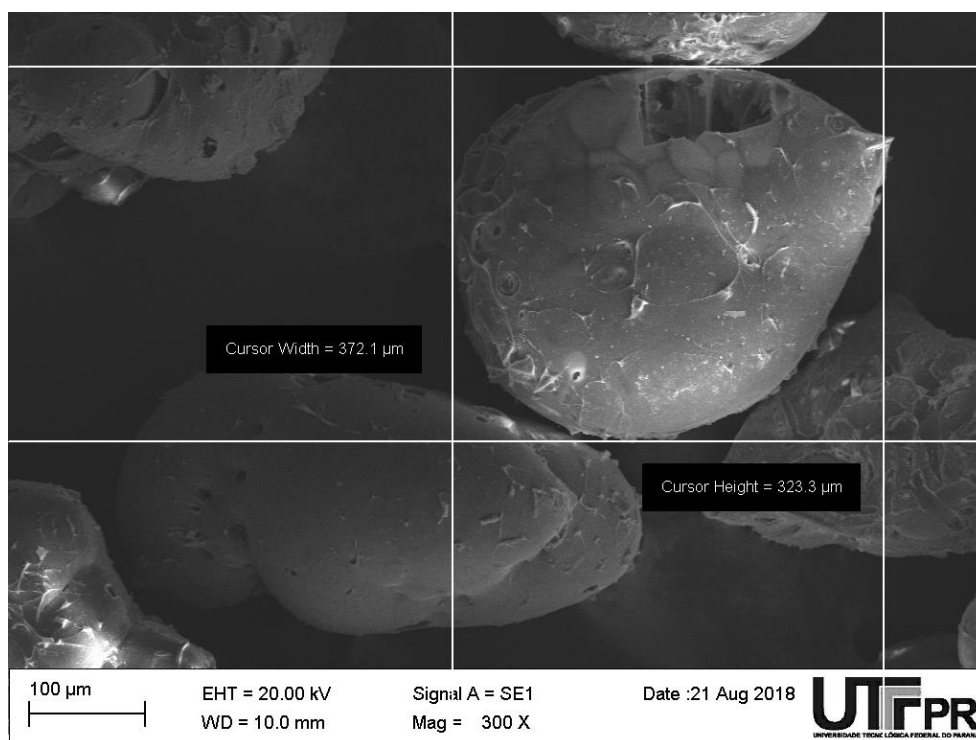
3.2.1 Composição química

Segundo dados do fabricante, o produto AW-420 é composto basicamente por óxidos, especificamente SiO (50-60%), Al₂O₃ (20-40%), Fe₂O₃ (0,5-5%), K₂O (1-4%), CaO (0,5-3,5%), MgO (0,9-2%) e TiO (1-3%).

3.2.2 Análise das dimensões dos balões e morfologia

Os balões *Fly Ash* foram separados por peneiramento mecânico em três malhas (100, 60 e 48). As diferentes porções adquiridas foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura (MEV), quanto à qualidade e dimensões A (comprimento do balão) e B (diâmetro) dos balões e espessura de suas paredes externas.

Figura 16 - Medição das dimensões A (371,1µm) e B (323,3µm) de um balão *Fly Ash* da malha 60 através do MEV.

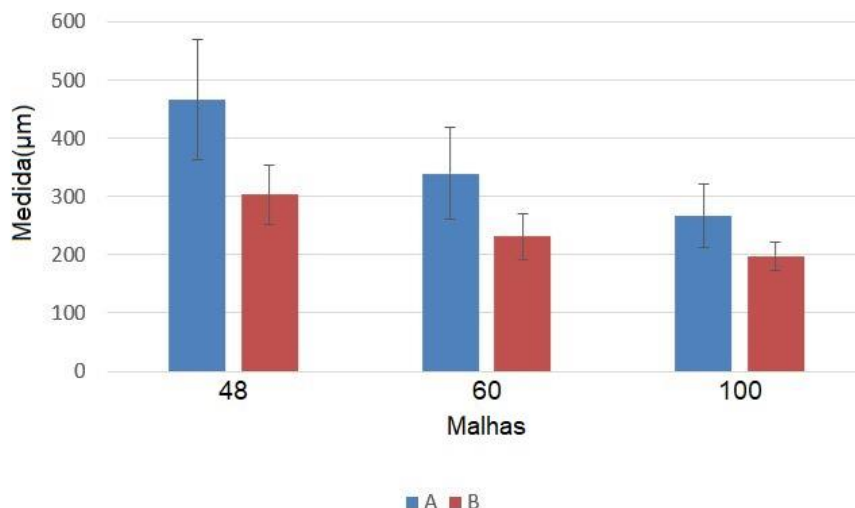


Fonte: Autoria própria.

A Figura 16 exemplifica o procedimento de medição das dimensões dos balões, demonstrando um balão da malha 60 com poucos defeitos estruturais. Além disso,

para cada dimensão estudada foram realizadas 40 medições, em cada malha, e seus resultados podem ser avaliados na Figura 17.

Figura 17 - Gráfico de barras com desvio padrão das medidas de comprimento A e diâmetro B dos balões das malhas 48, 60 e 100.



Fonte: Autoria própria.

3.3 Produção da espuma

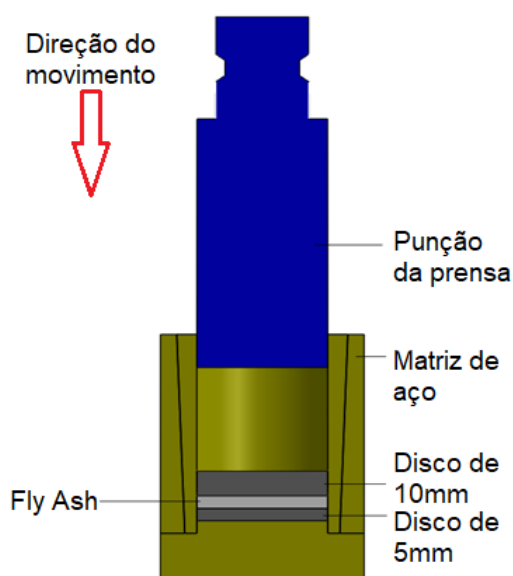
Para a produção da espuma por tixoinfiltração da liga de alumínio em balões vidro/cerâmicos *Fly Ash*, foi utilizada uma matriz de aço SAE1020 com diâmetro de 45 mm, revestida com uma pasta cerâmica a base de alumina. Nessa matriz foram posicionados dois discos da liga de alumínio AA6351 (disco superior com 10 mm de espessura e disco inferior com 5 mm de espessura), e 5% em massa de balões *Fly Ash* com relação a porção de alumínio do disco superior, conforme diagrama esquemático da Figura 18.

O conjunto foi levado ao forno em temperatura ambiente e aquecido até 550 °C à uma taxa de 5 °C/min, que foi mantida constante durante 1,5 horas para homogeneização da temperatura em todo o conjunto. Após esse tempo, com uma taxa de aquecimento de 5 °C/min a temperatura foi elevada até 645 °C (+/-2°C) que corresponde a uma fração líquida entre 75% e 85%, mantida por 60 s, e então todo

conjunto foi levado a uma prensa hidráulica para a infiltração do alumínio nos balões cerâmicos conforme diagrama esquemático da Figura 18. A tensão máxima gerada pela prensa para a infiltração foi de 3,25 MPa.

A prensa hidráulica utilizada foi da marca FAREX, com capacidade máxima de carga de 300 KN indicada por manômetro, e precisão de 5×10^{-3} Pa; velocidade de avanço do punção de 2,5 mm/s. Para o controle do processo foi utilizado um termopar do tipo K em contato com o disco superior de alumínio enquanto no interior do forno, e uma célula de carga modelo W fabricada pela ALFA instrumentos, no punção da prensa hidráulica durante a infiltração uniaxial.

Figura 18 - Diagrama esquemático do processo de tixoinfiltração da liga de alumínio AA6351 no estado semissólido nos balões cerâmicos Fly Ash através de prensa hidráulica.



Fonte: Autoria própria.

Foram produzidas amostras com diferentes camadas de espuma. As espessuras de material celular apresentaram camadas de 3, 7,5 e 5,5 mm de espessura nos painéis com balões das malhas 100, 60 e 48 respectivamente. Essas amostras foram usinadas e separadas para que fossem realizadas as análises posteriores.

3.4 Produtos Obtidos

Os produtos obtidos passaram por inspeção visual e os que apresentaram sucesso foram caracterizados quanto à morfologia, arquitetura dos poros, aspectos metalúrgicos e propriedades mecânicas.

3.4.1 Caracterização metalúrgica

A preparação das amostras para análises metalúrgicas consistiu no corte e embutimento das mesmas em baquelite, lixadas através de lixas de carbeto de silício (SiC) nas granas 200, 400, 600, 800, 1200 e 1500, utilizando água como lubrificante. Posteriormente ao lixamento, as amostras foram polidas com pasta de alumina com granulometria de 6 μm e com pasta de diamante com granulometria de 1 μm para o acabamento, sendo lubrificadas com álcool etílico. Para revelar os contornos de grão, as superfícies foram imersas por 60 s em uma variante do reagente químico Kroll (3% HF, 6% HNO₃ e 91 %H₂O), seguidas de um leve polimento com detergente em um pano de polimento de 0,5 μm , por fim, elas foram submetidas a um ultrassom por 30 s para limpeza.

As análises de MEV foram realizadas em um microscópio eletrônico da marca JEOL, modelo JSM-6010LA, e as microscopias ópticas em um microscópio óptico NEOPHOT 55.

3.4.2 Caracterização de arquitetura dos poros

A determinação do comportamento do processo de fabricação de espumas sintáticas consiste na avaliação de características estruturais do produto, como a distribuição dos balões na matriz metálica e a espessura das paredes que os dividem. Logo, as amostras obtidas passaram inicialmente por inspeções visuais para verificação da total infiltração da liga metálica na pré-forma de balões, sendo

posteriormente avaliada através de análises de microtomografia computadorizada de raios-x, e técnicas de microscopia eletrônica de varredura e ópticas.

Para constatações referentes à distribuição de balões na matriz, medida das paredes metálicas que os separam e avaliação de defeitos de infiltração foram realizadas análises de microtomografia de raios-x computadorizada. As imagens foram geradas pela rotação de 360° de amostras cúbicas com aresta de 10 mm, com um passo de rotação de 0,6° entre cada frame e exposição de 1158 ms. O relatório foi gerado pelo *software* CTAn no Laboratório Nacional de Nanotecnologia do CNPEM.

Quando se diz respeito à caracterização de espumas sintáticas, a avaliação da integridade dos balões após processamento e seu ancoramento mecânico na matriz metálica, ou seja, avaliar seu total envolvimento pela matriz metálica se fazem necessárias. Pois, tais questões influenciam nas características mecânicas das AMSFs por influenciarem na transferência de carga da matriz metálica para os balões.

3.4.3 Análise de propriedade mecânicas

As amostras embutidas, lixadas e polidas, com balões das malhas 100, 60 e 48, foram submetidas a ensaios de dureza Vickers por microendentação, com uma carga de 100 g durante 3 s. Procedimento esse repetido para as amostras da liga de alumínio AA6351 T6.

Amostras na forma de painéis sanduíche com espumas sintáticas, com balões das malhas 100, 60 e 48, também foram submetidas a ensaios de compressão quase-estático uniaxial em uma máquina universal de ensaios com uma taxa de avanço contínua de 5 mm/min. Nesse sentido, as amostras foram usinadas em formato de paralelepípedo com medidas médias descritas na Tabela 5, estando as camadas das AMSFs das malhas 100 e 48 entre dois discos sólidos da liga de alumínio na amostra, e a da malha 60 estando na porção inferior da amostra

Além disso, foram utilizadas superfícies metálicas planas para o contato com a amostra durante os ensaios de compressão, de forma que a força aplicada fosse

distribuída sobre toda a área da secção transversal de cada amostra. Assim, as laterais ficaram livres permitindo a expansão lateral da amostra.

Tabela 5 - Descrição das dimensões de altura (h) e arestas da base (w, t) e espessura da camada de espuma, com tolerâncias nominais de 0,05 mm, das amostras de painel sanduíche submetidas aos ensaios de compressão quase-estática.

Malha	Número de amostras	h x w x t(mm)	Espessura da espuma(mm)
100	2	13 x 10 x 10	3,5
60	5	14 x 9 x 9	7,5
48	2	14 x 9 x 9	5,5

Fonte: Autoria própria.

3.5 Análise do comportamento sob deformação compressiva das AMSFs

Para a caracterização do comportamento sob deformação compressiva os ensaios foram monitorados utilizando uma técnica de correlação de imagens via *software* GOM Correlate. Através da captura de imagens da superfície da amostra em um intervalo de tempo (5 s), o *software* analisou a movimentação relativa de pontos aleatórios marcados sobre a superfície avaliada, indicando as deformações localizadas.

Após a realização dos ensaios de compressão, as amostras foram submetidas a análises de MEV e microtomografia de raios-x para que fossem entendidos os mecanismos de colapso das paredes metálicas e balões *Fly Ash*.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão discutidos os resultados das análises de espectrometria e termodinâmicas da liga de alumínio AA6351 para a determinação da tixohabilidade, morfologia dos balões *Fly Ash* e das AMSFs através das análises de microtomografia computadorizada de raios-x, microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura. Também serão abordados os resultados obtidos nas análises de propriedades mecânicas resultantes das análises dos ensaios de dureza Vickers por microindentação e de compressão quase-estático.

4.1 Estudo da Tixohabilidade

A partir dos resultados da espectrometria, foi verificado que a liga utilizada no trabalho atendeu as especificações consideradas pela ISO R209 e pela *Aluminum Association* para a liga AA6351. Os valores podem ser observados, em sua composição química, conforme Tabela 6.

Tabela 6-Composição química, em porcentagem de massa, da liga AA6351 utilizada no trabalho e obtida por espectrometria de emissão atômica por plasma acoplado indutivamente no laboratório de materiais do câmpus da UTFPR em Cornélio Procópio comparada a composição da mesma liga referenciada na norma ISO R 209.

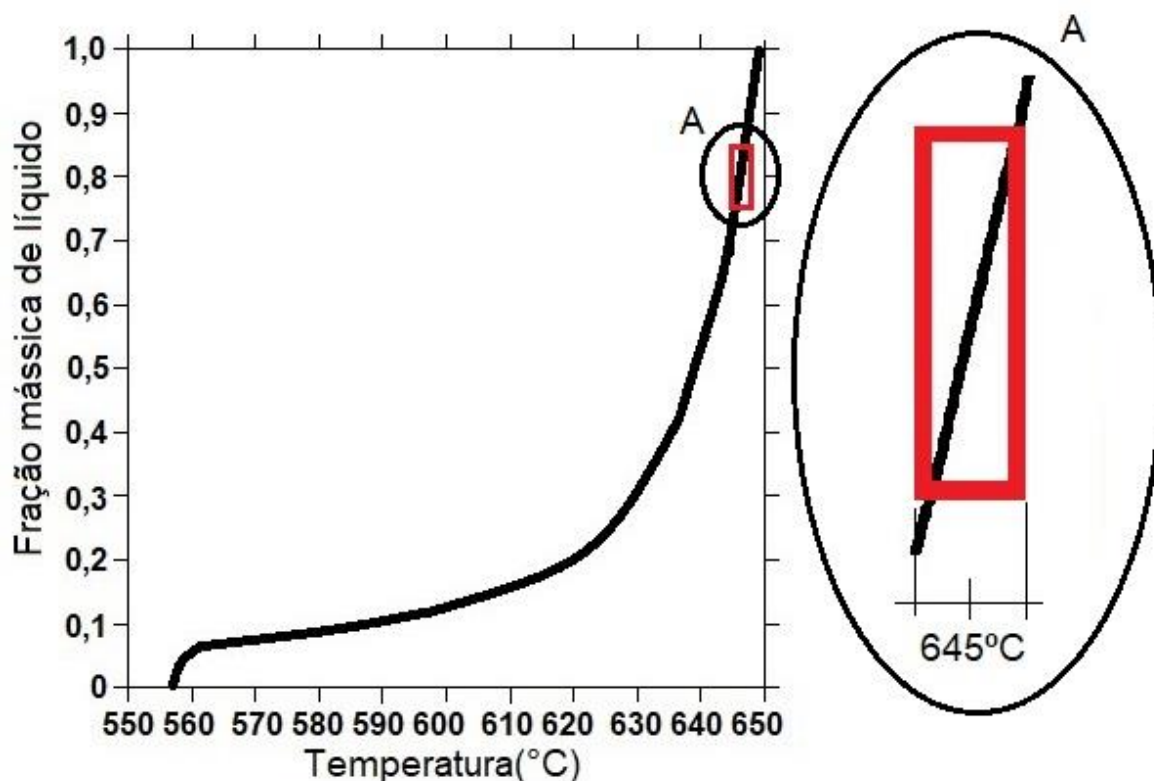
Elemento	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ni	Zn	Ti	Al
Liga estudada	1.354	0.358	0.063	0.466	0.446	0.032	0.0088	0.042	0.024	Bal.
ISO R 209	0.7-1.3	0-0.5	0-0.1	0.4-0.8	0.4-0.8	-	-	0-0.2	0-0.2	Bal.

Fonte: Autoria própria.

O entendimento da tixohabilidade da liga é importante, devido ao fato de que fatores como intervalo de transformação de sólido em líquido e evolução da fração mássica de líquido versus a temperatura determinarem parâmetros importantes do

processo. Uma vez que esses parâmetros resultam no sucesso ou fracasso da síntese do produto final, que serão discutidos mais adiante.

Figura 19 - Curva de evolução da fração mássica de líquido versus Temperatura da liga AA6351 com base na simulação termodinâmica via software Thermo-Calc.



Fonte: Autoria própria.

Com base na curva de evolução da fração mássica de líquido versus temperatura (Figura 19, gerada pelo *software* Thermo-Calc), pode ser constatado valores de 556 °C ($T_{solidus}$) e 649 °C ($T_{liquidus}$), sendo a janela de trabalho, obtida via *software*, destacada pelo retângulo em vermelho. Tais resultados são muito próximos aos fornecidos pelo *Metals Handbook vol. 2 (1991)*, que os indica como sendo 555 °C ($T_{solidus}$) e 650 °C ($T_{liquidus}$).

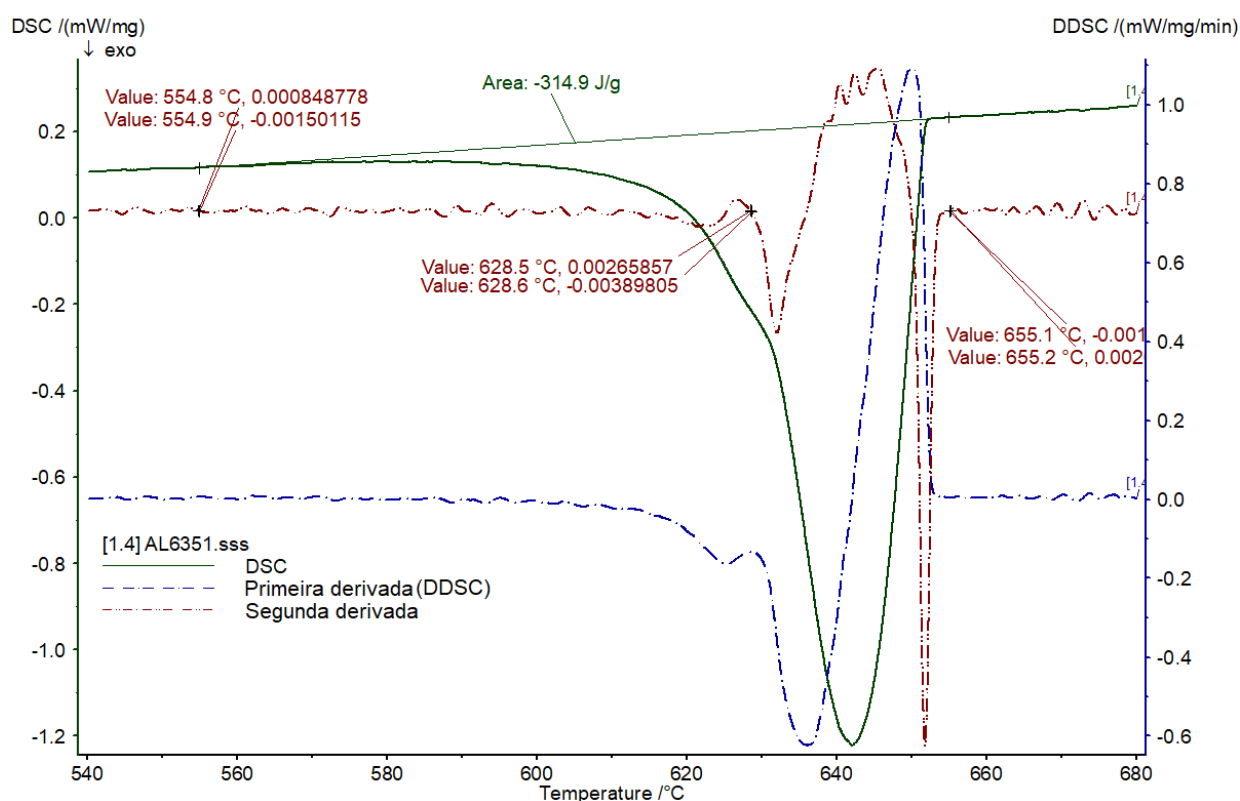
Como alternativa à simulação termodinâmica via *software* e aos dados bibliográficos, o ensaio de CED foi realizado. Assim, dado que no resfriamento a leitura se mostra mais precisa devido ao maior contato da liga líquida com o cadinho do equipamento, a curva Energia versus Temperatura, referente a esse momento do experimento foi escolhida para ser investigada, sendo plotada a partir dos dados adquiridos no ensaio CED e com o auxílio do *software* Proteus®-NETZSCH.

Portanto, para que se encontre o intervalo de transformação de sólido para líquido foram observados o primeiro e último pontos de inflexão da segunda derivada (curva vermelha) da curva Energia versus Temperatura (curva verde escuro), pois tais pontos de inflexão não foram observados na curva da primeira derivada (curva azul), conforme mostrado na Figura 20.

Os valores de temperatura e taxa de variação da energia referentes aos pontos de inflexão encontrados foram:

- $T_{solidus}$: 554,8 °C; 0,00084 mW/mg/min.
554,9 °C; -0,00150 mW/mg/min.
- $T_{liquidus}$: 655,1 °C; -0,00104 mW/mg/min.
655,2 °C; 0,00260 mW/mg/min.
- $T_{eutético}$: 628,5 °C; 0,00265 mW/mg/min.
628,6 °C; -0,00389 mW/mg/min.

Figura 20 - Análise das temperaturas $T_{solidus}$ (554,8°C), $T_{liquidus}$ (655,1°C) e ponto eutético (628,5°C) através dos pontos de inflexão da segunda derivada da curva de Energia/Temperatura proveniente do ensaio de CED no resfriamento da liga AA6351.

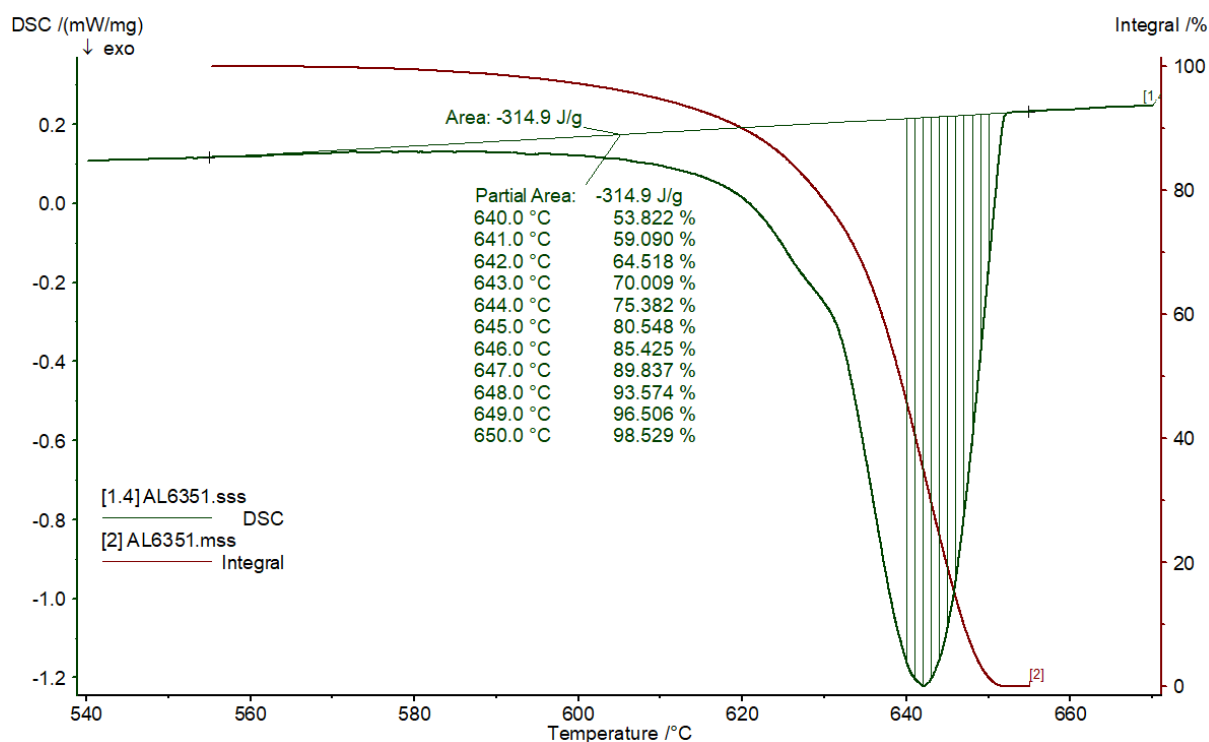


Fonte: Autoria própria.

