

EDUARDO OSHIRO

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMAS METÁLICAS COM  
MATRIZ DE AL POR UMA ROTA DE METALURGIA DO PÓ**

São Paulo  
2007

EDUARDO OSHIRO

**PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMAS METÁLICAS COM  
MATRIZ DE AL POR UMA ROTA DE METALURGIA DO PÓ**

Trabalho de formatura apresentado à  
Escola Politécnica da Universidade de  
São Paulo.

Área de concentração: Engenharia  
Metalúrgica e de Materiais

Orientador: Prof. Dr. Hélio Goldenstein

São Paulo  
2007

## **PRODUÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE ESPUMAS METÁLICAS COM MATRIZ DE AL POR UMA ROTA DE METALURGIA DO PÓ**

### **Resumo**

Este projeto visa o estudo da formação de espumas metálicas utilizando as técnicas da metalurgia do pó. As peças são produzidas a partir de alumínio em pó com adição de hidreto de titânio como agente espumante. O processo envolve compactação, extrusão e posterior tratamento térmico para espumação. O material conta com alumina como reforço, sendo esta produzida por reação in situ entre alumínio e óxido de cobre ou sílica. O processo de fabricação e as propriedades destas espumas serão objetos de estudo, visto o potencial destes materiais em diversas aplicações aeroespaciais e automotivas, como absorção de impacto, ou em uso como isolamento acústico.

**Palavras-chave:** espumas metálicas, alumínio, metalurgia do pó.

## **PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF AL MATRIX METALLIC FOAMS BY A POWDER METALLURGY ROUTE**

### **Abstract**

This project aims to study the formation of metallic foams by a powder metallurgy route. The specimens are produced with aluminum in addition of titanium hydrate as foaming agent. The process involves compaction, extrusion and annealing for foaming. The material is reinforced with alumina, produced by an in-situ reaction between aluminum and copper oxide or silica. The fabrication and properties of this material will be studied, since their aerospace and automotive applications, impact absorption or acoustic isolation.

**Keywords:** metallic foam, aluminum, powder metallurgy.

## SUMÁRIO

1. Introdução .....	6
1.1 Produção de Espumas Metálicas .....	11
1.1.1 Espumação por injeção de gás (Hydro/Alcan) .....	11
1.1.3 Espumação por agentes espumantes (Alporas) .....	12
1.1.4 Solidificação de eutético sólido-gás (Gasar) .....	12
1.1.5 Agentes espumantes com retardo (FORMGRIP) .....	13
1.1.6 Rotas baseadas em metalurgia do pó.....	14
1.1.7 Técnicas de deposição e infiltração .....	15
1.1.8 Laminação sucessiva.....	15
1.2 Estabilidade de espumas metálicas.....	16
2. Objetivos .....	19
3. Materiais e Métodos .....	19
3.1 Materiais utilizados .....	19
3.2 Processo proposto.....	20
3.3 Plano de trabalho.....	21
3.4 Equipamento utilizado.....	22
3.4.1 Calibração da prensa .....	23
3.4.2 Calibração do forno de aquecimento da prensa.....	27
4. Resultados e Discussão.....	28
4.1 Experimento preliminar .....	28
4.2 Experimentos com compactação seguida de extrusão.....	29
5. Considerações futuras .....	40
6. Conclusões.....	41
7. Referências bibliográficas .....	43
ANEXO A .....	45

## 1. Introdução

A busca pela melhora é uma constante em todos os setores. Os materiais entram nesta busca por serem capazes de oferecer um melhor conjunto de propriedades para os produtos, podendo assim contribuir para essa evolução. Ganham espaço também os materiais capazes de oferecer não apenas uma, mas um conjunto de propriedades, fazendo com que características antes contraditórias sejam combinadas. Por exemplo, na indústria automobilística, a procura se concentra em materiais que tenham reduzido peso juntamente com resistência mecânica. Isso traz uma conseqüente redução no consumo de combustível, gasto de materiais em estruturas, impactando em uma melhora no desempenho. Outro fator importante na escolha do material é a segurança, para proteção dos viajantes do veículo.

As espumas metálicas (Figura 01) são materiais que se enquadram nesta característica de união de várias propriedades. Comparado aos materiais maciços, as espumas são deformáveis, mais leves, absorvem impacto em todas as direções, além de eficiência em absorção de som, vibração e blindagem eletromagnética. Comparado aos polímeros, os metais são mais rígidos e suportam maiores temperaturas de trabalho, enquanto as cerâmicas são demasiadas frágeis<sup>(01)</sup>.

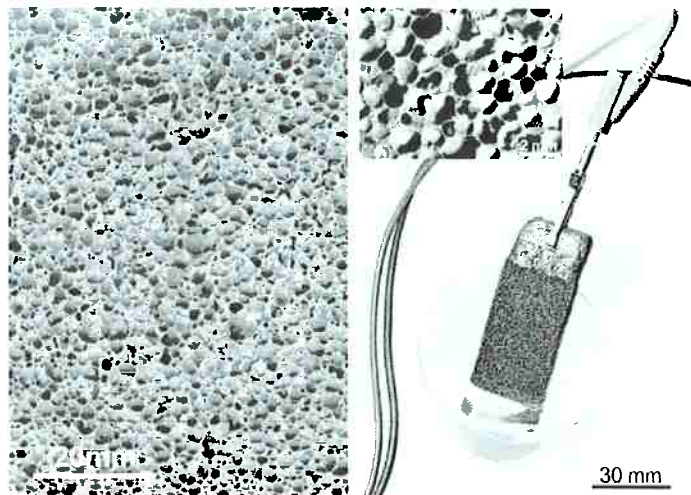


Figura 01 – Exemplos de espumas metálicas: (esquerda) espuma de alumínio<sup>(02)</sup>; (direita) eletrodo de espuma de chumbo<sup>(03)</sup>

Embora ainda não estejam largamente empregados na indústria, as propriedades destes novos materiais os tornam candidatos para utilizações

futuras. As condições para que determinada espuma seja adequada para cada aplicação pode ser resumida nos seguintes fatores<sup>(02)</sup>:

- Morfologia: tipo de porosidade necessária (aberta ou fechada), nível de porosidade, tamanho dos poros e superfície total do material celular. Dependendo da aplicação, é necessária morfologia de poros abertos para que algum fluido passe através da espuma (caso dos trocadores de calor) ou de poros fechados, para aplicações estruturais de aplicação de carga. A figura 02 mostra exemplos de mais aplicações dependentes da morfologia:

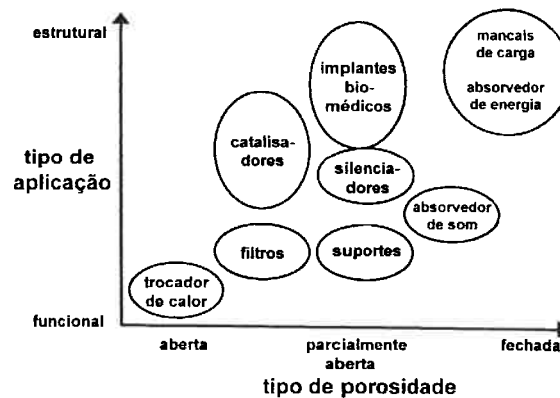


Figura 02 – diversas aplicações segundo a porosidade<sup>(02)</sup>

- Metalurgia: metal, liga ou microestrutura requerida. Em aplicações estruturais, a espuma deve ser preferencialmente de um metal pouco denso para o componente se tornar mais leve que seu similar maciço; em aplicações médicas, a biocompatibilidade é requisito e ligas de titânio são preferidas.

- Processamento: possibilidade de dar a forma necessária à espuma, podendo ser desde uma forma de chapa até o preenchimento de uma cavidade oca complexa. Deve ser considerada também a compatibilidade para onde a peça será encaixada e colocada em uso.

- Custo: custo da produção e viabilidade para produção em larga escala.

As espumas podem não só ser aplicadas na sua forma pura, mas também em conjunto com outros. Existe a possibilidade do uso como um material complementar, por exemplo, atuando como preenchimento e reforço de estruturas tubulares<sup>(04)</sup> ou formando placas, onde as faces podem ser constituídas de uma chapa fina e resistente de aço ou alumínio, com o meio preenchido por espuma. Embora já existam processos estudados e patenteados, o desenvolvimento e o completo entendimento da correlação



fabricação. Foi testada um cone da ponta de um veículo para lançamento de satélite, o cone 3936 do Ariane 5 (Figura 04)<sup>(07)</sup>.

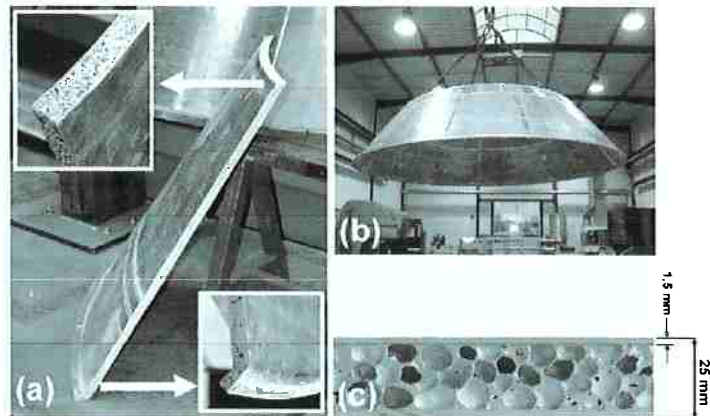


Figura 04 – Cone 3936 do Ariane 5

Os materiais sanduíche são comumente usados na indústria aeroespacial. As estruturas sanduíche utilizadas atualmente são compostas de diversas camadas presas por adesivos, o que inviabiliza qualquer processo que envolva calor, como a soldagem. A montagem então deve ser feita através de parafusos, rebites ou adesivos. Ainda devido a sua estrutura, estes materiais têm que ser fabricados já na sua forma final, não permitindo retrabalho e aumentando os custos de produção. Já as espumas foram produzidas através de compactação e laminação de pós, podendo ser aplicados técnicas de encurvamento por laminação, estampagem e usinagem. Os painéis foram unidos através de soldagem TIG.

Fora do campo das aplicações estruturais, pode-se dar um exemplo de aplicação funcional de um aquecedor elétrico, que usa uma espuma de poros abertos de liga Fe-Cr-Al (Figura 05)<sup>(08)</sup>.

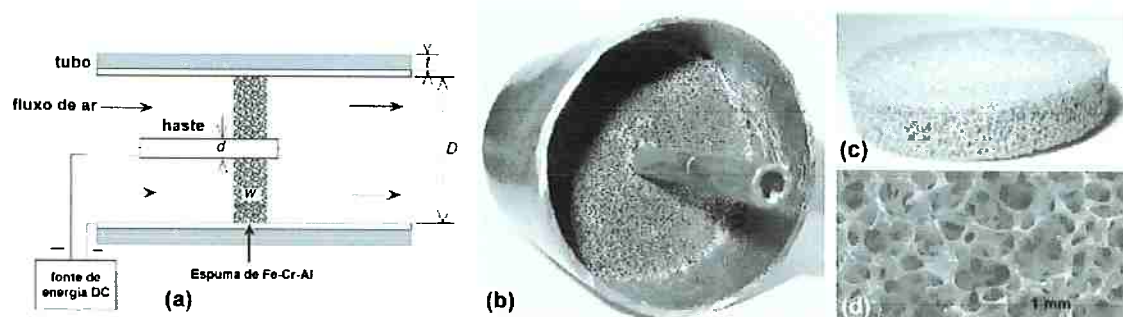


Figura 05 – aquecedor elétrico com resistência de espuma metálica (a) Corte esquemático mostrando as partes do aquecedor (b) vista do aquecedor montado (c) Disco de espuma antes da usinagem (d) Aspecto microestrutural da espuma

Neste aquecedor, uma fonte de energia elétrica aquece o disco feito de espuma metálica, enquanto um fluxo de ar o atravessa. A espuma, funcionando como uma resistência, aquece o fluxo de ar. A vantagem é o aproveitamento da grande área superficial apresentada pela espuma, que sendo de uma liga metálica, permite o trabalho a altas temperaturas.

Outro exemplo de aplicação funcional é na absorção de som (Figura 06). Em comparação com materiais tradicionais usados para este fim, como as fibras de vidro, as espumas metálicas apresentam algumas vantagens, como a não necessidade de elementos de auxílio à estrutura e fixação, dada sua resistência, não absorve umidade e é um material não combustível<sup>(09)</sup>.



Figura 06 – placas para absorção de som dentro de um túnel<sup>(09)</sup>

As espumas metálicas, apesar de bastante estudadas nos últimos anos, as pesquisas sobre sua produção não são recentes. Em 1948, Sosnick<sup>(10)</sup> patenteou uma rota para produção destes materiais, partindo da mistura de metais com alto e baixo ponto de fusão. Um exemplo dado foi a mistura de alumínio com mercúrio (90 e 10% em peso respectivamente) e elevação da temperatura a altas pressões, impedindo a vaporização do mercúrio. Este material era então retirado para um ambiente de baixa pressão e devido a vaporização do mercúrio formava-se uma espuma. Outras misturas descritas são de ferro com magnésio ou zinco (de 1 a 20%). Embora estas e outras patentes advindas dos anos 50 e 60, o grande interesse pelas espumas metálicas começou no fim dos anos 80, quando centros de pesquisa de todo o mundo começaram a focar o assunto.

