



**Tratamento de agitação ultrassónica da
liga A356 reforçada com partículas SiC**

Marco Amorim

UMinho | 2021

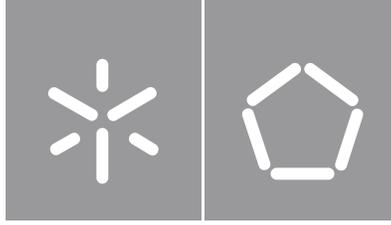


Universidade do Minho
Escola de Engenharia

Marco Cerqueira Amorim

**Tratamento de agitação ultrassónica da liga
A356 reforçada com partículas SiC**

novembro de 2021



Universidade do Minho

Escola de Engenharia

Marco Cerqueira Amorim

**Tratamento de agitação ultrassónica da liga
A356 reforçada com partículas SiC**

Dissertação de Mestrado
Mestrado Integrado em Engenharia Mecânica
Manufatura Aplicada

Trabalho efetuado sob a orientação do
Professor Hélder de Jesus Fernandes Puga

DIREITOS DE AUTOR E CONDIÇÕES DE UTILIZAÇÃO DO TRABALHO POR TERCEIROS

Este é um trabalho académico que pode ser utilizado por terceiros desde que respeitadas as regras e boas práticas internacionalmente aceites, no que concerne aos direitos de autor e direitos conexos.

Assim, o presente trabalho pode ser utilizado nos termos previstos na licença abaixo indicada.

Caso o utilizador necessite de permissão para poder fazer um uso do trabalho em condições não previstas no licenciamento indicado, deverá contactar o autor, através do RepositóriUM da Universidade do Minho.

Licença concedida aos utilizadores deste trabalho



Atribuição-NãoComercial-SemDerivações
CC BY-NC-ND

<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>

AGRADECIMENTOS

A elaboração deste trabalho foi marcada por obstáculos, dificuldades e incertezas, mas sobretudo por desafios para os quais a cooperação de diversas pessoas foi essencial. Ao longo da execução do trabalho, estas pessoas demonstraram o seu apoio e confiança tendo sido vitais para que os desafios fossem superados.

Desta forma, endereço o meu agradecimento a todas estas pessoas que sempre estiveram presentes ao longo do trabalho.

Ao professor Hélder Puga pela confiança depositada em mim, pela excelente orientação sempre pautada por um elevado rigor científico e uma visão crítica e pela disponibilidade demonstrada ao longo da execução do trabalho. Adicionalmente, agradeço pela partilha de ideias e conhecimentos que contribuíram para enriquecer o trabalho e aumentar, ainda mais, o meu gosto e interesse pela manufatura.

Ao Vítor Carneiro pela disponibilidade que sempre apresentou e pela partilha e troca de ideias, opiniões e sugestões que permitiram, também, enriquecer o trabalho.

Ao Engenheiro Carlos Jesus pela disponibilidade demonstrada para me ensinar a manusear o equipamento de *ball milling* e por me deixar utilizá-lo sempre que fosse necessário.

Aos colegas do Laboratório de Fundição da Universidade do Minho pela passagem de conhecimento em relação a vários aspetos relacionados com o laboratório e pela troca de ideias sobre diversos assuntos relacionados com o trabalho que me permitiu ultrapassar obstáculos e dificuldades.

Por fim, mas não menos importantes, aos meus pais pela confiança, pelos conselhos preciosos, pelo encorajamento nos momentos mais difíceis e pela compreensão que demonstraram nos momentos da minha ausência.

DECLARAÇÃO DE INTEGRIDADE

Declaro ter atuado com integridade na elaboração do presente trabalho académico e confirmo que não recorri à prática de plágio nem a qualquer forma de utilização indevida ou falsificação de informações ou resultados em nenhuma das etapas conducente à sua elaboração.

Mais declaro que conheço e que respeitei o Código de Conduta Ética da Universidade do Minho.

RESUMO

Tratamento de agitação ultrassônica da liga A356 reforçada com partículas SiC

A constante evolução do mercado tem levado a um aumento da procura por materiais avançados. No caso da indústria automóvel e outras similares, a incessante procura por materiais que consigam aliar uma baixa massa volúmica a boas propriedades mecânicas tem-se intensificado nos últimos anos por forma a reduzir a massa de veículos, equipamentos e estruturas.

Neste seguimento, as ligas de alumínio têm vindo a ganhar destaque no mundo industrial pelo facto de apresentar boas propriedades mecânicas aliadas a uma baixa massa volúmica em comparação com os aços ou os ferros fundidos. Porém, apesar das suas características vantajosas, as ligas de alumínio não apresentam propriedades mecânicas suficientes para fazer face aos requisitos de determinados componentes e estruturas. Neste sentido, surgiu a ideia de produzir um material avançado a partir das ligas de alumínio: os compósitos de matriz de alumínio. Com estes, espera-se a melhoria das propriedades mecânicas sem o comprometimento da massa volúmica obtendo, desta forma, um material com uma melhor relação entre propriedades mecânicas e massa volúmica. Contudo, a produção destes materiais não é fácil tendo sido objetivo de diversos estudos ao longo do últimos anos.

Assim, surgiu o tema deste trabalho que tem como objetivo obter um procedimento ótimo de fundição que permita a obtenção de compósitos de matriz de alumínio de boa qualidade com propriedades mecânicas superiores às da liga de base.

Para a execução deste trabalho foi necessário, numa primeira instância, a compreensão do tema em questão. Esta passou pela pesquisa bibliográfica de artigos e livros onde são apresentados e discutidos diversos assuntos relacionados com este trabalho nomeadamente a fundição das ligas de alumínio, as técnicas de pré-processamento das partículas cerâmicas usadas para o reforço da liga e a produção das ligas de alumínio compósitas. Posteriormente, foram definidos os materiais a utilizar nos diversos ensaios de *ball milling* e de fundição dos compósitos e os procedimentos a adotar na realização destes. Por fim, foram apresentados e discutidos os resultados das microestruturas e dos ensaios de dureza, de tração e de DMA. Os resultados deste trabalho mostraram uma boa dispersão das partículas e um aumento da dureza de 1,6 % e das tensões de cedência e de rutura de 14,6 % e 12,4 %, respetivamente. Para além disso, verificou-se um aumento da capacidade de amortecimento que diminui após o tratamento térmico.

Palavras-Chave: *Ball Milling*; Compósitos; Fundição; Ligas de Alumínio; Partículas Cerâmicas.

ABSTRACT

Ultrasonic-stirring treatment of A356 alloy reinforced with SiC particles

The constant evolution of the market has led to an increased demand for advanced materials. In the case of the automobile industry and others, the incessant search for materials that can combine a low density with good mechanical properties has intensified in recent years to reduce the mass of vehicles, equipment and structures.

In this context, aluminum alloys have been gaining prominence in the industrial world since they present good mechanical properties combined with a low density compared to steel or cast iron. However, despite their advantageous characteristics, aluminum alloys don't have sufficient mechanical properties to meet the requirements of certain components and structures. In this sense, came the idea of producing an advanced material from aluminum alloys: aluminum matrix composites. With these, it is expected the improvement of the mechanical properties without compromising the density, thus obtaining a material with a better relationship between mechanical properties and density. However, the production of these materials is not easy, having been the object of several studies over the last few years.

Thereby, the theme of this work emerged, which aims to obtain an optimal casting procedure that allows obtaining good quality aluminum matrix composites with mechanical properties superior to those of the base alloy.

To carry out this work, it was necessary, in the first instance, to understand the topic in question. This went through the bibliographical research of articles and books where several subjects related to this work are presented and discussed, namely the casting of aluminum alloys, the pre-processing techniques of the ceramic particles used for the reinforcement of the alloy and the production of aluminum alloys composites. Subsequently, the materials to be used in the various ball milling and casting tests of composites and the procedures to be adopted in carrying them out were defined. Finally, the results of the microstructures and the hardness, tensile and DMA tests were presented and discussed. The results of this work showed a good dispersion of the particles and an increase in hardness of 1,6 % and in yield and ultimate stress of 14,6 % and 12,4 %, respectively. Furthermore, there was an increase in the damping capacity which decreases after the heat treatment.

Keywords: Aluminium Alloys; Ball Milling; Casting; Ceramic Particles; Composites.

ÍNDICE

| | |
|--|------|
| Agradecimentos..... | iii |
| Resumo..... | v |
| Abstract..... | vi |
| Índice..... | vii |
| Lista de Figuras..... | x |
| Lista de Tabelas | xiii |
| Lista de Abreviaturas, Siglas e Acrónimos | xiv |
| 1. Introdução..... | 1 |
| 1.1 Motivação | 1 |
| 1.2 Objetivos..... | 1 |
| 1.3 Considerações gerais | 2 |
| 1.4 Organização da dissertação..... | 3 |
| 2. Estado da arte | 5 |
| 2.1 Fundição de ligas de alumínio | 5 |
| 2.1.1 Problemas relacionados com a fundição de ligas de alumínio..... | 5 |
| 2.1.2 Tratamento do metal líquido | 7 |
| 2.2 Pré-processamento das partículas cerâmicas..... | 15 |
| 2.2.1 Pré-aquecimento | 16 |
| 2.2.2 Revestimento..... | 17 |
| 2.2.3 <i>Ball milling</i> | 18 |
| 2.3 Fundição de ligas de alumínio compósitas | 20 |
| 2.3.1 Processos no estado líquido..... | 20 |
| 2.3.2 Processo no estado semissólido..... | 23 |
| 2.3.3 Técnicas de dispersão e aumento da molhabilidade das partículas..... | 24 |
| 3. Materiais, equipamento e procedimentos experimentais | 28 |

| | | |
|-------|---|----|
| 3.1 | Partículas cerâmicas e ligas selecionadas | 28 |
| 3.1.1 | Liga de alumínio | 28 |
| 3.1.2 | Esferas de alumínio | 31 |
| 3.1.3 | Partículas cerâmicas..... | 32 |
| 3.2 | Equipamentos utilizados..... | 32 |
| 3.2.1 | Pré-processamento das partículas cerâmicas (<i>ball milling</i>)..... | 33 |
| 3.2.2 | Fundição das ligas de alumínio reforçadas com partículas cerâmicas | 33 |
| 3.2.3 | Preparação amostras/provetes para caracterização microestrutural e mecânica | 35 |
| 3.2.4 | Análise microestrutural e ensaios mecânicos | 36 |
| 3.3 | Procedimentos utilizados..... | 37 |
| 3.3.1 | Testes preliminares no <i>ball milling</i> | 37 |
| 3.3.2 | Produção das ligas de alumínio reforçadas com partículas cerâmicas..... | 38 |
| 3.3.3 | <i>Master alloys</i> | 42 |
| 3.4 | Técnicas de caracterização..... | 43 |
| 3.4.1 | Caracterização microestrutural..... | 43 |
| 3.4.2 | Caracterização mecânica..... | 44 |
| 4. | Resultados e discussão | 48 |
| 4.1 | Resultados do pré-processamento | 48 |
| 4.1.1 | Análise do pré-processamento das partículas | 49 |
| 4.1.2 | Caracterização das <i>master alloys</i> | 58 |
| 4.2 | Caracterização microestrutural dos ensaios realizados..... | 60 |
| 4.2.1 | Análise microestrutural | 60 |
| 4.2.2 | Tamanho de grão | 68 |
| 4.3 | Caracterização mecânica dos fundidos | 70 |
| 4.3.1 | Dureza | 70 |
| 4.3.2 | Ensaio de tração | 73 |

| | | |
|-------|--------------------------|----|
| 4.3.3 | Ensaaios de DMA | 74 |
| 5. | Conclusão | 79 |
| 5.1 | Observações finais | 79 |
| 5.2 | Trabalhos futuros | 80 |
| | Bibliografia | 81 |

LISTA DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 1 – Número de publicações por reforço..... | 3 |
| Figura 2 – Solubilidade do hidrogénio em função da temperatura..... | 7 |
| Figura 3 – Mecanismo de desgaseificação por gás inerte. | 8 |
| Figura 4 – Representação de um difusor rotativo..... | 9 |
| Figura 5 – <i>Apparatus</i> do processo de desgaseificação por ultrassons: (1) gerador de ultrassons; (2) radiador acústico; (3) termopar; (4) metal líquido; (5) forno..... | 10 |
| Figura 6 – Hidrogénio dissolvido no final da desgaseificação efetuada com as duas técnicas. | 10 |
| Figura 7 – Equipamento para o teste RPT. | 11 |
| Figura 8 – Superfície de corte de duas amostras solidificadas em diferentes condições. | 12 |
| Figura 9 – Representação esquemática da molhabilidade entre sólido e líquido. | 15 |
| Figura 10 – Influência do revestimento de níquel na molhabilidade de partículas cerâmicas. | 18 |
| Figura 11 – Influência do revestimento de níquel em partículas de alumina..... | 18 |
| Figura 12 – Representação esquemática do processo <i>ball milling</i> | 19 |
| Figura 13 – Etapas para a produção de compósitos usando o <i>ball milling</i> | 20 |
| Figura 14 – Esquema do processo de infiltração. | 21 |
| Figura 15 – <i>Apparatus</i> do processo de agitação. | 22 |
| Figura 16 – Etapas do processo de agitação. | 23 |
| Figura 17 – <i>Apparatus</i> do processo no estado semissólido..... | 24 |
| Figura 18 – Esquema do tratamento por ultrassons de contacto. | 25 |
| Figura 19 – Diagrama de fases de ligas Al-Si..... | 30 |
| Figura 20 – Esfera de alumínio puro de 6 mm. | 31 |
| Figura 21 – Micropartículas de carboneto de silício. | 32 |
| Figura 22 – (a) Equipamento <i>ball milling</i> e (b) jarro e bolas cerâmicas. | 33 |
| Figura 23 – Fornos usados nos diversos ensaios..... | 34 |
| Figura 24 – Radiador acústico. | 34 |
| Figura 25 – Moldação metálica..... | 35 |
| Figura 26 – (a) Discotom; (b) e (c) máquinas de polir..... | 35 |
| Figura 27 – Torno CNC. | 36 |
| Figura 28 – (a) Microscópio ótico, (b) máquina de tração e (c) microdurómetro..... | 36 |

| | |
|---|----|
| Figura 29 – Ciclos térmicos dos quatro ensaios. | 40 |
| Figura 30 – <i>Apparatus</i> experimental. | 41 |
| Figura 31 – Vazamentos efetuados nos ensaios: (a) “A356 + SiC(1/49) + US”; (b) “A356 + US”; (c) “A356 + Árgon”. | 42 |
| Figura 32 – Esquema das amostras analisadas do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”. | 43 |
| Figura 33 – Esquema das amostras analisadas dos ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon”. | 44 |
| Figura 34 – Indentações realizadas nas amostras do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”. | 45 |
| Figura 35 – Indentações realizadas nas amostras dos ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon”. | 45 |
| Figura 36 – Principais dimensões do provete. | 46 |
| Figura 37 – Esquema do ensaio de DMA. | 46 |
| Figura 38 – Provetes do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” para o DMA. | 47 |
| Figura 39 – Esferas de 6 mm com e sem revestimento de partículas cerâmicas. | 48 |
| Figura 40 – Amostras de esferas após 0, 15, 30, 45 e 60 minutos de processamento. | 49 |
| Figura 41 – Partículas cerâmicas após 3 horas de processamento no <i>ball milling</i> | 50 |
| Figura 42 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera processada durante 15 minutos. | 50 |
| Figura 43 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera processada durante 30 minutos. | 51 |
| Figura 44 – (a) Esferas de 6 mm processadas sem bolas e (b) comparação com esfera não processada. | 52 |
| Figura 45 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera de 6 mm processada sem bolas. | 52 |
| Figura 46 – Micrografia (escala de 125 μm) da secção de uma esfera de 6 mm processada sem bolas. | 53 |
| Figura 47 – (a) Esferas de 6 mm processadas com bolas e (b) comparação com esfera não processada. | 54 |
| Figura 48 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera de 6 mm processada com bolas. | 54 |
| Figura 49 – Micrografia (escala de 125 μm) da secção de uma esfera de 6 mm processada com bolas. | 55 |
| Figura 50 – Comparação entre esferas de 6 mm não processada (esfera da esquerda) e processadas sem (esfera central) e com bolas (esfera da direita). | 55 |
| Figura 51 – (a) Esferas de 3 mm processadas com bolas e (b) comparação com esfera não processada. | 56 |
| Figura 52 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera de 3 mm processada com bolas. | 57 |

| | |
|---|----|
| Figura 53 – (a) Esferas de 1 mm processadas com bolas e (b) comparação com esfera não processada. | 57 |
| Figura 54 – Micrografia (escala de 250 μm) de uma esfera de 1 mm processada com bolas. | 58 |
| Figura 55 – Micrografias da <i>master alloy 1</i> com escalas de: (a) 125 μm ; (b) 50 μm . | 58 |
| Figura 56 – Micrografias da <i>master alloy 2</i> com escalas de: (a) 125 μm ; (b) 50 μm . | 59 |
| Figura 57 – (a) Caracterização SEM da <i>Master alloy 2</i> e (b) EDS da zona 1. | 60 |
| Figura 58 – Microestruturas do ensaio “A356 + SiC(1/9)” com escalas de: (a) 500 μm ; (b) 125 μm ; (c) 25 μm . | 61 |
| Figura 59 – Microestruturas do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” com escalas de: (a) 250 μm ; (b) 125 μm ; (c) 50 μm ; (d) 25 μm . | 62 |
| Figura 60 – Microestrutura (escala de 50 μm) do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” com polarização. | 63 |
| Figura 61 – Microestruturas do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” (escala de 125 μm) das amostras: (a) A1; (b) A2; (c) A3; (d) A4. | 64 |
| Figura 62 – Microestruturas SEM do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”. | 65 |
| Figura 63 – (a) Microestrutura SEM do ensaio 2 e (b) EDS das zonas 1 e 2. | 66 |
| Figura 64 – Microestruturas do ensaio “A356 + US” com escalas de: (a) 250 μm ; (b) 125 μm ; (c) 50 μm ; (d) 25 μm . | 67 |
| Figura 65 – Microestruturas do ensaio “A356 + Árgon” com escalas de: (a) 250 μm ; (b) 125 μm ; (c) 50 μm ; (d) 25 μm . | 67 |
| Figura 66 – Microestruturas atacadas quimicamente (escala de 250 μm) dos ensaios: (a) “A356 + SiC(1/49) + US”; (b) “A356 + US”; (c) “A356 + Árgon”. | 68 |
| Figura 67 – Circularidade e tamanho de grão dos três últimos ensaios. | 69 |
| Figura 68 – Durezas registadas ao longo do provete do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”. | 70 |
| Figura 69 – Durezas médias registadas nas amostras dos três ensaios. | 72 |
| Figura 70 – Curvas tensão-deformação dos ensaios realizados. | 73 |
| Figura 71 – Curvas de amortecimento para as várias condições de tratamento térmico do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”. | 75 |
| Figura 72 – Curvas de amortecimento para as várias condições de T.T. do ensaio “A356 + US”. | 75 |
| Figura 73 – Curvas de amortecimento das amostras <i>As-Cast</i> dos ensaios “A356 + SiC(1/49) + US” e “A356 + US”. | 77 |
| Figura 74 – Curvas de amortecimento das amostras com T6 dos ensaios “A356 + SiC(1/49) + US” e “A356 + US”. | 77 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 1 – Características dos diferentes tipos de óxidos formados em ligas de alumínio..... | 6 |
| Tabela 2 – Influência da temperatura na molhabilidade das partículas cerâmicas..... | 16 |
| Tabela 3 – Elementos de liga que podem ser encontrados na liga A356..... | 29 |
| Tabela 4 – Propriedades mecânicas da liga A356 em diferentes condições de tratamento térmico. ... | 29 |
| Tabela 5 – Temperaturas mais importantes da liga A356..... | 31 |
| Tabela 6 – Condições testadas no segundo teste do <i>ball milling</i> | 38 |
| Tabela 7 – Resumo dos ensaios realizados..... | 39 |
| Tabela 8 – Condições de tratamento térmico testadas no DMA..... | 47 |
| Tabela 9 – Valores de dureza registados em cada indentação das amostras do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”..... | 70 |
| Tabela 10 - Valores de dureza registados em cada indentação das amostras dos ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon”..... | 72 |
| Tabela 11 – Tensões de cedência e de rutura dos ensaios realizados..... | 73 |

LISTA DE ABREVIATURAS, SIGLAS E ACRÓNIMOS

RPT – *Reduced Pressure Test* – Teste de Pressão Reduzida

PVD – *Physical Vapour Deposition* – Deposição Física de Vapor

CVD – *Chemical Vapour Deposition* – Deposição Química de Vapor

SiC – *Silicon Carbide* – Carboneto de Silício

Al₂O₃ – *Aluminium Oxide* – Óxido de Alumínio ou Alumina

B₄C – *Boron Carbide* – Carboneto de Boro

TiB₂ – *Titanium Diboride* – Diboreto de Titânio

TiC – *Titanium Carbide* – Carboneto de Titânio

K₂TiF₆ – *Potassium Fluorotitanate* – Fluotitanato de Potássio

Na₃AlF₆ – *Sodium aluminium hexafluoride* – Hexafluoreto de Alumínio e Sódio

MO – Microscópio Ótico

SEM – *Scanning Electron Microscope* – Microscópio Eletrônico de Varrimento

EDS – *Energy Dispersive Spectroscopy* – Espectroscopia por Energia Dispersiva

DMA – *Dynamic Mechanical Analysis* – Análise Mecânica Dinâmica

1. INTRODUÇÃO

Neste capítulo são apresentados, inicialmente, a motivação que levou à escolha deste tema de trabalho bem como o objetivo associado à realização do mesmo.

Posteriormente, são discutidas algumas considerações gerais sobre o tema desta dissertação. O tema das ligas de alumínio micro e nano-reforçadas é contextualizado sendo também apresentadas as principais partículas cerâmicas que têm sido testadas bem como as técnicas para o fabrico de fundidos reforçados com partículas cerâmicas.

Por fim, é apresentada a forma como esta dissertação foi dividida nos seus diversos capítulos.

1.1 Motivação

O tema deste trabalho consiste na aplicação de um tratamento por ultrassons e de um pré-processamento de partículas cerâmicas para o fabrico de ligas leves micro e nano-reforçadas.

A escolha deste teve em consideração o facto de estar relacionado com a especialização de Manufatura Aplicada. Para além disto, o facto de englobar diversas vertentes na área do fabrico tais como a fundição e a maquinaria dos componentes fundidos e na área de materiais onde se encontra a caracterização microestrutural e mecânica foi também um ponto importante na escolha do tema.

1.2 Objetivos

O principal objetivo do projeto é desenvolver uma técnica de fundição de componentes em ligas de Al-Si, micro e nano-reforçadas (com TiC, SiC, TiN, etc.). Para isto, pretende-se realizar diversas experiências onde são testados alguns parâmetros relativos à adição das partículas no banho tais como o pré-processamento das partículas cerâmicas e a temperatura do banho a partir da qual estas são inseridas e relativos à dispersão das partículas através da aplicação do sistema de ultrassons evitando a formação de aglomerados com o intuito de obter um conjunto de parâmetros ótimos.

Os principais alvos de aplicação destes novos componentes serão as indústrias automóvel e aeronáutica, onde a redução de peso dos componentes, sem prejudicar o desempenho mecânico, é imperativa.

Com esta nova abordagem é esperado um aumento das propriedades mecânicas dos componentes produzidos como a tensão de cedência e a dureza. Os resultados científicos e tecnológicos poderão,

depois, ser usados para propor o *scale-up* do processo/técnica desenvolvida visando a sua generalização através da indústria de fundição portuguesa.

1.3 Considerações gerais

As ligas de alumínio são um material em ascensão há alguns anos devido às suas excelentes propriedades mecânicas tendo em conta a sua relação massa/volume.

A crescente necessidade de materiais mais leves como, por exemplo, no ramo automóvel, em que a procura por estes materiais para substituir os já utilizados (p. ex. os aços) sem comprometer a resistência mecânica tem sido cada vez mais intensiva, tem suscitado interesse nas ligas de alumínio. Porém, estas não apresentam, muitas das vezes, a resistência mecânica necessária ao cumprimento das funções dos componente mecânicos.

Neste sentido, têm surgido diversos estudos sobre os materiais compósitos de matriz de alumínio. Nestes, espera-se que a adição de um reforço cerâmico promova um aumento das propriedades estáticas e dinâmicas da liga de alumínio usada para a matriz metálica e, com isso, seja possível obter um material tanto ou mais resistente que, por exemplo, um aço, mas três vezes mais leve.

As grandes vantagens dos materiais compósitos de matriz de alumínio em relação a ligas não reforçadas são (Surappa, 2003):

- Aumento da resistência mecânica;
- Peso específico reduzido em comparação com, por exemplo, os aços e os ferros fundidos;
- Aumento das propriedades a altas temperaturas;
- Aumento da resistência à abrasão e ao desgaste;
- Aumento da rigidez;
- Aumento das capacidades de amortecimento.

No que diz respeito aos reforços a adicionar à matriz de alumínio, os mais utilizados são partículas cerâmicas tais como o carboneto de silício (SiC), o carboneto de boro (B₄C), o carboneto de titânio (TiC) e o óxido de alumínio (Al₂O₃).

As percentagens de estudos relativos aos tipos de partículas utilizadas no reforço das ligas de alumínio são apresentadas na Figura 1. Percebe-se que grande parte dos estudos são relativos à adição de SiC e Al₂O₃. No entanto, as publicações relativas à adição de, por exemplo, TiC e B₄C têm vindo a aumentar significativamente ao longo dos anos.

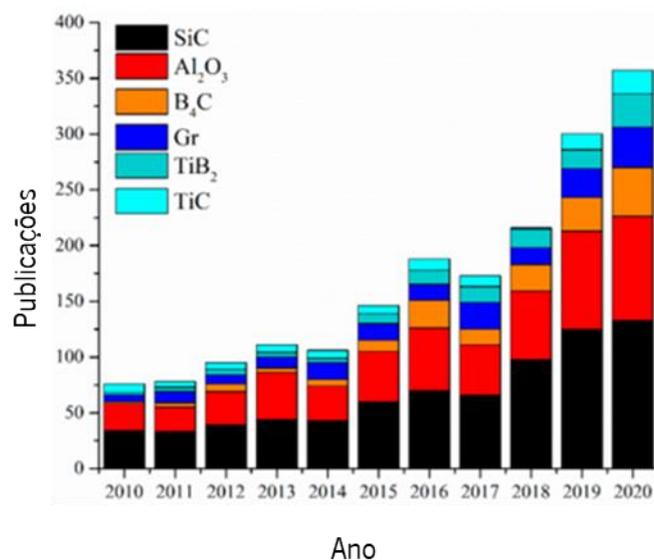


Figura 1 – Número de publicações por reforço (adaptada de Grilo, Carneiro, Teixeira, & Puga, 2021).

Adicionalmente, as partículas cerâmicas utilizadas no reforço das ligas de alumínio podem apresentar diferentes tamanhos sendo, normalmente, apresentadas como nano ou micropartículas. No caso do primeiro, tem sido observada uma maior dificuldade na introdução das partículas no banho de metal pelo facto da molhabilidade das mesmas diminuir com o decréscimo do tamanho das partículas. Isto, deve-se ao aumento da energia superficial necessária para a superfície do metal se deformar aquando da adição de partículas com diâmetro reduzido no banho (Hashim, Looney, & Hashmi, 2001).

No que diz respeito aos processos de fabrico têm sido estudadas diversas técnicas. Estes processos diferem em grande parte na forma como as partículas são inseridas e misturadas no banho de alumínio. Normalmente, estes processos podem ser divididos conforme: (i) estado líquido, nos quais se incluem os processos de infiltração e de agitação mecânica; (ii) estado semissólido; (iii) estado sólido do qual se destaca a metalurgia dos pós. De todos os processos, o de agitação mecânica é o que apresenta maior versatilidade sendo também económico (Mavhungu, Akinlabi, Onitiri, & Varachia, 2017). Os processos no estado líquido e semissólido serão abordados mais adiante.

1.4 Organização da dissertação

A presente dissertação encontra-se dividida em cinco capítulos.

No capítulo 1 são tecidas algumas considerações sobre os compósitos de alumínio, as partículas cerâmicas sobre as quais recaem as atenções dos investigadores e os processos mais utilizados para o fabrico dos compósitos.

Por forma a enquadrar o leitor no tema do trabalho, são apresentadas no capítulo 2 algumas informações sobre a fundição de ligas de alumínio, o pré-processamento das partículas cerâmicas e a fundição das ligas de alumínio compósitas.

Os materiais e os equipamentos utilizados na execução do presente trabalho são apresentados no capítulo 3. Adicionalmente, são explicados os procedimentos experimentais usados no fabrico dos compósitos e as técnicas utilizadas para a caracterização dos fundidos.

No capítulo 4 são expostos os resultados dos diversos ensaios realizados e são tecidas algumas críticas aos mesmos. Este, encontra-se seccionado em três partes onde a primeira consiste na apresentação e discussão dos resultados do pré-processamento das partículas cerâmicas e a segunda na apresentação e discussão das microestruturas dos fundidos. Na terceira secção são apresentados os resultados dos ensaios de dureza, de tração e do DMA.

Por fim, no capítulo 5, são tecidas algumas considerações finais sobre o trabalho realizado e apresentadas algumas sugestões de trabalhos futuros a realizar, inseridos dentro da mesma temática da presente dissertação.

2. ESTADO DA ARTE

Antes da execução deste trabalho foi necessário proceder ao estudo e análise do tema em questão. Para isto, foi essencial a análise de diversos artigos, capítulos de livros e até mesmo alguns *websites* sobre os diversos temas importantes à correta compreensão do tema. Assim, ao longo deste capítulo são abordados alguns temas tais como: (i) a fundição de ligas de alumínio onde são abordados os principais problemas relacionados com a fundição destas ligas e a forma como podem ser corrigidos/evitados; (ii) o pré-processamento das partículas cerâmicas onde são explicados os principais métodos de pré-processamento; (iii) a fundição das ligas de alumínio compósitas onde são expostos os processos de fundição mais utilizados.

2.1 Fundição de ligas de alumínio

As ligas de alumínio são, atualmente, um material em ascensão para substituição de outros materiais devido à sua boa relação entre propriedades mecânicas e massa volúmica.

Apesar de, por vezes, as propriedades obtidas por fundição serem inferiores às obtidas por conformação, a possibilidade de algumas ligas de alumínio sofrerem tratamentos térmicos minimiza este aspeto fazendo da fundição um processo de fabrico adequado para a produção de determinados componentes. Para além disto, a baixa temperatura de fusão, a excelente vazabilidade e a baixa solubilidade da maioria dos elementos gasosos, com exceção do hidrogénio, aumentam a importância da fundição como processo de fabrico de ligas de alumínio.

Contudo, a fundição deste tipo de ligas apresenta inconvenientes tais como o elevado coeficiente de contração volumétrico que necessita e pode facilmente ser compensado para evitar a formação de rechupes, a elevada solubilidade do hidrogénio que estas ligas apresentam no estado líquido, a oxidação e a microestrutura que tende a ser dendrítica e grosseira. Estes últimos são detalhados de seguida.

2.1.1 Problemas relacionados com a fundição de ligas de alumínio

i. Oxidação

As ligas de alumínio no estado líquido são altamente oxidáveis pelo que, quando expostas ao ar, formam uma camada de óxido na superfície do banho. Esta camada de óxido formada é, normalmente, alumina (Al_2O_3), o mais estável de todos os óxidos de alumínio.

Apesar de haver a formação de uma camada de óxido na superfície que deve ser removida antes do vazamento do metal líquido, esta camada tem efeitos benéficos uma vez que, depois de formada, impede a oxidação de todo o metal e a difusão de hidrogénio (Total Materia, 2003). Assim, a camada de óxido formada na superfície do banho deve ser mantida até ao fim da fusão e, portanto, só deve ser removida instantes antes de vazarem o metal líquido na moldação.

Os óxidos formados podem ter várias origens. Na Tabela 1 são apresentadas as características dos óxidos formados em ligas de alumínio.

Tabela 1 – Características dos diferentes tipos de óxidos formados em ligas de alumínio (adaptada de Campbell, 2003).

| Tempo de crescimento | Espessura | Descrição | Origem |
|-----------------------------|------------------------|---------------------------------|----------------------|
| 0,01 – 1 s | 1 nm – 1 μm | Fragmentos | Vazamento |
| 10 s – 1 min | 10 μm | Filmes extensos, flexíveis | Colheres |
| 10 min – 1 h | 100 μm | Filmes grossos, pouco flexíveis | Fornos de fusão |
| 10 h – 10 d | 1000 μm | Placas rígidas | Fornos de manutenção |

Para remover os óxidos e proteger o metal de mais oxidação é comum usarem-se fluxos de cobertura que permitem separar os óxidos da superfície do banho e fixá-los à medida que flutuam (Total Materia, 2003). Para além dos fluxos é, também, aconselhável a utilização de filtros cerâmicos, colocados na bacia de enchimento, para a limpeza do metal à entrada da moldação (Švecová, Tillová, & Kuchariková, 2020).

ii. Absorção de hidrogénio

O alumínio fundido apresenta grande afinidade com o hidrogénio no estado líquido, pelo que facilmente absorve o hidrogénio proveniente de:

- Vapor de água da atmosfera;
- Humidade presente nos refratários dos fornos ou nos cadinhos;
- Presença de humidade na carga de fusão;
- Humidade presente nas ferramentas de manuseamento.