Comparando os resultados das duas técnicas pode ser constatado uma diferença de 5 °C referente as temperaturas $T_{liquidus}$, podendo representar variações significativas de frações mássicas de líquido da liga.

Foram também investigadas valores de frações sólido/líquido através de integrais parciais da curva Energia versus Temperatura no intervalo de 640°C até 650°C, conforme mostrado na Figura 21. Na mesma figura também pode ser observada a curva em vermelho que representa a diminuição da fração mássica de fase sólida na temperatura correspondente. É importante salientar que os valores de energia foram obtidos. Para a completa transformação de uma grama da liga AA6351 para a fase líquida, foram necessários 314,9 J. Esse valor foi encontrado pelo cálculo da área entre a curva de resfriamento e uma reta basal ligando os pontos primeiro e último de inflexão, conforme exibido por ambas Figura 20 e Figura 21.

Figura 21 - Análise das frações líquidas através da integral da curva de Energia/Temperatura proveniente do ensaio de CED no resfriamento da liga AA6351 entre as temperaturas 640°C e 650°C.



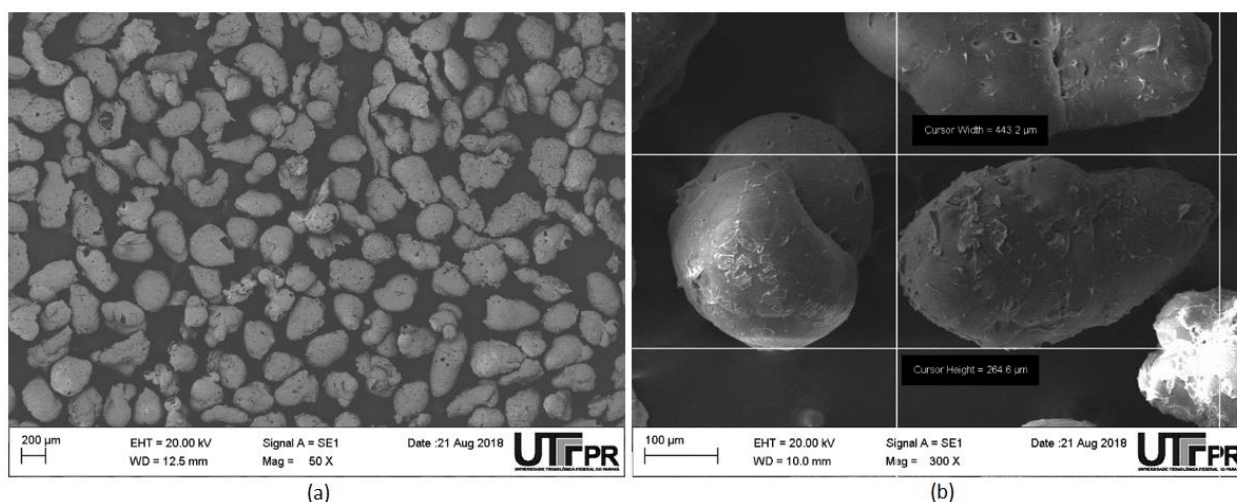
Fonte: Autoria própria.

Durante os testes de precursores, foi avaliado que não seria possível realizar a tixoinfiltração com frações líquidas menores que 75%. Por conseguinte, foi escolhida como janela de temperatura de trabalho frações entre 75% e 85%.

4.2 Balões vidro/cerâmicos *Fly Ash*

O estudo da morfologia dos balões *Fly Ash* teve caráter qualitativo e quantitativo, tendo como foco a identificação dos padrões estruturais e dimensionais das diferentes malhas utilizadas na pesquisa através de microscopia eletrônica de varredura. Desse modo, foram realizadas quarenta medições de comprimento e diâmetro de balões das malhas 100, 60 e 48 com as médias expostas na Tabela 7.

Figura 22 - Micrografia eletrônica de (a) balões *Fly Ash* da malha 60 e (b) exemplo de medição de um único balão *Fly Ash* da malha 60 com diâmetro máximo de 264,6 μm e comprimento de 443,2 μm .



Fonte: Autoria própria.

Conforme Figura 22(a) alguns dos balões *Fly Ash* tendem a ter formato elipsoide, mas em sua maioria são muito irregulares em todas as malhas analisadas. A Figura 22(b) demonstra a maneira pela qual os balões foram medidos com relação ao comprimento A e diâmetro B.

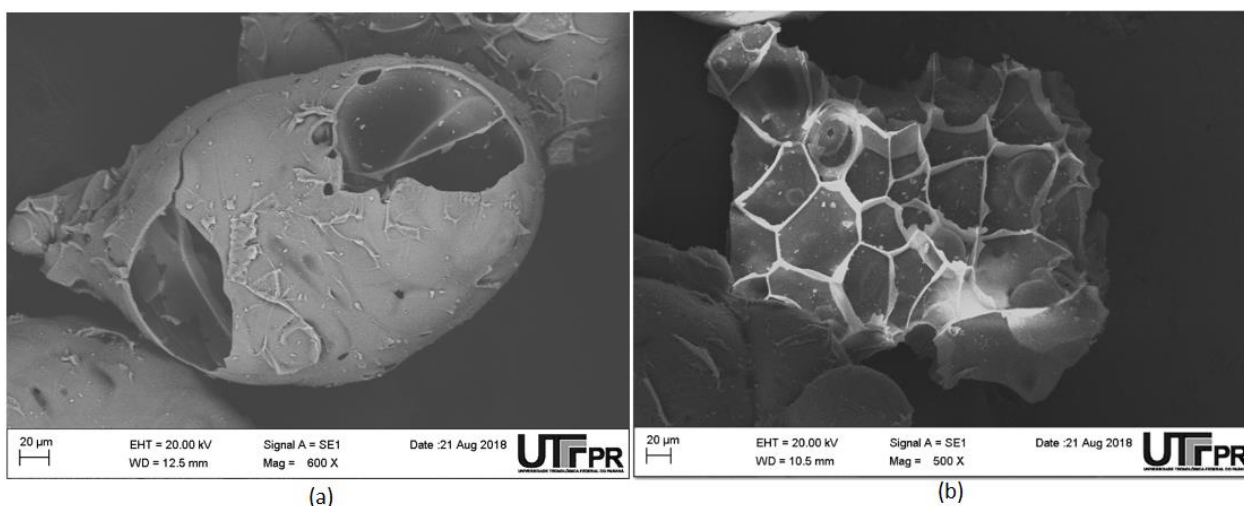
Tabela 7 – Média em micrômetros das medidas de comprimento A, diâmetro B e espessura de parede externa dos balões das malhas 100, 60 e 48 obtidas através de medições realizadas por MEV.

Malha	A (μm)	B (μm)	Espessura de paredes externas (μm)
48	466,68 \pm 103,40	303,65 \pm 50,88	2,62 \pm 0,67
60	340,16 \pm 79,28	231,24 \pm 39,55	2,35 \pm 0,21
100	266,18 \pm 54,75	197,74 \pm 29,67	2,29 \pm 0,38

Fonte: Autoria própria.

Mesmo que apresentem tais irregularidades de formato, foram identificados em todas as faixas dimensionais analisadas a formação de estruturas internas como podem ser vistas nas Figura 23 e Figura 24. Ainda, na Figura 24(b) um exemplo de balão da malha 250, que mesmo possuindo um diâmetro médio menor que 100 μm , mantém uma dimensão de espessura de parede externa de 2,15 μm . Portanto, a estrutura interna relativamente complexa é uma característica do tipo de *Fly Ash* utilizada no trabalho e essa estrutura se assemelha às estruturas produzidas por abelhas em suas colmeias.

Figura 23 - Micrografia eletrônica de varredura de (a) um micro balão *Fly Ash* malha 60 e (b) detalhe interno da parede de outro balão da mesma malha 60 revelando tendência à formação de estrutura de favo de mel.

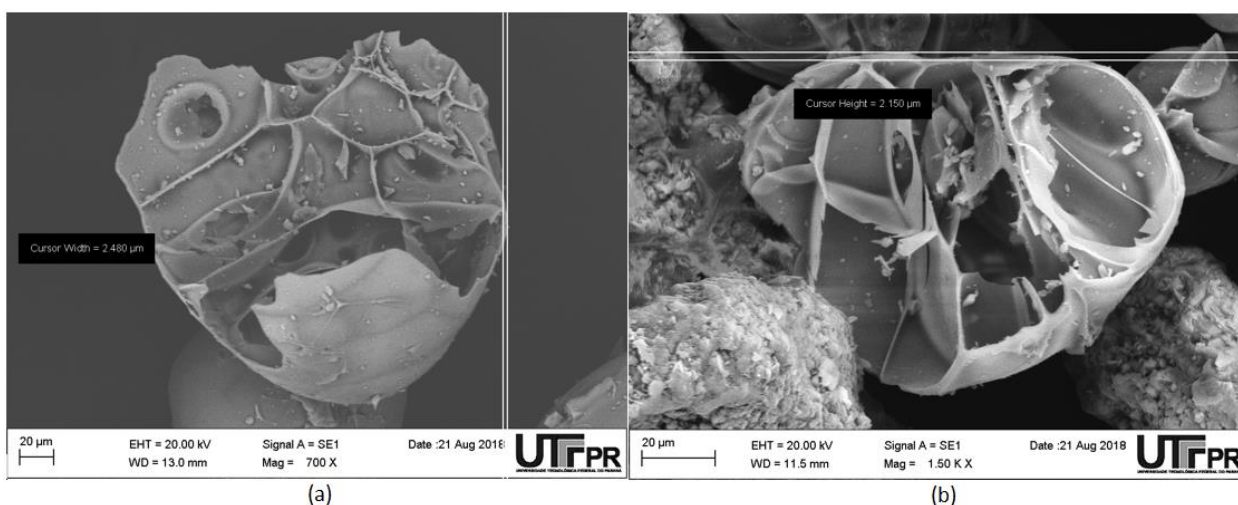


Fonte: Autoria própria.

Essas estruturas internas podem gerar câmaras isoladas umas das outras no interior dos balões. Muitos balões apresentam falhas nas paredes externas, sendo

elas geradas pelo manuseio ou pelo próprio processo de tixoinfiltração, permitindo a presença da liga de alumínio líquida no interior dessas câmaras. Entretanto, por estarem isoladas umas das outras, fica garantida, ainda assim, a porosidade da espuma sintática. O que não ocorre em metais celulares dessa natureza estudados até o momento.

Figura 24 - Micrografia eletrônica de varredura de balões *Fly Ash* das malhas (a) 100 com medição de espessura da parede externa de 2,48 μm e (b) 250 com medição de espessura de parede externa de 2,15 μm . Ambas apresentam tendência de estrutura interna de favos de mel.



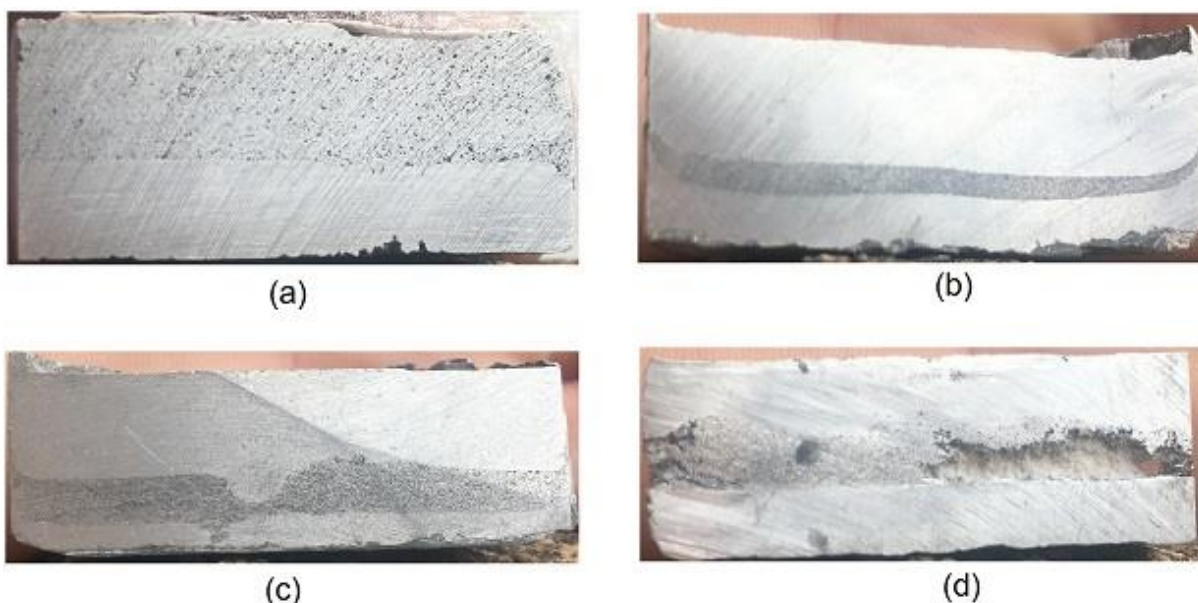
Fonte: Autoria própria.

Foi verificada que a espessura média de parede dos balões se relaciona com seu diâmetro médio. Dessa forma espera-se que os balões de menores diâmetros sejam mais resistentes a esforços compressivos, uma vez que apresentam maiores valores da relação espessura de parede/diâmetro externo. Em contrapartida, também se espera que maiores esforços sejam requeridos no processo de tixoinfiltração, pois na cama de balões soltos existirão menores lacunas entre um balão e outro para a infiltração da liga de alumínio.

4.3 Aspecto geral dos produtos

Durante os testes de precursores, houve insucessos até que o equipamento foi ajustado e calibrado na janela de trabalho (75%-85% de fração líquida) e força de infiltração(1-5KN). Alguns exemplos estão representados na Figura 25.

Figura 25 – Exemplos de precursores gerados durante ajustes no processo de fabricação e equipamentos.



Fonte: Autoria própria.

Os parâmetros do processo de tixoinfiltração apresentaram sua melhor configuração no resultado atingido no precursor da Figura 25a, que apresenta total infiltração da liga fundida na pré-forma de balões *Fly Ash*, mantendo uma homogênea camada de espuma e balões íntegros. Esse ajuste corrigiu o excesso de força de infiltração e baixa fração líquida, cuja espuma se restringiu a uma fina camada, visto na Figura 25b. Corrigiu também, o excesso de força de infiltração (20 KN) empregado com maiores frações líquidas, que apresentou como resultado uma camada de espuma distorcida e não homogênea, conforme Figura 25c. Desse modo, nota-se que a insuficiência de força de infiltração também pode levar ao fracasso do processo, não sendo possível a infiltração da liga semissólida na pré-forma, como no caso da Figura 25d.

4.3.1 Microscopia óptica

A fim de analisar a microestrutura das AMSFs a microscopia óptica foi realizada. Nesse sentido, foram avaliados os contornos de grão, bem como a estrutura formada por eles, inclusões intermetálicas, impurezas e defeitos de infiltração. Essa técnica também permitiu a identificação preliminar da interface dos balões *Fly Ash* com as paredes metálicas, revelando a constância da liga em relação ao total envolvimento dos balões.

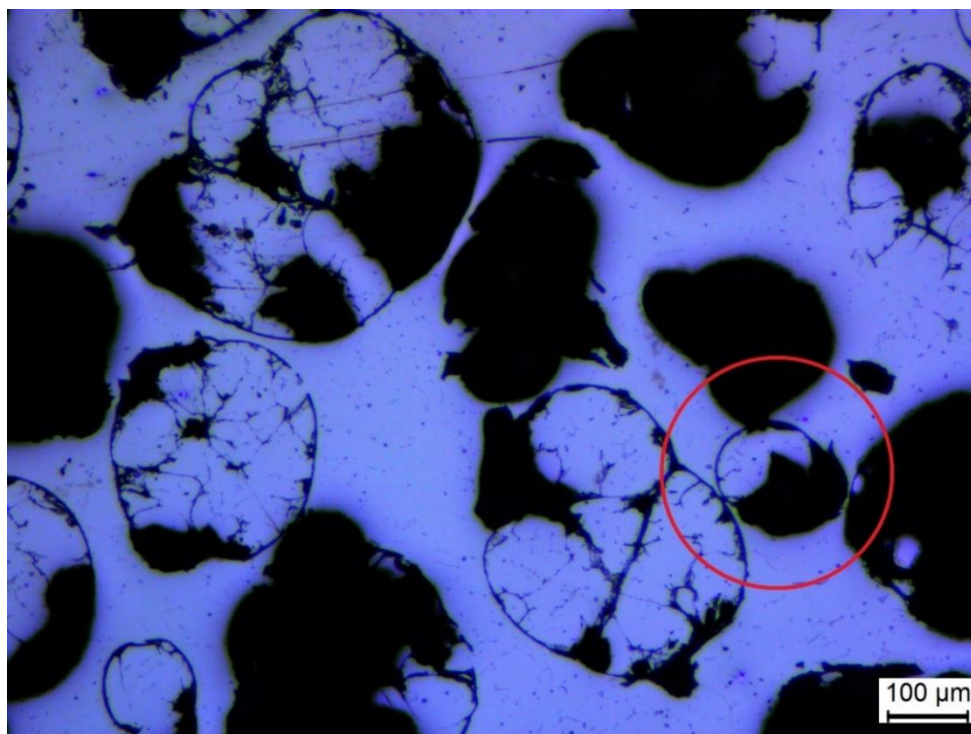
Cabe ressaltar, que as ligas de alumínio processadas no estado semissólido apresentam microestruturas características devido ao fenômeno de separação dos ramos dendríticos secundários do ramo principal, que sustentam a formação de estruturas globulares ou rosetadas provenientes de frações que permanecem no estado sólido durante o processo. Além disso, como resultado da fração líquida, estruturas dendríticas, celulares ou equiaxiais também são geradas a depender do fenômeno de solidificação, composição da liga e parâmetros de processamento.

Com base nessas afirmações, a microscopia óptica foi realizada após lixamento e polimento convencionais, seguidas de um ataque químico utilizando o reagente Kroll conforme citado no capítulo 3, a fim de identificar a formação dessas estruturas características e como elas se distribuem na AMSF produzida. Também foram analisadas a influência dos balões *Fly Ash* como refinadores de grão, e a molhabilidade da liga na superfície dos balões.

Conforme discutido anteriormente no item 4.2, foram observados vários balões parcialmente infiltrados, como está evidente na Figura 26. Também, na mesma figura, é possível visualizar na região delimitada pelo círculo a boa molhabilidade da liga nas superfícies dos balões caracterizada pela frequente presença de parede metálica separando os balões mesmo quando muito próximos.

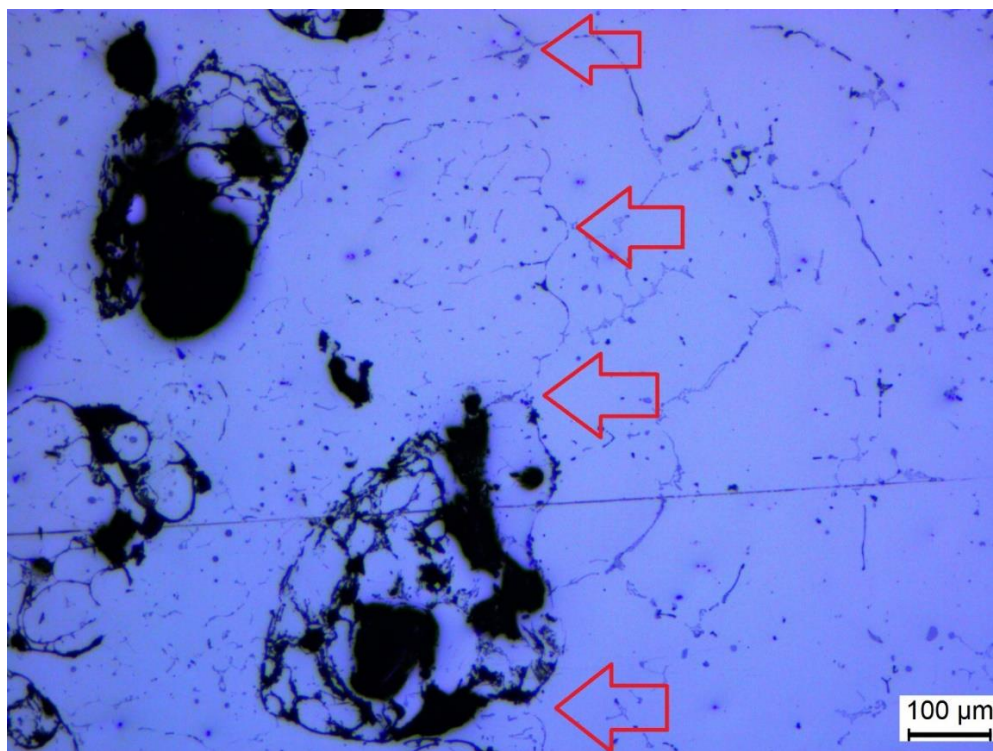
Indicada pelas setas, tal região na Figura 27 pode ser considerada como uma fronteira transitória de uma microestrutura globular para uma estrutura dendrítica mais refinada, que é característica ao longo de toda espuma sintática com balões da malha 48. Uma explicação para a ocorrência desse evento diz respeito ao fato de que as dimensões dos glóbulos são visivelmente maiores que os espaçamentos entre os balões, permitindo apenas a infiltração da fase líquida.

Figura 26 - Micrografia óptica da espuma com balões *Fly Ash* da malha 48. Podemos observar balões parcialmente infiltrados e boa molhabilidade.



Fonte: Autoria própria.

Figura 27 - Micrografia óptica da espuma com balões *Fly Ash* da malha 48 onde é possível observar mudanças na microestrutura na interface entre a espuma e matriz sólida.



Fonte: Autoria própria.

Figura 28 - Micrografia óptica da espuma com balões *Fly Ash* da malha 60 mostrando a interface da espuma com o disco inferior da liga AA6351.

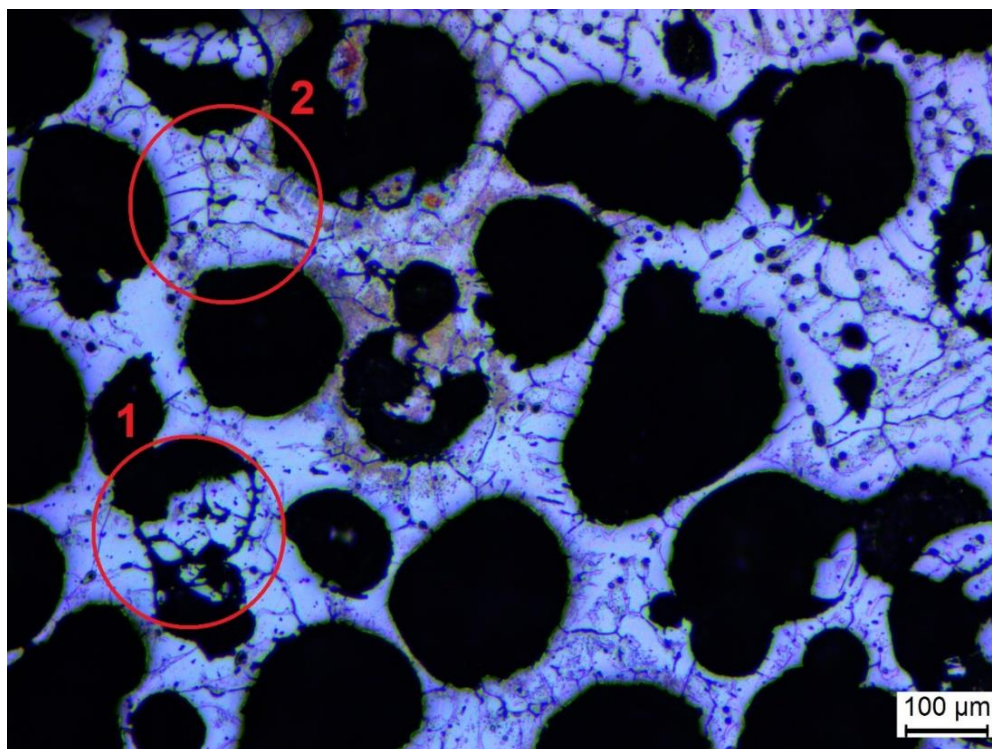


Fonte: Autoria própria.

Sendo submetido ao mesmo processo para a revelação da microestrutura, o material produzido a partir da infiltração da liga nos balões da malha 60 (Figura 28, Figura 29, Figura 30 e Figura 31) apresentou algumas características diferentes das discutidas acima.