## **1.1 Produção de Espumas Metálicas**

A produção de espumas metálicas segue diferentes rotas, e cada uma apresenta particularidades que tornam o produto final diferente e permitem a obtenção de propriedades diversas. Diferentes processos de produção não são necessariamente concorrentes, uma vez que cada um tem sua vantagem. As rotas de metal líquido são mais apropriadas para a produção de chapas e grandes estruturas, enquanto que as rotas de metalurgia do pó produzem peças de preenchimento e de geometrias mais complexas. Os métodos descritos a seguir se referem a processos já estudados e concentram-se principalmente na produção de espumas de poros fechados, ou seja, de poros não interconectados, assumindo uma configuração similar a bolhas. Todos eles se baseiam em colocar o gás dentro do metal, podendo ser através da injeção no metal ainda no estado líquido ou usando agentes espumantes. A seguir são descritos alguns dos processos já conhecidos para produção das espumas.

### **1.1.1 Espumação por injeção de gás (Hydro/Alcan)**

Este processo se baseia na idéia da injeção de gás dentro do metal líquido. Isto é feito levando o metal até o estado líquido, onde se sopra bolhas de gás, promovendo a espumação. Através do controle da aparelhagem utilizada, incluindo neste aspecto o posicionamento e quantidade do injetor de gás, fluxo do gás, entre outros, pode-se controlar a formação e tamanho das bolhas, garantindo um fluxo constante e homogêneo, que se reflete em um controle da porosidade obtida. Esta espuma é recolhida, onde se solidifica e toma sua forma final. Neste processo, pode se obter formas de largura e comprimento quaisquer, havendo alguma restrição apenas na espessura.

O problema para se obter uma espessura desejada e uma homogeneidade ao longo da peça é a estabilidade da espuma. Como o gás é injetado no metal líquido, as bolhas tendem a subir para a superfície e se romper caso suas paredes se tornem excessivamente finas. Para contornar este problema, adiciona-se material cerâmico particulado, para aumentar a viscosidade do líquido e impedir o efeito. Usualmente, adiciona-se carbeto de silício, óxidos de alumínio ou óxidos de magnésio<sup>(11)</sup>. Com isso, evita-se o problema do aparecimento de um gradiente de tamanho de poros e densidade, tornando o material mais homogêneo.

O ponto alto deste processo é a rápida fabricação e a possibilidade de se fazer espumas de tamanho elevado. As desvantagens ficam por conta do fato do gás ser injetado por aparelhos que não conseguem uma perfeita distribuição, formando pontos de concentração dos poros. Há ainda a dificuldade da mistura quando se tem grande concentração de partículas.

O tamanho de poro obtido é usualmente em torno de 3 a 25  $\mu\text{m}$ , com porosidade de 80% a 98%<sup>(12)</sup> e densidade de 0,069  $\text{g}/\text{cm}^3$  a 0,54 $\text{g}/\text{cm}^3$ .<sup>(11)</sup> Este processo foi desenvolvido pela Alcan International Ltd. e posterior licenciado para a Cymat Aluminum Corp.<sup>(12)</sup>

### **1.1.3 Espumação por agentes espumantes (Alporas)**

Visto que uma das dificuldades do processo de injeção de gás é a distribuição do gás pela espuma, este processo se baseia no uso de agentes espumantes para promover a formação do gás dentro do metal fundido. Para tal finalidade, usa-se em geral hidreto de titânio ( $\text{TiH}_2$ ), que após ser misturado, é aquecido, onde se decompõe liberando gás hidrogênio, que faz com que o metal espume.

Este processo, conhecido por Alporas, como todos os outros, necessita da adição de partículas cerâmicas para o aumento da viscosidade a fim de garantir a estabilidade da espuma. Segundo Banhart<sup>(04)</sup>, a empresa japonesa Shinko Wire Company começou a fabricar espumas por essa rota em 1986, adicionando cálcio metálico em alumínio fundido. Após um processo de agitação, a viscosidade do líquido aumenta e ocorre a formação de  $\text{CaO}$ ,  $\text{CaAl}_2\text{O}_4$ , e talvez a fase intermetálica  $\text{Al}_4\text{Ca}$ .

O resultado é uma espuma bastante homogênea, de densidade 0,18  $\text{g}/\text{cm}^3$  a 0,24  $\text{g}/\text{cm}^3$ <sup>(11)</sup>, tamanho médio dos poros de 4,8  $\mu\text{m}$  e porosidade 89% a 93%<sup>(12)</sup>.

### **1.1.4 Solidificação de eutético sólido-gás (Gasar)**

Em determinados metais, é possível produzir um sistema eutético sólido-gás com um metal e hidrogênio. A inserção do hidrogênio é feita colocando o metal em atmosfera de hidrogênio a altas pressões, da ordem de 50 atmosferas ou mais. Isso produz uma solução supersaturada de hidrogênio e se a concentração for próxima o suficiente do ponto eutético, ao ocorrer

resfriamento, formam-se os poros. Pode-se controlar a formação dos poros modificando a concentração de hidrogênio, a pressão utilizada, e direção e taxa de resfriamento e a composição química do líquido<sup>(11)</sup>.

Este processo leva o nome de Gasar, e produz uma espuma de porosidade entre 5% a 75% e tamanho de poro entre 5  $\mu\text{m}$  e 10 mm. Esta discrepância é explicada pela existência de poros de tamanho variado e pela coalescência<sup>(11)</sup>.

### **1.1.5 Agentes espumantes com retardo (FORMGRIP)**

Um problema encontrado na inserção de agentes espumantes dentro de um banho de metal líquido é que a liberação do gás pode ser rápida demais, atrapalhando a boa distribuição do agente espumante na liga, tendo conseqüências indesejáveis, como formação irregular dos poros. Um processo que visa contornar esse problema é o chamado Formgrip (sigla para Foaming Reinforced Metals by Gas Release in Precursors), que consiste dos seguintes estágios: Uma mistura de pó de hidreto de titânio (aproximadamente 30  $\mu\text{m}$ ) com Al-12Si (aproximadamente 150  $\mu\text{m}$ ) é submetido a um tratamento térmico em duas etapas, (400°C / 24h e um segundo de 500°C / 1h)<sup>(13)</sup>.

O intuito desse tratamento é a obtenção de uma camada de óxido na superfície das partículas do hidreto de titânio. Faz-se uma agitação periódica para garantir uma uniforme formação da camada de óxido.

O hidreto preparado no metal líquido é misturado a aproximadamente 620°C. O líquido é agitado por cerca de um minuto antes da inserção do hidreto de titânio e a dispersão das partículas é também feito por agitação mecânica. Neste ponto do processo, o material tem uma baixa porosidade, cerca de 23% com 10% em volume de SiCp e 14% com 20% de SiCp em volume. Este é o precursor no processo Formgrip.

No segundo estágio, o precursor é colocado em um molde e levado novamente para um tratamento térmico, onde é aquecido até o estado líquido, onde o agente espumante se decompõe e forma a estrutura de poros.

Valores de porosidade deste processo são em torno de 59% a 89%, dependendo da concentração de SiC (varia de 10% a 20% nesta faixa de porosidade), com tamanho de poros em torno de 1,1 mm a 2,4 mm.

### 1.1.6 Rotas baseadas em metalurgia do pó

A fabricação de espumas por processos de metalurgia do pó envolve inicialmente a preparação de um precursor. O metal na forma de pó é misturado a um agente espumante e compactado, formando uma peça que pode receber tratamentos mecânicos como extrusão ou laminação. O fato de o agente espumante ser misturado ao metal na forma de pó resulta em uma boa e uniforme distribuição do agente. Após estes tratamentos a peça é levada ao forno onde sofre um recozimento. O aquecimento leva o material até a fase líquida ou próxima a ela, onde o agente espumante promove a formação dos poros ao se decompor.

Ao se realizar esse processo, é possível dar formato às peças produzidas. O precursor pode sofrer a expansão dentro de um molde, tomando assim uma forma pré-definida. Além das formas dadas por moldes, há ainda a possibilidade da construção de placas com faces de chapas (podendo estas ser de alumínio ou aço, ver figura 07), e peças com formas mais complexas. Nesse caso, o precursor passa por uma câmara onde é posteriormente injetado em um molde de aço ou areia<sup>(12)</sup>. Pode-se também realizar a espumação sem um molde, porém, obtém-se um material sem formato definido.

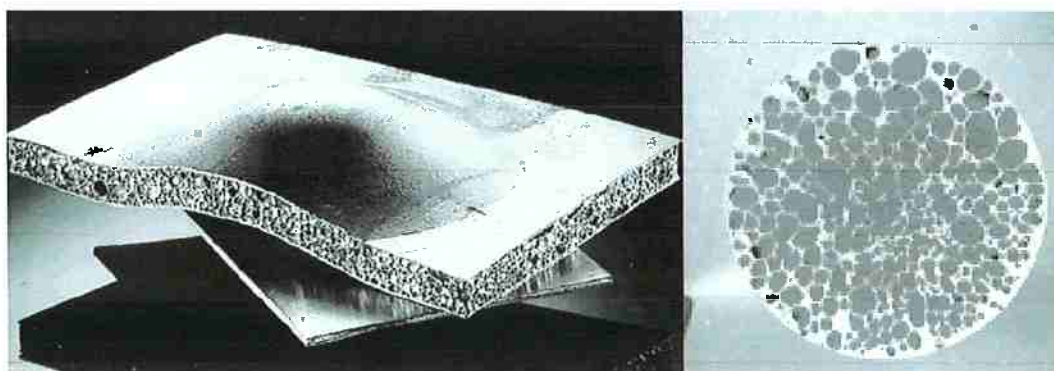


Figura 07 – (esquerda) exemplo de espuma produzida entre chapas de aço – (Fraunhofer, Bremen), segundo Banhart<sup>(11)</sup> - (direita) corte de espuma feita em molde (Fraunhofer, Banhart)

A produção de espumas via metalurgia do pó pode seguir ainda outras metodologias. É possível produzir material poroso controlando o processo de compactação do pó, com modificações na etapa de sinterização. Esta, feita de modo incompleta, formará um material com poros. Para se melhorar esse processo, adiciona-se algum agente que se decomponha ou evapore com a elevação da temperatura. Usando-se fibras ao invés de pó de metal, o material

ganha maior flexibilidade no controle dos poros, ganhos de resistência e ductibilidade. Têm, porém, um custo mais elevado devido a dificuldade da preparação das fibras<sup>(12)</sup>. Ao invés de fibras, é possível também a utilização de esferas como matéria prima.

O processo conhecido pela sigla LDC (Low Density Core) trabalha com a compactação do pó em um recipiente fechado juntamente com gás argônio, até a obtenção de níveis de porosidade da ordem de 2%. Quando submetido a um tratamento térmico, o argônio altamente pressurizado se expande produzindo níveis de porosidade em volta de 20% a 40%. Este material foi desenvolvido como uma alternativa aos materiais *Honeycomb*<sup>(12)</sup>.

### **1.1.7 Técnicas de deposição e infiltração**

Esta técnica consiste na eletrodeposição do material do qual se deseja fazer a espuma em uma matriz polimérica. Esta base é posteriormente retirada e temos assim uma espuma metálica. Um aspecto que difere este método de vários outros é a formação de células abertas, com poros interligados. Espumas (ou filtros porosos) de níquel e cobre vêm sendo produzidas desta maneira, sendo que uma espuma de cobre pode apresentar níveis de porosidade de até 91%, produzida a partir de um precursor de poliuretano<sup>(05)</sup>.

A infiltração pode também ser feita a partir de um molde polimérico, que é infiltrado de metal líquido e posteriormente retirado. Permite-se assim uma variedade de escolha do metal a ser utilizado, que assumem também a configuração de células abertas.

### **1.1.8 Laminação sucessiva**

Uma técnica também existente para a produção de espumas metálicas é uma variante da técnica de metalurgia do pó, utilizando-se de laminações sucessivas<sup>(14)</sup>. Neste processo, o pó de agente espumante (novamente  $TiH_2$ ) é colocado entre duas chapas de alumínio, que são laminadas até que sejam unidas e sua espessura seja a metade da espessura original. A chapa é então cortada ao meio e novamente empilhada e laminada, até que sua espessura novamente seja a metade da original. Durante estas laminações sucessivas, a camada original de agente espumante é sucessivamente cortada ao meio e empilhada. Ao final das laminações sucessivas o agente espumante está

homogeneamente disperso no material e a lâmina é similar ao material precursor das rotas de metalurgia do pó, estando pronto para ser levado para o processo de espumação em forno.

## **1.2 Estabilidade de espumas metálicas**

A produção de espumas metálicas tem um grande ponto de preocupação, que é a estabilidade das mesmas. Analogamente a espumas aquosas, as bolhas do interior do material tendem a se romper, levando à destruição das espumas. Diversos trabalhos<sup>(15)(16)(17)</sup> já foram realizados sobre o assunto. O conhecimento e entendimento deste campo de pesquisa, porém, ainda é incompleto.

Espumas aquosas são estruturas constituídas de uma fase gasosa dispersa dentro de uma fase líquida. As espumas metálicas se diferenciam por ser uma estrutura composta das fases gasosa (gás injetado ou liberado pelo agente espumante), líquida (metal na fase líquida, composta predominantemente do material da matriz) e sólida (partículas adicionadas ou proveniente de filmes óxidos no caso das rotas por metalurgia do pó). Esta estrutura é metaestável, não estando em sua forma de menor energia, devido à elevada área superficial. Assim, a destruição das bolhas leva a uma diminuição da energia devido à redução da área superficial e expansão do gás contido nas células.

Apesar de estruturalmente diferente, os mecanismos que levam à destruição das bolhas e impedem a formação de uma espuma metálica estável são similares aos das espumas aquosas. São dois os efeitos que ocorrem simultaneamente e são conhecidos por drenagem e coalescimento. A figura 08 mostra esquematicamente as partes que compõem uma espuma. A drenagem é o escoamento do líquido pelos canais devido à força da gravidade. O coalescimento é o afinamento dos canais até o rompimento, levando ao desaparecimento da parede que separa duas células, provocando a diminuição no número de células e aumento do tamanho das mesmas.