Contudo, como se pode observar na Figura 2, a solubilidade do hidrogénio no estado sólido é muito baixa.

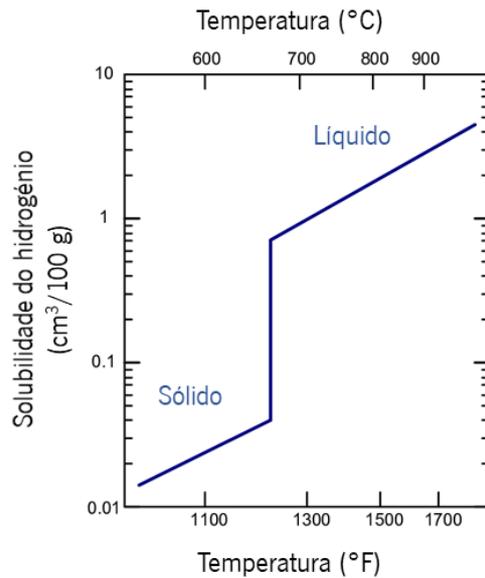


Figura 2 – Solubilidade do hidrogênio em função da temperatura (adaptada de Sigworth, 2016).

Isto significa que à medida que a liga solidifica o hidrogênio vai sendo expulso. Contudo, se as bolhas gasosas não tiverem tempo suficiente para chegar à superfície antes da solidificação completa da liga, ocorre a formação de micro e macroporosidades. Por esta razão, é necessário proceder, antes do vazamento, à desgaseificação do banho.

iii. Microestrutura

A microestrutura das ligas de alumínio é, também, um dos grandes problemas da fundição deste tipo de ligas. Estas tendem a apresentar estruturas grosseiras e dendríticas que devem ser afinadas. Estas estruturas são função da (Total Materia, 2003):

- Composição química da liga;
- Técnica de afinação de grão;
- Velocidade de arrefecimento (material da moldação).

No caso das ligas Al-Si existe ainda um outro problema que se prende com o facto de se formarem lamelas longas e grossas de silício eutético. Este problema pode ser eliminado ou reduzido através do tratamento de modificação do silício eutético que será abordado mais à frente.

2.1.2 Tratamento do metal líquido

Dados os problemas anteriormente mencionados é necessário proceder ao tratamento do metal líquido de alumínio. Este tratamento passa por três etapas indispensáveis à obtenção de um fundido de qualidade e que são apresentadas de seguida.

i. Desgaseificação

Tal como referido anteriormente, o hidrogénio é o único elemento gasoso cuja solubilidade no metal líquido de alumínio é significativa.

O nível de porosidade admissível é determinado pelo processo de fundição e pela aplicação final do componente fundido. No caso das moldações em areia e cerâmicas, onde a velocidade de arrefecimento é mais lenta, as bolhas de hidrogénio conseguem atingir a superfície dos banhos ou até ficar retidas já muito perto da mesma podendo, depois, ser eliminadas por maquinagem. Porém, em processos de fundição com uma velocidade de arrefecimento muito mais rápida como a fundição em coquilha por gravidade ou injetada, as bolhas de hidrogénio não têm tempo suficiente para escapar para a superfície, ficando dispersas pela peça final sob a forma de micro e macroporosidades.

Por forma a reduzir o nível de porosidades no fundido deve-se proceder à desgaseificação do banho. Este processo engloba várias técnicas tais como a desgaseificação por introdução de gás inerte, a desgaseificação por ultrassons e a desgaseificação a vácuo. Das três, destacam-se as primeiras duas que vão ser abordadas de seguida.

- Desgaseificação por gás inerte

Esta técnica consiste na introdução de um gás inerte seco (azoto ou árgon) no material fundido, sob a forma de bolhas com um diâmetro muito pequeno, durante um período de tempo suficiente para permitir a desgaseificação de toda a massa fundida. A formação destas bolhas permite a difusão do hidrogénio para as mesmas facilitando, assim, a reação entre dois átomos de hidrogénio para formar uma molécula de hidrogénio (H_2). Estas moléculas acabam por ser expelidas para o exterior aquando da chegada das bolhas à superfície do banho (Puga, Barbosa, Seabra, Ribeiro, & Prokic, 2009). Na Figura 3 pode ser visualizado o mecanismo de desgaseificação.

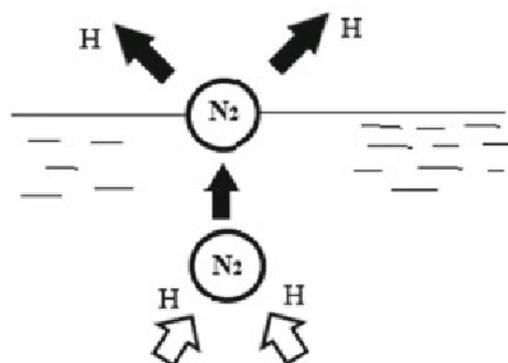


Figura 3 – Mecanismo de desgaseificação por gás inerte (reproduzida de Bhaskar & Nallusamy, 2021).

A temperatura do metal deve ser alta o suficiente para facilitar a ascensão das bolhas até à superfície. Por este motivo, a desgaseificação deve ser realizada entre os 700 e 720 °C.

Para a desgaseificação por gás inerte do banho de metal existem, essencialmente, duas técnicas: lança com ou sem difusor rotativo. De entre as duas técnicas a mais usada é a primeira por se tratar do método mais eficaz. No caso da lança sem difusor rotativo, o hidrogénio é introduzido no fundido, mas a dispersão das bolhas ao longo do metal líquido é fraca, especialmente na parte inferior do cadinho. Adicionalmente, as bolhas são maiores levando a que a desgaseificação do banho seja mais demorada (Molten Metal Equipment Innovations, s.d.). A introdução de um difusor rotativo na lança veio, assim, reduzir ou mesmo eliminar o problema anterior uma vez que o mesmo permite distribuir as bolhas mais uniformemente ao longo do fundido levando a que todo o metal seja desgaseificado. Para além disto, o difusor permite a criação de uma maior quantidade de bolhas sendo estas, também, mais pequenas, melhorando o processo de desgaseificação (Kopeliovich, 2012).

A desgaseificação utilizando um difusor rotativo pode ser feita a uma velocidade a rondar os 300 rpm por um período de cerca de 4 a 8 minutos dependendo do volume de metal, do teor inicial de hidrogénio e da composição da liga (Modern Casting, 2015). Uma representação de um difusor rotativo é apresentada na Figura 4.

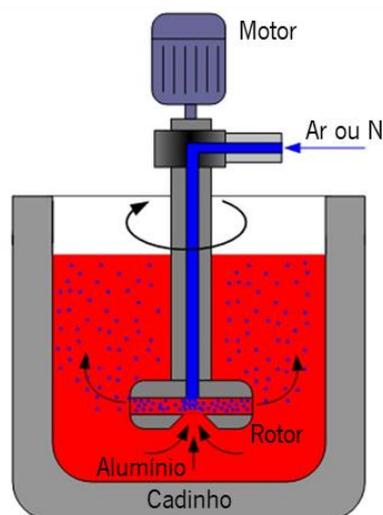


Figura 4 – Representação de um difusor rotativo (adaptada de Kopeliovich, 2012).

- Desgaseificação por ultrassons

Esta técnica de desgaseificação tem vindo a ser alvo de pesquisa nas últimas décadas revelando resultados mais eficazes em comparação com a desgaseificação por gás inerte.

Este método promove o fenómeno de cavitação no seio do banho que consiste na formação de inúmeras bolhas de diâmetro muito reduzido uniformemente distribuídas pelo metal que, à semelhança do

processo de desgaseificação por gás inerte, vão combinar com o hidrogénio, sendo este removido após a chegada das bolhas à superfície do banho.

A principal vantagem deste processo tem a ver com a distribuição das bolhas pelo banho que é muito melhor que no caso da introdução de gás inerte através de um difusor rotativo permitindo uma redução significativa no tempo de desgaseificação. Além disso, trata-se de uma tecnologia com baixo impacto ambiental. Porém, a eficiência do tratamento ultrassónico depende de fatores como: os parâmetros ultrassónicos (amplitude e frequência de vibração), temperatura, viscosidade e volume do banho (Puga, Barbosa, Seabra, Ribeiro, & Prokic, 2009).

O *apparatus* do processo de desgaseificação por ultrassons é apresentado na Figura 5.

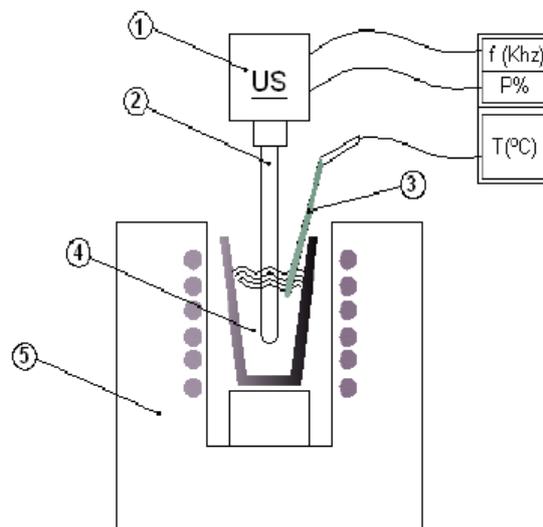


Figura 5 – *Apparatus* do processo de desgaseificação por ultrassons: (1) gerador de ultrassons; (2) radiador acústico; (3) termopar; (4) metal líquido; (5) forno (reproduzida de Puga, Barbosa, Seabra, Ribeiro, & Prokic, 2009).

Tendo em conta estas duas técnicas, é apresentada na Figura 6 uma comparação entre elas no que diz respeito à quantidade de hidrogénio dissolvido no banho após a desgaseificação.

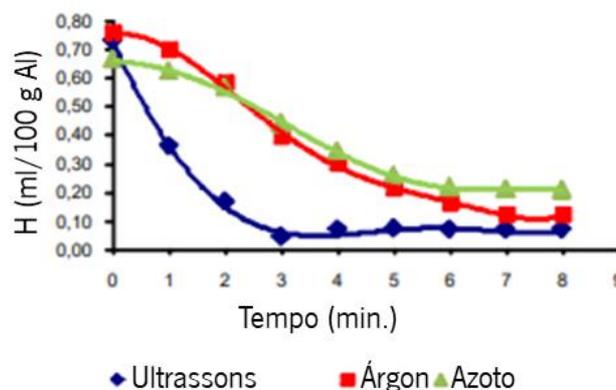


Figura 6 – Hidrogénio dissolvido no final da desgaseificação efetuada com as duas técnicas (adaptada de Puga, Barbosa, Seabra, Ribeiro, & Prokic, 2009).

Como se percebe pela análise da figura, a desgaseificação por ultrassons é mais eficaz que por gás inerte (azoto ou argon) especialmente para tempos de tratamento baixos. Para tempos mais elevados a desgaseificação por gás inerte consegue atingir bons resultados e, no caso do argon, conseguem-se obter valores de hidrogénio bastante próximos dos que se obtêm para a desgaseificação por ultrassons. No entanto, ao passo que a desgaseificação por argon consegue atingir bons resultados ao fim de 7/8 minutos, a desgaseificação por ultrassons consegue melhores resultados em apenas 3/4 minutos o que a torna numa técnica mais eficaz e preferida à por gás inerte.

- Método de caracterização do estado de desgaseificação

Existem várias técnicas para a determinação do nível de hidrogénio dissolvido no banho. Uma das mais conhecidas é o *Reduced Pressure Test* (RPT). Este é um teste que permite demonstrar a evolução do processo de desgaseificação ao longo do tempo, mas que necessita que sejam garantidas sempre as mesmas condições de ensaio.

O RPT consiste em solidificar uma amostra da liga em estudo sob baixa pressão: 63 a 71 cmHg. À medida que esta solidifica, o hidrogénio que não é expelido acaba por formar cavidades no interior da amostra. A solidificação num ambiente sob baixa pressão leva a um aumento de cerca de dez vezes do volume das porosidades em relação às que se formam à pressão atmosférica permitindo a sua fácil visualização e comparação entre diversas amostras (Porosity Solutions, s.d.).

Na Figura 7 é apresentado o equipamento para a realização do teste RPT.



Figura 7 – Equipamento para o teste RPT (reproduzida de Porosity Solutions, s.d.).

No final da solidificação da amostra é possível, através da análise da superfície, ter uma noção do nível de hidrogénio dissolvido na liga. Se a superfície for convexa significa que existe uma quantidade elevada de hidrogénio dissolvido ao passo que se a superfície for côncava a liga está desgaseificada. No entanto,

trata-se de uma análise muito superficial pelo que deve ser complementada recorrendo a análises qualitativas e quantitativas.

Para uma análise mais qualitativa faz-se uma comparação entre diferentes amostras ou entre uma amostra e um quadro com imagens de diversas amostras com diferentes níveis de desgaseificação. Para esta análise, corta-se a amostra na vertical permitindo, assim, analisar a superfície de corte e perceber a existência ou não de porosidades (Porosity Solutions, s.d.).

Na Figura 8 podem ser visualizadas as superfícies de corte de duas amostras solidificadas em diferentes condições. A amostra da esquerda foi solidificada à pressão atmosférica ao passo que a amostra da direita foi solidificada em vácuo.



Figura 8 – Superfície de corte de duas amostras solidificadas em diferentes condições (reproduzida de Djurdjević, Ođanović, & Pavlović-Krstić, 2010).

Segundo a *Porosity Solutions* para uma análise mais completa podem ser calculados dois valores: o peso específico e a percentagem de porosidades. No primeiro, as amostras são pesadas no ar e em água sendo o peso específico calculado a partir destes dois valores. O valor determinado pode, posteriormente, ser comparado com um valor de peso específico padrão (considerado como peso específico correspondente a um bom nível de desgaseificação) que pode variar de fundição para fundição. Adicionalmente, utilizando o peso específico da amostra em análise e o máximo teórico que uma liga pode apresentar é possível calcular a percentagem de porosidades.

ii. Afinação da microestrutura

Tal como referido na secção 2.1.1 – iii., as ligas de alumínio depois de fundidas tendem a apresentar estruturas grosseiras e dendríticas que diminuem as propriedades mecânicas e de fadiga das peças. Assim, a afinação da microestrutura é um aspeto essencial à obtenção de um fundido de qualidade. A afinação de grão pode ser conseguida recorrendo a três diferentes técnicas.

A primeira consiste no arrefecimento rápido do fundido não dando o tempo necessário ao crescimento do grão. Porém, nem sempre é possível obter velocidades de arrefecimento tão rápidas quanto as desejáveis. Por esta razão, esta é a técnica menos usada.

A segunda diz respeito à adição de nucleantes ao banho de alumínio. Contudo, esta apresenta um grande problema: o tempo de desvanecimento. Este leva a que, com o passar do tempo, a eficiência desta técnica diminua.

Por fim, nos últimos anos, tem vindo a ser desenvolvida uma nova técnica de afinação de grão que utiliza os ultrassons. Com esta técnica, também se coloca o problema referenciado anteriormente do tempo de desvanecimento, porém, dado que o tratamento deixa de ser químico passando a ser um processo físico, trata-se de uma técnica ambientalmente limpa.

- Afinação química

Tal como dito anteriormente, esta técnica consiste na adição de nucleantes ao banho metálico. Os afinadores/nucleantes mais utilizados são as ligas-mãe dos sistemas Al-Ti, Al-Ti-B, Al-Ti-C e Al-B, com composição variável, cuja seleção depende da liga a afinar e do grau de afinação que se pretende. As quantidades adicionadas devem ser pequenas para evitar a alteração da composição da liga, mas deve ser o suficiente para permitir a afinação do grão.

A adição de ligas-mãe do sistema Al-Ti permite uma redução considerável do tamanho de grão. Isto acontece devido a uma reação peritética que ocorre entre a sua fase intermetálica Al_3Ti e a fase líquida de alumínio dando origem a uma fase sólida $\alpha-Al$ a partir da qual começa a crescer o grão de alumínio. Por sua vez, a utilização de ligas-mãe do sistema Al-B é raramente utilizada. Esta leva à formação de um eutético AlB_2 (Quested, 2004) (Guan & Tie, 2017).

No entanto, se forem adicionados titânio e boro ao mesmo tempo, com a utilização das ligas-mãe do sistema Al-Ti-B, a capacidade de afinação de grão aumenta significativamente (Quested, 2004).

As ligas-mãe devem ser adicionadas a uma temperatura a rondar, normalmente, os 720 °C e deixadas reagir com o metal durante cerca de 20 minutos dependendo da liga e do grau de afinação pretendido.

Para além do desvanecimento que ocorre normalmente ao fim de 30 a 40 minutos após a adição dos nucleantes, a afinação química não é capaz de modificar os compostos intermetálicos sendo o tratamento térmico de solubilização a solução mais eficaz para a sua eliminação.

- Afinação por ultrassons

A afinação por ultrassons funciona segundo o fenômeno de cavitação. Esta, quando formada no seio do metal líquido, promove um *undercooling* do líquido que se encontra na interface das inúmeras bolhas de cavitação formadas funcionando como núcleos de solidificação. Este efeito é ainda potenciado pelo desenvolvimento simultâneo de feixes acústicos que dispersam esses núcleos uniformemente no banho (Eskin & Eskin, 2010). Para além de funcionar como afinador de grão, esta técnica permite refinar os compostos intermetálicos.

A afinação por ultrassons deveria ser efetuada a uma temperatura tão próxima quanto possível da temperatura de *liquidus* para manter os núcleos de solidificação ativos (Eskin & Eskin, 2010). No entanto, esta temperatura é demasiado baixa sendo isto uma grande desvantagem ao uso dos ultrassons para a afinação de grão.

iii. Modificação do silício eutético

As ligas de Al-Si, quando fundidas em areia, arrefecem lentamente, resultando na formação de placas eutéticas lamelares e grosseiras de silício que afetam negativamente as propriedades mecânicas da liga. Por isso, o banho de alumínio líquido deve ser submetido a um tratamento de modificação do silício que permite eliminar as placas eutéticas promovendo a formação de estruturas de silício fibrosas.

O tratamento de modificação do silício eutético pode ser feito usando duas formas diferentes: a modificação química e por ultrassons.

- Modificação química

A modificação química consiste em adicionar sódio ou estrôncio ao banho.

No caso da modificação com sódio, este pode ser adicionado sob a forma de fluxo ou sódio metálico dentro de cúpulas perfuradas. A adição do sódio é, no entanto, difícil de se fazer. Para além da baixa solubilidade no alumínio líquido, a sua adição provoca uma forte reação e conseqüente agitação do metal, que pode ter como conseqüência a absorção de hidrogénio no banho (Hegde & Prabhu, 2008). Assim, devido a esta agitação, a desgaseificação deve ser efetuada sempre depois do tratamento de modificação, por forma a diminuir ao máximo a quantidade de hidrogénio dissolvido no banho e conseqüente formação de porosidades no componente final.

Porém a modificação com estrôncio é mais fácil, podendo ser adicionado através de uma liga-mãe. Com a adição de estrôncio é possível controlar mais facilmente a microestrutura, levando a propriedades mecânicas mais consistentes (Sigworth G. K., 2008). Para além disto, a adição de estrôncio apresenta

algumas vantagens em relação à adição de sódio, nomeadamente o facto da adição do primeiro não provocar nenhuma reação violenta não se colocando o grande problema anterior da absorção de hidrogénio, apresentar um tempo de desvanecimento superior e não ter grande impacto ambiental levando o estrôncio a ser mais utilizado que o sódio (Hegde & Prabhu, 2008) (Ebhotu & Jen, 2017).

- Modificação por ultrassons

Para além das suas vantagens no processo de afinação de grão referidas já anteriormente, os ultrassons apresentam-se como uma boa alternativa à modificação do silício eutético nas ligas Al-Si.

A modificação por ultrassons deve ser efetuada à temperatura de transformação eutética que é bastante baixa, normalmente entre os 560 e 580 °C, o que invalida que este processo seja efetuado no forno ou no cadinho sob pena de impossibilitar o total enchimento das cavidades moldantes. Por esta razão, a modificação deverá ser feita por imersão do radiador acústico no banho após o vazamento ou, no caso de moldação metálica, por aplicação de vibração à coquilha. Nestes casos opta-se, normalmente, por efetuar a afinação e a modificação em simultâneo durante o arrefecimento.

Jian, Meek, & Han (2005) estudaram a influência do sistema de ultrassons no refinamento do silício eutético. Estes aplicaram vibração ultrassónica a uma coquilha metálica imediatamente após o vazamento uma liga A356. Os mesmos reportaram uma diminuição no comprimento do silício eutético de 26 μm para 2 μm e na largura de 2,7 μm para 0,6 μm .

2.2 Pré-processamento das partículas cerâmicas

A obtenção de um compósito de alta qualidade está dependente em grande parte da capacidade de molhabilidade das partículas cerâmicas. O conceito de molhabilidade pode ser facilmente entendido através da visualização da Figura 9.

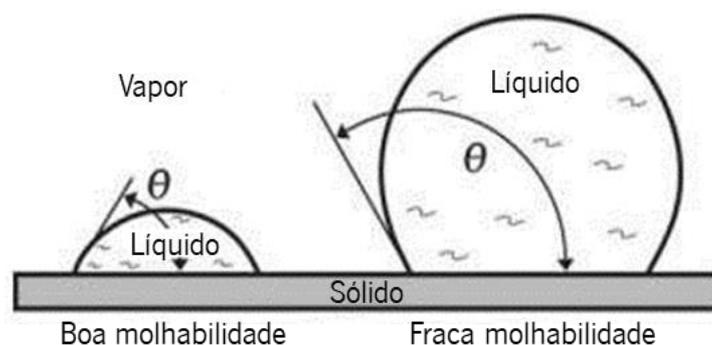


Figura 9 – Representação esquemática da molhabilidade entre sólido e líquido (adaptada de Santos, Luz, & Ribeiro, 2015).

Como se pode perceber pela análise desta figura, o principal objetivo na produção de compósitos passa por aumentar a molhabilidade das partículas cerâmicas o mais possível, ou seja, pretende-se diminuir o ângulo θ , representado na Figura 9, para o menor valor possível.

Diversos investigadores observaram que a superfície das partículas cerâmicas é, normalmente, coberta por uma camada gasosa. Segundo Zhou & Xu (1997), esta é a principal razão para a fraca molhabilidade das partículas. Por um lado, a camada leva as partículas SiC a migrar para a superfície do banho dificultando a incorporação destas no banho e, por outro, impede o metal líquido de contactar com a superfície das partículas o que dificulta a sua dispersão mesmo com agitação mecânica.

Por sua vez, a temperatura também tem uma grande influência na molhabilidade das partículas. Através da Tabela 2, é possível perceber que a molhabilidade das partículas cerâmicas aumenta com o aumento da temperatura, normalmente acima dos 900 °C.

Tabela 2 – Influência da temperatura na molhabilidade das partículas cerâmicas (adaptada de Hashim, Looney, & Hashmi, 2001).

| Partícula cerâmica | Temperatura (°C) | Ângulo, θ (°) |
|--------------------------------|-------------------------|--|
| SiC | 900 | 150 |
| | 1100 | 42 |
| B ₄ C | 900 | 135 |
| | 1100 | 120 |
| Al ₂ O ₃ | 900 | 90 |
| | 1100 | 70 |

A molhabilidade completa vai-se tornando mais difícil à medida que o tamanho das partículas diminui. Isto deve-se ao aumento da energia superficial necessária para a superfície do banho se deformar com uma partícula de raio muito pequeno à medida que esta penetra no metal líquido. A diminuição do tamanho das partículas leva também a uma maior dificuldade em dispersar as mesmas, consequência da grande área superficial que leva ao aumento da tendência para a formação de aglomerados.

A forma de aumentar a molhabilidade das partículas cerâmicas passa pela realização de um pré-processamento usando diversas técnicas que serão apresentadas de seguida.

2.2.1 Pré-aquecimento

O aquecimento prévio das partículas cerâmicas auxilia a sua adição no banho de metal. Essencialmente, este aquecimento tem dois objetivos: em primeiro lugar para remover a humidade da superfície das

partículas e em segundo para diminuir a diferença de temperatura entre as partículas e o banho de alumínio.

Este aquecimento prévio das partículas cerâmicas antes da sua introdução no banho permite, também, remover impurezas superficiais tais como materiais orgânicos e libertar gases adsorvidos pela superfície das partículas (Razzaq, Majid, Ishak, & Uday, 2017).

Vanarotti, Kori, Sridhar, & Padasalgi (2012) referem que o pré-aquecimento das partículas a uma temperatura bastante elevada (1100 °C) durante 1 a 3 horas é importante para oxidar a superfície das partículas. Este óxido apresenta efeitos contrários à camada formada na superfície do banho que atua como barreira à introdução das partículas. Adicionalmente, também Alaneme, Ademilua, & Bodunrin (2013) relatam a importância do aquecimento prévio das partículas. Segundo estes, o pré-aquecimento a 250 °C permite a remoção de humidade da superfície e o aumento da molhabilidade com o banho de alumínio.

Para além disto, uma superfície limpa promove uma melhor interação partícula-banho e o aumento da molhabilidade. Os ultrassons e várias outras técnicas como o aquecimento em atmosfera adequada podem ser usadas para limpar a superfície das partículas (Hashim, Looney, & Hashmi, 2001).

2.2.2 Revestimento

A superfície de uma partícula não metálica é difícil de se molhar por metal líquido.

O revestimento das partículas surgiu, assim, como uma técnica de sucesso para o aumento da molhabilidade das mesmas. Isto acontece dada a facilidade de um metal sólido ser molhado por um metal líquido, sendo a molhabilidade ainda maior no caso de solubilidade mútua ou formação de compostos intermetálicos. Porém, o sucesso da aplicação de revestimentos é influenciado pela tendência para reação com o metal fundido e pela temperatura de fusão do material aplicado no revestimento.

O revestimento pode ser aplicado de diversas maneiras incluindo o CVD, o PVD, a cementação e a galvanoplastia.

No que diz respeito aos materiais a serem empregues no revestimento podem-se usar o níquel, o cobre, a prata, o cromo e o cobalto. Contudo, de entre todos estes materiais, o níquel é o mais frequentemente usado para revestir partículas usadas no reforço de ligas de alumínio (Hashim, Looney, & Hashmi, 2001).

León & Drew (2000) revestiram partículas de SiC e Al₂O₃ com níquel utilizando uma técnica de revestimento sem elétrodos que consiste em mergulhar as partículas num banho de níquel (e outras

substâncias). Mais tarde, estes estudaram a influência do revestimento na molhabilidade das partículas em contacto com alumínio fundido. Os resultados desse estudo são apresentados na Figura 10.

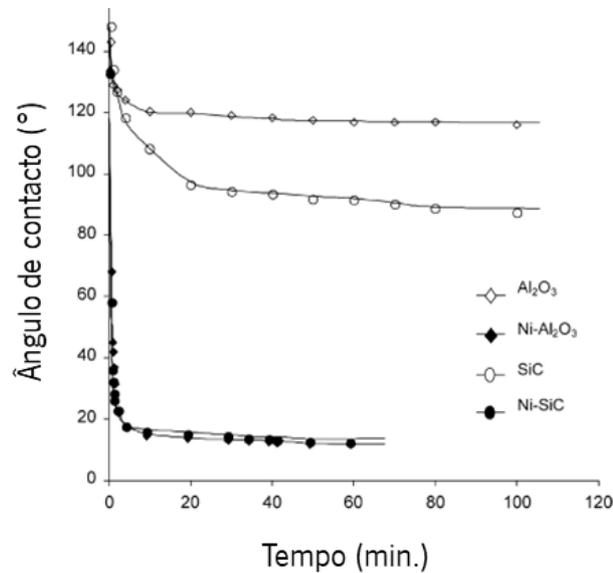


Figura 10 – Influência do revestimento de níquel na molhabilidade de partículas cerâmicas (adaptada de León & Drew, 2002).

Como se percebe, houve uma redução drástica do ângulo de contacto do alumínio fundido com as partículas de SiC e Al₂O₃ em resultado da aplicação do revestimento de níquel na superfície das partículas.

De forma esquemática, o que acontece quando se aplica um revestimento de níquel na superfície de uma partícula cerâmica, neste caso de alumina, pode ser visualizado na Figura 11.

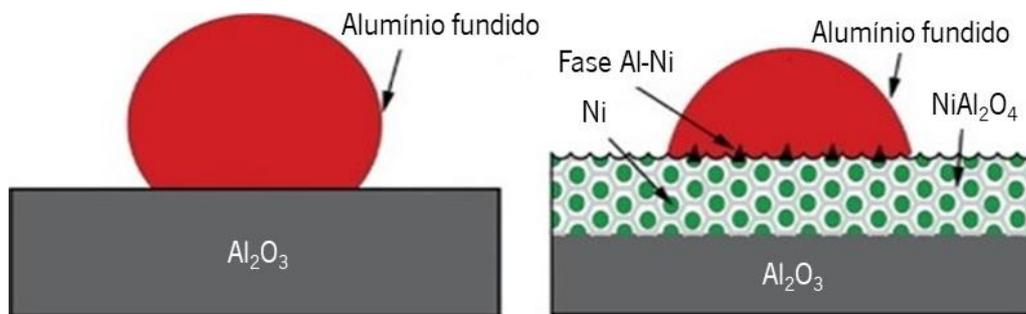


Figura 11 – Influência do revestimento de níquel em partículas de alumina (adaptada de Sun, et al., 2020).

2.2.3 Ball milling

Esta é uma técnica recente e que tem como objetivo não só aumentar a molhabilidade das partículas cerâmicas como também evitar que estas se aglomerem e, assim, melhorar as propriedades do compósito.

O *ball milling* consiste num cilindro oco rotativo contendo esferas metálicas, normalmente em aço. Este cilindro, quando animado de movimento de rotação, leva à colisão das esferas metálicas com as partículas introduzidas no interior do cilindro.

Uma representação esquemática do processo *ball milling* pode ser visualizada na Figura 12.

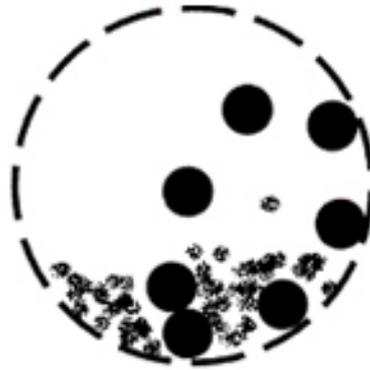


Figura 12 – Representação esquemática do processo *ball milling* (reproduzida de Geo Drytech (Industrial Drying & Filtration), 2021).

Para o aumento da molhabilidade das partículas cerâmicas usando este método, estas podem ser associadas a pós de alumínio. Para isso, os pós de alumínio são colocados juntamente com as partículas cerâmicas no interior do cilindro do *ball milling*. Com este processo verifica-se que as partículas cerâmicas ficam cravadas nos pós de alumínio.

Depois de realizado o *ball milling*, as partículas pré-processadas devem ser retiradas do cilindro com alguma precaução e podem/devem ser pré-aquecidas (pré-processamento já abordado). Após o pré-aquecimento, as partículas cravadas nos pós de alumínio são introduzidas no banho. A presença destes pós de alumínio associados a partículas cerâmicas irá permitir aumentar a molhabilidade e a dispersão destas em resultado do efeito dispersante dos pós que apresentam um peso específico semelhante ao da liga de alumínio.

Behnamfard, et al. (2019) conseguiram vazar ligas de alumínio A356 reforçadas com partículas de carboneto de silício e alumina pré-processadas por *ball milling* e pré-aquecidas antes da sua introdução no banho de alumínio. Esta metodologia apresentou resultados bastantes positivos em termos de microestrutura e de propriedades mecânicas.

Para isso, usaram pós de alumínio aos quais juntaram as partículas de SiC e de Al_2O_3 , separadamente. Posteriormente, e antes da sua introdução no banho, as partículas pré-processadas foram cobertas com folhas de alumínio e pré-aquecidas por forma a evaporar a humidade presente que poderia levar à formação de porosidades nas amostras. Por fim, as partículas foram introduzidas no banho e as amostras vazadas, maquinadas e laminadas.

As etapas usadas na produção destes compósitos podem ser visualizadas na Figura 13.