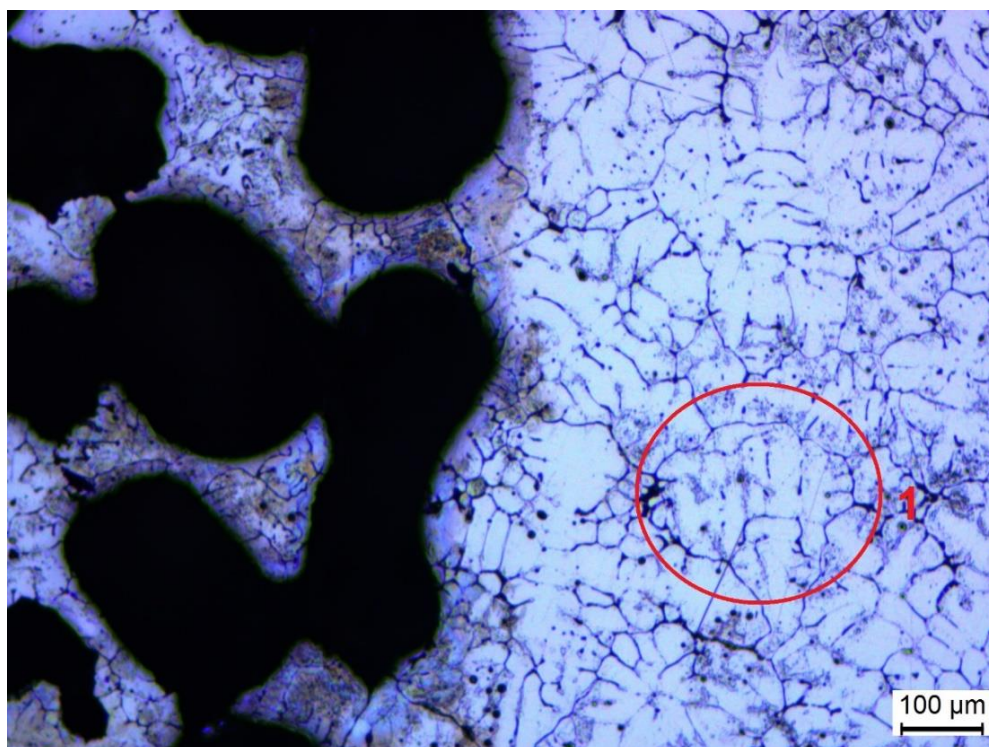
Com relação ao disco de alumínio posicionado, a priori, na parte inferior do molde, uma microestrutura predominantemente dendrítica e refinada foi observada (Figura 28). Em vista disso, constatando que a parede dos balões exercem a função de nucleadores de grão é possível observar o crescimento concorrente de células regulares a partir da parede de um balão, de forma similar às paredes do molde (Figura 28, no círculo 2). O mesmo evento está elucidado no círculo 2 da Figura 29, em que as células tiveram seu crescimento interrompido pelo encontro das diferentes frentes de solidificação. Por fim, é possível afirmar que com similaridade à espuma sintática com balões de malha 48, a de malha 60 apresentou boa molhabilidade e infiltração parcial de balões, representadas pelos círculos 1 das Figura 28 e Figura 29.

Figura 29 - Micrografia óptica da espuma com balões *Fly Ash* da malha 60. Região central da espuma.



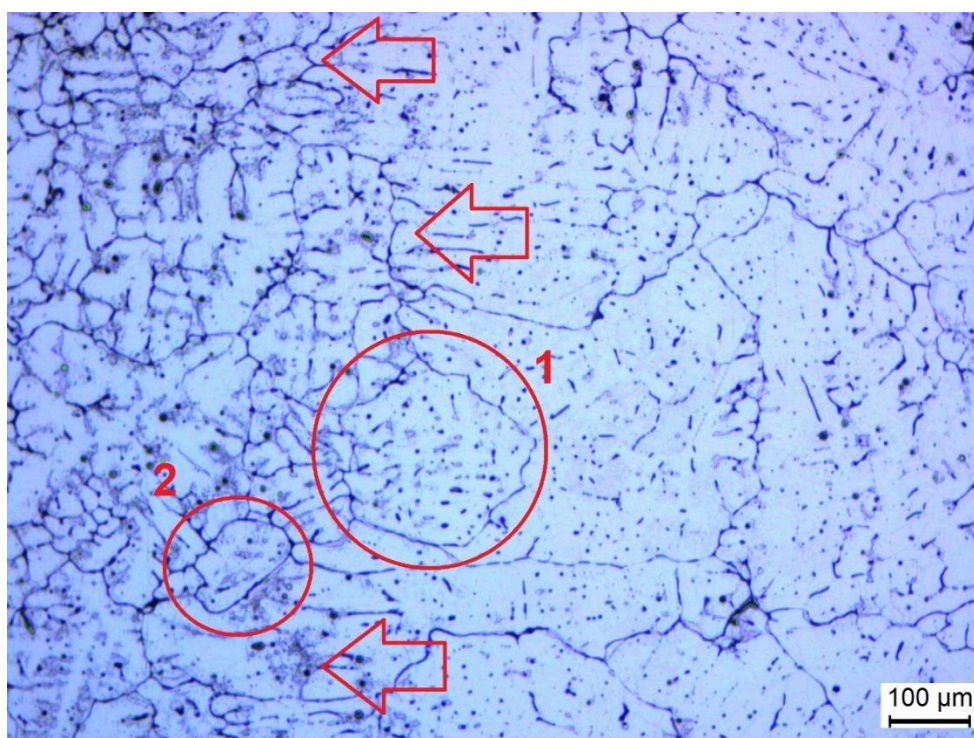
Fonte: Autoria própria.

Figura 30 - Micrografia óptica da espuma com balões *Fly Ash* da malha 60. Interface da espuma com o disco superior da liga AA6351.



Fonte: Autoria própria.

Figura 31 - Micrografia óptica da espuma com balões *Fly Ash* da malha 60. Região do disco superior da liga AA6351. Círculos indicam rosetas tendendo a se transformarem em glóbulos e setas indicando uma fronteira entre duas microestruturas diferentes.

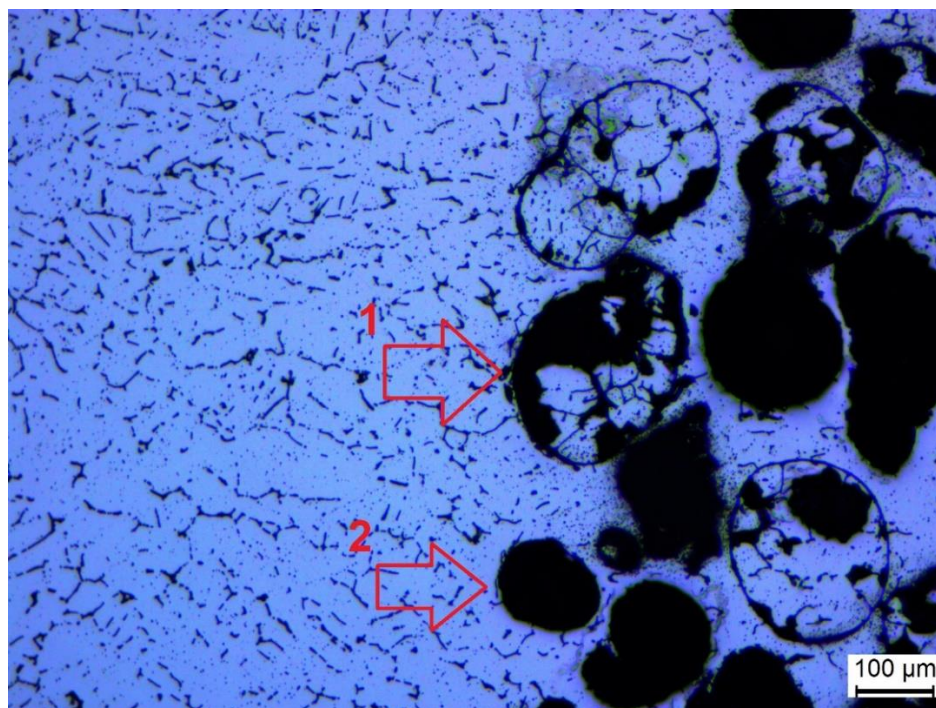


Fonte: Autoria própria.

Como parte da mesma amostra da AMSF representada na Figura 28, a Figura 30 trata da região superior do compósito. Nela pode ser observada a interface da espuma com paredes de microestrutura dendrítica, com o disco sólido superior com estrutura rosetada e globular. O círculo 1, contido nessa imagem (Figura 30), focaliza em seu centro a transição de uma roseta para um glóbulo com perfil mais circular, que de forma equivalente é apontado pelos círculos 1 e 2 da Figura 31.

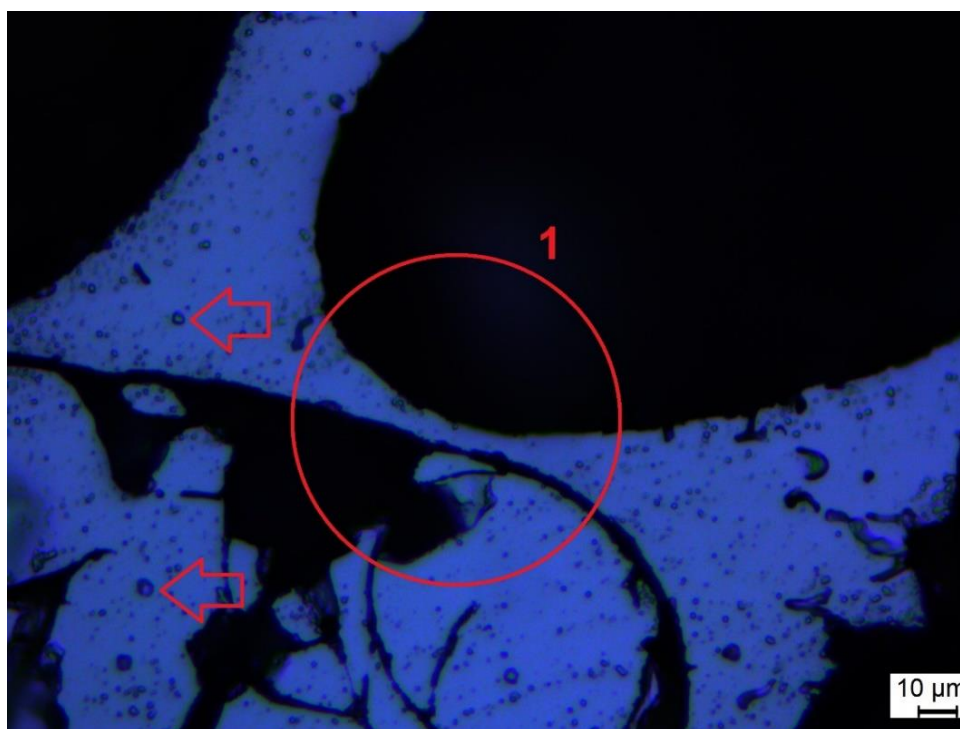
A Figura 32 é referente a espuma sintática com balões da malha 100 com microestrutura globular, não sendo possível a identificação de glóbulos ou rosetas. Além disso, traz detalhes de balões parcialmente infiltrados e parede entre balões com menos de 10 µm de espessura, demonstrando mais uma vez boa molhabilidade que influencia diretamente o ancoramento mecânico dos balões na matriz metálica. Na Figura 33 estão indicadas, através de setas, pequenas partículas circulares que se repetem em todas espumas produzidas e que podem ser vistas mais detalhadamente na Figura 34.

Figura 32 - Micrografia óptica da espuma com balões *Fly Ash* da malha 100. (a) Interface da espuma com o disco inferior da liga AA6351. (b) Detalhes de parede metálica entre balões e partículas de segunda fase.



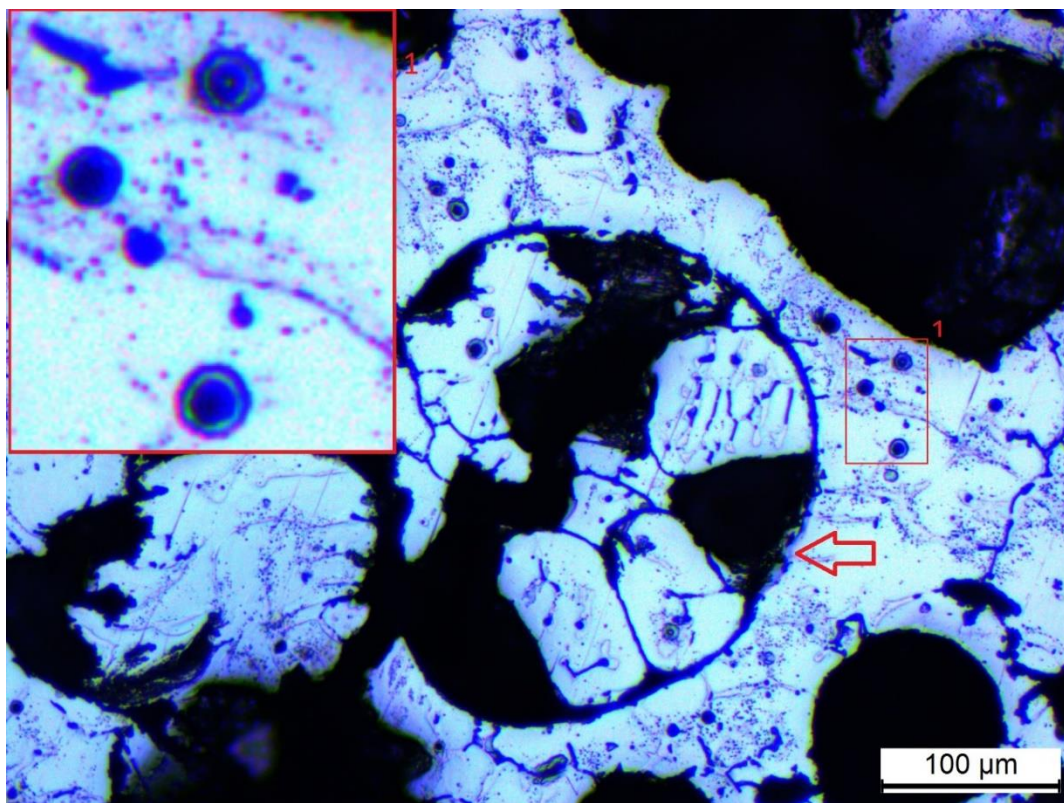
Fonte: Autoria própria.

Figura 33 - Micrografia óptica da espuma com balões *Fly Ash* da malha 100. Detalhes de parede metálica entre balões e partículas de segunda fase (apontadas pelas setas).



Fonte: Autoria própria.

Figura 34 - Micrografia óptica da espuma com balões Fly Ash da malha 60.



Fonte: Autoria própria.

As partículas destacadas pelo aumento (1) na Figura 34 possuem perfil circular e são refinadas, apresentando em sua maioria um diâmetro com menos de 10 µm e são frequentemente encontradas nos contornos de grão, como pode ser observado na Figura 28. Isso pode ser entendido como efeito do crescimento dendrítico e celular de fase primária, expulsando fases secundárias, eutético e inclusões para a periferia de seus contornos. Foram realizadas análises pontuais e mapeamentos dos elementos químicos via EDS que serão expostos no próximo item.

Também com maior nível de detalhes, as paredes vidro/cerâmicas dos balões podem ser observadas na Figura 34, estando essas destacadas em azul mais escuro no interior e contorno do balão parcialmente infiltrado indicado pela seta.

4.4 Microscopia eletrônica de varredura

As análises de microscopia eletrônica de varredura (MEV) tiveram como objetivo a observação de textura de superfícies através da captação dos elétrons Secundários (*secondary electron* - SE), relevando assim com qualidade aumentada o interior dos poros, sendo possível a observação em profundidade das estruturas internas presentes nos balões *Fly Ash*.

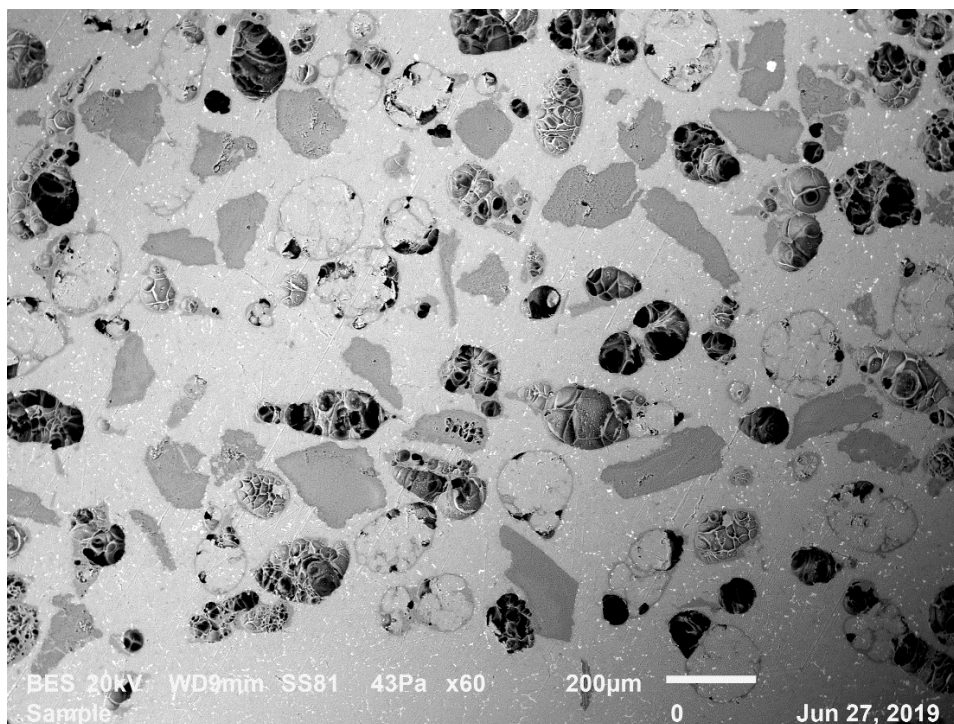
Outra ferramenta utilizada diz respeito à captação de imagens geradas a partir dos elétrons retroespalhados (*backscattering electron* - BSE), que diferenciam as fases de acordo com seu peso atômico, que após essa distinção são submetidas a análises de espectroscopia de energia dispersiva (EDS – *energy-dispersive X-ray spectroscopy*) que revelam qualitativa e quantitativamente os elementos químicos que as compõem.

Conforme observado no tópico anterior a este, o total envolvimento dos balões pela matriz metálica influencia diretamente a performance estrutural da espuma sintática, principalmente no que diz respeito a transferências de carga da matriz para as partículas de reforço. Com maior resolução, foi possível observar pelas análises de MEV características de molhabilidade da liga na superfície irregular e rugosa dos balões *Fly Ash*.

A Figura 35 apresenta aspectos gerais das amostras avaliadas, em que os balões estão com distribuição aparentemente homogênea e alguns deles parcialmente infiltrados, como também foi observado no nas micrografias ópticas. Porém, a presença de fases mais escuras chamam a atenção, pois possuem o mesmo tom de cor das paredes dos balões, criando a ideia de que podem ser impurezas provenientes do mesmo substrato *Fly Ash* mas sem porosidade, ou ainda balões com paredes mais espessas que não foram danificadas pela preparação da amostra.

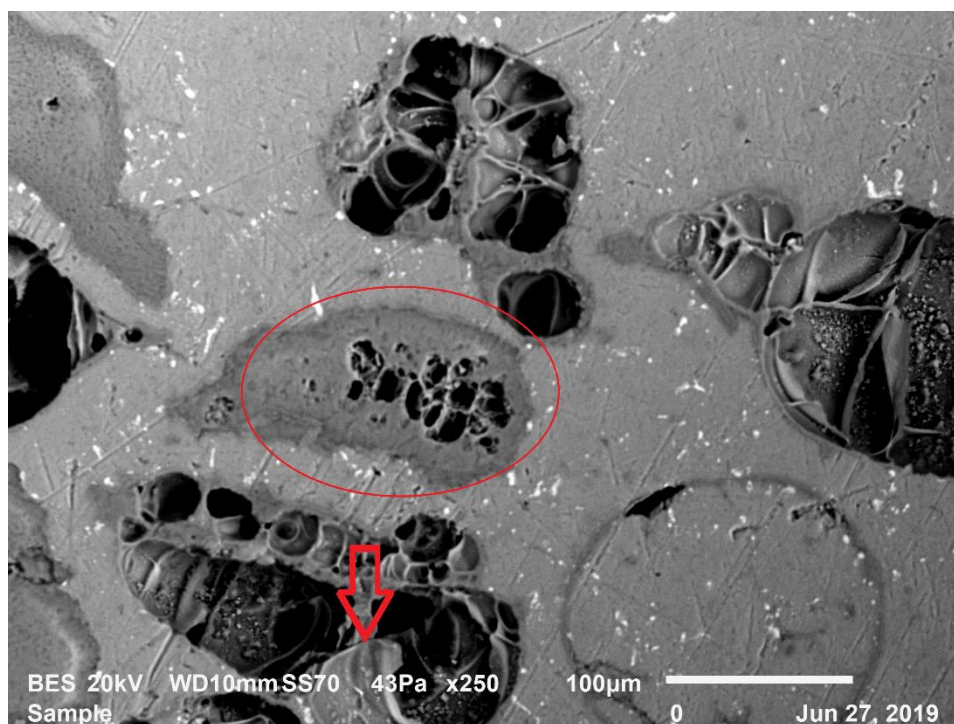
A região circulada na Figura 36 vai de encontro com a última suposição, estando porosidade e paredes internas aparentes na região central da fase observada. Essa questão foi melhor entendida pela análise de microtomografia computadorizada de raios-x.

Figura 35 - Micrografia eletrônica da espuma com balões Fly Ash malha100.



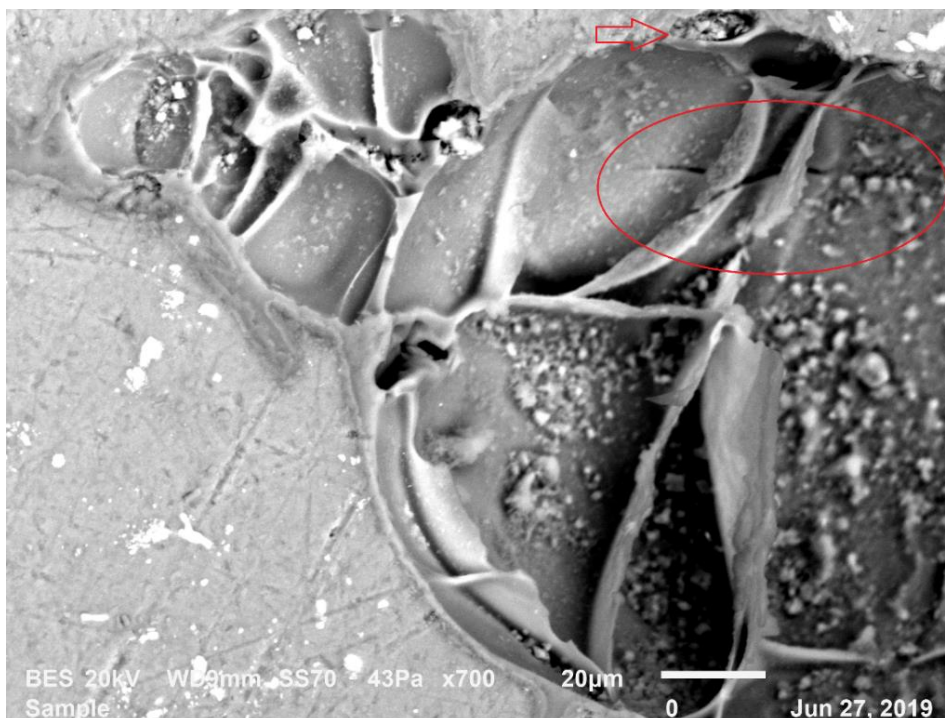
Fonte: Autoria própria.

Figura 36 - Micrografia eletrônica da espuma com balões Fly Ash malha 100 com detalhes de fazes escuras e trinca entre balões.



Fonte: Autoria própria.

Figura 37 - Micrografia eletrônica da espuma com balões *Fly Ash* malha 100 destacando detalhe de trinca na parede do balão.



Fonte: Autoria própria.

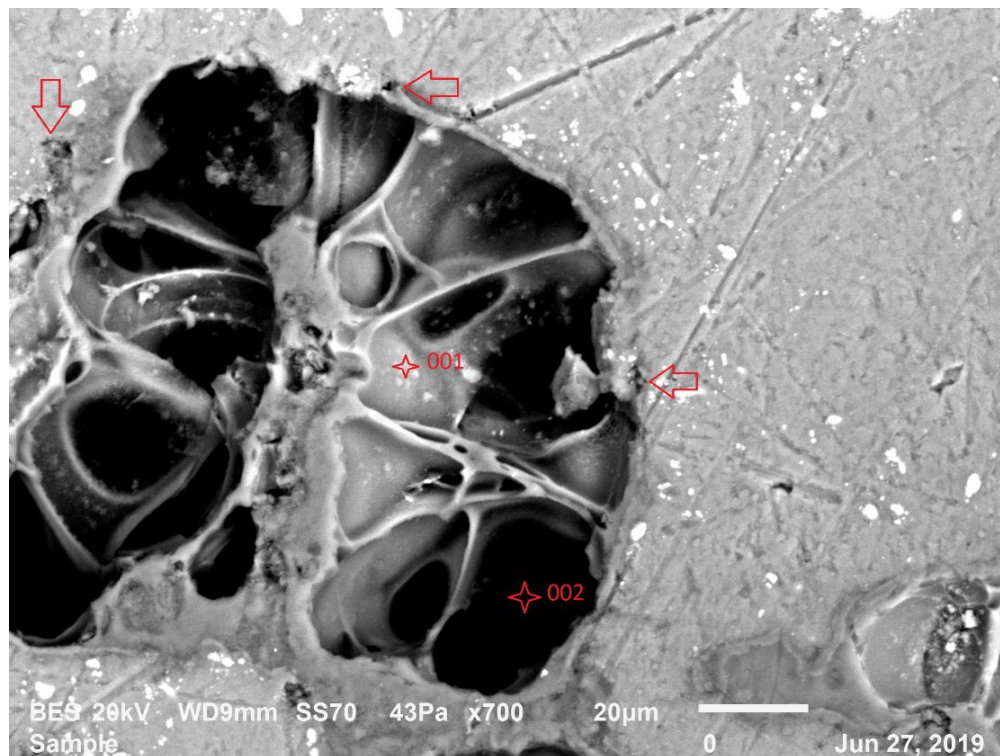
Ainda na Figura 36, identifica-se uma possível trinca que ultrapassa a barreira da parede metálica, indo de um balão ao outro (apontada pela seta). Isso posto, regiões de quinas ou de ângulos agudos concentram maiores tensões. Nesse sentido, é exatamente em uma região dessas no balão da direita que transpassa a trinca, bem como, podemos também notar a existência de outra trinca na área circulada da Figura 37.

Os resultados de MEV demonstram que os processos convencionais de usinagem e corte empregados na preparação de amostras não geraram trincas generalizadas nos balões cerâmicos, sendo apenas trincas pontuais observadas. Caso contrário, a existência de trincas generalizadas poderiam influenciar os resultados dos ensaios de compressão, levando a uma aferição errônea das propriedades das AMSFs produzidas neste trabalho.