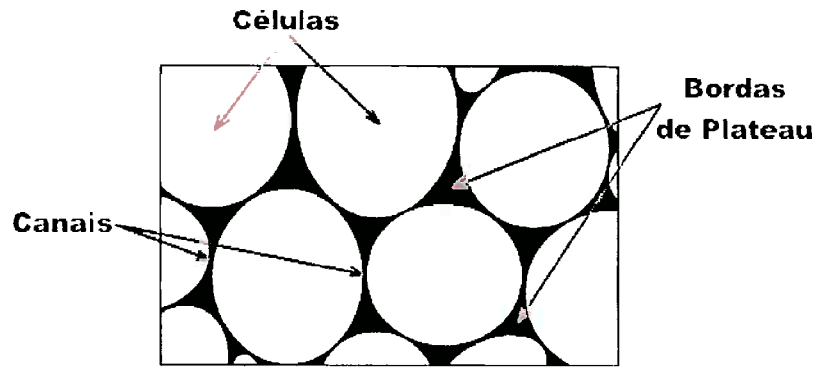


Figura 08 – Estrutura esquemática de uma espuma de poros fechados

Para contornar este problema de estabilidade, todas as técnicas até agora existentes usam o recurso de adicionar material particulado à matriz, sendo comumente usado SiC (processo Hydro/Alcan), Ca (processo Alporas) e  $Al_2O_3$ , ou então no caso de espumas fabricadas por metalurgia do pó, o óxido contido na superfície do pó. A adição destes materiais agem da seguinte maneira sobre os efeitos mencionados: a adição de material particulado a um líquido faz com que sua viscosidade aumente, devido a interação do líquido com a partícula. Este efeito já é conhecido da reologia de suspensões, e em metais pode ser observado em fundição de metais com reforço de partículas. Um teste pode ser realizado para medir-se a fluidez de metal líquido, vazando-o dentro de um molde em espiral, onde quanto mais o metal penetrar no molde, menor sua viscosidade. Sabe-se que a fluidez diminui com o aumento da fração de partículas e diminuição do tamanho das mesmas, devido ao aumento da área de contato e interação partícula-líquido<sup>(18)</sup>. Em espumas metálicas, este mesmo efeito pôde ser observado<sup>(15)</sup> e em adição a isso, as partículas diminuem a drenagem por aumentar o caminho do líquido pelo interior dos canais. O teor de partículas adicionadas tem um ponto ótimo, pois a baixas concentrações o efeito na viscosidade é pouco pronunciado e a altas concentrações a viscosidade se torna muito alta, impedindo mecanicamente o crescimento das bolhas, caso ocorra a formação de uma estrutura sólida durante a fase líquida da matriz da espuma<sup>(19)</sup>.

O aumento na viscosidade é um importante efeito da adição de particulado. Entretanto, experimentos realizados em condições de microgravidade<sup>(16)</sup> indicam que há mais mecanismos envolvidos. Como a drenagem é o escoamento de líquido pelos canais, a gravidade é a força que

puxa o líquido para baixo. Realizando experimentos em vôos parabólicos em queda livre, é possível eliminar essa força e o efeito de drenagem, sendo possível assim estudar o coalescimento em separado. Experimentos realizados com espumas de chumbo mostraram que em condições de microgravidade é possível espumar espécimes com baixo teor de partículas, que na superfície da Terra seriam instáveis. Estes espécimes, porém, mostraram estruturas com poucas bolhas e grande tamanho. Já espécimes produzidos também em microgravidade, mas contendo material particulado mostraram uma estrutura homogênea, com poros pequenos e em grande quantidade. Consta-se assim que as partículas não só diminuem o efeito de drenagem, mas também atuam como inibidoras do efeito de coalescimento.

O modo com que estas partículas atuam prevenindo o coalescimento não é ainda totalmente conhecido. Supõe-se que as partículas na interface gás-líquido criam uma força que se opõe à contração do filme (chamadas *disjoining forces*). Estas forças são governadas por diversos parâmetros como concentração e composição química, além de fatores referentes aos pós utilizados, como morfologia da superfície, forma da partícula e molhabilidade entre a partícula e a matriz. Uma espuma de alumínio reforçada com alumina pode ter sua estabilidade melhorada devido à adição de magnésio<sup>(20)</sup>, que tem por função melhorar a molhabilidade das partículas de alumina.

Estudo<sup>(21)</sup> mostra ainda que em espumas com dispersão de partículas de SiC, estas podem se acumular na interface sólido-gás, gerando uma camada de partículas conectadas em um dos lados do poro, criando redes que se estendem pela superfície da interface. Estas partículas poderiam gerar certa elasticidade no filme líquido do interior do poro, impedindo sua ruptura.

O estudo do campo da estabilidade de espumas metálicas é bastante novo e tem diversas dificuldades de realização. A espumação é realizada a altas temperaturas, em geral entre 650°C e 800°C, e metais são opacos à microscopia óptica e eletrônica. Há necessidade de se usar outras técnicas, como por exemplo, raios-X. O intervalo de tempo em que um canal se rompe é pequeno, menor que 500ms. A espessura em que um canal se rompe é da ordem de 50µm<sup>(16)(22)</sup>. Além disso, a estrutura observada em cortes de amostras é solidificada e pode ser diferente da estrutura líquida na qual ocorrem os fenômenos de coalescimento e drenagem. Mudanças podem

ocorrer caso as partículas forem empurradas ou puxadas pelo líquido, podendo isso ocorrer devido às frentes de solidificação, tamanho das partículas, taxa de solidificação entre outros fatores<sup>(21)</sup>.

## 2. Objetivos

Visto a importância e versatilidade destes materiais, este trabalho objetiva iniciar um estudo sobre a fabricação de espumas metálicas por uma rota de metalurgia do pó. O assunto no Brasil ainda não é profundamente estudado; sendo assim, este trabalho visa um entendimento inicial sobre como fazer uma espuma metálica, identificando as particularidades e pontos de dificuldade da rota escolhida.

Para atingir este objetivo, visou-se conhecer o que é uma espuma metálica e o que se conhece atualmente sobre este material, para então partir para o experimental na tentativa de reproduzir resultados já constantes na literatura.

O processo escolhido para este trabalho é uma variante da rota de metalurgia do pó descrito no item 1.1.6, criado pelo IFAM (Fraunhofer Institute for Advanced Materials), na qual a diferenciação está na tentativa de criar in-situ as partículas de reforço para estabilização, através de redução aluminotérmica.

## 3. Materiais e Métodos

### 3.1 Materiais utilizados

Alumínio – utilizado para a matriz da espuma.

O alumínio utilizado foi o pó 1221 C da Alcoa. As análises granulométrica e química estão nas tabelas 1 e 2 respectivamente.

Tabela 1 – análise granulométrica (Al 1221 C – Alcoa)

+40#	+100#	+200#	+325#	-325#
8,3	39,4	37,4	12,9	1,9

Tabela 2 – Composição química (Al 1221 C – Alcoa)

Elemento	Mínimo (%)	Máximo (%)
Al	99,7	-
Si	-	0,15
Fe	-	0,25
Outros	-	0,15

Hidreto de titânio (TiH) – usado como material espumante.

Óxido de cobre (CuO – P.A.) – usado para a criação do reforço particulado.

Sílica (SiO<sub>2</sub>) – usado para a criação do reforço particulado.

### 3.2 Processo proposto

O processo proposto é a produção de espumas metálicas por uma rota de metalurgia do pó. Deste modo, as etapas a serem seguidas durante o experimento são as seguintes:

- separação e preparação das matérias-primas: os pós foram separados por peneiras a fim de selecionar o tamanho desejado. O óxido de cobre e a sílica, por serem higroscópicos, passaram por uma etapa de calcinação, para remoção de água de hidratação e umidade.

- compactação: o processo de compactação dos pós tem por objetivo uma melhora no processo de extrusão, aumentando a densidade inicial da peça e ajudando a evitar a contaminação e separação dos pós. Anterior à compactação, foi feita uma retirada de ar com uma bomba de vácuo, visando a redução da possibilidade de ar preso no interior da peça, diminuindo a força contrária exercida pelo ar durante o processo de compactação, evitando formação de poros e reduzindo a oxidação dos pós por oxigênio.

- extrusão: a extrusão é realizada para obter grande densificação do pó. A importância para este projeto em se alcançar valores elevados (próximos de 100%) é ter os poros restantes fechados e não interconectados. O hidrogênio proveniente da decomposição do hidreto de titânio não pode escapar através de poros, pois caso contrário, a espuma não se forma. Outro fator favorecido pela extrusão é a grande força de cisalhamento entre as partículas, que acarretará na quebra da camada de óxido do alumínio, expondo as partículas a

contato direto, o que favorece a reação entre os pós e aumenta o teor de material cerâmico particulado. Juntamente com o processo de compactação, produz um corpo que será chamado de precursor.

- espumação: é o processo final de obtenção das espumas metálicas. Consiste em aquecimento do material precursor até acima de seu ponto de fusão, e o hidrogênio da decomposição do hidreto de titânio infla a espuma, formando os poros, fazendo com que o material obtido tenha baixa densidade.

### **3.3 Plano de trabalho**

Sendo que o presente projeto trabalha com a produção de espumas pela rota de metalurgia do pó, seguirá os passos acima citados. A complexidade do processo nos traz diversas variáveis que podem ser estudadas. Segundo Duarte<sup>(23)</sup> as variáveis podem ser classificadas segundo as etapas do processo:

- Propriedades dos pós: distribuição granulométrica, forma, composição química;
- Mistura: Agente expensor (tipo e porcentagem), misturador, parâmetros da mistura (carga de alimentação, tempo e velocidade de mistura);
- Compactação: Método (prensagem, extrusão), temperatura, pressão, tempo, matrizes utilizadas;
- Expansão: forno, moldes, condições de expansão (temperatura, velocidade de aquecimento, atmosfera).

Pretende-se estudar em especial as variáveis relacionadas às propriedades dos pós e mistura.

Os materiais e métodos utilizados estão sumarizados na tabela a seguir:

Tabela 3 – dados dos materiais e parâmetros dos processos

<b>Materiais</b>	
<b>Substância</b>	<b>Granulometria</b>
Alumínio (Al)	< 120 $\mu\text{m}$ (-100#)
Hidreto de titânio (TiH)	< 45 $\mu\text{m}$ (-325#)
Óxido de Cobre (CuO)	---
Sílica (SiO <sub>2</sub> )	45 $\mu\text{m}$ < SiO <sub>2</sub> < 53 $\mu\text{m}$ (-270#, +325 #)
<b>Processo</b>	
<b>Etapa</b>	<b>Detalhes</b>
Calcinação do CuO e SiO <sub>2</sub>	2 Horas a 300°C em forno a ar
Compactação	400 MPa a 250°C - Vácuo de $\sim 2,5 \cdot 10^{-2}$ mbar
Extrusão	$\sim 240$ MPa a 250°C – Velocidade $\sim 1,5$ mm/s
Espumação	Forno tubular com atmosfera de argônio, a 10litros/min. 700 e 800°C.

As variáveis relacionadas à compactação não serão alteradas, pois todos os experimentos serão realizados na mesma prensa e na mesma matriz. A temperatura será mantida a 250°C para compactação e extrusão. A temperatura da compactação é a máxima alcançada pelo forno durante a compactação, pois durante a mesma há o sistema de refrigeração dos o-rings de vedação do vácuo. A temperatura de extrusão foi escolhida por estar entre temperaturas típicas destes processos e abaixo da temperatura de decomposição do hidreto de titânio. As pressões utilizadas também serão mantidas constantes, a 400MPa na compactação e 240 MPa na extrusão. Estes valores são típicos destes processos, além de já terem sido usados em um trabalho anterior, com a mesma matriz e prensa, na produção de corpos de matriz de alumínio<sup>(24)</sup>.

### 3.4 Equipamento utilizado

Para a realização dos processos de compactação e extrusão foi utilizada uma prensa com adaptações feitas para receber um forno para aquecimento,

possibilitando um processo de compactação e extrusão a quente. A figura 09 mostra o equipamento utilizado (ver anexo A para maiores detalhes dos corpos de compactação e extrusão). Antes da utilização, foi realizada uma calibração nos equipamentos a serem utilizados.