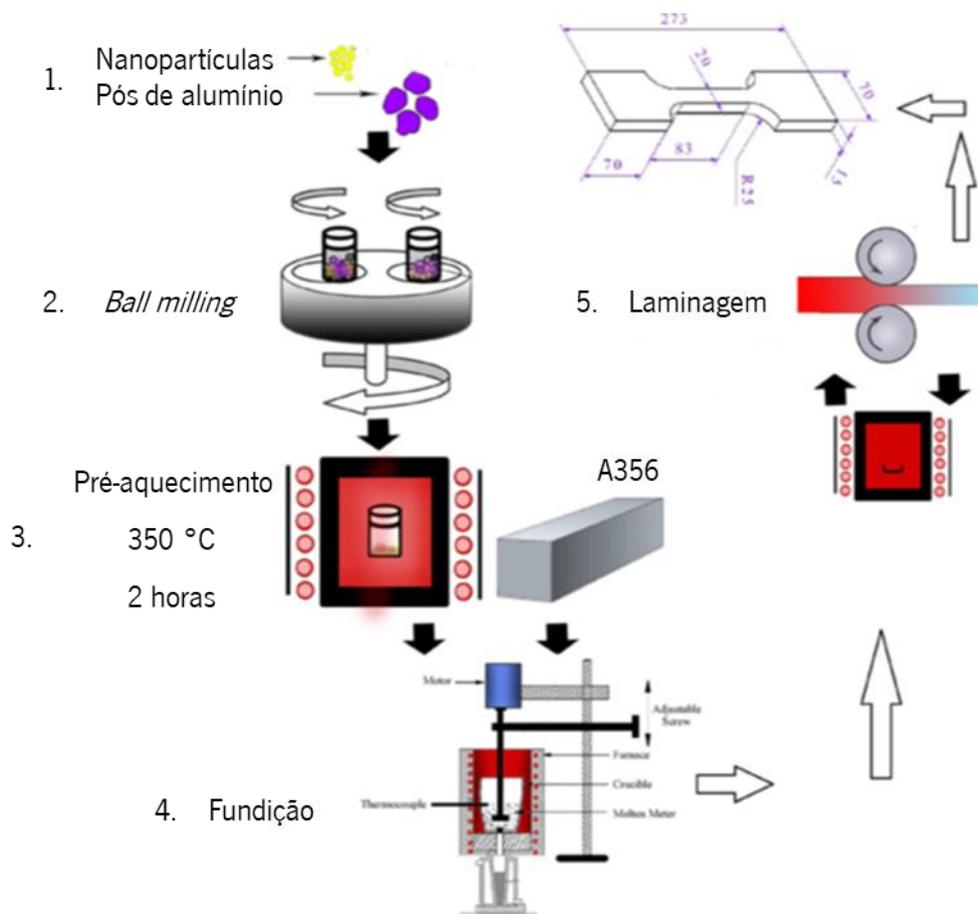


Figura 13 – Etapas para a produção de compósitos usando o *ball milling* (adaptada de Behnamfard, et al., 2019).

2.3 Fundição de ligas de alumínio compósitas

As ligas de alumínio compósitas podem ser produzidas recorrendo a diversos processos dos quais se destaca a fundição. No entanto, no que diz respeito à fundição destas ligas, existem dois grandes processos que serão destacados de seguida: os processos no estado líquido e no estado semissólido.

Para além disto, durante a sua fundição, a adição de elementos de liga ou fluxos para melhorar a dispersão e aumentar a molhabilidade das partículas pode ser necessária. A forma como tal é conseguido e os principais elementos de liga e fluxos utilizados são apresentados de seguida.

2.3.1 Processos no estado líquido

O processo de adição das partículas no banho em estado líquido é o processo mais comum e mais simples do ponto de vista da produção de ligas de alumínio compósitas. Este processo apresenta diversas vertentes que diferem na forma como as partículas são adicionadas ou na forma como estas são

dispersas. Assim, o processo no estado líquido pode ser dividido em três grandes processos: o processo de infiltração, de agitação e deposição de *spray*. De entre estes processos apenas serão abordados os dois primeiros por serem os principais processos no estado líquido.

Os compósitos produzidos seguindo esta metodologia mais convencional leva, contudo, à formação de aglomerados de partículas mesmo sendo aplicada agitação mecânica ao banho. Este problema está, essencialmente, associado à fraca molhabilidade que as micro e nanopartículas apresentam e à maior viscosidade do banho resultante da adição das partículas que possuem um elevado rácio entre a sua área superficial e o seu volume (Casati & Vedani, 2014).

i. Processo de infiltração

As técnicas de infiltração destacam-se como um dos processos mais económicos e versáteis para a produção de materiais compósitos de matriz metálica com alto volume de partículas de reforço.

Em termos gerais, o processo de infiltração é um processo onde um fluido invade os poros de um material sólido. No que diz respeito à produção de materiais compósitos, o processo inicia-se pela elaboração de uma pré-forma porosa de material de reforço que, posteriormente, será infiltrada pelo metal líquido. Porventura, a matriz metálica pode não estar no estado líquido surgindo algumas alternativas que incluem a infiltração química de vapor e a infiltração de metal no estado semissólido (Mortensen, 2000).

Uma representação esquemática do processo de infiltração pode ser visualizada na Figura 14.

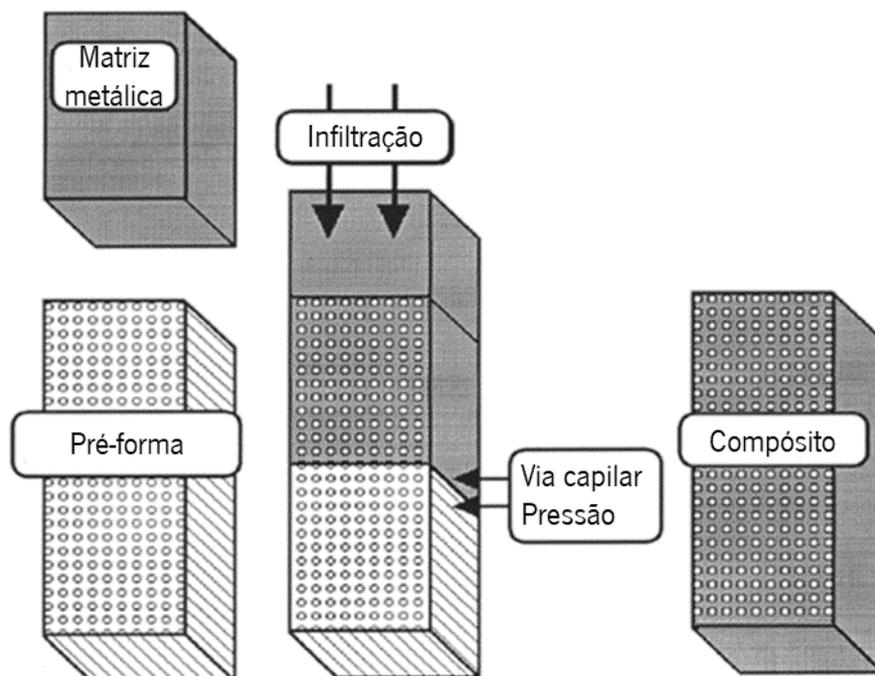


Figura 14 – Esquema do processo de infiltração (adaptada de Mortensen, 2000).

Um dos grandes problemas deste processo prende-se com as forças capilares adversas que se opõem à penetração do metal líquido na pré-forma de partículas cerâmicas e com a maior propensão para a ocorrência de interações químicas entre as partículas e o metal líquido em comparação com os processos no estado sólido como, por exemplo, a sinterização de pós.

A infiltração é, portanto, um processo amplamente utilizado para a produção de compósitos de matriz metálica de baixo ou médio ponto de fusão como as ligas de alumínio.

Este processo apresenta uma variedade relativamente grande podendo ser dividido em duas grandes categorias: a infiltração espontânea e a infiltração por pressão. No entanto, ambas as categorias apresentam diversas variantes às quais podem ainda ser adicionados outros processos de infiltração como a infiltração centrífuga e infiltração assistida por ultrassons.

ii. Processo de agitação

O processo de agitação é um processo que utiliza um agitador mecânico para induzir um vórtice que permitirá misturar pequenas percentagens em volume de partículas cerâmicas no banho de alumínio (Surappa, 2003).

Esta é a técnica preferida para a produção de compósitos de alumínio por ser facilmente aplicada na indústria para produção em massa, por ser simples e apresentar um baixo custo quando comparada com outros processos (Chak, Chattopadhyay, & Dora, 2020). O esquema deste processo pode ser visualizado na Figura 15.

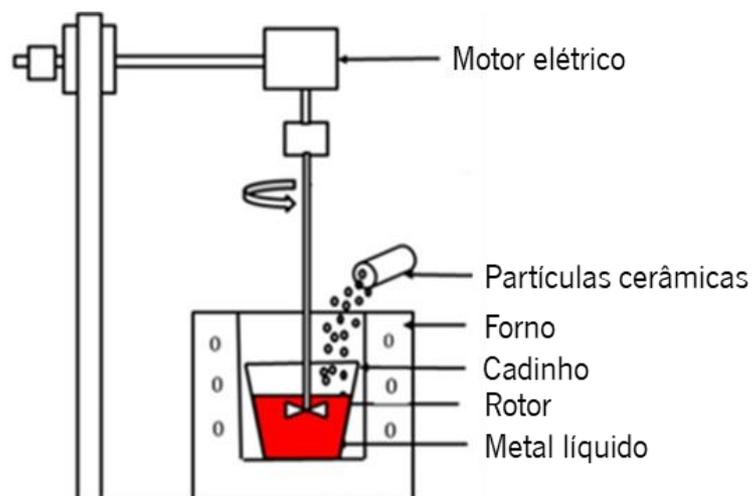


Figura 15 – *Apparatus* do processo de agitação (adaptada de Dayanand & Babu, 2020).

Este processo envolve diversas etapas, as quais são apresentadas na Figura 16. Essencialmente, o processo envolve a fundição da liga pretendida sendo que, após se obter o metal no estado líquido, se dá início à agitação mecânica. Durante esta etapa, as partículas são adicionadas ao banho enquanto a

agitação mecânica é mantida para permitir a dispersão das partículas. Por fim, o fundido é vazado para a moldação.

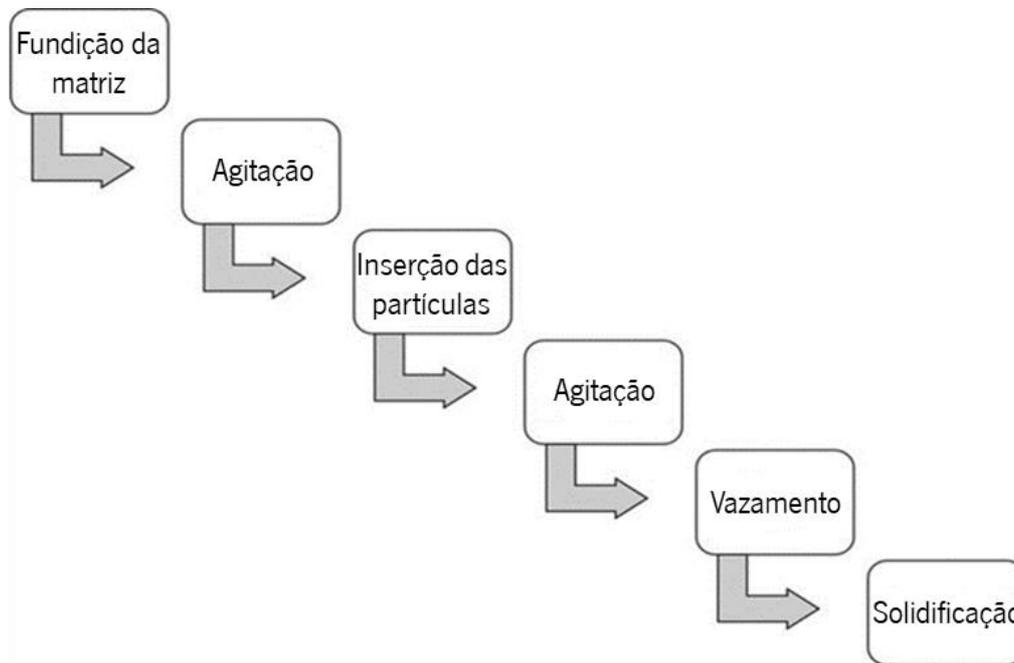


Figura 16 – Etapas do processo de agitação (adaptada de Sahu & Sahu, 2018).

2.3.2 Processo no estado semissólido

Devido à maior tendência para a formação de aglomerados de partículas na produção de compósitos recorrendo a processos no estado líquido tais como o processo de agitação, foi imperativo apresentar uma técnica que permitisse aumentar a molhabilidade das partículas.

O processo no estado semissólido é um processo que se mostra promissor na produção de materiais compósitos. Contudo, existem poucos estudos relativos a este processo.

Este processo alternativo, que pode ser denominado de processo no estado semissólido, *compocasting* ou *slurry casting*, inclui, após a fundição do metal, o seu arrefecimento e posterior adição das partículas cerâmicas com o banho no estado semissólido ao mesmo tempo que se aplica agitação mecânica. Segundo diversos investigadores, um aumento da molhabilidade e da dispersão das partículas pode ser conseguida com o uso deste processo que permite também uma redução da porosidade dos compósitos produzidos com este processo.

Para além disto, existem algumas variantes deste processo, sendo uma delas a combinação de duas técnicas: *rheocasting* e *squeeze casting*. Este é um processo realizado no estado semissólido que, tendo em conta as reduzidas temperaturas em relação aos processos mais convencionais usados nas

fundições, apresenta uma grande vantagem: redução da degradação termoquímica da superfície das partículas. Durante este processo, as partículas pré-aquecidas são introduzidas no banho semissólido enquanto é agitado mecanicamente por forma a obter uma distribuição o mais homogênea possível. Por fim, o metal é comprimido com recurso a uma prensa hidráulica (Casati & Vedani, 2014).

Um esquema representativo do processo no estado semissólido pode ser visualizado na Figura 17.

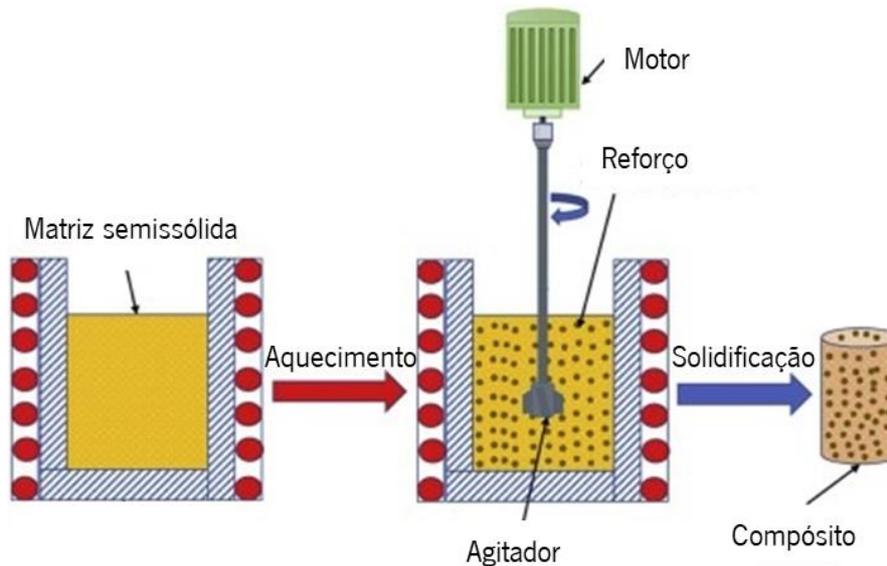


Figura 17 – *Apparatus* do processo no estado semissólido (adaptada de Arunachalam, Krishnan, & Muraliraja, 2019).

2.3.3 Técnicas de dispersão e aumento da molhabilidade das partículas

Tal como referenciado anteriormente, a adição de partículas cerâmicas ao banho de alumínio acarreta alguns problemas como a fraca molhabilidade e a tendência para a formação de aglomerados. Este último, leva à formação de compósitos de baixa qualidade onde as propriedades mecânicas são influenciadas pela presença desses aglomerados.

Por forma a diminuir a tendência de aglomeração existe uma técnica inovadora que permite a dispersão e a quebra das placas de partículas: o tratamento por ultrassons.

Quanto à molhabilidade das partículas foram já apresentadas na secção 2.2 algumas técnicas de pré-processamento para aumentar essa molhabilidade, porém, para além destas, existem mais algumas técnicas, mas que são feitas durante a adição das partículas no banho de alumínio. Estas são a adição de elementos de liga e de fluxos.

i. Tratamento por ultrassons

A distribuição uniforme das partículas no banho de metal é algo difícil de conseguir durante o fabrico de compósitos de alumínio. Diversos investigadores tentaram a desaglomeração das partículas de diferentes maneiras, tendo o tratamento por ultrassons se revelado um método muito eficaz (Mohanty et al., 2020).

Os ultrassons formam cavitação no seio do banho que pode levar à quebra de eventuais partículas de maior dimensão, permite a limpeza da superfície das partículas e evita que as mesmas se aglomerem nas periferias da matriz. O tratamento por ultrassons pode ser efetuado de duas formas: por contacto e não contacto.

No caso do primeiro, o metal fundido está em contacto com a sonda de vibração. Com esta, é possível não só distribuir as partículas no banho como também melhorar a molhabilidade das partículas. No entanto, à medida que as partículas se afastam da sonda, a intensidade das vibrações vai diminuindo levando ao aumento da probabilidade de formação de aglomerados junto às paredes do cadinho. Este problema pode ser ultrapassado com a movimentação do radiador acústico, fazendo-o passar por todo o metal líquido. Um esquema do tratamento por ultrassons de contacto encontra-se na Figura 18.

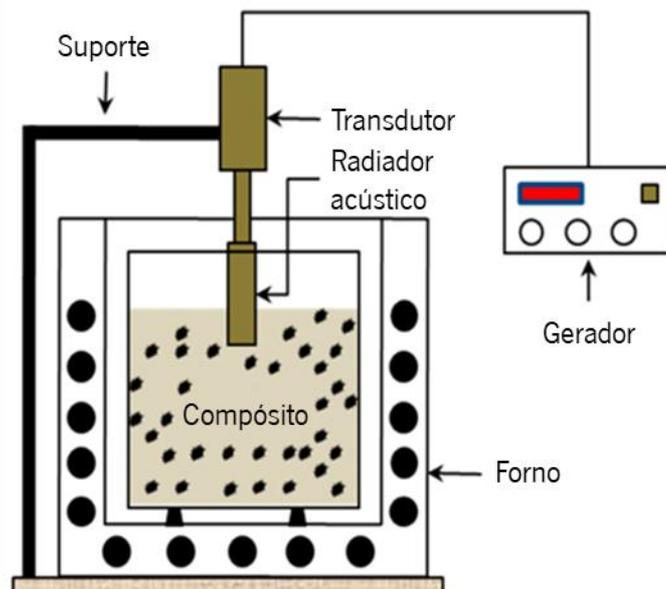


Figura 18 – Esquema do tratamento por ultrassons de contacto (adaptada de Li, Jiang, Li, Jia, & Zhang, 2020).

Para além da solução anterior, também surgiu o tratamento por ultrassons de não contacto. Com esta técnica, pretende-se misturar as partículas no banho de metal sem colocar a sonda no interior deste. Isto é feito através de uma câmara de vibração ultrassónica onde está inserida a moldação metálica que recebe a liga fundida e as partículas. Após o vazamento da liga e a adição das partículas, é iniciada a vibração ultrassónica que irá dispersar as partículas ao longo da matriz de alumínio durante o tempo de arrefecimento. A utilização desta técnica permite a produção de compósitos com as partículas

uniformemente distribuídas ao longo de toda a matriz sem que o problema do tratamento por ultrassons de contacto se verifique (Mohanty et al., 2020).

Apesar de haver algumas diferenças entre as duas técnicas foi comprovado que a distribuição das partículas e consequente melhoria das propriedades mecânicas e dinâmicas do compósito é conseguida com a implementação dos dois tipos de vibração ultrassónica.

ii. Adição de elementos de liga

Os compósitos produzidos usando o processo líquido apresentam boa interligação entre as partículas e a matriz metálica quando são adicionados elementos reativos para aumentar a molhabilidade. A adição de magnésio, cálcio, titânio ou zircónio ao banho promove um aumento na molhabilidade ao reduzir a tensão superficial do banho e diminuir a energia entre as fases sólido-líquido (Malaki, Tehrani, Niroumand, & Gupta, 2021).

No caso de compósitos em que a matriz metálica é uma liga de alumínio verificou-se um maior efeito com a adição de magnésio. Este mostrou-se muito benéfico no aumento da molhabilidade de partículas de alumina e pensa-se que também o poderá ser para outras partículas. Além da melhoria na molhabilidade, a adição de magnésio leva também a uma melhor dispersão das partículas (Hashim, Looney, & Hashmi, 2001).

Numa investigação desenvolvida por Sukumaran, et al. (1995), verificou-se que a adição de magnésio é necessária para produzir um compósito em que a matriz é uma liga de alumínio A356 e as partículas são carbonetos de silício usando agitação mecânica. Nesse mesmo estudo foi identificada a quantidade ótima de magnésio a adicionar para a produção deste compósito sendo essa de 1 % em massa. A adição de magnésio fora deste valor (principalmente inferior a 1 %) terá inevitavelmente efeitos negativos no compósito ao aumentar a tendência para a formação de aglomerados.

Apesar dos efeitos benéficos que a adição de magnésio pode trazer na produção de materiais compósitos é essencial ter algumas precauções nomeadamente na quantidade a adicionar. Uma quantidade exagerada pode alterar a microestrutura da matriz metálica (Hashim, Looney, & Hashmi, 2001) e trazer alguns problemas no tratamento térmico dos fundidos.

iii. Adição de fluxos

Para além da adição de elementos de liga, também a adição de certos fluxos podem contribuir para a melhoria da molhabilidade das partículas cerâmicas.

O K_2TiF_6 é um fluxo usualmente utilizado para aumentar a molhabilidade e a dispersão das partículas B_4C no banho de alumínio. A adição deste provoca uma reação entre ele e as partículas cerâmicas que leva à formação de uma camada, na superfície das partículas, contendo compostos de titânio tais como o TiC e TiB_2 . Esta camada é responsável pelo aumento da molhabilidade das partículas (Razzaq, et al. 2017).

Mazaheri, Emadi, & Meratian, (2017) estudaram a influência da adição de Na_3AlF_6 e K_2TiF_6 na produção de compósitos de $Al-TiC$ e $Al-B_4C$. Nesse estudo foi concluído que a adição do primeiro fluxo também melhora a molhabilidade e a distribuição das partículas, porém a sua eficácia é bastante maior na produção de compósitos $Al-TiC$. Tal como visto antes, também estes investigadores comprovaram que para a produção de compósitos $Al-B_4C$ a adição de K_2TiF_6 é bastante mais eficaz.

3. MATERIAIS, EQUIPAMENTO E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Para a realização do trabalho foram necessários diversos materiais e equipamentos. Em termos de materiais, são apresentados neste capítulo a liga de alumínio e as partículas cerâmicas utilizadas. No que diz respeito aos equipamentos, foram utilizados diversos que podem ser divididos em secções de acordo com a sua finalidade. Assim, são apresentados os equipamentos destinados: (i) ao pré-processamento das partículas cerâmicas (*ball milling*); (ii) à fundição das ligas de alumínio reforçadas com partículas cerâmicas; (iii) à preparação de amostras/provetes para caracterização microestrutural e mecânica; (iv) à análise microestrutural e ensaios mecânicos.

Adicionalmente, nesta secção, são apresentados os procedimentos utilizados nos diversos testes de pré-processamento das partículas cerâmicas e nos ensaios de fundição das ligas de alumínio compósitas. Por fim, são apresentadas as técnicas de caracterização onde se incluem todos os ensaios de caracterização mecânica como os ensaios de dureza, de tração e de DMA e os procedimentos adotados para a preparação de amostras para a caracterização microestrutural.

3.1 Partículas cerâmicas e ligas selecionadas

A parte mais importante deste trabalho prende-se com a liga de alumínio, as esferas de alumínio puro e as partículas cerâmicas utilizadas para a produção dos fundidos. Assim, de seguida, são expostos os materiais usados bem como as suas principais características/propriedades.

3.1.1 Liga de alumínio

No decorrer deste trabalho, as experiências foram realizadas utilizando sempre a mesma liga de alumínio: a liga A356 ou também designada por Al-Si7Mg0,3.

A liga de alumínio A356 é uma liga Al-Si com aproximadamente 7 % de silício e 0,3 % de magnésio, podendo também conter outros elementos de liga como o ferro, o zinco, o manganês, o titânio, o estrôncio, entre outros. Segundo o catálogo, as percentagens dos diversos elementos de liga normalmente encontrados nesta liga são os apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Elementos de liga que podem ser encontrados na liga A356.

| | Si | Fe | Cu | Mn | Mg | Ni | Zn | Pb + Sn | Sr ^a | Ti | Outros |
|-------------|-----|------|------|------|------|------|------|---------|-----------------|------|--------|
| Min. | 6,7 | | | | 0,30 | | | | 0,030/ 0,015 | 0,10 | |
| Máx. | 7,3 | 0,14 | 0,02 | 0,04 | 0,40 | 0,02 | 0,04 | 0,02 | 0,050/ 0,025 | 0,15 | 0,10 |

^a Segundo o catálogo, fornecem duas variantes da liga onde as percentagens de estrôncio variam.

Em relação às suas propriedades, esta liga apresenta boas características de fundição apesar de mostrar alguma tendência para a formação de rechupes e para a oxidação. Por outro lado, é uma liga com fraca maquinabilidade quando utilizada no estado *as-cast*, mas que pode ser substancialmente melhorada mediante tratamento térmico. Para além disto, a liga A356 apresenta boa resistência à corrosão.

Por outro lado, é uma liga que não apresenta por si só propriedades mecânicas excelentes sendo, por isso, submetida ao tratamento térmico T6 para aumento destas.

Este tratamento térmico consiste em três etapas. A primeira diz respeito ao tratamento de solubilização que é feito a 540 °C durante 10 horas. Terminado este ciclo, a liga deve ser submetida a uma têmpera em água. A última etapa consiste num envelhecimento artificial realizado a 160 ou 170 °C durante 6 horas. Por fim, pode-se, ou não, proceder a um arrefecimento rápido da liga sendo que as diferenças não serão significativas. A diferença de temperaturas de envelhecimento leva também a pequenas diferenças nas propriedades mecânicas sendo que as melhores, segundo o catálogo desta liga, são obtidas com um envelhecimento artificial a 170 °C.

Tendo em conta o catálogo do fornecedor são apresentadas, na Tabela 4, algumas das propriedades mecânicas que se podem obter com diferentes condições de tratamento térmico.

Tabela 4 – Propriedades mecânicas da liga A356 em diferentes condições de tratamento térmico.

| Tipo de vazamento | Condição | Temperatura de envelhecimento (°C) | Tensão de rutura (MPa) | Tensão de cedência (MPa) | Dureza (HB) |
|--------------------------|-----------------|---|-------------------------------|---------------------------------|--------------------|
| Molde permanente | <i>As-cast</i> | - | 200 | 90 | 55 |
| | | 160 | 290 | 200 | 90 |
| | T6 | 170 | 310 | 250 | 100 |
| Moldação em areia | T6 | 160 | 260 | 200 | 90 |
| | | 170 | 275 | 250 | 100 |

Assim sendo, e conjugando tudo o que foi exposto anteriormente, a liga A356 apresenta algumas vantagens tais como:

- Excelente resistência à corrosão;
- Boas características de soldabilidade e de fundição;
- Boa maquinabilidade quando tratada termicamente;
- Baixos teores de impurezas que levam a uma melhoria das suas propriedades mecânicas;
- Excelentes propriedades mecânicas quando tratada termicamente (T6).

Em relação às suas aplicações, trata-se de uma liga comumente usada nas indústrias aeronáutica e automóvel e na produção de equipamentos industriais e de peças estruturais fundidas onde as elevadas propriedades mecânicas aliadas a uma baixa massa volúmica ($\approx 2,68 \text{ g/cm}^3$) são um requisito.

No que respeita à fundição desta liga é necessário ter em conta alguns aspetos, principalmente no que concerne às temperaturas a que deve ser trabalhada e as fases que podem ser encontradas durante a fundição de uma liga do tipo Al-Si.

Assim, um dos primeiros pontos deve passar pela análise e interpretação do diagrama de fases de ligas de Al-Si que é apresentado na Figura 19.

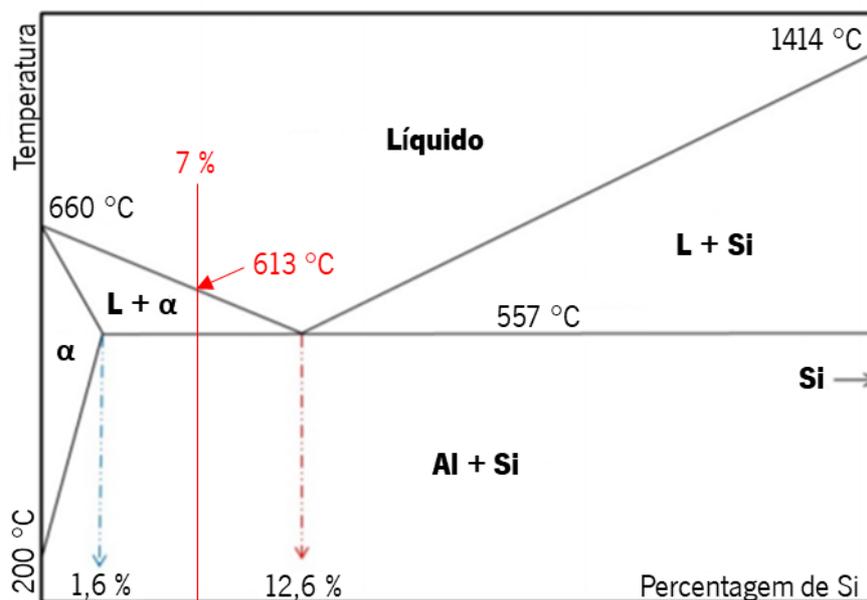


Figura 19 – Diagrama de fases de ligas Al-Si (adaptada de Zamani, 2015).

Como se pode perceber, o estado sólido de uma liga Al-Si prolonga-se até cerca de 557 °C. Porém, o que acontece acima desta temperatura depende do tipo de liga, mais concretamente, do teor de silício da mesma.

Tratando-se, a liga A356, de uma liga hipoeutética (dado o teor de silício ser inferior a 12,6 %), verifica-se que após ultrapassar os 557 °C entra num estado semissólido onde está presente a fase líquida e a fase sólida α -Al. Este estado prolonga-se durante um intervalo de temperaturas que depende também do teor de silício. Quanto menor o teor de silício maior será o intervalo de temperaturas onde se verifica o estado semissólido.

Para a determinação das temperaturas mais importantes da liga A356 recorreu-se ao *website MatWeb* de onde foram retiradas as temperaturas apresentadas na Tabela 5.

Tabela 5 – Temperaturas mais importantes da liga A356 (adaptada de MatWeb, s.d.).

| Temperatura de <i>solidus</i> | Temperatura de <i>liquidus</i> | Temperatura de fundição |
|--|---|------------------------------------|
| ≈ 557 °C | ≈ 613 °C | 677 – 788 °C |

Assim, verifica-se que o estado semissólido da liga A356 prolonga-se dos 557 °C aos 613 °C, aproximadamente.

Em relação à fundição desta liga, e apesar da gama de temperaturas considerável a que, segundo o apresentado pela *MatWeb*, a liga deve ser fundida, o fornecedor considera que a gama de temperaturas ideal para a liga ser fundida é entre os 700 e os 720 °C.

3.1.2 Esferas de alumínio

As esferas de alumínio puro são um dos principais materiais usados no decorrer deste trabalho. Estas foram usadas como “transportadoras” de partículas (recorrendo ao *ball milling*) por forma a permitir introduzir e distribuir as partículas no banho de alumínio o mais uniforme possível. Estas foram usadas em dois tamanhos diferentes: 1 e 6 mm.

Na Figura 20 pode ser visualizada uma esfera de 6 mm.

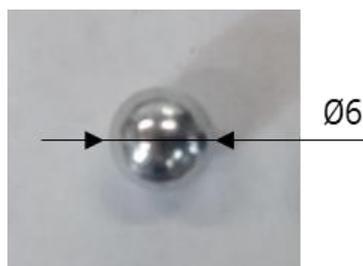


Figura 20 – Esfera de alumínio puro de 6 mm.

3.1.3 Partículas cerâmicas

No que diz respeito ao material usado para o reforço da liga de alumínio, foram utilizadas partículas cerâmicas de carboneto de silício (SiC).

O SiC, também conhecido como *carborundum*, é um material cerâmico constituído por silício e carbono. Este é mais comum como um composto sintético usado em abrasivos, mas também ocorre, na natureza, segundo um mineral extremamente raro chamado de *moissanite* (Britannica, 2008) (Green, s.d.). É também considerado um dos materiais cerâmicos mais duros de entre os disponíveis hoje em dia apresentando uma dureza de 9,5 na escala de Mohs (MatWeb, s.d.).

Segundo o apresentado no *website Accuratus*, além da sua elevada dureza, o carboneto de silício apresenta também outras mais valias tais como:

- Baixa massa volúmica ($3,2 \text{ g/cm}^3$) em relação a outras partículas como, por exemplo, o TiC;
- Baixa expansão térmica;
- Elevada condutibilidade térmica;
- Quimicamente inerte.

Na Figura 21 encontram-se as micropartículas de carboneto de silício usadas nos ensaios.



Figura 21 – Micropartículas de carboneto de silício.

3.2 Equipamentos utilizados

Para a execução deste trabalho houve uma grande variedade de equipamentos utilizados. Assim, e para simplificar, estes foram seccionados em quatro partes de acordo com a sua finalidade:

- Pré-processamento das partículas cerâmicas (*ball milling*);
- Fundição das ligas de alumínio reforçadas com partículas cerâmicas;

- Preparação de amostras/provetes para caracterização microestrutural e mecânica;
- Análise microestrutural e ensaios mecânicos.

3.2.1 Pré-processamento das partículas cerâmicas (*ball milling*)

Para o pré-processamento das partículas foi utilizado o equipamento apresentado na Figura 22. Trata-se de um equipamento que transmite movimento circular (a aproximadamente 400 rpm) a um jarro cerâmico onde são colocadas, previamente, as partículas cerâmicas e as esferas de alumínio. Para além dos materiais pretendidos podem ser adicionadas, opcionalmente, bolas cerâmicas com 10 mm de diâmetro que são, normalmente, usadas para moagem de diversos materiais.