Pouca porosidade na interface da parede dos balões com a matriz metálica foram identificadas, como pode ser visto nas regiões indicadas por setas nas Figura 37 e Figura 38, comprovando novamente o bom ancoramento mecânico dos balões

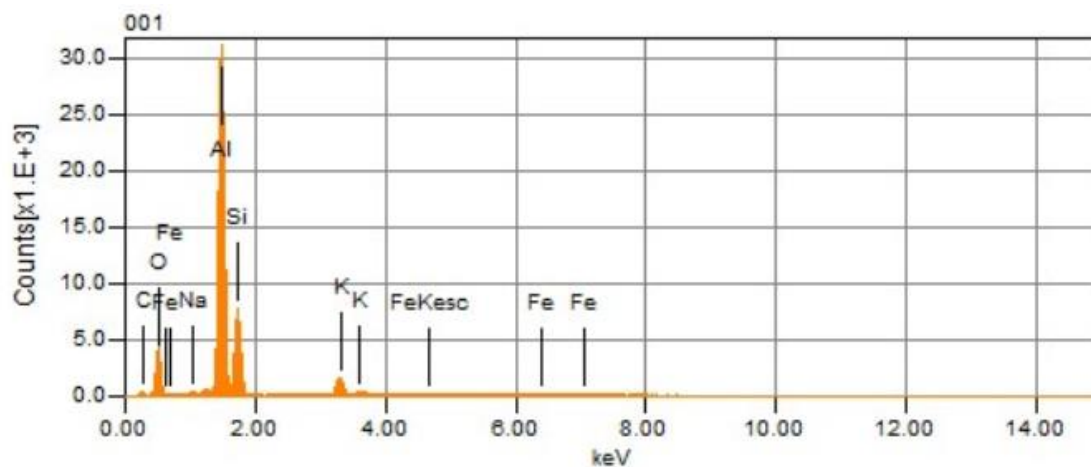
na matriz. Com base nisso, a molhabilidade da liga na superfície dos balões deixa de ser uma preocupação no processo de tixoinfiltração idealizado no trabalho.

Figura 38 - Micrografia eletrônica da espuma com balões *Fly Ash* malha100 destacando detalhes de porosidade nas paredes do balão e regiões de EDS pontual.



Fonte: Autoria própria.

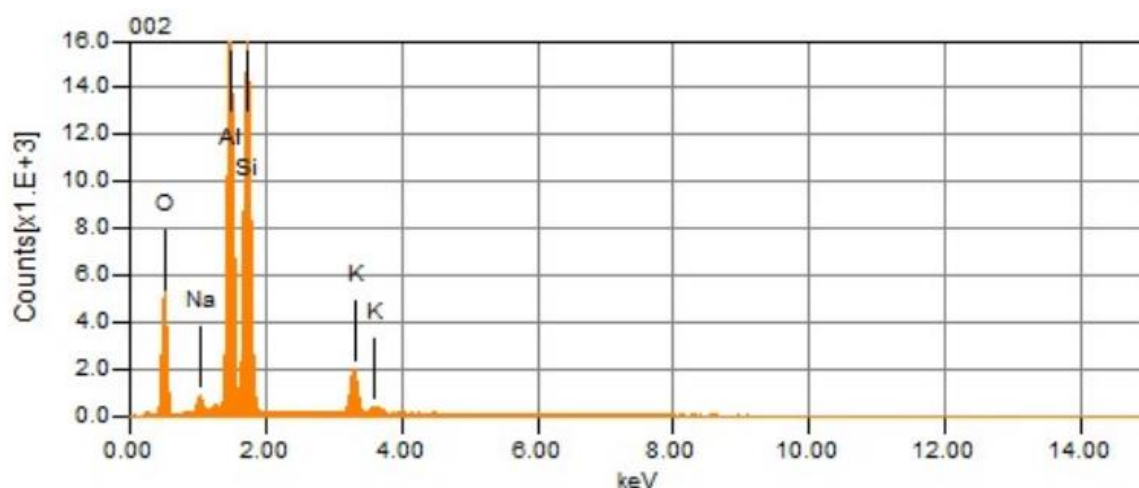
Figura 39 - Resultado da análise de EDS 001 da Figura 38.



Fonte: Autoria própria.

De acordo com a Tabela 8, os balões *Fly Ash* são formados majoritariamente por SiO_2 e Al_2O_3 , sendo essas fases amorfas ou cristalinas dependendo das condições de solidificação ao qual foram formadas. Além disso, relacionado a essas mesmas condições, é possível a presença de silicato de alumina, cerâmica conhecida como mulita com estrutura cristalina ortorrômbica ($3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$) ou tetragonal ($2\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2$). É importante ainda, ressaltar a possibilidade da existência de mulita com outras estruturas de composição não estequiométrica geradas pela substituição de átomos de silício por alumínio, com a simultânea formação de lacunas de oxigênio para que se mantenha o balanceamento de cargas.

Figura 40 - Resultado da análise de EDS 002 da Figura 38.



Fonte: Autoria própria.

Mesmo com as várias possibilidades de composição, os resultados das análises de EDS em ambas análises 001 (Figura 39) e 002 (Figura 40) da Figura 38 demonstraram níveis de oxigênio divergentes da análise obtida pelo fornecedor do substrato *Fly Ash*. Ainda, pela quantidade de fases presentes nos balões *Fly Ash*, análises de DRX se mostraram inviáveis e de difícil compreensão.

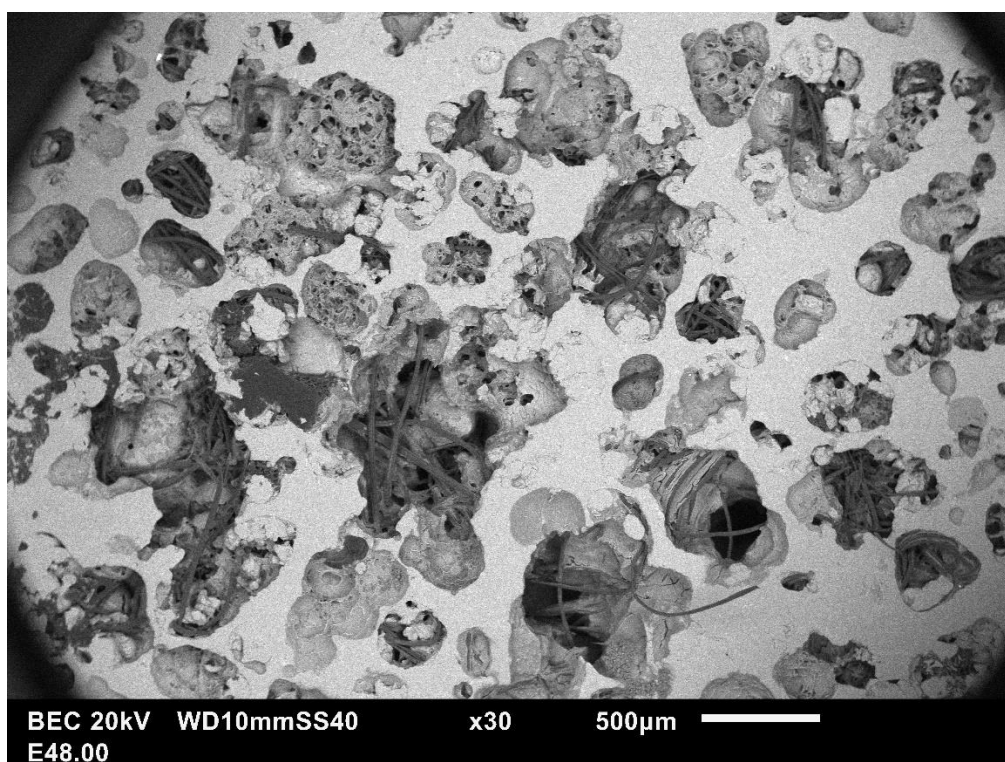
Tabela 8 - Composição de fases em porcentagem de massa dos balões *Fly Ash*.

SiO_2	Al_2O_3	Fe_2O_3	K_2O	CaO	MgO	TiO
50 - 60	20 - 40	0,5 - 5	1 - 4	0,5 - 3,5	0,9 - 2	1 - 3

Fonte: Dados do fornecedor.

Ao contrário da AMSF com balões da malha 100, as espumas com balões da malha 48 não apresentaram impurezas sem porosidade provenientes do substrato *Fly Ash*. No entanto, os resultados demonstraram que alguns balões possuem estrutura interna diferenciada, contendo fibras em seu interior, conforme pode ser visualizado em diversos balões da Figura 41. Além disso, foi observado também que esse tipo de estrutura é frequente em balões com maiores dimensões.

Figura 41 - MEV por elétrons retroespalhados da AMSF com balões da malha 48.



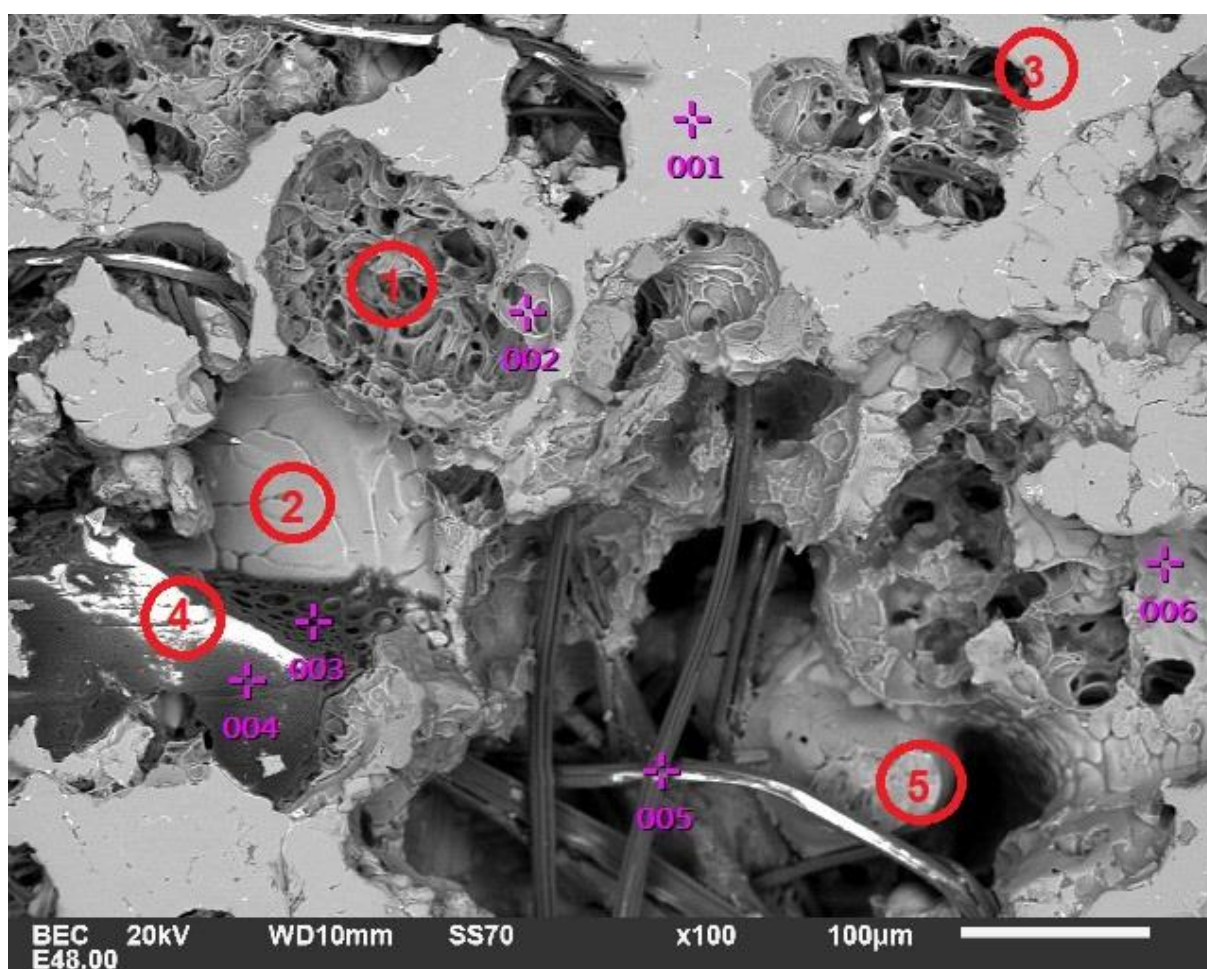
Fonte: Autoria própria.

Os resultados das análises de MEV também mostram que tais balões, com maiores dimensões, possuem menor simetria e são mais disformes. Uma questão que pode colaborar com esse fato, se refere a possibilidade de vários balões estarem unidos metalurgicamente, como pode ser percebido na Figura 42, que focaliza uma região onde se faz presente um agregado de partículas *Fly Ash* cada qual com sua estrutura interna, como:

- Círculo 1 – Balão com câmaras fechadas em seu interior.
- Círculo 2 – Balão com parede sem estrutura interna.

- Círculo 3 – Combinação de fibras com estrutura interna fechada no interior do balão.
- Círculo 4 – Partícula de impureza com porosidade interna e rica em carbono, possivelmente devido à combustão incompleta do carvão durante o fenômeno de formação desse substrato.
- Círculo 5 – Um balão com integridade estrutural meio ao emaranhado de fibras de outro balão maior.

Figura 42 – MEV por elétrons retroespalhados da AMSF com balões da malha 48 destacando pontos onde foram realizadas análises de EDS, e círculos numerados apontando balões com estruturas divergentes.



Fonte: Autoria própria.

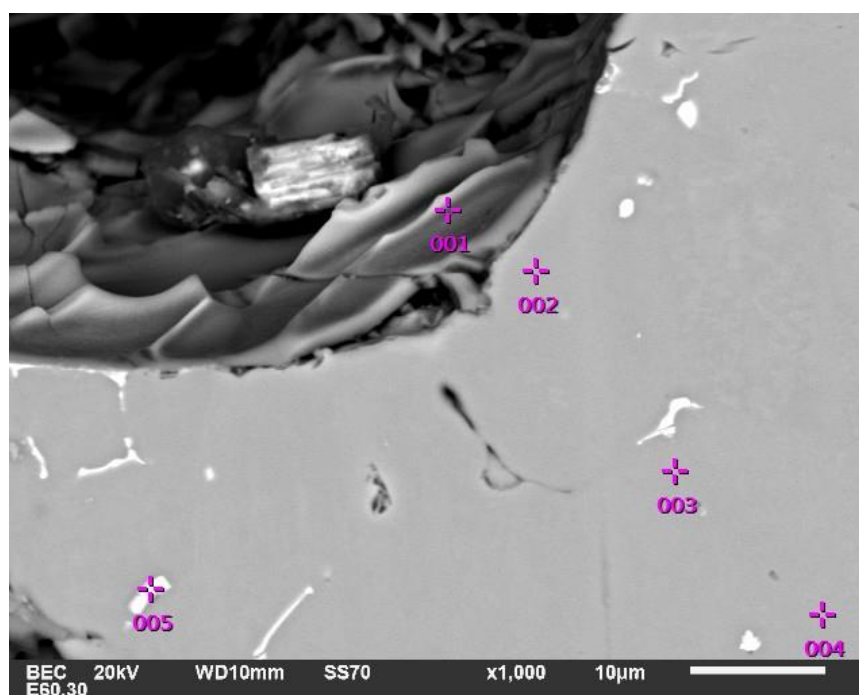
Tabela 9 - Porcentagem em massa dos elementos químicos que compõem as fases presentes na AMSF com balões da malha 48 analisadas por EDS a região mostrada pela Figura 42.

Pontos	K	O	C	Mg	Al	Si	Cl	Mn	Cu
001	-	0.44	4.22	0.62	92.67	1.42	-	0.54	0.1
002	5.88	49.25	9.95	0.31	6.8	26.27	-	1.52	0.01
003	-	30.07	64.67	0.05	3.48	1.68	-	-	0.05
004	-	27.9	71.85	0.03	0.07	0.03	-	0.02	0.1
005	-	49.19	33.52	0.16	1.93	12.87	2.31	-	0.03
006	-	35.95	16.38	1.31	29.07	14.83	-	2.46	-

Fonte: Autoria própria.

Análises pontuais da composição química via EDS das diversas estruturas internas dos balões apresentados na Figura 42 podem ser visualizados na Tabela 9. Localizado em uma porção da parede metálica da espuma, se encontra o ponto 001, que apresentou um elevado teor de carbono e aponta para a ocorrência de difusão atômica desse elemento proveniente do substrato *Fly Ash*, cujas partículas analisadas apresentaram elevada concentração. Em contrapartida, não foi identificada difusão atômica dos balões que não apresentavam carbono em sua composição química para as paredes metálicas conforme Figura 43 e Tabela 10.

Figura 43 – MEV por elétrons retroespalhados destacando pontos de análises pontuais de EDS em uma AMSF com balões da malha 60.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 10 – Composição química em % de massa dos pontos da **Erro! Fonte de referência não encontrada.**

Pontos	O	Na	Mg	Al	Si	Mn	Cu
1	50.43	1.68	0.1	6.62	37.25	0.05	-
2	0.32	-	0.72	97.07	1.36	0.46	0.07
3	0.32	-	0.87	96.93	1.34	0.44	0.09
4	0.28	-	0.89	96.71	1.39	0.53	0.2
5	0.33	-	0.69	91.78	4.08	3.07	0.04

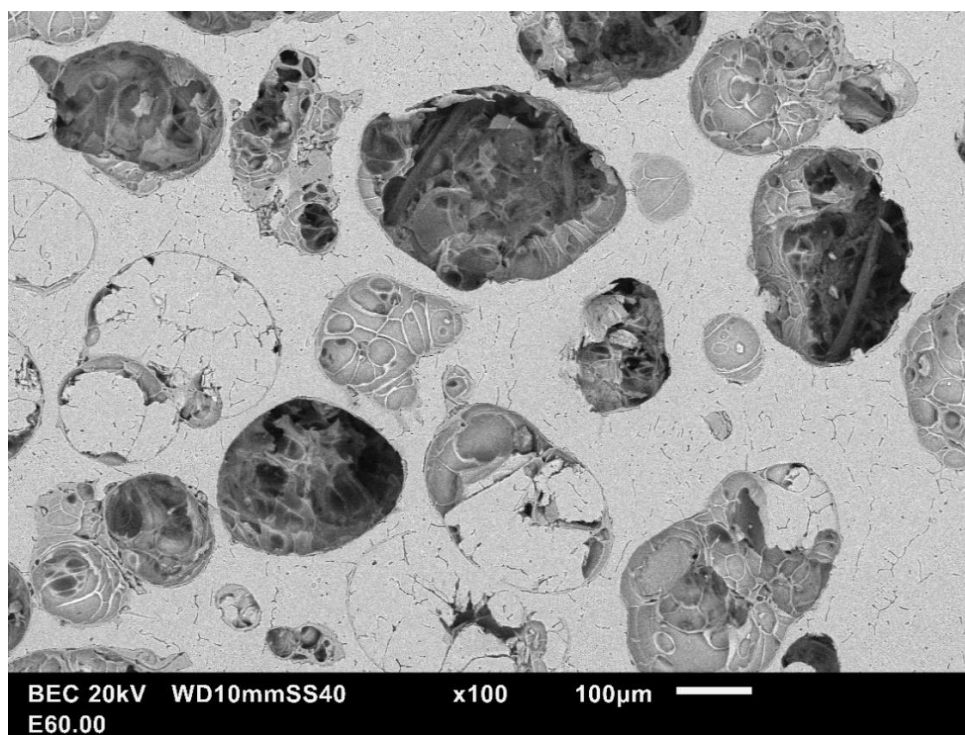
Fonte: Autoria própria.

Comparando a composição química das paredes dos balões com estrutura interna (ponto 002) e sem estrutura interna (ponto 006) da Figura 42, é possível notar que a primeira possui maiores níveis de oxigênio e silício, enquanto a segunda apresenta uma quantidade significativamente maior de alumínio em sua composição.

Já o caso da fibra, cuja composição química foi analisada no ponto 005, possui quantidades significativas de oxigênio, carbono e silício. Porém, fibras analisadas em outras regiões e também nas AMSFs com balões da malha 60 também demonstraram altos níveis de alumínio, ocorrendo similarmente grandes variações nas

concentrações dos outros elementos constituintes, como pode ser observado na Tabela 11.

Figura 44 – MEV por elétrons retroespalhados da AMSF com balões da malha 60.



Fonte: Autoria própria.

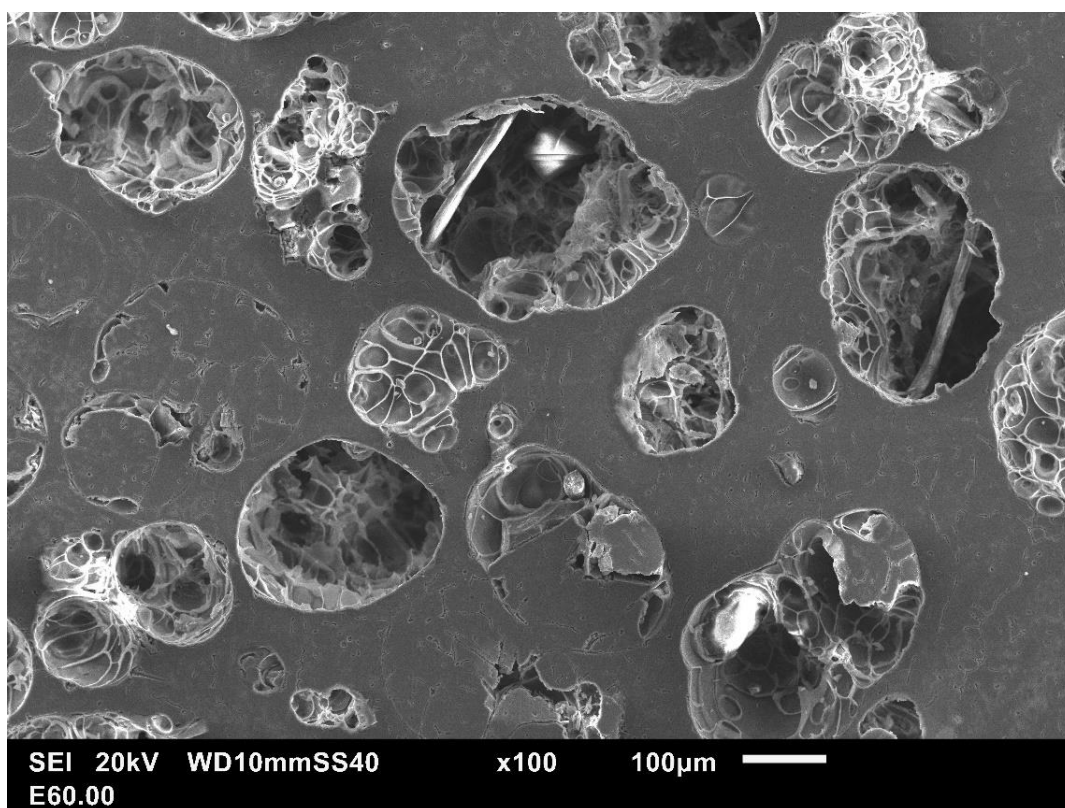
Tabela 11 - Composição química das fibras proveniente das análises de EDS contidas em AMSF com balões das malhas 48 e 60.

AMSF	Fibra	O	C	Mg	Al	Si	Cl	Mn	Cu
48	1	49.19	33.52	0.16	1.93	12.87	2.31	-	0.03
48	2	36.07	10.05	0.31	17.29	35.43	0,62	0.08	0.03
60	3	56,98	-	0,33	8,11	33,65	-	0,3	0,63
60	4	40.78	33.83	0.57	14.79	8.99	-	0.94	-
60	5	49.13	18.02	0.21	8.27	20.93	-	-	1.1
60	6	52.41	14.54	0.37	6.98	22.17	-	0.23	1
	Média	45.516	21.992	-	9.852	20.078	-	-	-

Fonte: Autoria própria.

Em conformidade com a AMSF anterior (malha 48), a espuma com balões da malha 60 também não possuem partículas de impureza sem porosidade vindouras do substrato *Fly Ash*. Ademais, ela possui balões com fibras em seu interior, porém em menor proporção. Também é possível notar na Figura 44 que a maioria dos balões possuem estruturas internas, sendo essas observadas com efeito de profundidade na Figura 45 obtida via elétrons secundários.