Figura 09 – Equipamento de compactação e extrusão

### 3.4.1 Calibração da prensa

Para a utilização da prensa, foi realizada previamente uma calibração, visto que o equipamento já estava há cerca de dois anos sem utilização. Utilizando-se de um dinamômetro, foi construída uma escala que relaciona o indicador da prensa com o valor real. A escala do dinamômetro é dada por uma tabela, na qual relaciona-se a força exercida com uma escala de distância em um micrômetro. A tabela 4 mostra a tabela da escala fornecida pelo dinamômetro, e o gráfico 1 mostra o gráfico da tabela 4:

Tabela 4 – tabela fornecida junto do dinamômetro

Tonelada-força	Kilonewtons	Distância
5	49,033	3,002
10	98,067	6,000
15	147,100	8,986
20	196,133	11,970
25	245,166	14,940
30	294,200	17,910
35	343,233	20,880
40	392,266	23,850
45	441,299	26,810
50	490,333	29,780

1 tonelada-força = 1000 kgf

1 kgf = 9,80665N

Escala do Dinamômetro

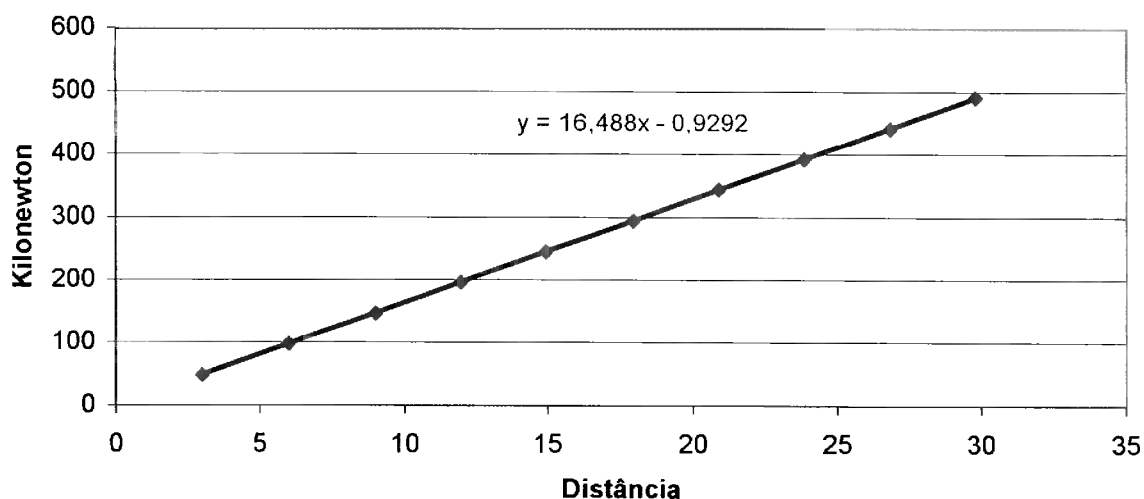


Gráfico 1 – Escala do dinamômetro

Com o dinamômetro foi realizada então a aferição da prensa, e os dados obtidos estão apresentados na tabela 5 e no gráfico 2 abaixo:

Tabela 5 – resultados da aferição da prensa

Marcação da prensa		Distância			
Tonelada-força	Kilonewton	Medida N° 01	Medida N° 02	Medida N° 03	Média
3	29,420	4,092	4,825	4,860	4,592
6	58,840	5,545	5,376	5,355	5,425
9	88,260	7,060	6,910	6,985	6,985
12	117,680	8,672	8,519	8,609	8,600
15	147,100	10,310	10,191	10,209	10,237
18	176,520	11,785	11,840	11,809	11,811
21	205,940	13,396	13,420	13,420	13,412
24	235,360	14,981	15,001	15,080	15,021
27	264,780	16,620	16,758	16,870	16,749
30	294,200	18,361	18,365	18,420	18,382

33	323,619	19,821	19,900	20,010	19,910
36	353,039	21,501	21,610	21,685	21,599
39	382,459	23,242	23,361	23,460	23,354
42	411,879	24,785	24,908	25,002	24,898
45	441,299	26,415	26,645	26,770	26,610

### Aferição da Prensa

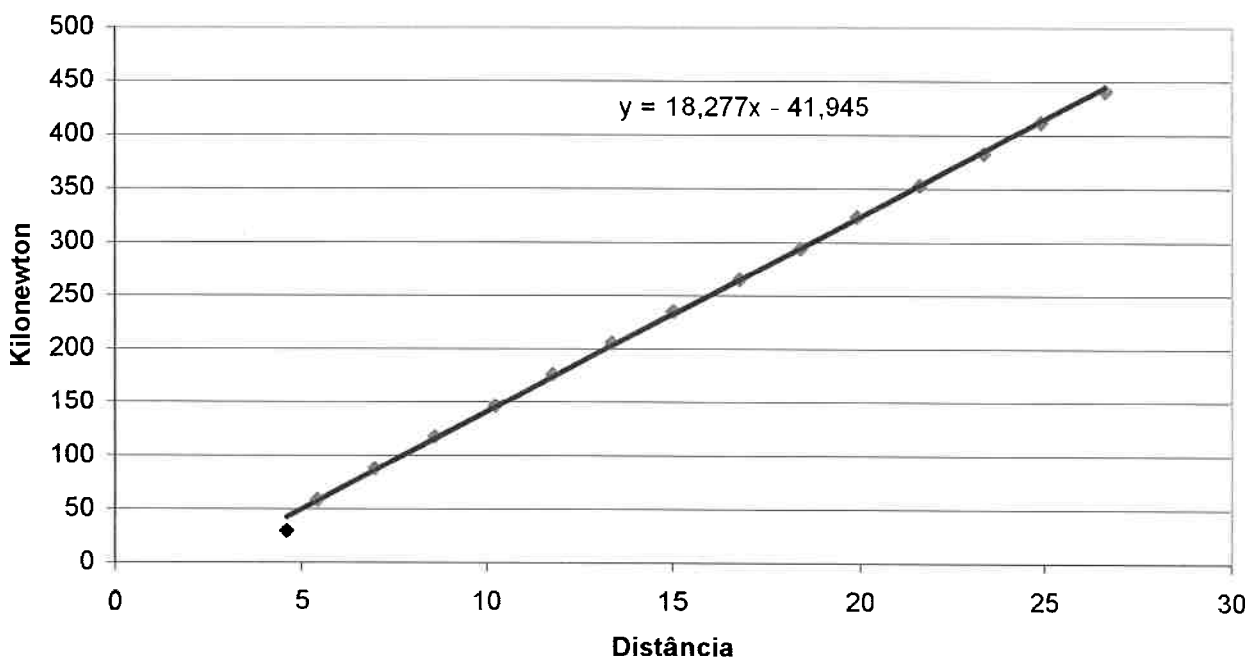


Gráfico 2 – Aferição da prensa

Usando-se agora a equação obtida no gráfico 1 e os dados da tabela 4, podemos relacionar os valores medidos na prensa com o real valor da força exercida, fazendo assim a aferição da prensa:

### Aferição da prensa

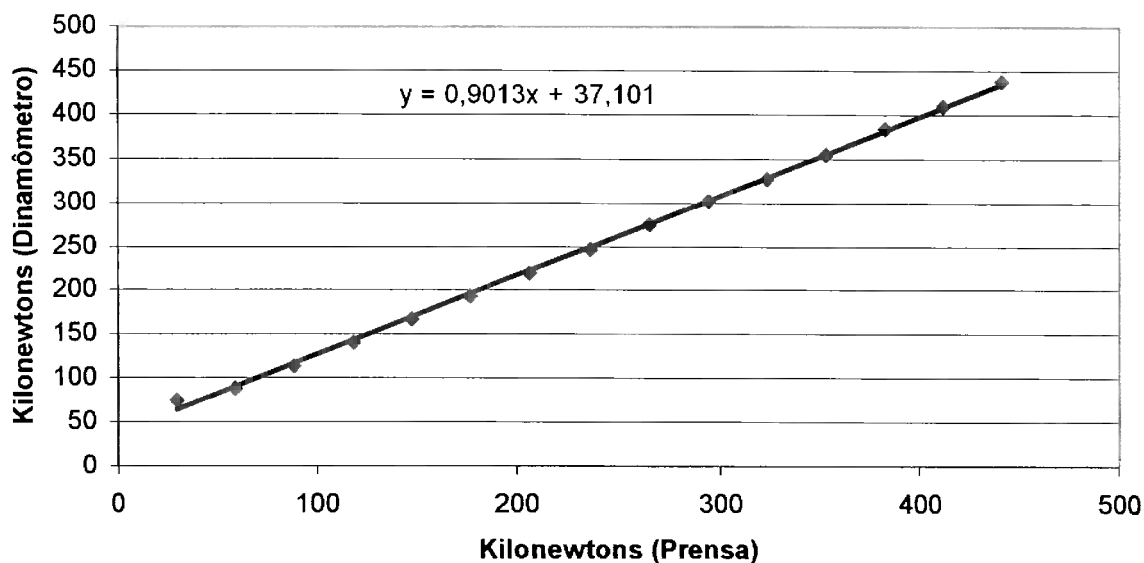


Gráfico 3 – relação entre os valores medidos (prensa) e reais (dinamômetro)

Para facilitar a utilização, construímos um gráfico indicador da prensa por pressão exercida. Como a área do corpo é fixa, valendo-se da relação  $\text{pressão} = \text{força}/\text{área}$ , podemos relacionar a força medida no medidor da prensa com a pressão exercida no corpo:

$$\text{Área do corpo de prova: } 7,069 \text{ cm}^2 = 7,069 \times 10^{-4} \text{ m}^2$$

Tabela 6 – correlação entre o indicador da prensa (em toneladas-força) e a pressão exercida no corpo de prova (MPa)

Kilonewtons	pressão = força/área (MPa)	Toneladas-força (Valores da prensa)
74,784	105,79	3
88,518	125,22	6
114,239	161,61	9
140,868	199,28	12
167,858	237,46	15
193,811	274,17	18
220,208	311,51	21
246,737	349,04	24
275,228	389,35	27

302,153	427,43	30
327,347	463,07	33
355,195	502,47	36
384,132	543,4	39
409,589	579,42	42
437,816	619,35	45

Relação indicador da prensa - pressão exercida

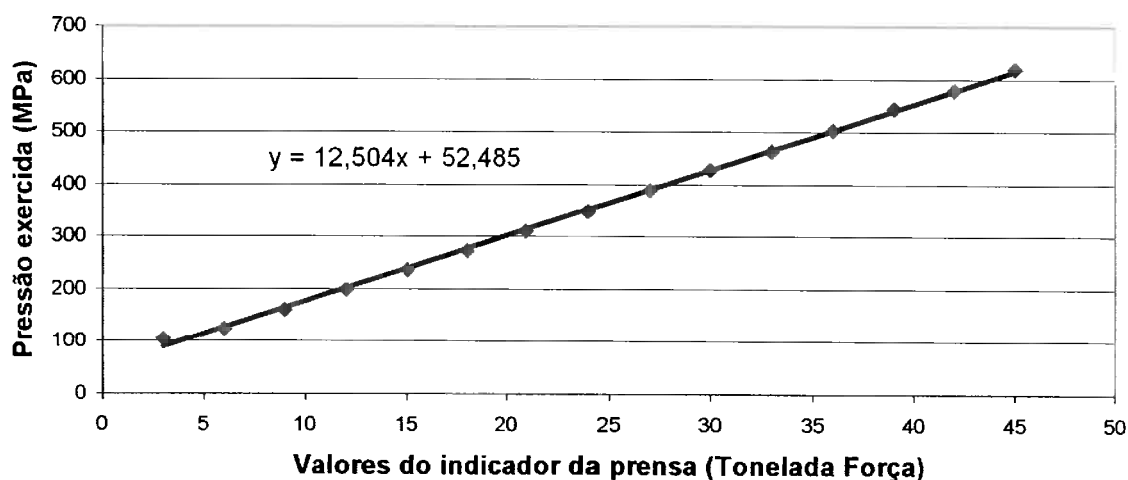


Gráfico 4 – correlação entre o indicador da prensa (em toneladas-força) e a pressão exercida no corpo de prova (MPa)

Com isso podemos ter um comparativo entre o valor que está sendo lido no indicador da prensa e a pressão que estamos exercendo sobre o corpo de prova.

### 3.4.2 Calibração do forno de aquecimento da prensa

Para a calibração do forno de aquecimento lateral, foi adotado o seguinte procedimento:

- enchimento de uma cápsula de extrusão com alumínio em pó puro, material que compõe a matriz da espuma e a quase totalidade da mistura. Como se utilizaram diferentes misturas é inviável a calibração para cada uma delas, utilizando-se o alumínio puro como aproximação;

- colocação de dois termopares tipo K: um dentro da cápsula de extrusão, enterrado no pó de alumínio e outro em orifício lateral à matriz de extrusão, onde será colocado o termopar para acompanhamento da temperatura no

momento da compactação e extrusão. Este procedimento foi adotado para o conhecimento da diferença entre a temperatura lida e a temperatura no corpo a ser compactado/extrudado.

- elevação da temperatura até 300°C. Esperou-se a estabilização da temperatura, e a diferença notada foi de 20°C para menos no orifício do termopar.

#### 4. Resultados e Discussão

Sabe-se que espumas metálicas necessitam da adição de material particulado para estabilização. Este trabalho propõe a criação *in situ* destas partículas, através da reação aluminotérmica entre o alumínio da matriz e o óxido de cobre ou sílica adicionado. As partículas que não reagirem também contribuirão para a estabilidade por também serem material particulado.

##### 4.1 Experimento preliminar

Um experimento prévio foi realizado, onde o material precursor foi produzido através de compactação, sem a realização do processo de extrusão.

O pó de alumínio foi peneirado entre peneiras de 100# e 115# (120 – 150 µm). O pó de hidreto de titânio foi peneirado entre 270# e 325# (45 – 53 µm). Os valores e a relação entre eles foram escolhidos por serem próximos a dados da literatura, onde Kennedy<sup>(25)</sup> utilizou os seguintes valores para os pós:

Tabela 7 – valores de distribuição do tamanho de partículas e parâmetros utilizados, de literatura, para espumas produzidas por compactação

material	pureza	D <sub>10</sub>	D <sub>50</sub>	D <sub>90</sub>	D <sub>modal</sub>
Al	99-9	20	67	160	90
TiH <sub>2</sub>	99-9	11	33	78	47
Mistura	Alumínio puro contendo 0,6% de TiH <sub>2</sub>				
Pressão de compactação	400 Mpa				
Temperatura de espumação	800° C em forno a ar, pré-aquecido				

A pressão utilizada foi de 400 MPa. Posteriormente foi colocado no forno a vácuo para espumação durante 1 hora a 650°C. Esta tentativa, porém, não

foi bem sucedida, visto que não foi observada espumação. Para a verificação se o motivo do não aparecimento do resultado esperado foi uma temperatura muito baixa, um novo tratamento a 800°C foi realizado, durante uma hora. O novo tratamento também não obteve efeito.

A peça foi observada em microscópio óptico, e a observação mostrou pequenas formações alaranjadas, provavelmente compostos de Al-Cu. As possíveis causas dos resultados negativos foi a baixa densificação da peça, o que levou ao escape do gás. No segundo tratamento, não havia mais gás para espumação.