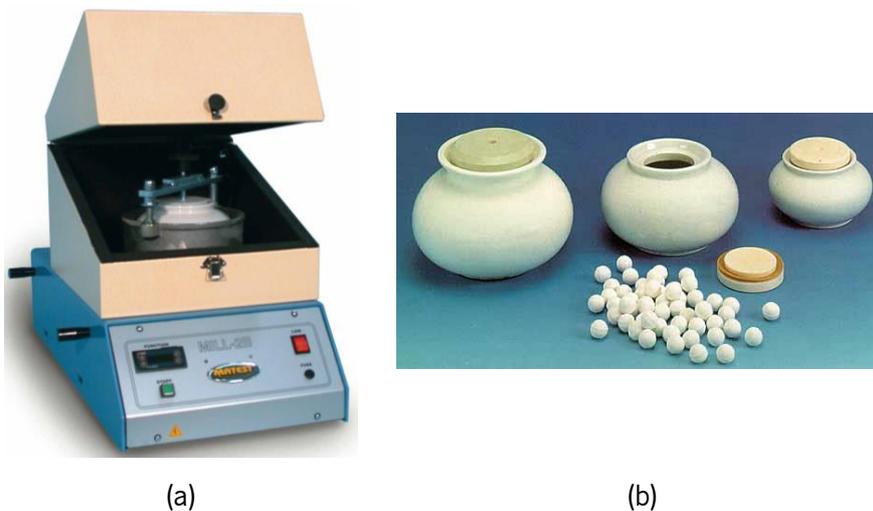


Figura 22 – (a) Equipamento *ball milling* e (b) jarro e bolas cerâmicas (reproduzida de Matest, s.d.).

3.2.2 Fundição das ligas de alumínio reforçadas com partículas cerâmicas

Os equipamentos destinados ao fabrico das ligas de alumínio reforçadas com partículas cerâmicas dizem respeito aos que permitiram a fusão da liga de alumínio (os fornos), a mistura das partículas no seio do banho metálico (sistema de ultrassons) e os destinados ao vazamento do banho de alumínio (moldação metálica).

i. Fornos

Para a fusão das cargas de alumínio foram utilizados dois fornos.

O primeiro, apresentado na Figura 23 à esquerda, é um forno de reduzidas dimensões que permite a fusão de pequenas cargas de material. Este foi usado para a realização do primeiro vazamento onde foram fundidas 100 g de alumínio.

O segundo, que se encontra representado na Figura 23 à direita, é um forno maior que o anterior e permite a fusão de maiores quantidades de material tendo sido utilizado para diversos ensaios onde foram fundidos cerca de 2 kg de alumínio.

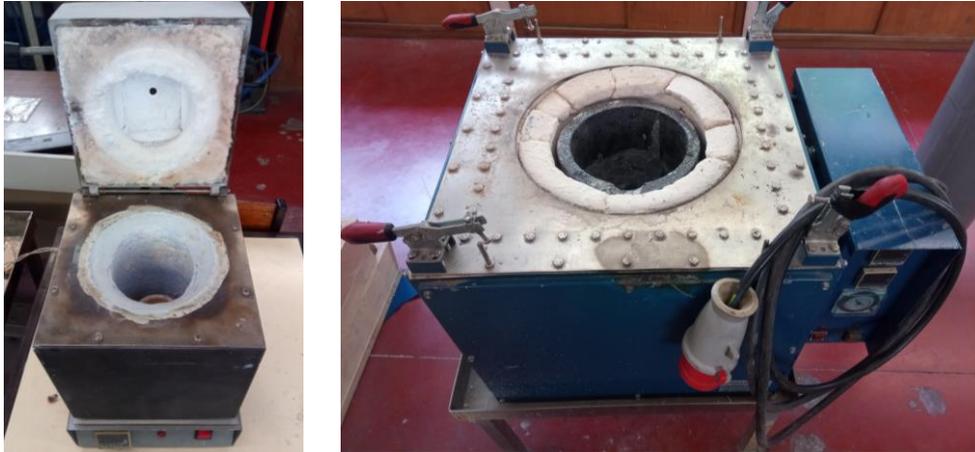


Figura 23 – Fornos usados nos diversos ensaios.

ii. Sistema de ultrassons

O sistema de ultrassons, que tem como função ajudar à mistura e dispersão das partículas no banho de alumínio, é constituído por essencialmente três grandes componentes: o gerador, o transdutor e o radiador acústico. Este último é apresentado na Figura 24.

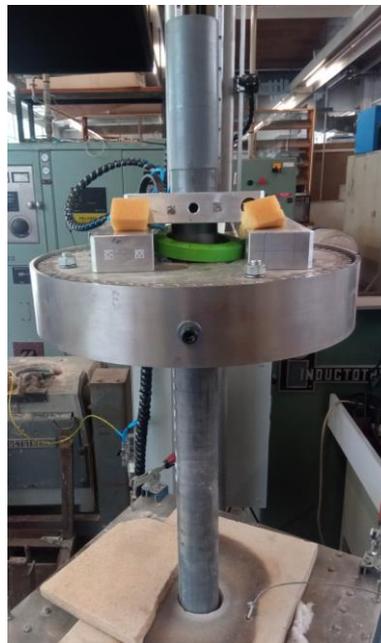


Figura 24 – Radiador acústico.

iii. Moldação metálica

A moldação metálica (Figura 25) é o destino final do banho de metal e tem como função dar forma ao metal aquando da sua solidificação. Esta moldação permite retirar dois provetes.

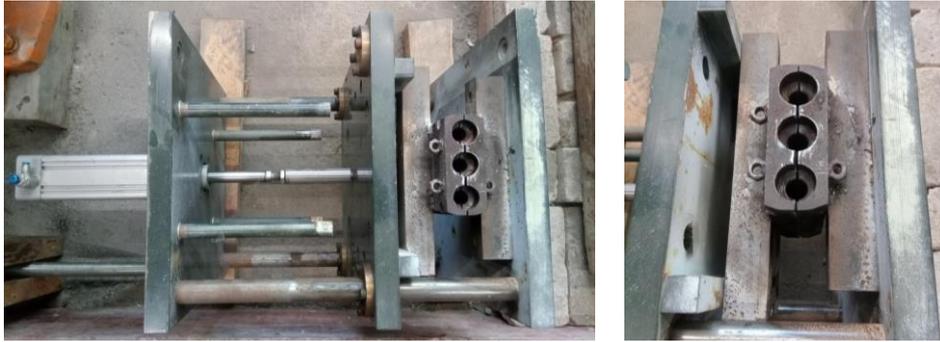


Figura 25 – Moldação metálica.

3.2.3 Preparação amostras/provetes para caracterização microestrutural e mecânica

i. Caracterização microestrutural

Para a preparação de amostras para a análise microestrutural foram necessários dois tipos de equipamentos: o discotom e as máquinas de polir.

O discotom é uma máquina de corte que permitiu o corte de amostras para a análise microestrutural, mas também para o corte de amostras para os ensaios de DMA. Este é apresentado na Figura 26 (a).

Para se analisar a microestrutura de uma amostra é necessário polir a mesma. Para isso, foram utilizadas as máquinas de polir (Figura 26 (b) e (c)), onde primeiramente foram usadas lixas para acertar as amostras e colocá-las prontas para a passagem posterior dos panos com suspensão de diamante de $1\ \mu\text{m}$ e $\frac{1}{4}\ \mu\text{m}$.



(a)



(b)



(c)

Figura 26 – (a) Discotom; (b) e (c) máquinas de polir.

ii. Caracterização mecânica

Para a preparação de provetes para os ensaios mecânicos foi utilizado o torno, um equipamento de remoção de avara, apresentado na Figura 27.



Figura 27 – Torno CNC.

3.2.4 Análise microestrutural e ensaios mecânicos

Para a análise da microestrutura das amostras retiradas dos diversos ensaios foi utilizado um microscópio ótico binocular com cinco lentes. Um microscópio semelhante ao utilizado pode ser visualizado na Figura 28 (a).

Por sua vez, a obtenção das propriedades mecânicas foi conseguida com a utilização de uma máquina de tração estando, uma exemplar, apresentada na Figura 28 (b). Para além desta, foi utilizado um extensómetro para a determinação da deformação dos provetes ao longo dos ensaios de tração.

Quanto à medição da dureza Vickers, recorreu-se a um microdurómetro semelhante ao apresentado na Figura 28 (c).



(a)



(b)



(c)

Figura 28 – (a) Microscópio ótico (reproduzida de Group, s.d.), (b) máquina de tração (reproduzida de Testing Machines, Inc., s.d.) e (c) microdurómetro (reproduzida de Beortek, s.d.).

3.3 Procedimentos utilizados

A execução deste trabalho passou, tal como referenciado anteriormente, pela utilização do processo *ball milling* para cobrir as esferas de alumínio puro com partículas de carboneto de silício e, com isso, facilitar a introdução e a dispersão destas no banho de alumínio.

Assim, de seguida, são apresentados os procedimentos e metodologias utilizados na realização dos testes preliminares no *ball milling* e dos ensaios de fundição dos compósitos.

3.3.1 Testes preliminares no *ball milling*

Inicialmente e por forma a entender melhor o *ball milling* decidiu-se realizar alguns testes preliminares. Estes foram agrupados em dois grandes testes.

i. Primeiro teste

O primeiro teste teve como principal objetivo determinar o tempo ótimo de processamento para que as esferas ficassem cobertas.

Por esta razão foi realizado um *ball milling* de 3 horas com intervalos a cada 15 minutos de processamento. Estas pausas foram aproveitadas para se proceder à recolha de algumas esferas para análise no microscópio ótico e, assim, estudar a evolução do revestimento das esferas de alumínio

Relativamente às quantidades, para este ensaio, foram utilizadas 18 g de esferas de alumínio de 1 mm e 2 g de carboneto de silício. Para além disto, o processo *ball milling* foi realizado a seco utilizando como elemento auxiliar dez bolas cerâmicas de 10 mm.

ii. Segundo teste

Uma das grandes evidências verificadas no primeiro teste foi o facto de terem sobrado algumas partículas que não foram aglomeradas às esferas. O facto de haver partículas cerâmicas “soltas” inviabiliza o processo uma vez que as partículas vão-se depositar no fundo do cadinho.

Com este problema em vista, realizou-se o segundo teste por forma a estudar uma forma de reduzir a quantidade de partículas cerâmicas sobrantes. Adicionalmente, também se tentou perceber a influência da utilização das bolas cerâmicas no processamento das partículas.

Assim, optou-se por reduzir a quantidade total de material (esferas + partículas cerâmicas) de 20 g para 10 g e reduzir a quantidade de partículas e aumentar a de esferas, passando para 9,8 g de esferas e 0,2 g de SiC.

Tendo em conta estas quantidades definidas, decidiu-se dividir este teste em quatro condições onde foi alterado o tamanho das esferas e, numa das condições, não foram utilizadas as bolas cerâmicas. Assim, a primeira condição consistiu na utilização de esferas de 6 mm sem adicionar bolas cerâmicas ao pote do *ball milling*. Para as restantes três condições, foram utilizados três tamanhos de esferas diferentes (1, 3 e 6 mm) com bolas cerâmicas. Em todas as condições, o tempo de processamento foi de 15 minutos. Na Tabela 6 é apresentado um resumo das quatro condições testadas.

Tabela 6 – Condições testadas no segundo teste do *ball milling*.

| Condições | Denominação | Materiais | Bolas cerâmicas |
|------------------|--------------------|---|------------------------|
| 1 | 6 mm sem bolas | 9,8 g de esferas de 6 mm + 0,2 g de SiC | Não |
| 2 | 6 mm + bolas | 9,8 g de esferas de 6 mm + 0,2 g de SiC | Sim (5 bolas) |
| 3 | 3 mm + bolas | 9,8 g de esferas de 3 mm + 0,2 g de SiC | Sim (5 bolas) |
| 4 | 1 mm + bolas | 9,8 g de esferas de 1 mm + 0,2 g de SiC | Sim (5 bolas) |

3.3.2 Produção das ligas de alumínio reforçadas com partículas cerâmicas

i. Ensaio realizados

No decorrer deste trabalho, foram realizados alguns ensaios por forma a validar o novo processo para a adição de partículas no banho, o *ball milling*.

No que diz respeito à adição das partículas de carboneto de silício, foram realizados dois ensaios. O primeiro, consistiu num ensaio preliminar que teve como objetivo entender o processo de fundição em si e a forma como se devem adicionar as partículas, bem como todos os cuidados a ter aquando do processamento dos compósitos. Por sua vez, o segundo ensaio foi realizado com o máximo de rigor possível tendo-se procedido ao tratamento do banho de alumínio e à dispersão das partículas com recurso ao sistema de ultrassons.

Para além dos compósitos testados, foram realizados outros dois ensaios, desta vez sem adição de partículas, que serviram como meio de comparação com os compósitos. Apenas desta forma foi possível perceber quais os benefícios/malefícios da adição das partículas.

Desta forma, é apresentado na Tabela 7 um resumo dos ensaios realizados.

Tabela 7 – Resumo dos ensaios realizados.

| Ensaio | Quantidades testadas | Considerações |
|-----------------------|---|--|
| A356 + SiC(1/9) | 90 g de A356 + 9 g de esferas de alumínio de 1 mm + 1 g de SiC | Não tratada |
| A356 + SiC(1/49) + US | 1950 g de A356 + 49 g de esferas de alumínio de 6 mm + 1 g de SiC | Tratada por US; Dispersão das partículas por US |
| A356 + US | 2 kg de A356 | Tratada por US |
| A356 + Árgon | 2 kg de A356 | Desgaseificada com árgon |

ii. Procedimento experimental

Para a realização dos ensaios foi seguido um procedimento mais adequado para a produção de compósitos que consiste na adição das partículas num estado semissólido, ou muito perto disso, por forma a aumentar a molhabilidade das partículas.

No ensaio “A356 + SiC(1/9)”, a liga foi fundida a 700 °C e deixada homogeneizar durante uns minutos. No final deste período a liga foi arrefecida para os 600 °C obtendo-se um estado semissólido. Nesta fase, as esferas de alumínio de 1 mm revestidas com partículas cerâmicas pré-aquecidas a 300 °C foram adicionadas ao banho de alumínio. Por fim, o banho foi aquecido até aos 630 °C e vazado para uma coquilha cilíndrica pré-aquecida a 450 °C.

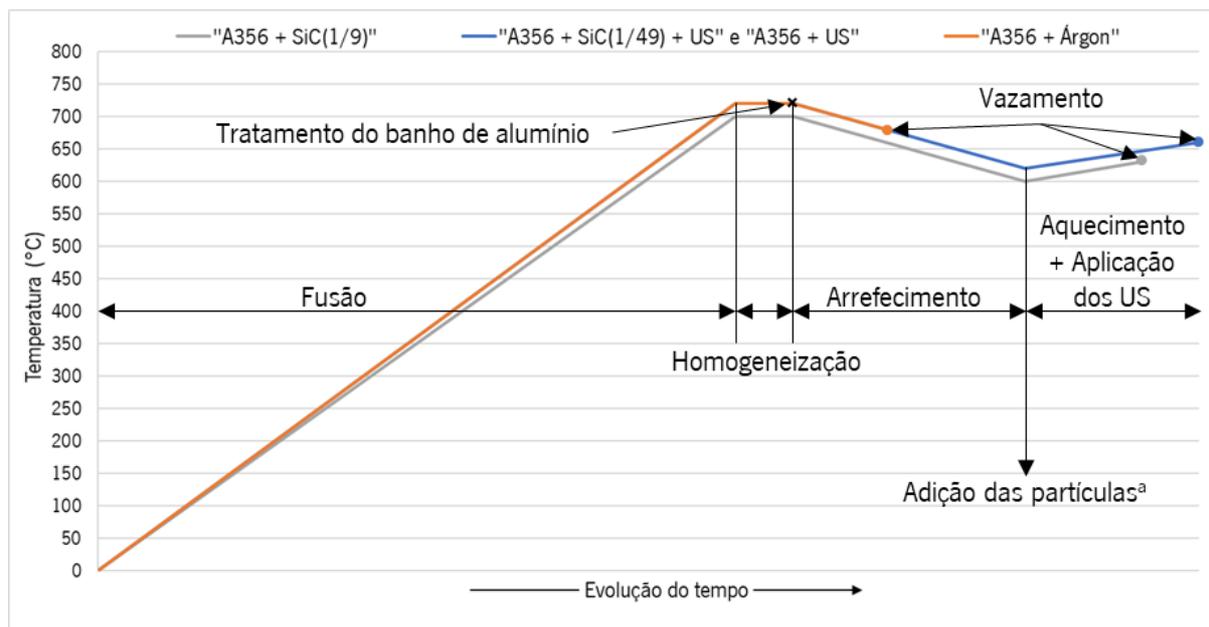
A execução deste ensaio preliminar permitiu conhecer um pouco melhor o processo de fundição e perceber o melhor procedimento para a fundição dos compósitos. Com o ensaio verificou-se que a temperatura de 600 °C é uma temperatura demasiadamente baixa não permitindo uma boa incorporação das partículas no banho de alumínio. Adicionalmente, a temperatura de vazamento de 630 °C é também baixa. Neste caso, a esta temperatura, a liga apresenta pouca fluidez comprometendo o vazamento.

Assim, para os ensaios “A356 + SiC(1/49) + US” e “A356 + US”, decidiu-se aumentar a temperatura de fusão da liga para os 720 °C. Após um período de homogeneização, a liga foi desgaseificada e afinada recorrendo aos ultrassons e foi arrefecida para os 620 °C (temperatura ainda acima do *liquidus*, mas

que apresenta alguma viscosidade). A esta temperatura, para o ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”, as esferas de alumínio de 6 mm com partículas de SiC cravadas pré-aquecidas a 300 °C foram adicionadas ao banho de alumínio e dispersas com os US durante cerca de 2/3 minutos. Posteriormente, a liga foi aquecida para os 660 °C tendo-se procedido à dispersão das partículas com os US aos 640 e 660 °C. No caso do ensaio “A356 + US” não foram adicionadas partículas, mas foram igualmente utilizados os ultrassons durante o aquecimento do banho. Atendida a temperatura de 660 °C, o banho foi vazado para a moldação metálica da Figura 25 pré-aquecida a 250/300 °C

No caso do ensaio “A356 + Árgon”, o ciclo foi, inicialmente, semelhante aos anteriores. No entanto, após o período de homogeneização a 720 °C, a liga foi desgaseificada com árgon, arrefecida para a temperatura de vazamento de 680 °C e vazada para a mesma moldação metálica também pré-aquecida a 250/300 °C. Neste ensaio, não se procedeu de igual forma que os anteriores uma vez que a descida de temperatura até aos 620 °C iria induzir a absorção de hidrogénio por parte do banho de alumínio.

Na Figura 29 são apresentados os ciclos térmicos dos quatro ensaios.



^a Esta adição apenas ocorre nos ensaios "A356 + SiC(1/9)" e "A356 + SiC(1/49) + US"

Figura 29 – Ciclos térmicos dos quatro ensaios.

Nesta figura é, apenas, apresentado o ciclo térmico do processo de fundição da liga de alumínio. Porém, antes da introdução da carga procedeu-se ao pré-aquecimento do cadinho. Este foi feito a cerca de 400 °C e teve como objetivo a eliminação de humidade.

Adicionalmente, e tal como mencionado anteriormente, a moldação metálica foi pré-aquecida a 250/300 °C. Este pré-aquecimento foi realizado com um maçarico por impossibilidade de a colocar

dentro de uma mufla. Por esta razão, não foi possível aquecer a uma determinada temperatura, mas sim dentro de um intervalo de temperaturas de 250 a 300 °C. Para além da moldação, também a colher de vazamento foi pré-aquecida ao mesmo tempo.

Na Figura 30 pode ser visualizado o *setup* experimental usado nos três últimos ensaios. Este é composto não só pelo forno e cadinho, mas também pelo sistema de ultrassons, a garrafa de argon (não presente na figura) que permitiu criar uma atmosfera protetora para o banho de alumínio e o termopar para a monitorização da temperatura.



Figura 30 – *Apparatus* experimental.

iii. Vazamentos efetuados

No ensaio “A356 + SiC(1/9)”, dado o reduzido volume de metal líquido, foi realizado apenas um vazamento numa coquilha cilíndrica.

Porém, nos restantes ensaios, como foram fundidos 2 kg de liga, foi possível realizar quatro ou cinco vazamentos. Na Figura 31 é possível visualizar os vazamentos efetuados nestes três ensaios.

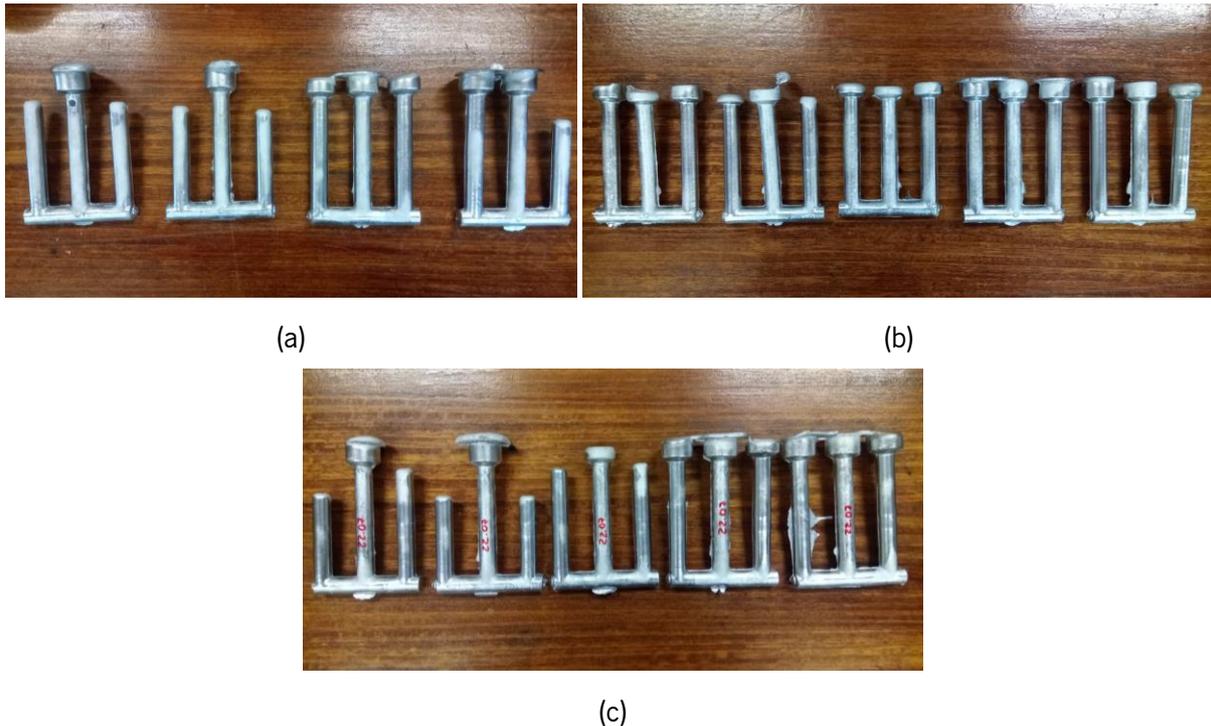


Figura 31 – Vazamentos efetuados nos ensaios: (a) “A356 + SiC(1/49) + US”; (b) “A356 + US”; (c) “A356 + Árgon”.

3.3.3 *Master alloys*

Adicionalmente, surgiu uma nova metodologia para a adição das partículas no banho de alumínio: a produção de uma *master alloy*.

Tendo em conta a possibilidade de haver alguma dificuldade em fundir as esferas de alumínio puro revestidas de partículas cerâmicas em resultado da barreira térmica que as partículas podem formar ao redor da esfera e que dificulta a sua fusão, a produção da *master alloy* elimina ou, pelo menos, reduz este problema.

Assim, foi testada a produção de duas *master alloys*. Inicialmente foi realizado um *ball milling* com as quantidades utilizadas nos ensaios anteriores (49 g de esferas de 6 mm e 1 g de SiC). As esferas processadas foram então fundidas, utilizando um forno de indução a vácuo, para obter uma amostra de *master alloy*. (i) com 100 % de esferas revestidas de partículas (15 g); (ii) com 50 % de esferas cobertas e 50 % de esferas não cobertas (7,5 g de cada). A inclusão de 50 % de esferas não processadas permitiu a formação de um “pé de banho” que ajudou à fusão das esferas cobertas. As ligas-mãe foram denominadas de *master alloy* 1 e 2 ou MA1 e MA2.

3.4 Técnicas de caracterização

Com o intuito de validar o processo de adição das partículas no banho de alumínio foi necessário recorrer à caracterização dos fundidos.

Esta caracterização passou numa primeira instância pela análise microestrutural usando o Microscópio Óptico e, adicionalmente, recorrendo ao SEM. Por fim, foram realizados ensaios mecânicos estáticos e dinâmicos para obtenção das propriedades mecânicas. Assim, de seguida, são apresentados os procedimentos e as técnicas utilizadas para a obtenção das amostras e provetes para a caracterização microestrutural e para os ensaios de dureza, tração e DMA.

3.4.1 Caracterização microestrutural

Para a caracterização microestrutural foi necessário cortar várias amostras em altura e em diâmetro.

No caso do ensaio “A356 + SiC(1/9)” o fundido foi cortado em dois paralelepípedos, um em altura e outro em diâmetro, para analisar no MO.

Para os restantes ensaios foram cortadas amostras de um dos provetes obtidos (normalmente o mais pequeno), apresentados na Figura 31. Assim, foram retiradas oito amostras do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”, quatro em altura e quatro em diâmetro (numeradas do fundo para o topo: A1, ..., A4, D1, ..., D4), e três dos ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon” (todas em diâmetro: US1, US2, US3, AC1, AC2, AC3) estando as mesmas esquematizadas nas Figura 32 e Figura 33, respetivamente.

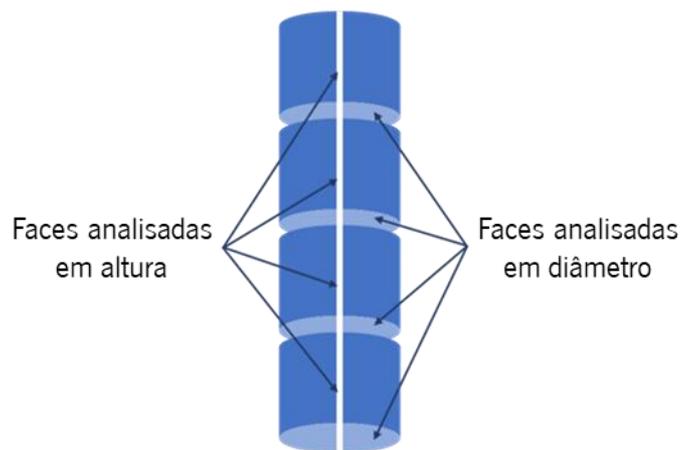


Figura 32 – Esquema das amostras analisadas do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”.

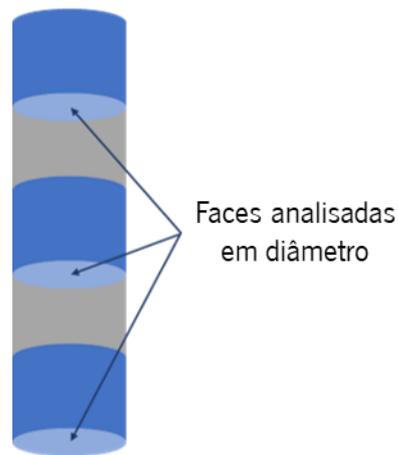


Figura 33 – Esquema das amostras analisadas dos ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon”.

Dadas as reduzidas dimensões de algumas das amostras, estas foram colocadas em resina para facilitar o seu manuseamento durante o polimento. Por fim, as amostras foram lixadas recorrendo a cinco lixas (320, 800, 1200, 2400 e 4000) e polidas recorrendo a dois panos com suspensão de diamante ($1 \mu\text{m}$ e $\frac{1}{4} \mu\text{m}$).

Para além da análise efetuada às amostras no MO, decidiu-se também efetuar a medição do tamanho de grão. Assim, foi necessário atacar quimicamente algumas amostras dos três últimos ensaios para revelar o grão. Para o ataque químico foi utilizada uma solução de 50 ml com 1,25 ml de HNO_3 , 0,75 ml de HCl e 0,50 ml de HF . Após ser colocado um pouco da solução num vidro de relógio, as faces polidas das amostras foram colocadas em contacto com a solução durante 15 s. O ataque foi efetuado nas quatro amostras do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” em diâmetro (D1, D2, D3 e D4) e nas amostras do fundo dos provetes dos ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon”.

3.4.2 Caracterização mecânica

i. Ensaios de dureza

No que diz respeito aos ensaios de dureza, estes foram realizados num microdurómetro Vickers tendo sido aplicada uma carga de 0,5 kgf.

Para a medição da dureza decidiu-se realizar cinco indentações em cada uma das amostras em altura do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”, do centro para a periferia onde, posteriormente, foi determinado o valor médio da dureza para cada uma das amostras.

Na Figura 34 é possível visualizar um esquema das amostras em altura deste ensaio com as indentações realizadas.



Figura 34 – Indentações realizadas nas amostras do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”.

Para os ensaios de dureza nas amostras dos ensaios sem adição de partículas, como não houve essa adição, não houve qualquer interesse em analisar a variação ao longo da altura do provete. Dessa forma, a dureza foi medida em apenas uma amostra de cada ensaio sendo as amostras escolhidas as do meio dos provetes.

Um esquema com as indentações realizadas nas amostras dos dois ensaios pode ser visualizada na Figura 35.

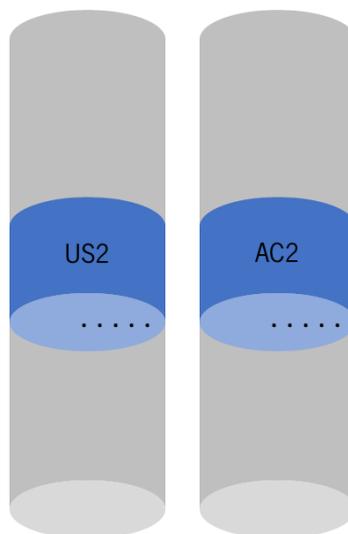


Figura 35 – Indentações realizadas nas amostras dos ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon”.

ii. Ensaios de tração

Para os ensaios de tração foram utilizados dois provetes de cada ensaio. Assim, inicialmente, procedeu-se ao tratamento térmico dos provetes, detalhado na secção 3.1.1, tendo o envelhecimento artificial sido realizado a 160 °C.

Posteriormente, os provetes foram cortados e maquinados para obter a forma final. Para a maquinagem recorreu-se a um *software* que permitiu modelar o provete e programar as rotinas de corte para o seu fabrico. Uma ilustração do provete e das suas dimensões pode ser visualizado na Figura 36.

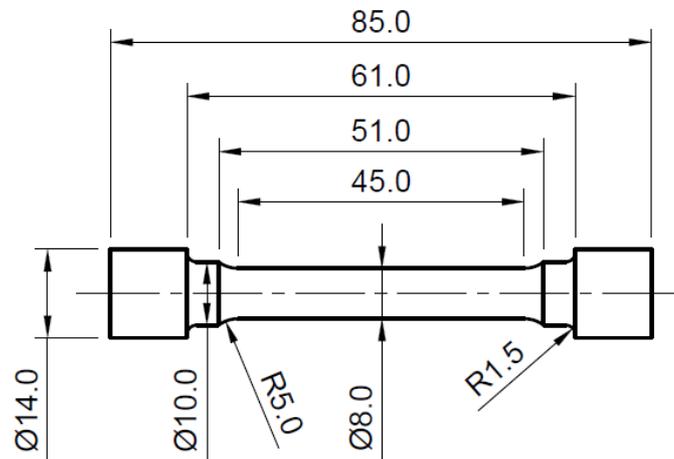


Figura 36 – Principais dimensões do provete.

iii. Ensaios de DMA

Para uma caracterização mais completa dos fundidos recorreu-se aos ensaios DMA. O DMA, ou *Dynamic Mechanical Analysis*, é uma técnica usada para medir a rigidez e amortecimento dos materiais em função do tempo, temperatura ou frequência, através da aplicação de uma carga sinusoidal a uma amostra e medindo a deformação resultante. A carga pode ser aplicada de diversas formas: flexão, tração, compressão e corte (Hitachi, s.d.).

Na Figura 37 pode ser visualizado o esquema de um tipo de ensaio de DMA onde a amostra sofre flexão através do movimento da amarra central, tendo sido este o tipo de ensaio realizado neste trabalho.

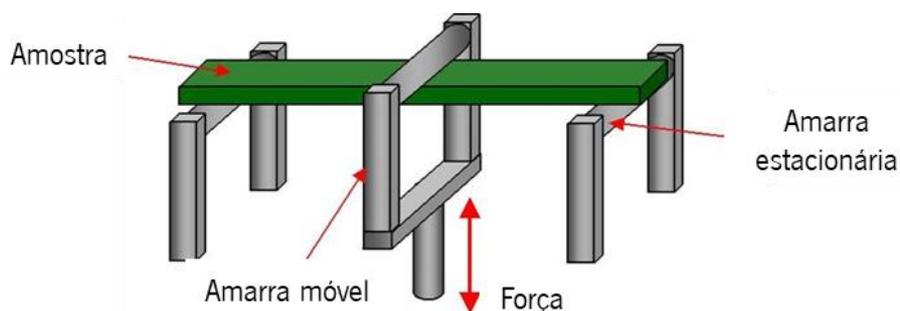


Figura 37 – Esquema do ensaio de DMA (adaptada de Gotro, 2014).