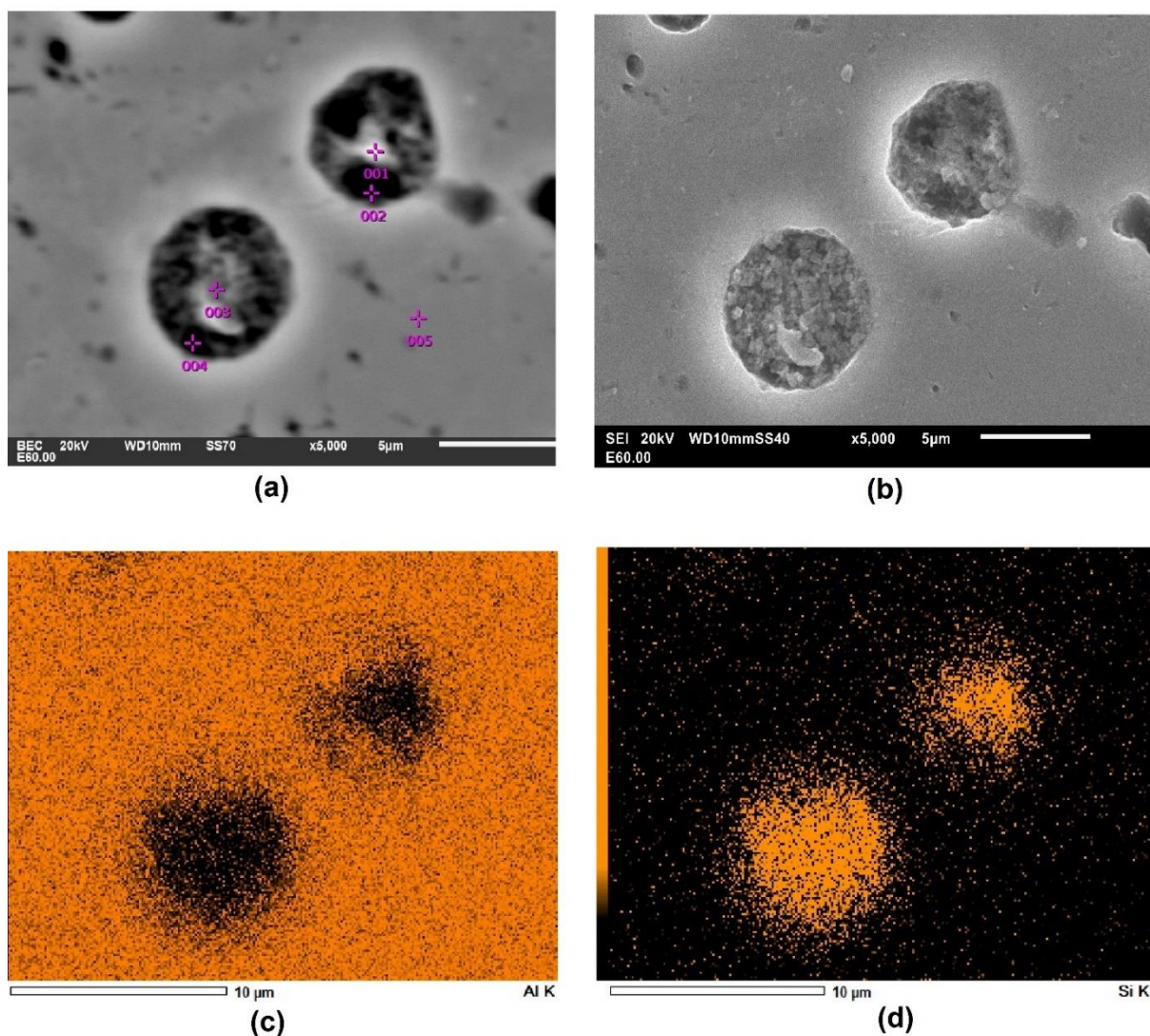
Figura 45 – MEV por elétrons secundários da AMSF com balões da malha 60.



Fonte: Autoria própria.

Dando prosseguimento à análise, no tópico sobre microscopia óptica foram apresentados em destaque na Figura 34, partículas circulares com diâmetros menores que 10 μm . Tais partículas, estavam presentes ao longo de toda microestrutura das paredes metálicas da espuma, preferencialmente nos contornos de grão. Desse modo, a morfologia dessas partículas pode ser observada na Figura 46(b), que apresenta uma estrutura com porosidade e é formada por um agregado de cristais, os quais são compostos majoritariamente por alumínio, silício e magnésio. A Figura 46 (c) e (d) compara qualitativamente a diferença de concentrações de alumínio e silício nessas partículas, contrastando as paredes metálicas que as circundam.

Figura 46– (a) Análises pontuais de EDS, (b) MEV por elétrons secundários e mapeamentos de concentração dos elementos (c) alumínio e (d) silício de duas partículas finas e circulares presentes nas paredes metálicas das AMSFs.



Fonte: Autoria própria.

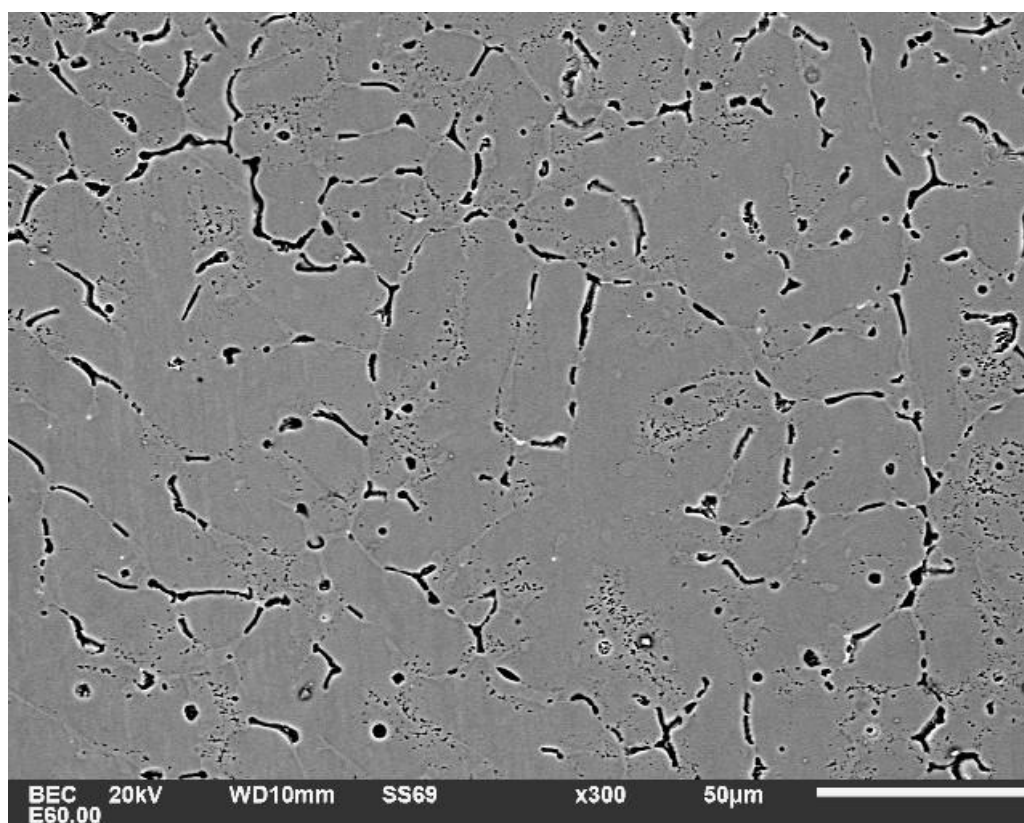
Tabela 12 – Composição química em porcentagem de massa resultante das análises pontuais de EDS da **Erro! Fonte de referência não encontrada.**(a).

Ponto	O	Mg	Al	Si	Mn	Cu
1	6.01	6.28	62.09	21.55	0.07	4
2	2.99	1.09	90.01	5.32	0.21	0.38
3	7.44	2.26	54.47	32.5	0.2	3.12
4	1.96	0.96	83.51	12.3	0.5	0.77
5	0.41	0.8	96.88	1.37	0.48	0.06

Fonte: Autoria própria.

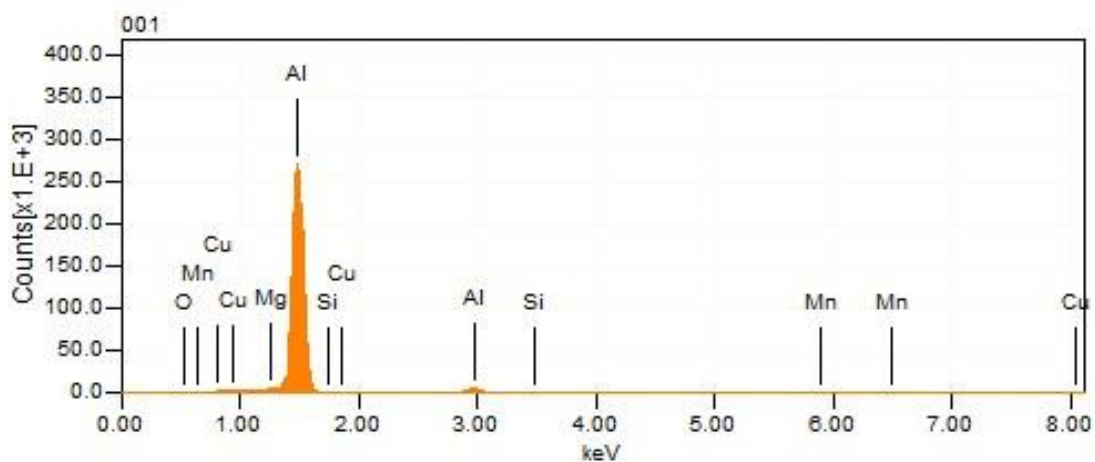
Com relação à composição química das paredes metálicas das AMSFs com balões da malha 60, os pontos de 2 à 5 da Tabela 10 e o ponto 5 da Tabela 12 convergem e demonstram que tais valores estão de acordo com os valores encontrados, também via EDS, para a porção de alumínio que remanesceu sólida durante o processo de fabricação das espumas.

Figura 47 - MEV da porção de alumínio que remanesceu sólida durante o processo de tixoinfiltração onde foi realizado EDS.



Fonte: Autoria própria.

Figura 48 - Resultado EDS da porção de alumínio que remanesceu sólida durante o processo de tixoinfiltração.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 13 - Porcentagem em massa dos elementos químicos presentes na porção de alumínio que remanesceu sólida durante o processo de tixoinfiltração segundo análise de EDS.

Elemento	Si	Mg	Mn	O	Cu	Al
% em massa	1,40	0,84	0,54	0,49	0,21	96,51

Fonte: Autoria própria.

Os resultados da análise de EDS da região do disco sólido com estrutura globular (Figura 47), remanescente de frações sólidas durante o processo de fabricação, localizado na porção superior da camada de AMSF com balões da malha 60 pode ser observado na Figura 48 e na Tabela 13. Tais resultados demonstram uma concentração de elementos de liga próximo aos valores aferidos na liga AA6351 nos estudos preliminares.

4.5 Microtomografia computadorizada de raios-x

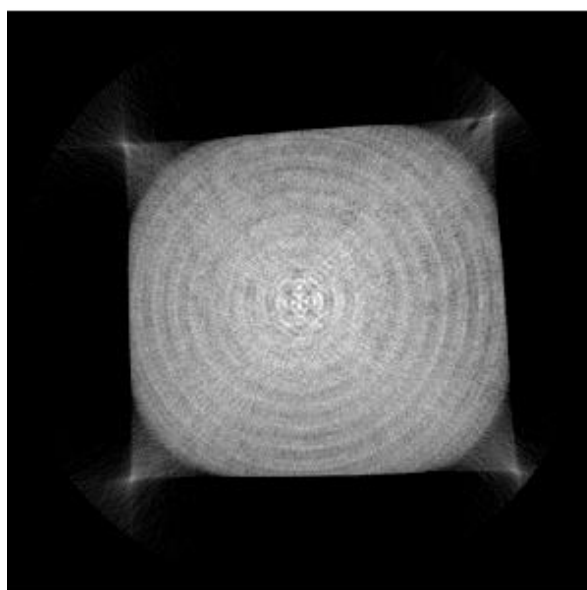
As propriedades mecânicas das espumas metálicas de alumínio são influenciadas pelo material da matriz, mas também pela sua estrutura celular que inclui densidade relativa do compósito e tamanho dos poros. Dessa forma, a microtomografia computadorizada de raios-x se apresenta como um ensaio preciso para a caracterização da estrutura celular de espumas metálicas.

A espuma com matriz AA6351 sintática com balões da malha 60 foi analisada por esse método para se obter um panorama da distribuição de porosidade ao longo de toda sua sessão latitudinal, desde o disco inferior até o superior. Tal panorama pode ser representado pela Figura 49, sendo as regiões mais claras referentes a porções sólidas.

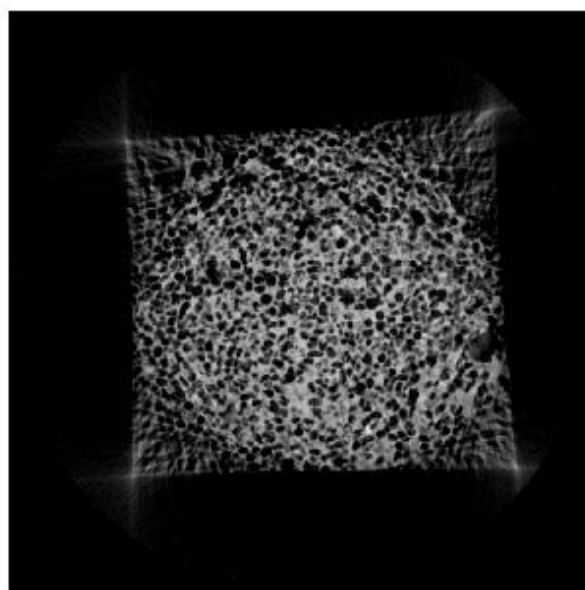
As imagens que compõem a Figura 49 foram obtidas por quadros (*frames*) longitudinais, ou seja, vistas superiores de sessões longitudinais da amostra analisada, sendo a imagem (a) representando o disco inferior sólido da liga AA6351, e as (b), (c) e (d) retratando frames a uma distância de 1, 3 e 5 mm do disco inferior sólido, possibilitando a visualização da morfologia de várias camadas da espuma produzida. Com base nessas imagens foi possível detectar a homogeneidade na distribuição dos poros ao longo de toda a espuma, com exceção de pequenas regiões de maior densidade.

Para a realização da análise computacional da amostra da AMSF de malha 60 via *software* CTAn (*CT-Analyser*), foi escolhida a região central da amostra entre as alturas 4,5 e 6,5 mm, conforme a Figura 50, evitando regiões próximas às arestas. Foi possível obter resultados como porcentagem de porosidade e dimensão média de paredes metálicas, conforme observado na Tabela 14.

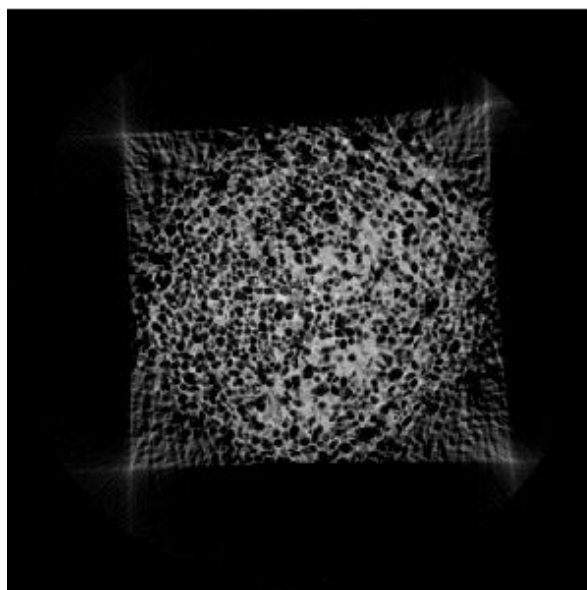
Figura 49 - Microtomografia computadorizada de raios-x de uma amostra da espuma sintática com malha 60. (a) Matriz globular sólida, e visão superior de espumas à aproximadamente (b) 1 mm, (c) 3 mm e (d) 5 mm do disco sólido superior.



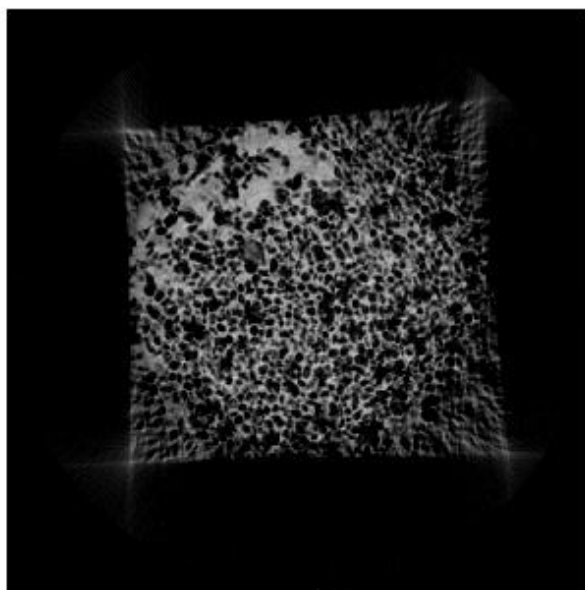
(a)



(b)



(c)



(d)

Fonte: Autoria própria.

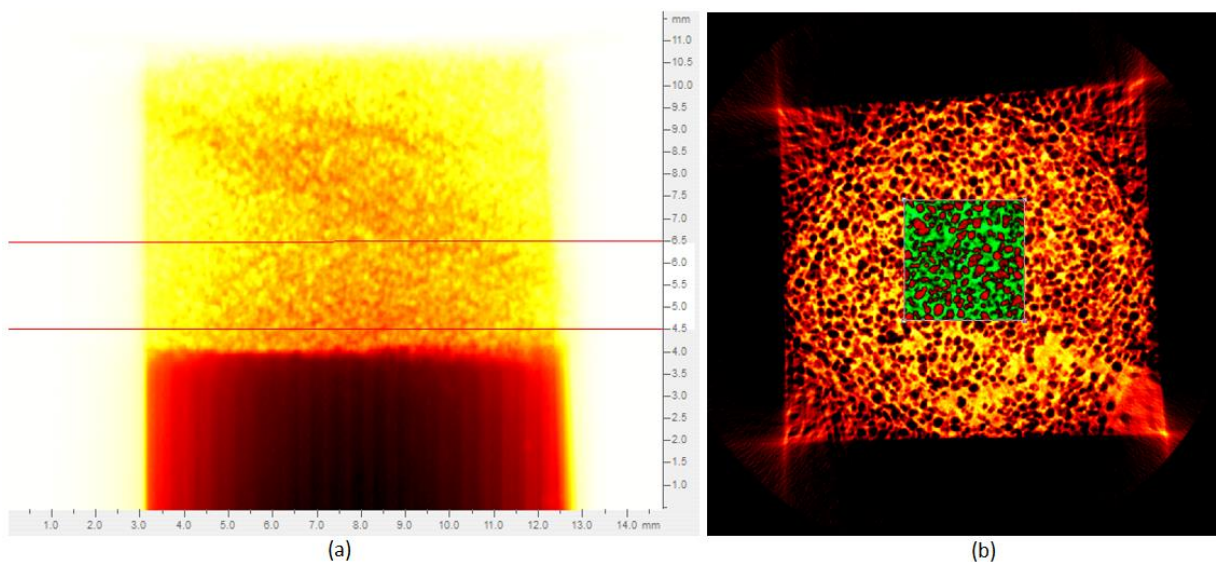
Tabela 14 - Resultados da análise de micro tomografia das AMSFs de malha 100, 60 e 48, contendo a porcentagem de poros e a espessura média das paredes metálicas que separam os balões.

Malha	Poros (%)	Espessura média de paredes (mm)
100	33,79	0,115 ± 0,042
60	42,2	0,136 ± 0,045
48	31,46	0,116 ± 0,071

Fonte: Autoria própria.

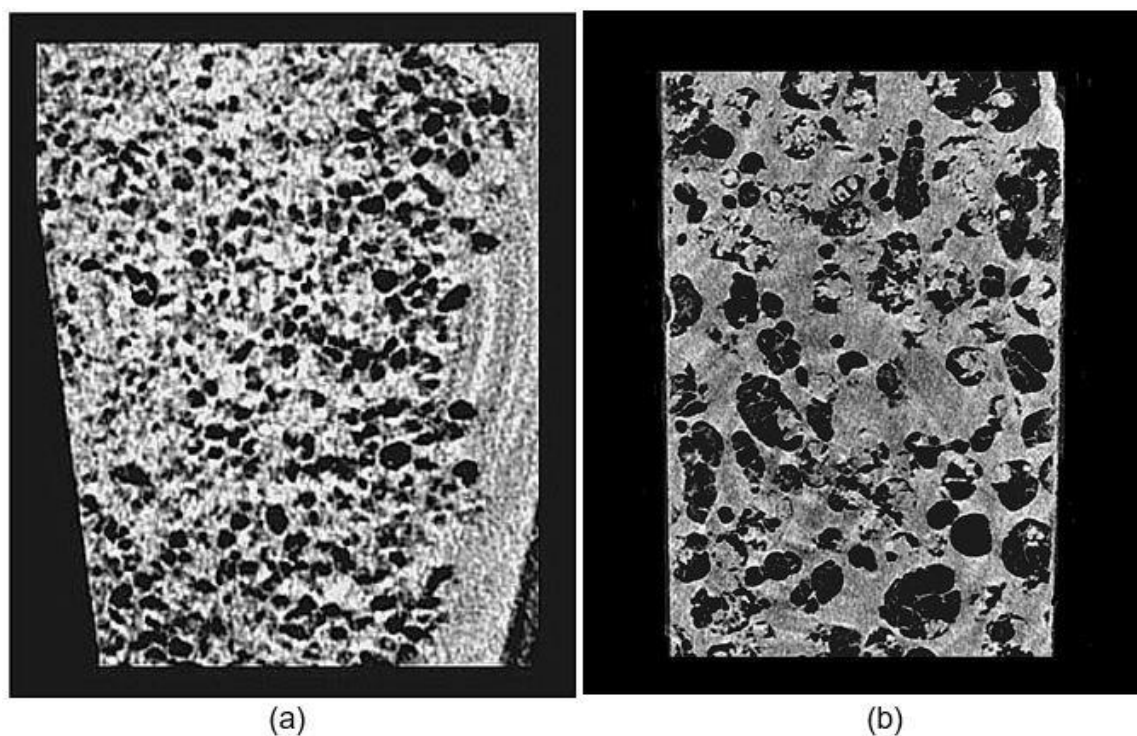
Para fins de cálculo da densidade relativa, considerou-se a porcentagem de poros como sendo a porcentagem em volume de balões *Fly Ash*, que possuem densidade de $0,7 \text{ g/cm}^3$. Dessa forma, a densidade relativa da espuma sintática com balões malha 60, calculada pela regra das misturas, foi de $1,85 \text{ g/cm}^3$, que representa 68,5% da densidade relativa da liga AA6351 ($2,7 \text{ g/cm}^3$).

Figura 50 - (a) Visão frontal da amostra de espuma com balões *Fly Ash* malha 60 com região analisada entre linhas vermelhas. (b) Visão superior da amostra de espuma com balões *Fly Ash* malha 60 com destaque para região central analisada.



Fonte: Autoria própria.

Figura 51 - Microtomografia computadorizada de raios-x de AMSFs de malha (a) 100 e (b) 48.



Fonte: Autoria própria.

A visualização das paredes da estrutura interna dos balões, que eram dificilmente identificadas nas microtomografias da espuma de malha 60 e 100, foi possível na análise da espuma de malha 48, como pode ser visto na Figura 51(b), devido ao fato dos balões possuírem maiores dimensões. Sendo assim, tais estruturas podem ter influência na determinação da espessura média de parede da espuma de malha 48 como um todo.

Portanto, da mesma maneira que foram identificadas regiões mais densas e com paredes metálicas de maiores dimensões ou com maiores concentrações de balões e menores dimensões de parede metálica na espuma com balões *Fly Ash* da malha 60, tais fenômenos também podem ser observados nas espumas com balões das malhas 100 e 48, como demonstrado nas Figura 51(a) e Figura 51(b) respectivamente. Finalmente, apesar de fatores pontuais que afetaram a produção do material, o processo de fabricação foi bem-sucedido com relação à distribuição de balões na matriz metálica.

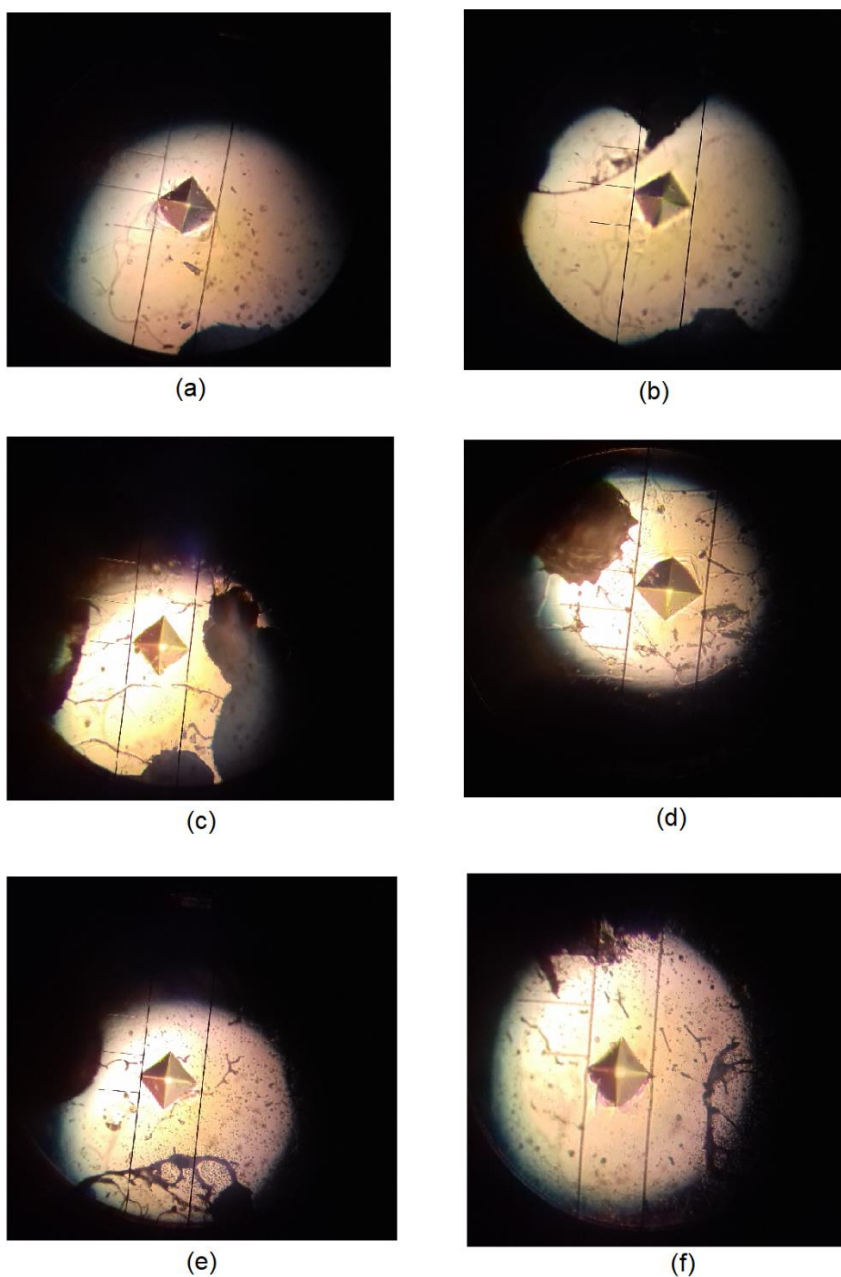
4.6 Propriedades Mecânicas

Diversas são as variáveis que podem influenciar as propriedades mecânicas da espuma sintática. Além das características dos constituintes, sendo eles os balões e a liga metálica, a forma como eles interagem também é relevante como, por exemplo, o ancoramento mecânico dos balões na matriz metálica, o refinamento de grãos influenciado pelos balões, difusão atômica entre os constituintes e condições de processamento. Conseqüentemente, para o correto entendimento do comportamento mecânico do compósito, todos os pontos citados acima devem ser avaliados. Assim, no caso do material estudado, podemos afirmar que os balões foram bem ancorados na matriz, que exerceram função de refinadores de grãos. Conforme discutido em tópicos anteriores, as condições de processamento influenciaram na formação da microestrutura das paredes da espuma, que, conseqüentemente, irá influir no comportamento mecânico do metal celular.