#### 4.2 Experimentos com compactação seguida de extrusão

Foram realizadas um total de seis extrusões, buscando-se a composição e temperatura ideais para a produção de espumas metálicas. Destas, duas não resultaram em espumação, mas foram importantes por fornecer importantes dados sobre a estrutura destes materiais. A tabela a seguir apresenta um resumo dos experimentos, ordenados em ordem cronológica de realização, que serão discutidos em detalhes a seguir.

Tabela 8 – Sumário das extrusões realizadas

Extrusão	Composição (em peso)	Temperatura de espumação	Resultado
01	Al – 10%CuO – 1% TiH	800 °C	Não espumado
02	Al – 3% TiH	800 °C	Espumado, porém instável
03	Al – 5% CuO – 2% TiH	800 °C	Não espumado
04	Al – 1% SiO <sub>2</sub> – 2% TiH	800 °C	Espumado
05	Al – 1% SiO <sub>2</sub> – 2% TiH	700 °C	Espumado
06	Al – 1% CuO – 2% TiH	700 °C	Espumado

As figuras 10 mostra o aspecto geral dos corpos antes e depois da extrusão

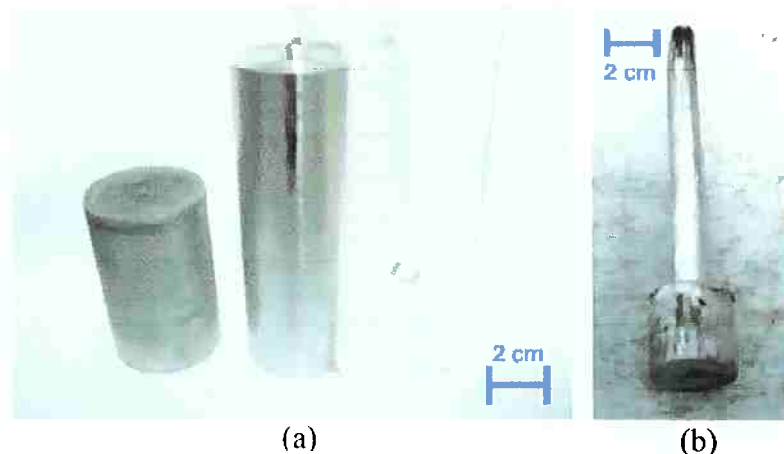


Figura 10 – (a) (esquerda) corpo compactado (direita) réplica do copo que continha o pó.  
(b) corpo extrudado (extrusão nº02)

Após a extrusão, os corpos para espumação foram preparados cortando-se a barra extrudada em cilindros de 10 mm de altura por 10 mm de diâmetro, colocadas sempre em forno pré-aquecido em uma barca de aço.

A extrusão nº 01 foi realizada como uma primeira composição “teste” para a extrusão. Mostrou-se ineficaz e não apresentou espumação, apenas uma leve deformação no corpo de prova. Para a verificação da eficácia do agente espumante, foi feita uma amostra sem a adição de material cerâmico (extrusão nº 02) e com teor mais elevado do mesmo. Verificou-se assim que o problema não residia no agente espumante, pois este corpo mostrou espumação. A espuma, porém é altamente instável, sendo possível observar claramente a ruptura das bolhas na superfície dentro do forno pela observação de faíscas amareladas saindo do corpo devido à queima do hidrogênio.

Uma vez verificado o funcionamento do agente espumante, partiu-se para uma nova composição, com um teor reduzido de óxido de cobre (extrusão nº 03). Esta composição, no entanto também se mostrou ineficaz, com o corpo apresentando aspecto similar à extrusão nº01. A figura 11 mostra os aspectos destes experimentos:

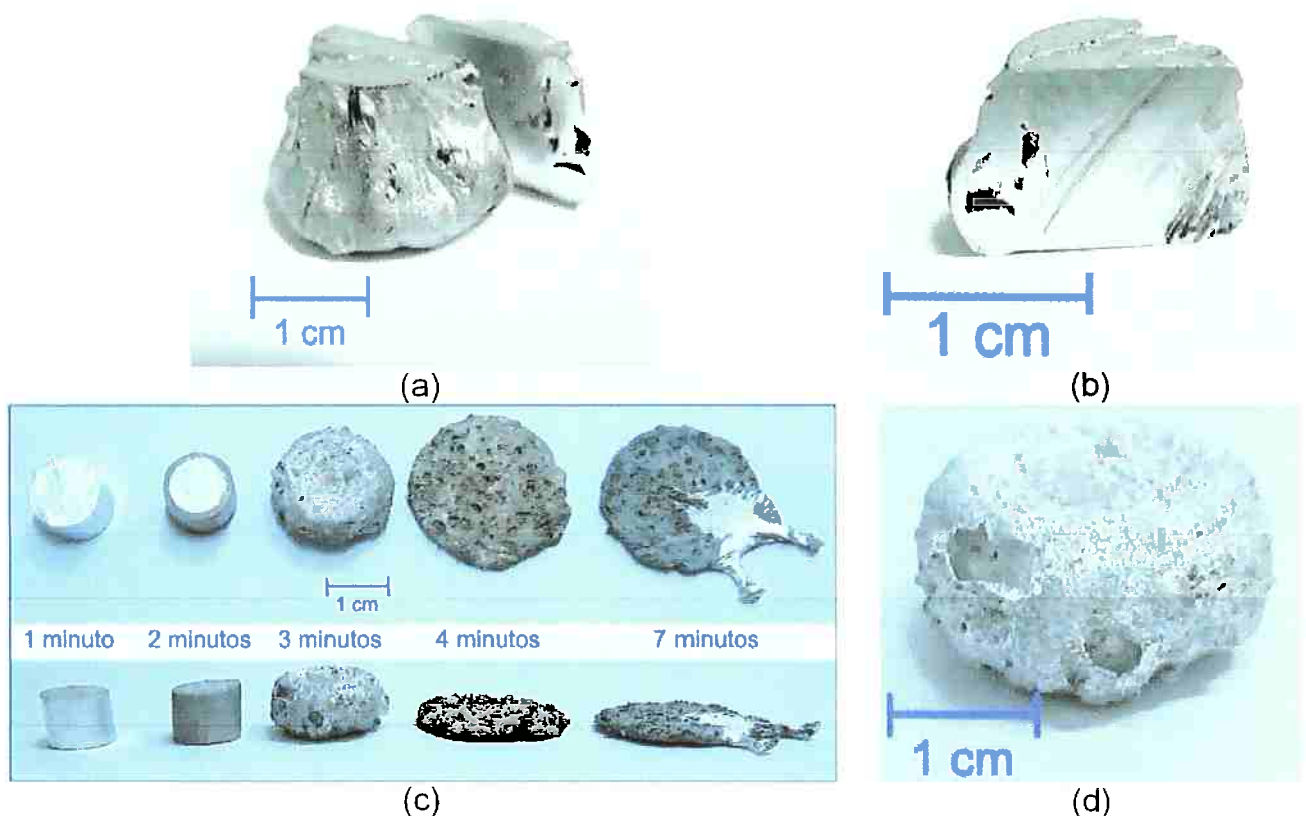


Figura 11 – Primeira linha: extrusão nº01 (a) corpo após tratamento no forno (b) corte  
 Segunda linha: extrusão nº02 (c) Corpos em diversos tempos (d) detalhe da superfície  
 do corpo de 3 minutos

Observa-se na figura 11 que a extrusão nº02, que não contou com adição de partículas mostrou-se bastante rápida, com intervalo entre o começo da espumação e total colapso inferior a dois minutos. Na figura 11(d) observa-se o detalhe da superfície do corpo que permaneceu três minutos no forno, mostrando bolhas estouradas devido ao hidrogênio que subiu à superfície.

A figura 12 mostra análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV) dos corpos de extrusão nº 01 e 03, após tratamento no forno.

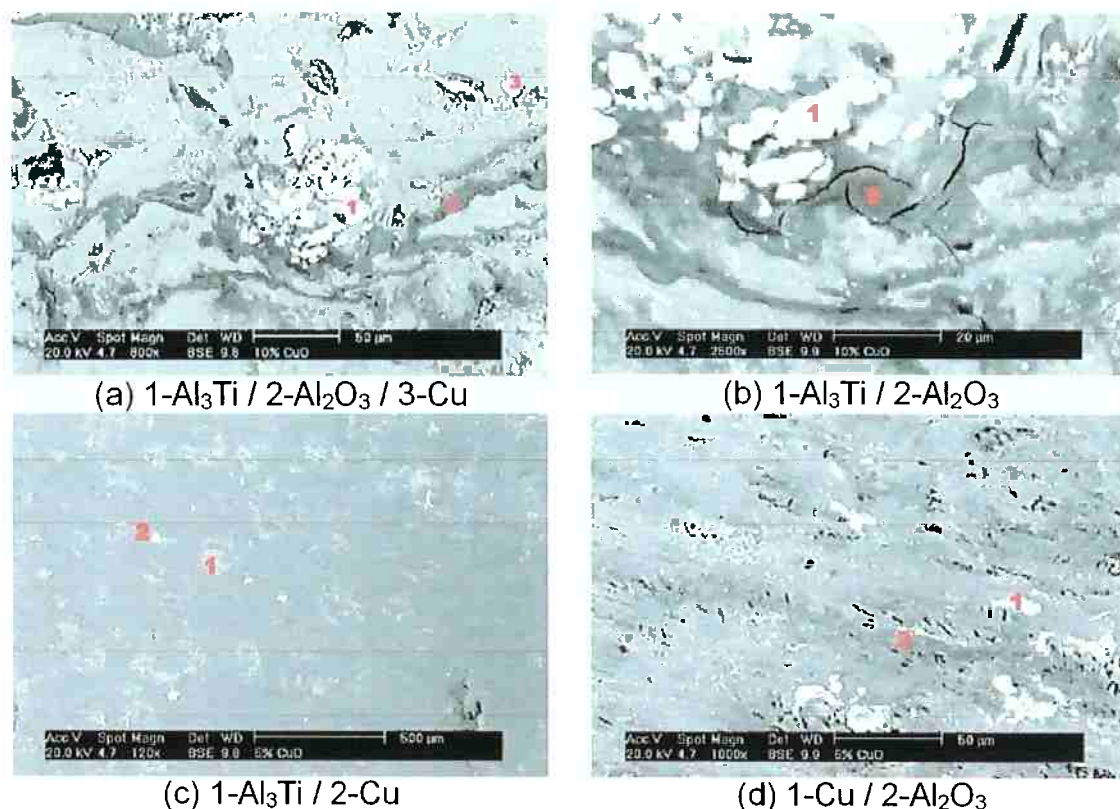


Figura 12 – MEV das amostras da extrusão nº01 (primeira linha) e nº03 (segunda linha)

Para a amostra da extrusão nº01, a análise por EDS mostrou a formação de compostos intermetálicos e alumina formando uma rede através de toda a amostra. Pequenas regiões de cobre também foram observadas por toda a amostra. Na figura 12(b) pode-se observar o detalhe de que se encontram trincas na região de alumina, o que se constata em todas as ocorrências de alumina. Na amostra da extrusão nº03 observa-se a formação dos mesmos compostos e estrutura similar. Devido ao menor teor de CuO na composição, a rede de alumina foi menos pronunciada, como constatado na figura 12(d), onde análise por EDS mostrou uma certa concentração de oxigênio.

Pela observação da rede de alumina e compostos intermetálicos formados, formulou-se a hipótese de que o efeito responsável pela não espumação das extrusões nº01 e 03 era a concentração de CuO em valores demasiado concentrados, que estavam levando à formação de um rígido esqueleto cerâmico, impedindo mecanicamente a expansão da espuma. Com esta observação, novas tentativas foram realizadas, agora baixando o teor de adição de CuO e SiO<sub>2</sub> para 1% em peso.

A extrusão nº04 foi realizada fazendo-se a substituição do óxido de cobre por sílica, para testar se este novo material traria melhores resultados, além da redução da concentração. Este experimento se mostrou eficaz, de onde foi obtida uma espuma de alumínio com uma densidade em torno de 0,5 g/cm³ (para o tempo de 3 min e 30 seg), com uma distribuição de poros homogênea. A espumação foi bastante rápida, ocorrendo um máximo em 4 minutos. Para a obtenção de um melhor controle da evolução da espuma, foi testada mesma composição, porém a uma temperatura mais baixa. Conseguiu-se assim uma evolução mais lenta, com o máximo de expansão em 8 minutos. O volume de expansão observado foi o mesmo em ambas as extrusões. Na figura 13(b) podemos ver como o colapso da espuma da extrusão nº04 é rápido, com uma diferença de 30 segundos leva ao coalescimento da espuma, formando grandes bolhas e formando uma estrutura irregular.