No seguimento deste trabalho, o intuito na realização destes ensaios passou pela análise das propriedades dinâmicas dos fundidos tais como o amortecimento. Este, pode ser medido de várias maneiras sendo uma delas a conhecida por tangente de delta ($\tan \delta$), ou, em inglês, *Loss Tangent*, tendo sido a utilizada nestes ensaios. Esta é uma medida que quantifica a capacidade de um material em

absorver e dissipar energia. Quanto maior este valor, maior será o coeficiente de amortecimento e mais eficiente será o material a absorver e dissipar energia (Sorbothane, s.d.).

Esta análise teve como principal objetivo perceber de que forma a adição das partículas cerâmicas influencia o amortecimento. Para além disto, foram analisadas as diferenças de amortecimento que podem ser verificadas com diferentes tratamentos térmicos. Desta forma, decidiu-se analisar uma amostra por cada condição, sendo estas apresentadas na Tabela 8.

Tabela 8 – Condições de tratamento térmico testadas no DMA.

| Condição | A356 + SiC(1/49) + US | A356 + US |
|-----------------|------------------------------|------------------|
| <i>As-Cast</i> | X | X |
| Solubilização | X | X |
| Envelhecimento | 8 minutos | X |
| | 64 minutos | X |
| | 360 minutos | X |
| | 540 minutos | X |
| | 660 minutos | X |
| | 1024 minutos | X |

Para obter as amostras para os ensaios de DMA (quatro¹ amostras do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” e oito do ensaio “A356 + US”) foi utilizado um provete de cada ensaio. Estes foram cortados em várias amostras com uma geometria paralelepipedal com dimensões de 35-40 x 4-6 x 2-3 mm. Na Figura 38 são apresentados os quatro provetes do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” analisados no DMA.



Figura 38 – Provetes do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” para o DMA.

¹ Uma das amostras foi testada duas vezes. A primeira na condição *As-Cast* e a segunda numa das outras condições.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Antes do fabrico das ligas de alumínio compósitas foi necessário perceber como funciona o *ball milling* quer em termos de quantidades de partículas e de esferas de alumínio a adicionar quer em termos de tempo de processamento. Desta forma, são apresentados e discutidos, no início do capítulo, os resultados dos ensaios de pré-processamento das partículas cerâmicas.

Posteriormente, são analisados os resultados dos ensaios realizados posteriormente da liga de alumínio reforçada com partículas cerâmicas e da liga sem a adição destas. Estes resultados passam pela apresentação e discussão das microestruturas e dos resultados dos ensaios de tração, de dureza e de DMA realizados aos provetes/amostras.

4.1 Resultados do pré-processamento

Tal como já foi mencionado anteriormente, foi utilizado o processo *ball milling* para o pré-processamento das partículas cerâmicas.

O objetivo deste processo passa, não só, por facilitar a introdução das partículas no banho, mas também permitir distribuí-las uniformemente no metal líquido. Isto pode ser conseguido tendo em conta que a massa volúmica das esferas de alumínio, ainda que cobertas de partículas cerâmicas, é semelhante à da liga de alumínio o que facilita a sua distribuição no banho e consequente distribuição das partículas cerâmicas, uma vez que não têm uma clara tendência para sedimentar ou flutuar à superfície do metal. O contrário aconteceria no caso das partículas sem pré-processamento (*ball milling*) que, por terem uma massa volúmica superior à da liga, teriam alguma tendência para se aglomerarem no fundo do cadinho.

Na Figura 39 são apresentadas duas esferas de 6 mm com e sem revestimento de partículas cerâmicas.



Figura 39 – Esferas de 6 mm com e sem revestimento de partículas cerâmicas.

Assim, tal como apresentado anteriormente, antes da realização dos primeiros ensaios decidiu-se fazer dois testes preliminares para compreender não só como funciona, mas também identificar as variáveis mais importantes do processo tais como o tempo de execução do *ball milling* as quantidades de esferas e partículas cerâmicas inseridas.

Para além dos ensaios de processamento no *ball milling*, foi idealizada uma outra solução para adicionar as partículas cerâmicas no banho. Esta passa pela execução do pré-processamento no *ball milling*, contudo, as esferas não são introduzidas diretamente no banho, mas sim por meio de pequenos tarugos semelhantes aos das *master alloys*.

4.1.1 Análise do pré-processamento das partículas

i. Primeiro teste

Tal como foi referido anteriormente, no primeiro teste foi realizado um *ball milling* de 3 horas de onde foram retiradas amostras a cada 15 minutos.

Na Figura 40, podem ser visualizadas as amostras retiradas na primeira hora de processamento e uma amostra de esferas de 1 mm não processadas.

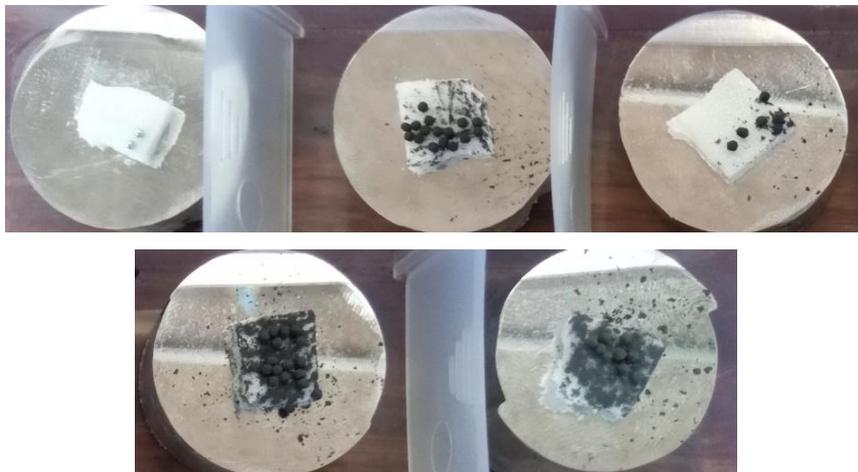


Figura 40 – Amostras de esferas após 0, 15, 30, 45 e 60 minutos de processamento.

Conforme se observa pela análise da figura, após 15 minutos de processamento, as esferas de 1 mm já se encontram cobertas sendo que esse cobrimento pode ser melhorado com mais 15 minutos de *ball milling*. Contudo, o aumento exagerado do tempo de processamento leva a uma destruição das esferas de alumínio e das partículas de carboneto de silício que pode ser visualizada nas amostras retiradas após 45 e 60 minutos. Nestas é possível visualizar o aumento de partículas soltas e, após os 60 minutos de processamento, os “pós” começaram a clarear podendo, isto, dever-se ao descrito acima.

Para comprovar isto apresenta-se a Figura 41 com o produto final retirado do equipamento de *ball milling* após 3 horas de processamento. Como se pode ver, o resultado da mistura apresenta-se na forma de pó não sendo visível a presença de esferas de alumínio, pelo menos, não na sua totalidade.



Figura 41 – Partículas cerâmicas após 3 horas de processamento no *ball milling*.

Desta forma, o processamento por *ball milling* durante 3 horas perdeu a sua viabilidade uma vez que o objetivo é obter esferas (sem que ocorra deformação/destruição) revestidas de partículas cerâmicas.

Apesar disto, dado terem sido retiradas amostras a cada 15 minutos, decidiu-se analisar no microscópio ótico as amostras iniciais de 15 e 30 minutos de processamento sendo apresentadas as imagens nas Figura 42 e Figura 43, respetivamente.

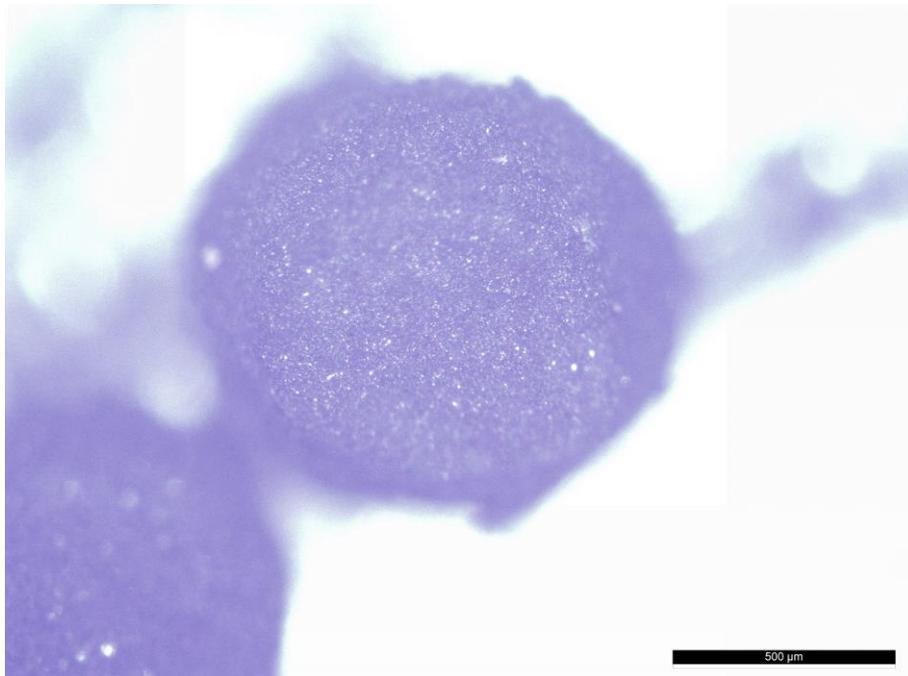


Figura 42 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera processada durante 15 minutos.

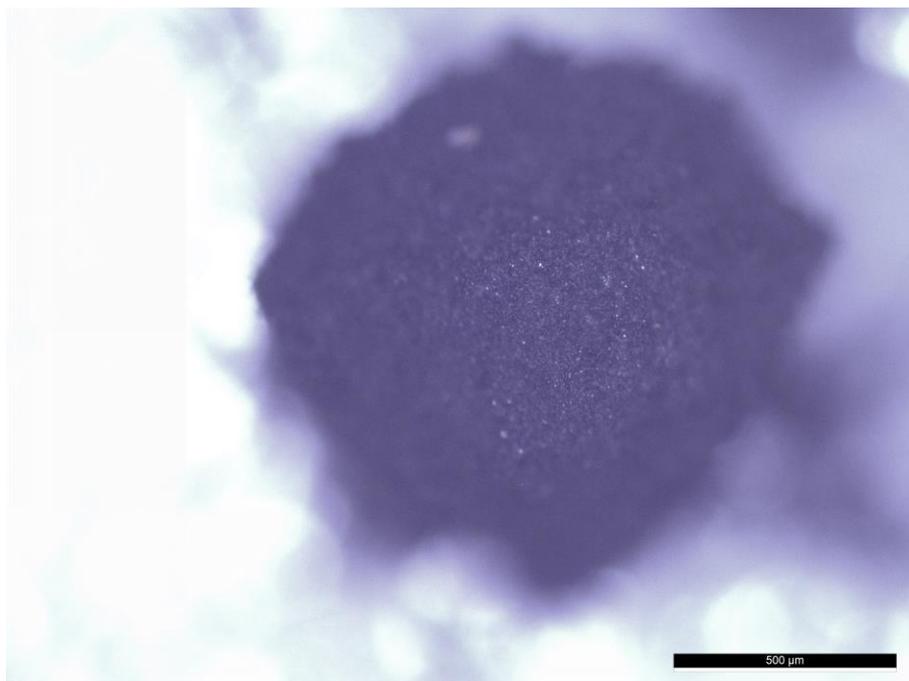


Figura 43 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera processada durante 30 minutos.

Como se observa pelas figuras, ambas as esferas estão cobertas de partículas cerâmicas. Ainda assim, existe uma pequena diferença no cobrimento das mesmas. Na esfera correspondente a 15 minutos de processamento, a camada de partículas cerâmicas apresenta algumas descontinuidades sendo ainda visível algumas partes da esfera de alumínio. Contudo, na esfera processada durante 30 minutos, verifica-se a presença de um revestimento mais completo não sendo possível visualizar tantas partes da esfera não revestida.

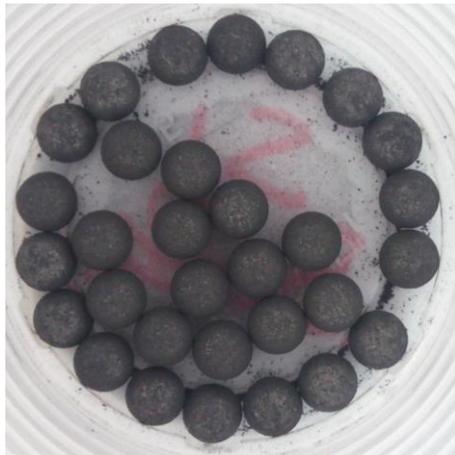
Porém, esta diferença não é significativa o suficiente para que seja mais favorável realizar um *ball milling* de 30 minutos. Desta forma, determinou-se que o processamento de 15 minutos é suficiente.

ii. Segundo teste

Como apresentado anteriormente, o segundo teste contemplou a realização de quatro condições por forma a determinar as quantidades ideais de partículas e de esferas de alumínio e perceber a influência da utilização de bolas cerâmicas.

- Condição “6 mm sem bolas”

Nesta primeira condição foi testado o *ball milling* de esferas de 6 mm com partículas de carboneto de silício sem bolas cerâmicas. As esferas revestidas e a sua comparação com uma esfera não revestida podem ser visualizadas na Figura 44.



(a)



(b)

Figura 44 – (a) Esferas de 6 mm processadas sem bolas e (b) comparação com esfera não processada.

Como se pode ver na Figura 44 (a), as esferas ficaram totalmente revestidas não tendo sobrado praticamente nenhuma partícula cerâmica. Isto vai de encontro ao que se pretende, ou seja, que todas as partículas fiquem incrustadas nas esferas não sobrando nenhuma. Para além disto, pela análise da Figura 44 (b), é possível visualizar a presença de uma camada de revestimento bastante fina e uniforme tendo-se verificado também que as esferas não foram deformadas durante o processo *ball milling*.

Para uma análise mais detalhada, recorreu-se ao microscópio ótico para analisar duas esferas. Uma delas foi analisada diretamente no MO enquanto a outra foi colocada em resina, seccionada pelo seu raio e devidamente polida. As micrografias são apresentadas nas Figura 45 e Figura 46, respetivamente.

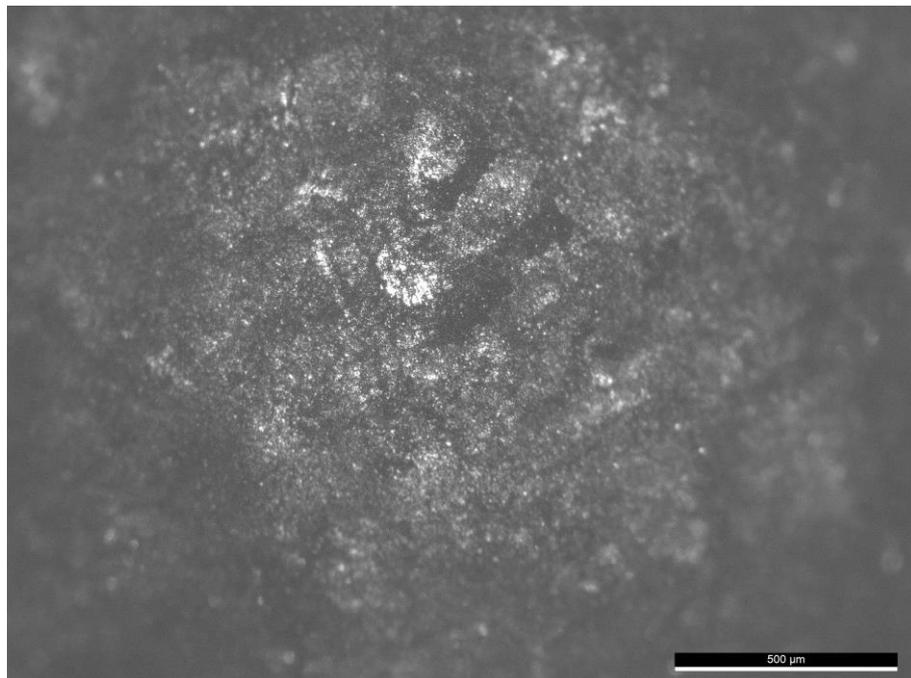


Figura 45 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera de 6 mm processada sem bolas.

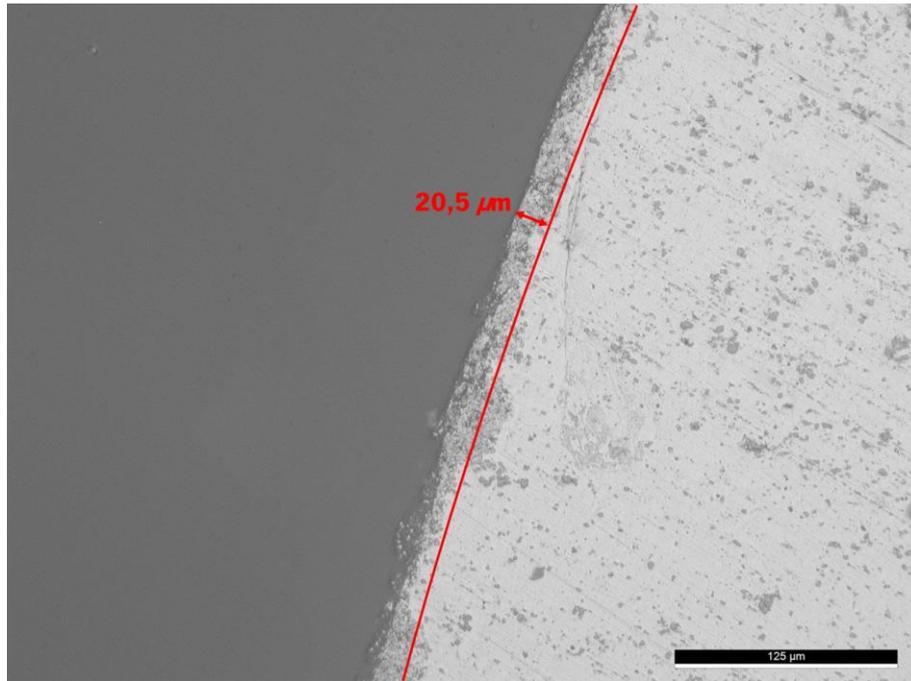


Figura 46 – Micrografia (escala de 125 μm) da secção de uma esfera de 6 mm processada sem bolas.

Através da análise da Figura 45 comprova-se a existência de uma camada muito fina (ainda é possível ver pequenas partes da esfera de alumínio) de partículas cerâmicas na superfície das esferas. Isto é ainda mais perceptível analisando a Figura 46. Nesta, é possível visualizar uma camada bastante fina e uniforme na superfície da esfera². Recorrendo ao *software ImageJ* determinou-se a espessura do revestimento de partículas podendo, esta, chegar aos 20,5 μm .

- Condição “6 mm + bolas”

Nesta segunda condição foi testado o processamento por *ball milling* de esferas de 6 mm com partículas de carboneto de silício com bolas cerâmicas. O produto final e a comparação de uma esfera revestida com uma esfera não revestida podem ser visualizadas na Figura 47.

² De notar que as partículas não se encontram todas na superfície da esfera pois boa parte delas pode ter sido removida/arrastada durante o polimento.

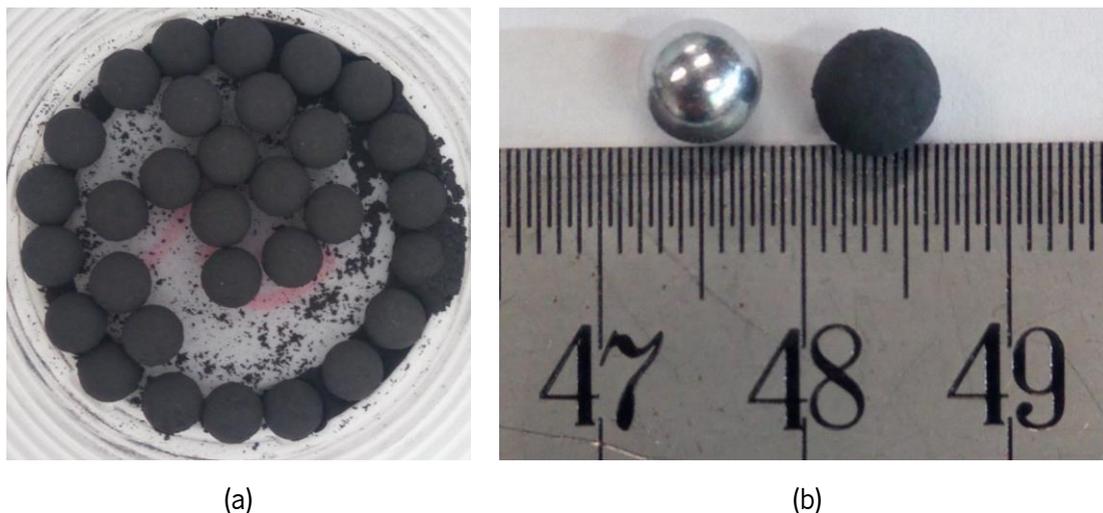


Figura 47 – (a) Esferas de 6 mm processadas com bolas e (b) comparação com esfera não processada.

Pela visualização da Figura 47 (a), verifica-se que as esferas ficaram revestidas. No entanto, nota-se que sobrou uma boa quantidade de partículas cerâmicas o que deixa de ser interessante para a realização deste trabalho. Atendendo à Figura 47 (b), verifica-se um maior revestimento em relação ao da condição anterior devendo-se isto ao facto de terem sido utilizadas as bolas cerâmicas que promovem um maior revestimento.

Utilizando o mesmo procedimento da condição “6 mm sem bolas”, foram analisadas duas esferas no MO. As imagens tiradas neste são apresentadas nas Figura 48 e Figura 49.

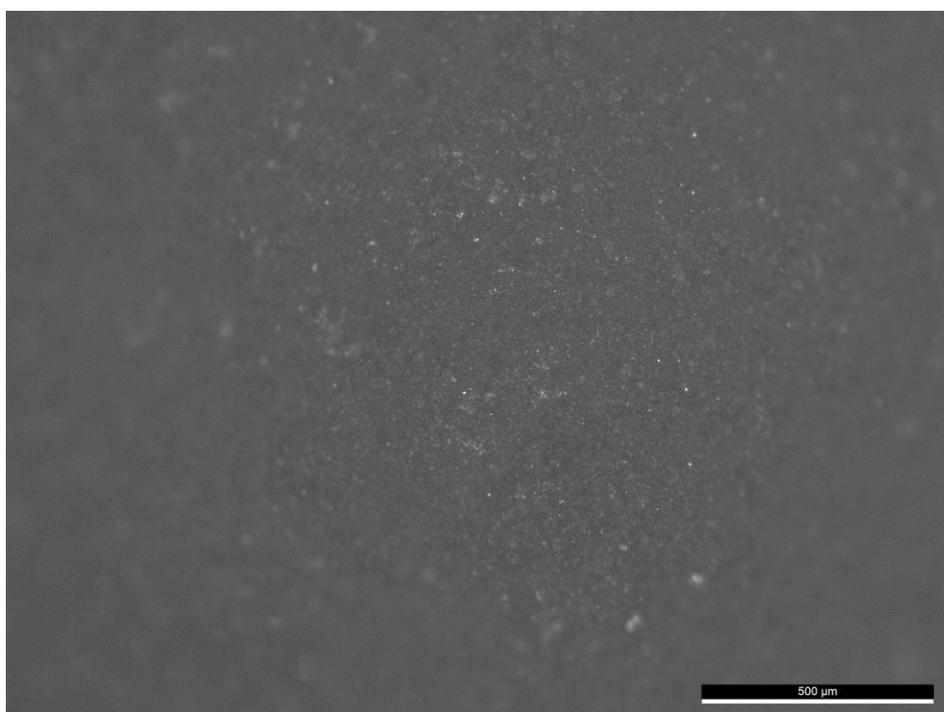


Figura 48 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera de 6 mm processada com bolas.

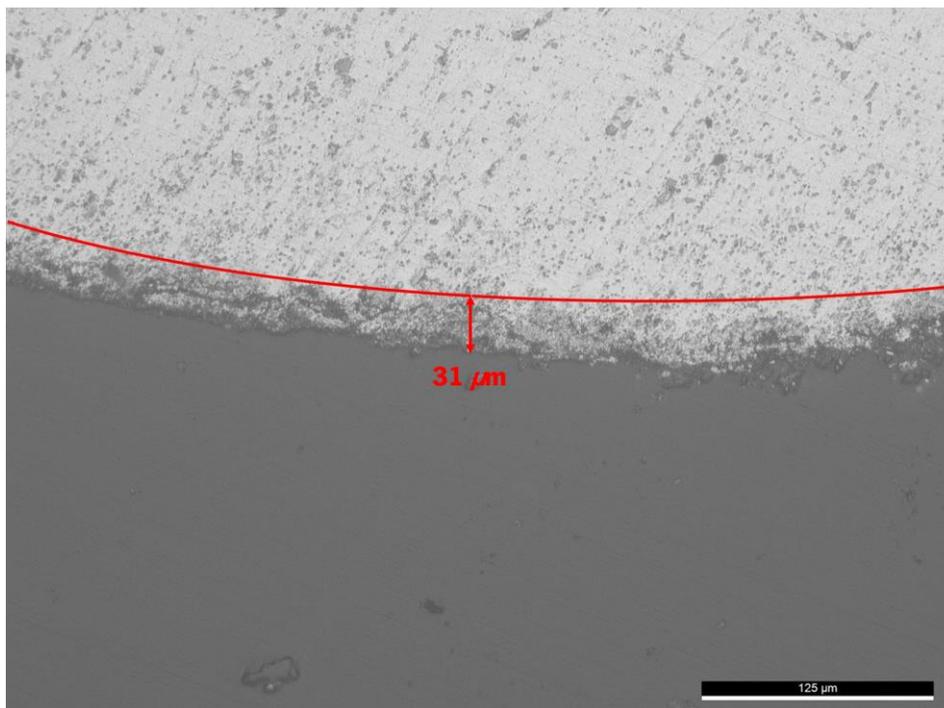


Figura 49 – Micrografia (escala de 125 μm) da secção de uma esfera de 6 mm processada com bolas.

Analisando a Figura 48, verifica-se que a esfera se encontra revestida por uma camada um pouco mais espessa que a esfera da condição anterior (menos zonas brilhantes da esfera de alumínio). Isto comprova-se pela análise da Figura 49 onde se vê claramente uma camada de partículas mais espessa que pode chegar a medir cerca de 31 μm .

Comparando as esferas de 6 mm sem revestimento e as processadas segundo as condições “6 mm sem bolas” e “6 mm + bolas”, sem o auxílio do microscópio ótico, é possível verificar a diferença de revestimento através da visualização da Figura 50.



Figura 50 – Comparação entre esferas de 6 mm não processada (esfera da esquerda) e processadas sem (esfera central) e com bolas (esfera da direita).

Pela análise desta figura percebe-se a diferença de revestimento da condição sem bolas para a condição com bolas ao ser possível visualizar, no caso da primeira condição, um pouco do brilho proveniente da esfera de alumínio. Para além disto, verifica-se que o revestimento da esfera processada com bolas não

é tão uniforme como o da condição sem bolas. A presença das bolas cerâmicas permite, por um lado, aumentar o revestimento de partículas, porém, acaba por deformar as esferas e não permitir a criação de uma camada uniforme sob a superfície destas.

- Condição “3 mm + bolas”

Na terceira condição foi testado o *ball milling* de esferas de 3 mm com partículas de carboneto de silício com bolas cerâmicas. O resultado final e a comparação de uma esfera revestida com uma esfera não revestida podem ser visualizadas na Figura 51.

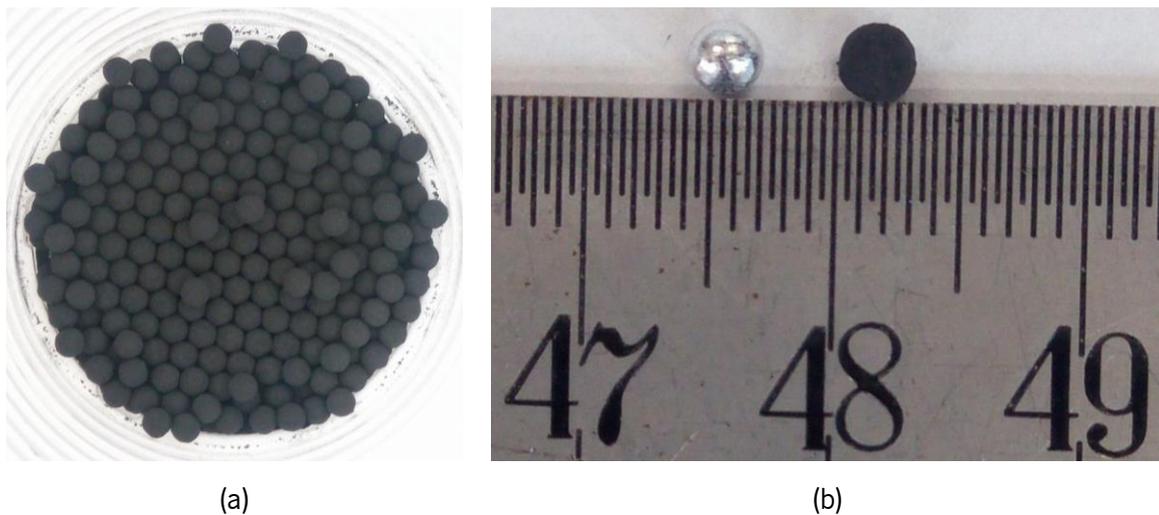


Figura 51 – (a) Esferas de 3 mm processadas com bolas e (b) comparação com esfera não processada.

Pela análise da figura comprova-se que, mais uma vez, as esferas ficaram revestidas de partículas sendo este revestimento, à semelhança da condição anterior, mais espesso que na condição sem bolas cerâmicas. Porém, voltaram a sobrar algumas partículas que não foram agarradas às esferas de alumínio e o revestimento não ficou uniforme sendo isto atribuído à presença das bolas cerâmicas.

Recorrendo novamente ao MO é apresentada, na Figura 52, uma esfera revestida. À semelhança do ocorrido na condição “6 mm + bolas”, estas esferas processadas com bolas cerâmicas também ficaram com uma camada mais espessa de partículas.

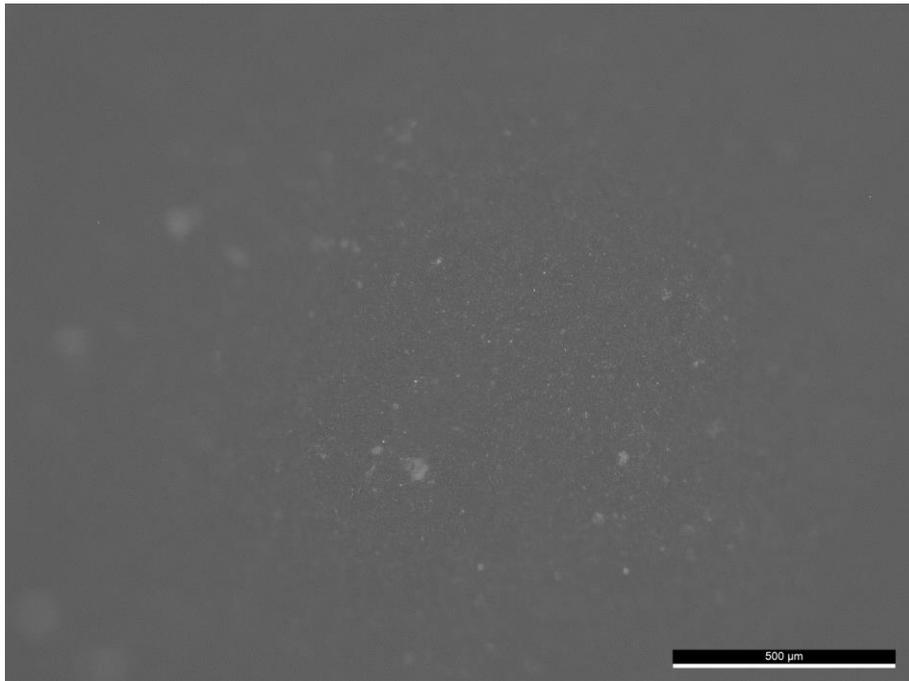


Figura 52 – Micrografia (escala de 500 μm) de uma esfera de 3 mm processada com bolas.

- Condição “1 mm + bolas”

Nesta última condição foi testado o *ball milling* de esferas de 1 mm com partículas de carboneto de silício com bolas cerâmicas. As esferas revestidas e a comparação de uma esfera revestida com uma esfera não revestida são apresentadas na Figura 53.