4.6.1 Ensaio de dureza por micro endentação Vickers

Os resultados do ensaio de dureza Vickers por microendentaç o da Tabela 15 indicam que as paredes met licas das espumas sint ticas possuem dureza semelhante a matriz da liga comercial. Como a liga AA6351 T6   envelhecida artificialmente, possui uma dureza, em geral, maior que uma liga fundida. No caso das paredes met licas das AMSFs, tais resultados de compatibilidade podem estar relacionadas   microestrutura que comp em as paredes met licas das AMSFs.

Figura 52 - Imagem óptica das endentações geradas pelo ensaio de micro dureza Vickers das paredes das espumas das malhas 48 (a:57 HV₁₀₀ e b:65 HV₁₀₀), 60(c:60 HV₁₀₀ e d:70 HV₁₀₀) e 100 (e:70 HV₁₀₀ e f:55 HV₁₀₀).



Fonte: Autoria própria.

A endentação da Figura 52(d) está localizada em uma região de contornos de grão e apresenta, portanto, os maiores valores de dureza aferidos. Na região com a presença de partículas finas de segunda fase observada na Figura 52(e) isso também foi observado.

Tabela 15 - Medição da dureza Vickers por microindentação da matéria-prima como extrudado, da zona globular superior da espuma no disco tixoinfiltrado e das paredes que separam os poros, contendo a matriz dendrítica refinada e paredes vidro/cerâmicas dos balões malha 100, 60 e 48.

Medição	1 (HV ₁₀₀)	2 (HV ₁₀₀)	3 (HV ₁₀₀)	Média (HV ₁₀₀)
AA6351 T6	68	74	75	72,3 ± 3,78
Malha 100	55	65	70	63,3 ± 7,63
Malha 60	60	70	65	65,0 ± 5,00
Malha 48	65	59	57	60,3 ± 4,16

Fonte: Autoria própria.

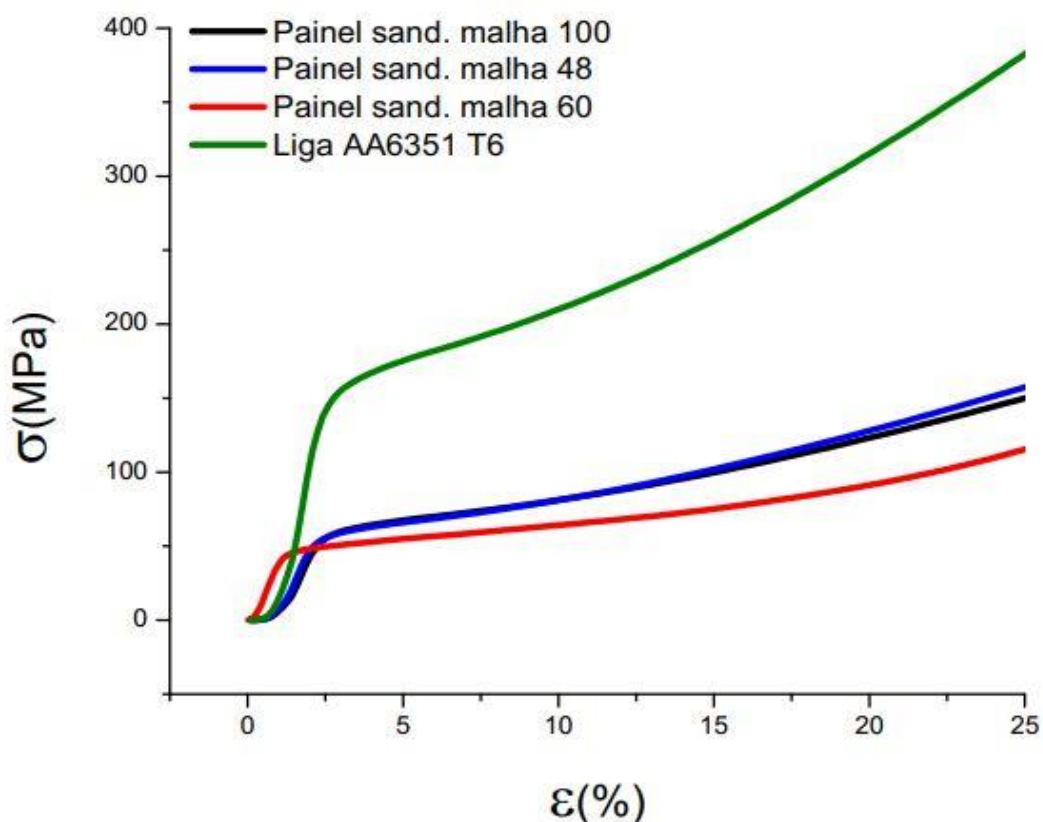
4.6.2 Ensaio de compressão quase-estática

Um comportamento característico de espumas metálicas sob deformação compressiva, pode ser observado nas três curvas dos painéis sanduíche apresentadas na Figura 53.

A curva inicia e se desenvolve por uma região de proporcionalidade que representa a fase elástica do compósito, onde a integridade estrutural dos balões é mantida. Em seguida, sendo ultrapassado o limite de escoamento (tensão *offset*), a espuma entra em outro regime e começa a se deformar plasticamente, formando uma região de platô.

Os resultados exibidos na Tabela 16 mostram que, as amostras com AMSFs das malhas 100 e 48 são similares quando o olhar se volta às propriedades mecânicas, físicas e algumas propriedades estruturais (como a microestrutura dendrítica e refinada nas paredes metálicas que separam os balões e suas dimensões). No entanto, seus comportamentos à deformação compressiva são opostos. Nesse sentido, a de malha 100 apresentou comportamento frágil, se deformando menos que as camadas de metal sólido e nucleando trincas macroscópicas quando submetidas a baixas deformações. Em contrapartida, a de malha 48 possui comportamento dúctil, se deformando em maiores proporções que a camada de metal sólido no painel sanduíche, suportando maiores deformações enquanto se embarrila.

Figura 53 - Gráfico de tensão de engenharia versus deformação compressiva comparando os painéis sanduíche das diversas malhas com a liga de alumínio AA6351 T6.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 16 – Resultados da análise do ensaio de compressão contendo a média aritmética das propriedades das amostras sanduíche de AMSFs com balões das malhas 100 e 48, e dos corpos de prova (CDP) 1, 2 e 3 com faixa de AMSF com balões da malha 60 deformados em diferentes proporções. Na tabela estão demonstrados valores das arestas da base (w e t) e altura (h) das amostras, Tensão e deformação Off-set (σ_{offset} e $\epsilon_{\text{offset}}(\%)$), módulo de elasticidade (E), deformação total da camada de AMSF (ϵ_{espuma}) e deformação total da amostra (ϵ_{total}).

Malha	Amostra	w x t x h (mm)	σ_{offset} (MPa)	ϵ_{offset} (%)	E (GPa)	ϵ_{espuma} (%)	ϵ_{total} (%)
100	-	10,1 x 9,6 x 12,8	54,759	2,488	3,938	17,46	29,4
60	CDP1	9,0 x 9,0 x 14,3	37,005	0,606	8,309	36,91	26,54
60	CDP2	9,6 x 9,5 x 14,4	32,28	1,646	3,415	3,35	2,16
60	CDP3	9,1 x 9,3 x 14,15	42,092	1,478	4,694	81,87	50,1
48	-	9,9 x 10,2 x 14,05	56,214	2,558	4,656	30,9	36,15

Fonte: Autoria própria.

Para a determinação dos valores de absorção de energia W e da eficiência de absorção de energia W_e foram utilizadas as equações (1) e (2) de acordo com a ISO 13314 (2014). Os valores foram obtidos a partir dos gráficos de tensão de engenharia versus deformação. Os resultados são provenientes do ensaio de compressão das amostras com os balões das malhas 100, 60 e 48.

$$W = \frac{1}{100} \int_0^{\varepsilon} \sigma d\varepsilon \quad (1)$$

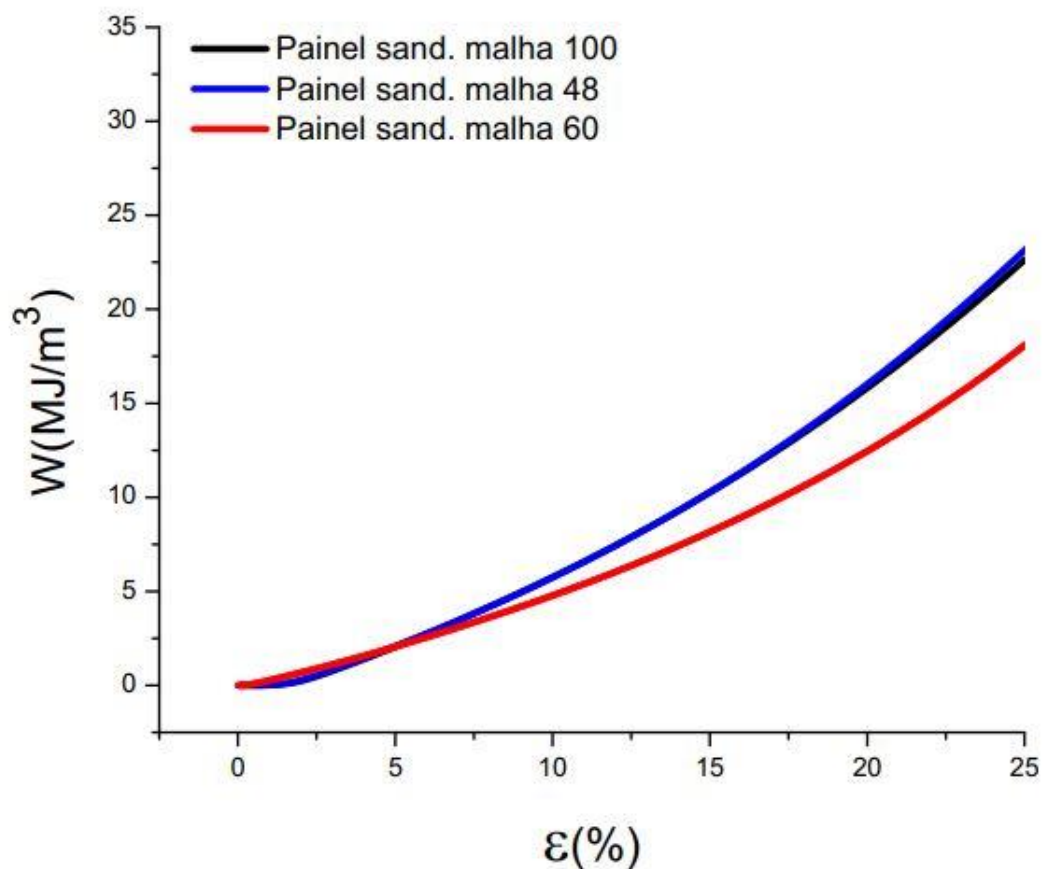
$$W_e = \frac{W}{\sigma_0 \times \varepsilon_0} \times 10^4 \quad (2)$$

A deformação utilizada para o cálculo de W foi definida como 25%, pois nesse ponto dos ensaios de compressão todas as amostras deformaram de forma linear sem que houvesse falhas de escorregamento de uma camada com relação a outra ou trincas macroscópicas aparentes. Desse modo temos $\sigma, \varepsilon, \sigma_0$ e ε_0 a tensão de engenharia, deformação, tensão em 25% de deformação e 25% de deformação, respectivamente.

Os valores da absorção de energia calculados pela evolução da área sob as curvas das AMSFs da Figura 53, mostrados na Figura 54 revelam a similaridade da absorção de energia W das espumas com balões das malhas 100 e 48. Ademais, a menor absorção de energia de amostras com balões da malha 60 até $\varepsilon = 25\%$, fato este que é compensado em deformações mais altas, visto que as outras espumas apresentaram falhas de escorregamento e nucleação de trincas, conforme discutido anteriormente.

Desse modo, na Tabela 17 podem ser observados a média dos valores de W para as três composições de amostras, comparadas a absorção de energia W da liga AA6351 T6 deformada por uma tensão próxima a das espumas com $\varepsilon = 25\%$.

Figura 54 - Absorção de energia versus deformação dos painéis sanduíche das malhas 100, 60 e 48.



Fonte: Autoria própria.

Tabela 17 - Média dos valores de absorção de energia dos painéis sanduíche com AMSFs das malhas 100, 60 e 48 com uma deformação de 25%, e da liga AA6351 T6 deformada a uma tensão de 149,83 MPa.

Malha	100	60	48	AA6351 T6
W (MJ/m ³)	22,64	18,13	23,38	1,56
W_e (%)	60,39	55,44	59,07	-
$\sigma_{25\%}$ (MPa)	149,96	130,80	158,32	149,83

Fonte: Autoria própria.

Dessa forma, a análise de absorção de energia W mostra a superioridade das AMSFs analisadas em relação à liga AA6351, quando diz respeito a absorvedores de energia mecânica de sacrifício.

4.6.3 Comparação entre as AMSFs e as referências

Com o intuito de comparar as AMSF produzidas com materiais de diferentes autores, a Tabela 18 apresenta valores de diversas propriedades.

Em seu trabalho Rohatgi *et al.* (2006) produziu uma espuma sintática com matriz da liga de alumínio A356 e inserto de balões *Fly Ash*, analisando a influência da variação do tamanho de balões, que apresentavam uma mesma espessura de parede que resultou em variação na densidade da espuma. Assim, constataram que o aumento da resistência mecânica da espuma está ligado ao aumento do tamanho dos balões. Os autores também comparam espumas contendo mesma malha de balões e concluíram que o aumento da densidade da espuma resultou em aumento da resistência mecânica.

Nos trabalhos de Dou *et al.*(2007) e Zhang *et al.*(2016), foram produzidas espumas sintáticas similares, tendo como matriz alumínio comercialmente puro (cp-Al) e balões *Fly Ash*. Variando o tamanho desses balões, ambos constataram a ocorrência da redução da densidade das espumas, diminuição da resistência mecânica e da absorção de energia conforme se aumentou o diâmetro dos balões.

Alvandi-Tabrizi *et al.* (2015) produziu AMSFs com matriz da liga de alumínio A356 com balões Globomet 316, que são balões de aço produzidos por metalurgia do pó, mantendo-se a relação de espessura de parede e diâmetro de balões constante. Todas espumas desse estudo apresentaram resistência mecânica e densidade equivalentes, variando somente os níveis de absorção de energia, onde a espuma produzida com balões do diâmetro de 5200 μm se fraturou a uma baixa deformação.

Katona *et al.* (2019) verificaram a influência do material da matriz da espuma no comportamento mecânico, comparando espumas com matrizes de alumínio comercialmente puro e da liga AlSi12, ambas com balões Globocer *grade*, balões estes fabricados artificialmente e compostos por Al_2O_3 e SiO_2 , de mesmas dimensões. Foi constatado que a liga de maior resistência atribuiu também maior resistência a espuma sintática.

Tabela 18 - Comparação de propriedades de AMSFs, como material da matriz metálica (Matriz), o tipo de balão, a espessura de parede do balão (P. B.), as dimensões dos balões (Dim. Balão), a densidade da AMSF (ρ), a resistência a compressão (σ_c) e a absorção de energia em determinada deformação (W/ϵ).

Matriz	Tipo de balão	P. B. (μm)	Dim. Balão(μm)	ρ (g/cm ³)	σ_c (MPa)	W (MPa)/ ϵ (%)	Referência
AA6351	Fly Ash	2,6	266 x 197	2,02	54,759	22,64/25%	Autoria Própria
		2,3	340 x 231	1,85	39,549	18,13/25%	
		2,2	466 x 303	2,07	56,214	23,38/25%	
A356		4 - 12	75 - 106	1,25	9	-	(ROHATGI <i>et al.</i> , 2006)
			106 - 150	1,27	17	-	
			150 - 250	1,9	64	-	
			150 - 250	2,1	73	-	
			150 - 250	2,18	75	-	
AA6061		-	200	1,6	45	18/47%	(ZOU <i>et al.</i> , 2013)
cp-Al		-	90	1,52	75	27/40%	(DOU <i>et al.</i> , 2007)
	-	150	1,43	45	17/40%		
A356	Globomet 316	104	2000	1,95	82	41/50%	(ALVANDI-TABRIZI <i>et al.</i> , 2015)
		196	4000	1,94	75	37/50%	
		244	5200	1,96	83	5/10%	
Al99.5	Globocer grade	60	1425	1,85	50,3	24,5/50%	(KATONA <i>et al.</i> , 2019)
AlSi12			1425	1,85	114,4	32,2/50%	
cp-Al	Fly Ash	3 a 6	80	1,52	75,5	22,39/37%	(ZHANG <i>et al.</i> , 2016)
			160	1,43	39,7	17,23/53%	

Fonte: Autoria própria.

Para a análise das AMSFs produzidas neste trabalho, algumas considerações devem ser levadas em conta, como:

- Na espuma utilizando balões da malha 48, os balões apresentavam estrutura interna contendo fibras e células fechadas, além de relação de espessura de parede/diâmetro de $8,64 \times 10^{-3}$.
- Na espuma utilizando balões da malha 60, tais balões apresentavam estrutura interna contendo células fechadas e algumas fibras isoladas, além de relação de espessura de parede/diâmetro de $10,17 \times 10^{-3}$.

- Na espuma utilizando balões da malha 100, os balões possuem apenas estrutura contendo células fechadas, além de relação de espessura de parede/diâmetro de $11,62 \times 10^{-3}$.

Tendo em vista as discussões levantadas anteriormente, é esperado que com a diminuição da relação de espessura de parede/diâmetro, mantendo-se a densidade, a resistência mecânica da espuma sintática também diminua, conforme comportamento observado por Rohatgi *et al.* (2006). Essa constatação não foi possível de ser observada quando comparadas as espumas com balões de malha 100 e 48, onde ambas resistências mecânicas foram semelhantes devido às diferenças de morfologia interna dos balões. Além disso, os resultados apontam a ocorrência desse fato devido a presença de fibras na morfologia dos balões da malha 48, sendo essa a única divergência acentuada identificada no atual estudo.

A AMSF com balões da malha 60, comparada a com balões da malha 100, apresentou densidade e relação de espessura de parede/diâmetro menores, influenciando diretamente em uma diminuição da resistência mecânica, conforme comportamentos verificados nos trabalhos de Dou *et al.* (2007) e Zhang *et al.* (2016).

4.7 Mecanismos de deformação/colapso estrutural

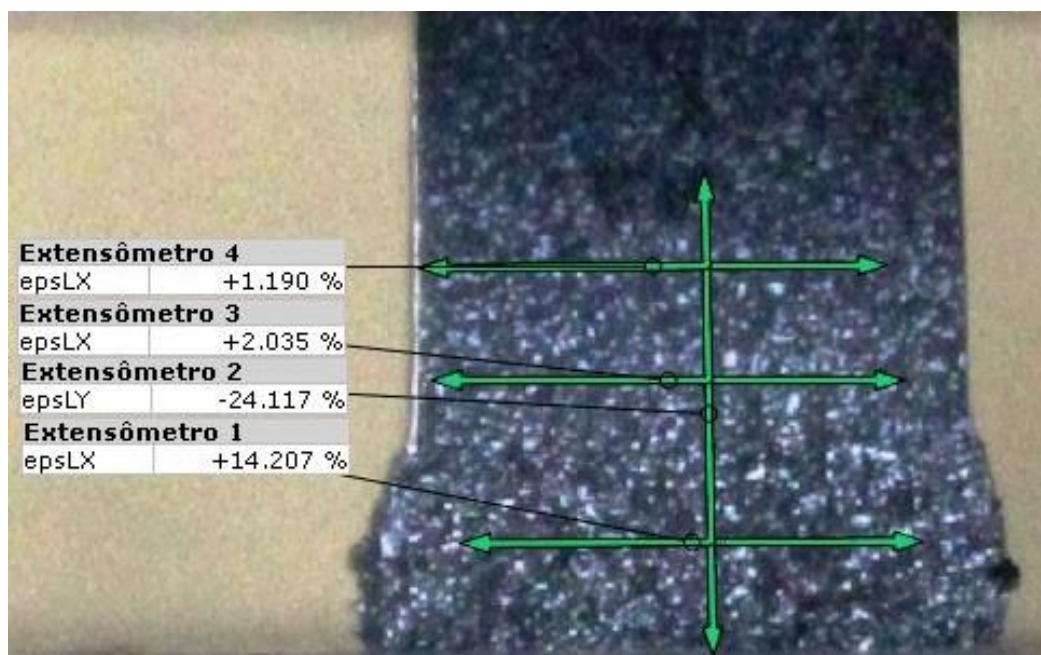
A verificação dos mecanismos de deformação plástica em espumas sintáticas que ocorrem de duas possíveis formas, a saber:

- Caso os balões sejam menos resistentes que a parede metálica, eles entram em colapso e dão espaço para as novas e necessárias acomodações do material, devido ao avanço das deformações.
- Outra possibilidade ocorre quando esses balões são mais resistentes que as paredes metálicas. Assim, eles mantêm sua integridade estrutural fazendo com que o material, que constitui as paredes metálicas da espuma, se deforme para acomodar as deformações impostas na amostra, podendo sofrer o fenômeno

de embarramento que se caracteriza pelo aumento da sessão transversal da amostra.

A análise de correlação de imagens via *software* GOM Correlate faz a verificação sob o comportamento obtido nas amostras analisadas.

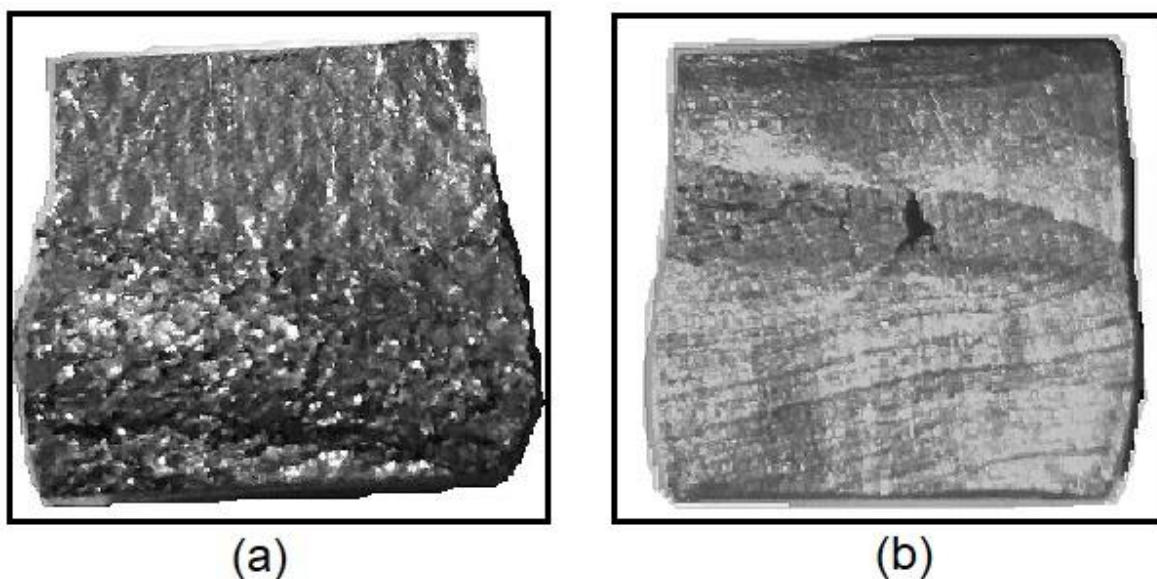
Figura 55 - Imagem obtida por análise de correlação de imagem via *software* GOM Correlate de uma amostra contendo uma camada de AMSF da malha 60, com uma deformação total de 24.117%, apresentando extensômetros virtuais nas direções X e Y.



Fonte: Autoria própria.

As amostras contendo uma camada de AMSF de malha 60 foram submetidas à compressão. Dessa forma, ambas camadas obtiveram sua secção transversal aumentada, sendo isso demonstrado pelo extensômetro virtual 1 na região da camada de AMSF e extensômetros 3 e 4 na região da camada de metal sólido apresentados na Figura 55, mesmo que não houvesse a total densificação dos poros.

Figura 56 - Amostras dos painéis sanduíche de malha 48(a) e malha 100(b) deformadas em 36,14% e 29,39%, respectivamente.



Fonte: Autoria própria.

As amostras contendo AMSF de malha 48 se comportaram de forma similar, ocorrendo um embarrilamento da camada de espuma conforme mostra a Figura 56(a). Porém, o ensaio foi finalizado pois se iniciou um escorregamento da parte superior e sólida da amostra pelo não paralelismo da faixa de espuma com os pratos da máquina de ensaios.