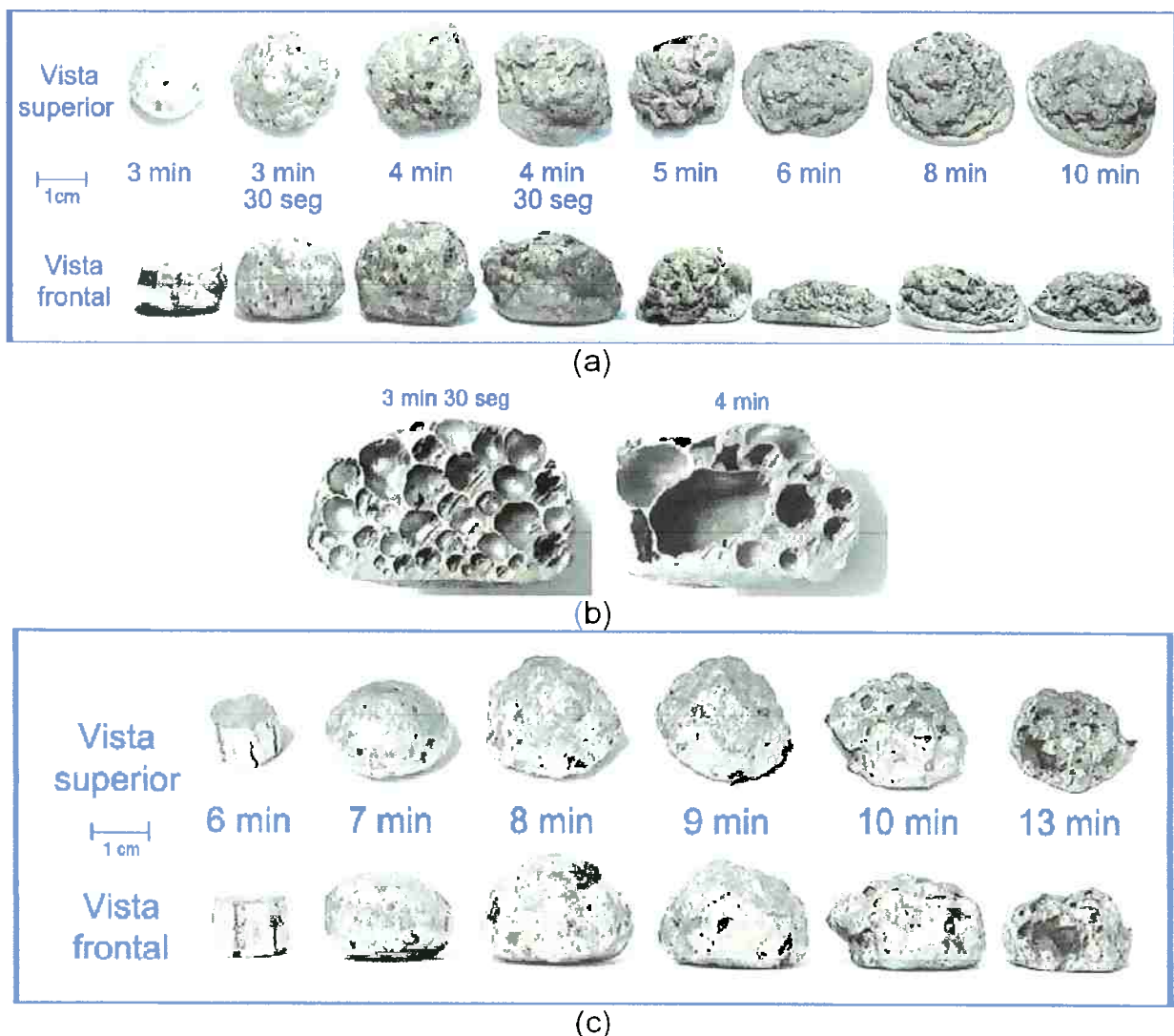
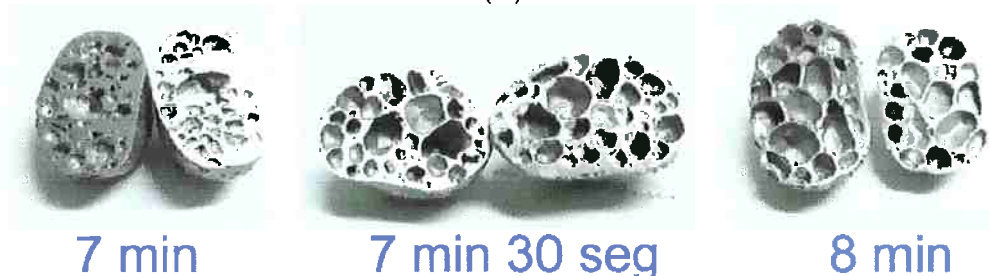


Figura 7 – (a) evolução da espumação da extrusão nº04 (b) amostra em corte da extrusão nº04 para os tempos de 3min e 30 seg e 4 min (c) evolução da espumação da extrusão nº05

As extrusões nº04 e 05 mostraram que o teor de material particulado deve ser baixo. Assim, para confirmar esta hipótese, uma nova extrusão com CuO foi realizada para se comparar com as extrusões nº01 e 03, com um teor similar aos experimentos com sílica, ou seja, com adição de 1% em peso de CuO. Como nas extrusões nº04 e 05 a temperatura de 700°C mostrou possibilitar um melhor controle do processo, esta temperatura foi escolhida para a espumação das amostras da extrusão nº06 (Figura 14). Esta nova composição se mostrou eficaz, produzindo espécimes com o mesmo volume da extrusão nº05 e densidade aproximada de 0,5 g/cm<sup>3</sup> (para o tempo de 8 min).



(a)



(b)

Figura 14 – (a) evolução da espumação da extrusão nº06 (b) corte mostrando a estrutura da espuma para diferentes tempos

A microestrutura de amostras das extrusões 05 e 06 foram observadas em microscópio óptico (Figura 15), que mostrou como as partículas se distribuem pela estrutura. As partículas aparecem como inclusões, aparecendo de forma homogênea nas bordas de Plateau e nos canais. Quando aparecem em canais, as partículas formam uma deformação em volta de si, formando uma espécie de gomo, sendo uma possível indicação da interação entre a matriz e as partículas.

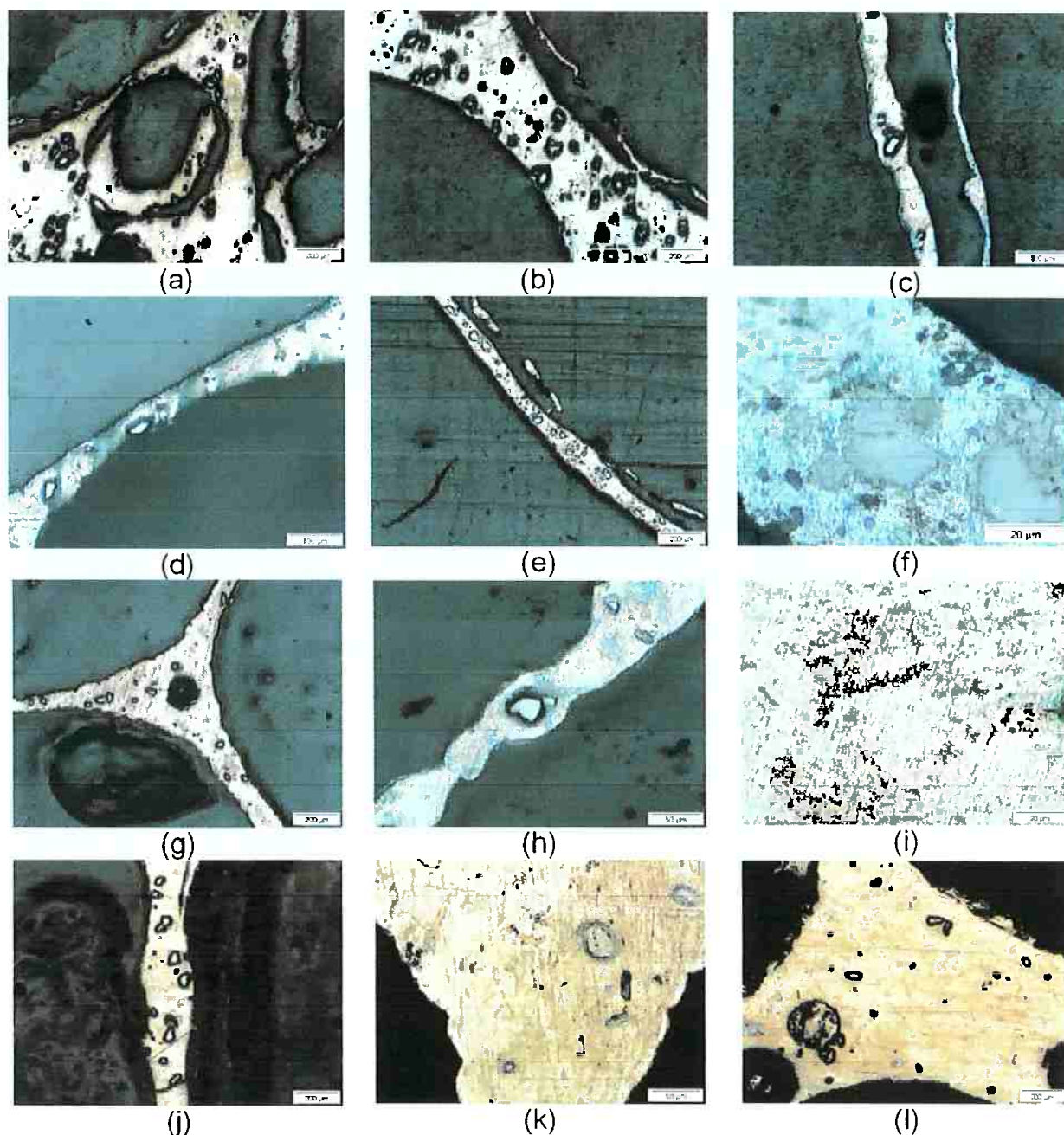


Figura 15 – Primeira linha: extrusão nº05 – 8 minutos.  
 Segunda linha: extrusão nº05 – 9 minutos.  
 Terceira linha: extrusão 06 – 7 minutos e 30 segundos.  
 Quarta linha: extrusão nº06 – 8 minutos

Da figura 15, podemos retirar as seguintes informações:

- Primeira linha: extrusão nº05 – 8 minutos: (a) Borda de Plateau, mostrando em seu centro uma bolha menor. Isso mostra a estrutura tridimensional da espuma, onde a borda de Plateau é o encontro de quatro bolhas. A estrutura circular interna a esta bolha deve-se ao empastamento no momento do corte, que ao lixar foi removida a parte superior, deixando esta

estrutura circular. (b) Distribuição de partículas dentro de um canal. Observa-se que não há uma preferência por aglomeração nas interfaces gás-sólido ou pela parte interna, com as partículas aparecendo em ambos os locais. (c) Detalhe de partícula inclusa em um canal, onde pode se observar uma deformação na estrutura do canal, no sentido de acompanhar o contorno da partícula.

- Segunda linha: extrusão nº05 – 9 minutos: (d) e (e) canais com inclusão de partícula (f) Detalhe de formações encontradas nos canais. O formato irregular indica uma provável reação entre os componentes da espuma

- Terceira linha: extrusão nº06 – 7 minutos e 30 segundos: (g) borda de Plateau mostrando inclusão de partículas e uma bolha (h) detalhe de partícula no canal, mostrando a deformação local (i) aspecto da microestrutura da espuma

- Quarta linha: extrusão nº06 – 8 minutos: (j) distribuição de partículas no interior do canal (k) detalhe mostrando uma fase de forte coloração alaranjada, sendo provavelmente cobre puro. Essa formação é bastante rara, sendo pouco encontrada na amostra analisada (l) borda de Plateau, mostrando o aspecto microestrutural.

A análise destas amostras mostrou que não há uma localização preferencial das partículas, pelo interior ou pelas interfaces da espuma. Não foi observado, porém partículas semi alocadas na parte sólida, exatamente na interface. Deve-se considerar ainda que estas partículas podem ter sido arrancadas no processo de corte e polimento, uma vez que os canais têm tamanho bastante reduzido e a matriz de alumínio é bastante frágil a esses processos. Outro fator a ser considerado é a representatividade da área analisada, uma vez que uma espuma tem elevada área superficial e somente uma seção foi observada, que contabiliza uma área bastante reduzida.

Uma análise por MEV (Figura 16) das amostras acima representadas em microscopia óptica mostrou mais detalhes da microestrutura:

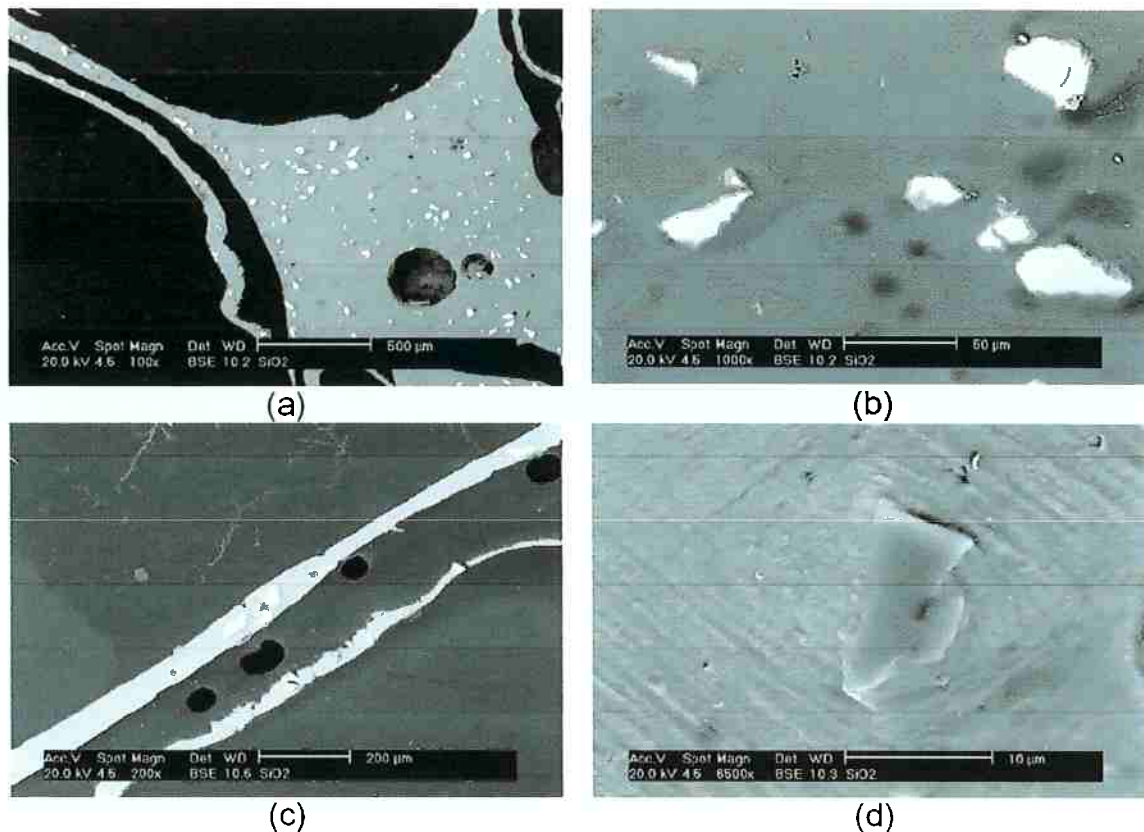


Figura 16 – MEV da amostra da extrusão n°05 – 8 minutos

As partículas claras observadas na figura 16(a) foram detectadas por EDS como sendo de titânio. Como se trabalhou com hidreto de titânio e o hidrogênio é um elemento não detectável em EDS, conclui-se que as partículas são de hidreto de titânio não reagido. A camada que circunda estas partículas, em detalhe na figura 16(b) é de intermetálico alumínio-titânio, mostrando uma frente de reação. Estas partículas se mostraram tanto na estrutura (figura 16(a)) quanto nos canais (figura 16(c)). As partículas de sílica são de difícil identificação por não apresentarem contraste com o alumínio devido a proximidade de peso molecular, mas foram encontradas na matriz, não mostrando sinal de reação (figura 16(d)).