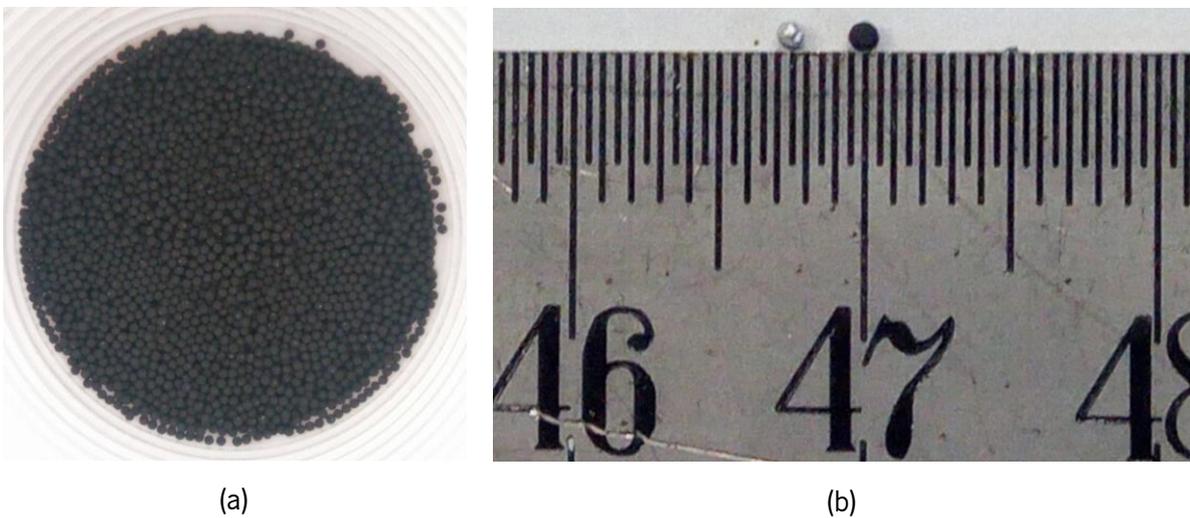


Figura 53 – (a) Esferas de 1 mm processadas com bolas e (b) comparação com esfera não processada.

Pela visualização da Figura 53 é possível verificar a presença de um revestimento considerável sob a superfície das esferas, tal como nas duas condições anteriores. Porém, mais uma vez, sobram partículas em resultado da utilização das bolas cerâmicas.

Na Figura 54 é apresentada uma esfera revestida de 1 mm analisada no microscópio ótico. Nesta é possível observar novamente um bom revestimento da superfície da esfera.

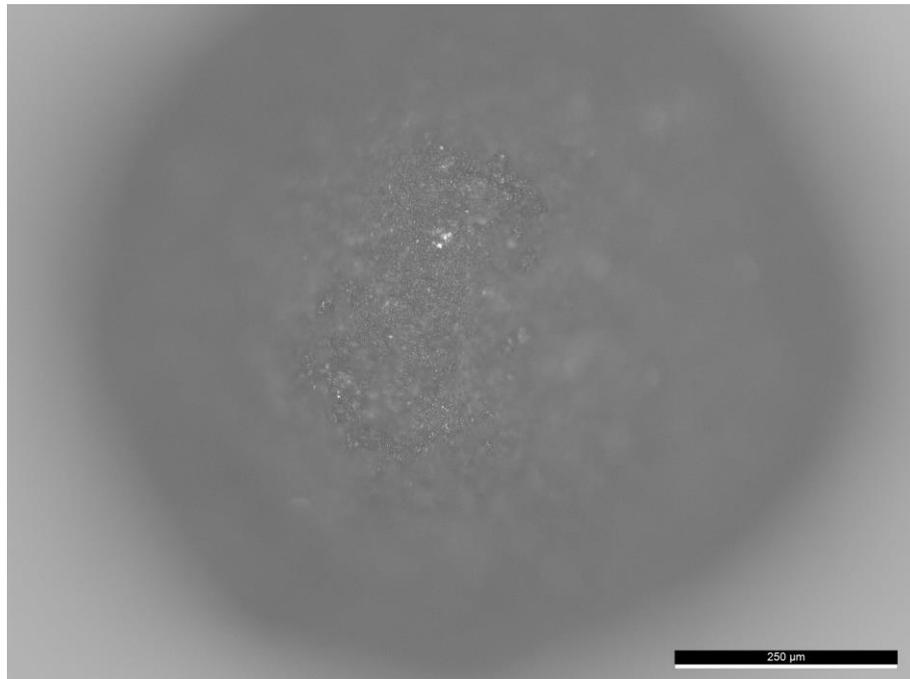


Figura 54 – Micrografia (escala de 250 μm) de uma esfera de 1 mm processada com bolas.

4.1.2 Caracterização das *master alloys*

Após o polimento das amostras das *master alloys*, foram captadas imagens no MO, sendo apresentadas nas Figura 55 e Figura 56 as micrografias das *master alloys* 1 e 2, respetivamente.

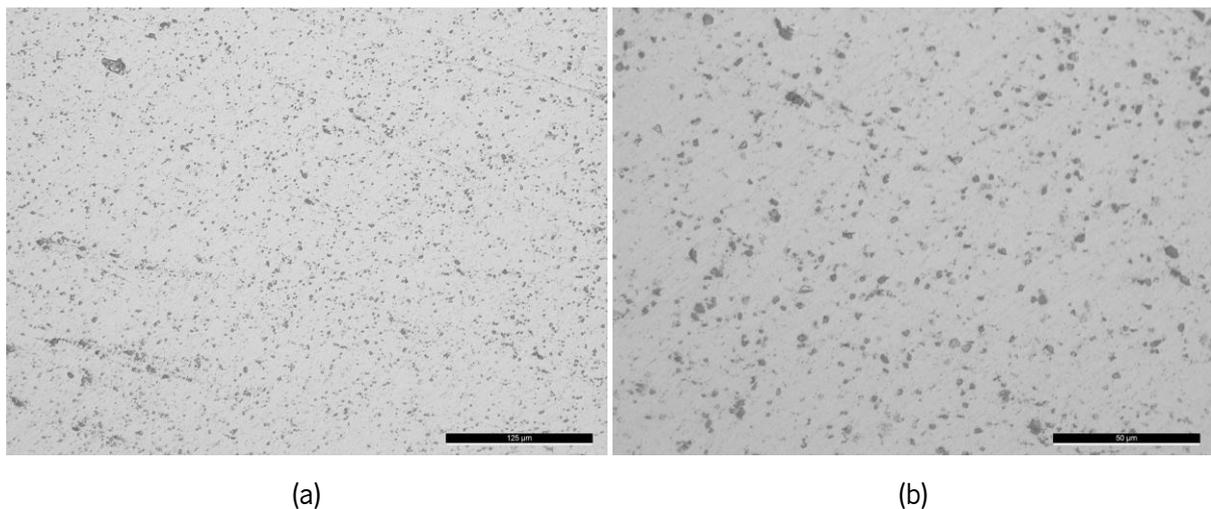
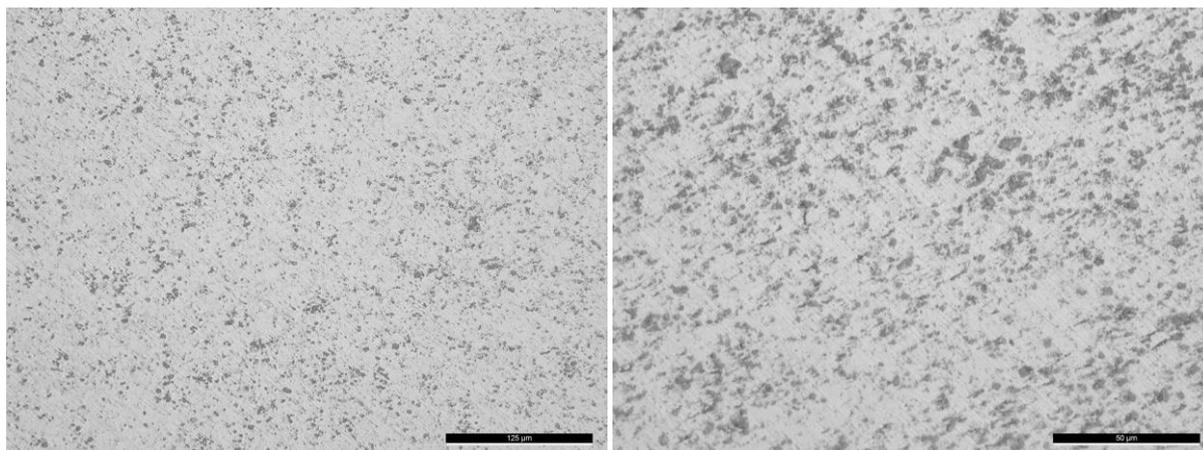


Figura 55 – Micrografias da *master alloy* 1 com escalas de: (a) 125 μm ; (b) 50 μm .



(a)

(b)

Figura 56 – Micrografias da *master alloy 2* com escalas de: (a) 125 μm ; (b) 50 μm .

Pela análise das imagens é possível visualizar as partículas cerâmicas que as *master alloy* apresentam. Ao contrário do que seria expectável, tendo em conta as quantidades de esferas cobertas de partículas adicionadas em ambas as *master alloys*, verifica-se a presença de uma maior quantidade de partículas na imagem da *master alloy 2* em relação à 1. Isto pode-se dever a diversos fatores como, por exemplo, uma maior remoção de partículas durante o polimento da *master alloy 1* ou uma não uniformidade na distribuição das partículas ao longo do(s) tarugo(s) em resultado de uma possível sedimentação.

Para uma melhor análise recorreu-se ao SEM, sendo apresentadas na Figura 57 uma imagem captada no SEM da *master alloy 2* e o EDS³ da zona 1. Pela análise da figura verifica-se a existência de algumas partículas de carboneto de silício sendo, isto, comprovado pelo EDS realizado a uma delas que mostra a presença de carbono e silício e, também, algum alumínio proveniente da matriz.

³ EDS é uma ferramenta de análise analítica que permite a caracterização química de materiais. Este permite uma análise rápida, efetiva e precisa dos elementos presentes na composição de um material.

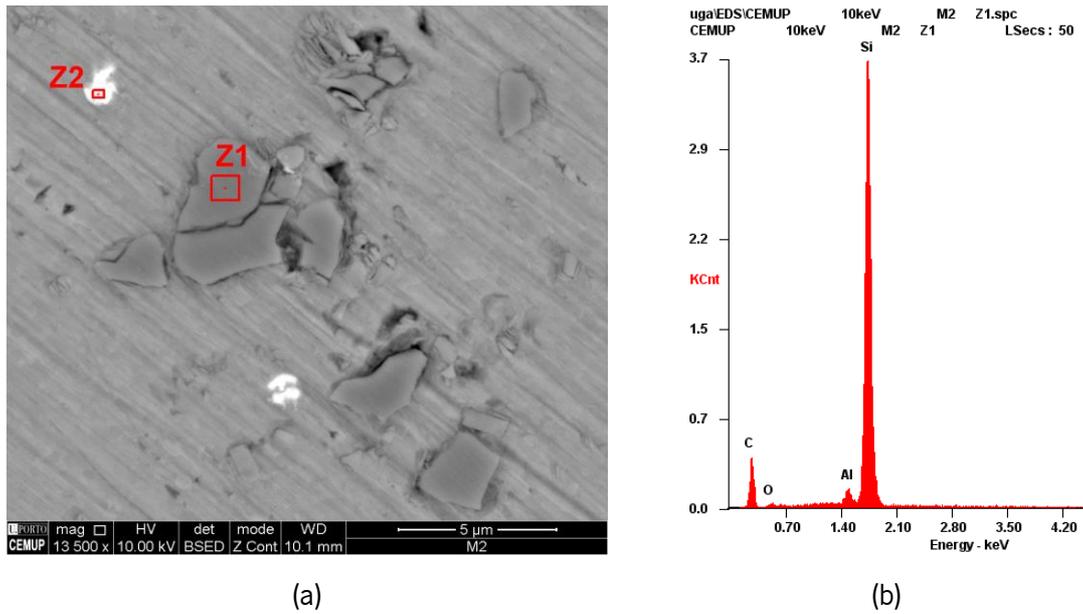


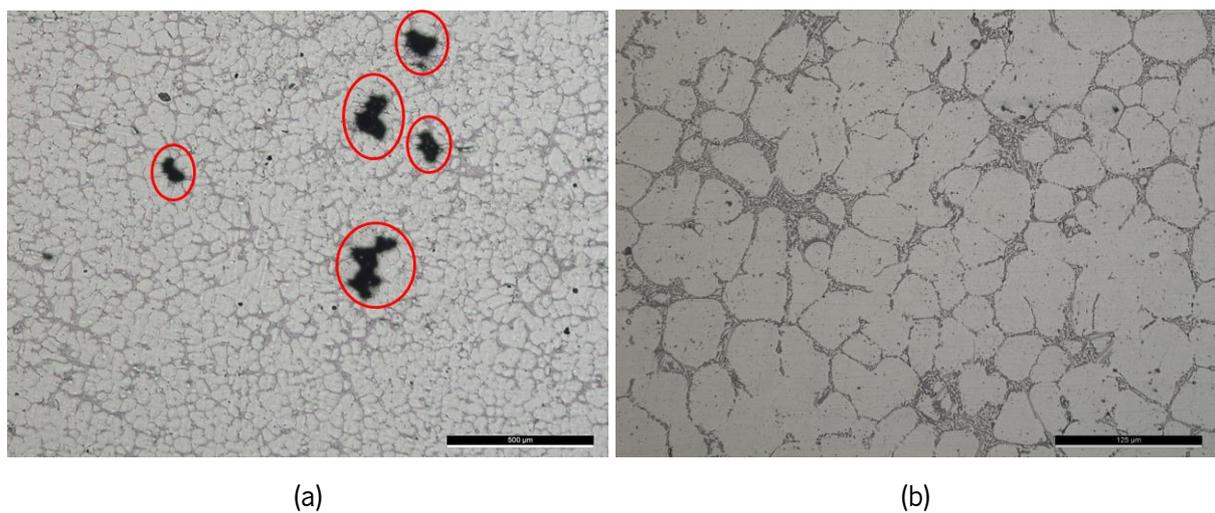
Figura 57 – (a) Caracterização SEM da *Master alloy 2* e (b) EDS da zona 1.

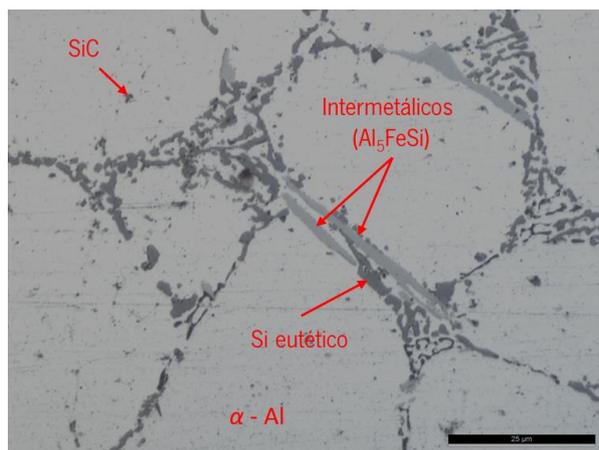
4.2 Caracterização microestrutural dos ensaios realizados

4.2.1 Análise microestrutural

i. Ensaio “A356 + SiC(1/9)”

Após o corte e o polimento das amostras do ensaio “A356 + SiC(1/9)”, recorreu-se ao microscópio ótico para as analisar tendo sido captadas algumas imagens que são apresentadas na Figura 58.





(c)

Figura 58 – Microestruturas do ensaio “A356 + SiC(1/9)” com escalas de: (a) 500 μm ; (b) 125 μm ; (c) 25 μm .

Como se percebe pela análise das microestruturas, verifica-se a presença de partículas cerâmicas que se caracterizam pelos pontos escuros espalhados ao longo da microestrutura. Atendendo, essencialmente, às imagens (b) e (c) da Figura 58 verifica-se também que as partículas se apresentam bem distribuídas ao longo da microestrutura, aspeto bastante positivo tendo em conta que não foi utilizado nenhum meio para dispersar as partículas cerâmicas.

Adicionalmente, o facto de a liga não ter sido tratada (desgaseificada, afinada e modificada) leva a um outro aspeto bastante interessante relacionado com o tamanho de grão. A liga apresenta porosidades (o que era esperado) tal como mostrado na Figura 58 (a), mas apresenta, ao contrário do que seria expectável, algum grau de afinção. Este pode dever-se à adição das partículas cerâmicas que promoveram um mecanismo de afinção semelhante ao da afinção química com ligas-mãe, explicado na secção 2.1.2.

ii. Ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”

Algumas das imagens captadas no microscópio ótico da liga com adição de partículas SiC tratada por ultrassons são apresentadas na Figura 59.

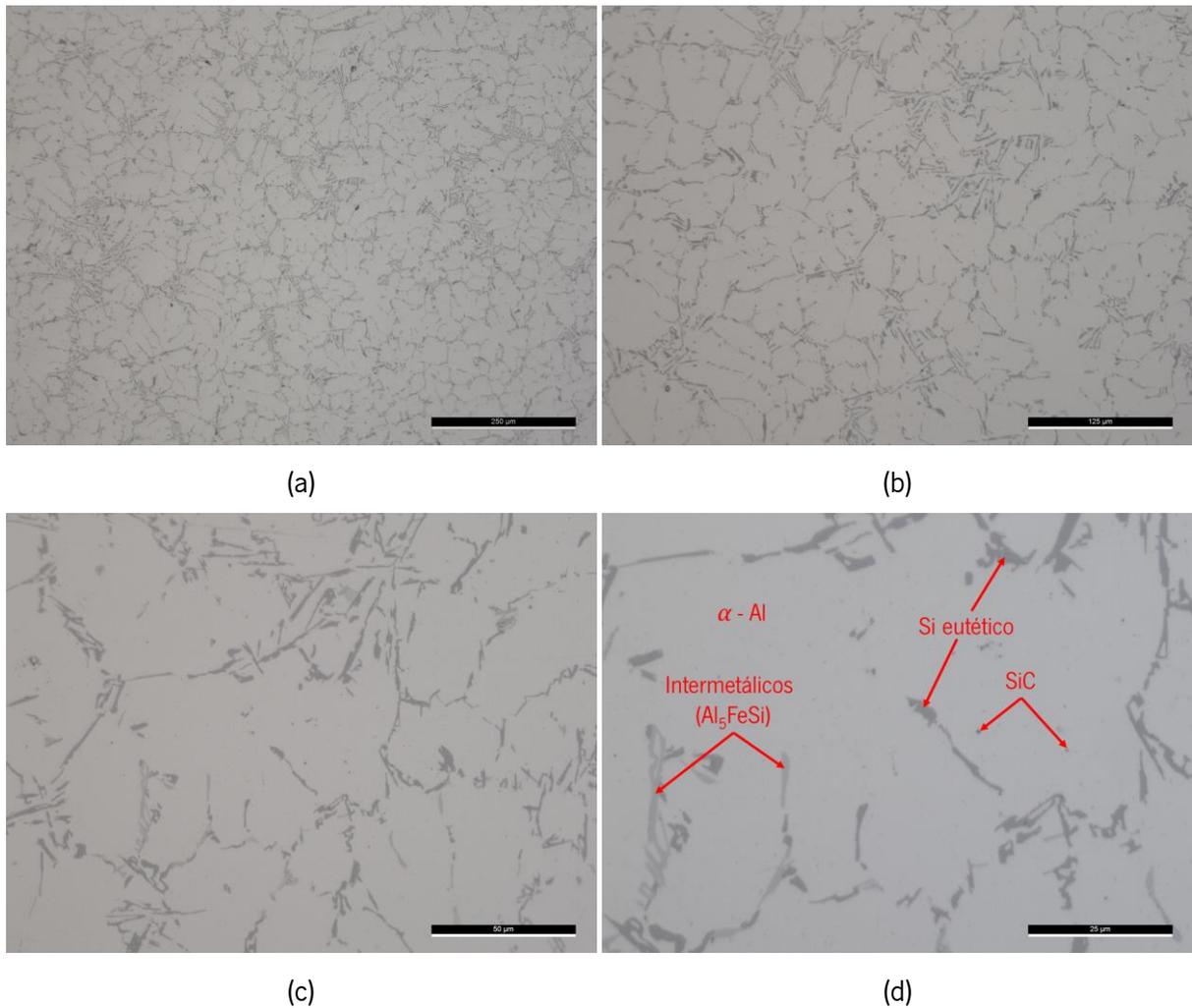


Figura 59 – Microestruturas do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” com escalas de: (a) 250 μm ; (b) 125 μm ; (c) 50 μm ; (d) 25 μm .

Como se pode visualizar nesta figura, não é tão perceptível a presença de partículas cerâmicas na microestrutura. A isto deve-se, essencialmente, o menor rácio de partículas por volume de liga fundida. No entanto, ainda é possível visualizar alguns pontos escuros associados a partículas cerâmicas. Para facilitar a distinção destas partículas SiC foi captada uma imagem com efeito polarizador, apresentada na Figura 60.

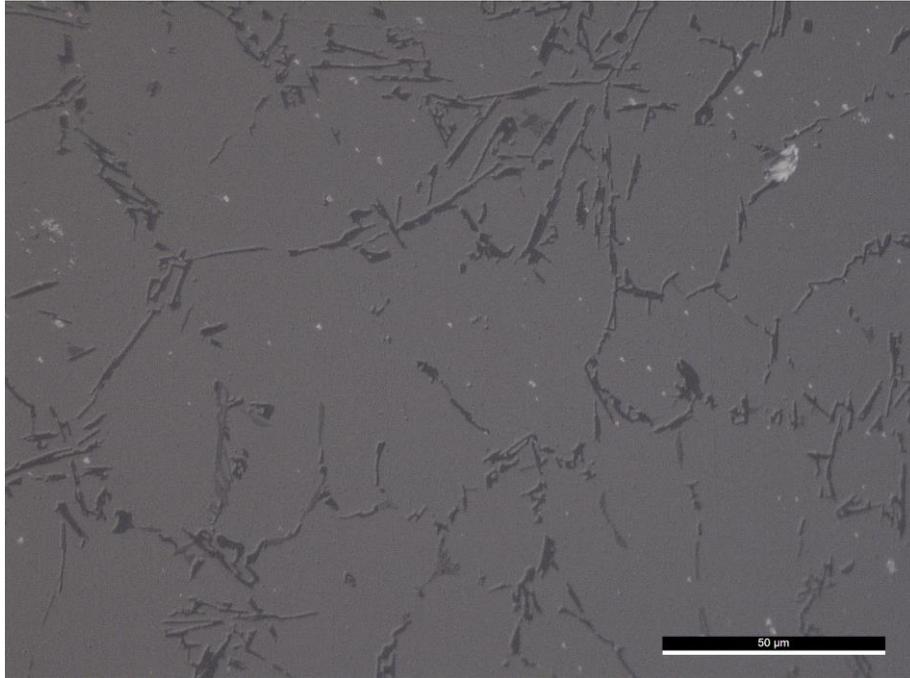
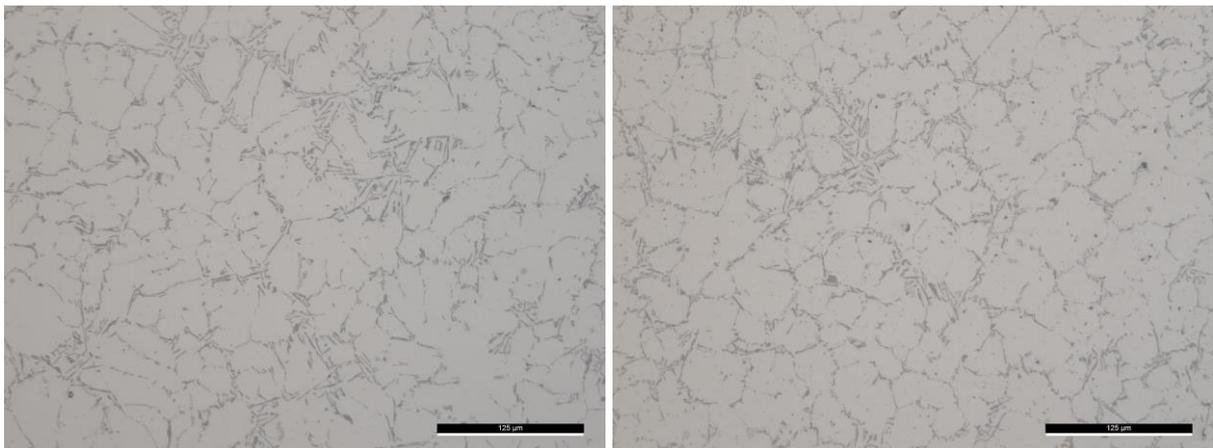


Figura 60 – Microestrutura (escala de 50 μm) do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” com polarização.

Como se pode ver, as partículas cerâmicas, com o efeito polarizador, destacam-se da restante microestrutura ao se tornarem brilhantes. Assim, consegue-se comprovar a sua presença e a sua distribuição ao longo da microestrutura, não sendo visível nenhum aglomerado de partículas.

Por sua vez, é imprescindível comparar as microestruturas de cada amostra retirada do provete por forma a perceber a evolução da quantidade de partículas e a sua dispersão ao longo da altura do provete. Assim, seguem apresentadas na Figura 61 as microestruturas das quatro amostras.



(a)

(b)

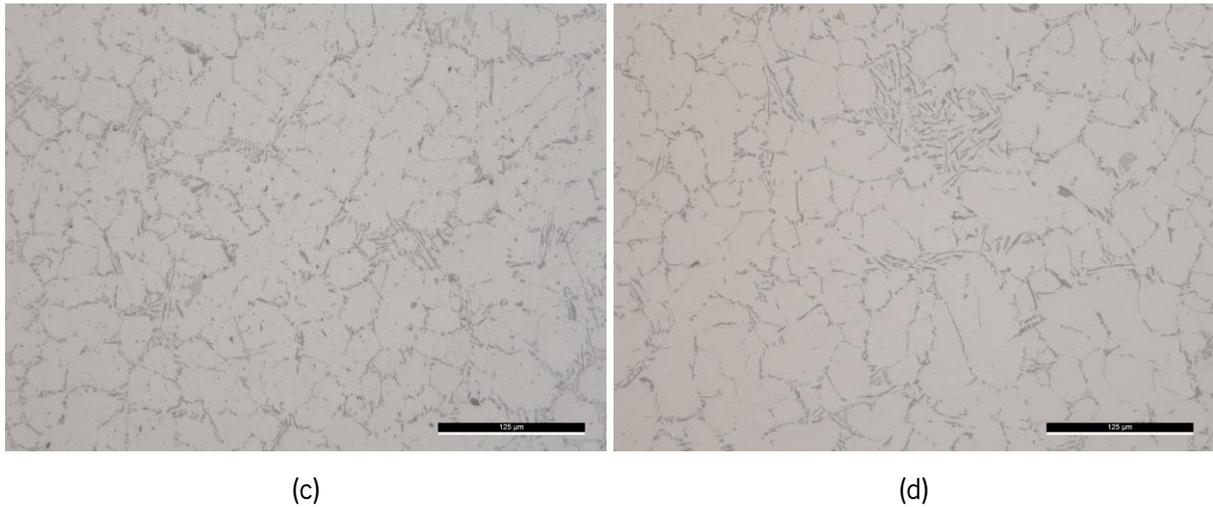
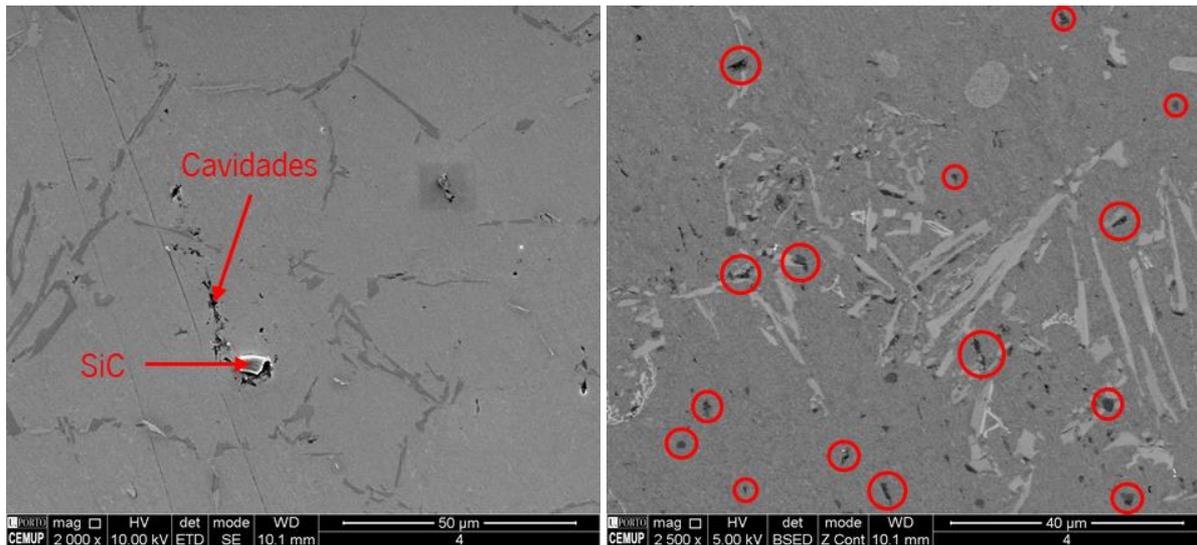


Figura 61 – Microestruturas do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” (escala de 125 μm) das amostras: (a) A1; (b) A2; (c) A3; (d) A4.

Pela análise desta figura, percebe-se que não existe uma grande diferença em termos de quantidades de partículas. Apesar desta diferença ser pouca, nota-se a presença de menos partículas na amostra recolhida do topo do provete (A4).

O facto de as amostras inferiores do provete terem, através da análise das microestruturas, mais partículas cerâmicas, poderá ser resultado da sedimentação das partículas. Esta poderá ter-se iniciado logo após o término da aplicação de ultrassons para dispersão das partículas. Apesar do vazamento ser feito logo após esta dispersão, é necessário sempre algum tempo para preparar o vazamento, nomeadamente para retirar o radiador acústico do banho e fechar a garrafa do argon usado para criar a atmosfera protetora. Para além disto, o vazamento foi efetuado com uma colher de vazamento podendo este ser outro local para a ocorrência de sedimentação.

Após realizada a análise recorrendo ao microscópio ótico, as mesmas foram analisadas com recurso ao SEM. Com este foi possível visualizar com maior clareza as partículas cerâmicas presentes na microestrutura. Adicionalmente, foram realizados EDS tanto às partículas cerâmicas como à matriz de alumínio, ao silício eutético e aos intermetálicos. Duas imagens captadas no SEM da microestrutura da liga com partículas podem ser visualizadas na Figura 62.

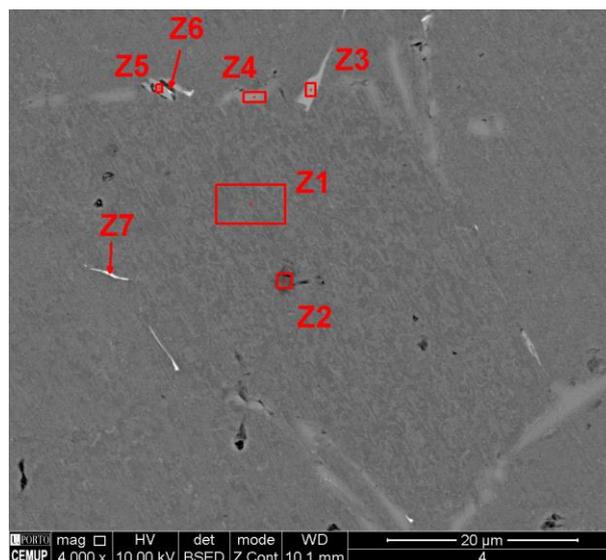


(a) (b)

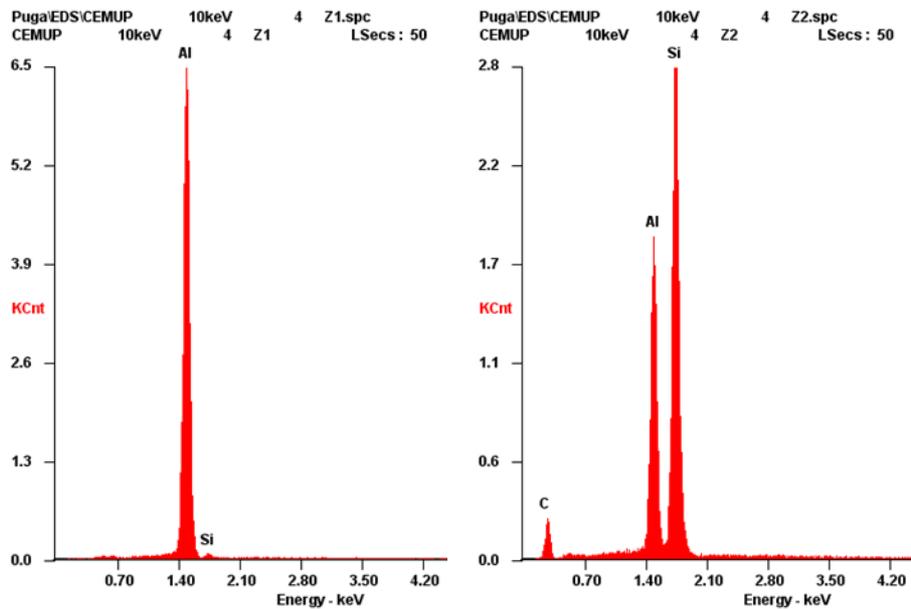
Figura 62 – Microestruturas SEM do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”.