Já no caso da amostra ilustrada na Figura 56(b), que representa o comportamento dos painéis sanduíche com AMSFs da malha 100, a camada de espuma se mostrou mais resistente que o alumínio sólido, gerando maiores deformações no porção do alumínio, como foi demonstrado na Tabela 16. Cabe ressaltar, que o ensaio foi finalizado após o aparecimento de trincas macroscópicas na camada de espuma, que se deu de forma abrupta, demonstrando um comportamento frágil da camada, diferentemente das AMSFs das outras malhas estudadas. Os resultados sugerem que os balões *Fly Ash* da malha 100 são mais resistentes por consequência da maior razão entre a espessura de suas paredes e suas dimensões. Foi observado também que esses balões apresentaram menor número de defeitos de parede, o que garante suportarem maiores níveis de tensão compressiva.

4.7.1 Colapso estrutural da AMSF com balões da malha 60

Durante os ensaios de compressão das amostras contendo uma camada superior de alumínio sólido e outra inferior composta pela AMSF com balões da malha 60, foi notado que essa segunda camada sofreu maior deformação comparada à primeira. Os resultados mostraram deformações macroscópicas em ambas as camadas. Portanto, neste tópico serão analisadas a forma com que se deu o colapso em escala microscópica da camada de espuma.

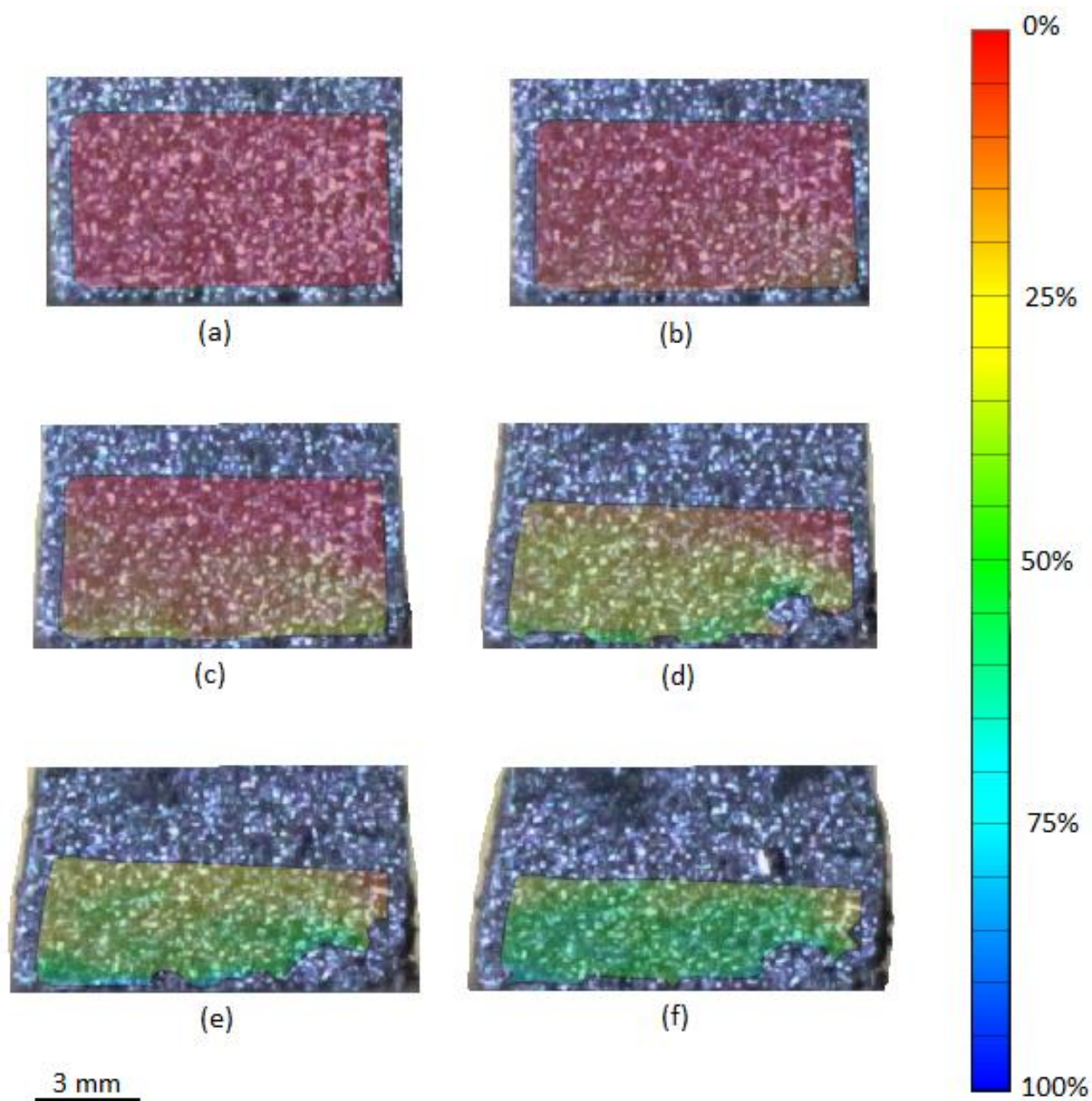
O estudo via *software* GOM Correlate, que quantifica o deslocamento relativo de um ponto para com outro, proporcionou que fossem gerados mapeamentos de deformações.

Esses mapeamentos permitiram compreender o comportamento de deformação macroscópico das amostras (Figura 57), mostrando que camadas próximas à superfície inferior da amostra foram relativamente mais deformadas ao longo do ensaio, sendo observado também, um maior embarrilamento dessas regiões.

Para que o fenômeno de colapso estrutural dos balões e paredes metálicas da AMSF com balões da malha 60 fosse entendido, também foram realizadas análises de MEV e microtomografia computadorizada de raios-x em amostras dessa espuma após realizados ensaios de compressão quase-estático.

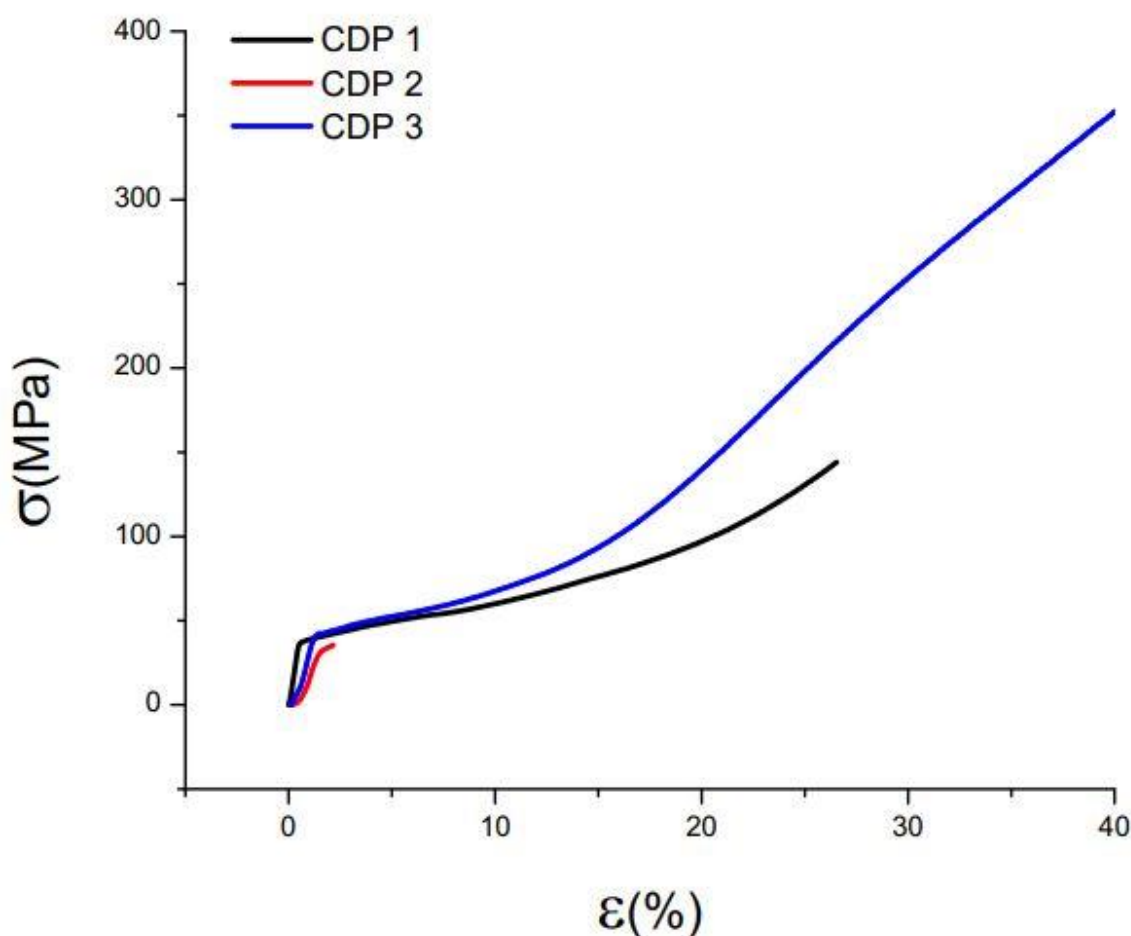
Embora as amostras apresentem deformações que são a somatória das deformações da porção de alumínio sólido e da porção de AMSF (conforme são exibidas as curvas tensão de engenharia versus deformação compressiva na Figura 58), para esse estudo serão consideradas apenas as deformações sofridas pela porção de espuma de três amostras, sendo essas porções das amostras CDP1, CDP2 e CDP3 deformadas em 3,35%, 30,9% e 81,87% respectivamente.

Figura 57 - Mapeamento de deformações localizadas via *software* GOM *Correlate* da região de AMSF de malha 60 do corpo de prova CDP1, com escala de deformação variando de 0% a 100% no canto direito, em diversos instantes do ensaio de compressão *quase-estático*: (a) $\epsilon=0\%$, (b) $\epsilon=4.74\%$, (c) $\epsilon=9.98\%$, (d) $\epsilon=25.76\%$, (e) $\epsilon=36.26\%$ e (f) $\epsilon=49.41\%$.



Fonte: Autoria própria.

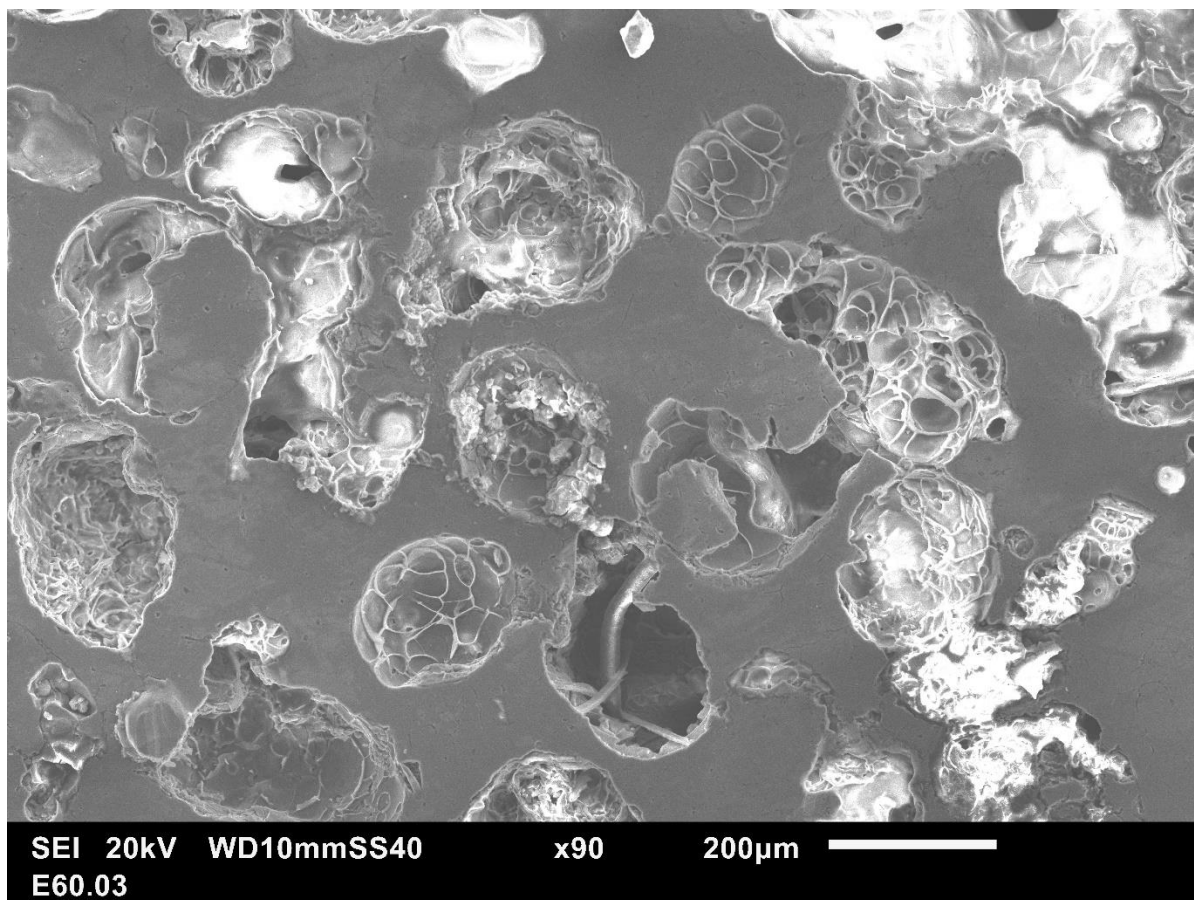
Figura 58 - Gráfico tensão de engenharia versus deformação compressiva de três corpos de prova (CDP) com espuma sintática com matriz da liga AA6351 e balões *Fly Ash* da malha 60, com diversas porcentagens de deformação.



Fonte: Autoria própria.

A camada de AMSF da amostra CDP2 apresentou uma deformação de 3,35% (ϵ) e sua microestrutura pode ser percebida pela micrografia da Figura 59. Embora a resistência à compressão dessa amostra tenha sido ultrapassada, como pode ser visto no gráfico tensão de engenharia versus deformação compressiva da Figura 58, não foram notadas trincas nas paredes dos balões *Fly Ash*. Tal fato possibilita a interpretação de que os balões possuem maior resistência à compressão que as paredes metálicas que os circundam. Portanto, pode-se afirmar que o mecanismo de deformação presente até esse momento foi referente à deformação plástica da parede metálica da espuma, possivelmente aliada a uma pequena deformação elástica dos balões.

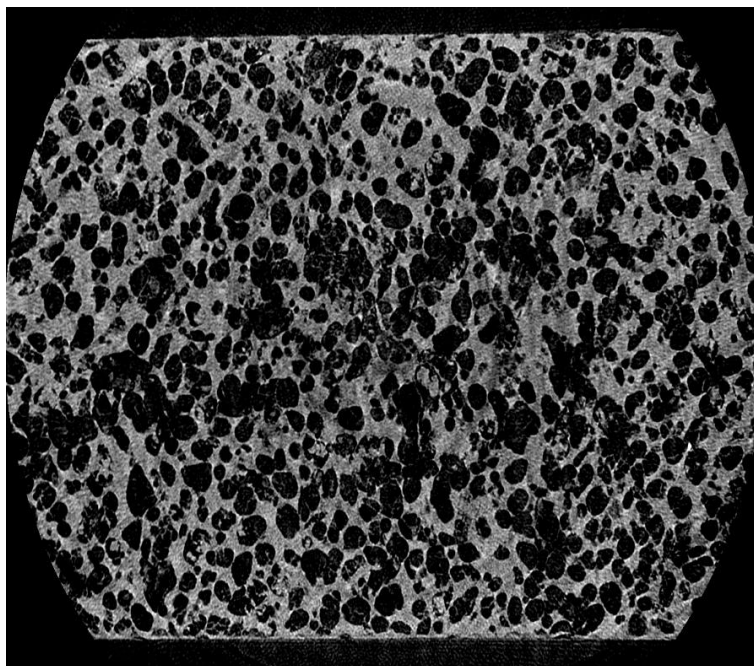
Figura 59 – MEV por elétrons secundários da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP2 com 3,35% de deformação compressiva.



Fonte: Autoria própria.

Nesse caso, a resistência a compressão da AMSF é determinada pela resistência das paredes metálicas. A menor espessura média de parede nessa amostra (conforme Tabela 19) justifica a menor resistência a compressão da CDP2 com relação a CDP1.

Figura 60 - Microtomografia computadorizada de raios-x de uma amostra da espuma sintática com balões malha 60, com $\epsilon=3,35\%$ de deformação compressiva.



Fonte: Autoria própria.

Da mesma maneira foram analisadas amostras da AMSF de malha 60 após serem deformadas pelo ensaio de compressão, a fim de que o comportamento de densificação dos poros fosse melhor entendido. A Figura 60 representa tipicamente uma vista superior de um quadro (*frame*) da amostra deformada em 3,35% que apresenta 51,54% de porcentagem de poros e espessura média de parede metálica de $66 \pm 33 \mu\text{m}$.

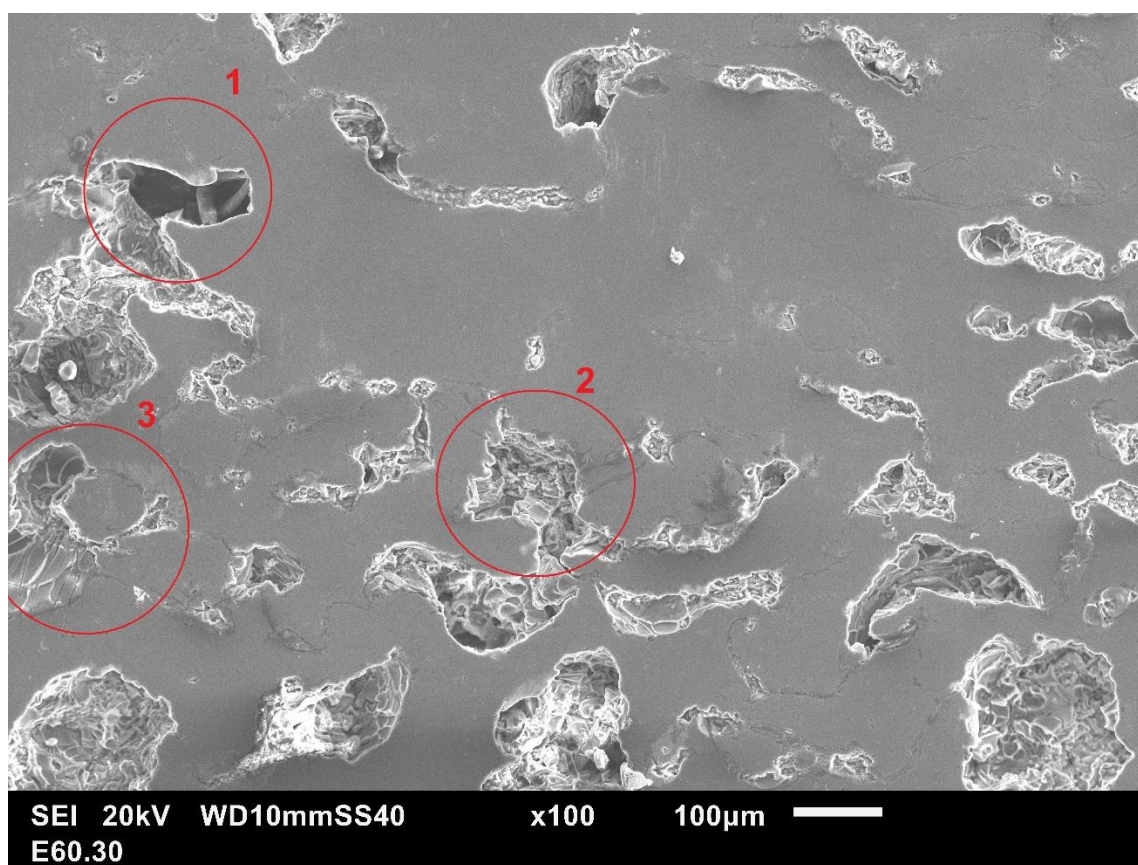
Tabela 19 - Resultados da análise de microtomografia das AMSFs de malha 60, com diversas porcentagens de deformação, contendo a porcentagem de poros e a espessura média das paredes metálicas que separam os balões.

Malha	Deformação (%)	Poros (%)	Espessura média de paredes (μm)
60	0	42,2	$0,136 \pm 0,045$
60	3,35	51,54	$0,066 \pm 0,031$
60	30,9	30,72	$0,044 \pm 0,015$
60	81,87	10,73	$0,045 \pm 0,012$

Fonte: Autoria própria.

Comparada com a espuma de malha 60 sem deformação analisada, a partir da análise de microtomografia de raios-x, foi possível concluir que a mesma possui um número maior de regiões com concentração de balões separados por paredes finas, como pode ser visto na Figura 60. Portanto, influenciando a porosidade total da amostra e a média da espessura de paredes, como pode ser visto na Tabela 19.

Figura 61 – MEV por elétrons secundários da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP1 com 30,9% de deformação compressiva.

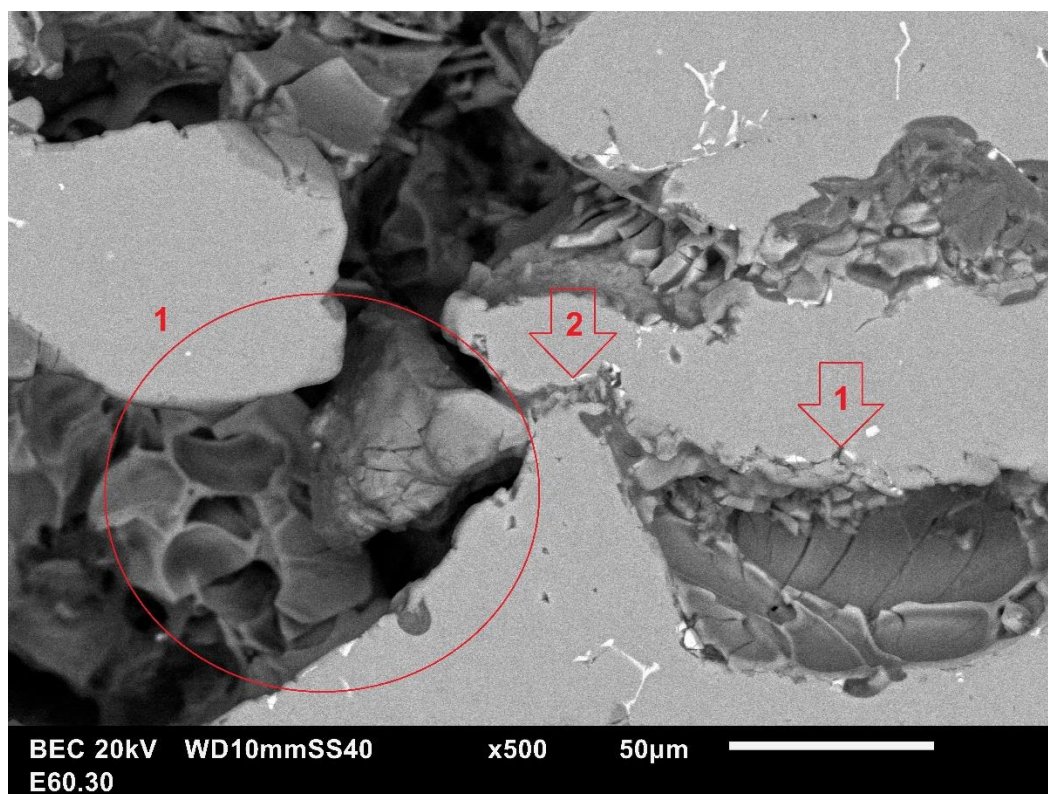


Fonte: Autoria própria.

Com a evolução das deformações foi notado um platô, onde a deformação avançou sem um aumento significativo da tensão, até uma deformação por volta de 15%. Posteriormente, a amostra apresentou característica típica de densificação com um maior aumento da tensão conforme as deformações avançam, o que normalmente é definida como um estágio onde os poros já foram fechados em espumas metálicas. Esse fenômeno típico não foi observado nas AMSFs analisadas, como pode ser observado na Figura 61.

Além disso, podem ser observados vários balões na Figura 61 que se comportaram de forma diferente uns dos outros. Por exemplo, o círculo 3 da Figura 61, que em seu centro compreende um balão que remanesceu íntegro e com suas paredes ainda aderidas às paredes metálicas. Em contrapartida, o balão destacado pelo círculo 2 teve suas paredes quebradas. Todavia, aparentemente o balão que assegurou maior porosidade foi o salientado pelo círculo 1, contendo fibras em seu interior.

Figura 62 - MEV da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP1 com 30,9% de deformação compressiva.



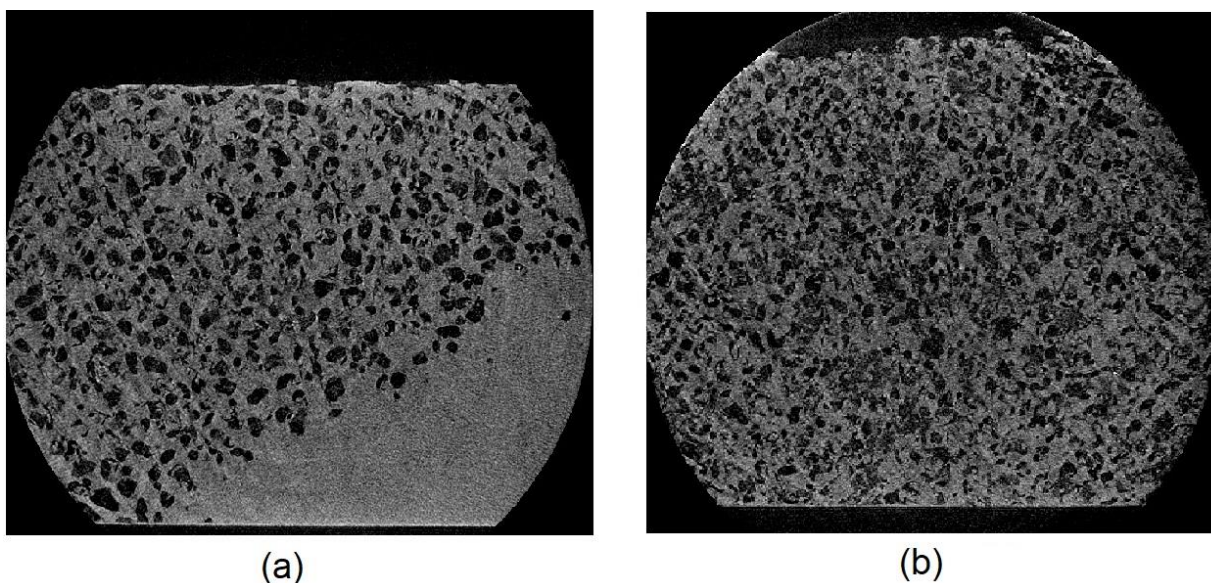
Fonte: Autoria própria.