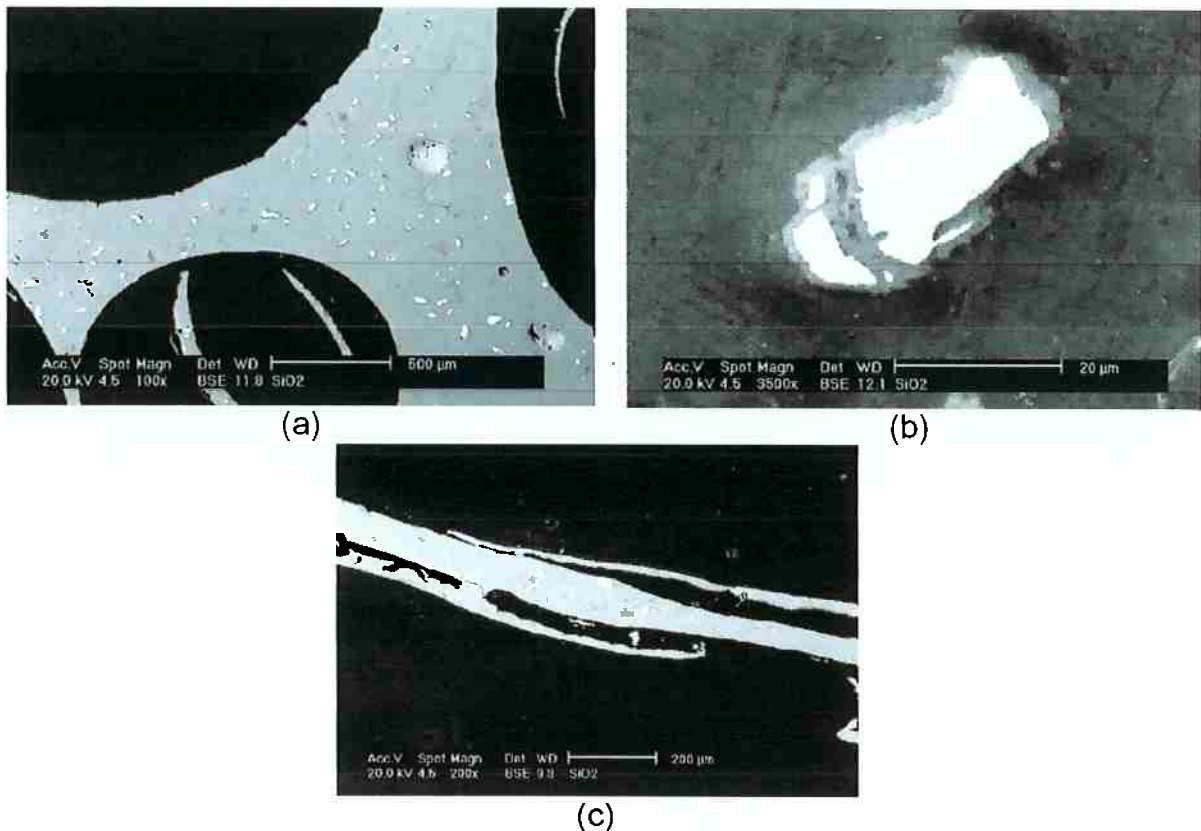


Figura 17 – MEV de amostra da extrusão n°05 – 9 minutos

A diferença no tempo de residência no forno da amostra da figura 17 com a amostra da figura 16 mostra uma redução no tamanho das partículas de hidreto de titânio, como podemos comparar as figuras 16(a) e 17(a) e também 16(b) com 17(b). Há também formação do intermetálico em torno da partícula. A figura 17(c) mostra as partículas dentro dos canais.

A figura 18 mostra os experimentos da extrusão n°06, que usou óxido de cobre ao invés da sílica. Nota-se novamente as partículas de hidreto de titânio (Figura 18(a)) e além destas, é possível notar uma rede formada na estrutura (Figura 18(a) e 18(b)). Esta rede contém cobre, proveniente provavelmente de líquido eutético que assume essa configuração durante a solidificação. Imagem em detalhe da rede na figura 18(c). A estrutura dos canais se mostrou similar às amostras da extrusão n°05 (Figura 18(d)).

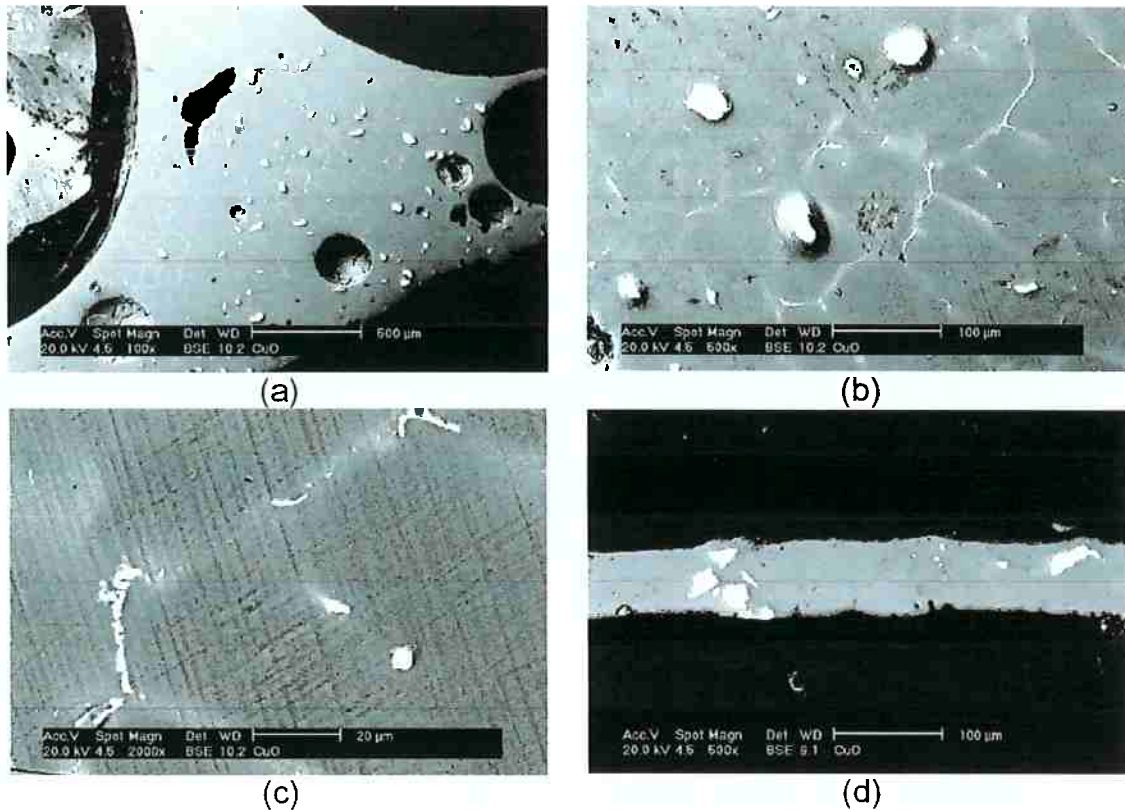


Figura 18 – MEV da amostra da extrusão nº06 – 7minutos e 30 segundos

Na figura 19 podemos observar que a rede formada pelos intermetálicos com cobre também se forma, além da presença das partículas de hidreto de titânio (Figura19(a)). A rede é observada em detalhes na figura 19(b). A figura 19(c) mostra a partícula de hidreto de titânio (esquerda, maior) e de intermetálico alumínio-cobre (direita, menor). Na figura 19(d) podemos ver a presença do hidreto de titânio nos canais.

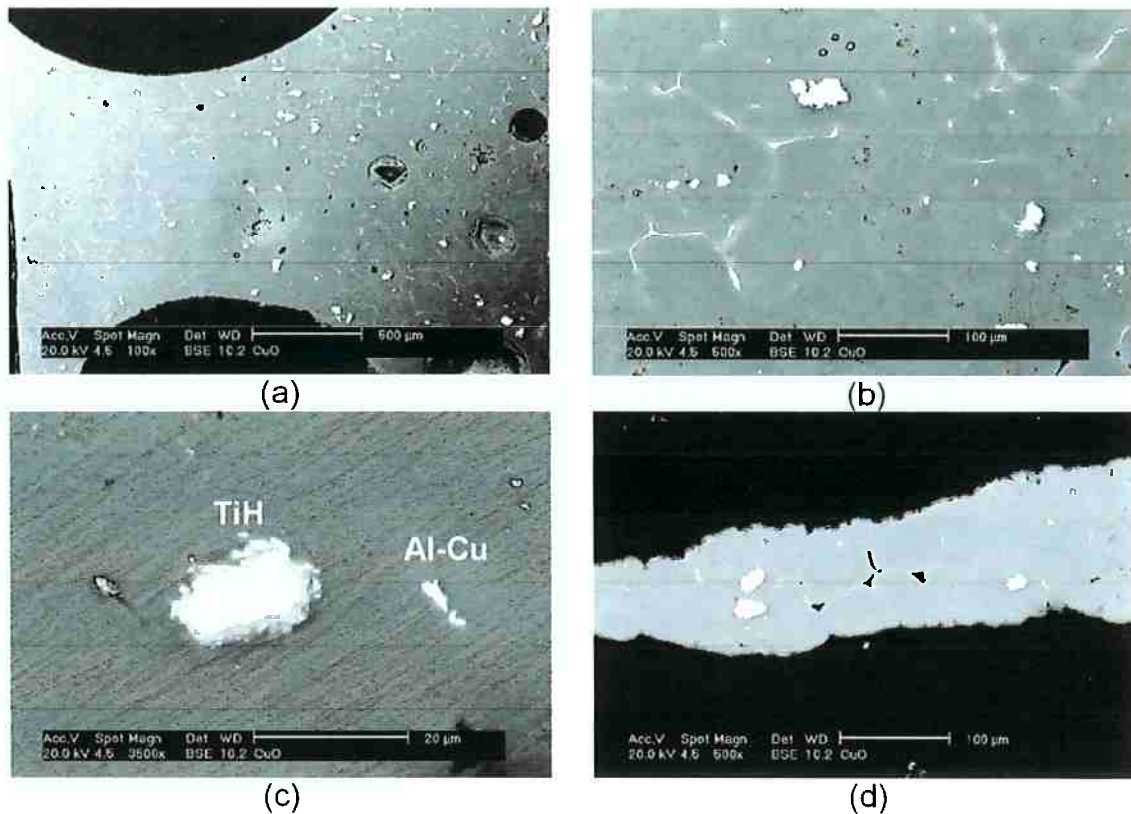


Figura 19 – MEV das amostras da extrusão n°06 – 8 minutos

Pela análise da microestrutura por MEV das amostras que mostraram mais estabilidade e espumabilidade (extrusões n°05 e 06) podemos observar a presença de partículas de hidreto de titânio não-reagido em grande quantidade, e sua localização tanto na estrutura quanto nos canais.

Nas amostras analisadas por MEV, não foi possível observar a formação de alumina. Fazendo análises por EDS em grandes áreas observava-se uma pequena concentração de oxigênio, porém em estequiometria diferente da alumina. O que se pode supor é que o conteúdo formado seja muito pequeno devido a baixa quantidade de óxidos adicionados.

## 5. Considerações futuras

O completo entendimento das espumas metálicas ainda não é uma realidade. O presente trabalho visou uma modificação na rota de metalurgia do pó, através da criação in-situ do particulado pela reação aluminotérmica. Como a alumina pretendida não foi explicitamente observada, direções para futuras pesquisas são agora apresentadas, visando facilitar a ocorrência da reação aluminotérmica.

Uma possibilidade é o uso de ativação dos pós através de moagens. Sabe-se que pós moídos por determinados períodos podem exibir um comportamento de reação fora do equilíbrio devido ao aumento de energia de superfície do pó pelas sucessivas deformações durante a moagem. Pode-se então moer os pós de alumínio e dos óxidos até antes de ocorrer a reação entre eles e colocá-los no forno para o processo de espumação. Assim, a moagem poderia fazer com que a reação aluminotérmica acontecesse em períodos de tempo mais curtos. Um contratempo operacional que poderia ocorrer é o empastamento do alumínio nos jarros de moagem, sendo necessários tempos mais longos de moagem. Estes longos períodos de moagem, porém, podem levar o pó a reagir aluminotermicamente durante a moagem.

Outra possibilidade é um tratamento térmico no agente espumante visando a formação de uma camada de óxido que retardaria a decomposição o mesmo. Com isso, poderia haver um aumento na temperatura de espumação, possibilitando a ocorrência da reação entre o alumínio e o óxido. A patente FORMGRIP<sup>(13)</sup> usa desta idéias, mas aplicada na rota de metal líquido. A figura 20 mostra o ganho de temperatura devido ao processo de oxidação.