Pela análise da Figura 62 verifica-se a clara presença de partículas de SiC, principalmente na imagem (a) onde é possível visualizar uma partícula. Para além desta partícula é possível visualizar umas cavidades perto desta que parecem ser resultado de um arrastamento da partícula provocado, possivelmente, pelo polimento das amostras. No caso da imagem (b), não é possível visualizar com clareza a presença de partículas cerâmicas, no entanto, parece haver muitas crateras que podem ser associadas às partículas. A razão pela qual não seja possível visualizar as partículas, mas sim as crateras onde estas estariam inicialmente, pode ser resultado do descrito acima.

Na Figura 63 é apresentada outra imagem captada no SEM e os EDS das zonas 1 e 2.



(a)



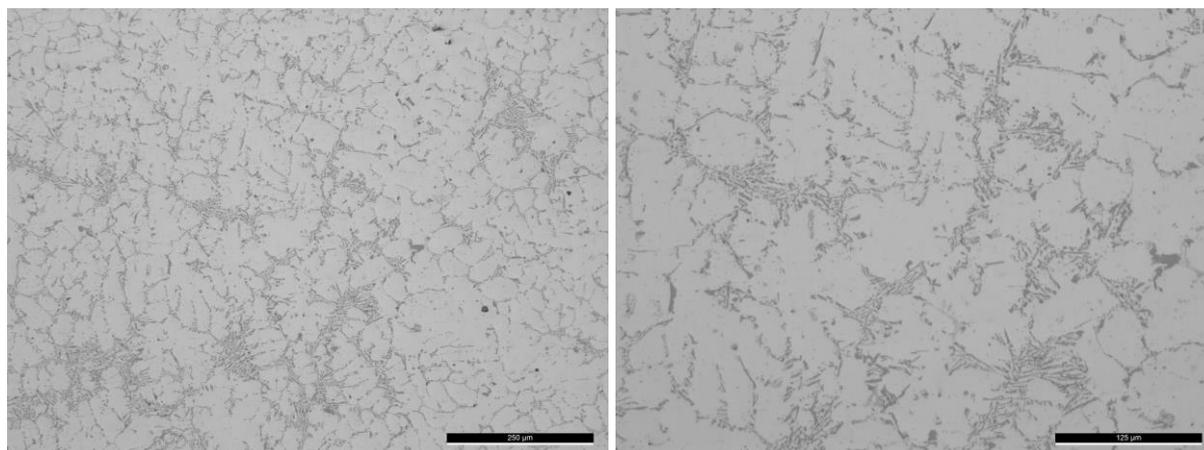
(b)

Figura 63 – (a) Microestrutura SEM do ensaio 2 e (b) EDS das zonas 1 e 2.

Como se pode observar na Figura 63 (a) verifica-se que a zona 1 corresponde à matriz metálica o que é comprovado pelo respetivo EDS que mostra a presença de, praticamente, apenas alumínio. Por sua vez, também foi possível verificar a presença das partículas cerâmicas ao realizar o EDS da zona 2 onde se vê a presença de carbono e silício que constituem a partícula de carboneto de silício e alumínio proveniente da matriz que circunda a partícula.

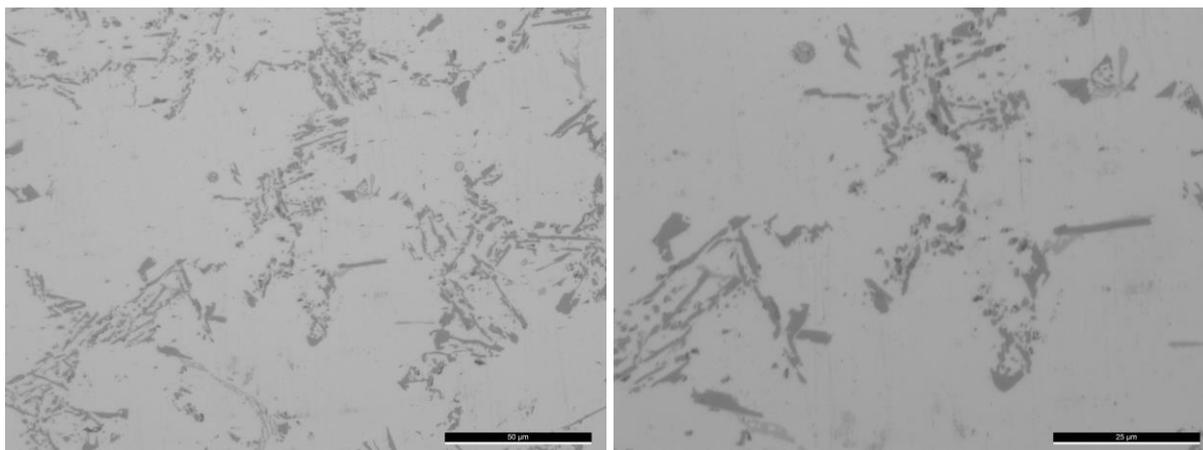
iii. Ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon”

Nas Figura 64 e Figura 65 são apresentadas as imagens captadas no MO das amostras dos ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon”, correspondentes aos ensaios da liga sem adição de partículas SiC.



(a)

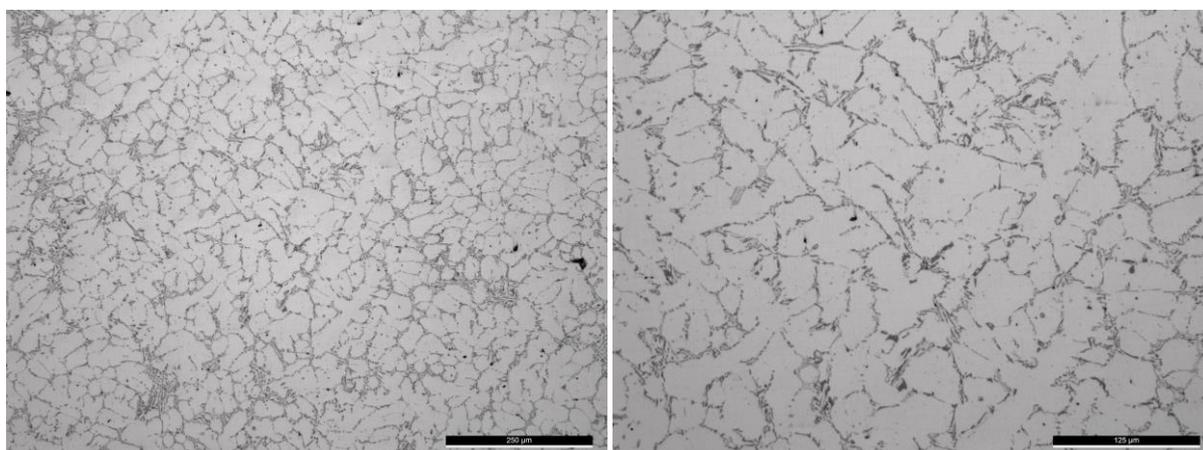
(b)



(c)

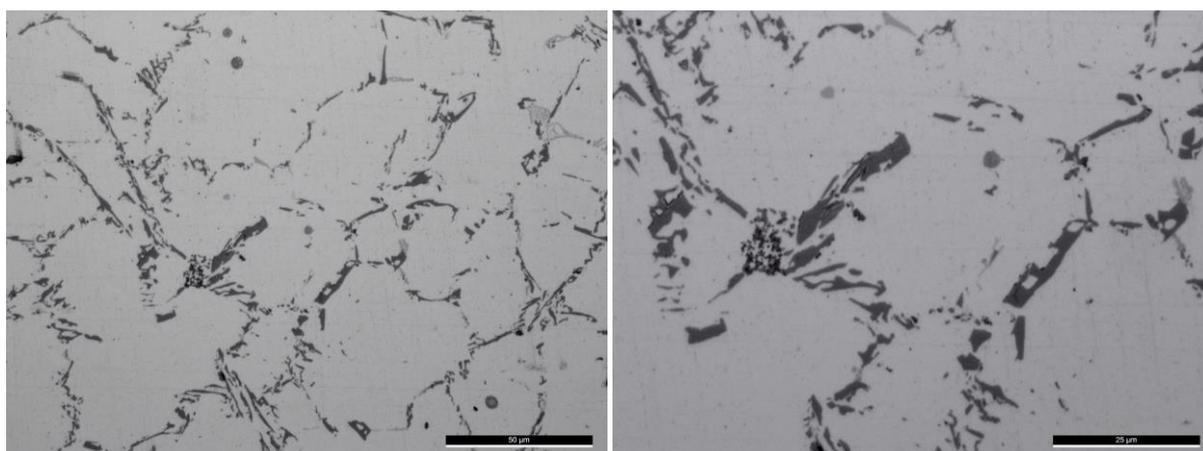
(d)

Figura 64 – Microestruturas do ensaio “A356 + US” com escalas de: (a) 250 μm ; (b) 125 μm ; (c) 50 μm ; (d) 25 μm .



(a)

(b)



(c)

(d)

Figura 65 – Microestruturas do ensaio “A356 + Árgon” com escalas de: (a) 250 μm ; (b) 125 μm ; (c) 50 μm ; (d) 25 μm .

Como se pode perceber pela análise das figuras, não é perceptível a presença de partículas cerâmicas nas microestruturas dos dois ensaios. No entanto, é possível verificar que as microestruturas do último

ensaio apresentam o silício eutético um pouco mais grosseiro e lamelar que as do ensaio “A356 + US”. Isto pode dever-se ao facto de não ter sido efetuada afinação no ensaio “A356 + Árgon” apesar de ainda ser possível visualizar algum silício eutético lamelar no ensaio “A356 + US”.

4.2.2 Tamanho de grão

Tal como mencionado anteriormente, algumas amostras dos três últimos ensaios foram atacadas quimicamente para revelar o grão para, posteriormente, se proceder à medição do tamanho de grão. As microestruturas captadas no MO das amostras atacadas são apresentadas na Figura 66.

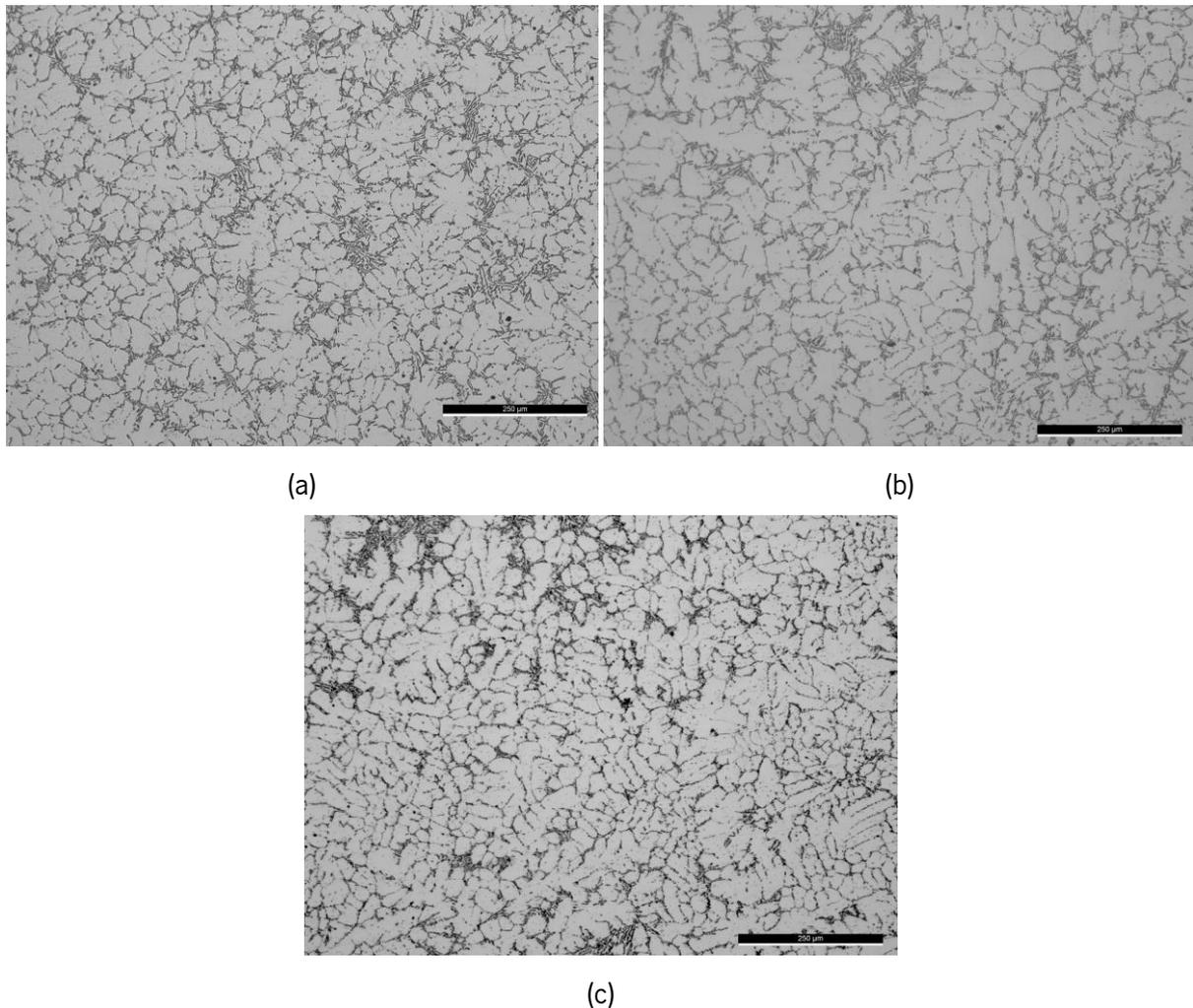


Figura 66 – Microestruturas atacadas quimicamente (escala de 250 μm) dos ensaios: (a) “A356 + SiC(1/49) + US”; (b) “A356 + US”; (c) “A356 + Árgon”.

Tendo por base estas imagens, procedeu-se à medição do tamanho de grão e da circularidade, sendo apresentados os resultados na Figura 67.

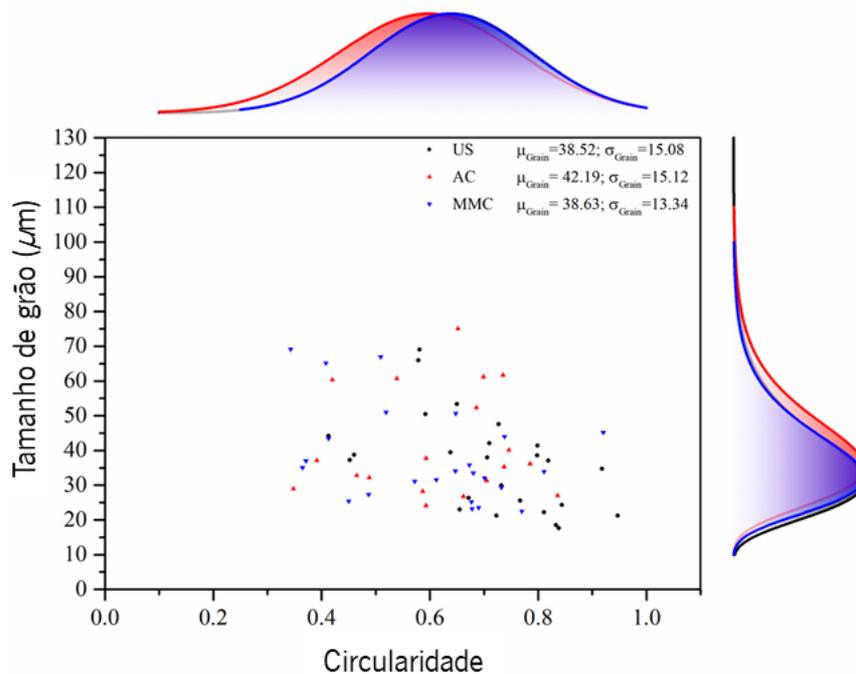


Figura 67 – Circularidade e tamanho de grão dos três últimos ensaios.

Tal como esperado, o ensaio que apresenta maior tamanho de grão é o último (média de 42,19 μm), ou seja, o da liga desgaseificada por árgon, designada na Figura 67 por “AC”. O facto de a liga não ter sido afinada tal como aconteceu com os outros ensaios onde foi utilizado o sistema de ultrassons para a desgaseificação e afinação de grão pode ter contribuído em grande parte para este efeito.

Em relação aos outros dois ensaios, os resultados são muito semelhantes. No ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”, designado na figura por “MMC”, foi obtido um tamanho médio de grão de 38,63 μm e no ensaio “A356 + US” de 38,52 μm .

No que diz respeito à circularidade, os resultados também são muito semelhantes entre os ensaios “A356 + SiC(1/49) + US” e “A356 + US”, porém há uma diferença notória para o ensaio “A356 + Árgon”. Neste último, os grãos apresentam uma circularidade menor. O motivo para estes resultados é o mesmo apresentado para as diferenças no tamanho de grão, ou seja, o facto de não se ter procedido à afinação de grão. Isto leva a que a liga apresente não só uma microestrutura mais grosseira como também dendrítica ao invés de uma microestrutura mais globular encontrada nos ensaios “A356 + SiC(1/49) + US” e “A356 + US”.

4.3 Caracterização mecânica dos fundidos

4.3.1 Dureza

Com a realização dos ensaios de dureza foi possível retirar os valores de dureza das várias indentações realizadas em cada amostra.

No que diz respeito ao ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”, foram calculados os valores médios de dureza de cada uma das amostras para analisar a sua variação ao longo do provete. Assim, na Tabela 9 são apresentados os valores de dureza registados em cada indentação e a média por amostra.

Tabela 9 – Valores de dureza registados em cada indentação das amostras do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”.

| Indentação | A1 (HV) | A2 (HV) | A3 (HV) | A4 (HV) |
|----------------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| 1 | 68,7 | 72,5 | 65,9 | 67,5 |
| 2 | 70,7 | 69,5 | 70,1 | 67,6 |
| 3 | 68,0 | 67,9 | 69,5 | 67,7 |
| 4 | 73,0 | 68,3 | 68,9 | 66,5 |
| 5 | 70,5 | 65,8 | 68,9 | 70,1 |
| Média | 70,2 | 68,8 | 68,7 | 67,9 |
| Desvio padrão | 1,95 | 2,46 | 1,62 | 1,33 |

Para uma análise comparativa entre as amostras apresentam-se os valores médios sob a forma de um gráfico de barras na Figura 68.

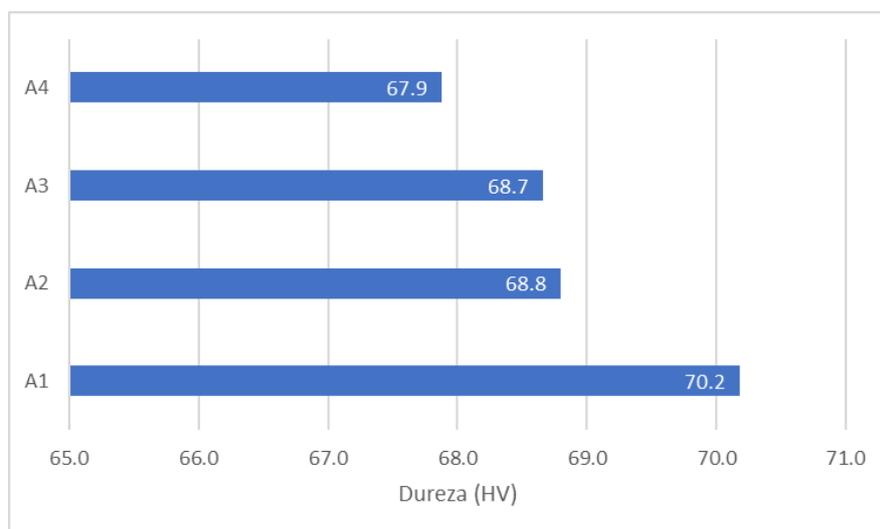


Figura 68 – Durezas registadas ao longo do provete do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”.

Pela análise da figura é perceptível a diminuição da dureza ao longo da altura do provete. Esta diminuição, ainda que diminuta, pode ser indicio de alguma variação na quantidade de partículas ao longo do provete.

Anteriormente, pela análise das microestruturas deste ensaio, verificou-se que a amostra do topo do provete parece ser aquela com menor quantidade de partículas cerâmicas. Por sua vez, estando a dureza associada a diversos fatores como o tamanho de grão ou, tratando-se de um material compósito, da quantidade de partículas cerâmicas adicionadas, poder-se-á pressupor que a menor dureza está relacionada com uma menor quantidade de partículas. Assim, conjugando os resultados dos ensaios de dureza com as microestruturas, verifica-se que a amostra do topo do provete poderá ser a que apresenta menor quantidade de partículas.

Posteriormente, também pela análise das microestruturas, verificou-se a presença de mais partículas nas três amostras inferiores do provete. De facto, também os resultados da dureza indicam a presença de mais partículas à medida que se vai do topo para o fundo do provete. Apesar da diferença diminuta entre as amostras A2 e A3, existe uma grande variação de dureza para a amostra A1. Isto não vai totalmente de encontro com os resultados da microestrutura, onde não é perceptível uma diferença tão significativa na quantidade de partículas, porém, pode ser proveniente da existência de valores de dureza em determinadas indentações bastante superiores aos restantes (na Tabela 9 verifica-se a presença de uma indentação na amostra A1 com 73 HV além de 2 indentações com valores de 70,5 e 70,7 HV) que fazem subir a média.

Este aumento de dureza do topo para o fundo do provete pode ser resultado, tal como dito anteriormente na análise das microestruturas, da sedimentação das partículas no forno, na colher de vazamento ou mesmo na moldação metálica, sendo esta última menos provável dada a elevada velocidade de arrefecimento do metal.

Após a determinação da dureza nas amostras do ensaio "A356 + SiC(1/49) + US", procedeu-se à realização dos ensaios de dureza nas amostras dos ensaios "A356 + US" e "A356 + Árgon". Os valores de dureza registados em cada indentação das duas amostras e os respetivos valores médios são apresentados na Tabela 10.

Tabela 10 - Valores de dureza registados em cada indentação das amostras dos ensaios “A356 + US” e “A356 + Árgon”.

| Indentação | US2 (HV) | AC2 (HV) |
|----------------------|-----------------|-----------------|
| 1 | 69,8 | 67,1 |
| 2 | 67,0 | 67,7 |
| 3 | 64,5 | 65,1 |
| 4 | 69,0 | 66,2 |
| 5 | 68,6 | 65,4 |
| Média | 67,8 | 66,3 |
| Desvio padrão | 2,1 | 1,1 |

Determinadas as durezas nestas duas amostras, foi também calculado o valor médio de dureza do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” (média das quatro amostras) sendo apresentados os valores de dureza dos três ensaios na Figura 69.

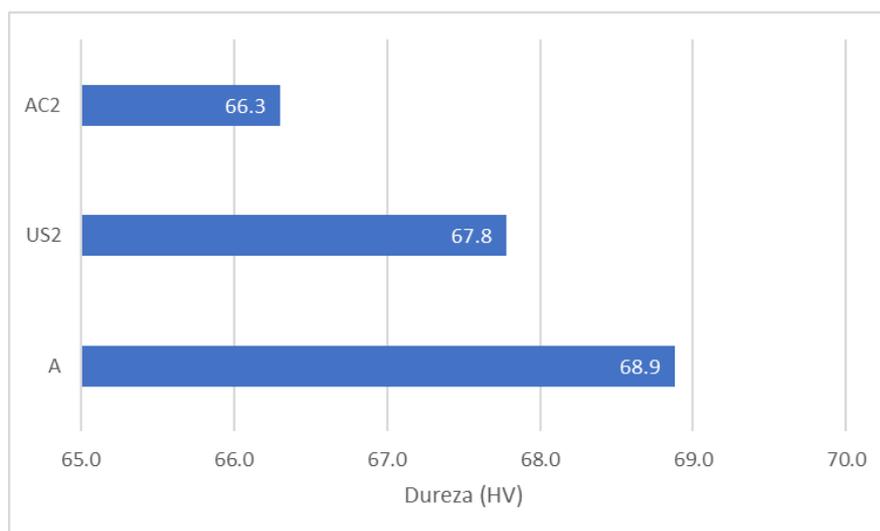


Figura 69 – Durezas médias registadas nas amostras dos três ensaios.

Analisando a figura percebe-se, tal como esperado, que a dureza é mais baixa no ensaio “A356 + Árgon” (AC2) e mais alta no ensaio “A356 + SiC(1/49) + US” (A). No caso do ensaio “A356 + Árgon”, a dureza mais baixa advém sobretudo da ausência de tratamento do banho de alumínio, à exceção da desgaseificação. Em resultado disso, e tal como visto anteriormente, este ensaio é o que apresenta o grão mais grosseiro o que leva, por sua vez, a uma diminuição das propriedades mecânicas da liga.

Quanto ao ensaio “A356 +US” (US2), este apresenta dureza ligeiramente superior em resultado da maior afinação do grão.

No que diz respeito ao ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”, a adição das partículas cerâmicas levou a novo aumento da dureza, tendo este aumento sido ligeiramente inferior ao registado do ensaio “A356 + Árgon” para o “A356 + US”. A isto deve-se o facto de terem sido adicionadas poucas partículas cerâmicas ao banho de alumínio levando a que as melhorias na dureza não sejam muito significativas.

4.3.2 Ensaio de tração

Após o tratamento térmico e maquinagem dos provetes, estes foram tracionados para obter as propriedades mecânicas. As curvas tensão-deformação obtidas são apresentadas na Figura 70.

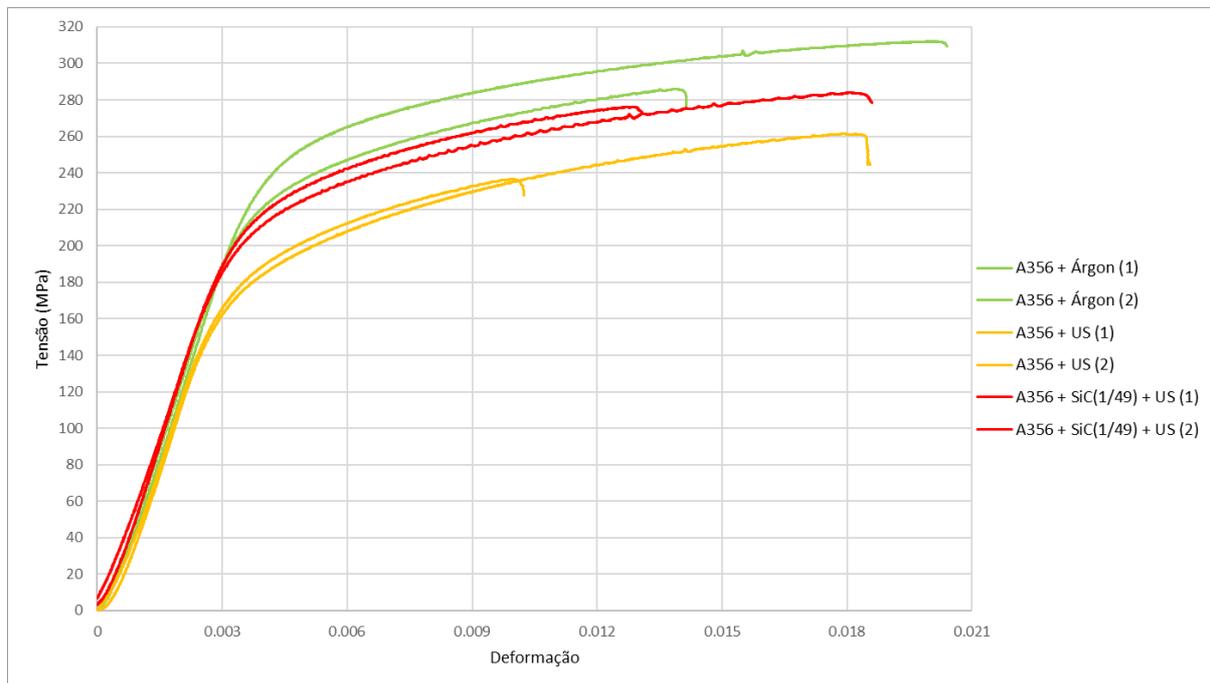


Figura 70 – Curvas tensão-deformação dos ensaios realizados.

Por sua vez, os valores médios (dos dois provetes tracionados de cada ensaio) das tensões de cedência e de rutura são apresentados na Tabela 11.

Tabela 11 – Tensões de cedência e de rutura dos ensaios realizados.

| Ensaio | Tensão de cedência (MPa) | | Tensão de rutura (MPa) | |
|------------------------------|--------------------------|---------------|------------------------|---------------|
| | Média | Desvio padrão | Média | Desvio padrão |
| A356 + SiC(1/49) + US | 227 | 5,7 | 280 | 5,5 |
| A356 + US | 198 | 4,0 | 249 | 17,5 |
| A356 + Árgon | 252 | 14,7 | 299 | 19,0 |

Pelo que se pode perceber, verificam-se algumas diferenças entre os três ensaios.

O ensaio “A356 + US” foi aquele onde se obteve as piores propriedades mecânicas. No entanto, tratando-se de uma liga Al-Si que foi tratada por ultrassons apresenta, por si só, boas propriedades.

Por sua vez, a introdução das partículas resultou, de facto, num aumento das propriedades mecânicas, mesmo tendo, a sua adição, sido bastante reduzida. No entanto, esta adição levou a um aumento da tensão de cedência e de rutura em cerca de 14,6 % e 12,4 %, respetivamente, em relação ao ensaio “A356 + US”. De facto, também Behnamfard, et al. (2019), nos seus estudos, obtiveram melhores resultados com a adição de partículas SiC pré-processadas por *ball milling* ao invés da adição das partículas sem processamento (neste caso obtiveram piores propriedades em relação à liga sem qualquer adição). Porém, no caso destes, o pré-processamento foi efetuado com pós de alumínio e nanopartículas ao invés de esferas e de micropartículas. Ainda assim, os mesmos conseguiram melhorar a tensão de cedência e de rutura em cerca de 6,7 % e 7,9 %, respetivamente.

De todos eles, o ensaio “A356 + Árgon” foi o que obteve melhores resultados em termos de tensões de cedência e rutura. No entanto, não seria expectável que este fosse o fundido com melhores propriedades mecânicas uma vez que se tratou do ensaio onde o banho de alumínio foi, apenas, degaseificado. Além do mais, a dureza foi inferior às dos restantes ensaios e, segundo a medição do tamanho de grão, este é o que apresenta grão de maiores dimensões o que, supostamente, deveria provocar uma diminuição das propriedades mecânicas.

O facto de a dureza ter sido inferior à dos restantes ensaios e as tensões de cedência e de rutura superiores, pode indicar o tratamento térmico como o principal motivo para a ocorrência deste efeito, uma vez que a medição da dureza foi realizada antes deste e os ensaios mecânicos após. Rahmat, Baharin, & Khangaonkar (1995), Geetha & Ganesan (2015) e Song & Baker (1994) estudaram a influência do tratamento térmico (principalmente o envelhecimento) nas propriedades mecânicas de compósitos de alumínio. Nestes estudos, ambos concluíram que a adição de partículas pode antecipar o pico de dureza ao acelerar a cinética de precipitação. Tendo isto em conta, percebe-se que, ao se proceder ao envelhecimento artificial sempre da mesma forma (mesmo tempo) pode-se estar a sobre-envelhecer a liga com adição de partículas e, com isso, a provocar uma diminuição das propriedades mecânicas. Em consequência disto, o mesmo poderá ter ocorrido com a liga tratada por ultrassons.

4.3.3 Ensaio de DMA

Realizadas as diferentes condições de tratamento térmico nas amostras do DMA, estas foram todas testadas no equipamento de DMA estando os resultados apresentados nas Figura 71 e Figura 72.

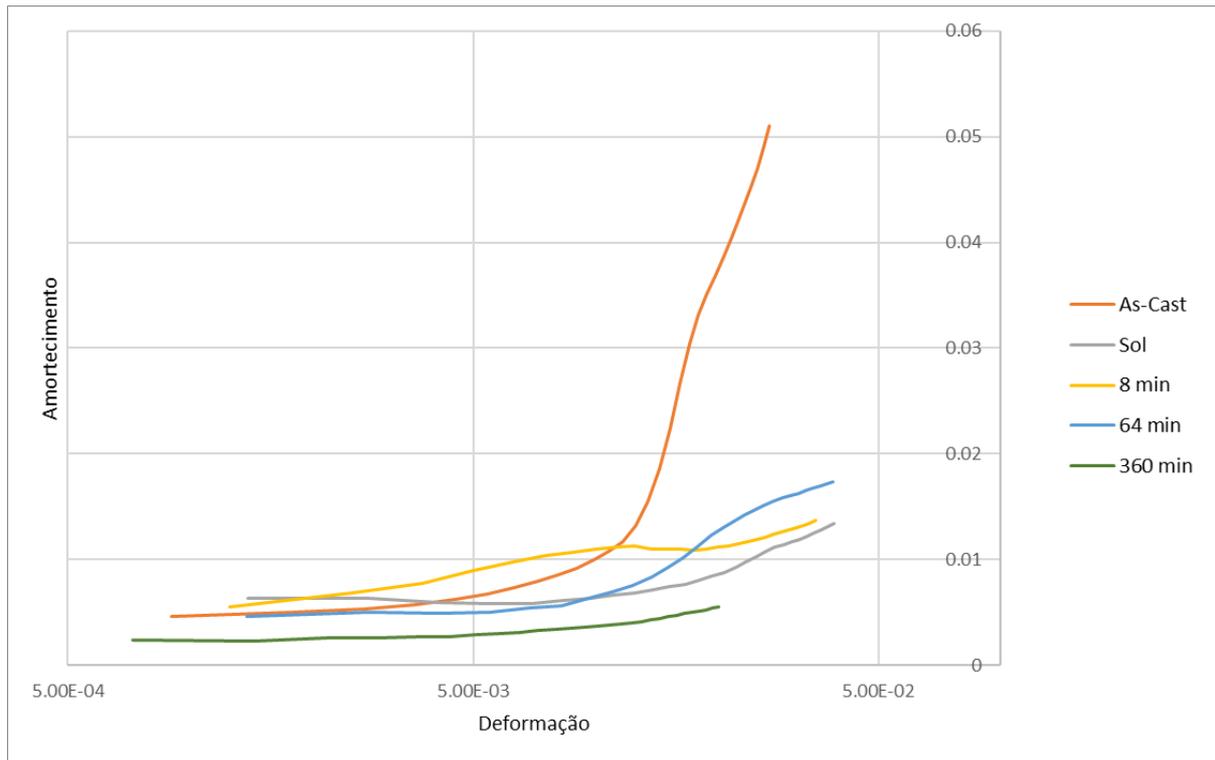


Figura 71 – Curvas de amortecimento para as várias condições de tratamento térmico do ensaio “A356 + SiC(1/49) + US”.