Além das fibras, os resultados também mostram que mesmo após a fratura das paredes externas do balão, sua estrutura interna também auxilia no ancoramento do poro, impondo assim maior resistência para que ele seja colapsado. Como pode ser visto no interior do círculo um da Figura 62. Logo, a união desses dois fenômenos resultaram em uma maior resistência à evolução de deformações durante os ensaios de compressão.

Outro fenômeno observado na Figura 62 diz respeito ao avanço de fraturas que transpassa de um balão para o outro através das paredes metálicas da AMSF, sendo um exemplo apontado pela seta 2.

Ademais, como argumento à associação da resistência à compressão dos balões, ligada à relação entre espessura de parede e diâmetro, também foi constatada na Figura 62. Enquanto as paredes externas de balões maiores já haviam sido quebradas e destacadas da parede metálica, as de balões menores resistiam aderidas a elas, mesmo após a nucleação de várias trincas, conforme apontado pela seta 1.

Figura 63 - Microtomografia computadorizada de raios-x de uma amostra da espuma sintática com balões malha 60, com $\epsilon=30,90\%$ de deformação compressiva. (a) Região da interface da espuma com a liga de alumínio sólida. (b) Região da espuma próxima a interface em contato com o prato inferior da máquina de ensaio compressivo.

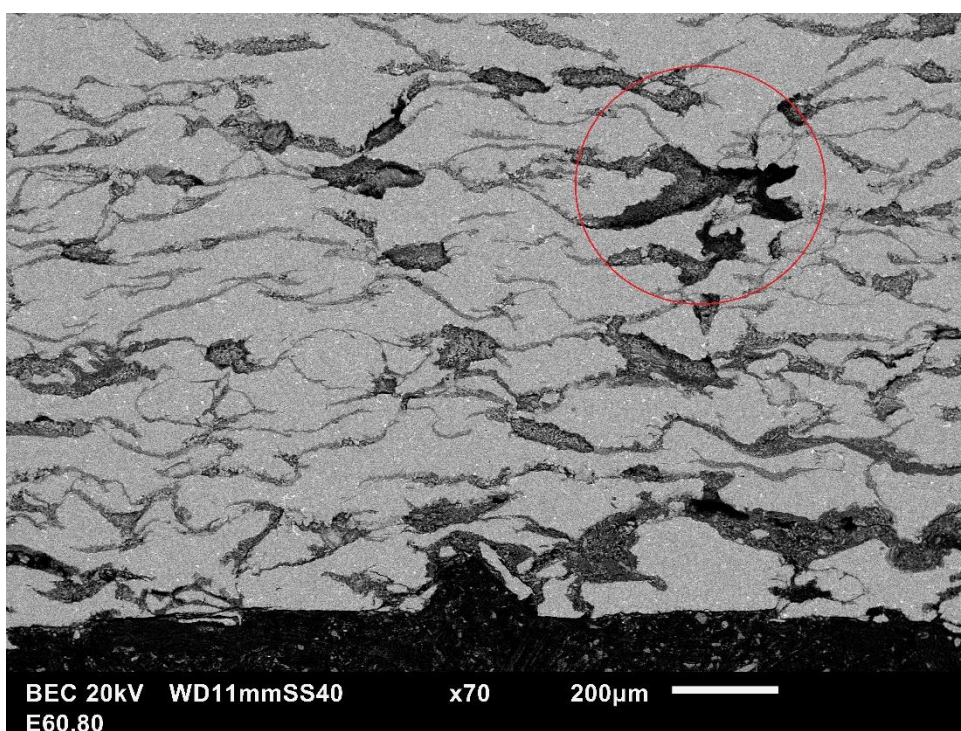


Fonte: Autoria própria.

Outro comportamento que pode ser observado é relativo aos níveis de deformações localizadas, a depender da distância que a porção observada se encontra dos pratos da máquina de ensaios. As Figura 63(a) e Figura 63(b) representam quadros (*frames*) ortogonais em relação à direção de compressão em alturas distintas de uma amostra de AMSF com 30,9% de deformação, estando a primeira próxima a camada sólida superior da amostra e a segunda mais próxima do prato inferior e fixo da máquina de ensaios. Assim sendo, os poros contidos na

primeira imagem possuem maior integridade de forma que os da segunda, comparados ao seu estado não deformado. Portanto, pode-se concluir que regiões da camada de espuma mais próximas ao metal sólido da amostra sofreram menores níveis de deformação, fato confirmado quando observado o mapeamento das deformações localizadas durante o ensaio de compressão.

Figura 64 - MEV da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP3 com 81,87% de deformação compressiva.



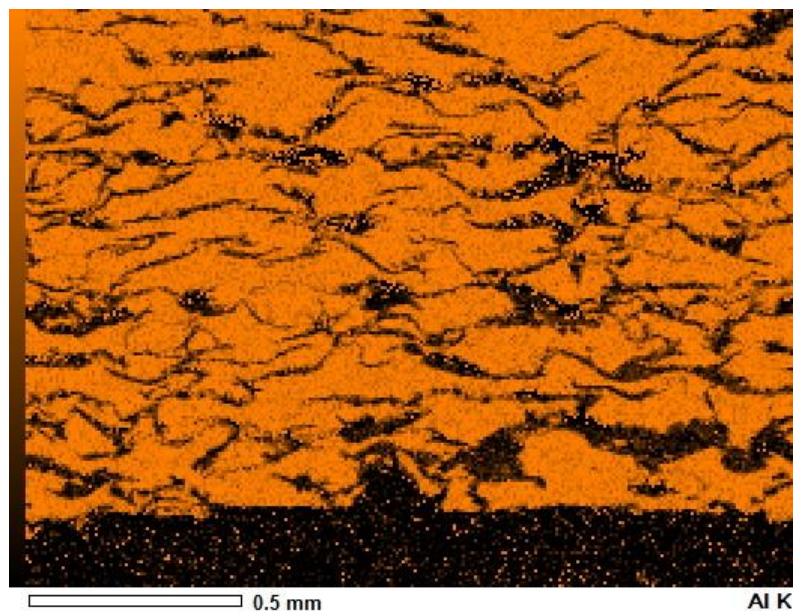
Fonte: Autoria própria.

Já a Figura 64 representa a microestrutura da AMSF com balões da malha 60 e com deformação de 81,87% (ϵ). Mesmo com esse nível de deformação a amostra ainda apresentou, mais de 10% em porosidade segundo a análise de microtomografia de raios-x, reforçando o argumento de que os balões *Fly Ash* da malha 60, utilizados para a produção da espuma, possuem elevada resistência à compressão. Assim, permitindo altas porcentagens de deformação no compósito, que serão refletidas positivamente na capacidade de absorção de energia mecânica do material.

Dessa maneira, com a intenção de destacar os balões que já haviam sido colapsados e densificados, foi gerado um mapeamento da concentração de alumínio,

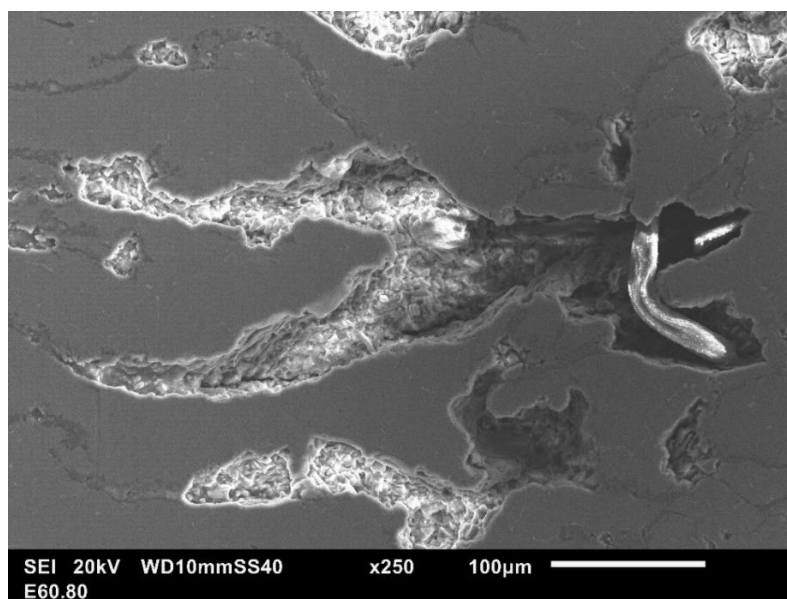
(Figura 65) na região observada na Figura 64, que releva a baixa porcentagem de alumínio nas regiões mais escuras dessa imagem.

Figura 65 - Mapeamento da concentração de alumínio via EDS da região da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP3 com 81,87% de deformação compressiva demonstrada na Figura 63.



Fonte: Autoria própria.

Figura 66 – MEV por elétrons secundários da AMSF com balões da malha 60 da amostra CDP3 com 81,87% de deformação compressiva.

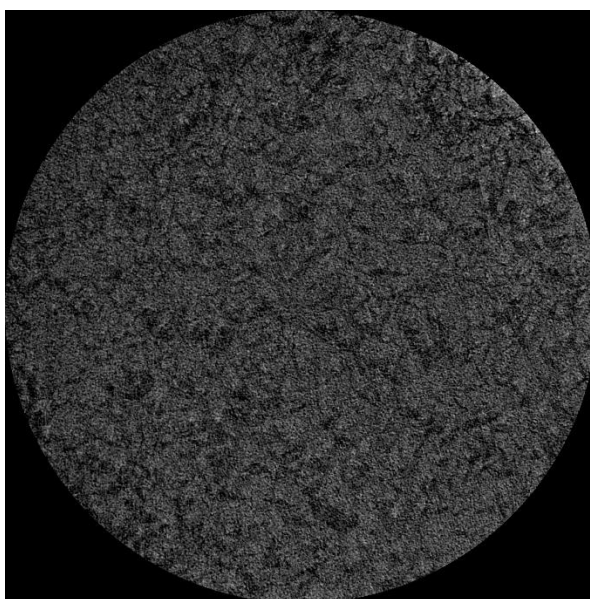


Fonte: Autoria própria.

Apesar de não ser possível a identificação visual de poros na Figura 67, a AMSF ainda apresenta 10,73% de porosidade, mesmo após uma deformação de

81,87%. Nesse momento do ensaio de compressão, não somente a porção de AMSF havia se deformado, mas também a porção sólida da liga de alumínio sofrera embarrilamento, levando a crer que alguns balões, ou a estrutura interna deles, apresentam maior resistência à compressão que a própria liga metálica.

Figura 67 - Microtomografia computadorizada de raios-x de uma amostra da espuma sintática com balões malha 60, com $\epsilon=81,89\%$ de deformação compressiva.



Fonte: Autoria própria.

Por fim, os resultados demonstraram que os balões que possuem fibras ou estrutura interna garantem maior resistência à compressão para a AMSF. Um exemplo, para essa afirmação, pode ser constatado na Figura 66, onde uma fibra aparentemente deformada ancora as paredes opostas de um poro, evitando que o mesmo se densifique. Também é observado, na parte superior dessa Figura 66 que poros de menor dimensão persistem assegurando porosidade à espuma deformada.

5. CONCLUSÕES

Neste trabalho pode-se constatar a importância do estudo termodinâmico da liga metálica empregada em processos de tixoinfiltração, sendo possível a determinação dos intervalos de trabalho e o comportamento da transformação de fases sólidas para líquidas.

Outro ponto importante diz respeito à preparação de amostras para testes de compressão, que conforme foi constatado, processos convencionais de usinagem e corte não danificam a estrutura dos balões cerâmicos das AMSFs.

As espumas sintáticas com matriz de alumínio estudadas anteriormente apresentaram balões inteiramente ociosos e sem estrutura interna, diferentemente das apresentadas nesse trabalho, cujos balões possuem paredes internas e fibras que constataram maior resistência a compressão dos mesmos, possibilitando a permanência de vazios internos na estrutura do compósito mesmo a altas deformações, como foi verificado por análises de microtomografia. Enfim, materiais porosos com esse tipo de balões não foram encontrados na literatura.

No caso da AMSF com balões da malha 60, uma porosidade de aproximadamente 10% foi encontrada em uma camada de espuma com deformação superior a 80%, o que demonstra a capacidade dessa espuma em absorver energia mecânica mesmo com deformações desse nível.

Considerando as condições empregadas, os resultados das análises realizadas nesse trabalho ainda revelam que:

1. A sensibilidade à transformação da fase sólida para a líquida da liga AA6351 é acentuada, dificultando o controle das frações líquidas durante o processo.
2. Através de análises de MEV foram estudadas morfologia e dimensões dos balões.
3. Foram definidos parâmetros e comprovada a viabilidade do processo de tixoinfiltração da liga AA6351 na pré-forma de balões *Fly Ash*.
4. As espumas obtidas foram avaliadas quanto sua qualidade, e verificou-se a boa distribuição dos balões na matriz metálica e seu total envolvimento por ela.

5. Com base nos resultados de microtomografia computadorizada de raios-x foi possível aferir a espessura média de paredes metálicas da espuma, bem como sua porosidade.
6. Foram aferidas as propriedades mecânicas dos compósitos obtidos e constatado que os balões da malha 60 geraram a camada de espuma mais espessa e paralela ao plano ortogonal à aplicação da força de infiltração e, juntamente com o comportamento dúctil dessa AMSF, foram permitidas porcentagens de deformação maiores que 80%, o que naturalmente proporcionam maior absorção de energia.
7. Mesmo após aproximadamente 30% de deformação longitudinal e 15% latitudinal, a porosidade da espuma com balões da malha 60 se manteve em 30%, que demonstra a capacidade de muitos balões em suportar tensões mais elevadas que as paredes metálicas que os circundam, principalmente aqueles que apresentaram fibras em seu interior.

6. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alvandi-Tabrizi, Y., Whisler, D. A., Kim, H., & Rabiei, A. (2015). High strain rate behavior of composite metal foams. *Materials Science and Engineering A*, 631. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.02.027>
- ASHBY, M.F.; EVANS, A.G.; FLECK, N.A.; GIBSON, L.J.; HUTCHINSON, J. W. and H. N. G. W. (2000). *Metal Foams: a Design Guide*. 264. [https://doi.org/10.1016/S0261-3069\(01\)00049-8](https://doi.org/10.1016/S0261-3069(01)00049-8)
- Atkinson, H. V. (2005). Modelling the semisolid processing of metallic alloys. *Progress in Materials Science*, 50(3), 341–412. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2004.04.003>
- Banhart, J. (2001). Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. *Progress in Materials Science*, 46(6), 559–632. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(00\)00002-5](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(00)00002-5)
- Banhart, J. (2007). Metal Foams — from Fundamental Research to Applications. *Frontiers in the Design of Materials (Series in Metallurgy and Materials Science)*, 1–11. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(00\)00002-5](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(00)00002-5)
- Birla, S., Mondal, D. P., Das, S., Khare, A., & Singh, J. P. (2017). Effect of cenosphere particle size and relative density on the compressive deformation behavior of aluminum-cenosphere hybrid foam. *Materials & Design*, 117, 168–177. <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2016.12.078>
- Chandra Kandpal, B., Kumar, J., & Singh, H. (2018). Manufacturing and technological challenges in Stir casting of metal matrix composites— A Review. *Materials Today: Proceedings*, 5(1), 5–10. <https://doi.org/10.1016/J.MATPR.2017.11.046>
- Daoud, A. (2009). Effect of strain rate on compressive properties of novel Zn12Al based composite foams containing hybrid pores. *Materials Science and Engineering A*, 525(1–2), 7–17. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.05.038>
- Dou, Z. Y., Jiang, L. T., Wu, G. H., Zhang, Q., Xiu, Z. Y., & Chen, G. Q. (2007). High strain rate compression of cenosphere-pure aluminum syntactic foams. *Scripta Materialia*, 57(10), 945–948. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.07.024>
- Enginsoy, H.M., Gatamorta, F., Bayraktar, E., Robert, M.H., Miskioglu, I.(2019). Experimental and numerical study of Al-Nb2Al composites via associated procedure of powder metallurgy and thixoforming. *Composites Part B*. 162. 397-410.
- Flemings, M.C.; Behavior of metal alloys in the semisolid state. *Metall. Trans. A* 1991, 22, 957-981
- Gatamorta, F. Obtenção de espumas sintáticas da liga AA2011 a partir do metal no estado semi-sólido e sua caracterização metalúrgica / Fábio Gatamorta. - Campinas, SP: [s.n.], 2009

- Gatamorta, Fábio, 1973-G161. Produção e caracterização de materiais celulares metálicos com distintas configurações de poros, por metalurgia do pó / Fábio Gatamorta. – Campinas, SP : [s.n.], 2017.
- Gatamorta, F., Silva, H. G., Robert, M. H., (2009). Estudo do Processo de Fabricação de Material Celular por Infiltração de Al em Pré-formas Porosas. V Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação.
- Gatamorta, F., Bayraktar, E., Robert, M.H.(2015). Preliminary Study on the Production of Open Cells Aluminum Foam by Using Organic Sugar as Space Holders. Composite, Hybrid, and Multifunctional Materials, Volume 4: Proceedings of the 2014 Annual Conference on Experimental and Applied Mechanics, Conference Proceedings of the Society for Experimental Mechanics Series, DOI 10.1007/978-3-319-06992-0_2, # The Society for Experimental Mechanics, Inc. 2015
- Jinan, Wei & Santos, José & Padilha, Angelo. (2017). CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL DE TUBO EXTRUDADO DA LIGA DE ALUMÍNIO AA 6351. 64-74. 10.5151/1983-4764-30153
- Kádár, C., Máthis, K., Orbulov, I. N., & Chmelík, F. (2016). Monitoring the failure mechanisms in metal matrix syntactic foams during compression by acoustic emission. *Materials Letters*, 173, 31–34. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.02.102>
- Kanth, U. R., Rao, P. S., & Krishna, M. G. (2018). Mechanical behaviour of fly ash/SiC particles reinforced Al-Zn alloy-based metal matrix composites fabricated by stir casting method. *Journal of Materials Research and Technology*. <https://doi.org/10.1016/J.JMRT.2018.06.003>
- Katona, B., Szlancsik, A., Tábi, T., & Orbulov, I. N. (2019). Compressive characteristics and low frequency damping of aluminium matrix syntactic foams. *Materials Science and Engineering: A*, 739, 140–148. <https://doi.org/10.1016/J.MSEA.2018.10.014>
- Kutchko, B. G., & Kim, A. G. (2006). Fly ash characterization by SEM–EDS. *Fuel*, 85(17), 2537–2544. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2006.05.016>
- L. Natrayan, M. S. K. (2018). *Study on Squeeze Casting of Aluminum Matrix Composites - A Review*. <https://doi.org/10.1007/978-3-319-76276-0>
- Liu, D., Atkinson, H. V., & Jones, H. (2005). Thermodynamic prediction of thixoformability in alloys based on the Al-Si-Cu and Al-Si-Cu-Mg systems. *Acta Materialia*, 53(14), 3807–3819. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.04.028>
- Luong, D. D., Strbik, O. M., Hammond, V. H., Gupta, N., & Cho, K. (2013). Development of high performance lightweight aluminum alloy/SiC hollow sphere syntactic foams and compressive characterization at quasi-static and high strain rates. *Journal of Alloys and Compounds*, 550, 412–422. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.10.171>
- Májlinger, K., & Orbulov, I. N. (2014). Characteristic compressive properties of hybrid metal matrix syntactic foams. *Materials Science and Engineering A*, 606, 248–

256. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.03.100>

- Majkut L. Free and forced vibration of Timoshenko beams described by single difference equation. *J Theor Appl Mech.* 2009;47(1):193–210
- Májlinger K, Bozóki B, Kalácska G, Keresztes R, Zsidai L. Tribological properties of hybrid aluminum matrix syntactic foams. *Tribol Int* 2016;99:211–23. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2016.03.032>
- Májlinger K. Wear properties of hybrid AlSi12 matrix syntactic foams. *Int J Mater Res* 2015;106:1165–73. <https://doi.org/10.3139/146.111290>
- Matsunaga, T., Kim, J. ., Hardcastle, S., & Rohatgi, P. . (2002). Crystallinity and selected properties of fly ash particles. *Materials Science and Engineering: A*, 325(1), 333–343. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01466-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01466-6)
- Mechanical testing of metals – Ductility testing – Compression test for porous and cellular metals. ISO 13314:2011
- Mondal, D. P., Das, S., Ramakrishnan, N., & Uday Bhasker, K. (2009). Cenosphere filled aluminum syntactic foam made through stir-casting technique. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 40(3), 279–288. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2008.12.006>
- Orbulov, I. N., & Dobránszky, J. (2008). Producing metal matrix syntactic foams by pressure infiltration. *Periodica Polytechnica Mechanical Engineering*, 52(1), 35. <https://doi.org/10.3311/pp.me.2008-1.06>
- Orbulov, I. N., Kemény, A., Filep, Á., & Gács, Z. (2019). Compressive characteristics of bimodal aluminium matrix syntactic foams. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 124, 105479. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2019.105479>
- Orbulov, I. N., Ginzler, J.(2012). Compressive characteristics of metal matrix syntactic foams. *Composites: Part A* 43, 553-561.
- Orbulov IN, Májlinger K. Characterisation of hybrid metal matrix syntactic foams. *Mater Sci Forum* 2015;812:219–25. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.812.219>.
- Pandey, A., Birla, S., Mondal, D. P., Das, S., & Ch, V. A. N. (2018). Compressive deformation behavior and strain rate sensitivity of Al-cenosphere hybrid foam with mono-modal, bi-modal and tri-modal cenosphere size distribution. *Materials Characterization*, 144, 563–574. <https://doi.org/10.1016/J.MATCHAR.2018.08.011>
- Robert, M. H., Gatamorta, F., Weise, J. (2012). Manufacture of metallic syntactic foams by thixoinfiltration. Conference: Proceedings of the International Conference on Cellular Materials CELLMATT'2012, At Dresden - Germany.
- Robert, M. H., Jorge, A. F., Gatamorta, F., Silva, R. R.(2010). Thixoinfiltration: a new approach to produce cellular and other low density metallic materials. *Journal of*

achievements in materials and manufacturing engineering. Volume 40, Issue 2, June 2010.

- Rohatgi, P. K., Kim, J. K., Gupta, N., Alaraj, S., & Daoud, A. (2006). Compressive characteristics of A356/fly ash cenosphere composites synthesized by pressure infiltration technique. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 37(3), 430–437. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESA.2005.05.047>
- Rohatgi, P. K., Gupta, N., Schultz, B. F, Luong D. D.(2011). The Synthesis, compressive properties, and applications of metal matrix Syntactic foams. *Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*. Vol 63 No. 2.
- Szlanicsik, A., Katona, B., Dombóvári, Z., & Orbulov, I. N. (2017). On the effective Young's modulus of metal matrix syntactic foams. *Materials Science and Technology (United Kingdom)*, 33(18), 2283–2289. <https://doi.org/10.1080/02670836.2017.1374497>
- Tao, X. F., Zhang, L. P., & Zhao, Y. Y. (2009). Al matrix syntactic foam fabricated with bimodal ceramic microspheres. *Materials and Design*, 30(7), 2732–2736. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2008.11.005>
- Vogiatzis, C. A., Tsouknidas, A., Kountouras, D. T., & Skolianos, S. (2015). Aluminum–ceramic cenospheres syntactic foams produced by powder metallurgy route. *Materials & Design*, 85, 444–454. <https://doi.org/10.1016/J.MATDES.2015.06.154>
- Xia, X., Chen, X., Zhang, Z., Chen, X., Zhao, W., Liao, B., & Hur, B. (2014). Compressive properties of closed-cell aluminum foams with different contents of ceramic microspheres. *Materials and Design*, 56, 353–358. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2013.11.040>
- Zhang, B., Lin, Y., Li, S., Zhai, D., & Wu, G. (2016). Quasi-static and high strain rates compressive behavior of aluminum matrix syntactic foams. *Composites Part B: Engineering*, 98, 288–296. <https://doi.org/10.1016/J.COMPOSITESB.2016.05.034>
- Zoqui, E.J. (2014). Alloys for Semisolid Processing. *Comprehensive Materials Processing*, 163–190. <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-096532-1.00520-3>
- Zoqui, Eugênio José, Benati, D. M., Proni, C. T. W., & Torres, L. V. (2016). Thermodynamic evaluation of the thixoformability of Al-Si alloys. *Calphad: Computer Coupling of Phase Diagrams and Thermochemistry*, 52, 98–109. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2015.12.006>
- Zoqui, Eugênio José, & Naldi, M. A. (2011). Evaluation of the thixoformability of the A332 alloy (Al-9.5 wt%Si-2.5 wt%Cu). *Journal of Materials Science*, 46(23), 7558–7566. <https://doi.org/10.1007/s10853-011-5730-2>
- Zhu H, Couper MJ, Dahle AK. Effect of process variables on Mg-Si particles and extrudability of 6xxx series aluminum extrusions. *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*. 2011;63(11):66-71