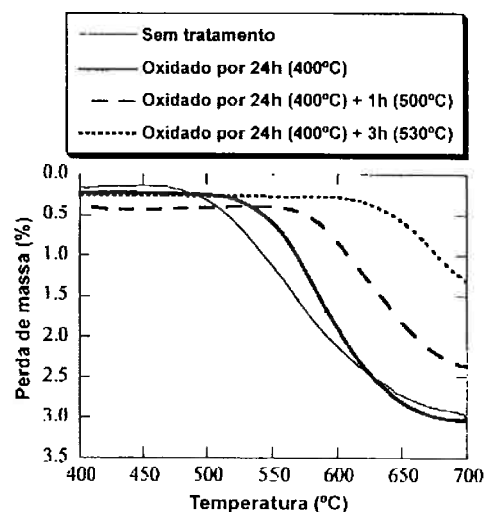


Figura 20 – Ganho de temperatura com a oxidação do agente espumante<sup>(13)</sup>

## 6. Conclusões

- O método de produção de espumas metálicas por metalurgia do pó foi reproduzido com sucesso. As amostras que apresentaram as melhores estruturas mostraram uma densidade de  $0,5\text{g/cm}^3$ .

- As partículas se apresentaram por toda a estrutura da espuma, não sendo notada a preferência pela superfície sólido-gás ou pelo interior da estrutura.

- Foi observada grande quantidade de hidreto de titânio não reagido, havendo possibilidade de se diminuir o teor usado.

- A estabilidade foi garantida pelo efeito de particulado na estrutura do material. A alumina que se pretendia produzir in situ não foi observada em microscopia eletrônica de varredura, embora haja evidências de redução aluminotérmica do óxido de cobre, devido a presença de líquido interdendrítico. Observou-se a predominância de formas intermetálicas ao invés de alumina.

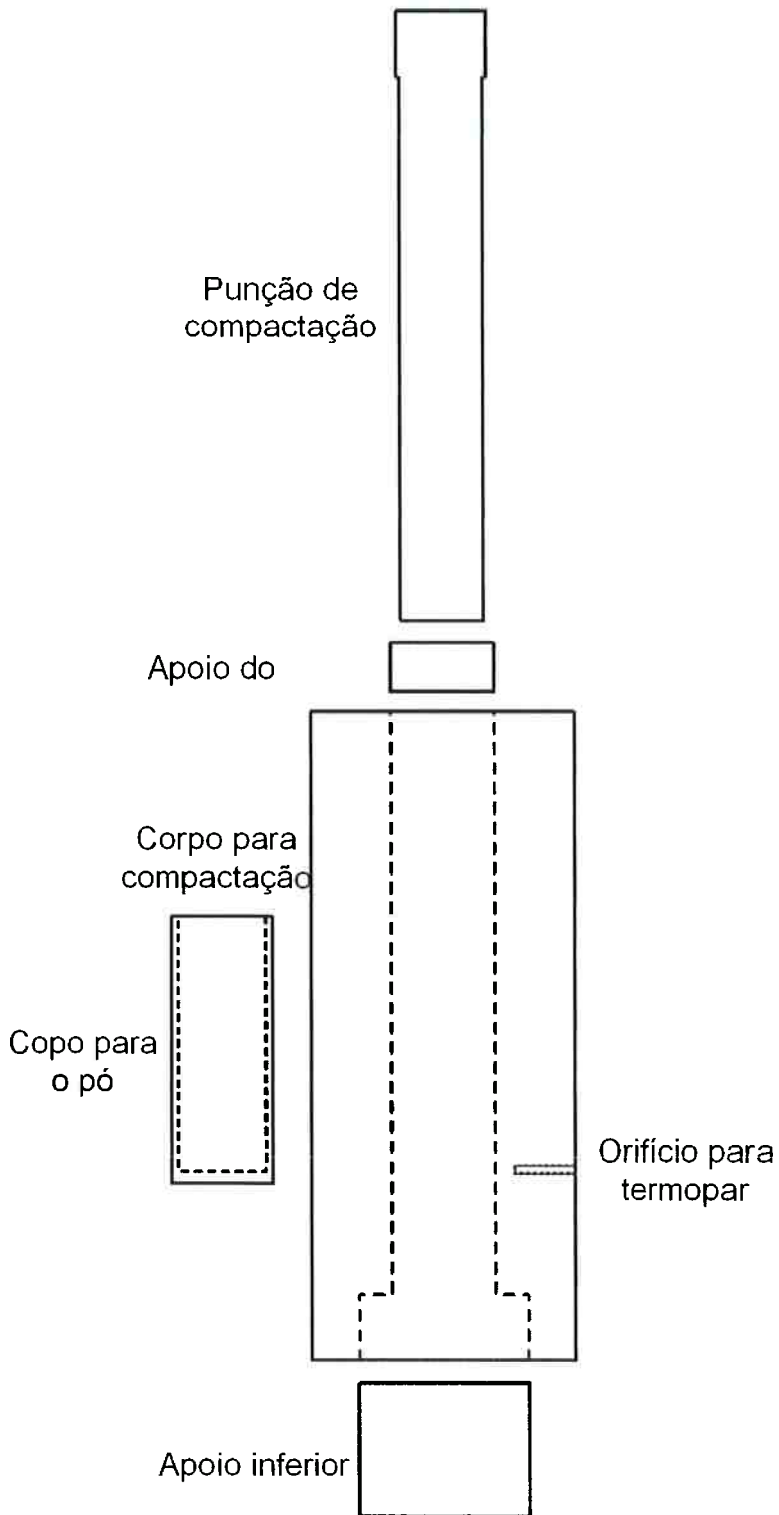
## 7. Referências bibliográficas

01. DEGISCHER, H. P., KRISZT, B. Handbook of Cellular Metals: Production, Processing, Applications. Weinheim: Wiley-Vhc, 2002. 392p.
02. BANHART, J. Manufacture, characterisation and application of cellular metals and metal foams. Progress in Materials Science, Bremen, v.46, p.559-632, 2001.
03. IRRETIER, A. BANHART, J. Lead and lead alloy foams. Acta Materialia Bremen, v.53, p.4903-4917, 2005
04. ASAVAVISITHCHAI, S. SLATER, D. KENNEDY, A. R. Effect of bonding strength on the energy absorption of Al foam-filled cylindrical tube. Journal of Materials Science, Nottingham. v.39, p.5873-5875, 2004.
05. XIE. S, EVANS, J.R.G. High porosity copper foam. Journal of Materials Science London, v.39, p.5877-5880, 2004.
06. CLAAR, D., YU, C.J., HALL, I., BANHART, J., BAUMEISTER, J., WEBER, M., SEELIGER, W. Ultra-lightweight Aluminum Foam Materials for Automotive Applications. International Journal of Powder Metallurgy, v. 36, p. 51-73, 2000.
07. SCHWINGEL, D., SEELIGER, H.W., VECCHIONACCI, C., ALWES, D., DITTRICH, J. Aluminum foam sandwich structures for space applications. Acta Astronautica, v. 61, p. 326-330, 2007.
08. COOKSON, E. J., FLOYD, D. E., SHIH, A.J. Design, manufacture, and analysis of metal foam electrical resistance heater. International Journal of Mechanical Sciences, v. 48, p. 1314-1322, 2006.
09. Catálogo Alporas – Shinko Wire Co. Ltd. Disponível em <http://www.shinko-wire.co.jp/product/alporas-eng.pdf>
10. SOSNICK, B. Process for making foamlike material. US Patent 2434775, 20 Janeiro 1948.
11. BANHART J. Manufacturing Routes for Metallic Foams. JOM-The Member Journal of The Minerals, Metals & Materials Society. v. 52 (12), p.22-27, 2000.
12. GERGELY V.; DESGISCHER H.P.; CLYNE T.W. Recycling of MMCs and production of Metallic Foams. Comprehensive Composite Materials. v. 3, p. 797-820.
13. GERGELY V.; CLYNE B. The FORMGRIP Process: Foaming Reinforced Metals by Gas Release in Precursors. Advanced Engineering Materials, v.4 p.175-178, 2000.
14. KITAZONO, K., SATO, E., KURIBAYASHI, K. Novel manufacturing process of closed-cell aluminum foam by accumulative roll-bonding. Scripta Materialia, v. 50, p. 495-498, 2004.

15. SONG, Z. L. MA, L. Q. WU, Z. HE, D.P. Effects on cellular structure of foamed aluminum in foaming process. *Journal of Materials Science, Beijing*, vol 35. p. 15-20, 2000.
16. WÜBBEN, T. STANZICK, H. BANHART, J. ODENBACH, S. Stability of metallic foams studied under microgravity. *Journal of Physics: Condensed Matter, Bremen*, vol 15. p. 427-433, 2003.
17. BABCSÁN, N. LEITLMEIER, D. BANHART, J. Metal foams – high temperature colloids Part I. Ex situ analysis of metal foams. *Colloids And Surfaces A, Berlin*, vol 261. p. 123-130, 2005.
18. ASHTANA, R. Solidification processing of reinforced materials. *Trans Tech Publications*, 1998.
19. DUARTE, I. BANHART, J. A study of aluminium foam formation – kinetics and microstructure. *Acta Materialia, Bremen*, v. 48, p. 2349-2362, nov. 1999.
20. ASAVAVISITHCHAI, S. KENNEDY, A.R. The effect of Mg addition on the stability of Al–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foams made by a powder metallurgy route. *Scripta Materialia, Nottingham*, vol. 54 Issue 7. p. 1331-1334, 2006.
21. HAIBEL, A., RACK, A., BANHART, J. Why are metal foams stable?. *Applied Physics Letters*, v. 89, 2006.
22. BANHART, J. STANZICK, H. HELFEN, L. BAUMBACH, T. Metal foam evolution by synchrotron radiography. *Applied Physics Letters, Bremen*, vol. 78. p. 1152-1154, 2001.
23. DUARTE, I. Sub-atividade 2.3 – Espumas Metálicas – INETI. 21p.
24. BUSO, S. J. Estudos dos efeitos da composição química e da conformação mecânica na cinética de recristalização de ligas Al-Mg-Zr. 2004. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2004.
25. KENNEDY, A. R. Effect of compaction density on foamability of Al-TiH<sub>2</sub> powder compacts. *Powder Metallurgy*, vol 45. p.75-79, 2002

## ANEXO A

Desenho esquemático da compactação e da extrusora e fotos (exceto sistema de refrigeração e vácuo).



Punção de compactação



Copo para o pó



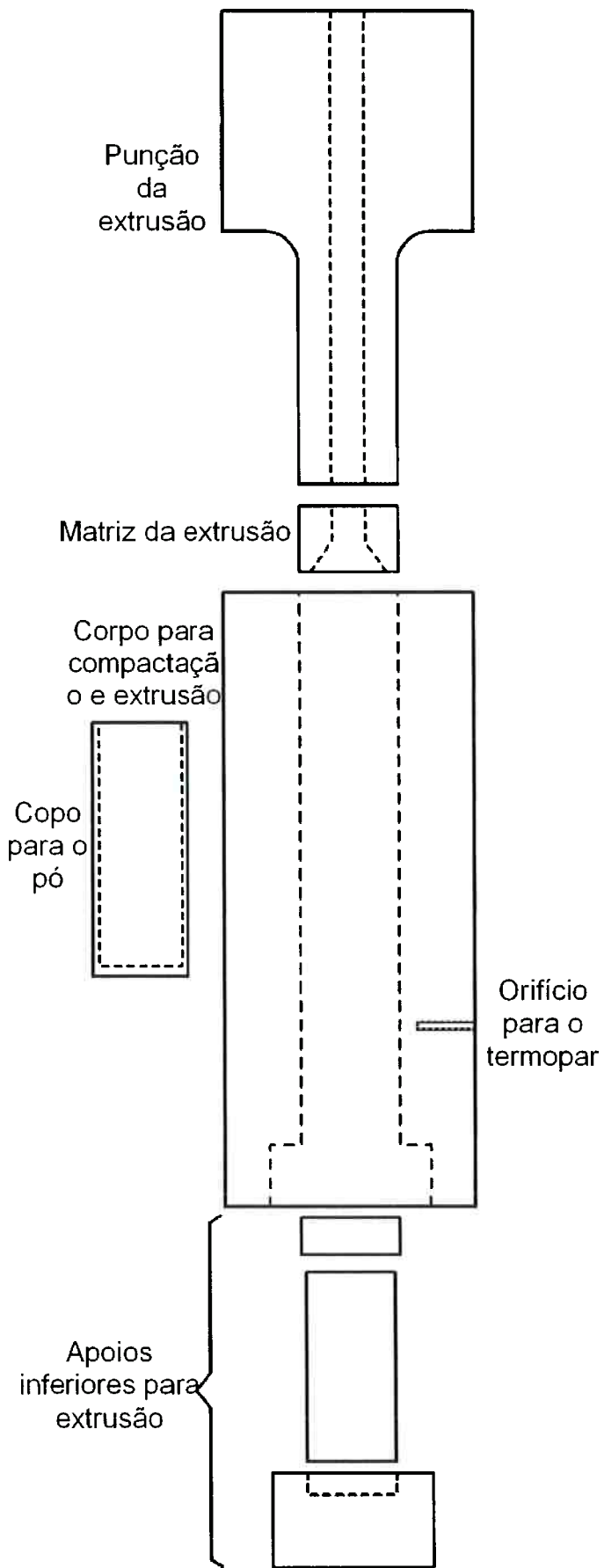
Apoios do punção



Corpo para compactação



Apoio inferior



Punção da extrusão



Copo para o pó



Matriz da extrusão



Corpo para compactação



Apoios inferiores para