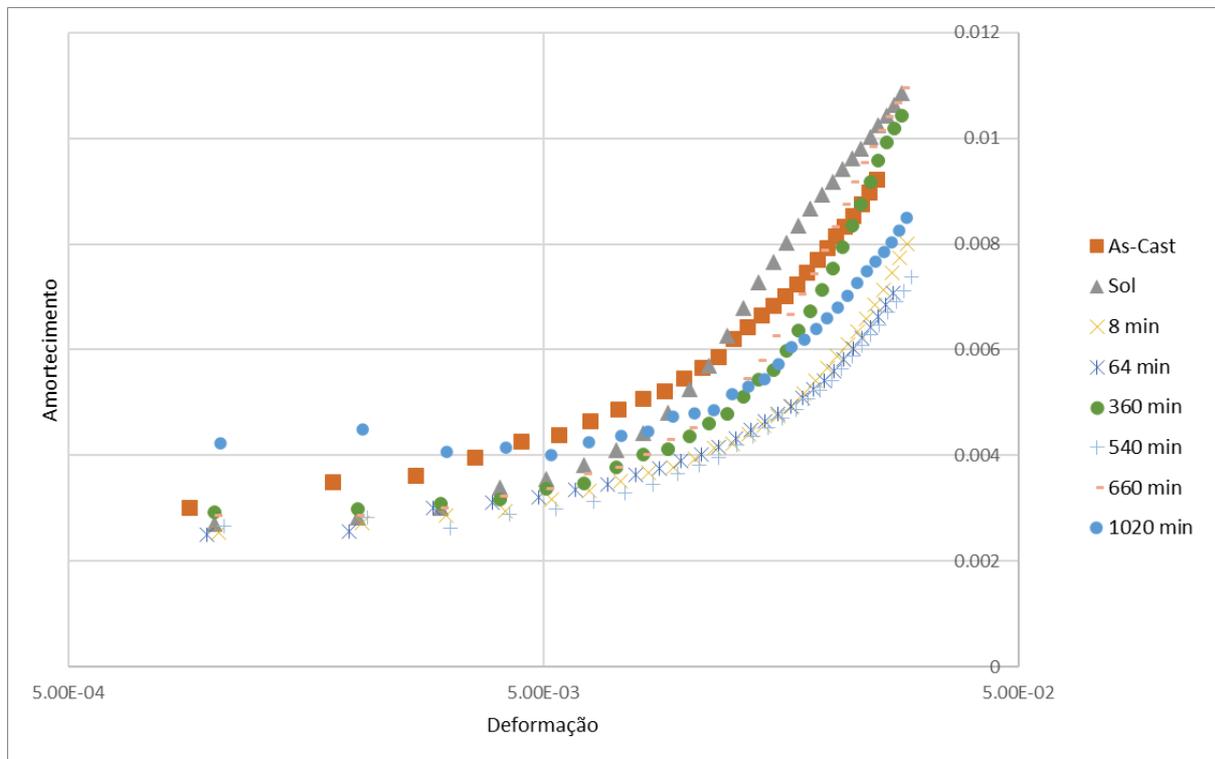


Figura 72 – Curvas de amortecimento para as várias condições de T.T. do ensaio “A356 + US”.

Pela análise das figuras percebe-se, à primeira vista, que existe uma diminuição do amortecimento à medida que se avança no tratamento térmico. No caso da Figura 71, é possível visualizar com clareza o

aspecto mencionado uma vez que a amostra *As-Cast* apresenta mais amortecimento sendo a amostra com o tratamento térmico T6 a que apresenta menor amortecimento. Por sua vez, no outro ensaio, o mesmo acontece sendo ainda possível diminuir mais o amortecimento ao realizar o envelhecimento durante mais tempo.

De facto, isto seria expectável tendo em conta o apresentado por Carneiro, Puga, & Meireles (2018). Os mesmos estudaram a influência do tratamento térmico na microestrutura, na tensão de cedência e na capacidade de amortecimento de uma liga A356. Segundo estes, o tratamento de solubilização permite aumentar a tensão de cedência e a capacidade de amortecimento. Porém, passando para o envelhecimento artificial, verificaram que, apesar da tensão de cedência continuar a aumentar, há uma diminuição do amortecimento.

Tendo em consideração as conclusões retiradas por Carneiro, Puga, & Meireles (2018) nos seus estudos, verifica-se que o mesmo acontece, sensivelmente, nos resultados obtidos neste trabalho. Em ambas as figuras é possível visualizar o aumento de amortecimento com o tratamento de solubilização não sendo, contudo, assim para todas as deformações. No caso do ensaio dos compósitos (Figura 71) isto observou-se apenas para baixas deformações ao passo que no outro ensaio (Figura 72) apenas ocorreu para deformações mais altas.

No tratamento de envelhecimento, tal como abordado anteriormente, verificou-se a diminuição do amortecimento. Isto deve-se ao facto de durante o envelhecimento haver precipitação que leva a um aumento da dureza e, com isso, as deslocações nas fronteiras de grão são retringidas. No entanto, a realização de um envelhecimento durante muito tempo (1020 minutos na Figura 72) leva ao aumento do amortecimento podendo, este, estar associado ao sobre-envelhecimento que, para além de provocar o aumento do amortecimento, reduz as propriedades mecânicas estáticas.

Analisada a influência do tratamento térmico no amortecimento, decidiu-se estudar o impacto da adição das partículas cerâmicas à liga de alumínio. Assim são apresentados os resultados das amostras sem tratamento térmico e das amostras com o T6 nas Figura 73 e Figura 74, respetivamente.

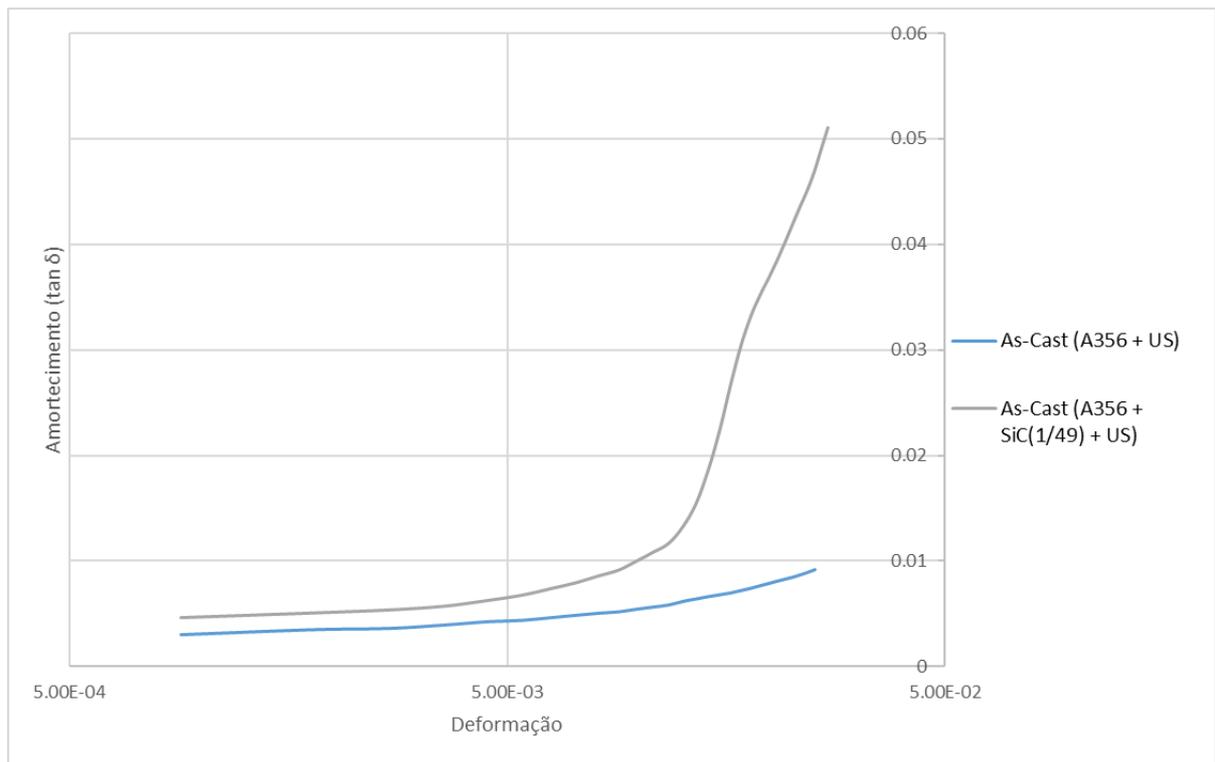


Figura 73 – Curvas de amortecimento das amostras *As-Cast* dos ensaios “A356 + SiC(1/49) + US” e “A356 + US”.

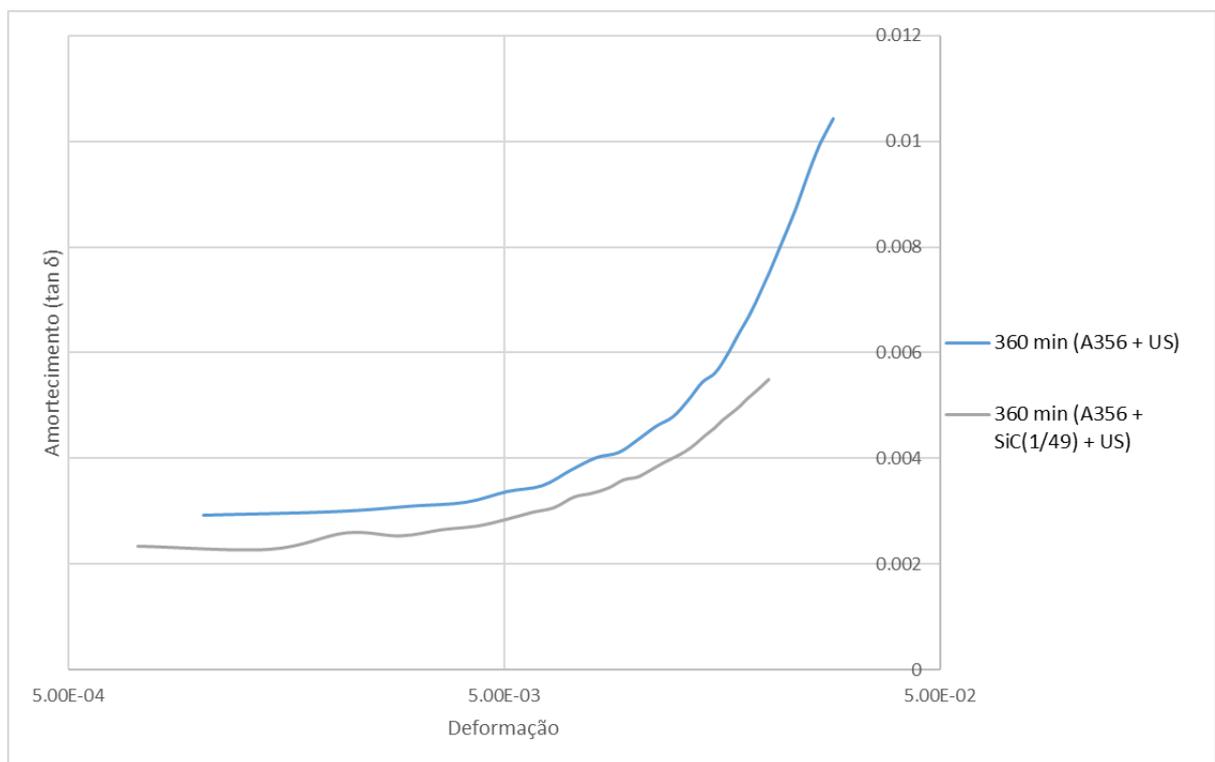


Figura 74 – Curvas de amortecimento das amostras com T6 dos ensaios “A356 + SiC(1/49) + US” e “A356 + US”.

Como se pode ver, nas amostras *As-Cast*, a liga com adição de partículas apresenta um amortecimento superior ao da liga sem partículas sendo a diferença entre as duas bastante elevada para deformações

mais altas. Porém, quando tratadas termicamente, verifica-se uma inversão. Na Figura 74, é possível visualizar que a liga com partículas SiC apresenta menor amortecimento que a liga sem adição de partículas.

Segundo o apresentado por Zhang, Perez, & Lavernia (1993), a adição de partículas cerâmicas, especialmente SiC e Al_2O_3 , provoca um aumento do amortecimento. Com a adição destas partículas, é introduzido um outro mecanismo para além do próprio amortecimento dos diferentes constituintes da matriz: a interface matriz/partícula. A presença deste novo mecanismo é o responsável pelo aumento generalizado do amortecimento, sendo este dependente da ligação partícula/matriz e do comportamento cinético da interface.

Para além disto, Alaneme & Fajemisin (2018) estudaram a influência da adição de partículas SiC numa liga de Al-Mg-Si e verificaram o aumento da capacidade de amortecimento com a adição de 8 % em massa de partículas SiC. Tendo em conta os mesmos, isto é devido, não só, ao amortecimento intrínseco da matriz e do material de reforço, mas também aos deslocamentos nas interfaces facilitados pela grande diferença no coeficiente de expansão térmica ($21,5 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ da liga de alumínio para $4,0 \times 10^{-6}/^{\circ}C$ das partículas SiC). Adicionalmente, o reforço das ligas de alumínio com partículas cerâmicas, neste caso SiC, gera também tensões residuais que facilitam o aparecimento de mais deslocamentos.

No entanto, o tratamento térmico T6, aliado à presença das partículas cerâmicas, leva a um aumento mais significativo da dureza e das tensões de cedência e de rutura em relação à liga sem qualquer adição. Para além disto, a precipitação que ocorre durante o envelhecimento artificial provoca uma restrição dos deslocamento nas interfaces que, tendo em conta a maior quantidade de deslocamentos presente no compósito, devido à adição das partículas cerâmicas, leva a uma diminuição mais acentuada da capacidade de amortecimento do compósito em relação à liga tratada por ultrassons sem adição de partículas cerâmicas.

5. CONCLUSÃO

Nesta última secção são tecidas algumas observações finais relativas ao trabalho realizado e aos resultados obtidos no âmbito desta dissertação.

Tendo em conta o facto do tema do trabalho ser bastante amplo, existem alguns aspetos a serem testados posteriormente. Assim, são apresentados no final do capítulo alguns trabalhos futuros.

5.1 Observações finais

Com a execução deste trabalho chegou-se a uma nova metodologia que passa por revestir esferas de alumínio com partículas cerâmicas utilizando um processo denominado de *ball milling*. Isto leva a que, tendo as esferas uma massa volúmica muito semelhante à da liga de alumínio, estas não se depositem no fundo do cadinho ou flutuem para a superfície do banho. Adicionalmente, utilizou-se o sistema de ultrassons por forma a auxiliar no processo de dispersão das partículas.

Inicialmente, foi estudada a eficácia do processo *ball milling* tendo-se verificado a possibilidade de revestir as esferas de alumínio com ou sem a ajuda das bolas cerâmicas que fazem parte do equipamento do *ball milling*.

Feito isto, foram realizados quatro ensaios, dois com adição de partículas SiC e os outros dois sem adição destas partículas. Estes últimos dois foram realizados por forma a ter um meio de comparação com os ensaios dos compósitos. O ensaio “A356 + US” foi processado utilizando o mesmo método do último ensaio dos compósitos (“A356 + SiC(1/49) + US”) e o ensaio “A356 + Árgon” apenas foi desgaseificado.

Com a execução destes ensaios, verificou-se que foi possível dispersar as partículas ao longo da matriz metálica. Por sua vez, em termos de propriedades mecânicas, foi possível verificar um pequeno aumento das mesmas. No que diz respeito à dureza, verificou-se um aumento de 1,6 % em relação ao ensaio realizado nos mesmos moldes do compósito e em termos de tensões de cedência e de rutura verificou-se um aumento de 14,6 % e 12,4 %, respetivamente. Com a adição das partículas cerâmicas também se verificou um aumento expectável do amortecimento nas amostras sem tratamento térmico, em resultado da adição de um novo mecanismo de amortecimento: a interface matriz/partícula cerâmica. Contudo, após a realização do tratamento térmico T6 o amortecimento diminuiu, chegando a valores inferiores aos obtidos para a liga sem adição de partículas.

Este aumento das propriedades mecânicas fruto da adição das partículas cerâmicas e da sua dispersão ao longo da matriz de alumínio permitiu cumprir o objetivo definido inicialmente. Assim poder-se-á indicar um procedimento para a fundição de componentes de alumínio micro e nano-reforçados com um conjunto de parâmetros ótimos: (i) realização de um *ball milling* durante 15 minutos com quantidades de partículas e de esferas variável dependendo das quantidades de partículas pretendidas no fundido; (ii) pré-aquecimento destas a 300 °C; (iii) fundição da liga de alumínio a 720 °C seguido de período de homogeneização e, por fim, do tratamento do banho de alumínio com ultrassons; (iv) adição das partículas no banho a 620 °C com aplicação de US para dispersão destas; (v) aumento da temperatura para os 660 °C com dispersão das partículas aos 640 e 660 °C; (vi) vazamento do metal para a moldação pré-aquecida a 250/300 °C.

5.2 Trabalhos futuros

Apesar do objetivo desta dissertação ter sido atingido e ter sido possível retirar algumas conclusões positivas, este é um tema em clara ascensão desde há uns anos atrás e que vem sendo estudado e testado por diversos investigadores. Desta forma, este é um trabalho que não tem o seu “fim” à vista pelo facto de existirem sempre novas soluções a serem testadas.

Assim, existem alguns aspetos que podem, e devem, ser examinados e testados:

- Testar maiores quantidades de SiC e comparar com os ensaios realizados neste trabalho;
- Testar a nova metodologia para a adição das partículas no banho de alumínio (*master alloy*);
- Testar o fabrico de compósitos de alumínio reforçados com SiC em moldação em areia;
- Testar outros tipos de reforços tais como o carboneto de boro, o carboneto de titânio e o óxido de alumínio;
- Testar diferentes tamanhos de partículas (nano e micro);
- Testar, em moldação em areia, o fabrico de compósitos com os restantes tipos de partículas e diferentes tamanhos.

BIBLIOGRAFIA

- Accuratus. (s.d.). *Silicon Carbide, SiC Ceramic Properties*. Obtido em 3 de junho de 2021, de Accuratus: <https://accuratus.com/silicar.html>
- Alaneme, K., & Fajemisin, A. (2018). Evaluation of the damping behaviour of Al-Mg-Si alloy based composites reinforced with steel, steel and graphite, and silicon carbide particulates. *Engineering Science and Technology*, 798-805.
- Alaneme, K., Ademilua, B., & Bodunrin, M. (2013). Mechanical Properties and Corrosion Behaviour of Aluminium Hybrid Composites Reinforced with Silicon Carbide and Bamboo Leaf Ash. *Tribology in Industry*, 25-35.
- Arunachalam, R., Krishnan, P. K., & Muraliraja, R. (2019). A review on the production of metal matrix composites through stir casting – Furnace design, properties, challenges, and research opportunities. *Journal of Manufacturing Processes*, 213-245.
- Behnamfard, S., Mousavian, R. T., Afkham, Y., Khosroshahi, R. A., Nekouee, K. A., & Brabazon, D. (2019). Dry Milling of Aluminum and Ceramic Nanoparticles for a Particulate-Injection Casting of Aluminum Matrix Nanocomposites. *Silicon*, 913-920.
- Beortek. (s.d.). *Microdurómetro Vickers*. Obtido em 2 de agosto de 2021, de Beortek: <https://beortek.es/shop/industria/durometria/durometros-vickers/microdurometro-vickers-fm-810/>
- Bhaskar, M., & Nallusamy, T. (2021). Degassing of Aluminum Metals and Its Alloys in Non-ferrous Foundry. Em G. Kumaresan, N. S. Shanmugam, & V. Dhinakaran, *Advances in Materials Research* (pp. 637-644). Springer.
- Britannica, T. E. (2008). *Silicon carbide*. Obtido em 3 de junho de 2021, de Encyclopaedia Britannica: <https://www.britannica.com/science/silicon-carbide>
- Campbell, J. (2003). *Castings* (2nd ed.). Oxford: Butterworth-Heinemann.
- Carneiro, V. H., Puga, H., & Meireles, J. (2018). Heat treatment as a route to tailor the yield-damping properties in A356 alloys. *Materials Science & Engineering*, 1-8.
- Casati, R., & Vedani, M. (2014). Metal Matrix Composites Reinforced by Nano-Particles - A Review. *Metals*, 65-83.

- Chak, V., Chattopadhyay, H., & Dora, T. L. (2020). A review on fabrication methods, reinforcements and mechanical properties of aluminum matrix composites. *Manufacturing Processes*, 1059-1074.
- Dayanand, S., & Babu, D. S. (2020). A Review on synthesis of AlB₂ reinforced aluminium matrix composites. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*.
- Djurđević, M. B., Odanović, Z., & Pavlović-Krstić, J. (2010). Melt quality control at aluminum casting plants. *Metallurgija*, 63-76.
- Ebhota, W. S., & Jen, T.-C. (2017). Effects of Modification Techniques on Mechanical Properties of Al-Si Cast Alloys. Em S. Sivasankaran, *Aluminium Alloys – Recent Trends in Processing, Characterization, Mechanical behavior and Applications* (pp. 59-80). IntechOpen.
- Eskin, G. I., & Eskin, D. G. (2010). Ultrasonic Processing of Aluminum Alloys for Grain Refining. *Proceedings of the 12th International Conference on Aluminium Alloys*, (pp. 638-645). Yokohama.
- Geetha, B., & Ganesan, K. (2015). The Effects of Ageing Temperature and time on Mechanical Properties of A356 Aluminium cast Alloy with red mud addition and Treated By T6 Heat Treatment. *Materials Today: Proceedings*, 1200-1209.
- Geo Drytech (Industrial Drying & Filtration). (2021). *Products - Ball Mill*. Obtido em 2 de agosto de 2021, de Geo Drytech (Industrial Drying & Filtration): <https://rotaryvacuumdryer.com/ballmill.html>
- Gotro, J. (14 de julho de 2014). *Thermoset Characterization Part 14: Introduction to Dynamic Mechanical Analysis (DMA)*. Obtido em 14 de outubro de 2021, de Polymer Innovation Blog: <https://polymerinnovationblog.com/thermoset-characterization-part-14-introduction-dynamic-mechanical-analysis-dma/>
- Green, J. (s.d.). *An Overview of Silicon Carbide Ceramic Materials*. Obtido em 3 de junho de 2021, de Advanced Ceramic Materials: <https://www.preciseceramic.com/blog/overview-of-silicon-carbide-ceramic/>
- Grilo, J., Carneiro, V. H., Teixeira, J. C., & Puga, H. (2021). Manufacturing Methodology on Casting-Based Aluminium Matrix Composites: Systematic Review. *Metals*.
- Group, V. E. (s.d.). *Microscópio óptico DM2500*. Obtido em 2 de agosto de 2021, de Medical Expo: <https://www.medicaexpo.com/pt/prod/leica-microsystems/product-70745-444258.html>

- Guan, R.-G., & Tie, D. (2017). A Review on Grain Refinement of Aluminum Alloys: Progresses, Challenges and Prospects. *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)*, 409-432.
- Hashim, J., Looney, L., & Hashmi, M. S. (2001). The wettability of SiC particles by molten aluminium alloy. *Materials Processing Technology*, 324-328.
- Hegde, S., & Prabhu, K. N. (2008). Modification of eutectic silicon in Al-Si alloys. *Journal of Materials Science*, 3009-3027.
- Hitachi. (s.d.). *Principle of Dynamic Mechanical Analysis (DMA)*. Obtido em 27 de outubro de 2021, de Hitachi High-Tech: <https://www.hitachi-hightech.com/global/products/science/tech/ana/thermal/descriptions/dma.html>
- Jian, X., Meek, T. T., & Han, Q. (2005). Refinement of eutectic silicon phase of aluminum A356 alloy using high-intensity ultrasonic vibration. *Scripta Materialia*, 893-896.
- Kopeliovich, D. D. (28 de julho de 2012). *Degassing treatment of molten aluminum alloys*. Obtido em 30 de setembro de 2021, de SubstTech - Substances & Technologies: https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=degassing_treatment_of_molten_aluminum_alloys
- León, C. A., & Drew, R. A. (2000). Preparation of nickel-coated powders as precursors to reinforce MMCs. *Journal of Materials Science*, 4763-4768.
- León, C. A., & Drew, R. A. (2002). The influence of nickel coating on the wettability of aluminum on ceramics. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 1429-1432.
- Li, Z., Jiang, R., Li, X., Jia, X., & Zhang, L. (2020). Microstructural Evolution and Wear Behavior of SiCp/7085 Composites Manufactured by Ultrasonic Stirring Casting. *Metals*.
- Malaki, M., Tehrani, A. F., Niroumand, B., & Gupta, M. (2021). Wettability in Metal Matrix Composites. *Metals*.
- Matest. (s.d.). *Jar mills*. Obtido em 2 de agosto de 2021, de Matest: <https://www.matest.com/en/product/a091-10-jar-mills>
- MatWeb. (s.d.). *Aluminum A356.0-T61, Permanent Mold Cast*. Obtido em 3 de junho de 2021, de MatWeb: <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=8f56dbfa35554690a2c3aaf7f89e7d69&ckck=1>

- MatWeb. (s.d.). *Silicon Carbide, SiC (Moissanite)*. Obtido em 3 de junho de 2021, de Matweb: <http://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=f2558d2f84b845038f57d3784e28e4d1>
- Mavhungu, S. T., Akinlabi, E. T., Onitiri, M. A., & Varachia, F. M. (2017). Aluminum Matrix Composites for Industrial Use: Advances and Trends. *Procedia Manufacturing*, 178-182.
- Mazaheri, Y., Emadi, R., & Meratian, M. (2017). An Experimental Investigation of Effects of Fluxes (Na₃AlF₆ and K₂TiF₆), Element Alloys (Mg), and Composite Powders ((Al + Ti)CP and (Al + B₄C)CP) on Distribution of Particles and Phases in Al-B₄C and Al-TiC Composites. *Metallurgical and Materials Transactions B*.
- Modern Casting. (15 de agosto de 2015). *Aluminum Degassing Methods & Measurements*. Obtido em 1 de outubro de 2021, de Modern Casting: <https://www.moderncasting.com/articles/2015/08/15/aluminum-degassing-methods-measurements>
- Mohanty, P., Mahapatra, R., Padhi, P., Ramana, C. V., & Mishra, D. K. (2020). Ultrasonic cavitation: An approach to synthesize uniformly dispersed metal matrix nanocomposites—A review. *Nano-Structures & Nano-Objects*.
- Molten Metal Equipment Innovations. (s.d.). *Degassing Process for Non-Ferrous Metals*. Obtido em 6 de outubro de 2021, de Molten Metal Equipment Innovations: <https://mmei-inc.com/degassing-process/>
- Mortensen, A. (2000). Melt Infiltration of Metal Matrix Composites. *Comprehensive Composite Materials*, 521-554.
- Porosity Solutions. (s.d.). *Fundamentals of The Reduced Pressure Test (RPT)*. Obtido em 30 de setembro de 2021, de Porosity Solutions: <https://porositysolutions.com/fundamentals-of-the-reduced-pressure-test/>
- Porosity Solutions. (s.d.). *Reduced Pressure Tester (RPT Test)*. Obtido em 30 de setembro de 2021, de Porosity Solutions: <https://porositysolutions.com/reduced-pressure-tester/>
- Puga, H., Barbosa, J., Seabra, E., Ribeiro, S., & Prokic, M. (2009). New Trends in Aluminium Degassing – A Comparative Study. *Fourth International Conference on Advances and Trends in Engineering Materials and their Applications*.

- Quested, T. E. (2004). Understanding mechanisms of grain refinement of aluminium alloys by inoculation. *Materials Science and Technology*, 1357-1369.
- Rahmat, A., Baharin, S., & Khangaonkar, P. R. (1995). Heat Treatment Behaviour of Metal Matrix Composites. Em P. N. Prasad, J. E. Mark, & T. J. Fai, *Polymers and Other Advanced Materials: Emerging Technologies and Business Opportunities* (pp. 159-167). Malaysia: Springer US.
- Razzaq, A. M., Majid, D. L., Ishak, M. R., & Uday. (2017). A Brief Research Review for Improvement Methods the Wettability between Ceramic Reinforcement Particulate and Aluminium Matrix Composites. *IOP Conference Series Materials Science and Engineering*. IOP Publishing.
- Sahu, M. K., & Sahu, R. K. (2018). Fabrication of Aluminum Matrix Composites by Stir Casting Technique and Stirring Process Parameters Optimization. Em T. Vijayaram, *Advanced Casting Technologies*. Índia: IntechOpen.
- Santos, A. C., Luz, A. P., & Ribeiro, S. (2015). Melting Temperature and Wetting Angle of AlN/Dy₂O₃ and AlN/Yb₂O₃ Mixtures on SiC Substrates. *Materials Research*, 957-962.
- Sigworth, G. K. (2008). The Modification of Al-Si Casting Alloys: Important Practical and Theoretical Aspects. *International Journal of Metalcasting*, 19-40.
- Sigworth, G. K. (2016). Gas Fluxing of Molten Aluminum: An Overview and Update. Em J. F. Grandfield, & D. G. Eskin, *Essential Readings in Light Metals: Volume 3 Cast Shop for Aluminum Production* (pp. 226-233).
- Song, Y., & Baker, T. N. (1994). Accelerated aging processes in ceramic reinforced AA 6061 composites. *Materials Science and Technology*, 406-413.
- Sorbothane. (s.d.). *What is the Tan Delta for Damping Material?* Obtido em 27 de outubro de 2021, de Sorbothane: <https://www.sorbothane.com/what-is-the-tan-delta-for-damping-material.aspx>
- Sukumaran, K., Pillai, S. G., Pillai, R. M., Kelukutty, V. S., Pai, B. C., Satyanarayana, K. G., & Ravikumar, K. K. (1995). The effects of magnesium additions on the structure and properties of Al-7Si-10SiCp composites. *Journal of Materials Science*, 1469-1472.
- Sun, P., Dong, Z., Chen, Y., Yan, H., Luo, C., Song, H., & Hu, Z. (2020). Characterization of Ni coating layer of Al₂O₃ particles and their wettability behavior in Al₂O₃@Ni/Al-10Si composites. *Applied Surface Science*.
- Surappa, M. K. (2003). Aluminium matrix composites: Challenges and opportunities. *Sadhana*, 319-334.

- Švecová, I., Tillová, E., & Kuchariková, L. (2020). Improving the quality of Al-Si castings by using ceramic filters. *Production Engineering Archives*, 19-24.
- Testing Machines, Inc. (s.d.). *Universal Tester 50kN AT*. Obtido em 21 de agosto de 2021, de Testing Machines, Inc.: <https://www.testingmachines.com/product/84-04-universal-tester-50kn-at>
- Total Materia. (setembro de 2003). *Aluminum and Aluminum Alloys Casting Problems*. Obtido em 6 de outubro de 2021, de Total Materia: <http://www.totalmateria.com/Article83.htm>
- Vanarotti, M., Kori, S. A., Sridhar, B. R., & Padasalgi, S. B. (2012). Synthesis and Characterization of Aluminium Alloy A356 and Silicon Carbide Metal Matrix Composite. *2012 2nd International Conference on Industrial Technology and Management* (pp. 11-15). Singapura: IACSIT Press.
- Zamani, M. (2015). *Al-Si Cast Alloys - Microstructure and Mechanical Properties at Ambient and Elevated Temperature*. Suécia.
- Zhang, J., Perez, R. J., & Lavernia, E. J. (1993). Documentation of damping capacity of metallic, ceramic and metal-matrix composite materials. *Journal of Materials Science*, 2395-2404.
- Zhou, W., & Xu, Z. M. (1997). Casting of SiC Reinforced Metal Matrix Composites. *Journal of Materials Processing Technology*, 358-363.